

AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA NA FLOTAÇÃO DE QUARTZO E FELDSPATO POTÁSSICO UTILIZANDO PLANEJAMENTO FATORIAL

AZEVEDO FILHO, J.B.¹, SOUZA, R.F.², MELO, J.V.³, PAULO, J.B.A.⁴

¹Universidade Federal do Rio Grande do Norte. batistaufn@gmail.com

²Universidade Federal do Rio Grande do Norte. raquel@geologia.ufrn.br

³Universidade Federal do Rio Grande do Norte. javiebrazil21@gmail.com

⁴Universidade Federal do Rio Grande do Norte. jbosco@eq.ufrn.br

RESUMO

A flotação é uma técnica adequada para a separação de partículas finas. Nas rochas pegmatíticas do Rio Grande do Norte os minerais quartzo e feldspato ocorrem usualmente intercrescidos. Portanto, para utilização desses minerais é necessária sua separação. Este trabalho mostra resultados de estudos de flotação em células de bancada para quartzo e feldspato utilizando como reagente de flotação oleato de sódio. Os experimentos foram planejados de forma que os dados fossem coletados em tempo e custo mínimos. Para os estudos de flotação realizou-se um planejamento fatorial 2³, realizado em dois níveis e com repetição, onde os fatores estudados foram a vazão de ar, o tempo de flotação e o pH. Desse modo, foram realizados 16 experimentos, em oito ensaios diferentes, para cada mineral. Os resultados mostram uma maior eficiência no processo de flotação para o quartzo em, praticamente, todos os ensaios quando comparada à obtida para o feldspato. Os melhores rendimentos obtidos para o quartzo variaram em torno de 82%. Dentre os fatores estudados, o pH apresentou maior influência, com eficiência máxima em pH 7. A pequena influência do fator tempo para a flotação do quartzo indica que, além de ser mais eficiente o processo também é mais rápido.

PALAVRAS-CHAVE: flotação em bancada; silicatos; oleato de sódio.

ABSTRACT

Flotation is a suitable technique for the separation of fine particles. In the pegmatitic rocks in the Rio Grande do Norte State, the minerals quartz and feldspar usually occur in intergrowths. Therefore, separation is required to use these minerals. This work shows results of flotation studies of quartz and feldspar in a laboratory cell using sodium oleate as flotation reagent. The experiments were designed so that the data were collected in minimum time and cost. A 2³ factorial design was performed for flotation studies, conducted at two levels and with repetition. The studied factors were the air flow, the time of flotation and pH. Thus, 16 experiments were conducted in eight different trials for each mineral. The results show a higher efficiency in the flotation process for quartz in almost all tests compared to that obtained for feldspar. The best yields obtained for quartz varied about 82%. Among the factors studied, the pH showed higher effect with maximum efficiency at pH 7. The small influence of the time factor for the flotation of quartz indicates that, in addition to being more efficient the process is also faster.

KEYWORDS: bench flotation; silicates; sodium oleate.

1. INTRODUÇÃO

A mais importante característica tecnológica dos feldspatos é a fusibilidade (capacidade de vidrar). Seus usos principais ocorrem nas indústrias de cerâmica, vidro, esmalte, sendo também utilizados na fabricação de borracha, plásticos e tintas. No Rio Grande do Norte (RN), os feldspatos são lavrados nos pegmatitos da Província Borborema-Seridó, nos municípios de Currais Novos, Parelhas, Equador, Carnaúba dos Dantas e São Tomé. Esses feldspatos apresentam teores elevados de álcalis e baixos de óxido de ferro, adequados para uso nas indústrias de cerâmica branca e de vidro. Essa é a principal matéria prima para a indústria cerâmica do RN e de estados vizinhos. Portanto, é justificável aperfeiçoar técnicas de separação como a flotação que possam ser empregadas para beneficiamento do quartzo e feldspato, os quais ocorrem usualmente intercrescidos, visando agregar valor à matéria prima do Estado.

