



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO PARA OS
MINERAIS QUARTZO E FELDSPATO UTILIZANDO
COLETORES CATIÔNICOS**

Bruno Castro Barbalho

Natal/RN
Maio/2012.

BRUNO CASTRO BARBALHO

**FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO PARA OS MINERAIS
QUARTZO E FELDSPATO UTILIZANDO COLETORES
CATIÔNICOS**

*Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-graduação em Engenharia Química da
Universidade Federal do Rio Grande do Norte
– UFRN em cumprimento às exigências para
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Química, sob a orientação do Professor Dr.
João Bosco de Araujo Paulo e Co-orientação
da Professora Dra. Raquel Franco de Souza.*

Natal/RN
Maio/2012.

Catálogo da Publicação na Fonte.
UFRN / CT / PPGEQ
Biblioteca Setorial “Professor Horácio Nicolas Solimo”.

Barbalho, Bruno Castro.

Flotação por ar dissolvido para os minerais quartzo e feldspato utilizando coletores catiônicos/ Bruno Castro Barbalho. - Natal, 2012.

86 f.: il.

Orientador: João Bosco de Araujo Paulo.

Co-orientador: Raquel Franco de Souza.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Tecnologia. Departamento de Engenharia Química. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

1. Flotação - Dissertação. 2. Flotação por ar dissolvido – Dissertação. 3. Mineral quartzo - Dissertação. 4. Mineral feldspato - Dissertação. I. Paulo, João Bosco de Araujo. II. Souza, Raquel Franco de. III. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. IV. Título.

RN/UF/BSEQ

CDU

BRUNO CASTRO BARBALHO

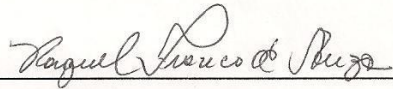
**FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO PARA OS MINERAIS QUARTZO E
FELDSPATO UTILIZANDO COLETORES CATIONICOS**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química - PPGEQ, da Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Aprovada em 04 de maio de 2012.



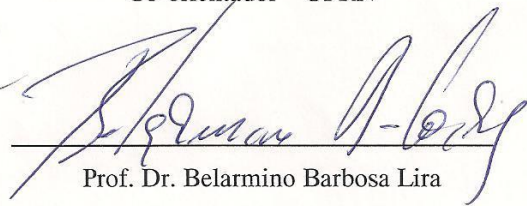
Prof. Dr. João Bosco de Araujo Paulo
Orientador – UFRN



Prof. Dr. Raquel Franco de Souza
Co-orientador – UFRN



Prof. Dr. Eduardo Lins de Barros Neto
Examinador Externo – UFRN



Prof. Dr. Belarmino Barbosa Lira
Examinador Externo – UFPB

BARBALHO, Bruno Castro - Flotação por ar dissolvido para os minerais quartzo e feldspato utilizando coletores catiônicos. Dissertação de mestrado, UFRN, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química – PPGEQ. Área de Concentração: Engenharia Química, Natal/RN, Brasil.

Orientador: Prof. Dr. João Bosco de Araújo Paulo

Coorientadora: Profa. Dra. Raquel Franco de Souza

RESUMO: No Rio Grande do Norte os pegmatitos respondem por grande parte da produção dos minerais industriais quartzo e feldspato. O quartzo e feldspato dos pegmatitos podem ocorrer em bolsões com dimensões centimétricas a métricas ou na forma de intercrescimentos milimétricos a submilimétricos. No caso dos intercrescimentos, a liberação física correta do mineral de interesse envolve a adequação granulométrica através de operações de redução de tamanho. O método no tratamento mineral que apresenta alta eficiência na recuperação de finos é a flotação. O presente trabalho tem como objetivo principal avaliar a recuperação de quartzo e feldspato potássico utilizando os coletores catiônicos diamina e sal quaternário de amônio no processo de flotação por ar dissolvido – FAD. Os testes foram realizados baseados em um planejamento central composto 2^4 , através do qual verificou-se estatisticamente a influência das variáveis de processo: concentração dos coletores sal quaternário de amônio e diamina, pH e tempo de condicionamento. A eficiência de flotação foi calculada a partir do grau de remoção de turbidez da solução. Resultados de máxima eficiência de flotação (60%) foram encontrados nas curvas de nível, plotadas nas condições de baixas concentrações dos coletores ($1,0 \times 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$). Estas altas eficiências de flotação foram obtidas operando-se na faixa de pH 4 – 8 com tempo de condicionamento variando de 3 a 5 minutos. Sendo assim, os resultados obtidos mostraram que as variáveis de processo desempenharam papéis importantes no processo de flotação por ar dissolvido em relação à flotabilidade dos minerais.

Palavras-chave: Minerais industriais; quartzo; feldspato; flotação por ar dissolvido; remoção de turbidez.

ABSTRACT

The pegmatite rocks in Rio Grande do Norte are responsible for much of the production of industrial minerals like quartz and feldspar. Quartz and feldspar are minerals from pegmatite which may occur in pockets with metric to centimetric dimensions or as millimetric to sub millimetric intergrowths. The correct physical liberation of the mineral of interest, in case of intergrowths, requires an appropriate particle size, acquired by size reduction operations. The method for treating mineral which has a high efficiency fines particles recovery is flotation. The main purpose of the present study is to evaluate the recovery of quartz and potassium feldspar using cationic diamine and quaternary ammonium salt as collectors by means of dissolved air flotation – DAF. The tests were performed based on a central composite design 2^4 , by which the influence of process variables was statistically verified: concentration of the quaternary ammonium salt and diamine collectors, pH and conditioning time. The efficiency of flotation was calculated from the removal of turbidity of the solution. Results of maximum flotation efficiency (60%) were found in the level curves, plotted in conditions of low concentrations of collectors ($1,0 \times 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$). These high flotation efficiencies were obtained when operating at pH 4 to 8 with conditioning time ranging from 3 to 5 minutes. Thus, the results showed that the process variables have played important roles in the dissolved air flotation process concerning the flotability of the minerals.

Keywords: Industrial minerals, quartz, feldspar, dissolved air flotation, removal of turbidity.

DEDICATÓRIA

A meus pais Edvaldo Barbalho Silva e Célia Gomes de Castro Silva, e minha irmã Bianka Castro Barbalho, por estar sempre presente, transmitindo força e coragem em toda a minha vida. A Odênia Alves pela paciência, carinho e companheirismo em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pelo dom da vida, saúde e por ter nele toda a minha fonte de inspiração.

Ao Professor João Bosco que brilhantemente me orientou durante toda a realização do trabalho. Como, também, a Professora Raquel Franco pelo co-orientação do trabalho realizado.

A minha família, meus Pais Edvaldo e Célia, pelo amor, carinho, atenção, educação, ensinamentos, paciência e confiança depositada em mim. A minha irmã Bianka pelo convívio harmonioso, pela amizade e respeito mútuo.

A Odênia Alves, que sempre está do meu lado me passando confiança, carinho e acima de tudo amor.

Agradeço aos companheiros de base de pesquisa Gustavo Medeiros e Ana Carla. Ao bolsista Bruno, que muito me auxiliou durante o trabalho.

Ao Sr. Frazão funcionário da UFRN.

As empresas Armil e Akzonobel.

Por fim agradeço a todos que de alguma forma contribuiu para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	XI
LISTA DE TABELAS	XIV
SIGLAS	XV
1 INTRODUÇÃO	2
2 OBJETIVOS	6
2.1 GERAL	6
2.2 ESPECÍFICOS.....	6
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	8
3.1 – QUARTZO E FELDSPATO.....	8
3.2 - CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DE MINERAIS	10
3.3 – FLOTAÇÃO	11
3.3.1 - Flotação por Ar Dissolvido – FAD	12
3.3.1.1 - Etapas da Flotação por Ar Dissolvido	13
3.3.3 - Sistema de Reagentes	16
3.3.3.1 - Coletores	16
3.3.3.2 - Espumantes.....	17
3.3.3.3 - Modificadores.....	17
3.3.4 - Flotação de Quartzo e Feldspato.....	17
3.4 – ESTUDO DO PONTO ISOELÉTRICO NA FLOTAÇÃO DOS MINERAIS QUARTZO E FELDSPATO	21
3.5 - PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	28
3.5.1 - Planejamento Fatorial Completo.....	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 - EQUIPAMENTOS E MATERIAIS	31
4.2 - CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA ESTUDADO.....	32
4.3 - MEDIDA DO PONTO ISOELÉTRICO.....	32
4.4 - PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	32
4.3.1 - Cálculo da Porção Fatorial do Planejamento (n_f)	33
4.3.2 - Cálculo da porção central do planejamento (n_c).....	34
4.3.3 - Cálculo do número total de ensaios do planejamento fatorial completo (N)	35
4.3.4 - Aleatoriedade dos testes.....	35

4.5 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL DE FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO.....	36
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
5.1 - CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA ESTUDADO.....	39
5.2 - MEDIDA DO PONTO ISOELÉTRICO.....	43
5.3 - RESULTADOS DOS TESTES DE FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO REALIZADOS COM PLANEJAMENTO CENTRAL COMPOSTO.....	45
5.3.1 - Análise de significância estatística para as variáveis independentes.....	48
5.3.2 - Equação do Modelo para a Região de Maior Eficiência de Flotação.....	52
5.3.3 - Análise da variância (ANOVA) do modelo estatístico.....	54
5.3.4 - Análise das Curvas de nível.....	55
5.3.4.1 - Curvas de nível variando-se Concentração da diamina (Conc.B) e Concentração do Sal quaternário de âmnio (Conc.A).....	55
5.3.5 - Análise dos Testes de Seletividade.....	61
6. CONCLUSÃO	63
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	66
ANEXO 1: FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA DE	72
PRODUTO QUÍMICO – FISPQ.....	72
ANEXO 2. TABELA DE DISTRIBUIÇÃO F DE FISHER $\alpha = 5\%$	85
ANEXO 3. TABELA DOS RESSULTDOS DA ANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTOMETRIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAOIS X DOS ENSAIOS DE SELETIVIDADE DE QUARTZO E FELDSPATO POTASSICO.....	86

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. Estrutura cristalina do quartzo. Cations de Si^{4+} na cor marrom e anions de O^{2-} na cor azul. (Fonte: www.webmineral.com)	9
Figura 3.2. Estrutura cristalina do feldspato potássico. Cations de Si^{4+} na cor marrom, anions de O^{2-} na cor azul e cátions de K^{1+} na cor verde. (Fonte: www.webmineral.com)	9
Figura 3.3. Representação esquemática de mecanismos de colisão (a) inercial, (b) gravitacional, (c) interceptação e (d) movimento browniano. As linhas grossas representam as trajetórias das partículas e as linhas finas representam as linhas de fluxo. (Fonte: MIETTINEN <i>et al</i> , 2010)	14
Figura 3.4. Resultados de flotação em função do pH com coletores sulfonato, diamina e oleato.....	19
Figura 3.5. Diagrama da distribuição das espécies de (a) diamina e (b) oleato.	19
Figura 3.6. Representação esquemática da dupla camada elétrica e do abaixamento do potencial elétrico através da dupla camada na interface mineral/água.	22
Figura 3.7. Modelo de adsorção das quatro regiões ou orientação reversa. Proposta da isoterma de adsorção e agregados do surfactante em substrato sólido.	24
Figura 3.8. Curva do potencial-zeta em função da concentração de cloreto de dodecilpyridinum em solução aquosa em pH 6,5 e 0,001 mol.L ⁻¹ de cloreto de sódio.	24
Figura 3.9. Resposta da flotação de quartzo em pH 6 – 7 em função da concentração de acetato de alquilamônio de diferentes comprimento de cadeia hidrocarbônica.....	25
Figura 3.10. Ponto de carga zero de quartzo natural determinado por mobilidade eletroforetica e medida de turbidez sem adição de surfactante ao sistema	26
Figura 3.11. Potencial-zeta do quartzo em função do pH em presença de diamina e sulfonato.	26
Figura 3.12. Potencial-zeta da microclina em função do pH em presença de diamina e sulfonato.....	27

Figura 3.13. Gráfico de ΔpH em função de pH para a sílica. A força iônica altera quando a concentração da solução passa de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ para 1 mol.L^{-1} usando KCl. O ponto de carga zero observado está próximo de pH igual a 2.....	28
Figura 4.1. Desenho do equipamento para Flotação por ar dissolvido em escala de bancada.	37
Figura 5.1. Difratoograma de Raios X da amostra de quartzo com os índices de Miller.....	40
Figura 5.2. Difratoograma de Raios X da amostra de feldspato potássico com os índices de Miller.....	41
Figura 5.3. Distribuição granulométrica da amostra de quartzo	42
Figura 5.4. Distribuição granulométrica da amostra de feldspato potássico.	42
Figura 5.5. Gráfico de ΔpH em função do pH final para o quartzo. O eletrólito de apoio foi o KCl, com variação na concentração de 10^{-2} para $10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$	44
Figura 5.6. Gráfico de ΔpH em função do pH final para o feldspato potássico. O eletrólito de apoio foi o KCl, com variação na concentração de 10^{-2} para $10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$	44
Figura 5.7. Histograma dos resultados obtidos nos testes do ponto central no planejamento estatístico para a flotação por ar dissolvido do quartzo.	48
Figura 5.8. Histograma dos resultados obtidos nos testes do ponto central no planejamento estatístico para a flotação por ar dissolvido do feldspato potássico.....	48
Figura 5.9. Carta de Pareto para os resultados obtidos de percentual de remoção de turbidez para o mineral quartzo, com erro puro de 1,566249, para o planejamento fatorial completo 2^4 . Em que: Conc.A (concentração de sal quaternário de amônio), Conc.B (concentração de diamina) e Tempo (Tempo de condicionamento).	51
Figura 5.10. Carta de Pareto para os resultados obtidos de percentual de remoção de turbidez para o mineral Feldspato potássico, com erro puro de 2,245689, para o planejamento fatorial completo 2^4 . Em que: Conc.A (concentração de sal quaternário de amônio), Conc.B (concentração de diamina) e Tempo (Tempo de condicionamento).....	51
Figura 5.11. Valores preditos vs. observados para os resultados de FAD de quartzo. Linha pontilhada corresponde a 95% de confiança.	53

Figura 5.12. Valores preditos vs. observados para os resultados de FAD de feldspato potássico. Linha pontilhada corresponde a 95% de confiança.	53
Figura 5.13. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 4, tempo de condicionamento = 2 min).	56
Figura 5.14. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 4, tempo de condicionamento = 2 min).	57
Figura 5.15. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 6, tempo de condicionamento = 3 min).	58
Figura 5.16. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 6, tempo de condicionamento = 3 min).	58
Figura 5.17. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 8, tempo de condicionamento = 4 min).	60
Figura 5.18. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 8, tempo de condicionamento = 4 min).	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1. Relação entre propriedades e técnicas de concentração de minerais	3
Tabela 4.1- Níveis das quatro variáveis independentes estudadas no planejamento fatorial completo 2 ⁴ no processo de flotação por ar dissolvido.....	33
Tabela 4.2. Valores da porção fatorial do planejamento fatorial completo.....	34
Tabela 4.3. Valores centrais do planejamento fatorial completo.....	34
Tabela 4.4. Valores codificados e número total de ensaios do planejamento fatorial completo.....	35
Tabela 4.5. Planejamento fatorial completo aleatório.....	36
Tabela 5.1. Resultado da análise química por espectrometria por Fluorescência de Raios X das amostras de quartzo e feldspato potássico.....	40
Tabela 5.2. Resultados de Flotação por ar dissolvido para os testes aleatórios.....	46
Tabela 5.3. Fatores de elevada significância estatística e estatisticamente significantes resultantes dos testes com mineral quartzo na região de maior eficiência de flotação por ar dissolvido.....	49
Tabela 5.4. Fatores de elevada significância estatística e estatisticamente significantes resultantes dos testes com mineral feldspato de potássio na região de maior eficiência de flotação por ar dissolvido.....	50
Tabela 5.5. Análise de Variância (ANOVA) para os resultados de flotação de quartzo.....	54
Tabela 5.6. Análise de Variância (ANOVA) para os resultados de flotação de feldspato potássico.....	55
Tabela 5.7. Percentual de feldspato potássico e quartzo no material flotado obtido nos testes de seletividade por flotação por ar dissolvido.....	61

SIGLAS

PIE:	Ponto Isoelétrico
FAD:	Flotação por Ar Dissolvido
r_c :	Raio do cátion
r_a :	Raio do ânion
pH:	Potencial Hidrogeniônico
FGD:	Flotação por Gás Dissolvido
V_a :	Volume teórico de ar dissolvido para flotação por litro de água saturada
K:	Constante de Henry
P_{sat} :	Pressão de Saturação
UNT:	Unidade Nefelométrica de Turbidez
ANOVA:	Análise de Variância

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1 Introdução

Os minerais de pegmatitos respondem por grande parte da produção de minerais industriais de silicatos como quartzo (sílica) e feldspato (aluminossilicato). Os mercados consumidores destes minerais estão nos mais diversos segmentos econômicos, destacando-se para o quartzo as indústrias óptica, eletrônica, de instrumentação, cerâmica e metalúrgica, enquanto para o feldspato destacam-se as indústrias de cerâmica, vidro, eletrodo para solda e tintas e vernizes (CETEM, 2003).

No ano de 2003 ocorreu o crescimento no aproveitamento das reservas dos pegmatitos da Província Pegmatítica Seridó-Borborema (PB/RN), motivada pelo crescimento da demanda de feldspato para uso cerâmico no Brasil e no exterior. No Estado do Rio Grande do Norte a demanda por feldspato cresceu devido à instalação, no município de Mossoró/RN, da fábrica Porcellanati Revestimentos Cerâmicos, sendo a maior produtora de porcelanato da América Latina. Na indústria cerâmica, o feldspato tem a função de formar uma fase vítrea no corpo, promovendo uma vitrificação e transluzimento, e ainda permite ao corpo cerâmico manter a forma após a queima (CETEM, 2005). Em relação ao quartzo, a sua aplicação é função do conteúdo de impurezas, defeitos no cristal e outras normas específicas que cada segmento industrial requer (CETEM, 2000).

No ano de 2008 não houve produção do cristal de quartzo sintético no Brasil, continuando assim a dependência brasileira deste produto, de importância estratégica para a indústria eletrônica nacional, com o continente asiático, que é o maior produtor mundial de quartzo sintético. A indústria de crescimento hidrotérmico de cristais de quartzo utilizando cristais naturais tem substituído em parte o cristal natural pelas barras sintéticas cultivadas. Contudo, ainda continua a dependência do mercado consumidor aos produtores mundiais dos grandes blocos naturais piezoelétricos que são usados exclusivamente para a geração de sementes usadas nos autoclaves das indústrias de cristais sintéticos (DNPM, 2011).

Há, entretanto, uma barreira no processo de produção brasileira de quartzo e feldspato que predomina no segmento que envolve o pequeno minerador e o minerador informal. Trata-se da ausência de capacitação tecnológica (na maioria dos mineradores), que impossibilita a agregação de valor ao bem mineral nas etapas de lavra e beneficiamento (DNPM, 2010).

O mineral feldspato apresenta-se normalmente associado ao quartzo, sendo ambos, minerais com propriedades similares. Isto é, ambos os minerais não são magnéticos e condutores, apresentam densidade próxima e propriedades superficiais semelhantes. Contudo, as propriedades superficiais podem ser modificadas através do uso de reagentes específicos aumentando as diferenças nas características superficiais. Com isso, a separação de feldspato do quartzo consiste em um desafio tecnológico devido às propriedades superficiais similares, entre estes minerais. A definição de uma rota tecnológica para separação destes minerais, notadamente quando eles se apresentam na forma de partículas finas, proporcionará o aproveitamento de maior número das jazidas de pegmatitos.

A capacitação tecnológica nos processos de mineração consiste basicamente em processos de separação das partículas minerais valiosas dos minerais de ganga, com a obtenção final de um produto concentrado, com um teor elevado e adequado do mineral desejado. As técnicas dependem das variações nas propriedades físicas ou químicas dos minerais e normalmente são obtidas pela passagem de um fluxo ou de uma quantidade de partículas através de um equipamento concentrador. As técnicas, também, dependem da viabilidade econômica. A Tabela 1.1 apresenta a relação entre as propriedades físicas ou químicas com as técnicas de concentração de minerais.

A liberação física correta do mineral de interesse envolve a adequação granulométrica através de operações de redução de tamanho, embora o grau de liberação aumente com a redução do tamanho das partículas, a seletividade diminui. O método no tratamento mineral que apresenta alta eficiência na recuperação de finos é a flotação. Este método aplicado em minerais de pegmatitos, como quartzo e feldspato, utiliza como coletor catiônico uma amina primária de cadeia longa (CHENYSHOVA et al., 2000).

Tabela 1.1. Relação entre propriedades e técnicas de concentração de minerais

Propriedades	Métodos
Ópticas	Escolha óptica (manual ou automática)
Densidade	Jigues, mesas, espirais, cones, ciclones, etc.
Forma, peso específico	Idem densidade
Susceptibilidade magnética	Separação magnética
Condutividade elétrica	Separação eletrostática
Radioatividade	Escolha do contador
Textura-friabilidade	Cominuição, classificação, hidrosseparação, peneira
Reatividade química	Hidrometalurgia
Reatividade de superfície	Flotação, eletroforese, aglomeração esférica, agregação ou dispersão seletiva.

Fonte: SAMPAIO e TAVARES, 2005.

As partículas com diâmetro menores que 100 μm , consistem em um problema para a flotação. Segundo Ramirez et al. (1999) e Rodrigues e Rubio (2007) partículas muito finas tem a probabilidade de colisão e adesão entre bolha e partícula reduzida devido às partículas tenderem a seguir as linhas de fluxo em torno da bolha, diminuindo a eficiência na colisão. De acordo com Rubio et al (2002), Nguyen et al (2006), Rodrigues e Rubio (2007) e Karaguzel (2010), o método de flotação por ar dissolvido (FAD) apresenta ampla aplicação na indústria de papel, indústria de processamento de alimentos, indústria petroquímica, unidades de tratamento de água potável e efluentes e sistemas de espessamento de lodos industriais, que envolvem partículas de tamanho menores que 100 μm , consideradas como coloidais e nanopartículas.

O presente trabalho busca avaliar estatisticamente o efeito da utilização de coletores catiônicos, sendo empregada uma diamina e um sal quaternário de amônio na flotação por ar dissolvido para os minerais quartzo e feldspato potássico, que representa uma paragênese bastante comum nos pegmatitos do Rio Grande do Norte. Para o estudo foi realizado um planejamento experimental fatorial completo 2^4 para otimização de custo e tempo dos experimentos. Em paralelo foi realizado a caracterização das amostras por espectrometria por fluorescência de raios X, difração de raios X e análise granulométrica. A determinação do ponto isoelétrico (PIE) dos minerais é obtida através do método de Mular e Roberts (1966), parâmetro de grande utilidade na interpretação dos dados obtidos no processo de flotação.

CAPÍTULO 2

OBJETIVOS

2 Objetivos

2.1 Geral

O presente trabalho tem como objetivo principal avaliar a recuperação dos minerais quartzo e feldspato potássico, utilizando coletores catiônicos tipo diamina e sal quaternário de amônio no processo de flotação por ar dissolvido - FAD.

2.2 Específicos

- Realizar a caracterização química das amostras de quartzo e feldspato potássico por espectrometria por fluorescência de raios X e mineralógica por difração de raios X objetivando confirmar o seu grau de pureza;
- Realizar a caracterização granulométrica das amostras para verificar o tamanho médio e a distribuição do tamanho das partículas;
- Realizar medidas pelo método de Mular e Roberts a fim de verificar o ponto isoelétrico dos minerais;
- Desenvolver uma metodologia para determinação da flotabilidade dos minerais com base na comparação da turbidez da dispersão gerada por agitação (mantida constante durante o condicionamento) com a turbidez remanescente após flotação;
- Estabelecer um processo de flotação por ar dissolvido dos minerais quartzo e feldspato potássico puros fazendo uso da metodologia desenvolvida;
- Com base no planejamento fatorial completo 2^4 verificar estatisticamente a influência das variáveis de processo: concentração dos dois coletores, pH e tempo de condicionamento, em relação à recuperação dos minerais, para cada condição, obtendo uma equação empírica para o processo.

CAPÍTULO 3

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3 Revisão Bibliográfica

Este capítulo se propõe a mostrar aspectos teóricos relacionados a minerais silicatos e sobre a flotação. Apresentam-se também alguns estudos realizados sobre a flotação de quartzo e feldspato.

3.1 – Quartzo e Feldspato

Cerca de 98% da crosta terrestre correspondem a oito elementos químicos: oxigênio, silício, alumínio, ferro, magnésio, cálcio, sódio e potássio. Desses oito elementos somente o oxigênio e silício são responsáveis por cerca de 70% da crosta. Esse fato explica por que os minerais que contêm silício e oxigênio, denominados silicatos, são os minerais mais abundantes na crosta terrestre (KLEIN, 2002).

Os silicatos, aluminosilicatos e sílica são os principais constituintes das rochas, areias e seus produtos de decomposição: as argilas e os solos. Dentro deste grupo o dióxido de silício, comumente chamado de sílica, se apresenta muito abundante na forma de quartzo (LEE, 2003).

O SiO_2 apresenta uma estrutura tridimensional na qual o silício apresenta-se ligado a quatro átomos de oxigênio formando um tetraedro, como mostra a Figura 3.1. Esta estrutura é possível graças a relação entre os raios do cátion, r_c , e do ânion, r_a . Sendo $r_c = 0,42\text{\AA}$ para Si^{4+} e $r_a = 1,40\text{\AA}$ para O^{2-} . Esta relação $r_c/r_a = 0,30$ encontra-se dentro da faixa de 0,414 a 0,255 para o qual o cátion leva a um número de coordenação 4 correspondente à estrutura tridimensional do tetraedro onde os íons estão o mais próximo possível. A diferença no arranjo está na maneira como os grupos aniônicos $[\text{SiO}_4]^{4-}$ estão ligados uns aos outros buscando sempre a estabilidade geométrica e eletrostática, como ocorre no quartzo e o feldspato (KLEIN, 2002).

Nos pegmatitos, o quartzo é um mineral indicador da própria ocorrência destas rochas. Devido ao fato de sua cristalização ocorrer em temperaturas mais baixas, durante a fase final de resfriamento do magma, e este resfriamento ocorrer no sentido dos contatos com as rochas encaixantes para o centro, uma grande quantidade de quartzo é formada na região central do veio. Este quartzo, após o processo de intemperização, gera um lineamento de cascalho que indica na superfície do terreno a ocorrência do pegmatito (KLEIN, 2002). Nos pegmatitos o

quartzo pode ser encontrado associado ao feldspato. Os feldspatos que ocorrem comumente nos pegmatitos incluem os K-feldspatos (KAlSi_3O_8) e albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) e entre albita e anortita ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). O ortoclásio é polimorfo de sanidina e microclina.

