

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS - PPGE3M  
LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA MINERAL E AMBIENTAL - LTM

**Efeito das Nanobolhas na Filtragem de Ultrafinos de  
Minério de Ferro e Quartzo, Utilizando Filtro de Pressão  
Positiva em Escala de Bancada**

PABLO HENRIQUE VIEIRA DINIZ

PORTO ALEGRE  
2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS - PPGE3M  
LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA MINERAL E AMBIENTAL - LTM

**Efeito das Nanobolhas na Filtragem de Ultrafinos de  
Minério de Ferro e Quartzos, Utilizando Filtro de Pressão  
Positiva em Escala de Bancada**

PABLO HENRIQUE VIEIRA DINIZ

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em engenharia.

Área de concentração: Tecnologia Mineral, Ambiental e Metalurgia Extrativa.

Orientador: Prof. Dr. André Camargo de Azevedo

PORTO ALEGRE  
2023

Esta dissertação de mestrado foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Tecnologia Mineral, Ambiental e Metalurgia Extrativa, e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora.

Orientador: Prof. Dr. André Camargo de Azevedo

**Banca examinadora:**

Prof. Rafael Teixeira Rodrigues (UFRGS)

Francisco Gregianin Testa (CBMM)

Neymayer Pereira Lima (Vale)

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul pela oportunidade da realização de um mestrado renomado e na minha área de pesquisa.

Ao Prof. Dr. Jorge Rubio pelo apoio técnico necessário ao desenvolvimento do projeto e demais professores responsáveis pelas disciplinas ofertadas ao longo do curso e que contribuíram na minha formação profissional.

Em especial ao Prof. Dr. André Camargo de Azevedo por aceitar o convite em orientar o projeto, além das correções, conselhos, apoio, dedicação e confiança no meu potencial.

À empresa VALE S.A. pelo apoio financeiro e disponibilização de amostras para os testes, ao Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM) pelo fornecimento de todos os recursos materiais necessários, à CAPES por disponibilizar a bolsa de estudos.

À toda equipe que auxiliou na execução dos ensaios laboratoriais, incluindo o técnico mecânico Alex Rodrigues e os alunos de iniciação científica Henry Grizotti, João Guilherme Ribeiro, Esther Kern, Luisa Fróes Moritz, Laura Zanatta Lermen e Júlio Lange Gabriel.

## RESUMO

A implementação de práticas mais sustentáveis na mineração enfrenta desafios relacionados ao melhor aproveitamento dos recursos minerais, disposição de rejeito de forma mais segura, maior recuperação de água de processo e redução no consumo de reagentes. Pensando nesses desafios, a filtração surge como uma importante estratégia, desde que seja realizada a sua otimização em relação a capacidade de processamento, custos de processo, baixa umidade da torta e aumento da velocidade de filtração para partículas ultrafinas, visto que apresentam baixa porosidade e elevada resistência ao escoamento. Estudos recentes mostram que as nanobolhas (NBs) apresentam a capacidade de aumentar a hidrofobicidade de partículas minerais e, dessa maneira, poderiam ser uma alternativa inovadora na filtração, ao reduzir a pressão capilar e as forças de retenção de água nos interstícios da torta, em virtude do efeito hidrofóbico. Dentro desse contexto, o objetivo geral do trabalho foi avaliar o efeito da injeção de NBs na filtração de polpas de partículas de quartzo (69 – 307  $\mu\text{m}$ ), concentrado (8  $\mu\text{m}$ ) e rejeitos de minério de ferro (7 – 92  $\mu\text{m}$ ), utilizando filtro de pressão positiva em escala de bancada, analisando o tempo de filtração e umidade da torta como parâmetros de resposta. Ainda foram avaliadas outras variáveis como a temperatura, granulometria, tipo e concentração de floculantes e tensoativos e mistura de diferentes frações granulométricas de rejeito de minérios de ferro. Os ensaios utilizaram 100 mL de polpa dentro da câmara de filtração e utilizando papel filtro como meio filtrante (distribuição de tamanho de poro entre 2 e 5  $\mu\text{m}$ ), pressão de 8 bar (800 KPa) e tempo de secagem da torta de 3 min. Os resultados mostraram que o condicionamento com as NBs possibilitou reduções nos tempos de filtração de 28, 11 e 29% para o concentrado ultrafino de minério de ferro, rejeito da flotação de lamas e rejeito da concentração magnética vertical de lamas, respectivamente. Além disso, o aumento da temperatura diminuiu o tempo de filtração, e essa redução foi potencializada com o condicionamento com NBs em todos os níveis de temperatura estudados. O melhor floculante foi o Flotisor 15553 na concentração de 10 g/t, reduzindo o tempo de 290 para 145 s para o rejeito da flotação de lamas. O melhor tensoativo foi o E/PE MIN 343/19 na concentração de 50 g/t, atingindo 130 s ao combiná-lo com o floculante. A ação conjunta do floculante e NBs alcançou 115 s e a combinação de floculante, tensoativo e NBs atingiu 94 s. A mistura de rejeito arenoso e ultrafino reduz o tempo de filtração, sendo a ação potencializada com o uso de NBs. No entanto, nas maiores proporções de rejeito arenoso a ação das NBs é menor, devido a maior porosidade da torta que sobrepõe o efeito das NBs. Para verificar esta sobreposição, foi estudada a filtração de polpas contendo quartzo em diferentes granulometrias e os resultados mostraram que as NBs atuam melhor nas granulometrias mais finas, sendo as reduções de 19 e 54 % para o quartzo fino e médio, respectivamente. As técnicas de microscopia ótica e difração de laser não permitiram comprovar o efeito de agregação proporcionado pelas NBs, o que indica que o menor tempo de filtração proporcionado pelas NBs provavelmente ocorre pelo aumento da hidrofobização da superfície das partículas, o qual reduz a pressão capilar nos interstícios da torta e aumenta a permeabilidade da mesma. Este efeito é adicional ao uso de reagentes floculantes onde a agregação das partículas é o principal objetivo. Acredita-se que esse estudo abre uma linha de investigação de aplicação de NBs na filtração para desaguamento de polpas minerais no tratamento de minérios, de um modo geral. Este estudo sugere a continuidade das pesquisas com estudos básicos de mecanismos, métodos de geração e injeção de NBs em alta taxa nas polpas minerais e escalonamento de processo em escalas piloto e/ou industrial.

**Palavras-chave:** Filtração de finos; Nanobolhas; Redução da pressão capilar; Redução do tempo de filtração.

## ABSTRACT

The implementation of more sustainable practices in mining faces challenges related to better use of mineral resources, safer disposal of waste, greater recovery of process water and reduction in the consumption of reagents. Thinking about these challenges, filtration emerges as an important strategy, as long as its optimization is carried out in relation to processing capacity, process costs, low cake humidity and increased filtration speed for ultrafine particles, since they have low porosity and high resistance to flow. Recent studies show that nanobubbles (NBs) have the ability to increase the hydrophobicity of mineral particles and, in this way, could be an innovative alternative in filtration, by reducing capillary pressure and water retention forces in the interstices of the cake, in due to the hydrophobic effect. Within this context, the general objective of this work was to evaluate the effect of injecting NBs on the filtration of quartz particle slurries (69 – 307  $\mu\text{m}$ ), concentrate (8  $\mu\text{m}$ ) and iron ore tailings (7 – 92  $\mu\text{m}$ ), using a bench scale positive pressure filter, analyzing filtering time and cake humidity as response parameters. Other variables such as temperature, granulometry, type and concentration of flocculants and surfactants and mixture of different granulometric fractions of iron ore tailings were also evaluated. The tests used 100 mL of pulp inside the filtering chamber and using filter paper as filtering medium (pore size distribution between 2 and 5  $\mu\text{m}$ ), pressure of 8 bar (800 KPa) and cake drying time of 3 min. The results showed that conditioning with NBs enabled reductions in filtration times of 28, 11 and 29% for the ultrafine iron ore concentrate, tailings from flotation of sludge and tailings from vertical magnetic concentration of sludge, respectively. In addition, increasing the temperature decreased the filtering time, and this reduction was enhanced by conditioning with NBs at all studied temperature levels. The best flocculant was Flotisor 15553 at a concentration of 10 g/t, reducing the time from 290 to 145 s for rejecting sludge flotation. The best surfactant was E/PE MIN 343/19 at a concentration of 50 g/t, reaching 130 s when combined with the flocculant. The joint action of flocculant and NBs reached 115 s and the combination of flocculant, surfactant and NBs reached 94 s. The mixture of sandy and ultrafine waste reduces the filtering time, and the action is enhanced with the use of NBs. However, in the highest proportions of sandy tailings, the action of NBs is lower, due to the greater porosity of the cake that overrides the effect of NBs. To verify this overlapping, the filtration of pulps containing quartz in different granulometries was studied and the results showed that NBs act better in finer granulometries, with reductions of 19 and 54% for fine and medium quartz, respectively. Optical microscopy and laser diffraction techniques did not allow proving the aggregation effect provided by the NBs, which indicates that the shorter filtering time provided by the NBs probably occurs due to the increased hydrophobization of the surface of the particles, which reduces the capillary pressure in the interstices of the cake and increases its permeability. This effect is additional to the use of flocculating reagents where particle aggregation is the main objective. It is believed that this study opens a line of investigation for the application of NBs in filtering for the dewatering of mineral slurries in the treatment of ores, in general. This study suggests continuity of research with basic studies of mechanisms, methods of generation and injection of NBs at high rate in mineral slurries and scaling up of process in pilot and/or industrial scales.

**Keywords:** Filtration of fines; Nanobubbles; Reduction of capillary pressure; Reduction of filtration time.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Relação entre custo da operação unitária para desaguamento e a porcentagem de umidade residual.....	19
Figura 2- Circuito de desaguamento de rejeito do processamento mineral.....	20
Figura 3- Espessador contendo alimentação da polpa, entrada de floculante, saída de água (overflow), saída de sólidos (underflow) e raspador. ....	21
Figura 4- Processo de filtração da polpa que ocorre por diferencial de pressão, formando a torta e o filtrado separados pelo meio filtrante. ....	21
Figura 5- Filtro de discos. a) À esquerda uma visão lateral apresentando os discos cobertos com meio filtrante. b) À direita o ciclo de filtração para o filtro de discos. ....	27
Figura 6- Filtro horizontal de correia. ....	28
Figura 7- Filtro de tambor. a) À esquerda uma visão lateral apresentando o tambor coberto com meio filtrante. b) À direita o ciclo de filtração para o filtro de tambor. ....	28
Figura 8- Filtro prensa horizontal.....	29
Figura 9- Taxa unitária de filtração em função da umidade da torta para cada filtro analisado. ....	32
Figura 10- Custos de filtrações de rejeito para diferentes alternativas.....	32
Figura 11- Leito de partículas que constitui a torta de filtração.....	35
Figura 12- Representação dos três estados da umidade segundo Nicol (1976).....	36
Figura 13- Diferentes modos de ocorrência das NBs. ....	40
Figura 14- Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha - partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato.....	42
Figura 15- Desenho esquemático de um vaso saturador: (1) Vaso saturador (3,0 L); (2) Entrada de água; (3) Entrada de ar comprimido; (4) Difusor de ar; (5) Manômetro; (6) Válvula de alívio de pressão com filtro de ar; (7) Saída de água saturada; (8) Visualizador de nível. ....	49
Figura 16- Componentes do sistema de filtração. a) À esquerda, sistema de filtração prensa em bancado. b) À direita, suporte do meio filtrante. ....	50
Figura 17- Efeito do condicionamento com NBs no tempo de filtração de polpas submetidas a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF do LTM e 50% para o rejeito UF da Vale; com e sem NBs; pH da polpa 7,5.....	57

Figura 18- Efeito do condicionamento com NBs na umidade da torta de polpas submetidas a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF do LTM e 50% para o rejeito UF da Vale; com e sem NBs; pH da polpa 7,5.....	57
Figura 19- Principais mecanismos de hidrofobização de sólidos para filtração de torta assistida por NBs.....	59
Figura 20- Efeito da temperatura e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; com e sem NBs; pH 7,5.....	60
Figura 21- Efeito da temperatura e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; com e sem NBs; pH 7,5. ....	60
Figura 22- Efeito da variação do tipo de flocculante (flotisor 15553 e 7130) e concentração sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); ausência de NBs; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; temperatura 22°C. ....	61
Figura 23- Efeito da variação do tipo de flocculante (flotisor 15553 e 7130) e concentração sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); ausência de NBs; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; temperatura 22°C. ....	62
Figura 24- Efeito da variação do tipo de tensoativo (E/PE MIN 343/19 e E/PE MIN 344/19) e concentração sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; temperatura 23°C; ausência de NBs. ....	63
Figura 25- Efeito da variação do tipo de tensoativo (E/PE MIN 343/19 e E/PE MIN 344/19) e concentração sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; temperatura 23°C; ausência de NBs. ....	64



Figura 26- Efeito do condicionamento de aditivos e NBs sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; 50 g/t de E/PE MIN 343/19; temperatura de 21°C; com e sem NBs. ....	65
Figura 27- Efeito do condicionamento de aditivos e NBs sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada com amostra constituída de rejeito UF da VALE. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; 50 g/t de E/PE MIN 343/19; temperatura de 21°C; com e sem NBs. ....	65
Figura 28- Efeito do aumento na proporção do rejeito arenoso e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtração em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de mistura de rejeito UF e arenoso da VALE. Condições: 50% de sólidos na polpa; P = 8 Br; Temperatura = 23°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5. ....	66
Figura 29- Efeito do aumento na proporção do rejeito arenoso e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de mistura de rejeito UF e arenoso da VALE. Condições: 50% de sólidos na polpa; P = 8 Br; Temperatura = 23°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5. ....	67
Figura 30- Efeito da proporção de rejeito UF e arenoso da VALE combinado com o condicionamento de aditivos de filtração e NBs sobre o tempo de filtração de uma polpa submetida a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; temperatura 19°C; 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t de E/PE MIN 343/19; com e sem NBs. ....	68
Figura 31- Efeito da proporção de rejeito UF e arenoso da VALE combinado com o condicionamento de aditivos de filtração e NBs sobre a umidade da torta submetida a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; temperatura 19°C; 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t de E/PE MIN 343/19; com e sem NBs. .	69
Figura 32- Efeito da granulometria e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtração em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 7,5; temperatura 20°C; 180 g/t de amina; com e sem NBs. ....	70

Figura 33- Efeito da granulometria e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 7,5; temperatura 20°C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.....	71
Figura 34- Efeito da granulometria, do pH e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtragem em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 10,5; temperatura 20 °C; 180 g/t de amina; com e sem NBs. ....	72
Figura 35- Efeito da granulometria, do pH e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 10,5; temperatura 20 °C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.....	73
Figura 36- Circuito proposto de desaguamento de rejeito após adição do tubo de cavitação antes da filtragem.....	77
Figura 37- Caracterização granulométrica e química do concentrado de minério de ferro utilizado nos testes de filtragem. ....	92
Figura 38- Distribuição granulométrica da amostra de concentrado de minério de ferro. ....	93
Figura 39- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito da flotação de minério de ferro. ....	94
Figura 40- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito arenoso obtido na concentração magnética.....	95
Figura 41- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito ultrafino obtido na flotação. ...	95
Figura 42- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo fino analisada no Cilas.....	97
Figura 43- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo médio analisada no Cilas. ....	97
Figura 44- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo grosso analisada no Cilas.....	98
Figura 45- Filtrado obtido através de filtragem do concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5. ....	101
Figura 46- Torta obtida através de filtragem do concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5. ....	101

Figura 47- Torta obtida através de filtração do rejeito UF do LTM em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 55% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5.....	102
Figura 48- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria fina. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5. ....	102
Figura 49- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria média. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5. ....	103
Figura 50- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria grossa. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5. ....	103
Figura 51- Método de microscopia óptica para amostra de quartzo fino na condição com NBs e sem amina.....	104
Figura 52- Método de microscopia óptica para amostra de quartzo fino na condição sem NBs e sem amina.....	105

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Variáveis que afetam a velocidade de filtração. ....	25
Tabela 2- Estudos relacionados a melhorias na filtração de polpas no processamento mineral. ....	34
Tabela 3- Principais estudos com NBs na flotação de minérios e tratamento de efluentes. ....	43
Tabela 4- Complemento dos principais estudos com NBs na flotação de minérios e tratamento de efluentes. ....	44
Tabela 5- Caracterização das diferentes amostras submetidas a filtração de pressão positiva em escala de bancada. ....	46
Tabela 6- Reagentes utilizados nos ensaios de filtração de pressão positiva em escala de bancada. ....	47
Tabela 7- Variáveis analisadas no desempenho da filtração, com e sem NBs, e as respectivas amostras utilizados no estudo. ....	48
Tabela 8- Parâmetros principais da distribuição granulométrica das amostras de quartzo submetidas a análise em microscópio. Condições: 50% de sólidos; dosagens de 0, 90 e 180 g/t de éter-amina; pH 7,5. ....	74
Tabela 9- Análise granulométrica de algumas amostras no Cilas para verificação de possível efeito das NBs na agregação destas partículas. ....	74
Tabela 10- Comparativo entre os principais parâmetros da distribuição granulométrica das amostras de rejeito arenoso e ultrafino. ....	94
Tabela 11- Parâmetros principais da distribuição granulométrica das amostras de quartzo. ....	96
Tabela 12- Ensaios de filtração realizados para polpa de concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 60% de sólidos; temperatura = 25°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; meio filtrante de papel; com e sem NBs; pH 7,5. ....	99
Tabela 13- Ensaios de filtração realizados para polpa contendo rejeito UF do LTM, em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 atm; Temperatura = 25 °C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5. ....	100

# SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	15
<b>1.1. Objetivo geral</b> .....	17
<b>1.2. Objetivos específicos</b> .....	17
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	19
<b>2.1. Separação sólido-líquido no tratamento de minérios</b> .....	19
<b>2.2. Filtragem no tratamento de minérios</b> .....	22
<b>2.2.1. Filtro prensa</b> .....	29
<b>2.2.2. Filtragem de rejeitos</b> .....	31
<b>2.3. Fenômenos interfaciais envolvidos na filtragem</b> .....	35
<b>2.4. Nanobolhas: Aplicações no tratamento de minérios</b> .....	39
<b>3. Experimental</b> .....	45
<b>3.1. Materiais</b> .....	45
<b>3.1.1 Amostras</b> .....	45
<b>3.1.2 Reagentes</b> .....	47
<b>3.2. Métodos</b> .....	47
<b>3.2.1. Geração das nanobolhas</b> .....	48
<b>3.2.2. Procedimento padrão de filtragem com pressão positiva em escala de bancada</b> .....	49
<b>3.2.3. Estudo das variáveis relacionadas a filtragem</b> .....	51
<i>Efeito do condicionamento de NBs na filtragem</i> .....	51
<i>Efeito do uso de floculantes e tensoativos na filtragem</i> .....	51
<i>Efeito da temperatura na filtragem com e sem NBs</i> .....	52
<i>Estudo da proporção de mistura de rejeitos (finos e arenosos) na filtragem com e sem NBs</i> .....	52
<i>Efeito da proporção de mistura de rejeito ultrafino e arenoso combinado com a adição de aditivos e NBs</i> .....	53
<i>Efeito da injeção de NBs e da variação granulométrica do quartzo na filtragem</i> .....	53
<i>Efeito da injeção de NBs e das variações de pH e granulometria na filtragem do quartzo</i> .....	54
<b>3.2.4. Estudo do efeito de agregação das partículas minerais com condicionamento de NBs – Microscopia ótica e difração de laser (Cilas 1064)</b> .....	54
<b>3.2.5. Métodos analíticos</b> .....	55
<b>4. Resultados e discussão</b> .....	56
<b>4.1. Estudos de filtragem de ultrafinos do beneficiamento de minério de ferro</b> .....	56
<b>4.1.1. Efeito do condicionamento com NBs</b> .....	56
<b>4.1.2. Efeito do condicionamento com NBs e da variação na temperatura sob a filtragem</b> ..	59

4.1.3. Efeito do condicionamento de reagentes aditivos e NBs na filtração	61
4.1.4. Efeito do condicionamento de NBs na filtração de misturas de rejeito ultrafino e arenoso	66
4.1.5. Efeito do uso de aditivos combinado com o condicionamento de NBs na filtração de misturas de rejeito ultrafino e arenoso	68
4.2. Estudos de filtração de quartzo ultrafino	70
4.3. Efeito do condicionamento de NBs na agregação das partículas	73
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	76
6. CONCLUSÕES	78
7. ESTUDOS FUTUROS	79
8. PRODUÇÃO CIENTÍFICA ASSOCIADA	80
9. REFERÊNCIAS	81
ANEXO 1	91
1. Caracterização das amostras	91
1.1 Concentrado de minério de ferro ultrafino	91
1.2. Rejeito de flotação de lamas	93
1.3. Amostras de rejeito arenoso e ultrafino da VALE	94
1.4. Amostras de quartzo de elevada pureza	96
ANEXO 2	99
ANEXO 3	101
ANEXO 4	104

# 1. INTRODUÇÃO

Nas usinas de beneficiamento de minérios, os processos de separação sólido-líquido compreendem as operações unitárias de espessamento, filtração e secagem, onde ocorre o desaguamento das polpas de concentrado e rejeito geradas nos processos de concentração mineral a úmido. De acordo com Guimarães (2011), as operações de separação sólido-líquido objetivam recuperar água de processo, adequar a porcentagem de sólidos da polpa para as etapas seguintes, reduzir a umidade para transporte e comercialização e, por fim, preparar o rejeito para a deposição final ou reaproveitamento.