Brandão e Poling (1982), ao realizarem estudos de flotação utilizando coletores aniônicos, apresentaram a estrutura molecular de vários ácidos graxos, incluindo o ácido oléico, que é o componente principal de vários reagentes de flotação industrializados, inclusive o estudado neste trabalho.

De acordo com estudos realizados por Ananthapadmanabhan e Somasundaran (1988), a molécula do ácido oléico, pode formar duas espécies distintas em solução, em que uma é o sabão ácido (R_2H^+) e a outra é o dímero (R_2^{2-}). A molécula do dímero (R_2^{2-}) apresenta os dois extremos com carga negativa, onde uma se liga à superfície do mineral que apresenta carga iônica positiva e o outro extremo do dímero, com uma extremidade polar e outra apolar, apresenta afinidade de seu extremo polar com a molécula de água. A molécula do sabão ácido (R_2H^+) apresenta um extremo com carga negativa e o outro extremo com duas extremidades apolares. A extremidade que possui carga negativa se liga à superfície do mineral que apresenta carga iônica positiva. O outro extremo da molécula do sabão ácido, com duas pontas apolares, não apresenta afinidade com a molécula de água, o que confere hidrofobicidade à superfície na qual houver adsorção de moléculas de sabão ácido. Consequentemente, quanto maior a concentração da espécie sabão ácido (R_2H^+), maior a hidrofobicidade conferida ao sólido. De acordo com esses estudos, verifica-se que a concentração de sabão ácido nas soluções de oleato é máxima entre o pH 7,5 e 8,5; o que provoca um aumento na capacidade de hidrofobização da superfície do sólido. O dímero formado em outro pH nas soluções de oleato, não contribui muito para a hidrofobização do sólido.

Vidyadhar *et al.*, (2002), ao realizarem estudos de flotação e potencial zeta nos minerais albita e quartzo, utilizando como coletores oleato e uma amina, observaram que o potencial zeta da albita no pH 7,0 (-15 mV) é mais negativo que o potencial zeta do quartzo (-10 mV) nesse mesmo pH e os testes de flotação com o oleato nos pHs 2,0 a 6,0, mostraram-se mais eficientes para a recuperação do quartzo que da albita nos pHs 4,0 a 6,0.

O uso da estatística pode ser voltado para a otimização de processos químicos por uma abordagem operacional apresentando como enfoque a melhoria no uso de energia, diminuição de custos, utilização de equipamentos mais adequados, e sistematização dos métodos de separação (BARROS NETO *et al.*, 2002).

Este trabalho tem como objetivo avaliar a aplicação do planejamento fatorial 2^3 no processo de flotação de quartzo e feldspato, utilizando-se a técnica de flotação em célula de bancada e oleato de sódio como coletor, para encontrar as melhores condições de separação desses minerais.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização dos experimentos de microflotação foram utilizadas amostras do mineral quartzo e feldspato potássico na forma pura, ambos na faixa granulométrica de -100 + 150# mesh tyler, proveniente de áreas de lavra da Região do Seridó norterriograndense.

Com objetivo de confirmar a pureza das amostras minerais, foi realizada a caracterização química por espectrometria de fluorescência de raios X, marca PHILIPS, modelo PW-2400. Foi também realizada análise pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), com o intuito de visualização da superfície das partículas e verificação da pureza desses minerais.