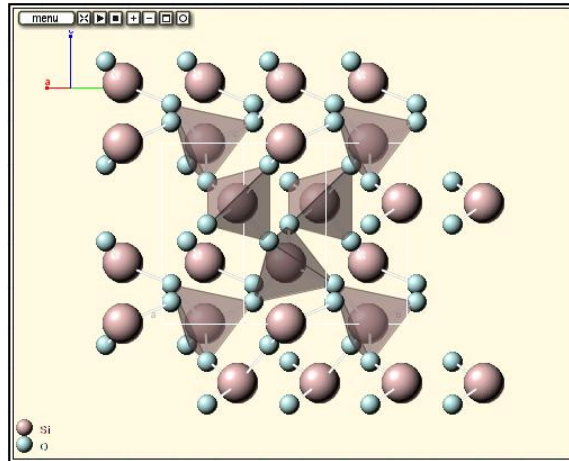


Figura 3.1 Estrutura cristalina do quartzo. Cátions de Si^{4+} na cor marrom e ânions de O^{2-} na cor azul. (Fonte: www.webmineral.com)

Feldspatos são compostos por tetraedros coordenados por Si e Al e interligados pelos oxigênios dos vértices. Nos tetraedros com Si a carga do cátion é dividida por 4 átomos de oxigênio o que leva a força eletrostática de cada ligação ser igual a 1. Nos tetraedros com Al a força da ligação eletrostática é $\frac{3}{4}$. Assim o oxigênio, compartilhado pelos dois tetraedros de Si e Al, tem uma valência eletrostática insatisfeita. A unidade de carga pode ser balanceada por cátions monovalentes como K^+ ou Na^+ ou bivalentes como o Ca^{2+} com número de coordenação 8, como mostra a Figura 3.2. Ao contrário, cátions como o Mg^{2+} ou Fe^{2+} , com coordenação 6, teriam contribuição de carga sem possibilidade de balanceamento. Devido a esse fato os feldspatos formam compostos com Ca, Na e K e não contêm Mg ou Fe (KLEIN, 2002).

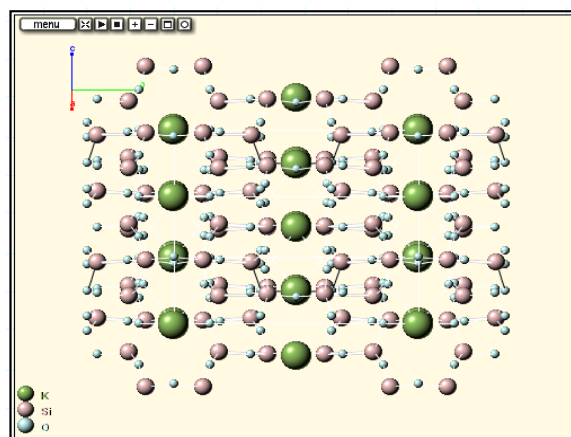


Figura 3.2 Estrutura cristalina do feldspato potássico. Cátions de Si^{4+} na cor marrom, ânions de O^{2-} na cor azul e cátions de K^{1+} na cor verde. (Fonte: www.webmineral.com)

Atkin *et al* (2003) sugerem que a reação que estabelece o aparecimento de cargas no dióxido de silício pode ser descrita pelas equações 1 e 2:



A magnitude das constantes de equilíbrio K_1 e K_2 nas equações 1 e 2, determinam a carga na superfície da sílica (ATKIN et al., 2003). Segundo Mielczarski, J.A. e Pokrovsky, O.S. (2006), a estrutura da superfície da sílica, em solução aquosa, não apresenta uma camada uniforme de silício, mas apresentam as espécies OH_2^+ , OH^0 e O^- em percentuais que depende do pH. Em pH 2 a densidade superficial dos grupos OH_2^+ e O^- apresentam valores iguais, tornando a superfície eletricamente neutra, mostrando uma boa conformidade com o valor do pH no ponto isoelétrico para o quartzo.

3.2 - Caracterização Química e Mineralógica de Minerais

A caracterização química de minerais e a determinação de suas propriedades permitem estudar as modificações na aplicação dos minerais e em processos de separação. Um dos caminhos que pode ser seguido para melhor conhecimento das propriedades dos minerais é o emprego das técnicas de difração de raios X (análise mineralógica) e fluorescência de raios X (análise química). A espectrometria por fluorescência de raios X fornece como resultados os elementos constituintes dos minerais com a sua proporção na forma de óxidos.

A fluorescência de raios X é uma importante técnica não destrutiva que permite não só uma análise qualitativa (identificação dos elementos presentes numa amostra), como também quantitativa, permitindo estabelecer a proporção em que cada elemento se encontra presente. Na fluorescência de raios X usa-se uma fonte de radiação de elevada energia produzindo íons excitados eletronicamente que voltam ao estado fundamental mediante transições que envolvem os elétrons dos níveis de maior energia (SKOOG D. A., 2002).

O método de difração de raios X, desenvolvido por Bragg em 1912, consiste em uma importante fonte de informação sobre os espaçamentos e arranjos dos átomos em materiais cristalinos. O fenômeno da difração ocorre da interação entre o vetor campo elétrica da radiação X com os elétrons da matéria que a radiação atravessa resultando no espalhamento do feixe. Quando os raios X são espalhados, ocorre à interferência (construtiva e destrutiva) entre os raios espalhados devido à distância entre os centros dos átomos e os comprimentos de

onda da radiação incidente serem de mesma ordem de grandeza (SKOOG D. A., 2002). O método permite a identificação mineralógica por comparação do difratograma obtido com cartões do banco de dados específico (JCPDS – Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

3.3 – Flotação

A flotação é a mais versátil e eficiente técnica de beneficiamento de minérios, sendo também a mais complexa. As demais técnicas baseiam-se nas diferenças de propriedades físicas (densidade, susceptibilidade magnética, condutividade, etc.). Há limitações evidentes nos métodos físicos de concentração. Essa limitação diz respeito ao fato de que os equipamentos não são eficientes para separar frações finas.

Em relação ao meio ambiente o processo de flotação apresenta baixa concentração de reagentes no efluente, grande número de reagentes orgânicos e biodegradáveis, tratamento simplificado dos efluentes para remoção de substâncias residuais e de sólidos suspensos. Em comparação com a lixiviação, pode-se dizer que para uma dada eficiência do processo, a quantidade dos rejeitos sólidos dispostos é menor.

A flotação se desenvolve em um meio onde as três fases (sólida, líquida e gasosa) estão presentes e participam intensamente do processo. A fase sólida representada pela mistura de minerais pode apresentar superfície polar ou apolar. As fases líquida e gasosa apresentam superfície polar e apolar, respectivamente. No processo o líquido comumente utilizado é a água e os gases comumente utilizados são oxigênio, hidrogênio e nitrogênio (BALTAR, 2008).

A técnica da flotação consiste em um processo de natureza físico-química que explora as diferenças de características superficiais dos diversos minerais. Os minerais com superfície polar são hidrofílicos (têm afinidade com a água) e aqueles com superfície apolar são hidrofóbicos (apresentam aversão à água) (SHAW, 2003).

Os minerais hidrofóbicos aderem às bolhas de ar e são transportados para a superfície de onde são removidos, enquanto os hidrofílicos permanecem em suspensão, com a superfície recoberta por moléculas de água (ADAMSON, 1997).

A hidrofobicidade de um sólido pode ser avaliada diretamente pelo ângulo de contato θ entre as fases sólida, líquida e gasosa. Quando este ângulo, medido por convenção na fase líquida, é

estabelecido, admite-se que o equilíbrio foi atingido entre as interfaces sólido-líquido, sólido-gás e gás-líquido, estando as mesmas mutuamente saturadas. Se o ângulo θ apresentar valores elevados, as bolhas espalham-se sobre a superfície e, portanto, o sólido que não foi molhado pelo líquido (meio aquoso) é considerado hidrofóbico (ADAMSON, 1997).

O ângulo de contato pode ser influenciado por diversos fatores, como, dificuldade na caracterização da rugosidade; dificuldade de distinção entre o ângulo de contato real e o aparente; dificuldade em distinguir entre rugosidade e superfície heterogênea. A superfície heterogênea depende da presença de impurezas e da adsorção de surfactantes, e o tamanho e forma da partícula que dependem das propriedades físico-químicas da superfície e das condições hidrodinâmicas (CHAU et al., 2009).

Como cada mineral apresenta uma superfície característica, teoricamente, a flotação pode ser aplicada em diversas situações. Além disso, este método proporciona mais tolerância às frações finas quando comparado aos métodos físicos de concentração. Entretanto, partículas menores que 100 μm consistem em um problema para a flotação. Portanto, a técnica de flotação por ar dissolvido apresenta aplicabilidade em diversos setores da indústria em que as partículas apresentam tamanho médio menor que 100 μm (RODRIGUES e RUBIO, 2007).

3.3.1 - Flotação por Ar Dissolvido – FAD

O processo por gás dissolvido (FGD) refere-se à flotação realizada na presença de gás dissolvido, como fonte geradora de bolhas. Na prática, qualquer gás pode ser usado, mas devido ao custo, o ar é comumente empregado na maioria das aplicações industriais. Assim, a flotação por gás dissolvido é denominada mais especificamente como flotação por ar dissolvido (FAD), (RODRIGUES, 2004).

O processo FAD caracteriza-se pela produção de um elevado número de microbolhas com diâmetro entre 30 e 100 μm . O ar é dissolvido em água em um saturador sob pressão (300-600 kPa) e quando esta água saturada com gás é injetada, à pressão atmosférica, na câmara de flotação, o gás em excesso é liberado sob a forma de microbolhas, que se aderem à fase em suspensão, promovendo a sua flotação. Uma desvantagem da FAD, quando se considera sua aplicação no beneficiamento de finos de minérios, reside na sua baixa capacidade de tratamento expressa em termos de teor de sólidos da polpa (RODRIGUES, 2004).

3.3.1.1- Etapas da Flotação por Ar Dissolvido

As etapas fundamentais em um sistema de FAD são: dissolução do ar na água, redução da pressão com formação de microbolhas e adesão bolha-partícula. A etapa de dissolução do ar na água é controlada pela disponibilidade de ar na flotação. A quantidade teórica de gás que pode ser dissolvida na água é determinada pela lei de Henry, que estabelece que a solubilidade de um gás em um líquido é proporcional à pressão parcial do gás. Assim, a quantidade teórica de ar disponível para flotação, quando a água saturada com ar, a uma pressão nominal P , é injetada na câmara de flotação, a pressão atmosférica, é dada pela Equação (3):

$$V_a = K P_{sat} \quad (3)$$

Em que:

V_a – volume teórico de ar dissolvido para flotação por litro de água saturada;

K – constante de Henry, expressa a solubilidade do gás por litro de água à pressão atmosférica em função da temperatura;

P_{sat} – Pressão de saturação.

Na etapa de redução da pressão, a formação de microbolhas é o resultado da cavitação/nucleação da água saturada com gás a altas pressões quando ocorre a brusca queda de pressão no estreitamento no dispositivo redutor de pressão, tal como o estreitamento do tipo Venturi ou “nozzles”. Na FAD em que o líquido é água com um alto conteúdo de gás dissolvido, a formação de bolhas é facilitada pela difusão do gás desde o líquido altamente sobre-saturado no estreitamento às cavidades gasosas que de outro modo se haveriam redissolvido além do estreitamento (RODRIGUES, 2004).

Os mecanismos responsáveis pela formação das microbolhas ainda não estão bem compreendidos. O fenômeno de desorção do gás dissolvido com formação de bolhas é freqüentemente chamado cavitação em um amplo sentido da palavra, isto é, formação de “buracos” (cavidades) no meio líquido, ou seja, vazios preenchidos de gás e/ou vapor. Pode ser chamado também, de nucleação de bolhas, embora este termo seja referido ao primeiro estágio da cavitação, isto é, criação ou surgimento das cavidades. Por analogia com o mecanismo da precipitação de substâncias sólidas, a expressão precipitação de gás dissolvido é também utilizada de modo geral para descrever o fenômeno da transformação do ar em supersaturação da fase líquida para fase gasosa. Em outras palavras, cavitação/nucleação é o

processo pelo qual a estrutura líquida é rompida para formar uma cavidade por meio de forças externas (RODRIGUES, 2004).

O processo de adesão na flotação apresenta três etapas bem definidas que ocorrem em seqüência: colisão, adesão e transporte. A primeira etapa é bastante influenciada pelo sistema hidrodinâmico, tamanho da partícula e diâmetro da bolha. Considera-se que a colisão ocorre quando uma partícula e uma bolha se aproximam tanto que as interações físico-químicas entre as partes começam a operar (BALTAR, 2008).

Segundo Nguyen *et al* (2006), Rodrigues e Rubio (2007) e Miettinen *et al.* (2010) a determinação da colisão bolha partícula envolve a avaliação das forças com que uma partícula desvia sua trajetória a partir das linhas de fluxo próximas à superfície da bolha, a ponto de colidir com a bolha. As forças que afetam o movimento das partículas são as forças gravitacionais, as forças inerciais e forças de arrasto hidrodinâmico. Dessas forças quatro mecanismos de colisão bolha-partícula envolvendo a inércia, a gravidade, interceptação e difusão browniana são mostrados na Figura 3.3. O mecanismo de colisão inercial é o mais provável para partículas grossas e densas, por não conseguir acompanhar as linhas de fluxo e tendem a se mover em uma trajetória retilínea. Se a densidade da partícula é maior do que a do fluido, as partículas apresentam certas velocidades de sedimentação e, portanto, sua trajetória desvia das linhas de fluxo. Este desvio pode fazer com que a partícula colida com a bolha, caracterizando a colisão gravitacional. No caso de colisão por interceptação, ocorrerá somente quando as partículas seguirem as linhas de fluxo que levam ao contato com a superfície da bolha. No caso de partículas coloidais, o movimento Browniano pode sobrepor-se à trajetória, devido ao movimento aleatório das partículas.

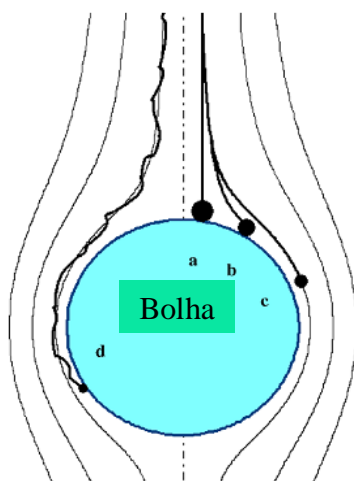


Figura 3. 3. Representação esquemática de mecanismos de colisão (a) inercial, (b) gravitacional, (c) interceptação e (d) movimento browniano. As linhas grossas representam as trajetórias das partículas e as linhas finas representam as linhas de fluxo. (Fonte: MIETTINEN *et al*, 2010)

Portanto, a etapa de colisão é função do movimento relativo de partículas e bolhas, sendo controlado pela força de cisalhamento produzido pelo movimento relativo entre o líquido e as partículas, pela força de atração gravitacional, com maior importância para partículas densas, de tamanho intermediário e partículas grossas, pela inércia e/ou momentum das partículas (partículas grossas) e pela difusão ou movimento browniano (partículas finas) (MIETTINEN *et al.*, 2010)

Segundo Rodrigues e Rubio (2007), Baltar (2008) e Miettinen *et al.* (2010) a etapa da adesão depende das interações interfaciais entre a bolha e a partícula, sendo fortemente favorecida pela hidrofobicidade da superfície mineral. Para que ocorra a adesão é necessário o deslocamento do filme hidratado da superfície mineral pela bolha de ar. Este fenômeno ocorre somente se a força resultante entre a superfície e a bolha de ar é de caráter atrativo, condição que é determinada pela hidrofobicidade da partícula.

No entanto, além deste critério termodinâmico, existe uma condição cinética para que ocorra a adesão, isto é, que o tempo de contato entre bolha e partícula seja maior que o tempo de indução (tempo necessário para o afinamento e deslocamento do filme hidratado da superfície). De acordo com Leech (1987) *apud* Rodrigues (2004), os materiais suspensos em meio aquoso podem aderir às bolhas de gás por um mecanismo com quatro etapas. As duas primeiras etapas constituem um sistema trifásico, que pode ser caracterizado pela tensão superficial e um ângulo de contato. Enquanto as duas últimas etapas ocorrem independentes das características superficiais da fase dispersa, mas dependem das características físicas da estrutura dos flocos. Na inclusão de bolhas de ar dentro dos flocos, as forças de adesão não são importantes, porque as bolhas estão incluídas na estrutura do floco. A ocorrência deste mecanismo será mais acentuada se os flocos forem maiores e possuir uma forma mais irregular. Na captura de flocos por bolhas, a adesão pode ser efetuada, porque o floco serve como um núcleo na formação da bolha, ou pela interação bolha-floco.

Por último, de acordo com Rodrigues e Rubio (2007), Baltar (2008) e Miettinen *et al.* (2010), para que a etapa no transporte da partícula hidrofóbica pela bolha seja completada, é necessário que não haja ruptura do agregado bolha-partícula. Com isso, uma vez estabelecida à linha de contato das três fases, o agregado bolha-partícula só pode ser desfeito por ação de forças externas, que depende das condições hidrodinâmicas existentes no processo. O transporte vai ocorrer quando o empuxo do conjunto partícula-bolha for maior do que o peso das partículas. Para tal, o sistema é favorecido com bolhas grandes e partículas pequenas.

3.3.3 - Sistema de Reagentes

A flotação, necessariamente, deve ser seletiva. Sendo assim, a probabilidade de êxito no processo será tanto maior quanto mais distintas forem as superfícies das espécies a serem separadas. Para viabilizar a operação, como a imensa maioria das espécies minerais apresentam superfície hidrofílica em diferentes níveis, o processo de flotação faz uso de reagentes que modificam ou aumentam as diferenças entre as características superficiais.

Os sistemas de reagentes são classificados segundo suas funções em Coletores, Espumantes e Modificadores. Outras substâncias podem ser empregadas como dispersantes “seqüestradores”, que retiram da solução cátions de metais pesados fornecendo compostos insolúveis do cátion indesejado, ou “Dissolvedores” do coletor (BALTAR, 2008).

3.3.3.1 - Coletores

Reagentes surfactantes que apresentam como função proporcionar propriedades hidrofóbicas às superfícies dos minerais. São compostos orgânicos heteropolares formados por uma parte iônica de caráter polar e uma parte covalente de parte apolar (PLETNEV, 2001). Os coletores podem ser classificados de acordo com a função química em:

- *Catiônicos*: corresponde a moléculas que se dissociam em solução formando cátions com cadeia hidrocarbônica e ânions hidratados. Consiste no grupo das aminas e seus acetatos. São adsorvidos e desorvidos fácil e rapidamente. São menos seletivos que os coletores aniônicos e mais afetados por modificadores de coleta. Sua aplicação típica é na flotação de não-metálicos, tais como quartzo, silicatos, aluminosilicatos e vários óxidos;
- *Aniônicos*: são compostos que se dissociam em água formando ânions com longa cadeia hidrocarbônica e cátions hidratados. Subdividem-se de acordo com a função química correspondente, em ácidos graxos e seus sabões, tiocarbonatos ou xantatos, sulfatos de alcoila ou arila, tióis ou mercaptanas, tiouréias, ditiofosfatos ou aerofloats, tiocarbamatos.
- *Não-iônicos*: são compostos que não se dissociam em íons e, portanto, não apresentam carga. Entretanto, dependendo do valor do pH os não-iônicos podem adquirir carga. Podem ser classificados em alcoóis, poliéter, ésteres ou suas combinações.
- *Anfotérico ou Zwitteriônico*: composto com grupo funcional capaz de transportar cargas de surfactantes catiônico e aniônico. Apresentam grupos fortemente ácidos e

grupo fortemente básico, tais como grupo sulfônico e amônio quaternário, respectivamente.

3.3.3.2 - Espumantes

Reagentes que apresentam estrutura molecular formada por cadeia hidrocarbônica e um grupo polar que pode ser iônico ou não-iônico (BAL TAR, 2008). Têm como função:

- Reduzir a tensão superficial – a absorção de um surfactante na interface líquido-gás reduz a tensão superficial resultando em uma maior estabilidade da bolha, o que é essencial para a formação da espuma;
- Evitar coalescência – a adsorção do espumante na interface líquido-gás diminui a permeabilidade da membrana interfacial, dificultando o fenômeno da coalescência. Esse fato contribui para manter a probabilidade de colisão com as partículas hidrofóbicas.
- Favorecer a adesão Partícula-Bolha – aumenta o tempo de contato da partícula com a bolha, após o choque. Isso favorece a probabilidade de adesão.

3.3.3.3 - Modificadores

Reagentes que apresentam a função de adequar a ação efetiva do coletor e aumentar sua seletividade. Tal grupo de reagentes possui uma subdivisão, de acordo com a sua função:

- Reguladores de pH;
- Ativadores – são íons que modificam a superfície do mineral que se deseja flotar, tornando-a atrativa para a coleta, ativando a adsorção do coletor. Entre os ativadores podem-se destacar os cátions metálicos;
- Depressores – modificam, seletivamente, a superfície de determinados minerais impedindo sua coleta, ou seja, deprimem a ação do coletor nas partículas indesejáveis, reagindo com a superfície do mineral de ganga, tornando-a hidrofílica (BAL TAR, 2008).

3.3.4 - Flotação de Quartzo e Feldspato

O mineral de quartzo encontra-se associado a outros tipos de minerais, dependendo da formação das rochas. Com isso, o quartzo compõe a ganga mineral de muitos processos de

beneficiamento, sendo motivo de muitos estudos envolvendo flotação com o objetivo de separar o mineral de interesse do quartzo que compõe a ganga mineral. Muito dos trabalhos envolve o uso de aminas e oleato de sódio como reagente coletor nos processos de flotação. Sal de alquilaminas primária de cadeia longa é usado como coletor em processos de flotação principalmente devido ao seu caráter anfifílico e a sua relativa alta solubilidade (VIDYADHAR et al., 2002a).

A adsorção de amina é função do pH, que para silicatos corresponde à faixa de pH 2 – 7. Em tal faixa de pH os silicatos apresentam carga superficial negativa. Com isso, a concentração de aminas na superfície do mineral é maior em relação ao seio da solução. Na faixa de pH 8 – 10 ocorre o processo de co-adsorção de moléculas neutras, resultando no fechamento da camada de micela na superfície do mineral, tornando a superfície hidrofóbica (VIDYADHAR et al., 2002b).

Vidyadhar et al. (2002a) realizaram estudos sobre o mecanismo de adsorção de alquilaminas de cadeia longa e seus sais de acetato em quartzo. Os ensaios foram realizados na faixa de pH 6 – 7, em tubo de Hallimond, com tempo de condicionamento de 5 min e fluxo de ar de 8 mL/min, e ainda na presença e ausência de alcoóis. Os reagentes apresentavam mesmo comprimento de cadeia hidrocarbônica e a amostra possui a granulometria de -150+38 μm . Segundo os autores, a flotação apresentou máxima recuperação dos minerais com coletor catiônico ou aniônico na faixa de pH onde existe surfactantes na forma iônica e de molécula neutra.

Vidyadhar e Rao (2007) investigaram o mecanismo de adsorção de uma mistura de coletores catiônico alquila diamina e aniônico sulfonato/oleato, ambos em concentrações de $5,0 \times 10^{-5}$ e $1,0 \times 10^{-4}$ mol/L, em sistemas feldspato/quartzo. O estudo foi realizado em tubo Hallimond, tendo a amostra granulometria de -150+38 μm , agitação constante em tempo de condicionamento 1 min e vazão de 8mL/min. Segundo os autores, no coletor aniônico nenhum mineral foi flotado na faixa de pH estudado. Enquanto, no coletor catiônico o quartzo foi flotado a partir pH 2,5 - 3,5 e o feldspato foi flotado a partir pH 1,5 - 2,0. A partir de pH 4 o comportamento foi o mesmo para os dois minerais, como pode ser visto na Figura 3.4.

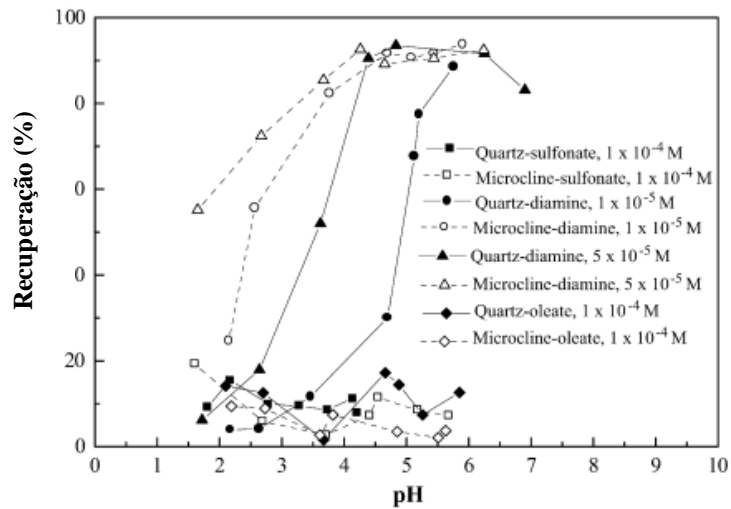


Figura 3. 4. Resultados de flotação em função do pH com coletores sulfonato, diamina e oleato. (Fonte: VIDYADHAR e RAO, 2007)

A flotabilidade do quartzo e feldspato em pH próximo a 2 corresponde a um maior número de espécies iônicas de amina nesta região, enquanto, para o oleato ocorre um maior número de espécies moleculares, como pode ser visualizado nas Figura 3.5(a) e Figura 3.5(b). A solução com sulfonato catiônico e aniônico pode resultar na neutralização com a formação de complexos ou precipitados (VIDYADHAR e RAO, 2007).