O desenvolvimento de práticas mais sustentáveis na mineração acarreta em desafios relacionados ao melhor aproveitamento de recursos minerais, técnicas de gestão e disposição de rejeitos mais seguras, maior recuperação de águas de processo para reuso e desaguamento mais eficiente das polpas contendo partículas ultrafinas (ARAÚJO et al., 2020). Esses desafios atuais da mineração englobam o processamento mineral como um todo, especialmente no desenvolvimento de técnicas de filtração com viabilidade técnica e econômica para o aproveitamento de rejeitos ou a disposição em pilhas (LUZ et al., 2018; WILLS & FINCH, 2016).

As técnicas de disposição de rejeito alternativas, tais como o empilhamento a seco, implicam em menores riscos ambientais, facilitam a recuperação da área degradada, são métodos mais seguros e que requerem menores áreas para implementação, além de necessitarem de um monitoramento mais simples. Vale ressaltar que é possível realizar o reaproveitamento dos rejeitos como subproduto para outras indústrias, entre elas construção civil, cerâmica, química, de fertilizantes, cimentícia, entre outras, o que depende das suas características físicas e mineralógicas, além de um eficiente desaguamento por filtração.

Dentro desse contexto, a filtração é uma operação unitária de elevada importância e passa a ser uma etapa estratégica aliada na gestão de rejeitos e águas de processo de uma usina de beneficiamento. O desenvolvimento de processos de filtração focados no desaguamento de partículas finas e ultrafinas, com elevada capacidade de processamento, com a obtenção de tortas de baixa umidade e com redução de custos de processo é uma demanda urgente da indústria mineral.

A granulometria das partículas é fator preponderante para a capacidade de operação dos filtros industriais, uma vez que a presença de finos e ultrafinos reduz a porosidade, aumenta a

resistência ao escoamento e dificulta a filtração. Desse modo, as partículas ultrafinas podem gerar entupimento dos filtros (perda de produtividade por paradas), baixa velocidade de filtração, elevada umidade da torta, além da possibilidade de partículas acabarem se direcionando ao filtrado caso o tamanho delas seja inferior ao das aberturas do meio filtrante (CONCHA, 2014).

Guimarães (2011) estudou a aplicação de diferentes tecnologias (filtração com pressão positiva ou vácuo) para desaguamento de rejeitos em diferentes usinas do Quadrilátero Ferrífero e observou que as melhores alternativas tecnológicas para o desaguamento dos rejeitos arenosos são as que utilizam vácuo, enquanto que para o desaguamento de rejeitos finos (lamas) seria necessário o uso de filtros de pressão positiva. O autor conclui que os principais desafios encontrados são o desenvolvimento de técnicas de filtração que recuperem o maior número possível de partículas de rejeito ultrafino; redução da umidade residual deste com intuito de aumentar a estabilidade geotécnica das pilhas de disposição; além do aumento da capacidade dos filtros com redução de custos de operação, devido à elevada massa de rejeitos a serem processados.

Os métodos de geração, estudos básicos e aplicações das nanobolhas (NBs) constituem áreas de pesquisa emergentes e em acelerado crescimento, especialmente nas últimas duas décadas. O elevado potencial tecnológico das NBs em diversas áreas de conhecimento (medicina, agronomia, engenharias) é atribuído principalmente a importantes peculiaridades nas suas propriedades, das quais podemos destacar a alta estabilidade, longevidade e rápida adesão em superfícies hidrofóbicas (AZEVEDO, 2017; AZEVEDO et al., 2016a,b; AZEVEDO et al., 2018; AZEVEDO et al., 2019; ETCHEPARE, 2016; ETCHEPARE et al., 2017a,b,c; CALGAROTO, 2014; CALGAROTO et al., 2014, 2015, 2016; ROSA, 2017; ROSA e RUBIO, 2018; OLIVEIRA, 2018; OLIVEIRA et al., 2018; FAN et al., 2010a).

As Nanobolhas (NBs) ocorrem como unidades de gás altamente estáveis adsorvidas em superfícies sólidas (NBs interfaciais ou superficiais) ou na forma de dispersões aquosas (*bulk NBs*) com diâmetro inferior a 1 micrômetro ( $\mu\text{m}$ ). A distribuição de tamanhos entre 150 à 300 nanômetros (nm), podem ser geradas por métodos de cavitação hidrodinâmica, especialmente em sistemas líquidos de baixa tensão superficial (AZEVEDO, 2017; AZEVEDO et al., 2016; AZEVEDO et al., 2019; ETCHEPARE, 2016; CALGAROTO, 2014; CALGAROTO et al., 2014; ROSA, 2017).



Embora o potencial tecnológico da utilização de NBs de gases em líquidos em diversas áreas seja enorme, ainda são bem poucas as aplicações nas áreas de engenharia. O uso das NBs encontra-se em fase de pesquisa e desenvolvimento de tecnologias para transferência aos setores produtivo e de serviços.

Em estudos realizados anteriormente no LTM, de interação de NBs com partículas minerais, foram comprovados o aumento de hidrofobicidade (ângulo de contato) e da probabilidade de agregação de bolhas maiores em partículas previamente condicionadas com NBs, ocasionando maior cinética de flotação e redução da dosagem de reagentes (AZEVEDO et al., 2016; CALGAROTO et al., 2015; ROSA, 2017; ROSA e RUBIO, 2018).

Considerando essas características das NBs relatadas anteriormente, as suas aplicações em processos de filtração de polpas minerais contendo partículas ultrafinas de concentrados ou rejeitos apresentam um elevado potencial. Os mecanismos envolvidos estão relacionados com o efeito de hidrofobização das partículas da torta porosa, o que deve reduzir as forças capilares de retenção (coesão) de água nos interstícios entre as partículas, melhorando o fluxo de filtrado e reduzindo o tempo de filtração para formação da torta. Ainda, cabe destacar que na literatura recente sobre as aplicações de NBs no tratamento de minérios, não foi encontrado nenhum trabalho com o estudo de seus efeitos na filtração de partículas minerais, para o desaguamento de concentrados ou rejeitos da mineração.

## **1.1. Objetivo geral**

O objetivo geral do estudo foi avaliar o efeito da injeção de nanobolhas (NBs) na polpa de alimentação da filtração de diferentes amostras minerais em filtro de pressão positiva em escala de bancada, utilizando o tempo de formação da torta (velocidade de filtração) e a umidade residual da mesma como variáveis de resposta.

## **1.2. Objetivos específicos**

- Caracterizar as amostras minerais de concentrados e rejeitos ultrafinos da concentração magnética vertical de lamas (Usina Brucutu – VALE), rejeitos ultrafinos da flotação em

coluna de lamas (Usina Brucutu – VALE) e quartzo (grossos, médios e finos) de elevada pureza (amostras do LTM);

- Avaliar o efeito da temperatura no desempenho da filtração, com e sem injeção de NBs, de uma polpa contendo rejeito ultrafino proveniente da concentração magnética vertical das lamas;
- Estudar o uso de floculantes e tensoativos na filtração, com e sem injeção de NBs, de uma polpa contendo rejeito ultrafino proveniente da concentração magnética vertical das lamas;
- Estudar o efeito da injeção de NBs na filtração de misturas de rejeito ultrafino e rejeito arenoso em diferentes proporções, com e sem reagentes aditivos (floculantes e tensoativos);
- Avaliar o efeito da granulometria no desempenho da filtração, com e sem injeção de NBs, de polpas contendo quartzo de elevada pureza;
- Avaliar o efeito de agregação das partículas minerais após condicionamento com NBs, utilizando as técnicas de difração de laser e microscopia ótica.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Separação sólido-líquido no tratamento de minérios

O desaguamento ou separação sólido-líquido tem como objetivos reduzir a umidade do rejeito e do concentrado gerados pelo processo de beneficiamento de minérios, recuperar a água de processo e preparar o rejeito para o transporte e disposição. Existem espessadores, filtros e secadores para atingir estes objetivos, sendo os dois primeiros os mais utilizados na mineração em virtude do alto custo de operação dos secadores, mesmo proporcionando as menores taxas de umidade residual, conforme Figura 1.

Observa-se pela figura que a sedimentação apresenta o menor custo de processamento porque, segundo Luz et al. (2018), utiliza da ação gravitacional e da diferença de densidade para separar partículas sólidas da água, gerando grande simplicidade operacional. No entanto os reagentes floculantes utilizados para aglomerar partículas finas geram aprisionamento de água no interior dos flocos, o que aumenta a umidade em relação as demais técnicas. A desidratação mecânica ocorre na filtragem, onde utiliza-se de pressão ou vácuo e um meio de retenção de sólidos para facilitar a separação sólido-líquido, o que implica em menor umidade do sólido e acréscimos em custos de processo. Na secagem térmica, o aquecimento promove a evaporação da água, representando a menor taxa de umidade entre as demais, porém com os maiores custos de processamento para manter o funcionamento da fonte de calor.

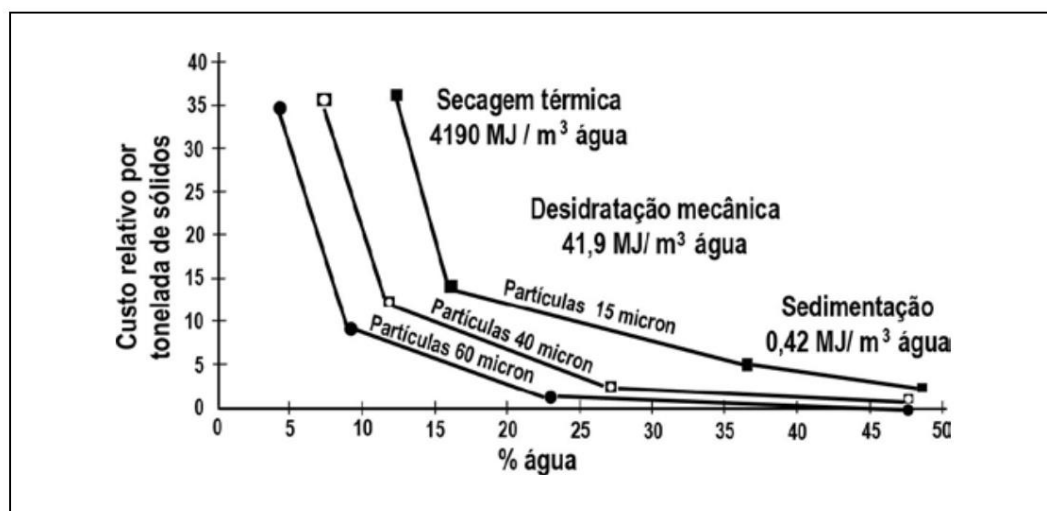


Figura 1- Relação entre custo da operação unitária para desaguamento e a porcentagem de umidade residual.

Fonte: Luz et al. (2018).

Os espessadores e filtros são colocados em série formando um circuito de desaguamento (Figura 2), de modo que o tipo de filtro ou espessador varia de acordo com os custos, a taxa de umidade residual requerida, granulometria das partículas, porcentagem de sólidos, método de disposição do rejeito, aditivos químicos usados, viscosidade da polpa e pH.

Os espessadores (Figura 3) são tanques cilíndrico-cônicos em que a polpa é alimentada juntamente com os coagulantes/floculantes, de modo que os flocos são removidos pelo fundo (onde o raspador ou *rake* conduz as partículas afundadas para o ponto de descarga) enquanto o líquido transborda nas calhas.

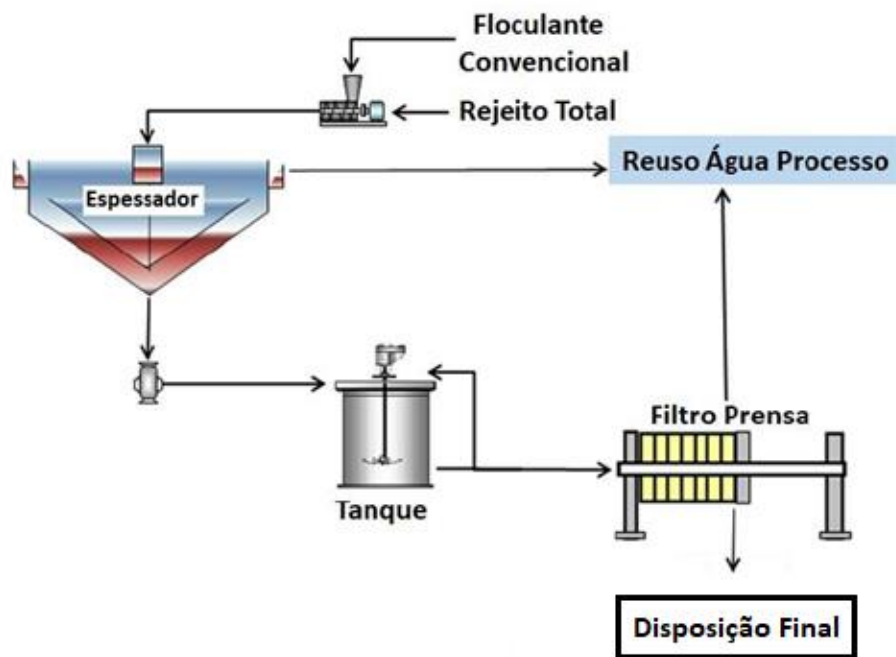


Figura 2- Circuito de desaguamento de rejeito do processamento mineral.

Fonte: Adaptado de Barreda e Valadão (2000).

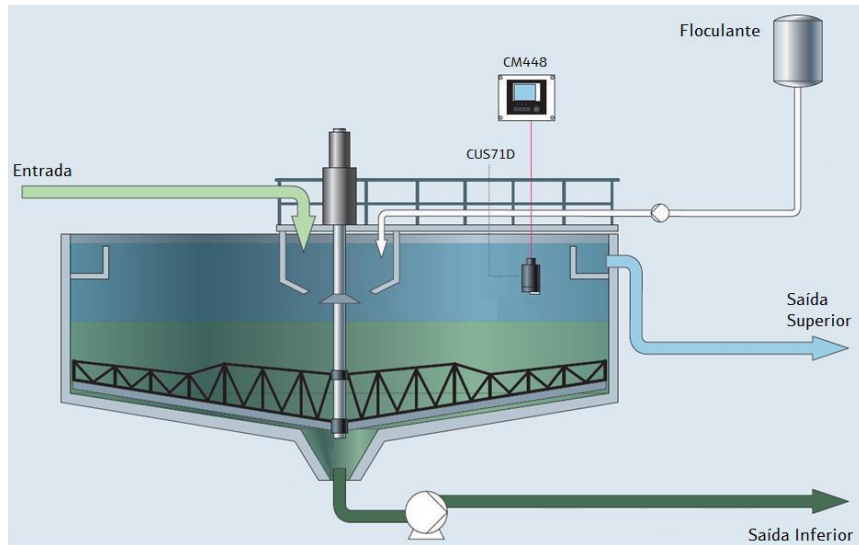


Figura 3- Espessador contendo alimentação da polpa, entrada de floculante, saída de água (overflow), saída de sólidos (underflow) e raspador.

Fonte: Endress Hauser (2019).

Luz et al. (2018) conceituam filtragem como um processo de separação sólido-líquido que usa da pressão ou vácuo para forçar a passagem do líquido através de um meio filtrante (tecido ou malha) e reter as partículas sólidas na superfície do meio filtrante, conforme a Figura 4. O acúmulo de partículas sobre o meio filtrante forma a torta e o líquido passante é denominado filtrado.

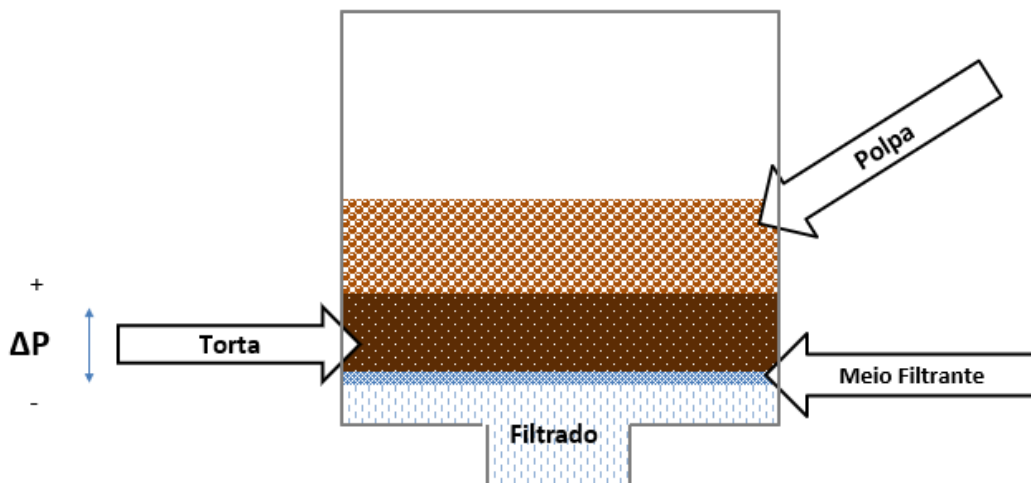


Figura 4- Processo de filtragem da polpa que ocorre por diferencial de pressão, formando a torta e o filtrado separados pelo meio filtrante.

O desenvolvimento de práticas mais sustentáveis, aliadas ao melhor aproveitamento dos recursos naturais e disposição de rejeitos de forma mais segura revelam a necessidade de implantação de investimentos e desenvolvimentos tecnológicos na área de separação sólido-líquido. A melhora na eficiência e operação dos filtros e espessadores pode proporcionar aumento na recuperação de água de processo e reduzir a umidade residual dos rejeitos, o que abre caminhos para a utilização de técnicas de disposição do rejeito alternativas à barragem, tais como empilhamento a seco e a pasta mineral, que tendem a serem mais seguros, requerem monitoramento mais simples, menores áreas, além de implicarem em menores passivos ambientais.