A flotação é uma técnica de separação de minerais em meio aquoso (polpa), através da qual são introduzidas bolhas de ar. As partículas minerais são agitadas e as que apresentam maior hidrofobicidade aderem às bolhas de ar e flutuam sendo conduzidas até a interface líquido-ar. Nesta interface as bolhas se rompem e as partículas voltam à polpa ou ficam retidas em uma espuma. A espuma é removida e as partículas minerais que aí ficam, deste modo, são separadas das outras partículas minerais presentes, que permanecem na polpa por apresentarem uma maior característica hidrofílica. Nesse processo, quando a substância a ser removida não possui hidrofobicidade natural, adiciona-se à polpa uma substância química (coletor), ativadora da superfície que se adsorve formando uma camada hidrofóbica, ávida por ar. Com agitação vigorosa e aeração da polpa, esta cobertura hidrofóbica, por interações químicas ou físicas, age como uma ponte, permitindo a adesão dos sólidos às bolhas que os transportam até a superfície.

A flotabilidade do mineral tem relação com um conjunto de fatores como, o movimento de arraste do mineral pelas bolhas de ar, a captura das partículas do mineral pela espuma formada e a adsorção provocada pelas espécies químicas formadas pela molécula do coletor à superfície mineral. A densidade do mineral também é um fator importante nesse processo, já que as partículas mais densas tendem a decantar e as mais leves a flutuarem e assim saírem do líquido no qual estão imersas com maior facilidade.

A partir de condições iniciais baseadas em estudos anteriores (Azevedo Filho *et al.*, 2007), estabeleceu-se como parâmetros fixos para os ensaios, o uso do reagente de flotação oleato de sódio na concentração de $1,0 \times 10^{-3}$ mol/L, tempo de condicionamento do mineral 5 minutos; o ajuste do pH foi feito utilizando-se o ácido nítrico (HNO_3) e a base hidróxido de potássio (KOH); a velocidade de agitação da polpa foi mantida constante, com massa das amostras de 7,60 g e volume da solução coletora de 380 mL para cada ensaio.

Nessas condições realizou-se um planejamento fatorial completo 2^k , com dois níveis e três fatores ($k = 3$), (BARROS NETO *et al.*, 2002). Na Tabela I são mostradas as variáveis e níveis usados no planejamento fatorial e na Tabela II os coeficientes de contraste usados para análise dos fatores e de suas interações.

Tabela I. Variáveis e níveis mínimo (-1) e máximo (+1) Correspondentes usados no planejamento fatorial.

Variáveis	Níveis	
	-1	+1
X1 = Vazão de ar (mL/min)	0	340
X2 = Tempo de flotação (min)	2	4
X3 = pH	7	11

Tabela II. Valores codificados e reais das variáveis usadas no planejamento fatorial para a flotação do quartzo e do feldspato.

Ensaio	X1	X2	X3	Vazão de ar (mL/min)	Tempo de flotação (min)	pH
1	-1	-1	-1	0	2	7
2	1	-1	-1	340	2	7
3	-1	1	-1	0	4	7
4	1	1	-1	340	4	7
5	-1	-1	1	0	2	11
6	1	-1	1	340	2	11
7	-1	1	1	0	4	11
8	1	1	1	340	4	11

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Composição química das amostras

A Tabela III apresenta as composições químicas das amostras minerais estudadas, enquanto que as composições químicas ideais (Dana, 1976) de $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ e KAlSi_3O_8 na forma de óxidos maiores, calculadas a partir da massa atômica dos elementos químicos constituintes, são mostradas na Tabela IV. De acordo com a Tabela IV, feldspatos potássico e sódico puros, sem impurezas, apresentariam um máximo de 16,90% de K_2O e 11,83% de Na_2O , respectivamente. No caso do quartzo, o teor de álcalis é mínimo (0,04% de K_2O). No que se refere à amostra de feldspato, provavelmente trata-se de uma mistura de KAlSi_3O_8 e $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, em função dos conteúdos de K_2O e Na_2O de 9,10% e 4,05%, respectivamente. Considera-se ainda que haja uma pequena quantidade de quartzo como mineral acessório, pois este mineral encontra-se normalmente intercrescido com os feldspatos nas rochas pegmatíticas da região; além disso, o valor de SiO_2 de 68,30% é muito próximo do máximo de SiO_2 encontrado em uma albita (68,70%), mas o Na_2O na amostra é de apenas 4,05%, o que leva a crer que o SiO_2 restante está na forma de sílica livre (quartzo).