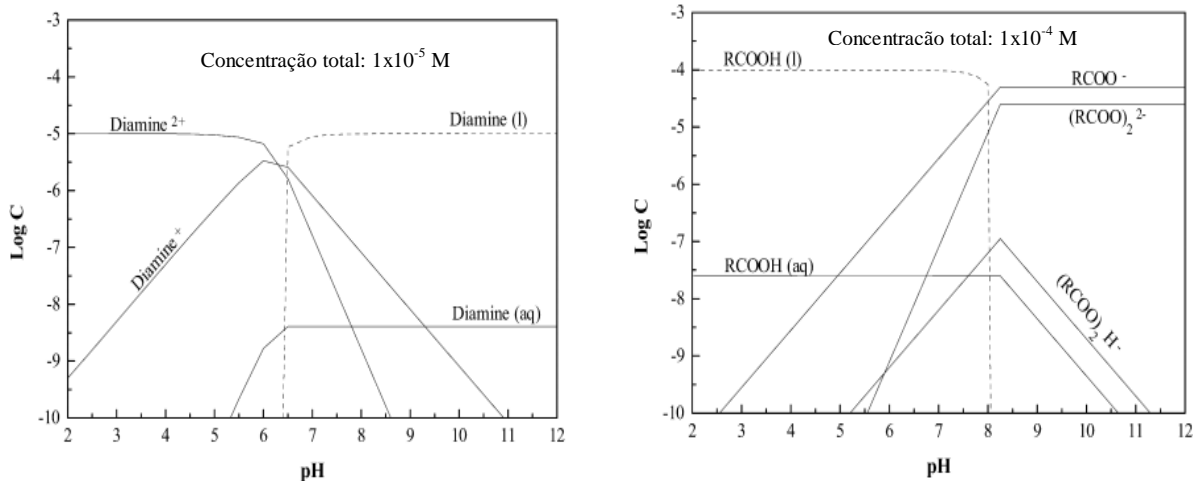


Figura 3.5. Diagrama da distribuição das espécies de (a) diamina e (b) oleato. (Fonte: VIDYADHAR e RAO, 2007)

Em um estudo realizado por Viera e Peres (2007), a flotação reversa de quartzo foi realizada e verificou-se a recuperação de partícula finas (-74 a +38 μm) e grosseiras (-297 a +150 μm) de quartzo, utilizando dois coletores, uma monoamina e uma diamina, com concentrações de 20, 40, 60 e 80 g/t, em pH básico 9, 10 e 10,5. Os autores observaram que em ambos os tipos de aminas, com o aumento do pH (pH = 10,5) as espécies moleculares prevalecem sobre as

espécies iônicas, diminuindo a flotabilidade do quartzo, sendo que neste pH as partículas finas podem ser arrastadas para a espuma. Em pH = 9 as espécies iônicas prevalecem sobre as espécies moleculares, apresentando boa adsorção nas partículas grosseiras de quartzo aumentando a flotabilidade da quartzo.

Yuhua e Jianwei (2005) realizaram um estudo para obter um novo coletor catiônico com melhor seletividade em relação ao alquil amina para completa seletividade na flotação de sílica a partir de minério de ferro. A faixa de pH estudada foi de 2-12 e a concentração dos coletores, de sais de amônio quartenário foram $10^{-5} - 10^{-4}$ mol/L. Como resultado os autores obtiveram uma eficiente recuperação de quartzo na faixa de pH entre 6 e 7. Para a mistura de cloreto de dodecildimetil amônio e cloreto de dodeciltrimetil amônio foi possível separar o quartzo da magnetita por flotação reversa, mas foi necessário adicionar um depressor (quebracho) para separar quartzo de hematita.

No estudo de partículas finas e ultrafinas, Englert *et al* (2009) realizaram flotação por ar dissolvido de amostra de quartzo com diâmetro de partícula menores que 100 μm usando como coletor amina de alquil éter propileno em pH 6,2. No estudo realizado foi caracterizado o tamanho das bolhas e observaram que 71 % (em volume) e 94 % (em número) de bolhas apresentaram tamanho menor que 100 μm , claramente mostrando que no experimento de FAD são essencialmente compostos por microbolhas.

Os autores observaram que a recuperação total de partículas de quartzo ocorreu na faixa de 9,1 % para 0 mg.g^{-1} de coletor a 53,3 % para 1 mg.g^{-1} de coletor (p% em massa). Esses valores são considerados altos para a recuperação de partículas finas. Também, observaram um mínimo na recuperação do quartzo com tamanho de partículas aproximadamente de 3-5 μm , tendo um aumento na recuperação de partículas maiores que 20 μm . Isso pode ser explicado pela mudança do mecanismo de colisão partícula-bolha de convecção para difusão (movimento Browniano) (ENGLERT *et al.*, 2009).

Karagüzel (2010) realizou estudo de flotação por ar dissolvido para separação de albita de minério de ferro a partir do lodo gerado em uma planta de beneficiamento da Turquia. No estudo foi utilizado amostras com tamanho -38 μm de concentrado de albita, concentrado de ferro no primeiro estágio e lodo no segundo estágio, sendo usado coletores aniônicos BD-15 e oleato de sódio, espumante óleo de pinho e dispersante $\text{Na}(\text{PO}_4)_6$ e tendo como variáveis concentração de coletor, pH, tempo de condicionamento e tempo de drenagem. Para a

flotação foram realizados dois métodos. O método I correspondendo à flotação por ar dissolvido tradicional, com bolhas de 10-100 μm , enquanto o método II correspondeu à flotação por ar dissolvido com bolhas carregadas.

Os resultados de seletividade variando a concentração do coletor de 0 a 1000 mg/L em pH 8-9 indicaram que a flotação da albita praticamente não aumenta com o aumento da concentração do coletor BD-15. A recuperação da albita ocorreu em torno de 20-30 % para o método I e II, respectivamente. Entretanto, a recuperação de minério de ferro aumenta com a concentração do coletor, tendo o método II melhor resultado com 76 % de recuperação com 1000mg/L de coletor. Em relação às outras variáveis, o melhor pH para a separação ocorreu em 4, com 5 minutos para o tempo de condicionamento e tempo de drenagem. No segundo estágio obteve-se uma recuperação de 84,85 % $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ da amostra de lodo. Os resultados indicaram que o método II apresentou uma eficiência maior do que o método I em termos de seletividade de separação de minerais (KARAGÜZEL, 2010).

Segundo Waters *et al.* (2008), a razão está no fato de que enquanto no sistema tradicional ocorre interações hidrofóbicas e eletrostáticas entre a partícula e a bolha, no método da bolha carregada ocorre somente interações eletrostáticas entre a partícula e a bolha. Waters *et al.* (2008) obtiveram 81,8 % de recuperação de CuO na separação de amostra de -10 μm de CuO e SiO_2 com coletor aniônico dodecilsulfato de sódio, pelo método da bolha carregada contra 76,5 % do método tradicional.

3.4 – Estudo do Ponto Isoelétrico na Flotação dos Minerais Quartzo e Feldspato

O processo de separação de minerais por flotação fundamenta-se na seletividade de adsorção de coletores, isto é, surfactantes orgânicos na interface mineral/água. A medida direta na quantidade de reagente adsorvido permite uma análise físico-química do fenômeno de adsorção em relação à seletividade (FUERSTENAU e JIA, 2005).

A adsorção de reagentes na interface mineral/água é influenciada pelo fenômeno da dupla camada elétrica. Alguns efeitos encontrados são o sinal e magnitude da carga superficial, controlando a adsorção física dos agentes de flotação, como também, a alta carga superficial inibindo a quimissorção dos coletores (SHAW, 2003).

Na região da interface sólido-líquido ocorre excesso de carga, positiva ou negativa, na superfície do sólido, balanceada por uma região difusa com carga oposta (termo contra-íons) formando assim a dupla camada elétrica. A Figura 3.6 ilustra uma representação da dupla camada elétrica e o abaixamento do potencial elétrico em função da distância. Os planos β e δ representam, respectivamente, o plano interno e externo de Stern (FUERSTENAU e PRADIP, 2005).

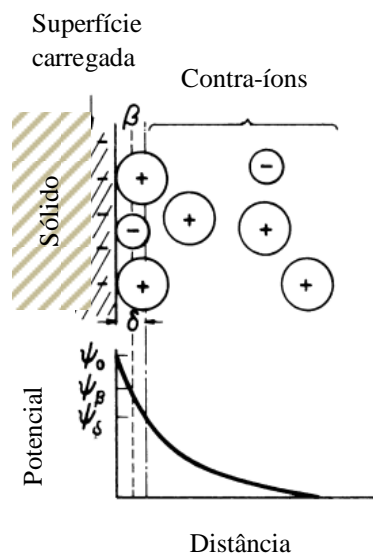


Figura 3. 6. Representação esquemática da dupla camada elétrica e do abaixamento do potencial elétrico através da dupla camada na interface mineral/água. (Fonte: FUERSTENAU e PRADIP 2005)

A adsorção de coletores é controlada em muitos casos pela dupla camada elétrica. Diferentes parâmetros que quantificam a dupla camada elétrica são usados para interpretar o comportamento da flotação, particularmente na seletividade da adsorção dos coletores. Estes incluem fatores de magnitude da carga superficial, o ponto isoelétrico, o potencial interfacial, a espessura da dupla camada elétrica, adsorção específica do coletor e o fenômeno de troca iônica (SHAW, 2003).

O parâmetro comumente utilizado para descrever o comportamento em um processo de flotação é o ponto isoelétrico. Este ponto é importante porque representa a mudança na carga superficial do mineral o que torna possível estimar o sinal da carga superficial original e seu efeito na adsorção dos íons. A neutralidade elétrica é mantida pelos contra íons, que ficam na camada difusa. Tal camada se estende a partir da superfície para o seio da solução e depende da composição, podendo causar troca iônica entre a dupla camada (ADAMSON, 1997).

A adsorção pode ocorrer quando os contra íons adsorvem na superfície por força de atração eletrostática e ligação hidrofóbica (interação de Van der Waals entre cadeia hidrocarbônica),

chamada de fisissorção. Como, também, pode ocorrer com formação de ligação covalente entre o surfactante e os sítios dos átomos do metal na superfície, o equivale à quimissorção (FUERSTENAU e PRADIP, 2005).

Na adsorção física, a alta densidade de adsorção provoca interação entre as cadeias hidrocarbônicas e a formação de agregados na superfície, denominados de hemimicelas, que dependem do comprimento da cadeia hidrocarbônica. As associações das cadeias hidrocarbônicas dos íons surfactantes adsorvidas contribuem para a energia livre de adsorção tal que o potencial-zeta pode ser revertido. Abaixo do ponto de reversão do potencial-zeta os íons do surfactante adsorvem fisicamente o grupo polar orientado para a superfície sólida carregada, causando um aumento na hidrofobicidade. Entretanto, acima do ponto de reversão de carga no potencial-zeta o grupo carregado começa a se orientar para a solução produzindo um efeito pronunciado na molhabilidade do sólido (FUERSTENAU e JIA, 2004).

Na adsorção química ocorre a formação de uma monocamada com ângulo de contato específico, mas não há formação de uma segunda camada com orientação reversa. A adsorção química pode ocorrer com compostos contendo 2 ou 3 carbonos na cadeia hidrocarbônica (FUERSTENAU e JIA, 2004).

No fenômeno de adsorção física, segundo Fuerstenau e Jia (2004) e Atkin *et al.* (2003) os íons dos surfactantes exibem quatro regiões distintas de adsorção baseadas na concentração do surfactante. A região I corresponde a região de baixa densidade de adsorção. Nessa região os íons do surfactante adsorvem individualmente via interação eletrostática sem associação cadeia hidrocarbônica-cadeia hidrocarbônica, ambos na camada difusa e no plano de Stern da superfície com o grupo polar orientado para os sítios carregados da superfície. Este corresponde a um potencial-zeta constante se a força iônica for constante. A região II ocorre quando a densidade de adsorção chega a um nível próximo da concentração micelar crítica com formação de hemimicelas, a partir da associação cadeia hidrocarbônica-cadeia hidrocarbônica do surfactante adsorvido. Observa-se que os surfactantes são adsorvidos com o grupo polar orientado para a superfície, enquanto o grupo apolar da cadeia hidrocarbônica está orientado para a solução. Isso cria manchas hidrofóbicas na superfície. A região III acredita-se corresponder ao crescimento das estruturas formadas na região II, sem qualquer aumento do número de agregados na superfície. Nessa região, o grupo polar passa a se orientar para a solução, tornando a superfície hidrofílica novamente. A transição entre a região II e região III ocorre quando a neutralização de carga na superfície. Isto corresponde ao

ponto de reversão de carga no potencial-zeta. Finalmente, a região IV a morfologia da superfície é assumida como uma bicamada completamente formada. Ocorre em concentração de surfactantes próximo ou igual a concentração micelar crítica. Novos aumentos na concentração de surfactante na solução não conduzem a novos aumentos no excesso de superfície. A Figura 3.7 mostra o esquema do modelo de adsorção das quatro regiões e a isoterma da densidade de adsorção em função da concentração do surfactante.

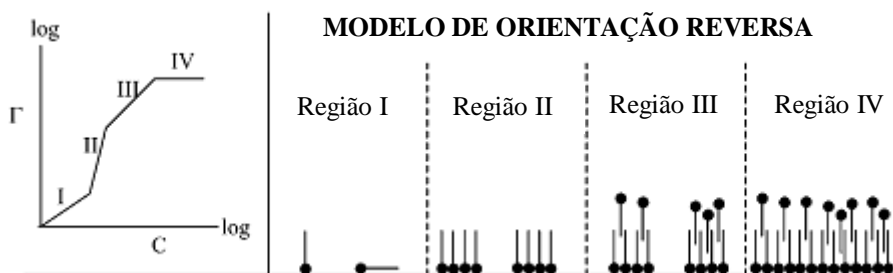


Figura 3.7. Modelo de adsorção das quatro regiões ou orientação reversa. Proposta da isoterma de adsorção e agregados do surfactante em substrato sólido.
(Fonte: ATKIN *et al*, 2003)

A Figura 3.8 mostra a curva do potencial -zeta para o quartzo em função da concentração de cloreto de dodecilpyridinium. Na curva se observam as quatro regiões distintas. Na região 1 a leve dependência da concentração ocorre devido a específica adsorção e os íons dodecilpyridinium trocam com íons sódio na dupla camada elétrica. Na região IV, a formação da bicamada aumenta a hidrofobicidades, mas apresenta baixa flotabilidade (FUERSTENAU e JIA, 2004).

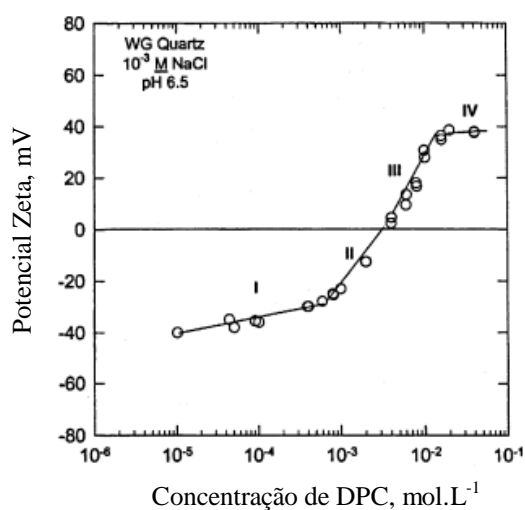


Figura 3. 8. Curva do potencial-zeta em função da concentração de cloreto de dodecilpyridinium em solução aquosa em pH 6,5 e 0,001 mol.L⁻¹ de cloreto de sódio.
(Fonte: FUERSTENAU e JIA, 2004)

No processo de flotação parâmetros como tamanho na cadeia carbônica e pH influenciam o processo de adsorção. A Figura 3.9 apresenta resultado de flotação realizado em tubo de Hallimond em pH 6 – 7 no quartzo, mostrando que a concentração do coletor necessária para a flotação decresce sistematicamente com o aumento do comprimento da cadeia de sal de amônio (FUERSTENAU e PRADIP, 2005).

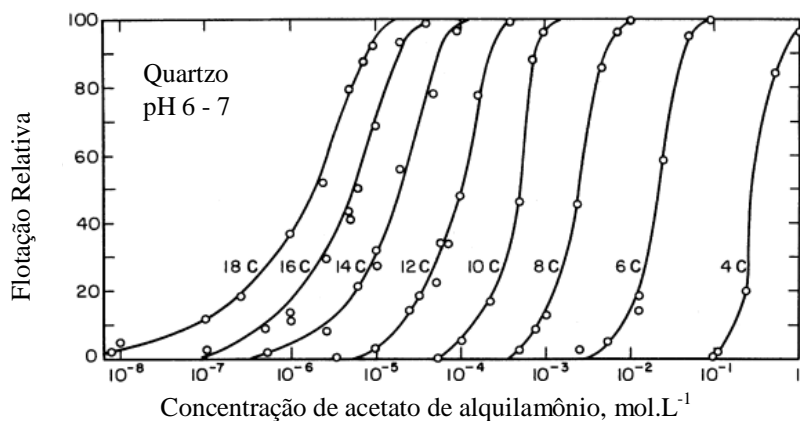


Figura 3. 9.- Resposta da flotação de quartzo em pH 6 – 7 em função da concentração de acetato de alquilamônio de diferentes comprimento de cadeia hidrocarbônica.
(Fonte: FUERSTENAU e PRADIP, 2005)

Na recuperação do quartzo e feldspato em diversos sistemas minerais, uma das ferramentas utilizadas para estudar o fenômeno de adsorção é a medida do potencial-zeta, com o objetivo de obter o ponto isoelétrico. Vidyadhar e Rao (2003) após teste de flotação realizaram medidas de potencial-zeta em amostras de albita e microclina em função do pH, observou-se que a extrapolação da curva para albita e microclina indica que o ponto isoelétrico das amostras ocorre em pH 1,5. Abaixo de pH 5, a microclina é ligeiramente mais negativa do que a albita.

Fuerstenau e Jia (2004), realizaram estudos com surfatante catiônico (Cloreto de alquilpiridina) em partículas de quartzo e realizaram medidas de potencial-zeta, em solução de cloreto de sódio 10^{-3} mol.L⁻¹, obtendo para a amostra de quartzo ponto isoelétrico em pH 2, como mostra a Figura 3.10. Vidyadhar e Rao (2007), no estudo com coletores catiônico e aniônico realizaram medidas do potencial-zeta para a amostra de quartzo e feldspato, também, obtiveram o ponto isoelétrico do quartzo em água em pH 2 e extrapolando a curva o ponto isoelétrico da microclina (feldspato) ocorre em pH 1,5.

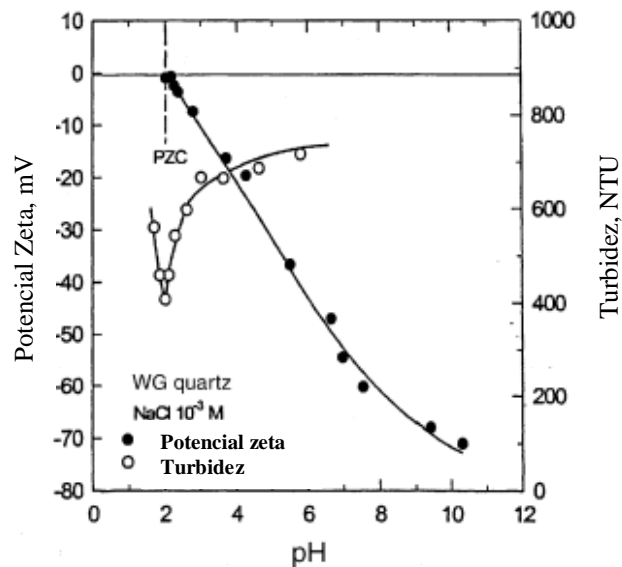


Figura 3. 10. Ponto de carga zero de quartzo natural determinado por mobilidade eletroforética e medida de turbidez sem adição de surfactante ao sistema (Fonte: FUERSTENAU E JIA, 2004)

As Figuras 3.11 e 3.12 apresentam a medida do potencial-zeta do quartzo e da microclina em presença de diamina e sulfato e mistura diamina/sulfato em função do pH. Em ambos os casos a diamina apresenta grande influência no potencial-zeta. Os minerais adquirem carga positiva até cerca de pH 7 e acima desse valor, ocorre a diminuição do potencial-zeta com uma taxa de reversão ocorrendo em torno de pH 10. O sulfonato diminui a carga negativa do quartzo em todos os valores de pH e de forma menos significativa para a microclina. Na presença da mistura de 1:2 de diamina/sulfonato, o potencial-zeta é menos negativo do que na presença de sulfonato sozinho, entretanto é mais negativo quando comparado com a diamina (VIDYADHAR e RAO, 2007).

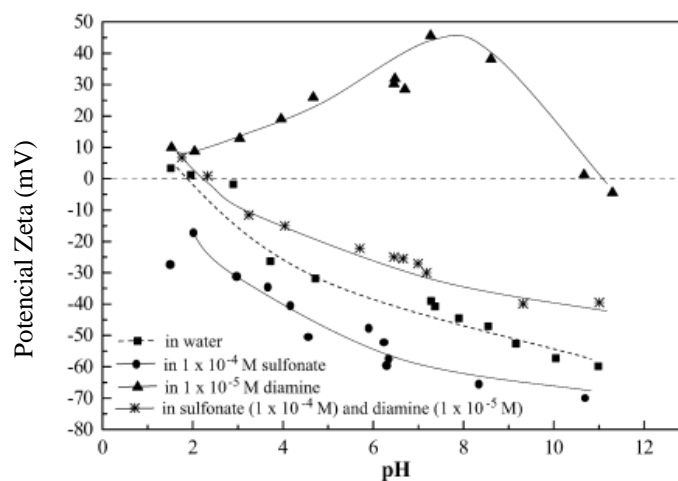


Figura 3. 11. Potencial-zeta do quartzo em função do pH em presença de diamina e sulfonato. (Fonte: VIDYADHAR e RAO, 2007)

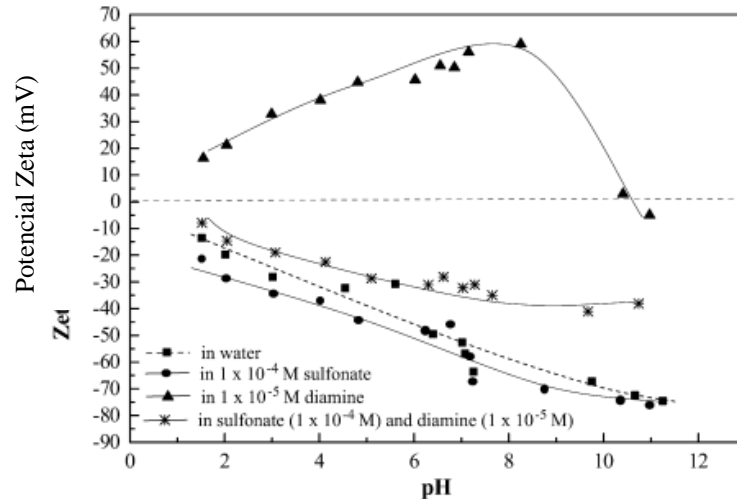


Figura 3. 12. Potencial-zeta da microclina em função do pH em presença de diamina e sulfonato. (Fonte: VIDYADHAR e RAO, 2007)

Um método simplificado para obter o ponto isoelétrico em minerais silicatos consiste no método de Mular e Roberts (1966). Este se baseia em mudanças do pH de suspensões, após variação da concentração de um eletrólito indiferente, utilizado para ocasionar variação da força iônica do sistema (MARTINS *et al.*, 2006). Tal método foi proposto por Mular e Roberts em 1966 e, também, é referenciado por Silva *et al* (2010), para medidas de ponto isoelétrico em sílica e minerais filosilicatos.

Segundo Silva *et al* (2010) e Martins *et al* (2006) o quartzo apresentou reversão do sinal de carga elétrica superficial em pH próximo a 2. A Figura 3.13 apresenta o gráfico de Δ pH em função de pH para a sílica. A força iônica altera quando a concentração da solução passa de 0,1 mol.L⁻¹ para 1 mol.L⁻¹ usando KCl. O ponto de carga zero observado está próximo de pH igual a 2.

Portanto, a medida do ponto isoelétrico pode ser usada para delinear o fenômeno interfacial quando o efeito da dupla camada elétrica é de relevância para a flotação. Também, é importante para distinguir entre adsorção física e química de coletores na flotação.

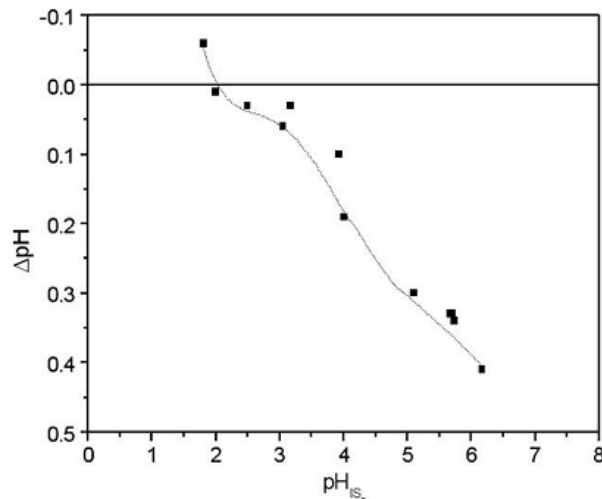


Figura 3. 13. Gráfico de ΔpH em função de pH para a sílica. A força iônica altera quando a concentração da solução passa de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ para 1 mol.L^{-1} usando KCl. O ponto de carga zero observado está próximo de pH igual a 2. (Fonte: Silva *et al.*, 2010)

3.5 -Planejamento Experimental

O planejamento experimental é útil para orientar a realização de experimentos de forma eficiente, uma vez que considera dados apropriados coletados em tempo e custo mínimos. Para isso deve ser utilizada uma abordagem científica para seu desenvolvimento. Esta abordagem é feita através do planejamento estatístico de experimentos. A análise destes dados por meio de técnicas estatísticas resultará em conclusões confiáveis (BARROS NETO *et al.*, 2007).

3.5.1 -Planejamento Fatorial Completo

O planejamento experimental é uma ferramenta poderosa para estudar o efeito conjunto de vários fatores sobre uma variável resposta de interesse. Uma das metodologias mais conhecidas é o planejamento fatorial, no qual estão envolvidos k fatores (ou variáveis) cada um deles presente em diferentes níveis. O caso mais simples é aquele em que cada fator k está presente em apenas dois níveis. Na realização de um experimento com k fatores em dois níveis, são feitas $2 \times 2 \times \dots \times 2$ (k vezes) = 2^k observações da variável resposta e, portanto, este planejamento é denominado experimento fatorial 2^k (BARROS NETO *et al.*, 2007).

No planejamento fatorial completo, cada combinação dos níveis dos fatores é testada para se determinar o quanto o processo ou experimento em estudo é afetado por cada variável. O número de experimentos aumenta geometricamente com o número de variáveis, de modo que

este método não é usualmente prático quando estão envolvidas acima de quatro variáveis. Contudo, estes ainda se mostram vantajosos, pois permitem verificar tendências importantes para a realização de investigações posteriores (NEVES et al., 2002).