Atualmente o desenvolvimento tecnológico na área de desaguamento de polpas esbarra em alguns desafios relacionados com as partículas ultrafinas, sendo eles a baixa velocidade de sedimentação, redução da porosidade da torta, entupimento dos meios filtrantes (colmatação), aumento da resistência ao escoamento, baixa velocidade de filtração e aumento na umidade residual (METCALF e EDDY, 2003; CONCHA, 2014). Nesse sentido, é importante o desenvolvimento de estudos de técnicas que tenham o objetivo de aumentar a velocidade de filtração e a capacidade de operação dos filtros e reduzir ao máximo a umidade residual da torta com redução de custos de operação.

## **2.2. Filtração no tratamento de minérios**

O processo de filtração visa recuperar os sólidos de uma polpa por meio da passagem do líquido (filtrado) através de um meio poroso (tecido, malha), retendo assim os sólidos e criando a chamada torta de filtração (CHAVES, 2013). Nas palavras de Luz et al. (2018), o meio filtrante é um tecido que retém as partículas no início da operação. Conforme as partículas vão ficando retidas, aumenta-se a espessura da torta e ela passa a contribuir com a filtração, pois a água percola pelos vazios existentes entre as partículas e em seguida atinge o meio filtrante. Essa propriedade filtrante da torta depende das posições em que as partículas vão se acomodando frente ao meio filtrante, o tempo de filtração, porque sabe-se que a espessura aumenta com o tempo, e o tamanho das partículas (determina o tamanho dos espaços vazios e a porosidade).

De acordo com Jahromi et al. (2021), as variáveis que afetam a filtração são relacionadas ao equipamento (diferença de pressão aplicada, tempos de ciclo, meio filtrante utilizado, volume do equipamento e área de filtração), à amostra (pH, porcentagem de sólidos,

temperatura, viscosidade, tamanho e forma das partículas) e os reagentes usados (floculantes, coagulantes, tensoativos).

Ao escolher um meio filtrante, deve-se procurar por aquele que apresente boa permeabilidade e capacidade de retenção das partículas, resistência mecânica e não apresente entupimentos com facilidade. Sendo assim, não somente a composição química é importante, mas também a maneira como os fios são tecidos.

A teoria clássica de filtração considera como ponto de partida o fluxo de líquido através de um meio poroso (torta) não compressível, descrito por uma relação empírica conhecida como Lei de Darcy, apresentada na Equação (1).

$$Q = \frac{K \cdot \Delta P \cdot A}{\mu \cdot L} \quad (1)$$

Onde:

Q representa o fluxo de filtrado (cm<sup>3</sup>/s);

K a permeabilidade do leito (cm/s);

ΔP o diferencial de pressão através da torta e do meio filtrante (KPa);

A é a área disponível para filtração (cm<sup>2</sup>);

μ a viscosidade do filtrado (cm<sup>2</sup>/s);

L a espessura do meio filtrante e da torta (cm).

Analisando-se a lei de Darcy tem-se que a velocidade de filtração (volume que atravessa o elemento filtrante por unidade de tempo) é diretamente proporcional à área de filtração, à permeabilidade do leito e ao diferencial de pressão, no entanto é inversamente proporcional à resistência da torta, determinada pela sua espessura, viscosidade, porosidade e permeabilidade. Sendo assim, a velocidade de filtração aumenta ao aumentar a área de filtração, ao aumentar a permeabilidade do leito (partículas de tamanhos e formas mais homogêneas e esféricas), ao aumentar a pressão exercida pelo equipamento, reduzir a espessura da torta (reduzir a quantidade de partículas, ou seja, a porcentagem de sólidos ou remover a torta mais rápido) e ao reduzir a viscosidade (maior temperatura ou uso de tensoativos).

A equação (2) relaciona a permeabilidade do leito (meio filtrante e torta) com a superfície específica das partículas minerais e a porosidade da torta.

$$K = \frac{\rho_s \cdot \varepsilon^3}{K_c \cdot (1 - \varepsilon)^2 \cdot SE^2} \quad (2)$$

Onde:

K representa o coeficiente de filtragem (permeabilidade do leito em cm/s);

$\rho_s$  a massa específica dos sólidos (Kg/m<sup>3</sup>);

$\varepsilon$  o índice de vazios no leito (m<sup>3</sup>);

$K_c$  a constante de Koseny que depende da granulometria, forma e porosidade;

SE representar a área superficial específica (m<sup>2</sup>/g).

Analisando a equação tem-se que o fluxo de filtrado diminui com o aumento da superfície específica, em outras palavras, polpas contendo partículas muito finas dificultam a filtragem, já que a porosidade associada com o diâmetro dos vazios é pequena, além do efeito de possível entupimento dos poros. A Tabela 1 mostra as variáveis que afetam a velocidade de filtragem relativas ao sólido, torta/filtrado, polpa e o tipo de equipamento.

De acordo com Chaves (2013), o tamanho e a forma das partículas ditam como as partículas ficarão dispostas na torta, o tamanho dos espaços vazios deixados entre elas (porosidade) e a resistência da torta (maior ou menor facilidade do fluxo de água passar), influenciando assim a velocidade de filtragem e a umidade final da torta. Nesse sentido, quanto mais grossa a granulometria, com mais facilidade e em maior quantidade o líquido passará, aumentando a velocidade de filtragem e reduzindo a umidade da torta. Quanto mais uniforme e esférico for o formato das partículas, menos pontos de retenção terá o fluxo de líquido, aumentando a velocidade de filtragem e reduzindo a umidade da torta.



Tabela 1- Variáveis que afetam a velocidade de filtração.

<b>Sólido</b>	<b>Torta/Filtrado</b>	<b>Polpa</b>	<b>Equipamento</b>
Área superficial específica	Espessura da torta	Taxa de alimentação	Ciclo
Distribuição granulométrica	Porosidade do leito	Porcentagem de sólidos	Nível de vácuo e/ou pressão
Forma geométrica	Permeabilidade do leito	Temperatura	Meio filtrante (composição e tamanho de abertura)
Propriedades de superfície	Viscosidade do filtrado	Viscosidade	Geometria dos componentes
Massa específica		pH	Nível de agitação
Porosidade		Reagentes auxiliares Sais dissolvidos	Área de filtração

Fonte: Guimarães (2011)

Em relação as variáveis de filtração, tem-se que:

- a taxa de filtração cresce com a redução do ciclo de filtração, porém pode ocasionar aumento da umidade da torta ou a obtenção de tortas extremamente finas, que poderão prejudicar a descarga; o aumento da temperatura da polpa favorece a filtração (reduz a viscosidade do filtrado e com mais facilidade o filtrado passará);
- polpas com concentração de sólidos mais elevada reduzem o tempo de filtração e a umidade final (o volume de água na polpa é menor);
- partículas de distribuição granulométrica grossa formam tortas com interstícios maiores (o líquido atravessa com maior facilidade o meio filtrante aumentando a velocidade de filtração e reduzindo a umidade da torta);
- o pH da polpa relaciona-se a dispersão das partículas (menor dispersão possibilita poros mais uniformes, de modo que o fluxo de filtrado aumenta e a umidade da torta diminui);

- as lamas tendem a entupir os poros do meio filtrante, além disso a elevada área superficial específica reduz a permeabilidade e a remoção de água. Para aumentar a taxa de filtração, utiliza-se floculantes nos tanques.

Um filtro contínuo deve suportar o meio poroso e a torta, transportar a torta da alimentação até o ponto filtrante, permitir a passagem do filtrado e conduzi-lo, permitir a lavagem da torta, manter a pressão diferencial entre os dois lados do meio. O ciclo de filtração é composto de formação da torta (acúmulo de minério no meio filtrante) simultânea a passagem de água para o filtrado, secagem (remoção de água através de sopro de ar ou vapor) e descarga da torta. No caso da filtração de material ultrafino, que gera constante entupimento no filtro, Oliveira et al. (2004) recomendam realizar primeiro a alimentação de uma fração granulométrica mais grossa antes do início da formação da torta (processo *precoat*), com intuito de revestir o meio filtrante e reduzir a chance de entupimento dos poros por onde a água flui. Polpas com maior porcentagem de sólidos apresentam menor quantidade de água a ser removida, favorecendo a filtração (por essa razão é comum o adensamento em espessadores ou ciclones antes da filtração), entretanto a porcentagem muito alta gera uma torta muito espessa, oferecendo obstáculos ao fluxo de água, menores velocidades de filtração e maiores umidades da torta.

Ao escolher o equipamento de filtração, devem ser analisados alguns parâmetros, entre eles a reologia e densidade da polpa, tamanho e forma das partículas, distribuição granulométrica e empacotamento, porcentagem de sólidos, vazão requerida e se é passível de pré-tratamento.

Dentre as variáveis mais estudadas nos últimos anos para otimizar e entender o fenômeno de filtração, destacam-se a variação na porcentagem de sólidos da suspensão; alteração na viscosidade do fluido mediante variação na temperatura da polpa e na dosagem de aditivos; a variação de pressão do sistema de filtração; mudanças na composição química e abertura dos meios filtrantes; mistura de partículas grossas com ultrafinas; atualização nos equipamentos.

A filtração ocorre pela ação de uma força incidente sobre as partículas através de um meio poroso por meio de gravidade, vácuo, pressão ou capilaridade. Na filtração a vácuo a pressão negativa atua abaixo do meio filtrante e na filtração sob pressão a pressão positiva é aplicada na polpa. Pode-se ainda combinar vácuo e pressão (filtração hiperbárica) ou utilizar

dos capilares de meios cerâmicos porosos combinados com a aplicação de vácuo (filtragem capilar). É comum classificar os filtros a vácuo de acordo com a posição relativa da polpa alimentada, em filtros com alimentação por cima (caso do filtro horizontal de correia) ou alimentação por baixo (caso do filtro de disco convencional). A alimentação por baixo é limitada a polpas que possam ser mantidas em suspensão mediante agitação moderada.

Segundo Guimarães (2011), o filtro de discos possui uma série de discos verticais, paralelos e espaçados, ligados entre si por um eixo central que rotaciona. Cada disco é coberto com o tecido filtrante e durante a rotação os tecidos submergem na polpa e a água é extraída por vácuo durante a elevação, formando a torta que é removida por ar comprimido. As vantagens deste filtro são a operação contínua, elevada superfície de contato, pequena área ocupada. A Figura 5a ilustra este tipo de filtro, enquanto a 5b mostra o seu ciclo de funcionamento, composto de zona de formação da torta, zona de secagem e zona de sopro. Esse tipo de filtro é bastante usado na mineração, especialmente no desaguamento de polpas relacionadas ao minério de ferro.

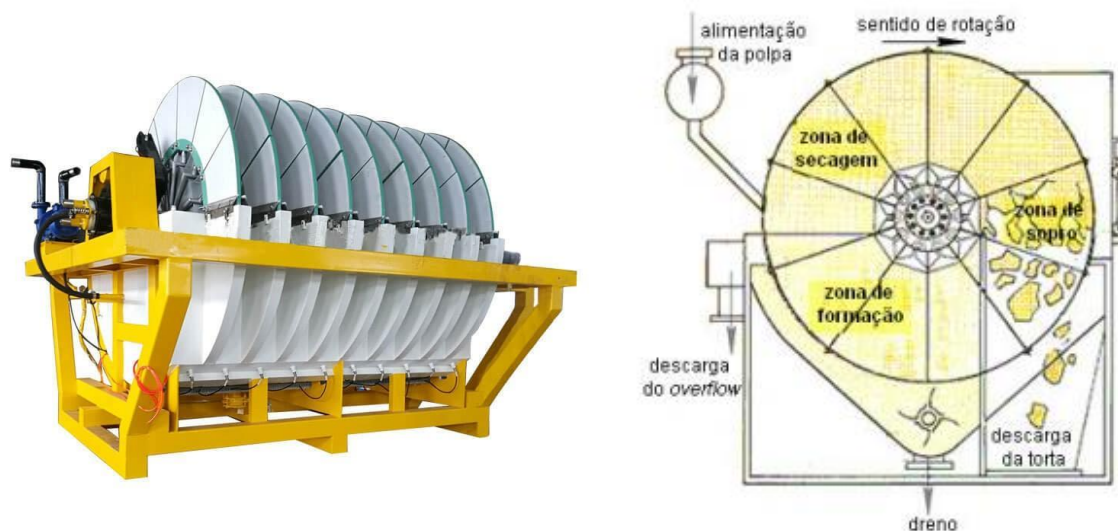


Figura 5- Filtro de discos. a) À esquerda uma visão lateral apresentando os discos cobertos com meio filtrante. b) À direita o ciclo de filtragem para o filtro de discos.

Fonte: Guimarães (2011)

Segundo Chaves (2013), os filtros horizontais de correia caracterizam-se pela alimentação direta da polpa sobre o elemento filtrante e pelo vácuo aplicado na sua parte inferior. A polpa é alimentada numa extremidade da correia e é desaguada ao longo do percurso,

através de ranhuras e furos na correia por onde atua o vácuo. Uma série de sprays de água é instalada na parte inferior da correia para limpar o meio filtrante. A Figura 6 representa o filtro horizontal de correia.

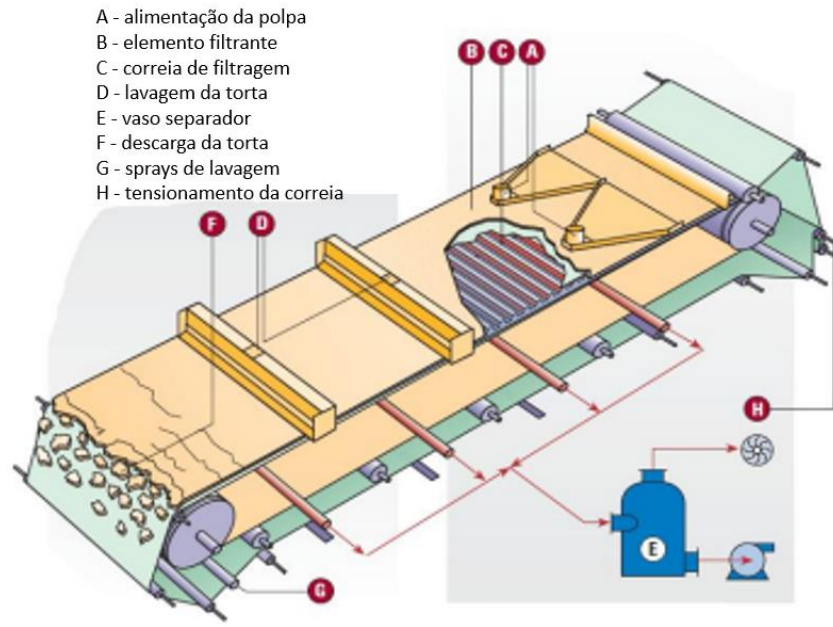


Figura 6- Filtro horizontal de correia.

Fonte: Guimarães (2011).

O filtro de tambor (Figura 7a) é constituído de um cilindro que gira e submerge em um tanque. Como este cilindro é recoberto com tela filtrante, as partículas são aspiradas pelo vácuo, a torta é formada pelo acúmulo de material e depois é descarregada por raspadores ou sopro de ar após completar o giro, conforme ciclo ilustrado na Figura 7b.

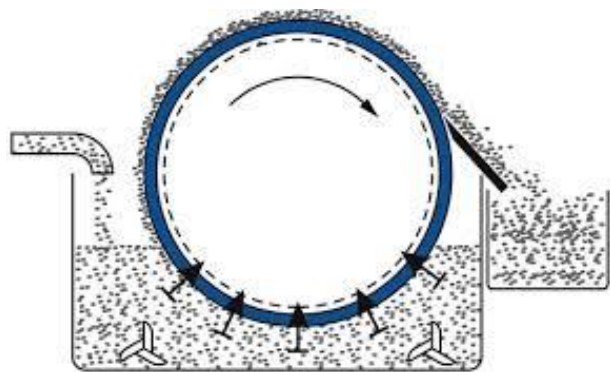


Figura 7- Filtro de tambor. a) À esquerda uma visão lateral apresentando o tambor coberto com meio filtrante. b) À direita o ciclo de filtragem para o filtro de tambor.

Fonte: Guimarães (2011).

### 2.2.1. Filtro prensa

A filtração a pressão é caracterizada pela aplicação de uma pressão positiva na polpa e por possuir um ciclo descontínuo (operação em batelada). De acordo com Luz et al. (2018) e Guimarães (2011), o filtro prensa horizontal (Figura 8) é constituído de numerosas placas com recesso nos dois lados, que formam uma câmara com as placas vizinhas. Estas placas são revestidas do meio filtrante, o enchimento das câmaras com a polpa ocorre através do sistema de alimentação até formação completa das tortas. A pressão faz o filtrado atravessar o meio filtrante que escoam pelas ranhuras das placas e é conduzido para fora do filtro, sendo recolhido por canais. Após o desligamento do equipamento a torta é lavada e seca com vapor ou ar comprimido, abre-se o filtro e a torta é descarregada.

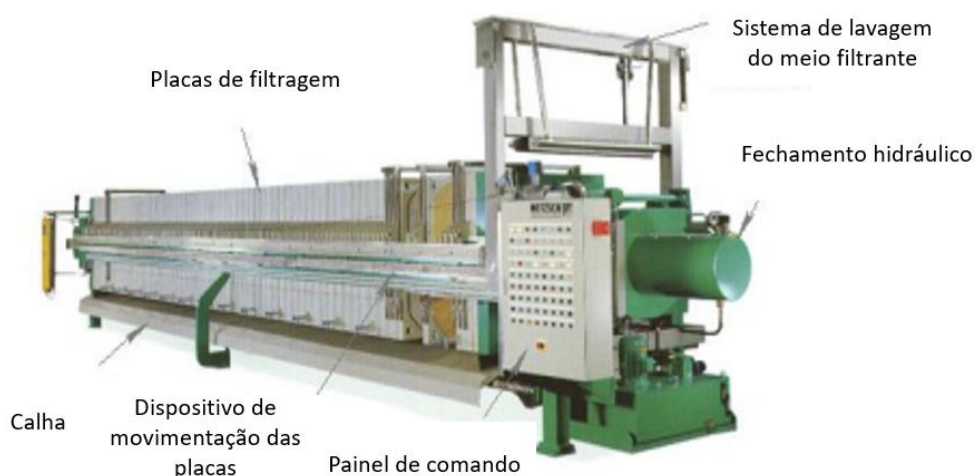


Figura 8- Filtro prensa horizontal.

Fonte: Guimarães (2011).

As vantagens da pressão em relação ao vácuo, segundo Luz et al. (2018) são a produção de tortas com menor taxa de umidade, maiores taxas de vazão e uma melhor lavagem e secagem nos casos de incompressibilidade de sólidos. No entanto, as aplicações eram reduzidas devido o regime em batelada e a dificuldade de descarga da torta.

Porém, avanços permitiram o desenvolvimento de sistemas automatizados, aumentando as utilizações do filtro. Dentre estes avanços podem ser citados por Concha (2014) o desenvolvimento de equipamentos maiores com custo mais baixo por unidade de área filtrada, pressões mais elevadas, maior recuperação de água, menor umidade da torta, menor consumo

energético. Filtros maiores significam menor número de componentes por filtro, como os requisitos de manutenção são ligados ao número de peças de desgaste, menos componentes significa custos operacionais mais baixos. O desenvolvimento de filtros prensa automáticos de alta capacidade reduziu o número de unidades necessárias para atingir o rendimento da planta.