Tabela III. Análises químicas das amostras de feldspato e quartzo.

Mineral	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	Fe_2O_3 (%)	TiO_2 (%)	CaO (%)	MgO (%)	K_2O (%)	Na_2O (%)	TOTAL (%)
Quartzo	91,22	1,10	0,05	0,01	0,03	0,07	0,04	n.d.	92,52
Feldspato	68,30	17,20	0,14	0,01	0,44	0,06	9,10	4,05	99,30

n.d. = não detectado

Tabela IV. Composições químicas ideais de feldspato sódico e potássico na forma de óxidos maiores.

Mineral	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	K_2O (%)	Na_2O (%)	TOTAL (%)
$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$	68,70	19,47	-	11,83	100,00
KAlSi_3O_8	64,75	18,35	16,90	-	100,00

As fotomicrografias obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) são mostradas nas Figuras 1 (a) e (b), com escala de 20 μm . No feldspato (à esquerda) ficam evidenciadas duas direções de clivagem, características deste mineral, enquanto que a feição de quebra do cristal de quartzo (à direita) é própria de fratura conchoidal.

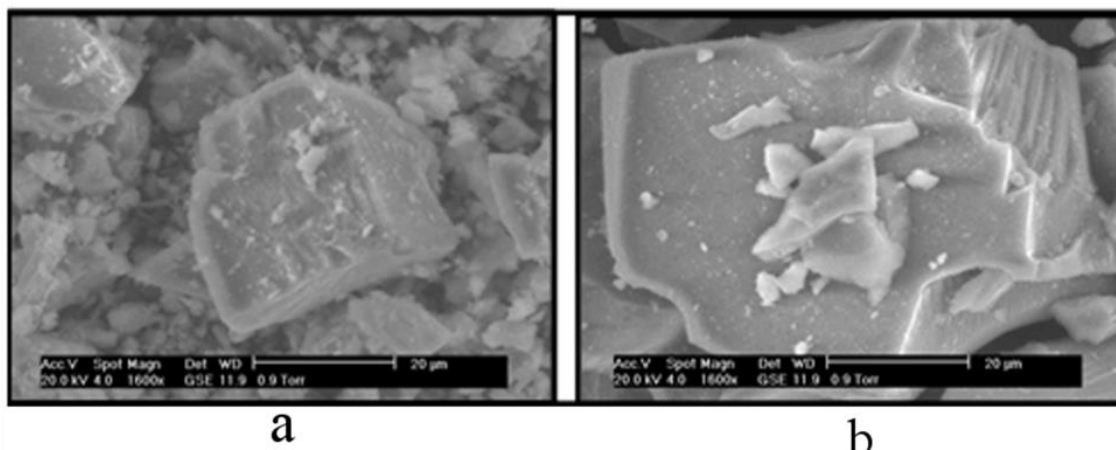


Figura 1. Fotomicrografias em microscópio eletrônico de varredura de feldspato (a) e quartzo (b).

3.2. Planejamento fatorial

O planejamento fatorial foi realizado em ordem padrão e os experimentos foram feitos em duplicatas que é importante para estimar o erro experimental e assim poder avaliar a significância estatística dos efeitos.

Segundo Ananthapadmanabhan e Somasundaran, (1988), o pH ideal para o processo de flotação pode variar entre 7,5 e 8,5, devido ser a condição adequada para a formação do sabão ácido, aumentando, conseqüentemente, a capacidade de hidrofobização da superfície. Esse estudo também foi confirmado por Brandão (1982), o qual detalha o ácido oleico como sendo formado por uma cadeia carbônica composta por dezoito átomos de carbono que contém uma dupla ligação (cis) entre os carbonos C₉-C₁₀, criando na molécula uma torção de 120,1° como pode ser devidamente observado na Figura 2.