No planejamento fatorial, os níveis são codificados com os sinais (+) e (-), a atribuição aos níveis superiores ou inferiores se dá de forma arbitrária e não interfere na realização dos experimentos ou interpretação dos resultados. Estes sinais também permitem esboçar estas variáveis na forma de matrizes de planejamento, assim como determinar, por meio de cálculos, a influência das mesmas e das suas interações no sistema (MONTGOMERY, 1991).

Em um planejamento fatorial, as réplicas ou repetições de experimentos são de fundamental importância e servem para determinar o erro experimental na resposta em estudo e/ou a reprodutibilidade do esquema experimental utilizado.

O planejamento fatorial apresenta diversas vantagens destacando-se a redução do número de ensaios sem prejuízo da qualidade da informação, o estudo simultâneo de diversas variáveis, separando seus efeitos, a determinação da confiabilidade dos resultados, a realização da pesquisa em etapas, num processo iterativo de acréscimo de novos ensaios, a seleção das variáveis que influenciam um processo com número reduzido de ensaios, a representação do processo estudado através de expressões matemáticas e a elaboração de conclusões a partir de resultados qualitativos (BARROS NETO *et al*, 2007).

CAPÍTULO 4

MATERIAIS E MÉTODOS

4. Materiais e Métodos

Este capítulo tem por objetivo apresentar e descrever todos os materiais e métodos que foram utilizados durante o trabalho.

4.1 - Equipamentos e Materiais

Todo o desenvolvimento experimental do trabalho foi realizado no laboratório de Tecnologia de Materiais do Departamento de Engenharia Química da UFRN. A seguir encontra-se uma lista com os equipamentos e reagentes que foram utilizados no decorrer do trabalho:

- Agitador mecânico modelo TE - 039;
- Vaso saturador, em AISI304, de 3,0 L (Aquaflot);
- Célula de flotação em acrílico de 2,0 L;
- Compressor Twister Schulz (CSA 7,8/20 - 1,5 hp);
- pHmetro modelo Tec – 3MP (Tecnal);
- Manômetro (medidor de pressão);
- Turbidímetro modelo TB – 1000 (Tecnopon);
- Granulômetro CILAS 1180;
- Diamina - N-Sebo-1,3-diaminopropano - DUOMEEN T (AkzoNobelLtda - Anexo 1);
- Sal quaternário de amônio - cloreto de dicocodimetilamonio - ARQUAD 2C-75 (AkzoNobelLtda - Anexo 1);
- Minerais Quartzo e feldspato potássico puros – ARMIL Mineração Nordeste Ltda de Parelhas/RN;
- Filtro a vácuo, Papel filtro e Mangueiras;
- Capela e Vidrarias de laboratório diversas.

4.2 - Caracterização do Sistema Estudado

As amostras de minerais foram caracterizadas utilizando as técnicas de Espectrometria por Fluorescência de Raio X e Difração de Raios X para verificar a pureza das amostras. Os resultados de difração de raios X foram comparados aos cartões 83-2466 (quartzo) e 41-1480 (feldspato potássico) do banco de dados JCPDS. Para complementação da caracterização dos sistemas estudados, foi realizada análise granulométrica no Laboratório de Tecnologia em Materiais na UFRN, utilizando o equipamento de Distribuição Granulométrica CILAS 1180 Líquido na faixa de 0,04 – 2500,00 μm / 100 classes. A análise granulométrica foi realizada para verificar o tamanho das partículas presentes nos testes de flotação por ar dissolvido.

4.3 - Medida do Ponto Isoelétrico

A medida do ponto isoelétrico das amostras minerais foi realizada pelo método de Mular e Roberts descrito em seguida (Mular e Roberts, 1966). O pH inicial (pHi) da suspensão de 1,0 grama do mineral puro em 40 mL de solução 10^{-2}mol.L^{-1} de KCl é ajustado com KOH ou HCl com concentração de 0,01 e 0,1 mol.L^{-1} e o valor anotado. Em seguida, adiciona-se KCl sob agitação, aumentando sua concentração de 10^{-2} para 10^{-1}mol.L^{-1} . Mede-se o pH final (pHf). Calcula-se a diferença $\text{pHf} - \text{pHi}$ (ΔpH) e é traçado a curva de pH versus ΔpH .

4.4- Planejamento Experimental

Para a análise dos resultados, foi realizado um planejamento fatorial completo 2^4 com ponto central e realizado em duplicatas. O procedimento para a formulação do planejamento fatorial completo inicia-se com triagem das principais variáveis de processo que influenciam a eficiência da separação. Estas variáveis foram selecionadas com base na literatura estudada, entre Chernyshova *et al.* (2000), Vidyadhar *et al.* RAO (2007), Viera e Peres (2007), Englert *et al.* (2009) e Karagüzel (2010). Os valores de pH basearam-se nos dados obtidos pelo método de Mular e Roberts (1966) e pelos trabalhos de Silva *et al.* (2010) e Vidyadhar *et al.* (2003), afim de considerar uma faixa que envolva os meios ácido, básico e neutro. Os coletores e suas das concentrações foram escolhidos com base na literatura, sendo a diamina a mesma utilizada no trabalho de Vidyadhar *et al.* Rao (2007), enquanto o sal quaternário de amônio foi escolhido com base no trabalho de Yuhua e Jianwei, (2005).

Devido ao grande número de testes a serem realizados, e com o objetivo específico de desenvolver uma metodologia prática, rápida e confiável para avaliar a flotabilidade de

frações finas de minerais, escolheu-se como variável resposta (dependente) a remoção de turbidez da dispersão gerada com ambas espécies minerais (quartzo e feldspato potássico) tomadas na forma pura e isolada. Vale ressaltar que esta variável está diretamente relacionada com a flotabilidade dos minerais estudados, considerando que a turbidez está relacionada com a estabilidade da suspensão (Fuerstenau e Jia, 2004).

A Tabela 4.1 mostra os níveis das variáveis independentes estudadas no planejamento fatorial completo 2^4 no processo de flotação por ar dissolvido para o controle do experimento. O planejamento foi realizado com base no software Statistica 7.0. Os efeitos principais e de interação foram analisados com um intervalo de 95 % de confiança.

Tabela 4.1-Níveis das quatro variáveis independentes estudadas no planejamento fatorial completo 2^4 no processo de flotação por ar dissolvido.

Codificação	pH	Sal quaternário de amônio ($\times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$)	Diamina ($\times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$)	Tempo de condicionamento (min)
-1	4,0	0,1	0,1	2,0
0	6,0	5,05	5,05	3,0
1	8,0	10,0	10,0	4,0

4.3.1 -Cálculo da Porção Fatorial do Planejamento (n_f)

O número de variáveis independentes K é igual a quatro e a variável dependente (resposta) é igual a um. Esta resposta é alusiva à eficiência de separação do processo de separação por flotação a ar dissolvido. O planejamento fatorial completo $2^K = 2^4$ totalizando 16 (dezesseis) experimentos que são apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2. Valores da porção fatorial do planejamento fatorial completo.

Teste	pH	Sal quaternário de amônio	Diamina	Tempo de condicionamento	Resposta
1	-1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
2	-1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
3	-1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
4	-1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
5	-1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
6	-1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
7	-1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
8	-1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	
9	1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
10	1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
11	1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
12	1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
13	1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
14	1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
15	1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
16	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	

4.3.2 - Cálculo da porção central do planejamento (n_C)

A porção central do planejamento (n_C) foi obtida com 7 experimentos, que foram realizados para estimar o erro experimental. A Tabela 4.3 apresenta os valores codificados para esta porção do planejamento fatorial completo para os testes de flotação por ar dissolvido

Tabela 4.3. Valores centrais do planejamento fatorial completo.

Teste	pH	Sal quaternário de amônio	Diamina	Tempo de Condicionamento	Resposta
17	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
18	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
19	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
20	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
21	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
22	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
23	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	

4.3.3 - Cálculo do número total de ensaios do planejamento fatorial completo (N)

O número total de ensaios do planejamento fatorial (N) para a flotação é calculado pelo somatório das porções individuais do planejamento porção fatorial (n_f) e porção central (n_C). Desta forma calculou-se o número total de ensaios como: $N = n_f + n_C = 16 + 7 = 23$ experimentos. Os valores codificados das variáveis independentes para o número total de ensaios do planejamento fatorial para os testes de flotação por ar dissolvido são mostrados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4. Valores codificados e número total de ensaios do planejamento fatorial completo.

Teste	pH	Sal quaternário de amônio	Diamina	Tempo de Condicionamento	Resposta
1	-1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
2	-1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
3	-1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
4	-1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
5	-1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
6	-1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
7	-1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
8	-1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	
9	1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
10	1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
11	1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
12	1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
13	1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
14	1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
15	1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
16	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	
17	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
18	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
19	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
20	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
21	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
22	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
23	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	

4.3.4 - Aleatoriedade dos testes

Utilizou-se a aleatoriedade dos experimentos como forma de se evitar que os efeitos dos fatores não-controlados tenham influência sobre a variável resposta. De acordo com Barros Neto *et al* (2007), a aleatoriedade dos ensaios permite o balanceamento das medidas e evita possíveis confusões na avaliação dos resultados. A Tabela 4.5 apresenta a programação

aleatória para a realização dos experimentos do planejamento fatorial completo para a flotação por ar dissolvido de cada uma das espécies minerais estudadas (quartzo e feldspato).

Tabela 4.5. Planejamento fatorial completo aleatório.

Teste	pH	Sal quaternário de amônio	Diamina	Tempo de Condicionamento	Resposta
4	1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
15	-1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	
3	-1,00000	1,00000	-1,00000	-1,00000	
10	1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
17 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
1	-1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
18 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
5	-1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
14	1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
6	1,00000	-1,00000	1,00000	-1,00000	
11	-1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
2	1,00000	-1,00000	-1,00000	-1,00000	
19 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
12	1,00000	1,00000	-1,00000	1,00000	
13	-1,00000	-1,00000	1,00000	1,00000	
8	1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
23 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
16	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	
20 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
9	-1,00000	-1,00000	-1,00000	1,00000	
22 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
7	-1,00000	1,00000	1,00000	-1,00000	
21 (C)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	

4.5 - Procedimento Experimental de Flotação Por Ar Dissolvido

Os testes de flotação por ar dissolvido, para o quartzo e feldspato puros e posteriormente para a mistura quartzo+feldspato, foram padronizados com relação à velocidade de agitação, percentual massa/volume na polpa e volume total usado na célula, afim de que a percentagem da fração flotada represente com fidelidade a influência da variável estudada.

No estudo foi realizado um planejamento fatorial completo 2^4 , no qual as variáveis avaliadas são a concentração dos coletores (diamina e sal quaternário de amônio), o pH e o tempo de condicionamento. Para os ensaios de flotação foram usados 1,0 g da amostra pura, passante em peneira de 325 mesh, em 1,2 L de solução.

Para realização dos testes foram observados os seguintes procedimentos de acordo com a Figura 4.1, que mostra o esquema do aparato experimental utilizado na flotação por ar dissolvido: 1º) preencher o saturador com água destilada através da válvula de entrada de água (02) até no máximo 3,0 L, com a válvula de saída de ar (05) aberta. 2º) fecha-se a válvula de saída de ar (05) e a válvula de entrada de água (02). Procede-se a pressurização da linha à pressão de saturação desejada controlando-se lentamente a válvula de entrada de ar (03) até atingir a pressão de saturação no filtro regulador de pressão equivalente à pressão de saturação estabelecida. 3º) Em seguida é aberta a válvula de saída de ar (05) sem reduzir a pressão para promover a saturação com o borbulhamento. Durante 20 minutos, com a célula de flotação (08) conectada ao saturador e com a saída do não-flotado fechada, foi adicionado 1,2 L de solução na célula de flotação, com concentração de coletor e pH estabelecidos no planejamento. 4º) Procede-se a agitação da dispersão observando o tempo de condicionamento desejado. Após o condicionamento abre-se lentamente a válvula de saída de água saturada (06) que equivale a 20 % do volume da dispersão. Após 5 minutos de flotação foi retirado o não-flotado pela parte inferior da célula de flotação (09). Os testes foram avaliados, em percentagem, em termos de remoção de turbidez (unidade UNT) da solução. Para o cálculo foram realizadas medidas de turbidez no turbidímetro antes e depois da flotação e os valores foram calculados pela Equação (4).

$$\% \text{ remoção de turbidez} = 100 \times \frac{((t_i/1,66) - t_f)}{(t_i/1,66)} \quad (4)$$

Em que:

t_i é a turbidez antes da flotação (o valor de 1,66 consiste em um fator de diluição sofrido pela amostra na flotação por ar dissolvido. Este fator decorre da comparação do volume inicial de 1200 mL com o volume final de 2000 mL);

t_f é a turbidez depois da flotação.

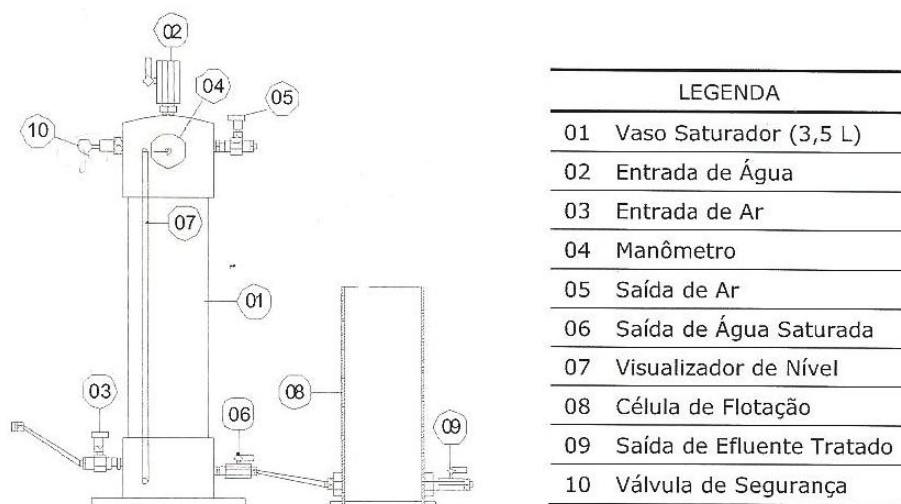


Figura 4. 1. Esquema do equipamento para Flotação por ar dissolvido em escala de bancada.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5. Resultados e Discussão

No presente capítulo serão apresentados, os resultados referentes às caracterizações das amostras de quartzo e feldspato. Em seguida, serão apresentados os resultados de flotação por ar dissolvido.

5.1 - Caracterização do Sistema Estudado

Na caracterização do sistema estudado foram empregadas às técnicas de difração de raios X (análise mineralógica), fluorescência de raios X (análise química) e análise granulométrica.

Os resultados de fluorescência de raios X das amostras de quartzo e feldspato de potássio estão apresentados na Tabela 5.1. Para o quartzo observa-se uma proporção de 96,17 % em massa de SiO_2 que representa seu óxido principal. Cerca de 4% são impurezas aqui representadas pela presença dos outros óxidos. As impurezas são provavelmente albita, em função do teor de Na 0,10%, e ortoclásio, em função do teor de K_2O ser 0,03%.

Para o feldspato (Tab. 5.1), considerando a soma dos seus óxidos constituintes principais (SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O) observa-se uma proporção de 97,19 % em massa. Neste caso aproximadamente 3% da amostra constitui impurezas. As impurezas são provavelmente albita (em função do teor de Na_2O 2,26%) e quartzo, em função do teor de SiO_2 , que em um feldspato potássico puro deveria ser 64,76%, enquanto que o resultado da amostra estudada é de 69,62%.

Assim sendo, as amostras de quartzo e feldspato de potássio além de apresentarem aproximadamente a mesma proporção em massa dos seus constituintes principais, também apresentam pureza aceitável para os objetivos propostos no trabalho.

Tabela 5.1. Resultado da análise química por espectrometria por Fluorescência de RaiosX das amostras de quartzo e feldspato potássico.

Ensaio	Quartzo	Feldspato potássico
	Teor (%)	
PPC	N.D.*	0,20
Al ₂ O ₃	3,61	16,83
SiO ₂	96,17	69,62
TiO ₂	0,02	0,04
Fe ₂ O ₃	0,04	0,16
Cr ₂ O ₃	< 0,01	<0,01
MnO	0,01	0,01
CaO	0,02	0,08
MgO	< 0,10	< 0,10
P ₂ O ₅	N.D.*	0,06
Na ₂ O	0,10	2,26
K ₂ O	0,03	10,74
Total	96,17	97,19

*N.D. = não detectado

Os difratogramas das Figuras 5.1 e 5.2 evidenciam que se trata de amostras de quartzo e feldspato potássico, respectivamente. Como esperado a partir do resultado de análise química, a amostra de feldspato potássico apresenta impurezas de quartzo e de albita (em função do teor de Na₂O 2,26%).

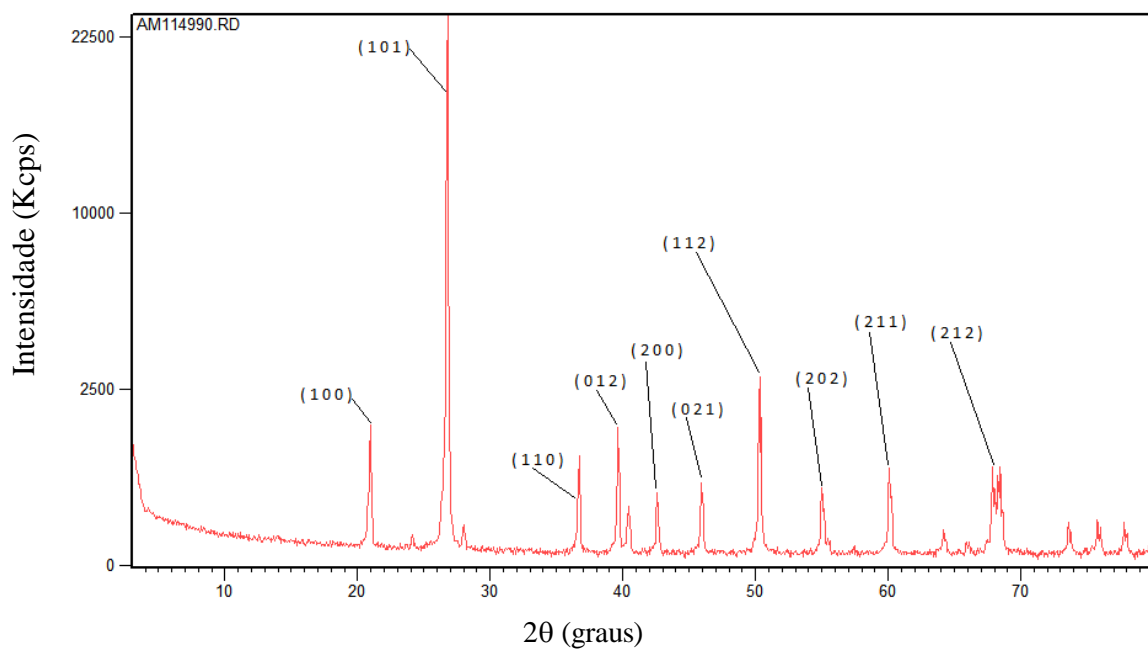


Figura 5.1. Difratograma de Raios X da amostra de quartzo com os índices de Miller.

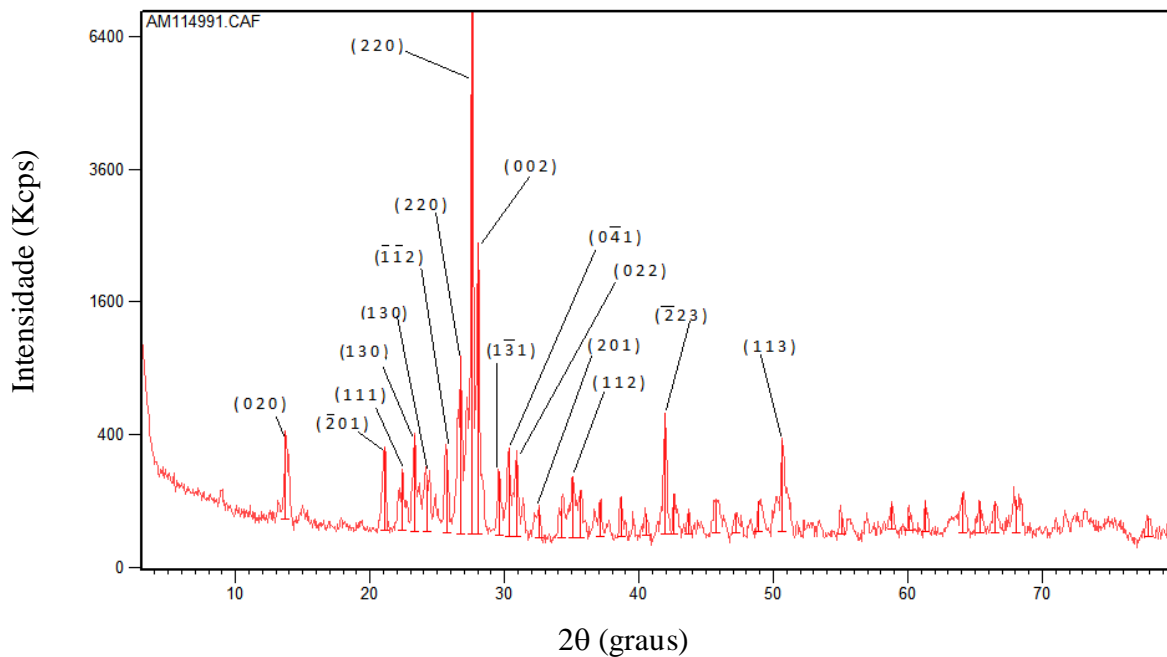


Figura 5.2. Difratoograma de Raios X da amostra de feldspato potássico com os índices de Miller.

Na complementação na caracterização das amostras, foi realizada uma análise granulométrica para obter informações sobre diâmetro e distribuição do tamanho das partículas presentes. A caracterização foi realizada através da técnica de granulometria por Difração Laser. Os resultados podem ser obtidos observando-se os gráficos mostrados nas Figuras 5.3 e 5.4. Para a amostra de quartzo (figura 5.3) observa-se um diâmetro médio de 18,20 μm , sendo 90 % das partículas (base volumétrica) têm diâmetro de 39,22 μm , 50 % têm diâmetro de 14,93 μm e 10 % apresentam diâmetro de 1,83 μm . Para o feldspato potássico (figura 5.4) observa-se um diâmetro médio de 21,22 μm , sendo 90 % têm diâmetro de 43,69 μm , 50 % têm diâmetro de 19,40 μm e 10 % apresentam diâmetro de 1,73 μm . Observa-se que os diâmetros médios das partículas de quartzo e feldspato são bem próximos, 18,20 e 21,22 μm para o quartzo e feldspato, respectivamente. Este fato é bastante interessante quando se pretende avaliar a flotabilidade de ambos minerais, uma vez que se minimiza a influência da granulometria no processo de flotação por ar dissolvido.

De acordo com Rubio *et al* (2002) e Rodrigues e Rubio (2007) partículas com diâmetro menores que 20 – 50 μm em suspensões diluídas podem ser flotadas por FAD. Portanto, o uso de microbolhas pode ser considerado uma boa alternativa para a flotação de partículas finas (diâmetro menor que 100 μm) (Sivamohan, 1990, apud Englert et al., 2009).

Vale ressaltar que os tamanhos das partículas das amostras utilizadas no presente trabalho estão próximos do tamanho das partículas investigadas na literatura, como por exemplo, os trabalhos de Englert *et al.* (2009) e Karagüzel (2010).

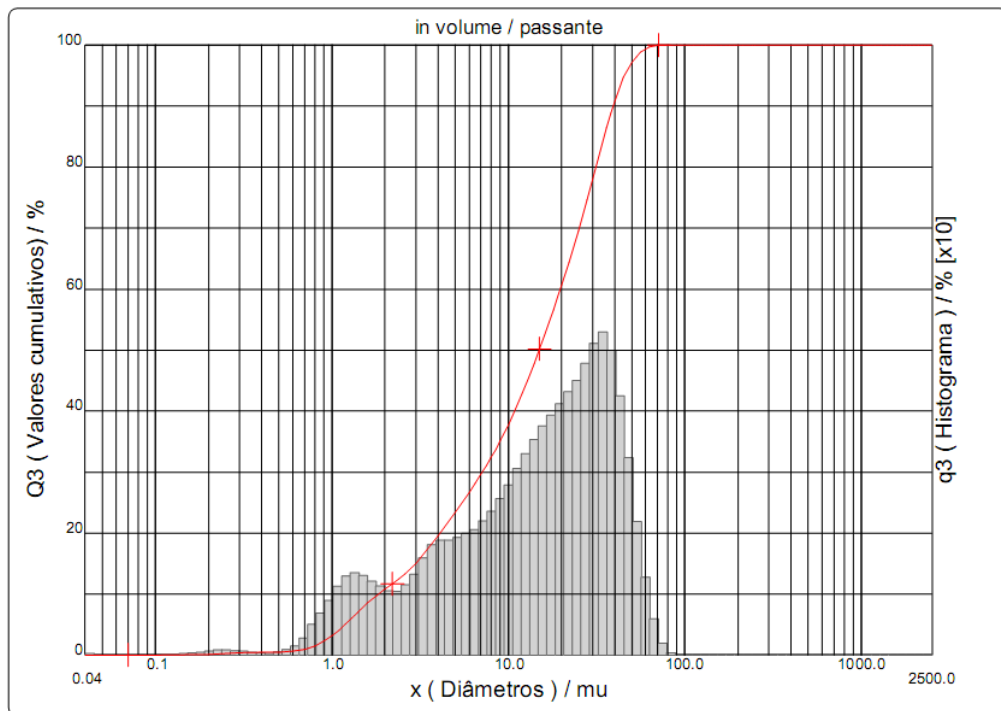


Figura 5.3. Distribuição granulométrica da amostra de quartzo

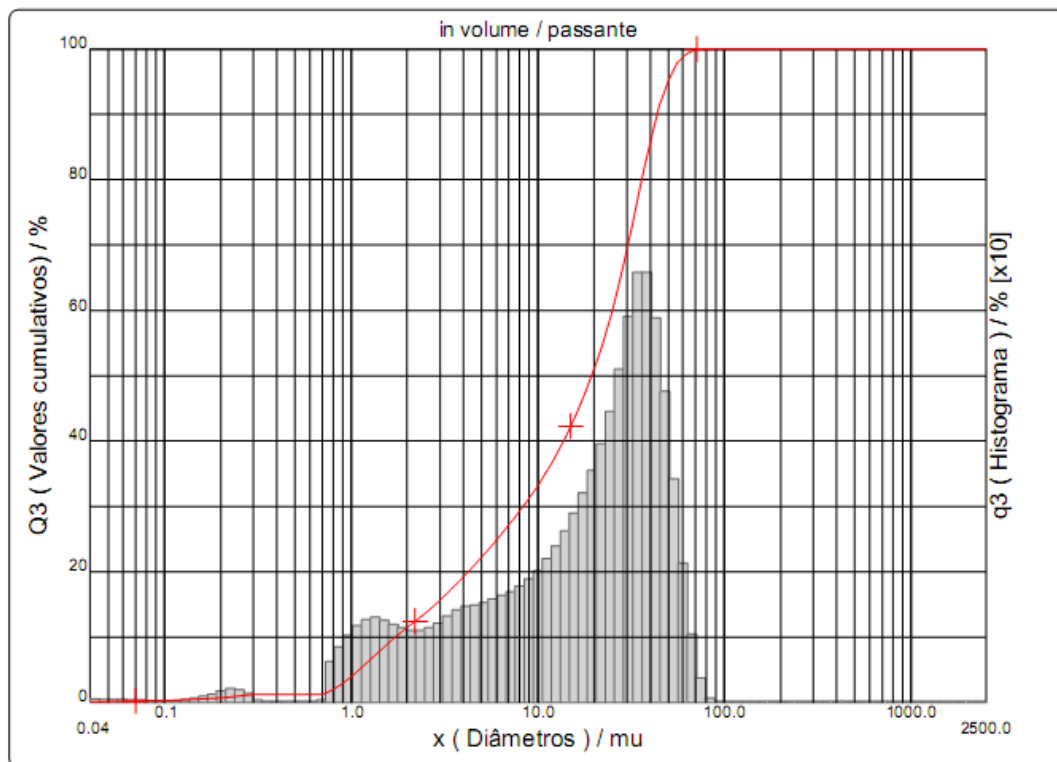


Figura 5.4. Distribuição granulométrica da amostra de feldspato potássico.