O filtro prensa é mais eficaz do que o vácuo na redução da umidade da torta, mas seu capital e custos operacionais são altos. Os tempos de formação, secagem e lavagem são ajustáveis de acordo com a necessidade do processo. (LEGNER, 2017).

O filtro prensa vertical ao contrário do horizontal, possui placas horizontais, apresentando-se como uma tecnologia mais recente de filtragem aplicada no processamento mineral, trazendo como vantagens: a economia da área ocupada para sua instalação, a baixa umidade nas tortas de rejeito e o baixo custo operacional; e como desvantagem o alto custo de investimento (CAPEX) (GUIMARÃES, 2011).

Taxas de transferência mais altas podem ser alcançadas com durações de enchimento mais curtas, no entanto, isso resultaria em tortas finas e baixos níveis de tempo de prensagem ativa. A utilização da cavidade e as restrições de prensagem ativa praticamente limitam o rendimento do filtro alcançável e o perfil do projeto de filtro conceitual tem uma taxa de transferência um pouco menor do que o ideal (LEGNER, 2017).

Davies (2011) informa que conforme a concentração de alimentação é reduzida, menos torta é depositada por unidade de tempo durante o estágio de enchimento, pois a carga hidráulica por unidade de massa da torta no filtro aumentou. Isso faz com que o ciclo do filtro do projeto conceitual não atenda mais à restrição de prensagem ativa, bem como uma redução significativa no rendimento geral do filtro. Para satisfazer a restrição de pressão ativa, duas abordagens não exclusivas são possíveis: A duração do estágio de enchimento pode ser aumentada para que mais sólidos sejam carregados na prensa e os tempos de filtração secundária são reduzidos; a duração do estágio de injeção pode ser aumentada para aumentar a porcentagem de pressão ativa acima do nível limite.

Para Davies (2011), uma redução de 10% na concentração de sólidos de alimentação pode resultar em uma redução de 30% no rendimento do filtro. Nesse sentido, a concentração de sólidos de alimentação entregue ao filtro deve ser confiável. O autor estudou uma alimentação de filtro com 50% de sólidos e obteve que a alta resistência da torta (menor permeabilidade) da lama vermelha reduz as taxas de formação de torta, com uma redução no rendimento do filtro.

De acordo com Neto (2016), o diferencial de pressão afeta a produtividade do filtro, de modo que um aumento de quatro vezes no diferencial reduz em metade a área de filtração. Para ele, a água retida nos canais entre partículas geralmente não é removida devido à grande força capilar que a retém, se a distribuição granulométrica favorecer o empacotamento das partículas isso exigirá um maior esforço do filtro para que o líquido percole a torta. O filtro prensa é considerado o equipamento mais adaptável as diversas aplicações, sendo assim:

A pressão e a vazão de enchimento das câmaras devem ser suficientes para garantir uniformidade na espessura da torta e enchimento das câmaras rapidamente. O tempo de cada etapa do ciclo é definido pela medição da queda de vazão do filtrado, encerrando quando a taxa de vazão de filtrado em função do tempo for tratada constante (NETO, 2016, p. 30).

Conforme Neto et al. (2016), a prensagem mecânica possibilitou redução do consumo energético, alcançar umidades residuais menores e aumentar a produtividade ao reduzir o tempo de ciclo. O descarregamento do filtro é feito por gravidade, logo o tecido deve garantir um desprendimento da torta. Se algum material ficar retido no tecido, ao iniciar um novo ciclo pode ocorrer um mau fechamento das placas, empenamento e quebra.

### **2.2.2. Filtração de rejeitos**

Guimarães et al. (2012) fez um estudo comparativo de alguns filtros para rejeito de flotação, estudo este retratado na Figura 9. A Figura 10 retrata os mesmos filtros em relação ao custo-benefício, de modo a identificar quais são mais propícios a aquisição.

Pode-se concluir pelas figuras que a melhor alternativa técnico-econômica, para filtração dos rejeitos de flotação, é o emprego de filtro de disco convencional. Para os autores, a filtração de lamas só foi possível com pressão (filtro-prensa horizontal e vertical) e hiperbárica (filtro de disco encapsulado), porém com baixa taxa unitária de filtração (< 300kg/h/m<sup>2</sup>) devido o tempo de ciclo maior e umidade da torta entre 5 e 10%. Verifica-se que a melhor alternativa técnico-econômica para filtração de lamas é o emprego de filtro-prensa horizontal, apresentando menor custo de investimento por área de filtração. A torta derivada das lamas poderia ser misturada à torta de rejeitos grossos e/ou o estéril da mina para permitir o seu empilhamento, porém requerendo estudos geotécnicos complementares.

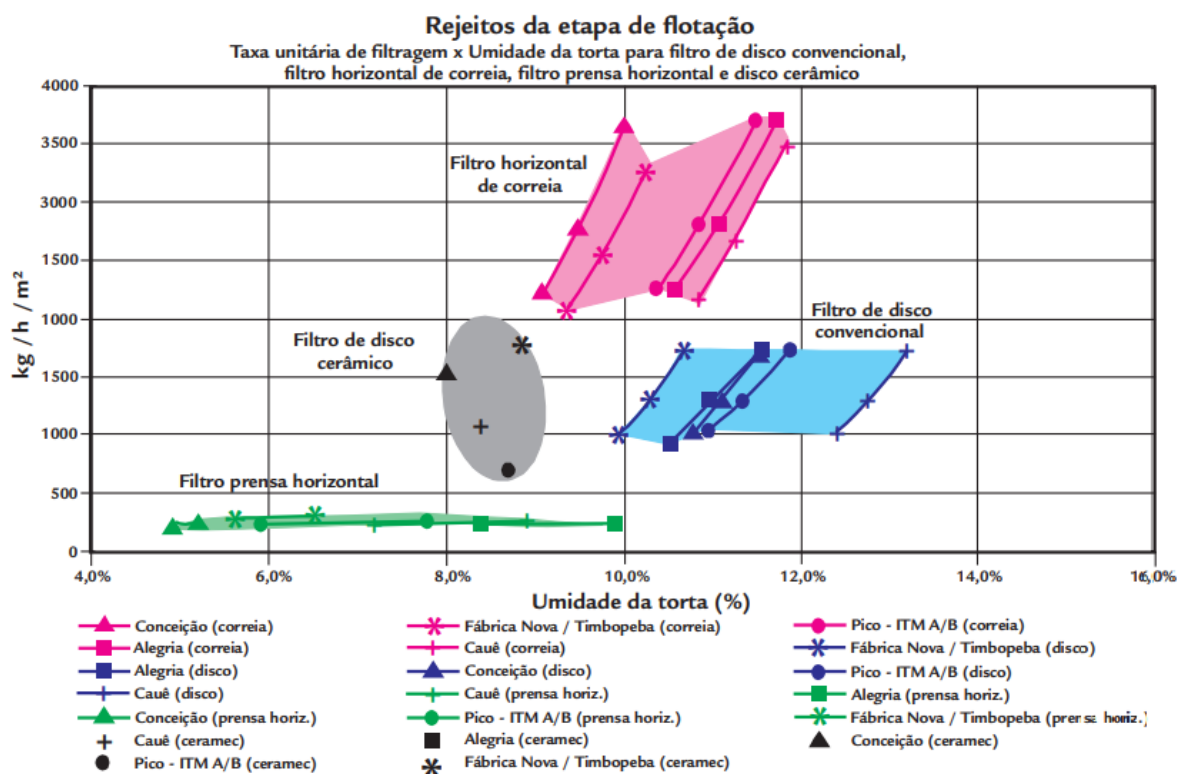


Figura 9- Taxa unitária de filtragem em função da umidade da torta para cada filtro analisado.

Fonte: Guimarães et al. (2012).

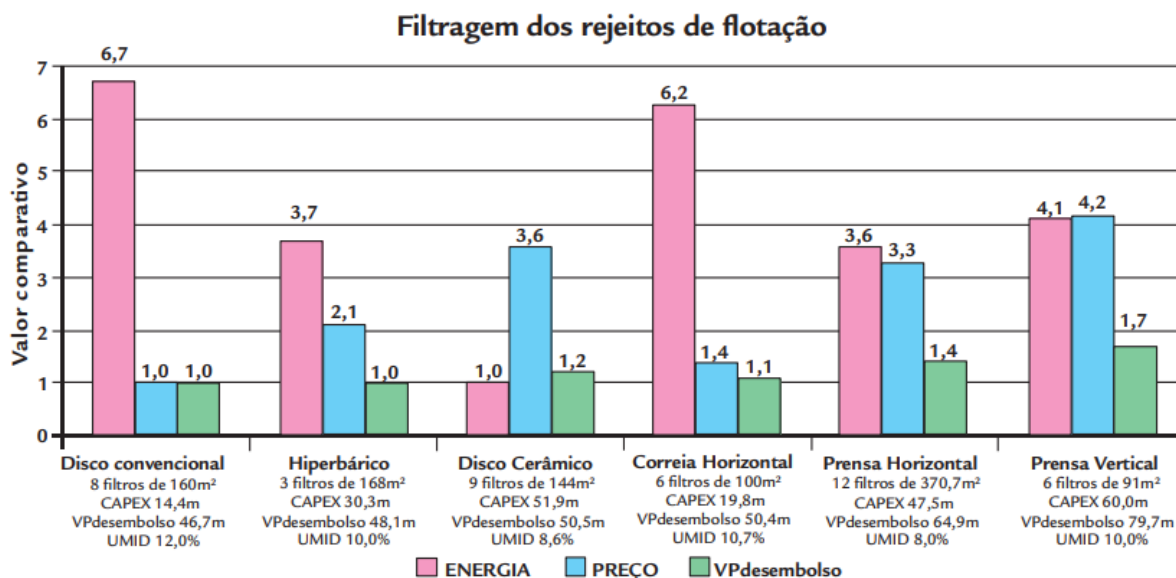


Figura 10- Custos de filtragens de rejeito para diferentes alternativas.

Fonte: Guimarães et al. (2012).



Neto (2016) trabalhou com rejeito da flotação de sílica e lama retirada antes da flotação, ambos no processamento de minério de ferro. A diferença granulométrica interfere no grau de empacotamento das partículas na torta e quanto maior o empacotamento maior a resistência para a percolação e maior o diferencial de pressão necessário, de modo que para a lama, material mais fino, de maior superfície específica e de difícil filtração, é necessário o filtro prensa. Antes da filtração é interessante fazer uso do espessamento com adição de floculante, de modo que a lama espessada e filtrada atinja uma umidade da torta de 18%.

A Tabela 2 retrata um compilado de estudos referentes a filtração de polpas minerais provenientes do processamento do minério de ferro. Em sua maioria, os estudos se concentram nas áreas de floculantes e surfactantes.

Tabela 2- Estudos relacionados a melhorias na filtração de polpas no processamento mineral.

Referência	Conteúdo de Estudo	Principais Resultados
Hosten e Sastry (1983)	Filtração de hematita no funil de Buchner com adição de floculantes e surfactantes.	Os aditivos combinados promovem redução do tempo de formação da torta e da umidade residual da mesma.
Masini (1996)	Testes com surfactantes para desaguamento de minério de ferro	Redução de 20 a 25% na umidade residual da torta e aumento da taxa unitária de filtração, potencializando os resultados ao combinar o surfactante com o floculante.
Ramos et al., (1996)	Adição de poliacrilamida aniônica e acetato de éter-amina como auxiliares de filtração do ferro.	Os floculantes tiveram efeito na elevação da taxa unitária de filtração.
Amarante (2002)	Influência da adição de surfactantes e floculantes em polpas de minério de ferro.	Diminuição no tempo de formação da torta e redução na umidade ao acrescentar o surfactante.
Doellinger et al., (2009)	Efeito da adição de surfactantes na filtração em <i>leaf test</i> em filtro de disco a vácuo.	O surfactante foi capaz de reduzir entre 5 e 12% a umidade residual do <i>pellet feed</i> , sendo seu efeito mais significativo em materiais ultrafinos.
Haselhuhn, Swanson e Kawatra (2012)	Efeito da adição de gás carbônico no pH de polpas de hematita usando funil de Büchner.	A adição de gás proporciona aumento na vazão de filtrado, dada a redução do potencial zeta da hematita.
Vilela (2015)	Filtração de algumas amostras de rejeito e concentrado de minério de ferro.	Nota-se que os maiores tempos de filtração e umidade da torta foram obtidos para a lama, em virtude da baixa porosidade e alta retenção de água.
Patra et al., (2016)	Melhoraram o desaguamento de ultrafinos usando surfactantes.	O surfactante reduziu a umidade residual da torta de 12-13% a 9-10%, pelo aumento da hidrofobicidade.
Gomes (2016)	Viabilidade de desaguamento de rejeitos de minério de ferro	Obtenção de tortas com umidade final de 15% para ultrafinos e rejeitos de concentração magnética.

### 2.3. Fenômenos interfaciais envolvidos na filtração

Stroh e Stahl (1991) descrevem a torta de filtração como um leito de partículas (Figura 11) contendo canais capilares entre elas, de modo que tanto as partículas quanto os canais apresentam diâmetros variados. Nesse sentido, Chaves (2013) menciona que o movimento do fluido que percola a torta será afetado pela porosidade da torta (que depende do tamanho, forma e distribuição granulométrica das partículas), da tensão superficial do líquido e dos efeitos capilares.



Figura 11- Leito de partículas que constitui a torta de filtração.

Fonte: Chaves (2013).

A Figura 12 ilustra o comportamento de um leito de partículas que é desaguado a partir de uma situação de total saturação, mediante aplicação de uma pressão sobre o leito. De acordo com Nicol (1976), no início da filtração todos os capilares estão encharcados de água, representando o estado capilar. Conforme o líquido escoar, pela ação do vácuo ou pressão, a quantidade de água no leito vai reduzindo, até atingir um ponto onde não há líquido suficiente para formar um filme contínuo, deixando água residual em locais de pequenos diâmetros na torta, criando o chamado estado funicular. Se o diferencial de pressão for aumentado, toda a água é removida, exceto pelas moléculas adsorvidas física ou quimicamente na superfície de partículas sólidas, formando o estado pendular. Sendo assim, Nicol (1976) conclui que existe

um limite para remoção mecânica de umidade em uma torta e uma remoção superior a essa seria alcançada apenas fazendo uso de secagem.

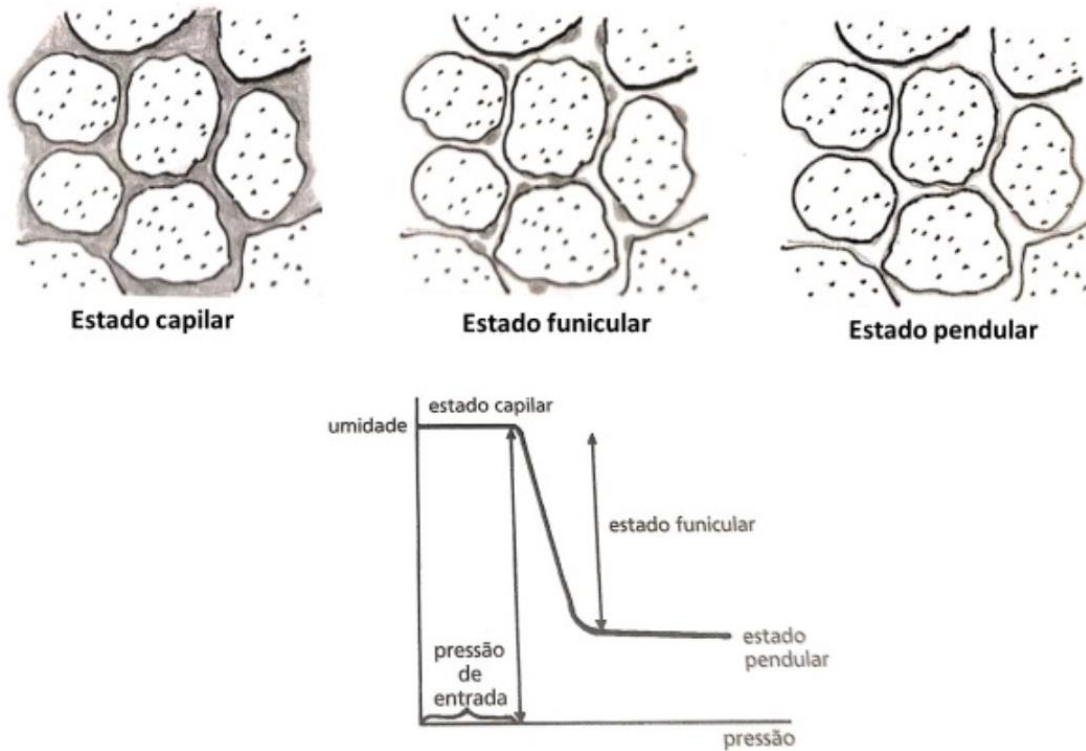


Figura 12- Representação dos três estados da umidade segundo Nicol (1976).

Fonte: Chaves (2013).

Quando os interstícios entre as partículas estão cheios de água, os canais dentro do leito comportam-se como capilares e a equação da pressão capilar ou equação de Kelvin pode ser aplicada (equação 3).

$$press\tilde{a}o\ capilar = \gamma \cos\theta \left(\frac{1-\varepsilon}{\varepsilon}\right) \quad (3)$$

Onde:

$\gamma$  é a tensão superficial (N/m);

$\theta$  o ângulo de contato ( $^{\circ}$ );

$\varepsilon$  o índice de vazios ( $m^3$ ).

Para diminuir a pressão capilar e assim facilitar o escoamento, é possível diminuir a tensão superficial  $\gamma$ , o ângulo de contato  $\theta$  e aumentar o índice de vazios  $\varepsilon$ . De acordo com Chaves (2013), a pressão capilar tende a manter o líquido preso dentro do leito de partículas, se a diferença de pressão for maior que a pressão capilar, o escoamento se inicia, sendo a pressão de entrada o valor mínimo de pressão necessário para iniciar o escoamento. Os primeiros capilares a serem drenados são os de maior diâmetro, em seguida os de ordem decrescente.

Na maioria das vezes, a remoção de água capilar é simples, no entanto, pode tornar-se mais trabalhosa à medida que os diâmetros dos capilares se tornam pequenos. Para contornar esses desafios, pode-se trabalhar com as variáveis da equação da pressão capilar, aquecimento do líquido para melhor fluidez ou adicionar reagentes auxiliares de filtração.

Quando na torta existem finos que colmatam os canais, é necessário agregá-los as partículas maiores, de modo a retirá-los do percurso da água. Chaves (2013) aponta que existem reagentes que podem auxiliar o processo de filtração, sendo eles os tensoativos (reduzem viscosidade e tensão superficial da água, reduzindo a pressão capilar e facilitando o escoamento), hidrofobizantes (tornam a superfície das partículas repelentes a água e deixa a torta mais seca), floculantes e coagulantes (agregam os finos e ultrafinos na superfície das partículas maiores, liberando os vazios intersticiais entre partículas e impedindo o entupimento dos canais por onde a água passa, aumentando a taxa de filtração em decorrência do aumento de porosidade) e dispersantes (dispersam os finos e ultrafinos na água).

Os coagulantes e floculantes são efetivos na remoção de água capilar e funicular, enquanto os hidrofobizantes são recomendados para remoção de água pendular. Existem reagentes específicos para cada minério, podendo inclusive haver mistura entre reagentes para obtenção de melhores resultados.