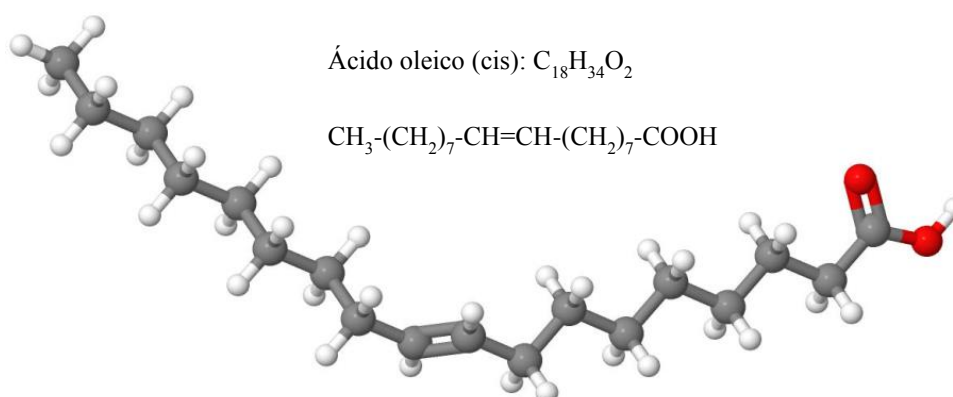


Figura 2. Molécula do ácido oleico. Fonte: <http://www.rcsb.org>.

Neste trabalho usou-se o pH em dois níveis, sendo que o inferior apresentou valor ligeiramente menor que o limite inferior relatado por Ananthapadmanabhan e Somasundaran (1988) e o nível superior um valor também ligeiramente maior que o limite superior do mesmo intervalo.

A Tabela V mostra as médias, variâncias e desvios padrão dos rendimentos das flotações de quartzo e feldspato realizados em duplicata de acordo com o planejamento fatorial 2³.

Os resultados mostram que, tanto para o feldspato quanto para o quartzo, o nível maior do pH apresentou um resultado melhor sendo o rendimento para o quartzo superior ao obtido para o feldspato nos ensaios 5, 6 e 7. Essa observação pode ser confirmada comparando-se os rendimentos dos quatro primeiros ensaios com os correspondentes aos quatro últimos ensaios. Neste caso, observa-se que as quatro primeiras respostas, ensaios 1, 2, 3 e 4, onde os ensaios foram realizados em pH 7, os valores são inferiores àsquelas obtidas em pH 11, ensaios 5, 6, 7 e 8. No geral, observa-se que os resultados tendem a um valor limite em torno de 85 %.

Tabela V. Médias, variâncias e desvios padrão das flotações de quartzo e feldspato.

Ensaio s	Média dos rendimentos (%)		Variância (%)		Desvio Padrão	
	Quartzo	Feldspato	Quartzo	Feldspato	Quartzo	Feldspato
1	79,43	70,85	1,66	1,08	1,29	1,04
2	82,18	73,18	1,08	0,16	1,04	0,40
3	80,93	73,97	3,34	0,34	1,83	0,59
4	86,95	78,31	1,35	0,39	1,16	0,63
5	85,94	81,35	0,06	0,65	0,25	0,81
6	86,45	82,94	1,32	1,12	1,15	1,06
7	84,16	80,81	5,01	4,04	2,24	2,01
8	80,33	84,82	0,84	8,70	0,92	2,95