5.2 - Medida do Ponto Isoelétrico

Os pontos isoelétricos das amostras de minerais foram obtidas pelo método de Mular e Roberts que se baseia na alteração de pH da solução quando a força iônica é ajustada. Quando ΔpH é igual a zero obtém-se o ponto de carga zero ou ponto isoelétrico na superfície do mineral. As Figuras 5.5 e 5.6 apresentam o gráfico do ΔpH em função do pH final para o quartzo e o feldspato potássico, respectivamente.

Para o mineral quartzo o ponto de carga zero foi obtido em pH 2, enquanto para feldspato potássico o ponto de carga zero foi obtido em pH de 1,92. Estes resultados estão de acordo com a literatura (Silva *et al.* 2010; Fuerstenau e Jia, 2004; Vidyadhar *et al.* 2003). Entretanto, os gráficos apresentaram outro ponto de inversão carga, sendo para o quartzo pH próximo 7 e para o feldspato de potássio próximo de 6. Resultados similares foram obtidos por Nascimento e Paiva (2006).

Segundo Burdokova *et al* (2007) amostras de minerais anisotrópicos, tais como filossilicatos, podem apresentar disparidade no ponto isoelétrico realizado por medida eletroforética e pela técnica de Mular e Roberts, pois as medidas eletroforéticas podem ser influenciadas pela presença de plano de partículas de cargas opostas que introduzem uma força atrativa para o ânodo e cátodo da célula eletroforética.

Segundo Silva *et al* (2010), a técnica de Mular e Roberts explora a mudança no pH da solução quando a força iônica é ajustada. Tal ajuste só responde a carga do primeiro plano do cristal (ou seja, a borda), no qual o plano é dependente do pH. Enquanto, o plano basal não é influenciado pelo ajuste do pH. Entretanto, a medida eletroforética reflete o comportamento médio de ambos os planos.

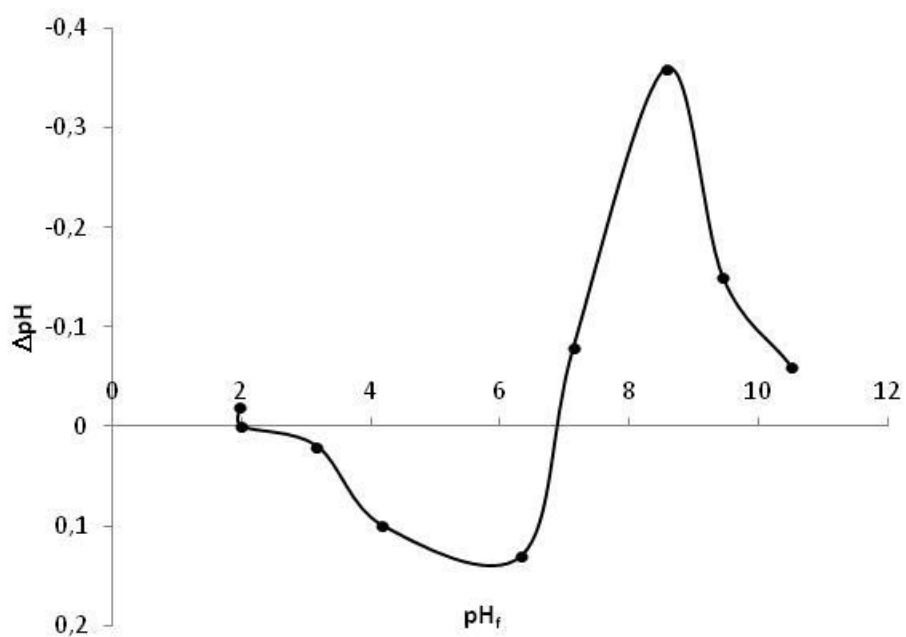


Figura 5.5. Gráfico de ΔpH em função do pH final para o quartzo. O eletrólito de apoio foi o KCl, com variação na concentração de 10^{-2} para 10^{-1} mol.L⁻¹.

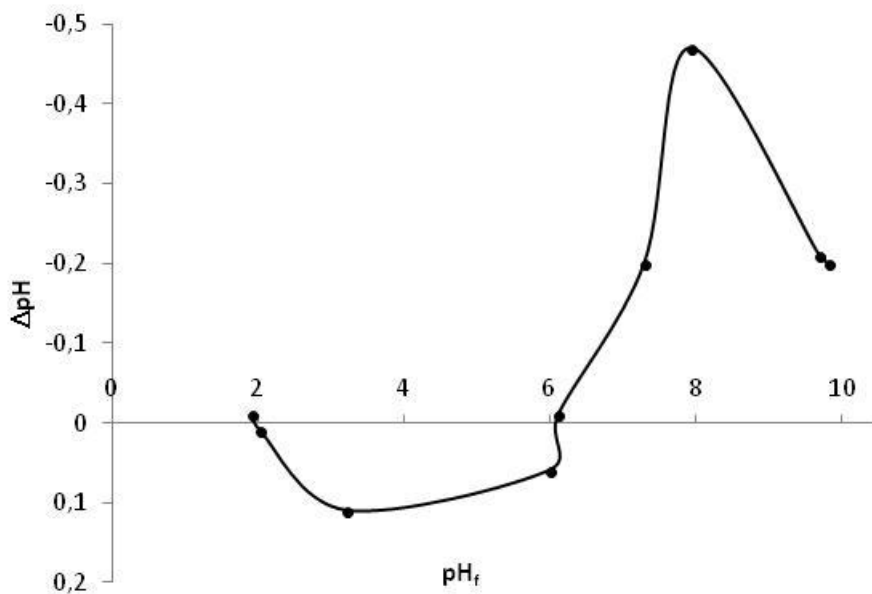


Figura 5.6. Gráfico de ΔpH em função do pH final para o feldspato potássico. O eletrólito de apoio foi o KCl, com variação na concentração de 10^{-2} para 10^{-1} mol.L⁻¹.

5.3 - Resultados dos Testes de Flotação Por Ar Dissolvido Realizados com Planejamento Central Composto

O acompanhamento do desempenho da flotação por ar dissolvido dos minerais quartzo e feldspato potássico foi verificado através do cálculo da remoção de turbidez. Os testes foram realizados de forma aleatória e em duplicata, tomando-se a média dos resultados de ambas as medidas.

Analisando-se a Tabela 5.2, observa-se que os testes realizados com os minerais quartzo e feldspato potássico apresentaram eficiências de remoção de turbidez superiores a 50% nos testes 2, 9 e 10, para ambos os minerais, como, também, o teste 1 somente para o feldspato potássico. Segundo Englert *et al* (2009), valores de eficiência próximos de 53,30% são resultados satisfatórios para a recuperação de partículas finas em flotação por ar dissolvido.

O mineral feldspato potássico apresentou resultados de remoção de turbidez maiores que o mineral quartzo. Contudo, observando os resultados da análise granulométrica, o feldspato potássico apresenta partículas com diâmetro médio (21,22 μm) superior ao quartzo (18,20 μm). Este resultado pode está relacionado com o mecanismo de colisão partícula-bolha uma vez que, partículas com diâmetro superiores a 3 μm estão relacionados ao mecanismo de colisão por convecção (interceptação). Devido ao mecanismo de colisão por convecção o aumento no diâmetro da partícula pode ocasionar em um aumento na flotabilidade das partículas.

Nos resultados obtidos a maior eficiência alcançada ocorreu no ensaio 10 com 67,35% para o minério de quartzo e 60,24% para o feldspato potássico. A eficiência mais baixa ocorreu no ensaio 14 com -31,01% para o quartzo e -36,65% para o feldspato potássico. De acordo com Vidyadhar *et al.* (2002b), na faixa de pH 8 – 10 ocorre o processo de co-adsorção de moléculas neutras, resultando no fechamento da camada de micela na superfície do mineral, tornando a superfície hidrofóbica. Conforme Vieira e Peres (2007), em pH = 9 as espécies iônicas prevalecem sobre as espécies moleculares, e apresentam boa eficiência na adsorção das partículas finas e grosseiras de aumentando a flotabilidade dos minerais.

Entretanto, com o aumento na concentração de um dos coletores (diamina), possivelmente, provocou a formação de uma bicamada completa. Tal morfologia sucede em concentração de surfactantes próximo ou igual à concentração micelar crítica, ocorrendo assim inversão na

carga da superfície do mineral, tornando-a hidrofílica e diminuindo a flotabilidade dos minerais.

Tabela 5.2. Resultados de Flotação por ar dissolvido para os testes aleatórios.

Nº de ensaios	pH	Valores reais em Ordem Aleatória			Quartzo	Feldspato K
		Sal Quaternário de amônio ($\times 10^{-4}$ mol.L ⁻¹)	Diamina ($\times 10^{-4}$ mol.L ⁻¹)	Tempo de Condicionamento (minutos)	Eficiência (%)	Eficiência (%)
4	8	10,0	0,10	2	29,25	24,75
15	4	10,0	10,0	4	9,83	27,54
3	4	10,0	0,10	2	14,83	16,13
10	8	0,10	0,10	4	67,35	60,24
17 (C)	6	5,05	5,05	3	10,94	29,82
1	4	0,10	0,10	2	26,98	43,99
18 (C)	6	5,05	5,05	3	11,89	27,91
5	4	0,10	10,0	2	19,56	7,45
14	8	0,10	10,0	4	-31,01	-36,65
6	8	0,10	10,0	2	-2,90	17,66
11	4	10,0	0,10	4	3,37	22,61
2	8	10,0	10,0	2	51,19	55,55
19 (C)	6	5,05	5,05	3	11,12	30,25
12	8	10,0	0,10	4	5,20	13,21
13	4	0,10	10,0	4	12,45	25,86
8	8	10,0	10,0	2	-18,57	19,98
16	8	10,0	10,0	4	4,16	14,14
20 (C)	6	5,05	5,05	3	9,82	26,63
9	4	0,10	0,10	4	47,41	57,34
22 (C)	6	5,05	5,05	3	11,16	27,45
7	4	10,0	10,0	2	6,35	21,48
21 (C)	6	5,05	5,05	3	13,90	29,92
23(C)	6	5,05	5,05	3	11,79	27,19

Ainda reportando-se a Tabela 5.2, comparando-se os ensaios 9 e 10 cujos valores de eficiência de remoção de turbidez são 47,41 e 67,35% para o mineral de quartzo, respectivamente, verifica-se que os mesmos apresentam a mesma concentração dos reagentes e o mesmo tempo de condicionamento, entretanto, diferem nos valores de pH. De acordo com Vidyadhar e Rao (2007) e Yuhua e Jianwei (2005) a diamina e o sal quaternário de amônio apresentaram boa flotabilidade de quartzo em pH 4 e próximo de 7. Entretanto, na melhor flotabilidade em pH 8 ocorre o processo de co-adsorção de moléculas neutras, resultando no fechamento da camada micelar na superfície do mineral, tornando a superfície hidrofóbica, enquanto que em pH 4, a camada micelar na superfície do mineral não é fechada. Contudo, para o mineral feldspato potássico os ensaios 9 e 10 apresentaram

resultados semelhantes, de modo que, a diferença no pH, pouco pode ter influenciado na flotabilidade nestas condições.

Na Tabela 5.2 pode-se destacar os ensaios 6 e 8, em que observa-se uma diferença no percentual de remoção de turbidez entre os minerais quartzo e feldspato potássico, sugerindo uma melhor adsorção dos coletores na superfície do feldspato potássico. Os percentuais negativos indicam que ocorreu uma diluição na concentração do mineral na célula de flotação. Na prática esta diluição pode ser considerada uma condição de não flotabilidade nas condições dos respectivos testes. Contudo, para o feldspato potássico observa-se que a remoção de turbidez, pode estar relacionada com a presença de impurezas de quartzo e de albita na amostra de feldspato potássico.

5.3.1 - Análise de viabilidade estatística para os testes de flotação por ar dissolvido

A Tabela 5.2 apresenta ainda boa reprodutibilidade de resultados para os ensaios realizados nas mesmas condições operacionais. Como exemplo tem-se os resultados das eficiências para os ensaios 17 a 23 realizados no ponto central do planejamento. Os minerais quartzo e feldspato potássico apresentaram média de 11,51% e 28,45 %, respectivamente. O cálculo do desvio padrão para as eficiências de flotação neste intervalo (em numero de 7 testes) nos ensaios foram de 1,25 para o mineral quartzo e de 1,50 para o mineral feldspato potássico.

As Figuras 5.7 e 5.8 apresentam os histogramas dos resultados obtidos nos testes do ponto central no planejamento estatístico realizado. Os histogramas em conjunto com os resultados do desvio padrão para cada mineral evidenciando tanto as condições de estabilidade operacional do esquema experimental para a flotação quanto à adequação da metodologia de análise de remoção de turbidez empregada.

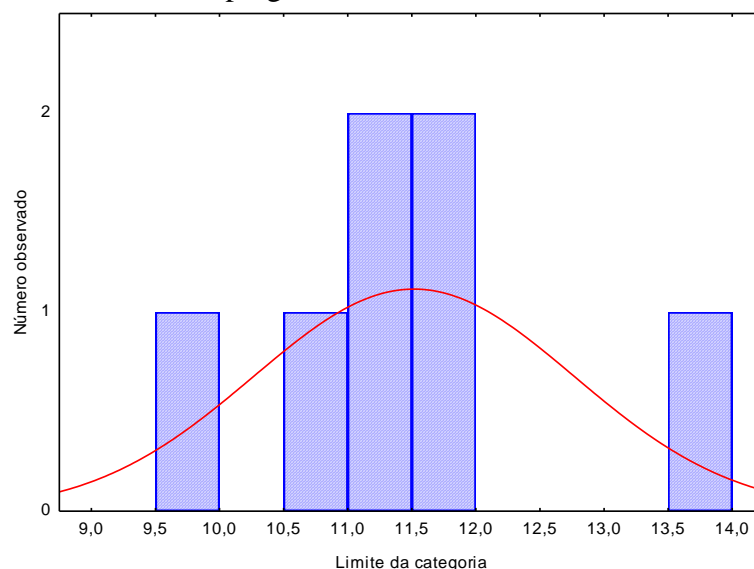


Figura 5. 7. Histograma dos resultados obtidos nos testes do ponto central no planejamento estatístico para a flotação por ar dissolvido do quartzo.

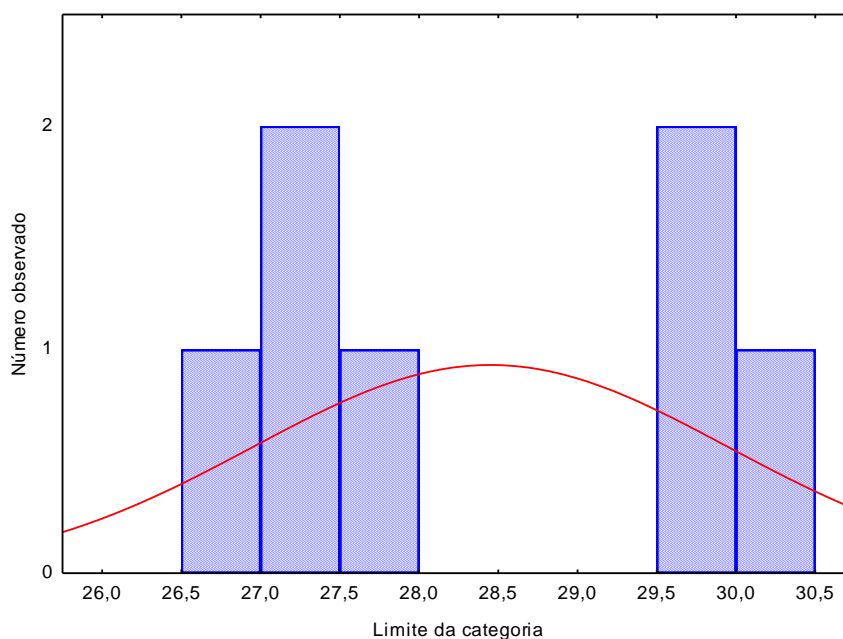


Figura 5. 8. Histograma dos resultados obtidos nos testes do ponto central no planejamento estatístico para a flotação por ar dissolvido do feldspato potássico.

5.3.2 - Análise de significância estatística para as variáveis independentes

Os valores apresentados nas Tabelas 5.4 e 5.5 fazem referência às variáveis independentes que tem maior significância estatística e obedecem, basicamente, aos valores do teste F e do método do valor P para um fator. Têm-se o conhecimento de que para valores de $MQ_R / MQ_T > F_{\varphi_1, \varphi_2}$ tabelado (neste caso $F_{14,8}$ tabelado é igual a 3,24 Anexo 2), os fatores serão estatisticamente significantes. Para valores de $P < 0,01$ estes fatores terão elevada significância estatística. Para valores de P no intervalo entre 0,01 e 0,05, os fatores serão estatisticamente significantes.

Observa-se pela Tabela 5.3 que todos os fatores apresentaram elevada significância estatística. Entretanto, a variável tempo de condicionamento, a interação entre pH e a concentração do sal quaternário de amônio, a interação entre concentração do sal quaternário de amônio e tempo de condicionamento e a interação entre a concentração da diamina e o tempo de condicionamento, não apresentaram serem estatisticamente significantes.

Tabela 5.3. Fatores de elevada significância estatística e estatisticamente significantes resultantes dos testes com mineral quartzo na região de maior eficiência de flotação por ar dissolvido.

Fatores	Distribuição F	Fator P
pH	50,688	0,0003862495
Concentração de sal quaternário de amônio	750,203	0,0000001566
Concentração de diamina	2418,929	0,0000000047
Interação entre pH e Concentração de diamina	988,590	0,0000000688
Interação entre pH e Tempo de condicionamento	13,092	0,0111201102
Interação entre Concentração de sal quaternário de amônio e Concentração de diamina	832,398	0,0000001148
Interação entre pH, Concentração de sal quaternário de amônio e concentração de diamina	162,090	0,0000144073
Interação entre pH, Concentração de sal quaternário de amônio e Tempo de condicionamento	39,466	0,0007568217
Interação entre pH, Concentração de diamina e Tempo de condicionamento	8,516	0,0266913677
Interação entre Concentração de diamina, Concentração de sal quaternário de amônio e Tempo de condicionamento	716,920	0,0000663428

Na Tabela 5.4, observa-se que todos os fatores apresentaram elevada significância estatística. Contudo, a interação entre a concentração do sal quaternário de amônio e o tempo de condicionamento não apresentaram significância estatística

Tabela 5.4. Fatores de elevada significância estatística e estatisticamente significantes resultantes dos testes com mineral feldspato de potássio na região de maior eficiência de flotação por ar dissolvido

Fatores	Distribuição F	Fator P
pH	79,728	0,0001100717
Concentração de sal quaternário de amônio	142,685	0,0000208538
Concentração de diamina	1072,857	0,0000000539
Tempo de condicionamento	14,339	0,0091079879
Interação entre pH e Concentração de sal quaternário de amônio	13,642	0,0101670968
Interação entre pH e Concentração de diamina	182,064	0,0000102720
Interação entre pH e Tempo de condicionamento	344,650	0,0000015758
Interação entre Concentração de sal quaternário de amônio e Concentração de diamina	1218,412	0,0000000368
Interação entre Concentração de diamina e Tempo de condicionamento	65,904	0,0001875503
Interação entre pH, Concentração de sal quaternário de amônio e concentração de diamina	77,123	0,0001208546
Interação entre pH, Concentração de sal quaternário de amônio e Tempo de condicionamento	73,695	0,0001372998
Interação entre pH, Concentração de diamina e Tempo de condicionamento	93,362	0,0000704261
Interação entre Concentração de diamina, Concentração de sal quaternário de amônio e Tempo de condicionamento	97,611	0,0000620509

A Figura 5.9 e Figura 5.10 apresentam as cartas de Pareto para os efeitos de todas as variáveis envolvidas no planejamento. Os valores à direita do valor P de 0,05 são estatisticamente significativos ou de elevada significância estatística. Em contrapartida os valores à esquerda do valor P de 0,05 não possuem significância estatística. Os valores mostrados na carta de Pareto em referência à Figura 5.9 estão de acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.4. Analogamente, os valores mostrados na carta de Pareto em referência à Figura 5.10 estão de acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.5.

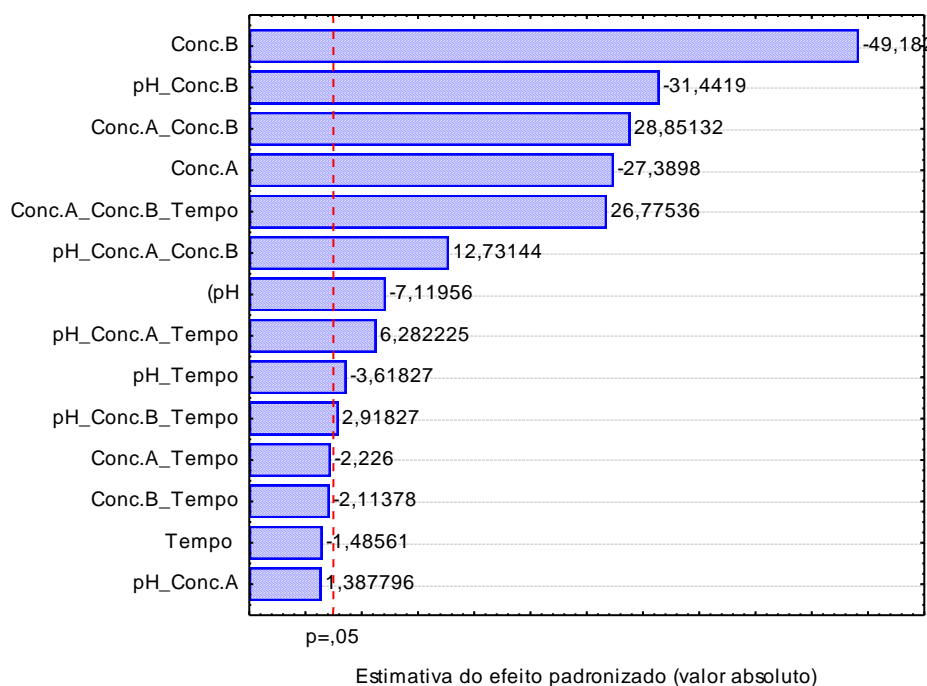


Figura 5.9. Carta de Pareto para os resultados obtidos de percentual de remoção de turbidez para o mineral quartzo, com erro puro de 1,566249, para o planejamento fatorial completo 2^4 . Em que: Conc.A (concentração de sal quaternário de amônio), Conc.B (concentração de diamina) e Tempo (Tempo de condicionamento).

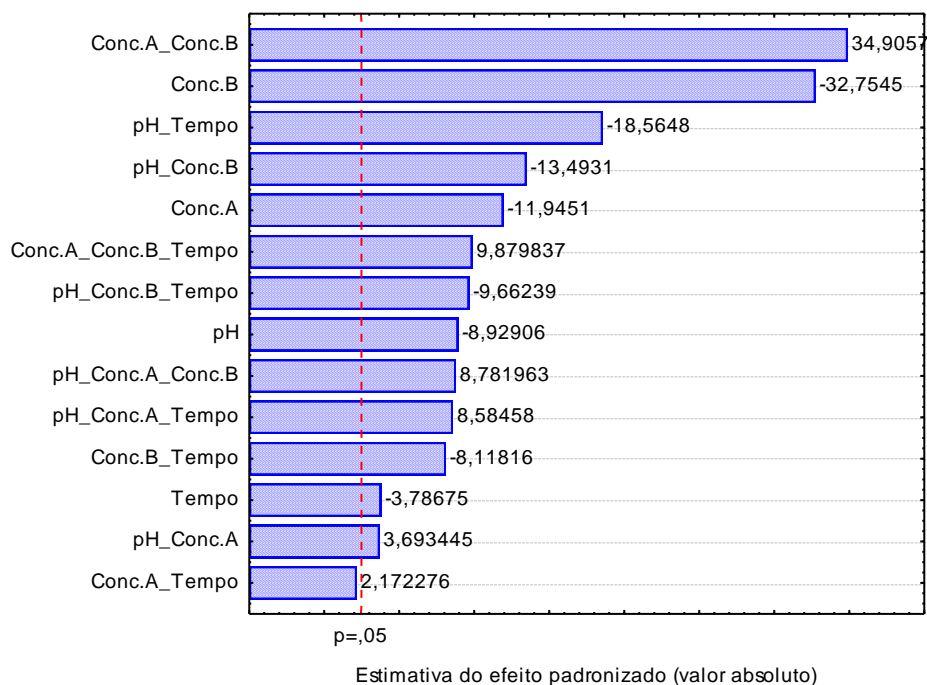


Figura 5.10. Carta de Pareto para os resultados obtidos de percentual de remoção de turbidez para o mineral Feldspato potássico, com erro puro de 2,245689, para o planejamento fatorial completo 2^4 . Em que: Conc.A (concentração de sal quaternário de amônio), Conc.B (concentração de diamina) e Tempo (Tempo de condicionamento).