França e Trampus (2018) definem surfactantes ou hidrofobizantes como compostos heteropolares que se caracterizam por um caráter duplo, sendo uma porção hidrofílica (polar) e outra hidrofóbica (apolar). Esses tipos de compostos podem alterar as propriedades da interface de sistemas sólido/líquido e líquido/ar. A maioria dos surfatantes tem a capacidade de reduzir a tensão superficial. Esses compostos podem ser classificados, de acordo com a carga existente na porção polar em catiônicos (porção hidrofílica apresenta carga positiva), aniônicos (porção hidrofílica apresenta carga negativa), não-iônicos (não apresentam carga em sua estrutura).

Os hidrofobizantes tornam a superfície das partículas de minério repelentes à água, diminuindo a retenção de água por mecanismos de adsorção (água em estado pendular). Nesse sentido, mais água pode ser removida e de forma mais fácil.

Patra et al. (2016) comentam que, pensando em flocos que apresentem boas características de filtrabilidade, utiliza-se floculantes de baixo peso molecular, que produza flocos pequenos, compactos, rígidos, de formato esférico, tamanho mais uniforme e estrutura fechada que aprisione menos água no interior.

Os principais parâmetros de processo influenciados pelo uso de reagentes são a taxa unitária de filtração (TUF), o teor de umidade e a porosidade da torta. Para diminuir a pressão capilar, pode-se atuar reduzindo a tensão superficial na interface ou alterando a morfologia do poro. Para exercer influência sobre a tensão superficial podem ser usados surfactantes, e para modificar a morfologia do poro geralmente são utilizados floculantes e coagulantes.

A dosagem de floculante desempenha um papel importante na filtração de partículas finas. Quantidade insuficiente de floculante pode resultar em floculação insignificante, enquanto dosagens excessivas podem restabilizar a pasta e aumentar a viscosidade líquida, que por sua vez aumenta a resistência à filtração (TAO et al. 2000).

Dias et al. (2004) chegaram as seguintes conclusões: quando a dosagem do floculante aumenta, a resistência específica da torta e seu tempo de formação diminuem acentuadamente, os valores observados de umidade final da torta e de porosidade da torta são aumentados significativamente. O aumento observado na umidade é provavelmente devido ao aprisionamento de água nos flocos, enquanto as reduções na resistência da torta, no tempo de formação e o aumento da porosidade da torta podem estar relacionados às mudanças na estrutura da torta causadas pela agregação das partículas.

Alam et al. (2011) tiveram as seguintes conclusões:

- A estrutura do floco é dependente do floculante, carga e dosagem e a composição iônica da água de processo.
- O desempenho da filtração é aprimorado pela adição de floculante, que aumenta significativamente os custos operacionais. Por isso é importante determinar a dosagem ótima para uma torta de baixo teor de umidade, aumento na taxa de filtração e um filtrado com mínima turbidez.

- A velocidade de sedimentação da partícula é dependente do tipo de floculante (aniônico ou catiônico).

Amarante (2002) considera que o desempenho dos floculantes são afetados pela diluição e preparo, dosagem, peso molecular, agitação, pH, força iônica da solução e concentração de sólidos na polpa. Se o peso molecular foi muito baixo a floculação pode ser prejudicada pela dificuldade de formar pontes. Se for muito alto afeta a solubilidade e custos. O pH afeta a agregação, seja por influência do potencial de superfície ou química dos polímeros. Os polímeros proporcionam maior porosidade da torta e distribuição mais uniforme dos poros.

#### **2.4. Nanobolhas: Aplicações no tratamento de minérios**

A crescente demanda por bens minerais e a exaustão dos depósitos de elevado teor têm contribuído para que depósitos de baixo teor sejam minerados. O beneficiamento destes minérios requer elevado grau de moagem para atingir um grau de liberação satisfatório, o que conseqüentemente gera uma maior produção de partículas finas e ultrafinas. Como visto anteriormente, o melhor aproveitamento dos recursos minerais juntamente com a recuperação e desaguamento dessas frações muito finas são um desafio e dentre as alternativas, as nanobolhas (NBs) apresentam enorme potencial tecnológico e de inovação para contornar esses desafios.

As NBs são bolhas de diâmetro inferior a 1  $\mu\text{m}$ , usualmente com tamanhos médios de 150 à 300 nm e são reconhecidas como unidades esféricas dispersas em meio aquoso devido o movimento Browniano, como estruturas quase bidimensionais em uma interface sólido-líquido (*nanopancakes*) ou como NBs de superfície aderidas e espalhadas sobre a superfície de uma substância (“calotas” esféricas), podem ser geradas por métodos de cavitação hidrodinâmica, especialmente em sistemas líquidos de baixa tensão superficial (AGARWAL, 2005; AZEVEDO et al., 2016; AN, et al., 2015; BORKENT et al., 2009; HAMPTON e NGUYEN, 2010; ISHIDA et al., 2000; LOU et al., 2000; PARKER et al., 1994; SEDDON et al., 2011; ZHANG et al., 2004, 2008, 2009). A Figura 13 ilustra como as NBs são tipicamente encontradas em uma polpa.

As NBs possuem um enorme potencial tecnológico em diversas áreas, no entanto, ainda são raras as suas aplicações em escala real, estando limitadas em sua grande parte ao setor

acadêmico, em fase de pesquisa e desenvolvimento (AZEVEDO et al., 2019; AZEVEDO et al., 2017). As principais aplicações das NBs foram na remoção de poluentes no tratamento e limpeza de águas, resíduos e efluentes líquidos, urbanos e industriais; remoção de proteínas, gotículas de óleo, resíduos de efluente metalmeccânico (WU et al., 2006; CHEN, 2009; TSAI et al., 2007; TASAKI e WADA., 2009; YAMASAKI et al., 2010; KERFOOT, 2011; CALGAROTO et al., 2016), além da mineração, onde foram estudados a cinética de flotação, redução de dosagem de reagentes, melhoria na recuperação mineral, probabilidade de colisão e adesão das partículas e o aumento de ângulo de contato (FAN et al., 2012; FAN et al., 2013; SOBHY, 2013; AHMADI et al., 2014; ETCHEPARE et al., 2017; FAN e TAO, 2008; CALGAROTO et al., 2014, 2015, 2016; ROSA e RUBIO, 2018; TAO et al., 2021; SOBHY e TAO, 2013).

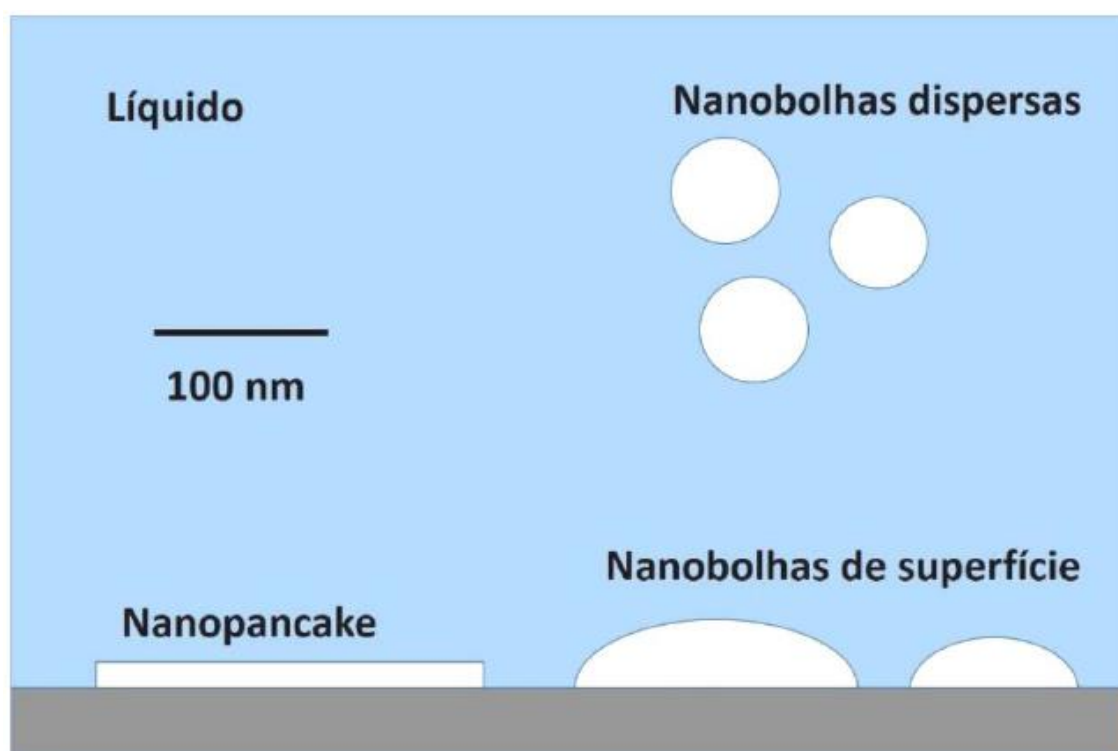


Figura 13- Diferentes modos de ocorrência das NBs.

Fonte: Adaptado de Seddon *et al.* (2012).

As NBs possuem propriedades especiais, como caráter altamente hidrofóbico (ligam-se rapidamente a partículas minerais hidrofóbicas, coloides ou ultrafinos residuais), elevada área superficial por volume, grande estabilidade em meio líquido, elevada longevidade, a modulação



de sua carga superficial e efeito de agregação de partículas finas, conferindo a estas um elevado potencial tecnológico no tratamento de minérios finos e ultrafinos (AZEVEDO et al., 2016a, 2016b; AZEVEDO et al., 2019). Vale ressaltar que Azevedo et al. (2016a) confirmaram a elevada estabilidade e longevidade das NBs quando dispersas em água, mostrando uma variação muito pequena no tamanho e número de NBs ao decorrer de 14 dias.

De acordo com Rosa (2017), a agregação das partículas condicionadas com as NBs na superfície das partículas depende de alguns fatores, incluindo tamanho das bolhas e das partículas, propriedades superficiais e físico-químicas, temperatura e condições hidrodinâmicas. Como as NBs apresentam grande área superficial, alta afinidade por partículas hidrofóbicas e elevadas concentrações, aumenta-se a probabilidade de colisão e agregação das partículas ultrafinas (AZEVEDO et al., 2016a, 2016b; AZEVEDO et al., 2019).

Para que ocorra a adesão é necessário o deslocamento do filme líquido da superfície mineral pela bolha de ar, o que acontece graças a área superficial das NBs, elevado tempo de contato com as partículas, bom ângulo de contato e interações intermoleculares decorrentes do caráter hidrofóbico, garantindo uma adesão bolha-partícula estável, duradoura e com pequenas taxas de desprendimento (AHMADI et al., 2014; AHMED e JAMESON, 1989; AZEVEDO et al., 2016a, 2016b, 2019; CALGAROTO et al., 2015; DAI et al., 1999; FAN et al., 2010a; FAN et al., 2012; FAN e TAO, 2008; HAMPTON e NGUYEN, 2010; RALSTON et al., 1999; ROSA e RUBIO, 2018; SOBHY, 2013; SOBHY e TAO, 2013a, 2013b; TABOSA, 2007; YOON e LUTTRELL, 1989). A interação bolha-partícula e o deslocamento do filme líquido podem ser melhor compreendidos a partir da Figura 14.

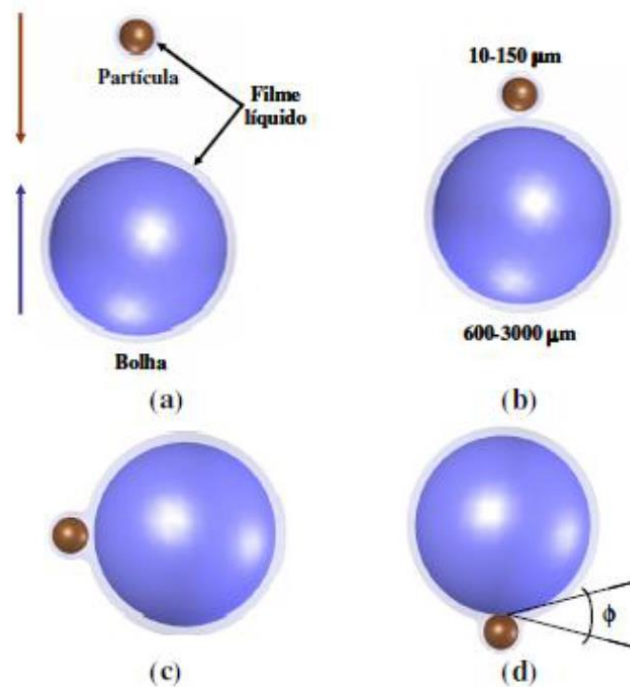


Figura 14- Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha - partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato.

Fonte: Rosa (2017).

Baltar (2010) e Hewitt et al. (1994) afirmam que as bolhas maiores apresentam elevada superfície de contato, o que garantiria uma forte e estável interação bolha-partícula. No entanto, constataram que estas bolhas desenvolvem grandes velocidades de movimentação em meio líquido, o que acaba reduzindo o tempo de contato e impossibilitando a adesão das partículas.

Alguns dos estudos realizados no Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM) comprovaram que uma etapa de condicionamento com NBs possibilita colisão e agregação das partículas minerais e com bom ângulo de contato, de modo que o agregado NBs-partícula funciona como uma camada hidrofóbica que permite a fixação de bolhas maiores (microbolhas) de forma estável e com forte interação, sendo as adesões comprovadas por fotomicrografias e medidas de ângulo de contato (AZEVEDO et al. 2016a; AZEVEDO, 2017; CALGAROTO et al., 2015).

Outro estudo local associando as NBs, microbolhas (MBs) e macrobolhas (MaBs), alcançou uma maior cinética de flotação e recuperação ao condicionar primeiro as NBs nas partículas, visto que as bolhas maiores isoladamente não apresentavam adesão em decorrência do baixo tempo de indução para remoção do filme de água (ROSA, 2017; ROSA e RUBIO,

2018). Além disso, o aumento da hidrofobicidade proporcionado pelas NBs pode causar redução nas forças de retenção/coesão de água existentes nos poros e interstícios entre as partículas, permitindo que ela escoe com mais facilidade e reduzindo o tempo de filtração.

A geração de NBs como dispersões aquosas e suas aplicações na flotação mineral e na remoção de poluentes tem-se mostrado um campo de pesquisa em elevado crescimento (Azevedo et al., 2019). As tabelas 3 e 4 apresentam alguns dos principais artigos de estudos básicos e aplicados com NBs. Os estudos com NBs aqui citados abordam sua aplicação no tratamento de minérios (nos processos de flotação) e no tratamento de águas (na remoção de contaminantes). No entanto, não foram encontrados na literatura estudos com geração e aplicação de NBs nos processos de filtração com formação de torta.

Devido as características apresentadas pelas NBs, destacando-se a elevada interação e agregação das partículas e o efeito de hidrofobização de superfícies, seu uso em processos de filtração de polpas minerais contendo partículas ultrafinas de concentrados ou rejeitos apresenta um elevado potencial para estudos aplicados, com possível aumento de hidrofobicidade das partículas da torta, reduzindo as forças de retenção de líquido nos interstícios (capilares) e efeitos positivos na velocidade de filtração (tempo de formação da torta).

Tabela 3- Principais estudos com NBs na flotação de minérios e tratamento de efluentes.

<b>Referência</b>	<b>Conteúdo de Estudo</b>	<b>Principais Resultados</b>
Ahmadi et al., 2014	Efeito das NBs na flotação em bancada de calcopirita.	Aumento na recuperação de finos em 18% e redução no consumo de coletor e espumante em 75% e 50%, respectivamente.
Azevedo et al., 2016b	NBs agregando sílica coloidal.	NBs rapidamente se ligam às partículas de sílica causando agregação entre partículas.
Calgaroto et al., 2015	Condicionamento de NBs na flotação de quartzo em tubo de Hallimond.	A recuperação de quartzo aumentada em 20-30% para frações finas com o condicionamento com NBs.
Calgaroto et al., 2016	Remoção de precipitados de amina coloidal por flotação com NBs.	Remoção de 80% de amina com NBs isoladas.

Tabela 4- Complemento dos principais estudos com NBs na flotação de minérios e tratamento de efluentes.

<b>Referência</b>	<b>Conteúdo de Estudo</b>	<b>Principais Resultados</b>
Fan et al., 2013	Injeção de NBs na flotação para recuperação de diferentes frações de carvão.	Aumento na recuperação do carvão e nas taxas de flotação para diferentes granulometrias.
Sobhy e Tao, 2013a	Flotação em coluna de partículas finas de carvão com NBs.	A aplicação de NBs melhorou a recuperação em 50% e reduziu o consumo de reagentes e ar.
Ditscherlein et al., 2016	Estudo de nanobolhas em superfícies hidrofílicas e hidrofóbicas de alumina.	A superfície da alumina hidrofóbica foi quase completamente coberta por NBs, causando forças de atração bolha-partícula elevadas.
Etchepare et al., 2017	Separação de precipitados e nanopartículas de hidróxido de ferro da água, fazendo uso de MBs e NBs.	Remoção de ferro de 99% usando uma pressão de baixa saturação (2,5 bar) antes da despressurização.
Knüpfer et al., 2017	Aglomeração aprimorada de nanobolhas de pós hidrofóbicos	Partículas hidrofóbicas de alumina se fundem em aglomerados maiores.
Nazari et al., 2018	Flotação com e sem NBs e alterando algumas variáveis.	NBs aumentaram a recuperação de partículas grossas de 53% para 67%.
Rosa e Rubio, 2018	Efeito de hidrofobização de partículas com condicionamento de NBs	NBs aumentou a taxa de agregação de MBs e MaBs na superfície de partículas de apatita e quartzo hidrofobizadas.
Oliveira et al., 2018	Geração de NBs em um tubo de cavitação hidrodinâmica	Destacou-se o grande potencial de geração de altas concentrações de NBs em tubo de cavitação hidrodinâmica.
Wang et al., 2019	Estudo do efeito de NBs na adsorção de oleato de sódio na superfície da calcita.	As NBs promoveram a formação de flocos de calcita e inibiram a adsorção de oleato de sódio na superfície da calcita.
Zhou et al., 2019	Adsorção de NBs em minerais de muscovita de superfície quimicamente modificada.	As NBs adsorvem-se nas superfícies da muscovita, tornando-a mais hidrofóbica e aprimorando o desempenho da flotação.
Tao et al., 2021	Investigação da flotação aniônica reversa aprimorada por NBs de hematita e mecanismos associados.	NBs melhoraram o grau de concentrado e/ou recuperação sob diferentes condições de reagentes.

## **3. Experimental**

Os estudos experimentais, em escala de bancada, foram realizados no Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), utilizando das amostras de concentrado e rejeito provenientes do processamento de minério de ferro da usina de Brucutu da VALE S.A, além de amostras de quartzo de elevada pureza.

Os estudos de bancada incluíram a avaliação do efeito da injeção das nanobolhas (NBs) na polpa de alimentação da filtração de diferentes amostras minerais ultrafinas (UF) em filtro de pressão positiva, utilizando o tempo de formação da torta (velocidade de filtração) e a umidade residual da mesma como variáveis de resposta. O efeito das NBs foi estudado juntamente com outras variáveis que afetam o desempenho da filtração, entre elas a granulometria dos sólidos, pH do meio, mistura de frações com diferentes granulometrias, porcentagem de sólidos, temperatura, uso de flocculantes e tensoativos.

Ao longo do capítulo será abordado a descrição das amostras, os reagentes utilizados, o método de geração das NBs, componentes e acessórios relacionados a filtração, procedimento experimental seguido para cada variável, preparo de reagentes, caracterização da torta, finalizando com a análise por difração de laser de algumas polpas para verificação do efeito de agregação de partículas causado pelas NBs.