Na Figura 3, podem ser observadas as curvas de recuperação da flotação dos minerais em estudo, nas quais os melhores e piores resultados na flotação do quartzo foram de 86,95 e 79,43% respectivamente, enquanto que para o feldspato foram de 84,82 e 70,85% respectivamente. Para a flotação desses minerais em uma única polpa o segundo ensaio é o mais indicado por ser constituído por um experimento de vazão de ar máximo e tempo de flotação e pH mínimos (Tabela II), pois nesse ensaio ocorrem as recuperações de 82,18 % para o quartzo e de 73,18 % para o feldspato. Neste ponto apesar de não haver um pH que propicie a formação de grande concentração de moléculas de sabão ácido, a maior quantidade de bolhas de oxigênio na polpa favorece a interação bolha-mineral. O tempo de flotação também contribui muito para o processo. No entanto, a maior flotabilidade do quartzo pode estar sendo ocasionada devido ao fenômeno de arraste provocado pelas bolhas de ar e também pela formação de aglomerados de partículas do mineral na espuma formada pelo coletor.

3.3. Análise estatística

A análise estatística dos resultados foi realizada e os parâmetros relacionados às variáveis isoladas e às interações entre os fatores foram estimados segundo a distribuição de Student (t). Utilizou-se o teste t e desse modo foi possível verificar quais dos efeitos calculados são estatisticamente significativos em um intervalo com 95% de confiança, obtendo assim os efeitos cujo valor absoluto seja diferente de zero e, portanto, merecedores de uma melhor interpretação.

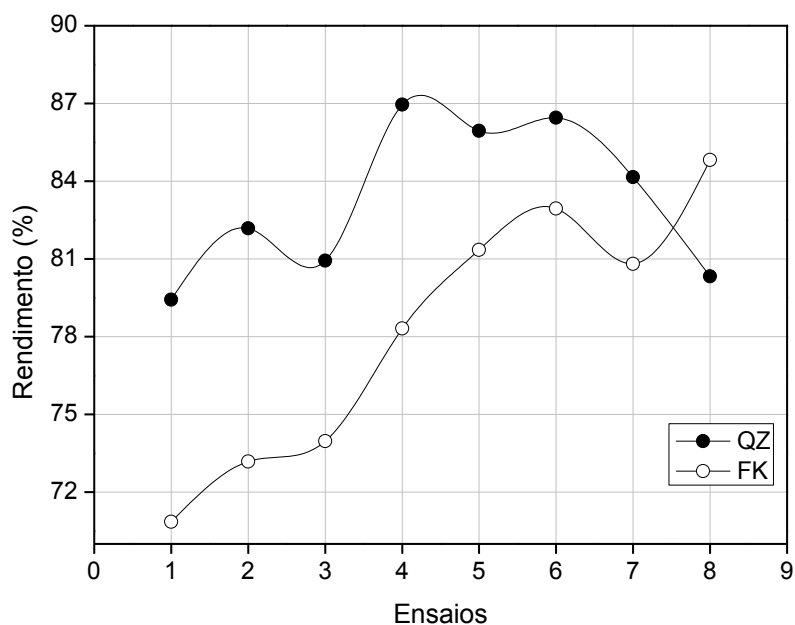


Figura 3. Curvas de recuperação da flotação dos minerais quartzo e feldspato.

A Tabela VI mostra os valores dos efeitos das variáveis principais, suas interações e seus desvios padrão. Ao realizar o tratamento dos dados obtidos nos experimentos de flotação apresentados a seguir, é possível verificar quais dos efeitos calculados são significativos com 95% de confiança, cujo valor absoluto seja superior a $t = 1,56$ para o quartzo e $t = 1,65$ para o feldspato.

Tabela VI. Efeitos calculados para o planejamento fatorial e seus erros padrões. X1 = vazão de ar; X2 = tempo de flotação; X3 = pH. $t = 1,56$ para o quartzo e $t = 1,65$ para o feldspato.