5.3.2 - Equação do Modelo para a Região de Maior Eficiência de Flotação

Partindo dos resultados obtidos experimentalmente alimentou-se o programa Statistica 7.0 para a aquisição de um modelo empírico capaz de prever a eficiência de flotação para o equipamento, dentro do intervalo de estudo (-1,000 a 1,000 valores estes codificados) para as quatro variáveis estudadas. O modelo obtido para o quartzo e feldspato potássico estão representados pela Equação (5) e Equação (6), respectivamente.

$$E = 14,1978 - 2,2275X_{pH} - 8,5696X_{Conc.A} - 15,3880X_{Conc.B} - 9,8374X_{pH}X_{Conc.B} - 1,1321X_{pH}X_{Tempo} + 9,0268X_{Conc.A}X_{Conc.B} + 3,9833X_{pH}X_{Conc.A}X_{Conc.B} + 1,9655X_{pH}X_{Conc.A}X_{Tempo} + 0,9131X_{pH}X_{Conc.A}X_{Tempo} + 8,3773X_{Conc.A}X_{Conc.B}X_{Tempo} \quad (5)$$

$$E = 25,6702 - 3,3452X_{pH} - 4,4751X_{Conc.A} - 12,2712X_{Conc.B} - 1,4187X_{Tempo} + 1,3837X_{pH}X_{Conc.A} - 5,0551X_{pH}X_{Conc.B} - 6,9551X_{pH}X_{Tempo} + 13,0771X_{Conc.A}X_{Conc.B} - 3,0414X_{Conc.B}X_{Tempo} + 3,2901X_{pH}X_{Conc.A}X_{Conc.B} + 3,2161X_{pH}X_{Conc.A}X_{Tempo} - 3,6199X_{pH}X_{Conc.B}X_{Tempo} + 3,701X_{Conc.A}X_{Conc.B}X_{Tempo} \quad (6)$$

As Equações (5) e (6) dos modelos gerados são válidas para um intervalo definido, ou seja, para as variáveis X_{pH} , X_{Tempo} , $X_{Conc.A}$ (concentração de sal quaternário de amônio) e $X_{Conc.B}$ (concentração de diamina) no intervalo de -1,000 a 1,000 (valores codificados). As variáveis e interações no modelo apresentaram erro puro de 0,312875 e 0,374641 nas equações (5) e (6), respectivamente. Utilizam-se as Equações (5) e (6) com valores codificados para as variáveis independentes ou interações entre variáveis, enquanto que a variável resposta eficiência de flotação (remoção de turbidez) é dada em percentagem (%). Foram incluídas no modelo as variáveis cujos valores de P sejam $\leq 0,05$, de acordo com as Tabelas 5.3 e 5.4.

As Figuras 5.11 e 5.12 apresentam a relação entre os valores preditos e os valores observados para a eficiência de flotação por ar dissolvido. Nota-se a existência de uma correlação satisfatória entre os valores preditos e os observados, conforme se verifica com o valor obtido do coeficiente de regressão (R^2), que foi de 97,587% para o quartzo e 95,143% para o feldspato potássico.

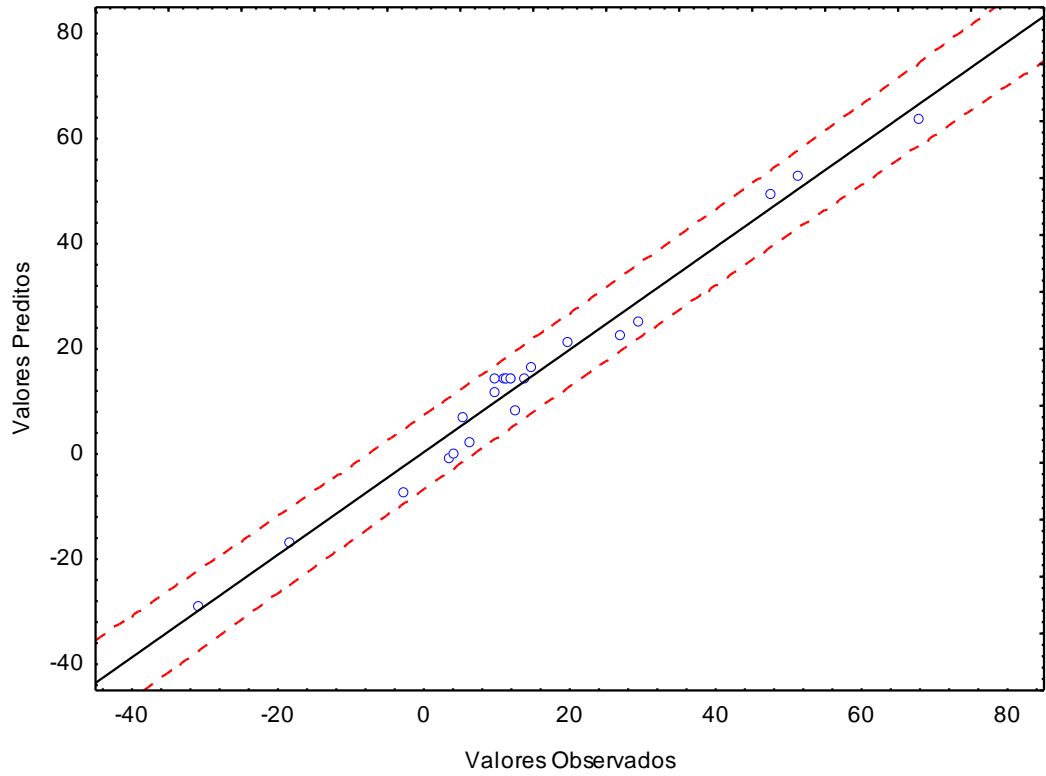


Figura 5.11. Valores preditos vs. observados para os resultados de FAD de quartzo. Linha pontilhada corresponde a 95% de confiança.

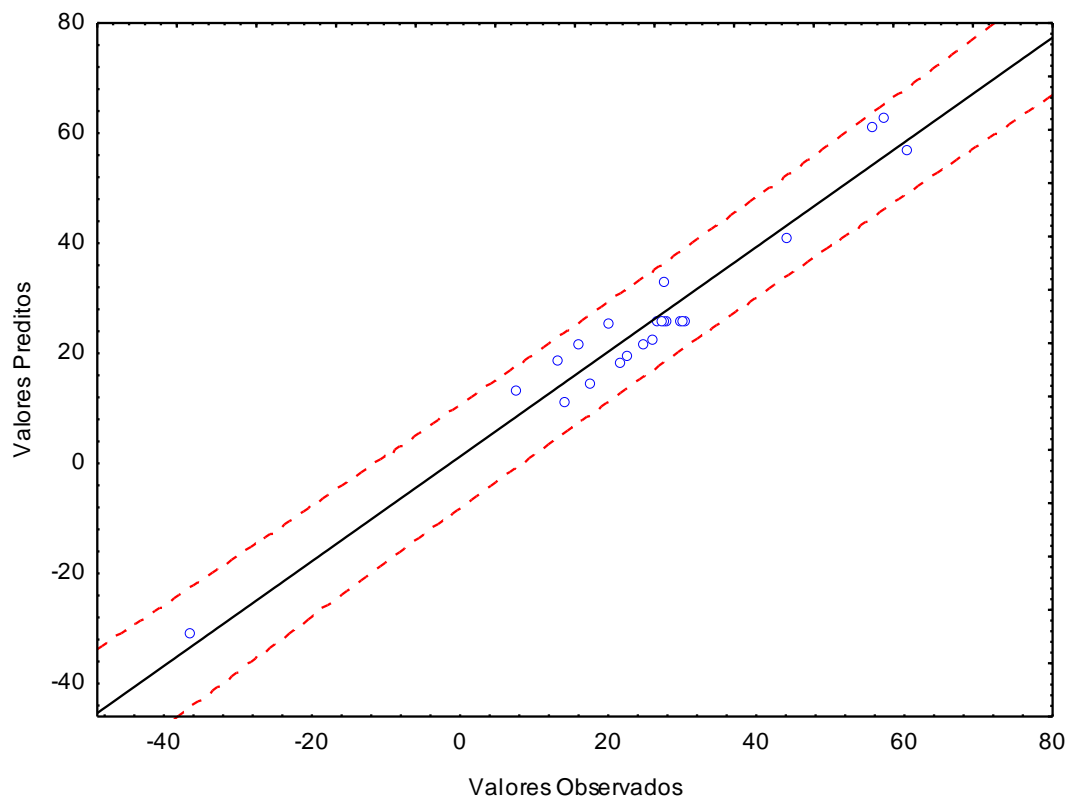


Figura 5.12. Valores preditos vs. observados para os resultados de FAD de feldspato potássico. Linha pontilhada corresponde a 95% de confiança.

5.3.3 -Análise da variância (ANOVA) do modelo estatístico.

As Tabelas 5.5 e 5.6, apresenta a análise de variância (ANOVA) para os minerais de quartzo e feldspato potássico, respectivamente. Observa-se que o valor $F_{\text{calculado}}$ é 7,13 vezes o valor do F_{tabelado} para o mineral de quartzo (Tabela 5.5), e o valor do $F_{\text{calculado}}$ é 3,45 vezes o valor do F_{tabelado} para o mineral de feldspato potássico (Tabela 5.6). Ambos os resultados foram obtidos a um nível de confiança de 95%, em que a razão $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}} > 1$, obtida da relação de MQ_R/MQ_r , demonstrando que a equação ajustada é estatisticamente significativa.

Tabela 5.5. Análise de Variância (ANOVA) para os resultados de flotação de quartzo

Fonte de Variação	Soma Quadrática (SQ)	Graus de Liberdade	Média Quadrática (MQ)
Regressão (R)	9388,803	14	670,6288
Resíduo (r)	232,138	8	29,0173
Falta de Ajuste	222,741	2	111,371
Erro Puro	9,397	6	1,566
Total	9620,941	22	

$R^2: 97,587$

$F_{\text{calculado}} = MQ_R/MQ_r: 23,1114$ $F_{\text{calculado}} = MQ_{fa}/MQ_{ep}: 71,1181$

$F_{\text{Tabelado}} = 3,24$ (Anexo 2) $F_{\text{Tabelado}} = 5,14$ (Anexo 2)

$F_{\text{calculado}}/F_{\text{Tabelado}}: 7,13$ $F_{\text{calculado}}/F_{\text{Tabelado}}: 13,84$

Entretanto, observando a relação MQ_{fa}/MQ_{ep} , observa-se-se que o valor $F_{\text{calculado}}$ é 13,84 vezes o valor do F_{tabelado} para o mineral de quartzo (Tabela 5.5), e o valor do $F_{\text{calculado}}$ é 16,70 vezes o valor do F_{tabelado} para o mineral de feldspato potássico (Tabela 5.6). Ambos os resultados foram obtidos a um nível de confiança de 95%, em que a razão $F_{\text{calculado}}/F_{\text{Tabelado}} < 1$ não é obedecida, de modo que as equações ajustadas não podem ser utilizadas para fins preditivos.

Tabela 5.6. Análise de Variância (ANOVA) para os resultados de flotação de feldspato potássico.

Fonte de Variação	Soma Quadrática (SQ)	Graus de Liberdade	Média Quadrática (MQ)
Regressão (R)	7816,774	14	558,3410
Resíduo (r)	399,052	8	49,8815
Falta de Ajuste	385,578	2	192,7890
Erro Puro	13,4740	6	2,2460
Total	8215,8260	22	

R^2 : 95,143

$F_{\text{calculado}} = MQ_R / MQ_r$: 11,1933	$F_{\text{calculado}} = MQ_{fa} / MQ_{ep}$: 85,8366
$F_{\text{Tabelado}} = 3,24$ (Anexo 2)	$F_{\text{Tabelado}} = 5,14$ (Anexo 2)
$F_{\text{calculado}} / F_{\text{Tabelado}}$: 3,45	$F_{\text{calculado}} / F_{\text{Tabelado}}$: 16,70

5.3.4 - Análise das Curvas de nível

Apresentam-se a seguir a análise das curvas de nível obtidas com base no planejamento estatístico realizado, sendo apresentadas as curvas de maior relevância, de acordo com os resultados obtidos na Tabela 5.3. As curvas foram geradas pelo programa Statistica 7.0 com base na variável dependente eficiência de flotação. Ressalta-se que esta eficiência corresponde ao percentual de remoção de turbidez da solução comparando-se antes e após a flotação.

5.3.4.1 - Curvas de nível variando-se Concentração da diamina (Conc.B) e Concentração do Sal quaternário de amônio (Conc.A)

As Figuras de 5.13 e 5.14 mostram as curvas de nível da eficiência de flotação do quartzo e feldspato potássico, respectivamente. As curvas de nível das Figuras 5.13 e 5.14 relacionam a concentração do coletor diamina (Conc.B) com a concentração do coletor sal quaternário de amônia (Conc.A), em pH 4 com tempo de condicionamento em 2 min.

Analisando as Figura 5.13, observa-se que a menor eficiência de flotação para o quartzo encontra-se na região de alta concentração do sal quaternário de amônio com baixa

concentração de diamina alcançando valores de próximos a 4%, enquanto que valores de alta eficiência de flotação para o quartzo ocorrem na região de baixa concentração dos coletores, próxima de $0,10 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$, alcançando valores próximos de 40%.

Na Figura 5.14, observa-se que a menor eficiência de flotação para o feldspato potássico encontra-se na região de alta concentração do sal quaternário de amônio com baixa concentração de diamina alcançando valores de próximo a 8%, enquanto que valores de alta eficiência de flotação para o quartzo ocorrem na região de baixa concentração dos coletores, próxima de $0,10 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$, alcançando valores próximos de 48%.

Possivelmente a menor eficiência em pH 4 está relacionada ao excesso de espécies iônicas na solução, devido a dissolução completa do sal quaternário de amônio e a diamina apresentar-se mais na forma de espécies iônicas do que moleculares. Com isso, o grupo polar passa a se orientar para a solução criando regiões hidrofílicas na superfície do mineral. A alta eficiência provavelmente está relacionada à formação de hemimicelas, criando regiões hidrofóbicas na superfície do mineral quartzo.

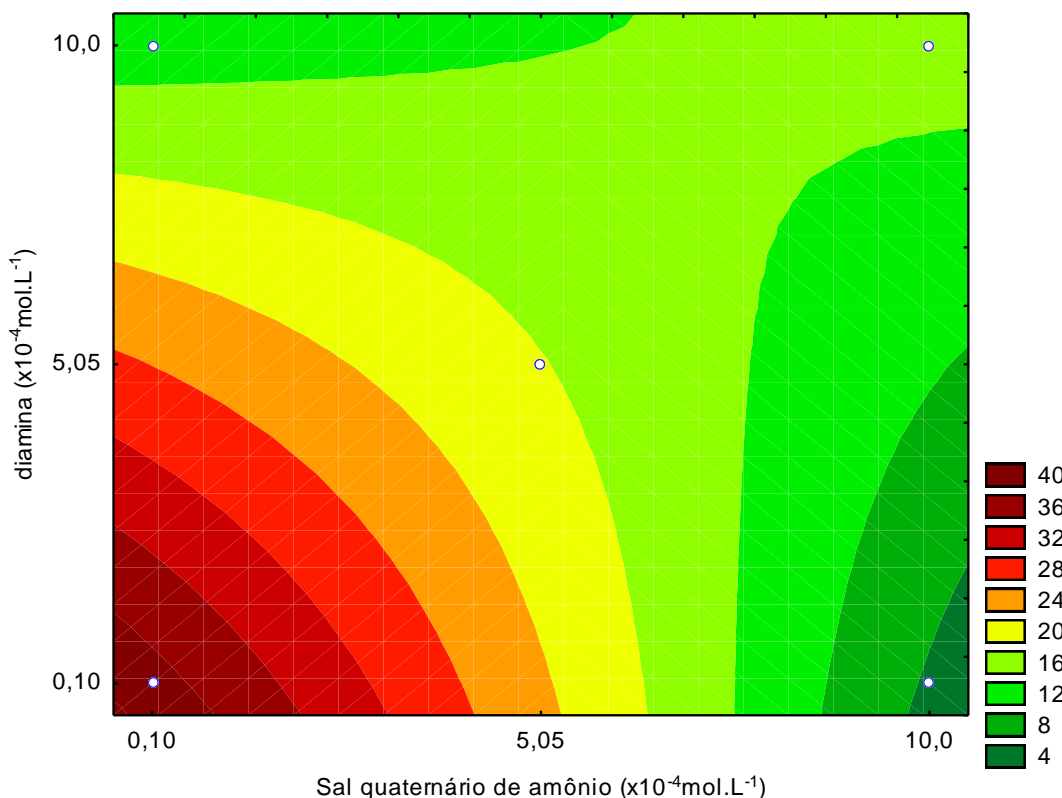


Figura 5. 13. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 4, tempo de condicionamento = 2 min).

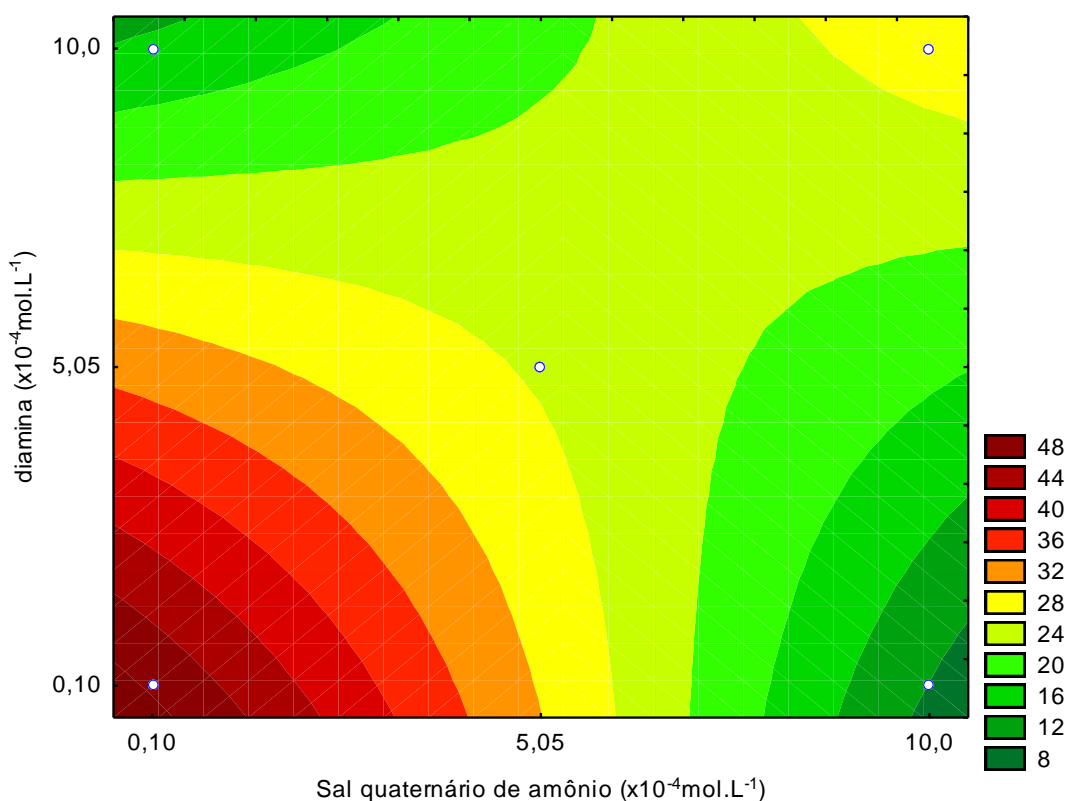


Figura 5. 14. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 4, tempo de condicionamento = 2 min).

As Figuras de 5.15 e 5.16 mostram as curvas de nível da eficiência de flotação do quartzo e feldspato potássico, respectivamente, relacionando a concentração do coletor diamina (Conc.B) com a concentração do coletor sal quaternário de amônia (Conc.A), em pH 6 com tempo de condicionamento em 3 min. Tais pontos correspondem aos ensaios no ponto central do planejamento fatorial completo.

As curvas de nível das Figuras 5.15 e 5.16 apresentam comportamento similar com alta eficiência de flotação na região de baixas concentrações. Segundo Fuerstenau e Jia (2004) a adsorção de surfactante catiônico causa uma instabilidade na suspensão. Isto ocorre devido à formação de hemimicela, a partir da associação da cadeia hidrocarbônica-cadeia hidrocarbônica do surfactante adsorvido, provocando o surgimento de regiões hidrofóbicas na superfície. Com isso, ocorre um aumento no ângulo de contato, elevando a eficiência de flotação e diminuindo a turbidez da solução.

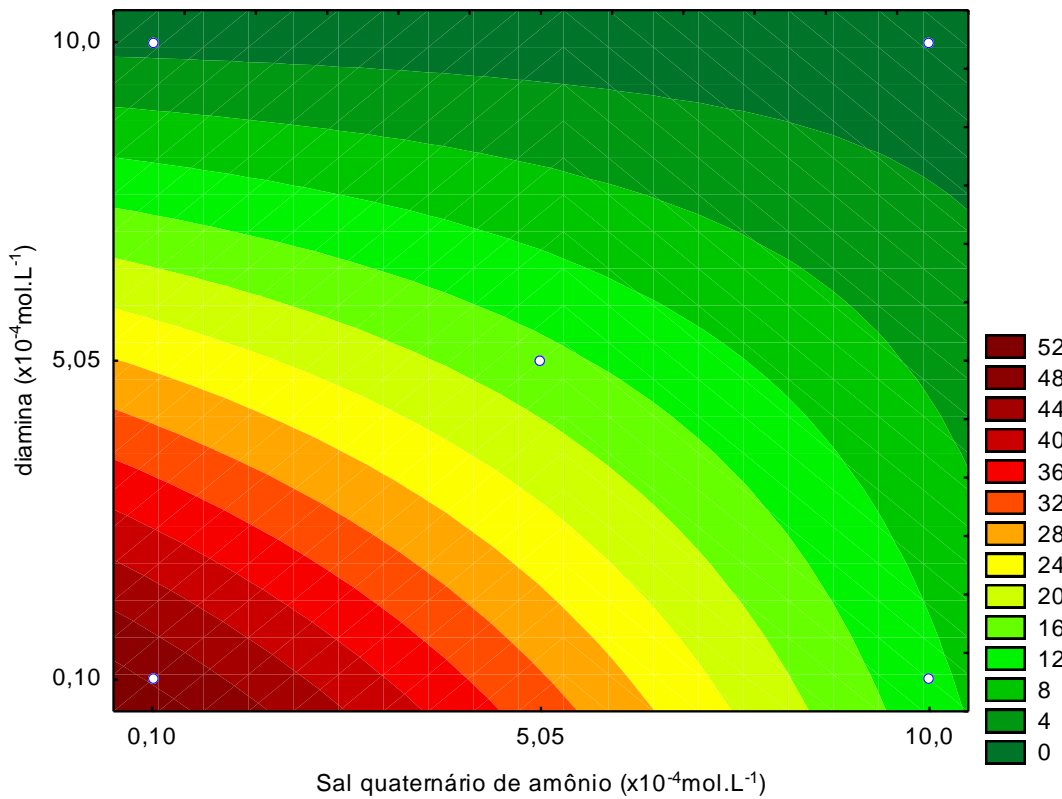


Figura 5.15. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 6, tempo de condicionamento = 3 min).

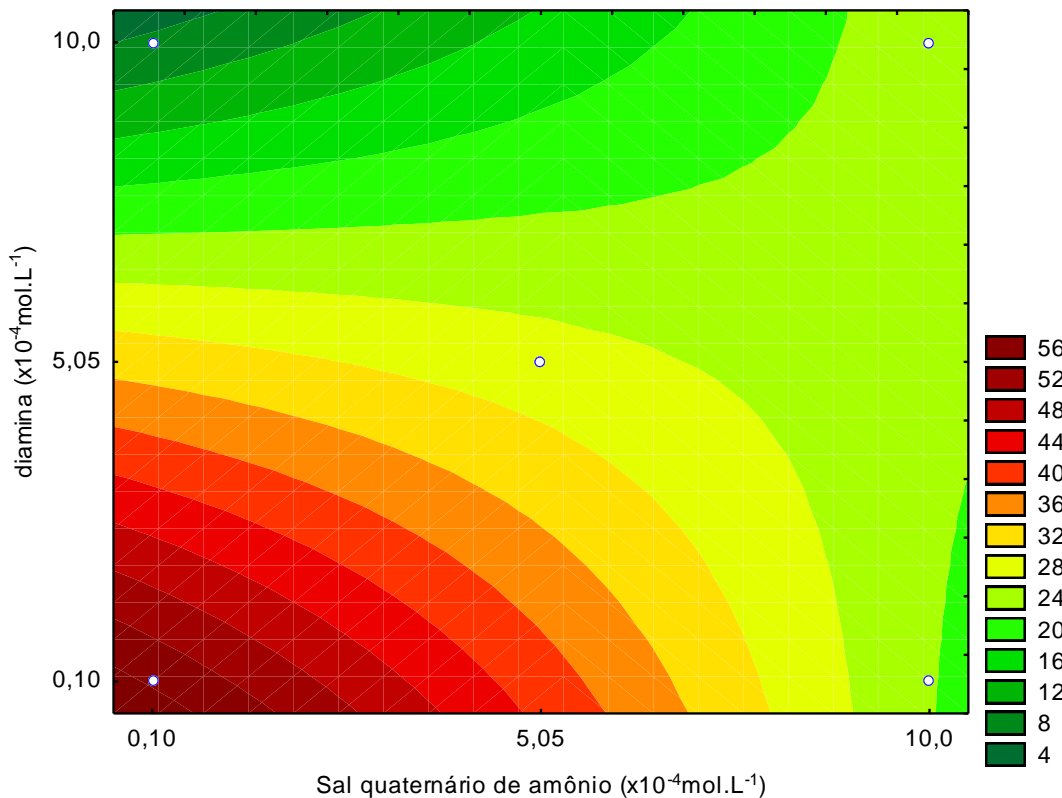


Figura 5.16. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 6, tempo de condicionamento = 3 min).