### **3.1. Materiais**

#### **3.1.1 Amostras**

A amostra de concentrado ultrafino foi proveniente da concentração magnética vertical via úmida de alta intensidade (concentrador magnético pulsante em escala piloto, SLon) das lamelas da Usina de Brucutu (VALE). As duas amostras de rejeito ultrafino utilizadas no estudo são também provenientes da Usina de Brucutu, no entanto uma dessas amostras corresponde ao rejeito gerado nos estudos piloto de concentração magnética vertical (rejeito UF 1), conduzidos pela VALE, enquanto a outra amostra corresponde ao rejeito gerado em estudos do LTM (rejeito UF 2), na flotação em coluna convencional e flotação em coluna de três produtos das

lamas de Brucutu (Araújo, 2022). O rejeito arenoso foi coletado após etapa de espessamento de rejeitos da flotação de sílica (circuito convencional), da mesma Usina da VALE.

Uma amostra de quartzo de elevada pureza foi submetida a moagem em moinhos de bolhas em escala de laboratório para preparo de três amostras de granulometria diferentes. As amostras denominadas “grossos”, “médios” e “finos” foram preparadas com tempos de moagem distintos, sendo que a amostra “finos” foi moída por um período de 12h.

A Tabela 5 apresenta a relação das diferentes amostras submetidas a filtragem de pressão positiva em escala de bancada, suas respectivas origens e distribuições granulométricas obtidas por meio de difração de laser. Os histogramas de distribuição granulométrica das amostras são apresentados no Anexo 1.

Tabela 5- Caracterização das diferentes amostras submetidas a filtragem de pressão positiva em escala de bancada.

<b>AMOSTRA</b>	<b>ORIGEM</b>	<b>D médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>D10 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>D50 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>D90 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>Concentrado UF VALE</b>	Concentração magnética vertical de lamas de Brucutu	8	0,5	7	19
<b>Rejeito UF 1</b>	Rejeito proveniente da concentração magnética vertical de Brucutu (VALE)	7	0,3	5	18
<b>Rejeito UF 2</b>	Flotação em coluna de lamas de Brucutu (LTM)	11	1	9	25
<b>Rejeito Arenoso VALE</b>	Rejeito da flotação de sílica de Brucutu	92	33	89	149
<b>Quartzo Fino</b>	Quartzo de elevada pureza	7	1	4	19
<b>Quartzo Médio</b>	Quartzo de elevada pureza	129	30	103	270
<b>Quartzo Grosso</b>	Quartzo de elevada pureza	307	186	300	452

### 3.1.2 Reagentes

Os reagentes utilizados no estudo são apresentados na Tabela 6 e incluem corretores de pH, floculantes e tensoativos.

Tabela 6- Reagentes utilizados nos ensaios de filtração de pressão positiva em escala de laboratório.

<b>Reagentes</b>	<b>Descrição</b>
Ácido clorídrico	Reagente ácido para controle de pH
Hidróxido de sódio	Reagente básico para controle de pH
Flotisor 15553	Floculante catiônico, densidade de carga 30-40%, MW > 10 <sup>6</sup> (Clariant <sup>®</sup> )
Flotisor 7130	Floculante aniônico, densidade de carga 30-40%, MW > 10 <sup>6</sup> (Clariant <sup>®</sup> )
Tensoativo E/PE MIN 343/19	Surfactante não iônico base etoxilado (Clariant <sup>®</sup> )
Tensoativo E/PE MIN 344/19	Surfactante aniônico (Clariant <sup>®</sup> )
Flotigam 7100	Surfactante catiônico; Coletor de flotação do tipo éter-amina (Clariant <sup>®</sup> )

### 3.2. Métodos

A Tabela 7 retrata os estudos de filtração a pressão positiva em escala de laboratório com as diferentes amostras, com foco na avaliação do efeito das NBs na polpa de alimentação da filtração. O efeito das NBs foi estudado juntamente com outras variáveis que afetam o tempo de filtração e umidade da torta, sendo elas a granulometria dos sólidos, pH do meio, mistura de frações com diferentes granulometrias, porcentagem de sólidos, temperatura, uso de floculantes e tensoativos. O detalhamento da metodologia de cada estudo é apresentado no tópico 3.2.3.

Tabela 7- Variáveis analisadas no desempenho da filtração, com e sem NBs, e as respectivas amostras utilizadas no estudo.

<b>Amostras</b>	<b>Estudos</b>		
<b>Concentrado UF VALE</b>	Efeito do condicionamento de NBs (filtração com e sem NBs)		
<b>Rejeito UF 2</b>	Efeito do condicionamento de NBs (filtração com e sem NBs)		
<b>Rejeito UF 1</b>	Efeito do condicionamento de NBs (filtração com e sem NBs)	Efeito do uso de floculantes e tensoativos (filtração com e sem NBs)	Efeito da temperatura (filtração com e sem NBs)
<b>Rejeito Arenoso + Rejeito UF 1</b>	Estudo da proporção de mistura dos rejeitos (filtração com e sem NBs)	Efeito do condicionamento de aditivos e da proporção de mistura dos rejeitos (filtração com e sem NBs)	
<b>Quartzo Fino</b>	Efeito da granulometria na filtração com e sem NBs	Efeito da granulometria e do pH no condicionamento com amina (filtração com e sem NBs)	
<b>Quartzo Médio</b>	Efeito da granulometria na filtração com e sem NBs	Efeito da granulometria e do pH no condicionamento com amina (filtração com e sem NBs)	
<b>Quartzo Grosso</b>	Efeito da granulometria na filtração com e sem NBs	Efeito da granulometria e do pH no condicionamento com amina (filtração com e sem NBs)	

### 3.2.1. Geração das nanobolhas

Inicialmente, a água deionizada foi saturada com ar com uso de um vaso saturador (Figura 15), onde o ar comprimido é injetado e borbulhado na água, mantendo-se a uma pressão de 2,5 bar (250 KPa) durante 30 min. Posteriormente ocorre a despressurização da água ao passar pela constrição de fluxo da válvula agulha, onde ocorre a cavitação hidrodinâmica e a geração das microbolhas e nanobolhas.



Após a geração da suspensão de bolhas, ocorreu a separação seletiva das microbolhas (MBs) geradas concomitantemente durante o processo, visto que as MBs apresentam velocidade de ascensão e atingem a superfície do líquido, entrando em colapso e restando uma dispersão de água contendo alta concentração de NBs, da ordem de  $10^8$  a  $10^9$  NBs.mL<sup>-1</sup>, de acordo com Azevedo et al. (2016). Nos ensaios de filtração com aplicação de NBs, essa dispersão aquosa foi utilizada no preparo da polpa mineral de alimentação da filtração de pressão positiva em laboratório.

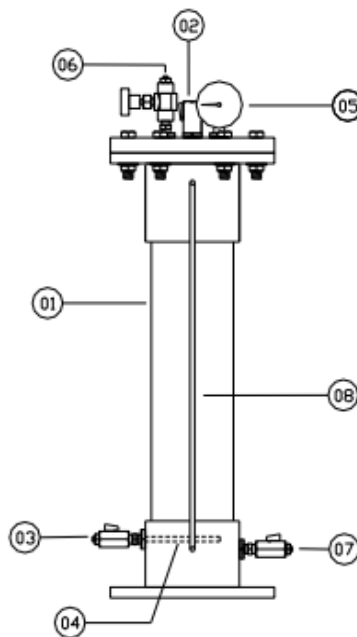


Figura 15- Desenho esquemático de um vaso saturador: (1) Vaso saturador (3,0 L); (2) Entrada de água; (3) Entrada de ar comprimido; (4) Difusor de ar; (5) Manômetro; (6) Válvula de alívio de pressão com filtro de ar; (7) Saída de água saturada; (8) Visualizador de nível.

Fonte: Rosa, A.F (2017).

### 3.2.2. Procedimento padrão de filtração com pressão positiva em escala de bancada

Foi utilizado um filtro de pressão positiva em escala de bancada com pressurização a gás comprimido, marca Fann®, modelo HPHT 175 CT. O sistema de filtração (Figura 16a) consiste de um recipiente cilíndrico de aço inox que comporta a polpa a ser filtrada, uma câmara gradeada de suporte do meio filtrante (Figura 16b) com diâmetro de 54 mm (área útil de filtração de 2290 mm<sup>2</sup>), um compressor de ar responsável por produzir a pressão atuante no

filtro, os reguladores de pressão e uma balança analítica para medir a massa de filtrado que deixa o filtro. O meio filtrante em questão é constituído de papel, fabricante Fann®, modelo 206051, diâmetro de 2,5” e uma faixa de retenção de partículas entre 2 e 5µm.

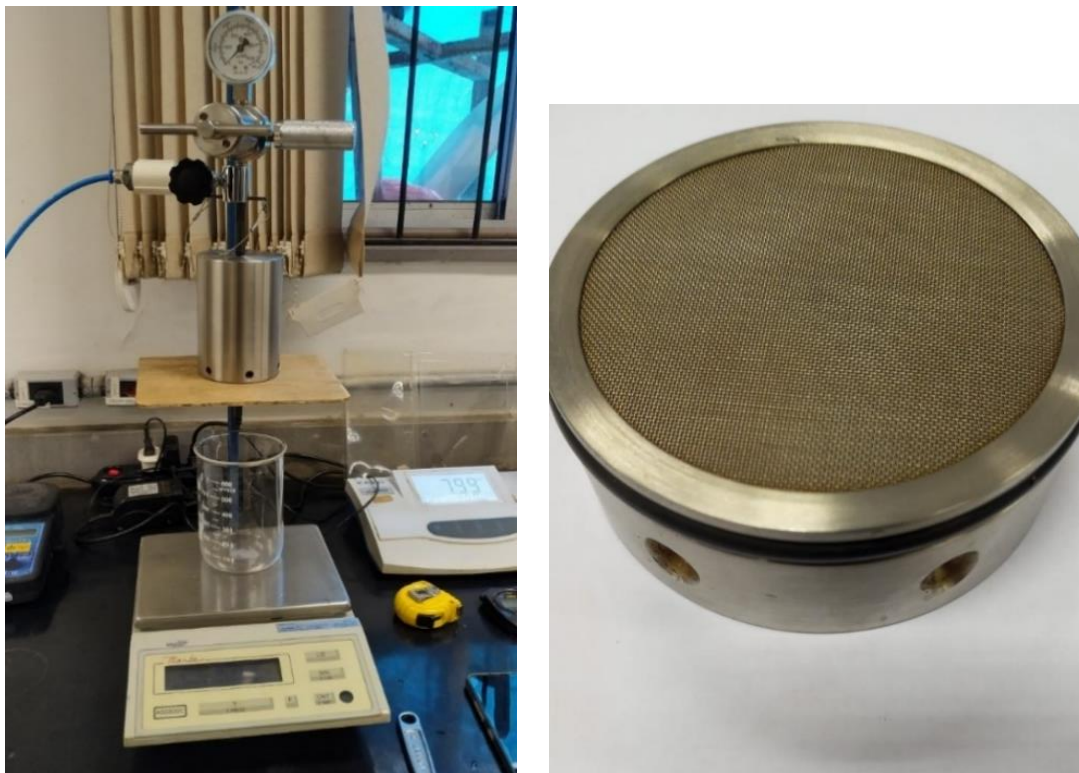


Figura 16- Componentes do sistema de filtração. a) À esquerda, sistema de filtração prensa em bancado. b) À direita, suporte do meio filtrante.

Fonte: LTM.

O procedimento experimental inicia-se com a preparação da polpa, pesando-se a massa de sólidos e de água deionizada, sendo a massa total 400 g, variando as proporções de acordo com a porcentagem de sólidos requeridas para cada amostra a ser filtrada, em virtude de alterações na viscosidade da polpa conforme troca-se a amostra. A mistura é agitada no agitador mecânico por 5 min e o pH é medido. Ao fim da agitação, despeja-se um volume de 100 mL de polpa e por último adiciona-se o meio filtrante sobre o suporte para acoplamento na câmara de filtração. O filtro é então fechado com parafusos e colocado no suporte para que fique suspenso sobre a balança, os reguladores de pressão são acoplados e ajustados no valor de 8 bar (800 KPa).

Quando a pressão de operação atinge o interior do filtro, abre-se a válvula abaixo do mesmo para permitir a saída do filtrado e o cronômetro é acionado. A filtração ocorre da

abertura da válvula até o surgimento de um sopro de ar, indicando que o fluxo de líquido cessou e que se iniciou a etapa de secagem, na qual um fluxo de ar percola pela torta e remove um pouco da água residual.

O tempo de secagem foi mantido em 3 min em todos os ensaios, ao fim deste tempo, fecha-se o cilindro de ar, remove-se os reguladores de pressão, os parafusos e a tampa, retira-se a torta e o filtro é limpo.

### **3.2.3. Estudo das variáveis relacionadas a filtração**

#### *Efeito do condicionamento de NBs na filtração*

No estudo do efeito do condicionamento de NBs na filtração de partículas minerais, foram utilizadas diversas amostras descritas acima (capítulo 3.1). O procedimento consiste do estudo comparativo da presença ou ausência de NBs na água de preparo da polpa mineral anteriormente ao teste de filtração. Para tanto, nos ensaios realizados com NBs, a polpa foi preparada utilizando água com NBs conforme descrito no tópico 3.2.1 e seguindo o procedimento de filtração descrito no tópico 3.2.2. Nos ensaios sem NBs, foi utilizada água deionizada (sem a geração de bolhas) seguindo o mesmo procedimento de filtração.

Os ensaios foram realizados sob condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e porcentagens de sólidos de 60% para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF 2 e 50% para o rejeito UF 1.

#### *Efeito do uso de floculantes e tensoativos na filtração*

Para o preparo das soluções de floculantes (Flotisor 15553 e 7130, 0,5% m/m), pesa-se 1 grama do floculante e dilui-se em 200 mL de água, agitando-se no agitador magnético até completa hidratação e dissolução. A polpa contendo ou não as NBs é preparada na porcentagem de sólidos de 50% para o rejeito UF 1, mantendo agitação por 5 min. Em seguida é adicionado a dosagem de floculante testada nas faixas de 5, 10 e 20 g/t, correspondendo respectivamente a 2,5; 5 e 10 mL de solução. Após a adição do floculante, a polpa é submetida a uma agitação de 3 min para completa homogeneização.

Para preparar as soluções de tensoativos, pesa-se 3 gramas do tensoativo e dilui-se em 100 mL de água. A polpa sem NBs é preparada na porcentagem de sólidos de 50% para o rejeito UF 1, mantendo agitação por 5 min. Em seguida é adicionado na polpa o tensoativo preparado, sendo as concentrações nas faixas de 25, 50 e 100 g/t, correspondendo respectivamente a 2, 4 e 8 mL de solução. Nos estudos em que as NBs e os tensoativos estão presentes simultaneamente na filtração, é necessário que os tensoativos sejam adicionados na água antes de submeter ao borbulhamento no vaso saturador.

Os ensaios utilizando os aditivos de filtração foram realizados conforme descrito nos tópicos 3.2.1 e 3.2.2, sob condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min e pH da polpa 7,5.

#### *Efeito da temperatura na filtração com e sem NBs*

No estudo do efeito da temperatura no desempenho da filtração (com e sem NBs), os níveis de temperatura avaliados foram de 20, 40, 60 e 80°C. Após inserção da polpa e fechamento do filtro, ele é colocado em uma câmara com sistema de aquecimento elétrico e regulagem de temperatura. Define-se a temperatura referente ao ensaio e após o tempo necessário para aquecimento, é efetuada a filtração seguindo o procedimento padrão descrito nos tópicos 3.2.2 e no 3.2.1, no caso dos ensaios com NBs. Os ensaios foram realizados sob condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa.

#### *Estudo da proporção de mistura de rejeitos (finos e arenosos) na filtração com e sem NBs*

Nesse estudo, as polpas foram preparadas com a porcentagem de sólidos de 50%, de modo que estes sólidos eram compostos de misturas entre rejeito arenoso e UF 1. As porcentagens de rejeito arenoso variaram entre 0, 10, 20, 30, 40 e 50%, enquanto as porcentagens de rejeito ultrafino variaram entre 100, 90, 80, 70, 60 e 50%.

As filtrações seguiram o procedimento padrão de filtração descrito no tópico 3.2.2 e no 3.2.1, este último no caso dos ensaios com NBs. As condições estabelecidas nos ensaios foram

de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min e pH 7,5.

#### *Efeito da proporção de mistura de rejeito ultrafino e arenoso combinado com a adição de aditivos e NBs*

Os efeitos da variação da proporção da mistura entre rejeito UF 1 e arenoso da VALE foram estudados variando-se as proporções de rejeito arenoso entre 0, 10, 20 e 30% e para o rejeito UF 1 entre 100, 90, 80 e 70%. Para a avaliação foram criados dois cenários distintos, sendo o primeiro com a adição de 10 g/t do floculante Flotisor 15553, na presença e ausência de NBs, e o segundo com adição de 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t do tensoativo E/PE MIN 343/19, com e sem NBs. Os ensaios foram realizados conforme descrito nos tópicos 3.2.1 e 3.2.2, sob condições de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, 50 e 55% de sólidos na polpa, pH 7,5.

#### *Efeito da injeção de NBs e da variação granulométrica do quartzo na filtração*

Os efeitos do condicionamento com NBs e da variação na granulometria das partículas sobre os parâmetros de filtração, foram estudados através de ensaios com e sem NBs e utilizando das três amostras de quartzo (“fina”, “média” e “grossa”). As polpas foram condicionadas com 180 g/t de éteramina, visto que ensaios de filtração sem sua utilização resultaram em tempos de filtração muito longos e entupimento do filtro em alguns casos. Isso ocorre devido ao caráter hidrofílico da amostra.

Para o preparo da solução de amina, foram pesados 3 g do reagente e diluído em 100 mL de água, agitando-se no agitador magnético até completa hidratação e dissolução. Para a dosagem de 180 g/t utiliza-se de 0,6 mL da solução, que é adicionada na polpa em agitação e passa por homogeneização de 3 minutos.

Os ensaios de filtração seguiram os procedimentos descritos no tópicos 3.2.1 e 3.2.2, mantendo as condições de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH natural das amostras (pH 7,5), 50% de sólidos na polpa e 180 g/t de amina.

### *Efeito da injeção de NBs e das variações de pH e granulometria na filtração do quartzo*

Os efeitos do condicionamento com NBs, variação na granulometria das partículas e variação de pH sobre o desempenho da filtração, foram estudados através de ensaios com e sem NBs, utilizando das três amostras de quartzo (“fina”, “média” e “grossa”) e alterando o pH de 7,5 para 10,5 utilizando ácido clorídrico e hidróxido de sódio conforme necessidade.

Os ensaios de filtração seguiram os procedimentos descritos no tópicos 3.2.1 e 3.2.2, mantendo as condições de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, 50% de sólidos na polpa e 180 g/t de amina.

#### **3.2.4. Estudo do efeito de agregação das partículas minerais com condicionamento de NBs – Microscopia ótica e difração de laser (Cilas 1064)**

Primeiramente, avaliou-se a agregação das partículas de quartzo na presença e ausência das NBs, sem utilização de amina. Para tanto, pingou-se duas gotas da polpa de quartzo em uma lâmina apropriada para o microscópio e efetuou-se algumas fotografias no microscópio, com aumento de 100X. Em seguida, novas fotografias foram obtidas nas condições com e sem NBs e em duas concentrações de amina, 90 g/t e 180 g/t. O objetivo das fotografias é auxiliar na discussão sobre o efeito de agregação das partículas com condicionamento da amina e das NBs, verificando se houve formação de aglomerados.