MINERAL	FLOTAÇÃO EM BANCADA	
	Quartzo	Feldspato
Média dos ensaios	83,29 ± 0,33	78,27 ± 0,35
Efeitos principais		
X1	1,36 ± 0,67	3,06 ± 0,71
X2	-0,40 ± 0,67	2,39 ± 0,71
X3	1,84 ± 0,67	8,40 ± 0,71
Interação de dois fatores		
X1X2	-0,26 ± 0,67	1,10 ± 0,71
X1X3	-3,02 ± 0,67	-0,26 ± 0,71
X2X3	-3,54 ± 0,67	-1,72 ± 0,71

De acordo com a Tabela VI, pode-se observar que o pH é o fator mais importante tanto para a flotação do quartzo quanto para a do feldspato. Na flotação do quartzo o efeito significativo principal foi apenas o pH e os efeitos significativos secundários foram os resultantes da interação entre vazão de ar e pH e tempo de flotação e pH. Já para a flotação do feldspato, todos os três efeitos principais vazão de ar, tempo de flotação e pH foram significativos e os efeitos significativos secundários foram apenas a interação entre tempo de flotação e pH. A melhor flotação do quartzo em relação ao feldspato, que ocorre no pH 7,0 pode ser devida à concentração da densidade de carga positiva na superfície do quartzo ser maior que na superfície do feldspato, fazendo com que haja uma maior adsorção das moléculas das espécies químicas formadas na polpa na superfície desse mineral; tais resultados são compatíveis com estudos realizados por Vidyadhar *et al.* (2002).

4. CONCLUSÕES

No planejamento fatorial realizado para a flotação em bancada, foi possível avaliar a influência da vazão de ar, tempo de flotação e pH sobre a recuperação dos minerais quartzo e feldspato, o que propiciou a determinação das melhores condições das variáveis operacionais que otimizam o processo de flotação; estas foram: vazão de ar igual a 340mL/min, tempo de flotação igual a 2 minutos e pH 7, pois neste ponto ocorrem as recuperações de 82,18% para o quartzo e de 73,18% para o feldspato, o que caracteriza condições para uma boa aplicação na flotação reversa desses minerais. Foi possível observar também que a variável tempo de flotação tem um papel importante para o sistema, já que esse contribui com seu potencial máximo nos primeiros instantes após a inicialização do experimento. A variável pH apresenta ser o fator mais importante para a flotação principalmente no pH 7, pois neste ponto a concentração da densidade de carga positiva na superfície do quartzo é maior que na superfície do feldspato, favorecendo assim a adsorção na superfície do quartzo pelas moléculas das espécies químicas formadas na polpa.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CNPq pela concessão da bolsa de iniciação científica e a empresa ARMIL MINERAÇÃO DO NORDESTE, pelo fornecimento das amostras para a realização do trabalho.

6. REFERÊNCIAS

ANANTHAPADMANABHAN, P. K.; SOMASUNDARAN, P. Acid-Soap Formation in Aqueous Oleate Solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol.122, no. 1 March 1988. p. 104-109.

AZEVEDO FILHO, J. B.; MUNIZ, C. A. S.; DANTAS, T. N.C.; LIMA, R.F.S. Estudo da microflotação de feldspato potássico e quartzo utilizando aminas sintetizadas a partir de ácidos graxos. In: XLVII Congresso Brasileiro de Química - CBQ, 2007, Natal.

BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I.S. e BRUNS, R.E. *Como Fazer Experimentos: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria*. Editora da Unicamp: Campinas, 2002.

BRANDÃO, P.R.G.; POLING, G.W. Anionic Flotation of Magnesite. *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol.21, n°.3, 1982, Pub. Canadian Mining and Metallurgy Institute (CIM), Montreal, p.211-213.

DANA, H. *Manual de Mineralogia*. Vol. 2. 3 ed. Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 1976.

VIDYADHAR, A.; HANUMANTHA, K. RAO; FORSSBERG, K.S.E. Adsorption of N-Tallow 1,3-Propanediamine–Diolate Collector on Albite and Quartz Minerals, and Selective Flotation of Albite from Greek Stefania Feldspar Ore. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 248, Issue 1, 1 April 2002, Pages 19-29, ISSN 0021-9797, 10.1006/jcis.2001.8174.