Entretanto, a menor eficiência de flotação mostra um comportamento diferente na região de alta concentração dos coletores. Na concentração de $10,0 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ dos coletores a curva de nível do quartzo apresenta eficiência de remoção de turbidez próxima a 4% e para o feldspato potássico apresenta eficiência de remoção de turbidez próxima de 24%. Tal região pode vir a ser utilizada em estudos de seletividade dos minerais quartzo e feldspato.

Nas Figuras de 5.17 e 5.18 são mostradas as curvas de nível da eficiência de flotação do quartzo e feldspato potássico, respectivamente, relacionando a concentração do coletor diamina com a concentração do coletor sal quaternário de amônia, em pH 8 com tempo de condicionamento em 4 min.

Analisando as Figuras 5.17 e 5.18, observar-se que a alta eficiência de flotação para os minerais e ocorrem na região de concentração dos coletores próxima de $0,10 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$, alcançando valores próximos de 60%. A presença dos íons provenientes do sal quaternário de amônio pode proporcionar que o grupo polar do sal quaternário de amônio encontre-se orientado para a superfície do mineral, enquanto as espécies moleculares neutras da diamina participam do processo de co-adsorção, tornando-a superfície hidrofóbica.

Nota-se nas Figuras 5.17 e 5.18 que o aumento na concentração de diamina provoca a diminuição da eficiência de remoção de turbidez, como observa-se nos ensaios 10 e 14. Possivelmente ocorre a formação de uma bicamada completa, ocasionando uma inversão na carga da superfície do mineral, tornando-a hidrofílica e diminuindo a flotabilidade dos minerais. De acordo com Fuerstenau e Jia (2004), este processo ocasiona uma diminuição no ângulo de contato e elevação da turbidez da solução.

Enquanto, a menor eficiência de flotação mostra um comportamento diferente na região de alta concentração dos coletores. Na concentração de $10,0 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ dos coletores a curva de nível do quartzo apresenta eficiência de remoção de turbidez próxima a -12% indicando que a remoção de turbidez ocorre devido a diluição da solução na célula de flotação e para o feldspato potássico apresenta eficiência de remoção de turbidez próxima de 12%. Tal região, também, pode vir a ser utilizada em estudos de seletividade dos minerais quartzo e feldspato.

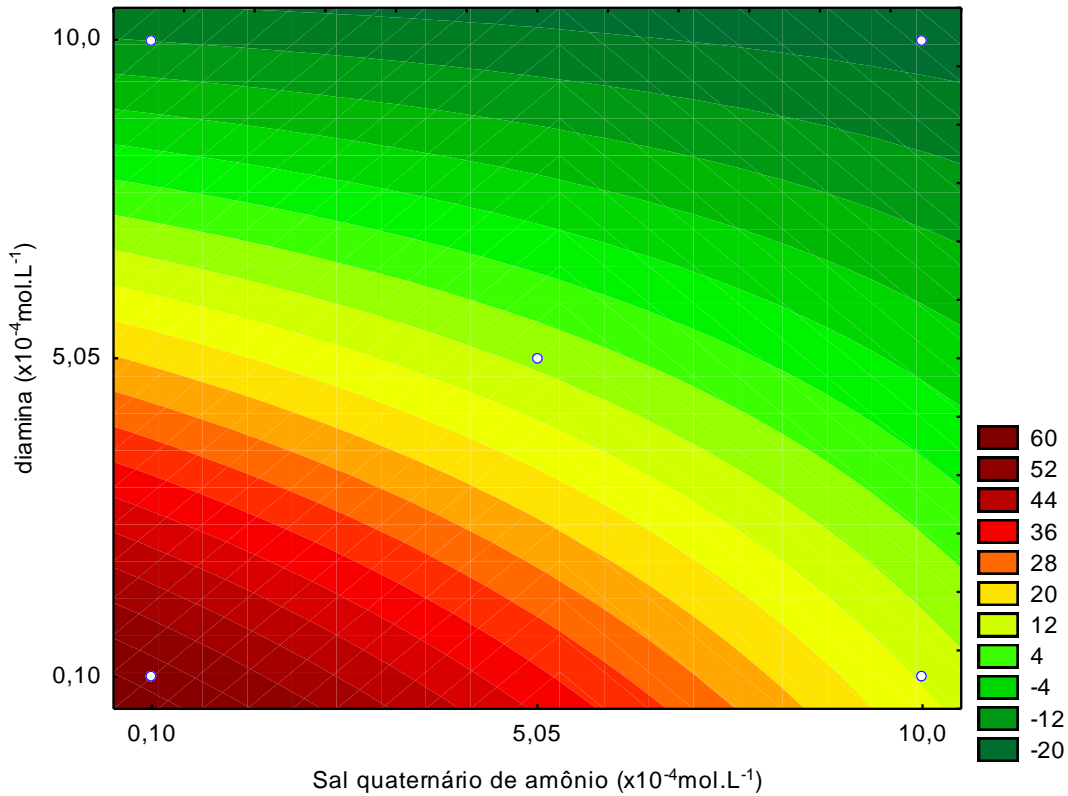


Figura 5.17. Curvas de nível para a eficiência de flotação do quartzo. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 8, tempo de condicionamento = 4 min).

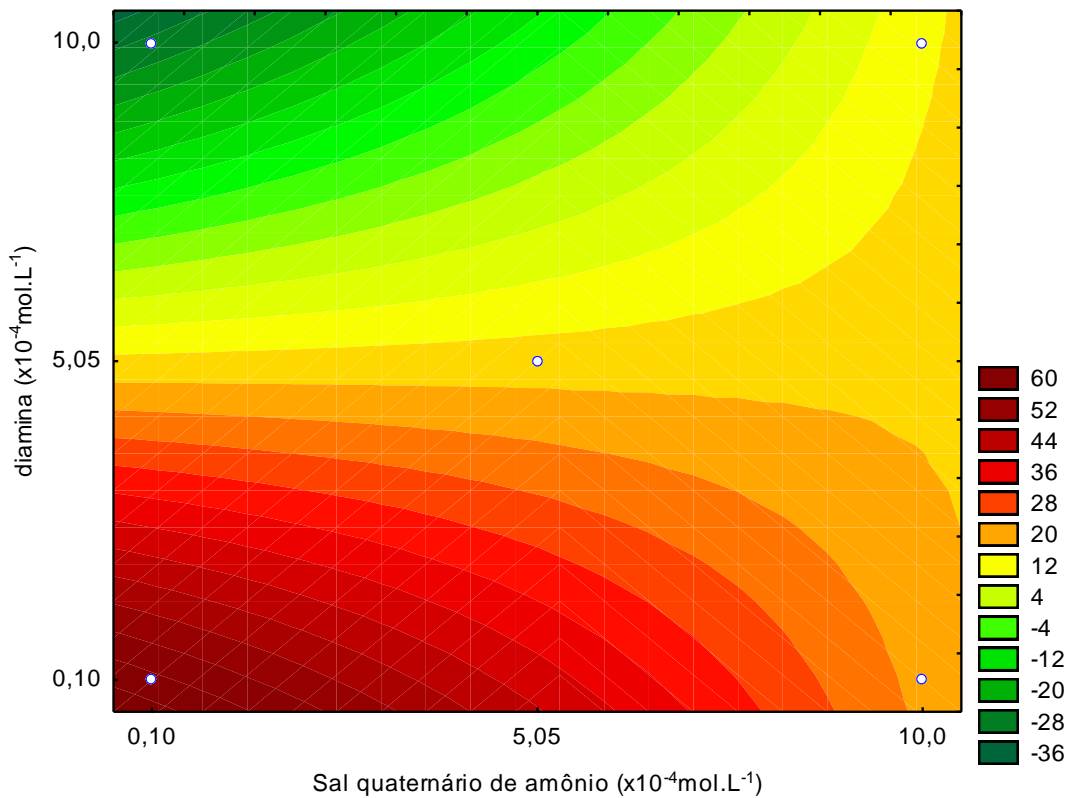


Figura 5. 18. Curvas de nível para a eficiência de flotação do feldspato potássico. Concentração de diamina (Conc.B) vs. Concentração de sal quaternário de amônio (Conc.A) (pH = 8, tempo de condicionamento = 4 min).

5.3.5 - Análise dos Testes de Seletividade

Apresentam-se a seguir a análise dos testes de seletividade realizados com base nos resultados obtidos no planejamento estatístico realizado, sendo empregados os ensaios de maior eficiência de remoção de turbidez de acordo com os resultados obtidos na Tabela 5.3. Os ensaios 9 e 10 foram selecionados com base na variável dependente eficiência de flotação. Ressalta-se que esta eficiência corresponde ao percentual de remoção de turbidez da solução comparando-se antes e após a flotação dos minerais puros.

Os testes 9 e 10 apresentam mesma concentração de coletores e mesmo tempo de condicionamento, variando somente o pH de valor 4 (ensaio 9) e valor 8 (ensaio 10). A Tabela 5.7 apresenta os percentuais de feldspato potássico e quartzo obtidos na fração flotada. O valor do percentual de feldspato potássico teve como referência os resultados de espectrometria por fluorescência de raios X do elemento alumínio.

Tabela 5.7. Percentual de feldspato potássico e quartzo no material flotado obtido nos testes de seletividade por flotação por ar dissolvido.

Ensaio	Massa (g)**	Feldspato Potássico (%)	Quartzo (%)
9	1,8	51,16	48,84
9 *	1,5	51,40	48,60
10	1,9	48,86	51,14
10*	1,7	49,49	50,51

*ensaios em duplicata;

** massa inicial do experimento é igual a 3,0g (1,5 g de quartzo + 1,5 g de feldspato potássico).

Analisando-se a Tabela 5.7 observa-se que ambos os minerais quartzo e feldspato potássico apresentaram percentual de material flotado próximo de 50 %. Isto indica que a seletividade não ocorre de modo satisfatório, devido ao percentual de remoção de turbidez nos ensaios com os minerais puros apresentaram valores próximos de flotabilidade.

Ressalta-se que os testes de seletividade foram realizados com uma massa de material razoavelmente maior do que a empregada durante todo o estudo, em função da massa de amostra necessária para realizar a análise por fluorescência de raios X. Apesar da diferença em massa na amostra inicial, este fato por si só não justifica a não seletividade observada nos resultados das análises. Pode-se afirmar que a combinação dos dois coletores (diamina e sal quaternário) não é vantajosa no que diz respeito à seletividade na separação das espécies minerais. Faz-se necessário, estudar a seletividade tomando os coletores de forma isolada e ainda, utilizar modificadores para alterar a hidrofobicidade de uma das espécies presentes.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES

6. Conclusões

Os resultados obtidos no presente estudo permitem tirar as conclusões a seguir. Os minerais quartzo e feldspato potássico apresentaram resultados de pontos isoelétricos semelhantes aos obtidos na literatura. Os gráficos de Mular e Roberts apresentaram para ambos dois pontos de PIE na curva um comportamento diferente ao da literatura.

A variável resposta utilizada foi à remoção de turbidez que mantém relação direta com a flotabilidade das espécies de minerais puros. Os resultados mostram que o processo de flotação por ar dissolvido apresentou boa eficiência na flotação dos minerais estudados, com valores de acordo com a literatura. Resultados de máxima eficiência de flotação, para ambos os minerais foram observados, nas condições de baixas concentrações dos coletores.

Para os resultados em que a pequenas diferenças no percentual de remoção de turbidez entre os minerais estudados com o feldspato potássico apresentando resultados maiores, este resultado pode estar relacionado ao mecanismo de colisão partícula-bolha por convecção (interceptação). Devido ao mecanismo de colisão por convecção o aumento no diâmetro da partícula pode ocasionar em um aumento na flotabilidade das partículas. Como, também, pode estar relacionado com a presença de impurezas de quartzo e albita na amostra de feldspato potássico.

No planejamento fatorial completo utilizado nos ensaios no ponto central foram obtidos pequenos desvios padrões para as eficiências de flotação para o mineral quartzo e para o mineral feldspato potássico. Este fato demonstra a confiabilidade, tanto no que se refere às condições de estabilidade operacional do esquema experimental para a flotação, quanto da metodologia de análise de remoção de turbidez empregada. Também foi observado que os resultados de eficiência obtidos experimentalmente e aqueles calculados pelo modelo estatístico, apresentaram-se alinhados segundo uma reta com satisfatório coeficiente de correlação.

Dentre as variáveis estudadas as que não se mostraram estatisticamente significantes para o quartzo foram o tempo, a interação entre pH e a concentração do sal quaternário de amônio, a interação entre a concentração da diamina e o tempo de condicionamento e a interação entre concentração do sal quaternário de amônio e tempo de condicionamento. Para o feldspato potássico, dentre as variáveis estudadas, a interação entre a concentração do sal quaternário de

amônio e o tempo de condicionamento não apresentam significância estatística. Ambos os modelos obtidos apresentaram significância estatística, mas pelo fato de serem modelos empíricos não podem se aplicados para fins preditivos, ou seja, em condições operacionais diferentes daquelas avaliadas.

Por fim, os resultados obtidos mostraram que as variáveis independentes desempenharam papéis importantes no processo de flotação por ar dissolvido. Tais resultados são promissores para estudos de seletividade envolvendo as misturas dos minerais, considerando as condições em que foram obtidos os melhores resultados de flotabilidade.

Os testes preliminares para avaliação da seletividade a partir de uma mistura sintética dos minerais não apresentaram resultados satisfatórios. Ressalta-se que para estes testes utilizaram-se as condições de maior flotabilidade para flotação dos minerais puros. Entretanto, certos resultados indicam que em altas concentrações de coletores e a pH's distintos, pode-se verificar uma diferença importante na flotabilidade dos minerais. Este fato pode ser considerado na realização de testes de flotação com amostras naturais, em que se pretenda obter uma maior seletividade para uma das duas espécies minerais envolvidas.

Faz-se necessário também, estudar a seletividade usando os coletores de forma isolada e ainda, utilizar modificadores para alterar a hidrofobicidade de uma das espécies presentes. Estes estudos podem vir a constituir a continuidade do trabalho bem como a realização de trabalhos futuros.

Capítulo 7

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMSON, A. W., **Physical Chemistry of Surfaces**, A Wiley –Interscience Publication, 1997.

ATKIN, R., CRAIG, V.S.J., WANLESS, E.J. e BIGGS, S., **Mechanism of cationic surfactant adsorption at the solid–aqueous interface**, *Advances in Colloid and Interface Science*, 103, 219-304, 2003.

BALTAR, C. A. M., **Flotação no Tratamento de Minério**, Departamento de Engenharia de Minas - UFPE, 25-49, 2008.

BURDUKOVA, E., BECKER, M., BRADSHAW, D.J. e LASKOWSKI, J.S., **Presence of negative charge on the basal planes of New York talc**, *Journal of Colloid and Interface Science* 315, 337–342, 2007.

CHAU, T.T., BRUCARD, W.J., KOH, P.T.L. e NGUYEN, A.V., **A review of factors that affect contact angle and implications for flotation practice**, *Advances in Colloid and Interface Science* 150, 106–115, 2009.

CHERNYSHOVA, I. V., RAO, K. H. e VIDYADHAR, A., **Mechanism of Adsorption of long-Chain Alkylamines on Silicates. A Spectroscopic Study. 1. Quartz**, *Langmuir*, 16, 8071 – 8084, 2000.

CHERNYSHOVA, I. V., RAO, K. H. e VIDYADHAR, A., **Mechanism of Adsorption of long-Chain Alkylamines on Silicates. A Spectroscopic Study. 2. Albite**, *Langmuir*, 17, 775 – 785, 2001.

ENGLERT, A.H., RODRIGUES, R.T. e RUBIO, J., **Dissolved Air Flotation (DAF) of Fine Quartz Particles Using an Amine as Collector**, *Int. J. Miner. Process.*, 90, 27-34, 2009.

FUERSTENAU, D.W. e PRADIP, T., **Zeta potentials in the flotation of oxide and silicate minerals**, *Advances in Colloid and Interface Science* 114–115, 9 – 26, 2005.

FUERSTENAU, D.W. e JIA, R., **The Adsorption of Alkylpyridinium Chlorides and their Effect on the Interface Behavior of Quartz**, *Colloid and surfaces A: Physicochem Eng. Aspects*, 250, 223–231, 2004.

GIL, B.; BROCLAWIK, E.; DATKA, J. e KLINOWSKI, J., **Acidic Hydroxyl Groups in Zeolites X and Y: A Correlation between Infrared and Solid-state NMR Spectra**, Journal Physical Chemistry, 98, 930 – 933, 1994.

KARAGUZEL, C., **Selective separation of fine albite from feldspathic slime containing colored minerals (Fe-Min) by batch scale dissolved air flotation (DAF)**, Minerals Engineering, 23, 17–24, 2010.

KLEIN, C., **Mineral Science**, 22nd ed., John Wiley & Sons, Inc., 441- 490 páginas, 2002.

JOAQUIM, L. G., **Sumário Mineral 2010**, DNPM, Volume 30, 2010.

LEE, J. D. **Química Inorgânica não tão Concisa**, Edgard Blücher LTDA, 2003.

LUZ, A. B., LINS, F. A. F., PIQUET, B., COSTA, M. C. e COELHO, J. M., **Pegmatitos do Nordeste: Diagnóstico sobre o Aproveitamento Racional e Integrado**, Série Rochas e Minerais Industriais – SRMI, CETEM/MCT, Rio de Janeiro, 2003.

LUZ, A. B. e BRAZ, E., **Quartzo**, Série Rochas e Minerais Industriais – SRMI, CETEM/MCT, Rio de Janeiro, 2000.

LUZ, A. B., e COELHO, J. M., **Feldspato**, Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações, CETEM/MCT, Rio de Janeiro, Capítulo 19, pag. 413 – 429, 2005.

MARTINS, M.; LEAL FILHO, L. de S.; LEITE, P. L. e LIMA, J. R. B., **Influência do Estado de Agregação da Polpa na Flotação de Quartzo, Apatita e Calcita**, Escola de Minas, 59(1), 55-60, 2006.

MIELCZARSKI, J. A. e POKROSKY, O. S., **Spectroscopic and kinetic confirmations of quartz surface complexation model**, Cap.14, Elsevier Ltd., 2006.

MIETTINEN, T., RALSTON, J., e FORNASIERO, D. **The limits of fine particle flotation**, Minerals Engineering, 23, 420–437, 2010.

MONTGOMERY, D.C. **Design and analysis of experiments**. 3ª Edição. New York: John Wiley & Sons, Inc. 1991.

- MULAR, A.L. e ROBERTS, R.B., **A Simplified Method to Determine isoelectric Point of Oxides**. Transactions the Canadian Mining and Metallurgical Bulletin, Vol. LXIX, p. 438-439, 1966.
- BARROS NETO B. de, SCARMINIO I. S. e BRUNS R. E., **Como Fazer Experimentos**, UNICAMP, 3ed. São Paulo, SP, 2007.
- NEVES, C. F. C., SCHVARTZMAN, M. M. A. M.; J., E. **Variables search technique applied to gas separation**. Química Nova. v.25, n 2, p.327-329, 2002.
- NGUYEN, A. V., GEORGE, P., JAMESON, G. J., **Demonstration of aminimumin the recovery of nanoparticles by flotation: Theory and experiment**, Chemical Engineering Science 61, 2494 – 2509, 2006.
- PLETNEV M. Y., **CHAPTER 1.Chemistry Of Surfactants**, Studies in Interface Science, Surfactants - Chemistry, Interfacial Properties, Applications, Volume 13, pag 1-97, 2001.
- RAMIREZ, J. A., ZINCHENKO, A., LOEWENBERG, M. e DAVIS, R. H., **The Fotation Rates of Fine Spherical Particles under Brownian and Convective Motion**, Chemical Engineering Science, 54, 149-157, 1999.
- RODRIGUES, R. T, **Desenvolvimento da Técnica LTM-bSizer para a Caracterização de Bolhas e Avaliação de Parâmetros no Processo de Flotação**, Tese de Doutorado, UFRGS, 2004.
- RODRIGUES, R. T. e RUBIO, J., **DAF-dissolved Air Flotation: Potencial Applications in the Mining and Mineral Processing Industry**, Int. J. Miner. Process., 82, 1-13, 2007.
- RUBIO, J., SOUSA, M. L. e SMITH, R. W., **Overview of Flotation as a Wastewater Treatment Technique**, Minerals Engineering, 15, 139-155, 2002.
- ROCHA, G. A., **Sumário Mineral 2011**, DNPM, Volume 31, 2011.
- SAMPAIO, C. H. e TAVARES, L. M. M., **Beneficiamento gravimétrico: uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade**. Porto Alegre: UFRGS, p 19- 455, 2005.

SILVA, M. A.; SALAS, A. U.; MIRNEZAMI, M. e FINCH, J. A., **The Point of Zero Charge of Phyllosilicate Minerals Using the Mular-Roberts Tritation Technique**, Minerals Engineering, 23, 388-389, 2010.

SHAW, D.J., **Introduction to Colloid and Surface Chemistry**, Butterworth Heinemann, 2003.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; e NIEMAN, T. A., **Princípios de Análise Instrumental**, Bookman, 5ª ed., São Paulo, SP, (2002).

VIANA, P. R. M., **Flotação de Espodumênio, Microlita, Muscovita e Quartzo com Coletores Aniônicos, Catiônicos Anfotéricos e Mistura de Coletores**, Tese de Doutorado, UFMG, 2006.

VIDYADHAR, A., RAO, K. H., I. V. CHERNYSHOVA, PRADIP, e FORSSBERG K. S. E., **Mechanisms of Amine–Quartz Interaction in the Absence and Presence of Alcohols Studied by Spectroscopic Methods**, Journal of Colloid and Interface Science 256, 59–72, 2002a.

VIDYADHAR, A., RAO, K. H., e FORSSBERG K. S. E., **Adsorption of N-Tallow 1,3-Propanediamine–Dioleate Collector on Albite and Quartz Minerals, and Selective Flotation of Albite from Greek Stefania Feldspar Ore**, Journal of Colloid and Interface Science 248, 19–29, 2002b.

VIDYADHAR, A., RAO, K. H. e I. V. CHERNYSHOVA, **Mechanisms of Amine–Feldspar Interaction in the Absence and Presence of Alcohols Studied by Spectroscopic Methods**, Colloids and Surfaces A: physicochem. Eng. 214, 127–142, 2003.

VIDYADHAR, A. e RAO, K. H., **Adsorption mechanism of mixed cationic/anionic collectors in feldspar-quartz flotation system**, Journal of Colloid and Interface Science, 306, 195–204, 2007.

VIERA, A. M. e PERES, A. E. C., **The effect of amine type, pH, and size range in the flotation of quartz**, Minerals Engineering, 20, 1008–1013, 2007.

WATERS, K.E., HADLER, J.J. e CILLIERS, **The Flotation of Fine Particles using Charged Microbubbles**, Minerals Engineering, 21, 918-923, 2008.

WERKEMA, M.C.C. e AGUIAR, S. **Otimização Estatística de Processos: como determinar a condição de operação de um processo que leva ao alcance de uma meta de melhoria.** Belo Horizonte - Brasil, Fundação Cristiano Otoni, Série Ferramentas da Qualidade, vol 9,1996.

YUHUA e JIANWEI, **The flotation of quartz from iron minerals with a combined quaternary ammonium salt,** Int. J. Miner.Process., 77, 116– 122, 2005.

ANEXOS

Anexo 1: Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico – FISPQ.



FISPQ 15-047SSA

FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75

1. IDENTIFICAÇÃO DA SUBSTÂNCIA / PREPARAÇÃO E DA SOCIEDADE / EMPRESA

Nome de Rótulo do Produto	ARQUAD 2C-75
Fabricante	Akzo Nobel Surface Chemistry AB SE 444 85 Stenungsund SWEDEN Regulatory.AffairsSE@sc.akzonobel.com Tel: +46 303 850 00 Fax: +46 303 813 06
Fornecedor	Akzo Nobel Ltda Rodovia Akzo Nobel, 707 - Bairro São Roque da Chave CEP – 13295-000 Itupeva - S. P. Brasil Tel: 11 4591 8800 FAX: 11 4591 8911
Telefone de Emergência	(11) 4591-8800 Akzo Nobel Ltda – SP - Brasil 0800 – 111767 S O S Cotec

2. COMPOSIÇÃO / INFORMAÇÃO SOBRE OS COMPONENTES

Este produto é considerado como uma preparação de acordo com a legislação dos EU

Descrição Química	Tensioativos				
Nome de Ingrediente	%ww	nº CAS	Número-EU	Símbolos	Frases Risco
Cloreto de dicodimetilamonio	~75%	61789-77-3	263-087-6	C, N	R-22, 34, 50/53
2-Propanol	~15%	67-63-0	200-661-7	Xi, F	R-11, 36, 67
Água	~10%	7732-18-5	231-791-2	-	

Outras informações Todos os componentes estão registrados em EINECS. *A classificação da substância com respeito a efeitos irritantes não pode ser usado para cálculo de acordo com a Directiva 1999/45/EC, Anexo II. A explicação das frases de riscos encontra-se na seção 15.

3. Identificação dos perigos

Inflamável
Corrosivo.
Nocivo por ingestão
Provoca queimaduras.
Pode provocar sonolência e vertigens, por inalação dos vapores.
O produto é composto por substâncias classificadas como perigosas para o ambiente.
Acima do ponto de ignição, pode formar-se mistura explosiva.
Muito tóxico para os organismos aquáticos, podendo causar efeitos nefastos a longo prazo no ambiente aquático.

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 8.2

pag 1 de 7



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75**4. Medidas de primeiros - socorros**

Sintomas e efeitos	Causa danos à córnea e às pálpebras. Provoca queimadura.
Informações Gerais	Contatar assistência médica urgentemente .
Inalação	Ar fresco, calor e descanso, de preferencia em posição meio vertical (sentado), com a roupa desapertada. No caso de falta de respiração, providencie respiração artificial. Procurar assistência médica.
Pele	Tire imediatamente todas as roupas contaminadas. Lave com água e sabão abundantemente. Procure assistência médica no caso de desenvolvimento de irritação. Lave as roupas antes de utilizá-las.
Olho	Enxaguar logo e quanto for possível com água em abundância. As pálpebras devem ser seguradas longe dos globos oculares para assegurar uma lavagem completa. Procurar sempre o conselho médico.
Ingestão	Apenas quando estiver consciente, lavar a boca, dar água abundantemente para beber(aprox. 500ml). Não provocar vômito. Procurar assistência médica.