O estudo da agregação das partículas por meio da difração de laser envolveu o preparo de polpas contendo 60% de sólidos de concentrado UF, 55% para o rejeito UF 2 e 50% para o rejeito UF 1, nas condições com e sem NBs. Foram coletadas 0,5 mL de cada polpa para análise no Cilas, não utilizando do ultrassom, verificando se as NBs conseguiram aderir na superfície das partículas e promover a formação de aglomerados, detectados por um possível aumento no diâmetro em relação ao diâmetro da amostra seca e da polpa sem NBs.

Para o quartzo, foram preparadas polpas contendo 50% de sólidos, e concentração de amina de 90 e 180 g/t, com e sem NBs. Coletou-se 1 mL para análise no Cilas, também sem uso do ultrassom, verificando a ação da dosagem de amina e presença de NBs na formação de aglomerados.

### 3.2.5. Métodos analíticos

#### Caracterização das amostras

A caracterização granulométrica das amostras foi feita pelo equipamento granulômetro por difração de laser (marca Cilas - modelo 1064), no qual as amostras são agitadas e submetidas a ação de um ultrassom para melhor dispersão das mesmas. Logo após, feixes de lasers incidem sobre as partículas e a colisão gera o espalhamento dos feixes (difração), atingindo os detectores e o software processa os resultados. Por meio do Cilas, obtém-se os parâmetros de diâmetro médio, D10, D50 e D90 da amostra.

#### Caracterização da torta

Com o fim do ensaio de filtração, a torta e o papel filtro são retirados de dentro do filtro, colocados sobre um vidro relógio e mede-se a altura da torta com uma régua. A massa do papel filtro juntamente com a torta úmida é obtida por meio de balança analítica e o conjunto é colocado para secar em estufa a 100 °C por, no mínimo, 16 h. Após a secagem, realiza-se uma nova pesagem para obtenção de dados relacionados ao cálculo da umidade da torta.

Ao remover a torta do filtro, partículas acabam ficando alojadas nas paredes e no fundo do mesmo. Para tanto, é necessário realizar a lavagem do filtro utilizando água deionizada, colocando o material removido em um béquer. As partículas removidas no processo de lavagem do filtro passam por uma rápida filtração em bomba a vácuo, com intuito de recuperá-las e efetuar um cálculo para encontrar a porcentagem de sólidos após a filtração. Se o valor estiver muito distante da porcentagem de sólidos definida para o preparo da polpa, significa que partículas passaram para o filtrado e a filtração não foi eficiente ou que a agitação não foi suficiente, permitindo a sedimentação de partículas no fundo do béquer e que o volume preenchido no filtro continha mais água do que devia, reduzindo a porcentagem de sólidos. Nos dois casos, o procedimento de filtração é repetido.

## **4. Resultados e discussão**

### **4.1. Estudos de filtração de ultrafinos do beneficiamento de minério de ferro**

#### **4.1.1. Efeito do condicionamento com NBs**

O efeito do condicionamento com NBs na filtração de amostras minerais ultrafinas foi estudado através de ensaios comparativos, com e sem NBs, sem adição de reagentes e condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão no filtro prensa, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e porcentagens de sólidos de 60% para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF 2 e 50% para o Rejeito UF 1.

Os resultados dos ensaios realizados são apresentados nas Figuras 17 e 18, relacionadas ao tempo de filtração e umidade da torta, respectivamente. Os valores utilizados nestas figuras levaram em consideração apenas as médias de tempo e umidade para cada amostra e o desvio padrão dos dados obtidos representando as barras de erro. O Anexo 2 retrata um compilado, no formato de tabela, de todos os ensaios realizados para essas amostras. O Anexo 3 apresenta algumas fotografias relacionadas as tortas, aparência dos filtrados e das polpas.

As variações nas porcentagens de sólidos referentes as polpas de rejeitos ultrafinos ocorreram para possibilitar a execução dos ensaios, visto que estas amostras apresentam elevadas viscosidades na porcentagem de sólidos de 60% (valor utilizado para o concentrado), inclusive havendo grande quantidade de partículas depositados no fundo do recipiente submetido a agitação.



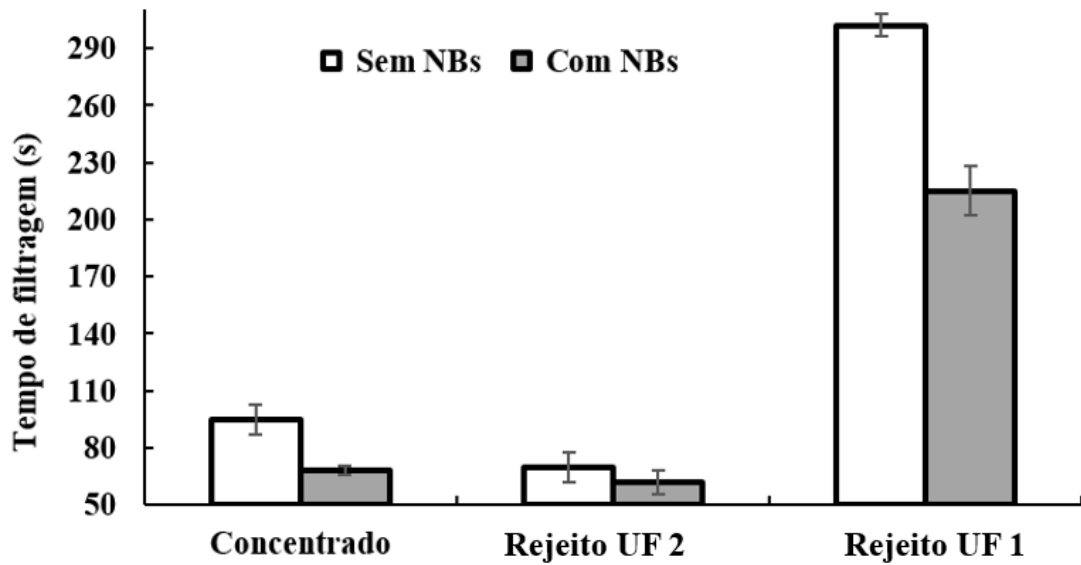


Figura 17- Efeito do condicionamento com NBs no tempo de filtragem de polpas submetidas a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF 2 e 50% para o rejeito UF 1; com e sem NBs; pH da polpa 7,5.

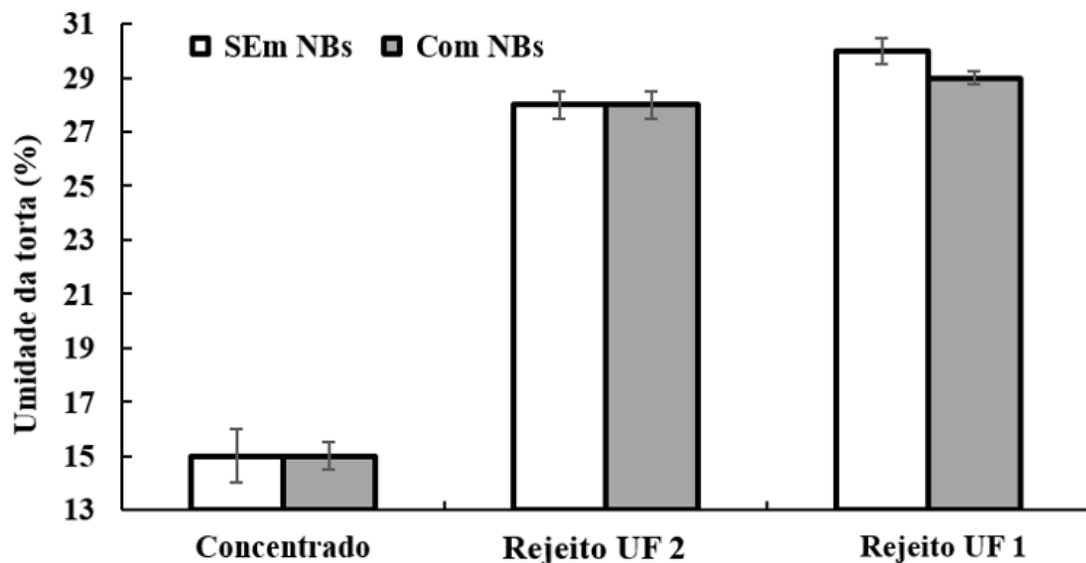


Figura 18- Efeito do condicionamento com NBs na umidade da torta de polpas submetidas a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos para o concentrado ultrafino, 55% para o rejeito UF 2 e 50% para o rejeito UF 1; com e sem NBs; pH da polpa 7,5.

O maior valor de umidade da torta e tempo de filtragem para a polpa composta por rejeito UF 1 deve-se ao fato de a polpa apresentar maior tensão superficial que as demais, menor porcentagem de sólidos e menor hidrofobicidade. De acordo com Jahromi et al. (2021), a maior tensão superficial implica em maior força de atração entre partículas (aproximação devido à

baixa energia cinética) e maior retenção de água nos interstícios entre elas, dificultando a passagem do líquido e proporcionando elevados tempos de filtração e uma torta de maior umidade. A polpa com menor porcentagem de sólidos contém maior quantidade de água, o que resulta em maior volume a ser filtrado, demora no tempo de processo e elevada quantidade retida (alta umidade da torta). O rejeito em questão foi obtido através de concentração magnética, portanto é menos hidrofóbico que o rejeito obtido na flotação de lamas (Rejeito UF 2) que provavelmente contém residuais de aminas em sua superfície. Nesse sentido, as forças de interação intermoleculares entre água e partículas são mais fortes (caráter mais hidrofílico), ocasionando retenção de água nos interstícios e conseqüentemente maior tempo e umidade (CHAVES, 2013; LUZ et al., 2018).

Vale ressaltar que o condicionamento com as NBs não apresentou efeitos significativos nas umidades residuais das tortas, independente da amostra utilizada. No entanto, há um efeito indicado em relação ao tempo de formação da torta (velocidade de filtração), pois a filtração com injeção de NBs apresentou uma redução de 28% no tempo de filtração do concentrado, 11,5% para o rejeito UF 2 e 29% para o rejeito UF 1, comparando-se com a condição sem NBs.

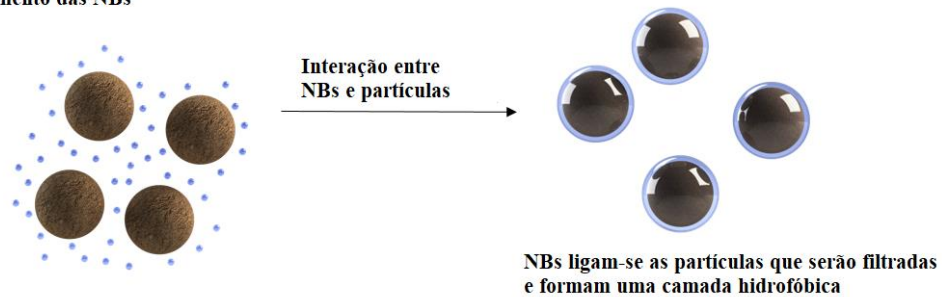
O menor tempo de filtração na presença de NBs pode estar relacionado a dois fenômenos principais: i. efeito da agregação das partículas a filtrar; ii. O aumento da hidrofobicidade das partículas, ambos mecanismos já relatados na literatura, com antecedentes no LTM, após condicionamento de NBs em sistemas minerais diversos (AZEVEDO et al., 2016; CALGAROTO et al., 2014, 2015, 2016; ETCHEPARE et al., 2017; FAN et al., 2012; ROSA, 2017; ROSA e RUBIO, 2018; SOBHY, 2013).

A agregação das partículas condicionadas com NBs nas frações ultrafinas ocorre devido as mesmas apresentarem elevadas concentrações, grande área superficial e alta afinidade por superfícies hidrofóbicas, (AHMADI et al., 2014; AHMED e JAMESON, 1989; AZEVEDO et al., 2016a, 2016b, 2019; CALGAROTO et al., 2015; DAI et al., 1999; FAN et al., 2010a; FAN et al., 2012; FAN e TAO, 2008; HAMPTON e NGUYEN, 2010; RALSTON et al., 1999; ROSA e RUBIO, 2018; SOBHY, 2013; SOBHY e TAO, 2013a, 2013b; TABOSA, 2007; YOON e LUTTRELL, 1989). Não foi constatada agregação de partículas pela ação das NBs no trabalho em questão, assunto retratado no tópico 4.3, onde foram realizadas análises por microscopia óptica e difração de laser.

O agregado NBs-partícula funciona como uma camada hidrofóbica que permite a fixação de bolhas maiores de forma estável e com forte interação (AZEVEDO et al. 2016a; AZEVEDO,

2017; CALGAROTO et al., 2015; ROSA, 2017; ROSA e RUBIO, 2018). Da mesma maneira, essa hidrofobização das partículas, causado pelas NBs, permite um melhor escoamento da fase líquida entre os interstícios da torta de filtragem, em virtude da redução nas forças de capilaridade, atuantes na retenção/coesão de água existentes nos poros e interstícios entre as partículas. Sendo assim, as NBs aderem-se as partículas que serão submetidas a filtragem e formam uma camada hidrofóbica que atua na redução da pressão capilar nos interstícios da torta e facilita o escoamento de filtrado. A Figura 19 apresenta um esquema representativo da interação NBs-partículas e a diferença na velocidade de filtragem ao comparar as condições com e sem NBs.

**A - Condicionamento das NBs**



**B - Filtragem durante a formação da torta**

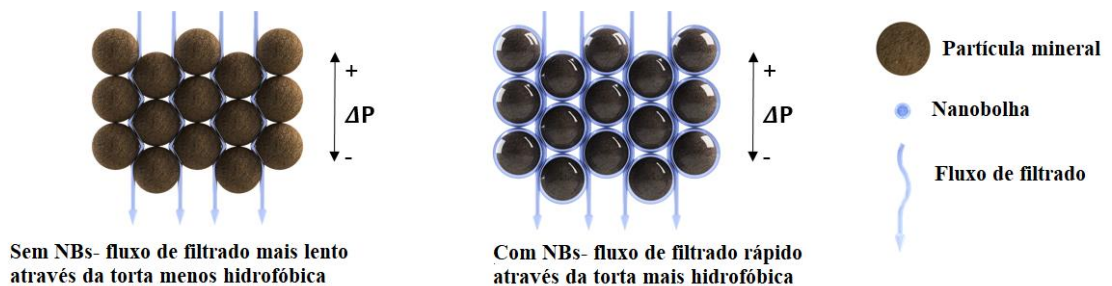


Figura 19- Principais mecanismos de hidrofobização de sólidos para filtração de torta assistida por NBs.

#### 4.1.2. Efeito do condicionamento com NBs e da variação na temperatura sob a filtragem

Os efeitos do condicionamento com NBs e da variação da temperatura na filtragem foram estudados através de ensaios com e sem NBs, com variações na temperatura entre 20, 40, 60 e 80°C, além de condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa com rejeito UF 1. Os resultados obtidos em relação ao tempo de filtragem e umidade da torta são apresentados nas Figura 20 e 21, respectivamente.

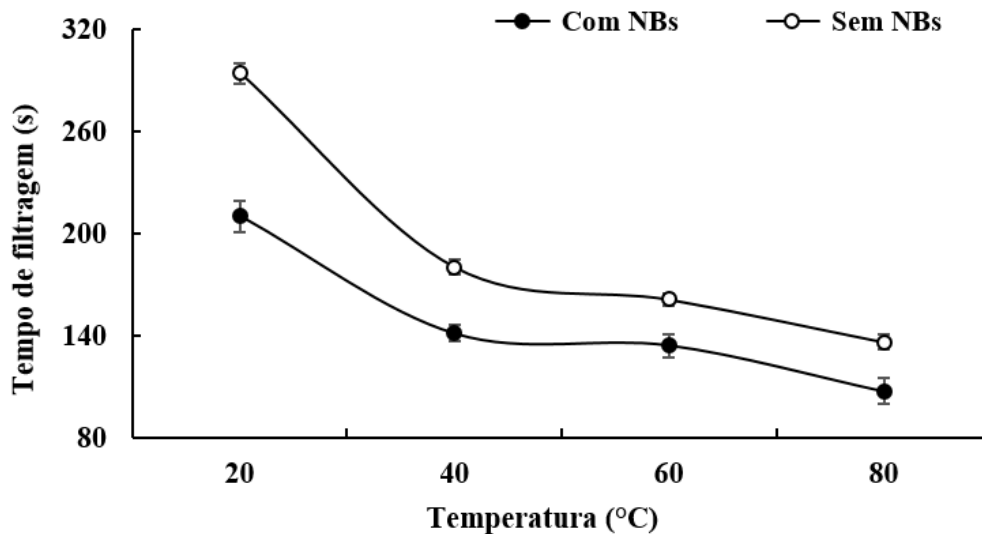


Figura 20- Efeito da temperatura e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; com e sem NBs; pH 7,5.

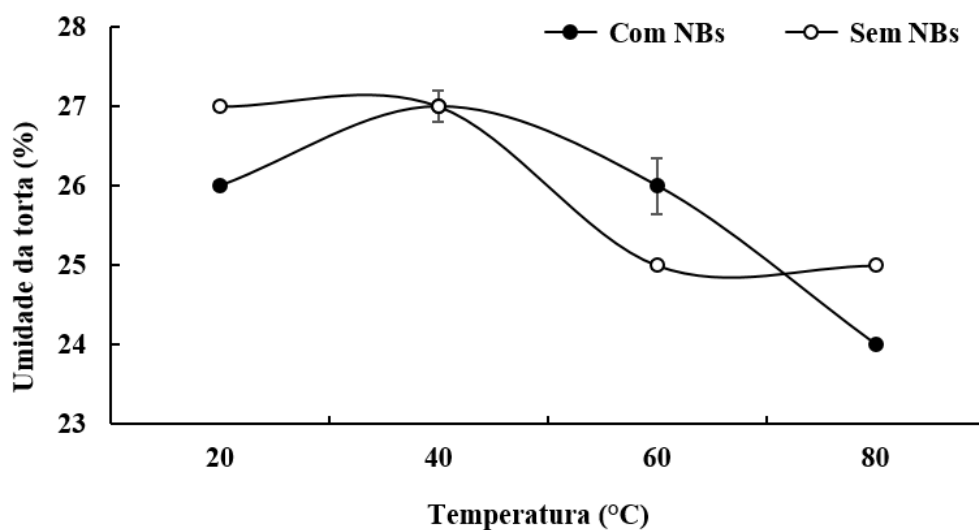


Figura 21- Efeito da temperatura e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; com e sem NBs; pH 7,5.

A diminuição da umidade e do tempo de filtração são favorecidas pelo aumento da temperatura, visto que proporciona redução da viscosidade da polpa, redução na retenção de água nos interstícios e facilita a passagem do líquido, como constatado por Guimarães (2011), Concha (2014) e Jahromi et al. (2021).

As NBs promoveram redução no tempo de filtragem em todas as faixas de temperatura, conforme mecanismos anteriormente descritos, sendo tais reduções nas faixas de 28, 22, 17 e 21% nas temperaturas de 20, 40, 60 e 80°C, respectivamente.

Lee e Kim (2022) verificaram que a concentração de NBs diminui com a diminuição da temperatura da água, visto que bolhas maiores permanecem na água devido a alta taxa de crescimento das bolhas por concentração de gases dissolvidos em torno da interface do núcleo, difusão e coalescência. Em maiores temperaturas, as bolhas maiores entram em colapso, seu crescimento é suprimido e a concentração de NBs aumenta.