5. Medidas de combate a incêndio

Meios de extinção	O produto é altamente inflamável. Tratar como fogo de óleo. Meios de extinção : água pulverizada, espuma álcool – resistente, pó químico seco ou dióxido de carbono.
Meios de extinção impróprio	Jato de água e espuma.
Perigos especiais de Exposição	Se envolvido no fogo, vai sustentar a combustão e pode decompor-se desprendendo matérias tóxicas. Em caso de incêndio e/ou explosão no respirar os vapores.
Produtos com risco de Decomposição / combustão	Monóxido de carbono, dióxido de carbono, ácido clorídrico , hidrocarbonetos halogenados.
Equipamento de proteção	Usar um aparelho de respiração autônomo. Conjunto de combate a incêndio especial e apropriado ao evento, capacete com viseira em policarbonato, botas de borracha especiais com bico de aço , luvas e elmos retardantes de chama especiais.
Outras informações	a água borrifada pode não ser eficaz, a não ser que seja utilizada por bombeiro experiente. Acima do ponto de ignição, pode formar mistura Explosiva.

6. Medidas de controle para Derramamento ou vazamento

Precauções pessoais	Evitar o contato com a pele e os olhos
Precauções para com o	Este produto e seu recipiente não deverão ser jogados em lixo comum.

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 8.2

pag 2 de 7



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75

Meio Ambiente	Deverão ser dispostos em local autorizado pelo Órgão Ambiental de acordo com a Legislação Ambiental vigente. Não deixar entrar em drenagens ou em vias de água.
Métodos para Limpeza	Recolher o quanto for possível num recipiente limpo para preferivelmente usar de novo ou eliminar. Cobrir o resto com absorvente inerte para eliminação. Obter autorização das autoridades responsáveis pelo controle da poluição antes da descarga nas instalações de tratamento de águas residuais. Em caso de grande derramamento, contate a autoridade local.

7. Manuseio e Armazenamento

Manuseio	Utilizar os EPIs necessários (luvas PVC, bota com biqueira de aço, camisa de manga longa e calça e óculos de proteção). Evitar o contato com a pele e os olhos. Não comer nem beber durante o manuseio.
Precaução contra incêndio e explosão	Manter afastado de qualquer chama ou fonte de faísca. Não fumar.
Requisitos para Armazenamento	Devem ser observadas as precauções usuais para líquidos inflamáveis, de acordo com a NR 20.
Outras informações	Para manter a qualidade: Armazenar em temperatura ambiente. Evite as temperaturas elevadas.

8. Controle de exposição / Proteção individual

Controles de Construção	As medidas usuais de precaução para manusear produtos químicos devem ser observadas. Chuveiro especial para a lavagem dos olhos e chuveiro normal deverá existir no local de trabalho. Poderá ser necessário ventilação mecânica ou ventilação local por exaustão.
--------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Nome de Ingrediente	Limite de Exposição 8 horas	Referência	Expor somente a curto prazo
----------------------------	------------------------------------	-------------------	------------------------------------

2-Propanol	400ppm	OELs	
Comentários	OELs. Decreto-Lei n. 290/2001 OELs = EH40/2002 Occupational Exposure Limits 2002.		

Proteção Pessoal:

Respiratório	Caso a ventilação seja insuficiente, deve ser aplicada proteção respiratória adequada. Utilizar máscara cobrindo todo o rosto provida de: Filtro ABEKP.
Mãos	Usar luvas tipo PVC
Olhos	Óculos de proteção e/ ou viseira
Pele e corpo	Utilizar roupa apropriada para prevenir qualquer possibilidade da pele ficar molhada com subst. contaminante. Utilizar avental de PVC ou trevira. Limpar a seco roupa contaminada antes de voltar a reutilizar.

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 8.2

pag 3 de 7



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75**9. Propriedades Físico- Químicas**

Aparência	Líquido
Cor	Amarelo
Cheiro	2-Propanol
Ponto / Intervalo de Ebulição	~80 °C
Ponto / Intervalo de Fusão	< -10 °C
Ponto de Inflamação	~28 °C, Método Abel-Pensky DIN 51755
Inflamabilidade	Não aplicável
Temperatura de Auto – ignição	Não determinada
Propriedades Explosivas	Não determinado
Limites de Explosão	Não determinado
Propriedades de oxidação	nenhuma conhecida
Pressão de vapor	3.17 Kpa (50°C)
Densidade	880 Kg/ m ³ (20 °C)
Densidade em massa	Não aplicável
Solubilidade em água	Dispersível
Solubilidade em outros	Solúvel em 2-Propanol
Ingredientes	
pH, solução diluída	6-9 (5%, 2-Propanol/água(1:1))
Coefficiente de divisão n-octanol / água	Não determinado
Densidade relativa do Vapor (air = 1)	Não determinado
Viscosidade	120 mPa.s (25°C)
Comentários dos dados físicos	*5%, 2-Propanol/água

10. Estabilidade e Reatividade

Estabilidade	Evitar temperaturas elevadas. Estável quando armazenado e manuseado apropriadamente. (ver seção 7)
Produtos perigosos em Decomposição	Não se conhecem produtos de decomposição tipicamente perigosos

11. Informações Toxicológicas**Dados Toxicológicos****Riscos para saúde**

Inalação	A inalação de neblina podem causar irritação no aparelho respiratório. Contém solvente. Emite vapores durante aquecimento. Altas concentrações podem causar passividade, tonturas, náusea e vômitos.
Pele	Provoca queimaduras.
Olhos	Provoca queimaduras. Risco de graves lesões oculares.

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 8.2

pag 4 de 7



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75

Ingestão	Nocivo por ingestão. Pode causar queimaduras em membranas mucosas, garganta, esôfago e estômago.
Nome	Cloreto de dicocodimetilamonio
Toxicidade aguda	
Oral LD50	200-2000 mg/kg (rato)
Genotoxicidade	Teste de Ames: Não mutável. Não induz anomalias estruturais do cromossomo.
Nome	2-Propanol
Toxicidade aguda	
Oral LD50	4710 – 5500 mg/Kg

12. Informações Ecológicas**Dados ecotoxicológicos**

Ecotoxicidade	O produto contém substância(s) classificada(s) como muito tóxica(s) contra organismos aquáticos.
Degradação	O produto não é considerado facilmente biodegradável.
Nome	Cloreto de dicocodimetilamonio
Dados ecotoxicológicos	LC50 96 horas Brachydanio rerio 0,195 mg/l Ref. Tox id 1276 EC50 48 horas Daphnia magna 0,01 - 0,1 mg/l ¹⁾ Ref. Analogi Toxid 2294 EC50 72 horas algas 0,01 - 0,1 mg/l ¹⁾ Ref. Analogi Toxid 9 1) O valor é calculado com a ajuda de testes feitos a produtos idênticos.

Ecotoxicidade	Muito tóxico para os organismos aquáticos
Degradação Biótipo	Não facilmente biodegradável.
Nome	2-Propanol

Dados ecotoxicológicos

	LC50 96 horas peixe: 4200-9640 mg/l EC50 48 horas pulga aquática: 2285 mg/l ICLo algas 1000-1800 mg/l
Ecotoxicidade	Muito tóxico para os organismos aquáticos Fator de bio-concentração, BCF. Peixe <10
Degradação	Facilmente biodegradável. BOD ₂₀ >70%..

13. Considerações sobre Tratamento e Disposição

Produto	De acordo com as Normas existentes (mais provavelmente incineração controlada). Gases nitrosos podem-se formar quando queimados.
----------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 8.2

pag 5 de 7



FISPQ 15-047SSA

FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75

Embalagem contaminada	De acordo com as normas existentes.
Classe dos Resíduos	Resíduos perigosos conforme a Directiva 91/689/CEE do conselho, de 12 de Dezembro de 1991, relativa aos resíduos perigosos.

14. Informações sobre o Transporte

Nome próprio da Remessa Corrosive liquid, flammable, n.o.s. (Quaternary ammonium chloride/ 2-Propanol mixture)

Transporte Terrestre

Classe ADR	8	ADR Grupo da embalagem	II
Classe RID	8	RID Grupo da embalagem	II
Identificação de perigo	83	n.º Identificação de Substâncias	2920
Código de Classificação	CF1		

TREM –Card internal code 5171 CEFIC TEC(R) – 80GCF1-II UN nr 2920

Transporte Marítimo

Código IMO / IMDG	8	Classes	8
Grupo de embalagem	II	UN nr	2920
EMS	F-E, S-C		
Poluente Marinho	No		

Transporte Aéreo

ICAO-TI/IATA Classe	8	UN nr	2920
Grupo da embalagem	II	Risco Suplementar	3

15. Regulamentações

Nome de rótulo do produto Cloreto de dicocodimetilamonio
2-Propanol

Etiquetagem conforme as diretrizes da CE

Nenhum-CE

Data da última revisão 12/02/2007



pag 6 de 7



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

ARQUAD 2C-75

Corrosivo **Perigoso para o
Meio ambiente**

**Símbolo(s)
Frase(s) R(isco)**

R10 :Inflamável
R22 : Nocivo por ingestão
R34 : Provoca queimaduras
R50/53: Muito tóxico para os organismos aquáticos, podendo causar efeitos nefastos a longo prazo no ambiente aquático.
R-67: Pode provocar sonolência e vertigens, por inalação dos vapores.

Frases S(egurança)

S26 : Em caso de contato com os olhos, lavar imediatamente com água e consultar um especialista
S28 : Após contato com a pele, lavar imediata e abundantemente com água.
S:36/37/39 : Usar vestuário de proteção, luvas e equipamento protetor para a vista / face adequados.
S45: Em caso de acidente ou de indisposição, Consultar imediatamente o médico.
S57: Utilizar um recipiente adequado para evitar a contaminação do ambiente.

Directivas EU

Ficha de segurança conforme a directiva 2001/58/CEE.

16.Outras informações

Este documento refere-se ao produto mencionado acima e não é necessariamente válido se o referido produto for usado com outros produtos ou em qualquer processo. As instruções são corretas e completas ao nível do nosso melhor conhecimento atual e são dadas de boa fé mas sem garantia. Fica sob a própria responsabilidade do utente assegurar-se de que as informações são apropriadas para o seu uso especial deste produto.

Foram feitas alterações nas seções 2, 3, 12



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T**1. IDENTIFICAÇÃO DA SUBSTÂNCIA / PREPARAÇÃO E DA SOCIEDADE / EMPRESA**

Nome de Rótulo do Produto	N-Sebo-1,3-diaminopropano
Fabricante / Fornecedor	Akzo Nobel Ltda Rodovia Akzo Nobel, 707 - Bairro São Roque da Chave CEP – 13295-000 Itupeva - S. P. Brasil Tel: 11 4591 8800 FAX: 11 4591 8911
Telefone de Emergência	(11) 4591-8800 Akzo Nobel Ltda – SP - Brasil 0800 – 111767 S O S Cotec

2. COMPOSIÇÃO / INFORMAÇÃO SOBRE OS COMPONENTES

Este produto é considerado como substância de acordo com a legislação dos EU.

Nome de ingrediente	Número-EU	Número-CAS	Concentração	Simbolos	Frases	Risco
N-Sebo-1,3-diaminopropano	263-189-0	61791-55-7	100 %	C ,N	R-22, 34, 50	
Outras informações	As substâncias estão registradas em EINECS. A explicação das frases sobre riscos encontra-se na secção 16.					

3. Identificação dos perigos

Nocivo por ingestão
Provoca queimaduras.
Muito tóxico para organismos aquáticos.
Perigoso para o ambiente.

4. Medidas de primeiros - socorros

Sintomas e efeitos	Causa danos à córnea e às pálpebras. Provoca queimadura.
Informações Gerais	Contatar assistência médica urgentemente . Queimação pode ocorrer algumas horas após a remoção do produto. Se não tratar de imediato, provoca a irritação da pele com conseqüências graves. Isto pode-se evitar através do tratamento imediato utilizando um corticosteroide de efeito médio.
Inalação	Não é provável que ocorra. Em caso de exposição: lavar ligeiramente com água limpa o nariz e a boca. Transportar para ar fresco, em repouso em posição vertical. Procurar assistência médica.
Pele	Remover imediatamente roupas embebidas. Eliminar com cautela pasta o produto solidificado. Lavar a pele imediatamente com água oxigenada

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 3.5

pag 1 de 6



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T

Olho	ácida (0,5%). Lavar em seguida com água e sabão. Procurar assistência médica. Caso contato com os olhos lavar imediatamente com ácido acético 0,5% numa solução de água. Lavar de seguida logo que seja possível com muita água. Assegure-se bem de que o globo ocular está bem lavado. Procurar assistência médica imediatamente. Continuar a lavar ligeiramente com água limpa.
Ingestão	Apenas quando estiver consciente, lavar a boca, dar água abundantemente para beber. Não provocar vômito.

5. Medidas de combate a incêndio

Meios de extinção	Neveiro, névoa, espuma, pó, dióxido de carbono (CO ₂).
Meios de extinção impróprio	Jato de água.
Perigos especiais de Exposição	Tratar como fogo de óleo. A água pulverizada pode não ser eficaz, a não ser que seja usada por bombeiros experientes.
Produtos com risco de Decomposição / combustão	Não inflamável. Se envolvido no fogo de qualquer modo vai sustentar a combustão e pode decompor-se desprendendo matérias tóxicas. Não respirar os vapores.
Equipamento de proteção	Usar um aparelho de respiração autônomo.
Outras informações	-

6. Medidas de controle para Derramamento ou vazamento

Precauções pessoais	Evitar o contato com a pele e os olhos
Precauções para com o Meio Ambiente	Este produto e seu recipiente não deverão ser jogados em lixo comum. Deverão ser dispostos em local autorizado pelo Órgão Ambiental de acordo com a Legislação Ambiental vigente. Impeça a descarga de grandes quantidades para o escoadouro ou em vias de água.
Métodos para Limpeza	Maior derramamento: Circunvale com material inerte. Recolher o quanto for possível num recipiente limpo para (preferivelmente usar de novo ou eliminar de acordo com a regulamentação). Misturar o resto com vermiculita, areia seca ou serragem e depois varrer. Pequenas quantidades podem ser lavadas com muita água para os escoadouros utilizando um jato de água forte.
Outras informações	Para proteção pessoal, veja seção 8.



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T**7. Manuseio e Armazenamento**

Manuseio	Utilizar os EPIs necessários (luvas PVC, bota com biqueira de aço, camisa de manga longa e calça e óculos de proteção). Evitar derramamento e o contato com a pele e os olhos. Não comer nem beber durante o manuseio.
Precaução contra incêndio e explosão	Nenhuma recomendação específica.
Requisitos para Armazenamento	Para manter a qualidade: Evitar as temperaturas elevadas. Reage com cobre, alumínio, zinco e suas ligas . Para demais informações ver a folha dados do produto.

8. Controle de exposição / Proteção individual

Controles de Construção	Chuveiro especial para lavagem dos olhos e chuveiro normal deverá existir no local de trabalho. Ter sempre à mão soluções de ácido acético a 0,5%.
Limite de Exposição	Não foi estabelecido nenhum limite de exposição.
Proteção Pessoal	
Respiratório	Manter equipamento respiratório disponível. Quando utilizado em condições que possam dar origem a aerossol ou névoa, usar máscara respiratória adequada. Utilizar máscara cobrindo todo o rosto provida de: Cartucho de gás K (amônia, verde). Filtro ABEKP.
Mãos	Usar luvas tipo PVC.
Olhos	Óculos de proteção e/ ou viseira.
Pele e corpo	Utilizar roupa apropriada para prevenir qualquer possibilidade da pele ficar molhada com subst. contaminante. Utilizar avental de PVC ou trevira. Limpar a sêco roupa contaminada antes de voltar a reutilizar.

9. Propriedades Físico- Químicas

Aparência	Pasta.	
Cor	Branco sujo.	
Cheiro	Parecido com o amoníaco.	
Ponto/intervalo de ebulição (°C)	> 250 Pressão (kPa)	
Ponto/intervalo de fusão (°C)	30 – 40	
Ponto de inflamação (°C)	> 150	Método Pensky-Martens ISO 2719
Temperatura de auto-ignição (°C)	> 200	
Pressão do vapor	< ,1 hPa	Temperatura (°C) 20
Densidade	(kg/m3) 840	Temperatura (°C) 20

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 3.5

pag 3 de 6



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T

Viscosidade	7 mPas	Temperatura (°C) 60
Solubilidade em água	Insolúvel.	
Solubilidade em outros Ingredientes	Solúvel em hidrocarbonetos.	

(Estes dados são típicos do produto.)

10. Estabilidade e Reatividade

Estabilidade	Evitar as temperaturas elevadas. Estável quando armazenado e utilizado conforme o recomendado (ver secção 7).
Produtos perigosos em Decomposição	Não se conhecem produtos de decomposição tipicamente perigoso.

11. Informações Toxicológica

Nome	N-Sebo-1,3-diaminopropano
Dados toxicológicos	LD50. oral ratazana. 945 mg/kg
Irritação	Teste de irritação da pele (coelho): Corrosivo.
Riscos para saúde	
Inalação	Emite vapores durante aquecimento. Inalação de pequeno volume de vapor pode causar irritação no nariz, garganta e vias-respiratórias.
Pele	Provoca queimaduras. Queimação pode ocorrer algumas horas após a remoção do produto. Pode ser absorvido através da pele.
Olho	Provoca queimaduras. Risco de graves lesões oculares. Pode causar irritação e dor aguda se olhos entrarem em contacto com o vapor.
Ingestão	Pode causar queimaduras em membranas mucosas, garganta, esôfago e estômago.

12. Informações Ecológica

Dados ecotoxicológicos	
Degradação	Este tensoativo cumpre com os critérios de biodegradabilidade segundo o Regulamento (EC) N° 648/2004 sobre detergentes. Dados que apóiam esta afirmação estão à disposição das autoridades competentes dos Estados Membros e serão disponibilizados a seu pedido direto ou através do pedido de um produtor de detergentes".

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 3.5

pag 4 de 6

FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T

Ingrediente	N-Sebo-1,3-diaminopropano
Dados ecotoxicológicos	LC50 96 horas peixe 0,1 mg/l Ref. Toxid 1272 EC50 48 horas pulga aquática 0,1 - 1 mg/l Ref. APAG IC50 72 horas algas 0,046 mg/l Ref. Toxid 3444
Ecotoxicidade	Muito tóxico para os organismos aquáticos.
Degradação	Facilmente biodegradável. >60% BOD, 28 dias, Teste de taça fechada (OECD 301D).
Coefficiente de divisão (Log Pow)	

13. Considerações sobre Tratamento e Disposição

Métodos de Descarte	Queimamento aconselhado. Destruir conforme as normas estipuladas pelas Autoridades locais. Gazes nitrosos podem-se formar quando queimado.
Classe dos resíduos	Resíduos perigosos conforme a Directiva 91/689/CEE do Conselho, de 12 de Dezembro de 1991, relativa aos resíduos perigosos.

14. Informações sobre o Transporte

Transporte via terra	
Transporte via mar	
Transporte aéreo	
Outras informações	Produto não classificado como perigoso

15. Regulamentações

Nome de rótulo do Produto N-Sebo-1,3-diaminopropano

Etiquetagem conforme as diretrizes da CE



Símbolo(s)

Frase(s) R(isco)

Data da última revisão 12/02/2007

Revisão 3.5

pag 5 de 6



FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA PARA PRODUTO QUÍMICO – FISPQ

DUOMEEN T

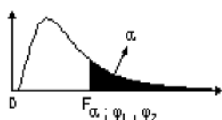
	R22 : Nocivo por ingestão R34 : Provoca queimaduras R50 : Muito tóxico para organismos aquáticos.
Frases S(egurança)	S26 : Em caso de contato com os olhos, lavar imediatamente com água e consultar um especialista S28 : Após contato com a pele, lavar imediata e abundantemente com água. S:36/37/39 : Usar vestuário de proteção, luvas e equipamento protetor para a vista / face adequados. S45: Em caso de acidente ou de indisposição, Consultar imediatamente o médico. S61: Evitar a liberação para o ambiente. Obter instruções específicas / fichas de segurança.
Directivas EU	Ficha de segurança conforme a 2001/58/CEE.
Classificação do Risco da água	WGK:3 (Alemanha)
Outras Informações	Em caso de contato com os olhos, enxaguar imediatamente com ácido acético a 0,5% em uma solução de água, em seguida e tão logo seja possível com bastante água. Levantar as pálpebras do globo ocular assegurando um enxague completo. Procurar sempre conselho médico.

16. Outras informações

Este documento refere-se ao produto mencionado acima e não é necessariamente válido se o referido produto for usado com outros produtos ou em qualquer processo. As instruções são corretas e completas ao nível do nosso melhor conhecimento atual e são dadas de boa fé mas sem garantia. Fica sob a própria responsabilidade do utente assegurar-se de que as informações são apropriadas para o seu uso especial deste produto.

ANEXO 2. TABELA DE DISTRIBUIÇÃO F DE FISHER $\alpha = 5\%$

Distribuição F de Fisher $\alpha = 5\%$



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
DEPARTAMENTO DE ESTATÍSTICA
DISCIPLINA: EST0034 - PROBABILIDADE III

TABELA - Distribuição F de Fisher $\alpha = 5\%$

$\phi_2 \backslash \phi_1$		Graus de liberdade para o numerador																					
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14	15	16	18	20	24	30	40	60	120	∞
Graus de liberdade para o denominador	1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	236,8	238,9	240,5	241,9	243,9	245,4	245,9	246,5	247,3	248,0	249,1	250,1	251,1	252,2	253,3	254,3
	2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,35	19,37	19,38	19,40	19,41	19,42	19,43	19,43	19,44	19,45	19,45	19,46	19,47	19,48	19,49	19,50
	3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,74	8,72	8,70	8,69	8,67	8,66	8,64	8,62	8,59	8,57	8,55	8,53
	4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91	5,87	5,86	5,84	5,82	5,80	5,77	5,75	5,72	5,69	5,66	5,63
	5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,68	4,64	4,62	4,60	4,58	4,56	4,53	4,50	4,46	4,43	4,40	4,36
	6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00	3,96	3,94	3,92	3,90	3,87	3,84	3,81	3,77	3,74	3,70	3,67
	7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,57	3,53	3,51	3,49	3,47	3,44	3,41	3,38	3,34	3,30	3,27	3,23
	8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,28	3,24	3,22	3,20	3,17	3,15	3,12	3,08	3,04	3,01	2,97	2,93
	9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,07	3,03	3,01	2,99	2,96	2,94	2,90	2,86	2,83	2,79	2,75	2,71
	10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,91	2,87	2,85	2,83	2,80	2,77	2,74	2,70	2,66	2,62	2,58	2,54
	11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,79	2,74	2,72	2,70	2,67	2,65	2,61	2,57	2,53	2,49	2,45	2,40
	12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,69	2,64	2,62	2,60	2,57	2,54	2,51	2,47	2,43	2,38	2,34	2,30
	13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,60	2,55	2,53	2,52	2,48	2,46	2,42	2,38	2,34	2,30	2,25	2,21
	14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,53	2,48	2,46	2,44	2,41	2,39	2,35	2,31	2,27	2,22	2,18	2,13
	15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,48	2,42	2,40	2,39	2,35	2,33	2,29	2,25	2,20	2,16	2,11	2,07
	16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42	2,37	2,35	2,33	2,30	2,28	2,24	2,19	2,15	2,11	2,06	2,01
	17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,38	2,34	2,31	2,29	2,26	2,23	2,19	2,15	2,10	2,06	2,01	1,96
	18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34	2,29	2,27	2,25	2,22	2,19	2,15	2,11	2,06	2,02	1,97	1,92
	19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,31	2,26	2,23	2,22	2,18	2,16	2,11	2,07	2,03	1,98	1,93	1,88
	20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,28	2,22	2,20	2,18	2,15	2,12	2,08	2,04	1,99	1,95	1,90	1,84
	21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25	2,20	2,18	2,16	2,12	2,10	2,05	2,01	1,96	1,92	1,87	1,81
	22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,23	2,17	2,15	2,13	2,10	2,07	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,78
	23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,20	2,15	2,13	2,11	2,08	2,05	2,01	1,96	1,91	1,86	1,81	1,76
	24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,18	2,13	2,11	2,09	2,05	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,79	1,73
	25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,16	2,11	2,09	2,07	2,04	2,01	1,96	1,92	1,87	1,82	1,77	1,71
	26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15	2,09	2,07	2,05	2,02	1,99	1,95	1,90	1,85	1,80	1,75	1,69
	27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20	2,13	2,08	2,06	2,04	2,00	1,97	1,93	1,88	1,84	1,79	1,73	1,67
	28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12	2,06	2,04	2,02	1,99	1,96	1,91	1,87	1,82	1,77	1,71	1,65
	29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10	2,05	2,03	2,01	1,97	1,94	1,90	1,85	1,81	1,75	1,70	1,64
	30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,09	2,04	2,01	1,99	1,96	1,93	1,89	1,84	1,79	1,74	1,68	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,00	1,95	1,92	1,90	1,87	1,84	1,79	1,74	1,69	1,64	1,58	1,51	
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92	1,86	1,84	1,81	1,78	1,75	1,70	1,65	1,59	1,53	1,47	1,39	
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,09	2,02	1,96	1,91	1,83	1,77	1,75	1,72	1,69	1,66	1,61	1,55	1,50	1,43	1,35	1,25	
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75	1,69	1,67	1,63	1,60	1,57	1,52	1,46	1,39	1,32	1,22	1,00	

ANEXO 3. TABELA DOS RESULTADOS DA ANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROMETRIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAOIS X DOS ENSAIOS DE SELETIVIDADE DE QUARTZO E FELDSPATO POTÁSSICO.

Identificação		Ensaio base crua													
FRX	UFRN	Umidade	PPC	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	ZrO ₂
FRX 12-9828	Amostra Q/F	0,16	0,08	83,62	0,03	8,51	< 0,01	0,10	0,01	0,07	0,14	1,41	5,78	0,07	0,01
FRX 12-9829	Amostra 9.1	0,14	0,14	83,26	0,03	8,61	< 0,01	0,08	0,01	0,04	0,12	1,46	6,04	0,06	0,01
FRX 12-9830	Amostra 9.2	0,09	0,16	83,17	0,02	8,65	< 0,01	0,09	0,01	0,04	0,13	1,47	6,10	0,06	< 0,01
FRX 12-9831	Amostra 10.1	0,21	0,13	83,89	0,03	8,19	< 0,01	0,08	0,01	0,04	0,13	1,46	5,75	0,07	0,01
FRX 12-9832	Amostra 10.2	0,19	0,14	83,71	0,02	8,33	< 0,01	0,08	0,01	0,05	0,11	1,48	5,82	0,07	< 0,01