#### 4.1.3. Efeito do condicionamento de reagentes aditivos e NBs na filtragem

##### *Efeito do uso de floculantes*

O efeito da adição de floculantes na filtragem foi estudado através de ensaios com dois tipos de floculantes, Flotisor 7130 e 15553, variando-se as concentrações entre 0, 5, 10 e 20 g/t, além de condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, ausência de NBs, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa, formados por rejeito UF 1. Os resultados obtidos em relação ao tempo de filtragem e umidade da torta são apresentados nas Figura 22 e 23, respectivamente.

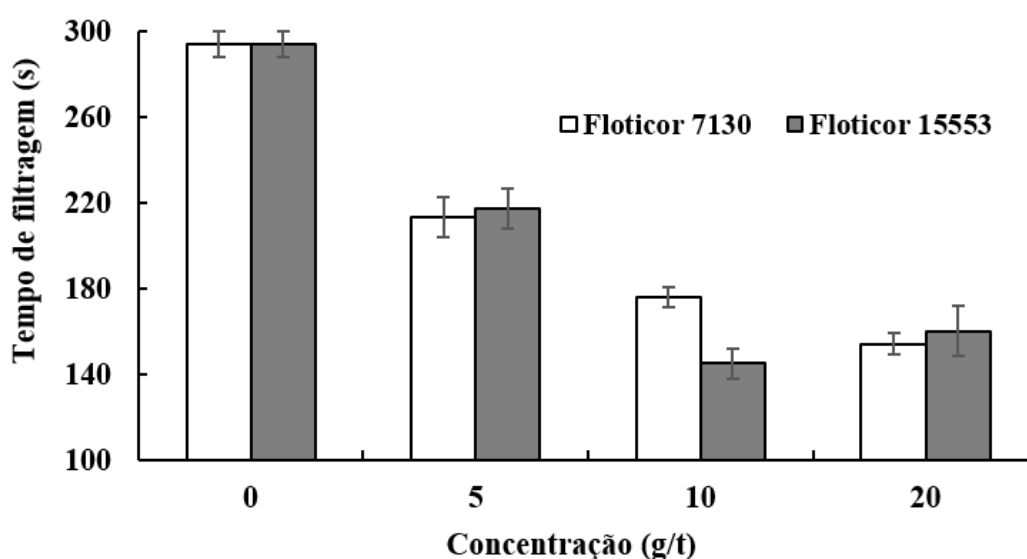


Figura 22- Efeito da concentração de floculante (flotisor 15553 e 7130) sobre o tempo de filtragem em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); ausência de NBs; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; temperatura 22°C.

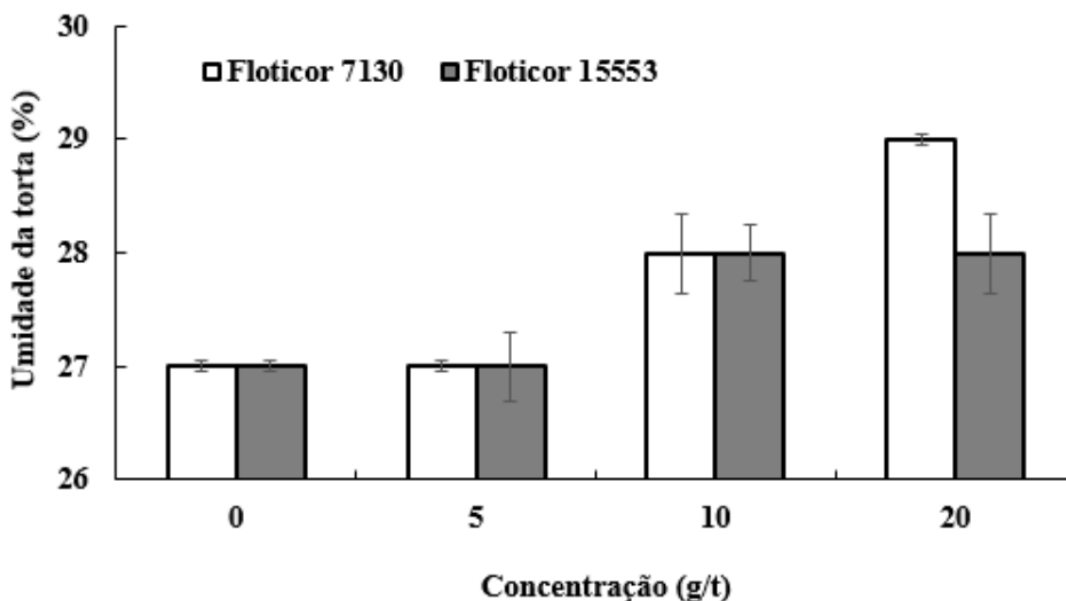


Figura 23- Efeito da concentração de flocculante (flotisor 15553 e 7130) sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); ausência de NBs; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; temperatura 22°C.

Chaves (2013) afirma que quando existe grandes concentrações de partículas ultrafinas na polpa a ser submetida a filtração, é necessário pré-tratamento de agregação por floculação, aumentando a porosidade entre as partículas da torta e aumentando a taxa de filtração.

A redução do tempo de filtração por qualquer um dos dois flocculantes é em decorrência da formação de flocos de tamanhos e formatos similares, aumentando a porosidade da torta, de modo que os efeitos são potencializados conforme se aumenta a concentração, pois é maior a probabilidade de interação entre flocculante e partículas (ALAM et al., 2011; CHAVES et al., 2013; DIAS et al., 2004; GUIMARÃES, 2011; JAHROMI et al., 2021; LUZ et al., 2018).

Por outro lado, foi observado um aumento de umidade residual na torta com o uso de flocculantes, provavelmente em função do aprisionamento de água no interior dos flocos como constatado por Dias et al. (2004). Os melhores resultados, em termos de redução do tempo de filtração, foram obtidos na dosagem de 10 g/t para o Flotisor 15553, sendo 28% de umidade e 145 s de filtração.

### Efeito do uso de tensoativos

Os efeitos da adição de tensoativos na filtração foram estudados através de ensaios com dois tipos de tensoativos, E/PE MIN 343/19 e E/PE MIN 344/19, variando-se as concentrações entre 25, 50 e 100 g/t, além de condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, 10 g/t de Flotisor 15553 (melhor dosagem de floculante no estudo anterior), tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa, formados por rejeito UF 1. Os resultados obtidos em relação ao tempo de filtração e umidade da torta são apresentados nas Figura 24 e 25, respectivamente.

A função do tensoativo é reduzir a viscosidade e tensão superficial da água, reduzindo a pressão capilar e facilitando o escoamento, o que resulta em diminuição do tempo de filtração e umidade da torta (CHAVES, 2013; CONCHA 2014; JAHROMI et al., 2021; LUZ et al., 2018).

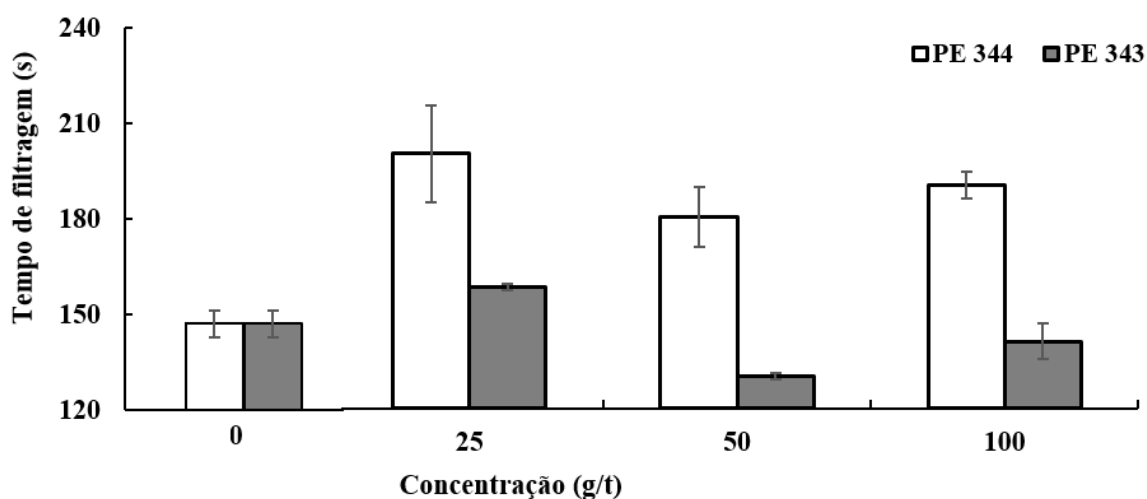


Figura 24- Efeito da concentração de tensoativo (E/PE MIN 343/19 e E/PE MIN 344/19) sobre o tempo de filtração em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; temperatura 23°C; ausência de NBs.

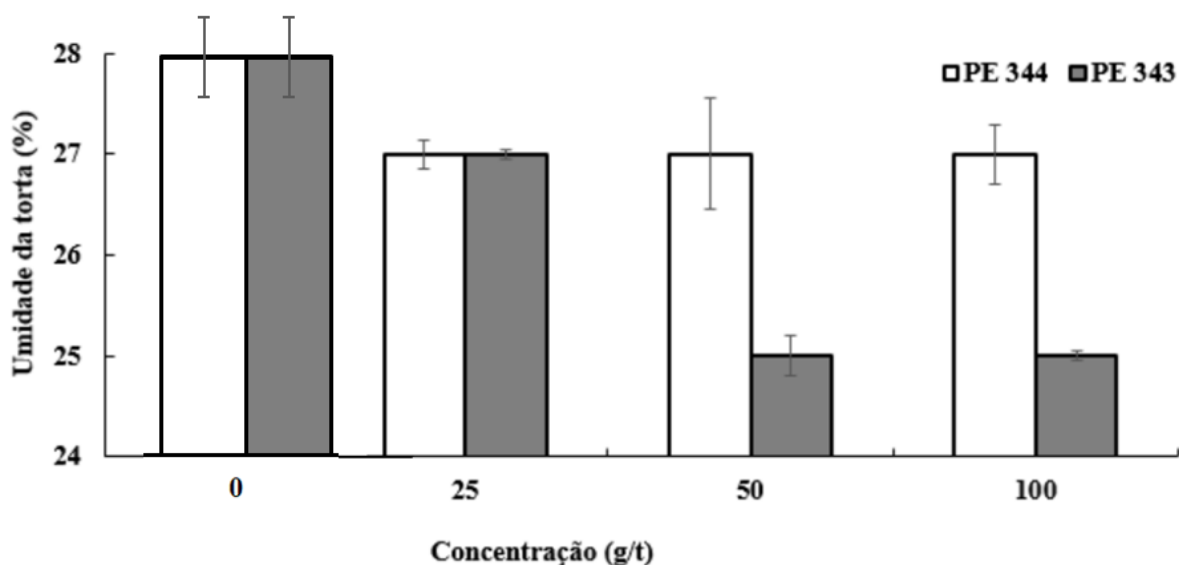


Figura 25- Efeito da concentração de tensoativo (E/PE MIN 343/19 e E/PE MIN 344/19) sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; temperatura 23°C; ausência de NBs.

O tensoativo E/PE MIN 343/19 apresentou os melhores resultados na concentração de 50 g/t, proporcionando uma umidade de 25% e tempo de filtração de 130 s. Foi observado que a adição de tensoativo em comparação aos ensaios contendo apenas floculante, proporcionou uma redução de umidade de 28 para 25% e redução no tempo de 145 para 130 s.

#### Efeito do condicionamento de NBs em conjunto com os reagentes aditivos

Os efeitos da adição de floculantes na filtração foram estudados através da adição de 10 g/t de Flotisor 15553, na presença e ausência de NBs, além de condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa, formados por rejeito UF 1. Posteriormente, foram realizados ensaios combinando o floculante e o tensoativo (50 g/t de E/PE MIN 343/19), na presença e ausência de NBs e as condições fixas anteriormente descritas. Os resultados obtidos em relação ao tempo de filtração e umidade da torta são apresentados nas Figuras 26 e 27.

O floculante combinado com as NBs apresentou uma redução no tempo de filtração de 145 para 115 s, uma redução de aproximadamente 21% se comparado com a condição sem



NBs. A condição de uso do floculante, tensoativo e NBs reduziu o tempo de 130 para 94 s, cerca de 28% se comparada com a condição com floculante e tensoativo, mas sem NBs.

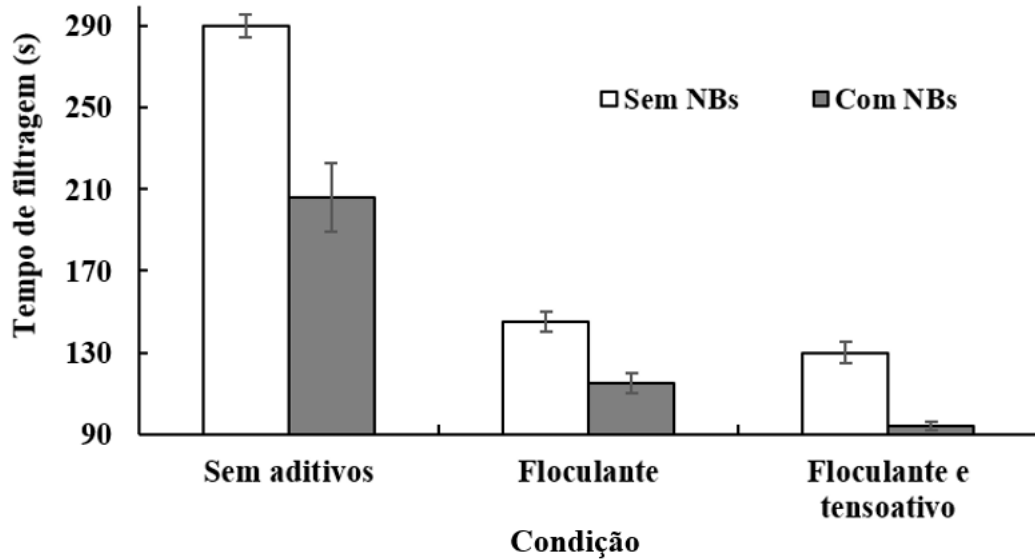


Figura 26- Efeito do condicionamento de aditivos e NBs sobre o tempo de filtragem em um filtro de pressão positiva em escala de bancada com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; 50 g/t de E/PE MIN 343/19; temperatura de 21°C; com e sem NBs.

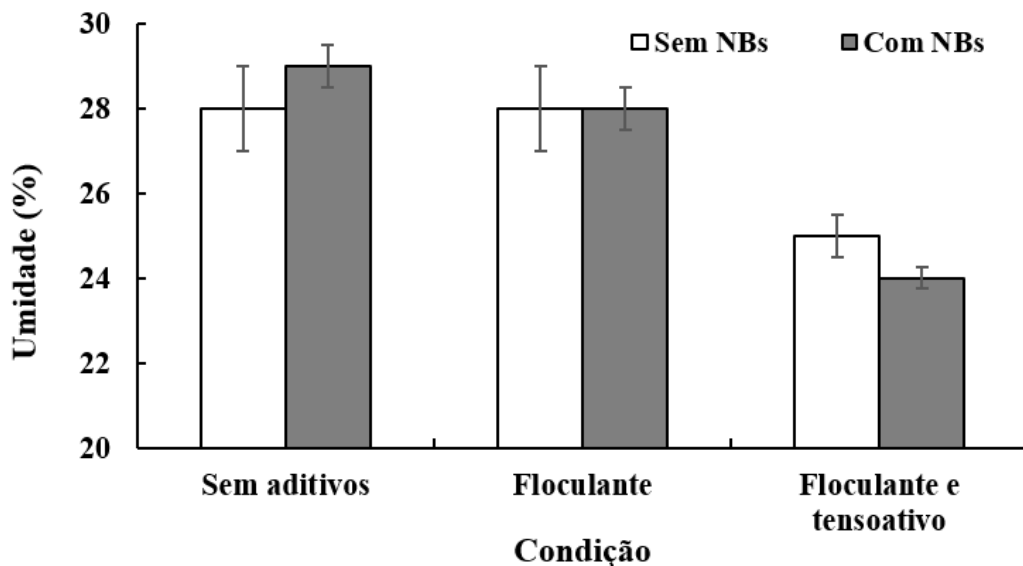


Figura 27- Efeito do condicionamento de aditivos e NBs sobre a umidade da torta em um filtro de pressão positiva em escala de bancada com amostra constituída de rejeito UF 1. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; pH 7,5; 10 g/t de Flotisor 15553; 50 g/t de E/PE MIN 343/19; temperatura de 21°C; com e sem NBs.

A presença de NBs, como esperado, reduziu os tempos de filtragem de acordo com os mecanismos anteriormente descritos. A adição do tensoativo permitiu uma redução de umidade em virtude da redução da viscosidade e tensão superficial, favorecendo o escoamento da água (CHAVES, 2013; CONCHA 2014; JAHROMI et al., 2021; LUZ et al., 2018). A melhor condição observada foi utilizando 10 g/t de Flotisor 15553, 50 g/t de E/PE MIN 343/19 e injeção de NBs, atingindo 94 s de tempo de filtragem e umidade de 24%.

#### 4.1.4. Efeito do condicionamento de NBs na filtragem de misturas de rejeito ultrafino e arenoso

Os efeitos da variação na proporção da mistura entre rejeito UF 1 e arenoso sobre a filtragem foram estudados através de ensaios com e sem NBs, variando-se as porcentagens de rejeito arenoso nos valores de 0, 10, 20, 30, 40 e 50% e de rejeito UF 1 nos valores de 100, 90, 80, 70, 60 e 50%, além de condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa. A Figura 28 mostra como a variação na proporção de rejeito arenoso e a adição de NBs afetam o tempo de filtragem, enquanto a Figura 29 retrata os efeitos sobre a umidade da torta.

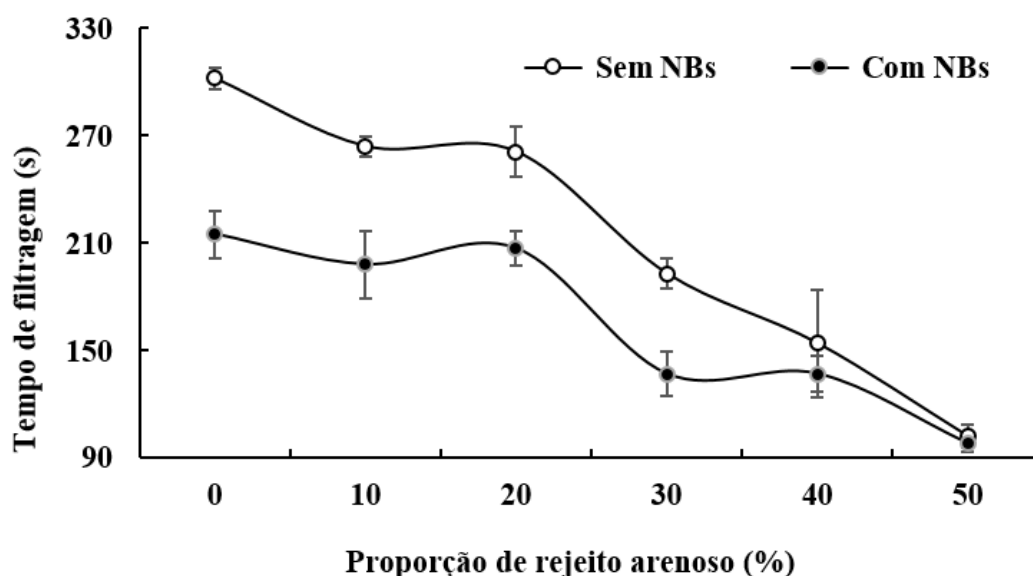


Figura 28- Efeito do aumento na proporção do rejeito arenoso e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtragem em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de mistura de rejeito UF 1 e arenoso. Condições: 50% de sólidos na polpa; P=8 bar (800 KPa); Temperatura = 23°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5.

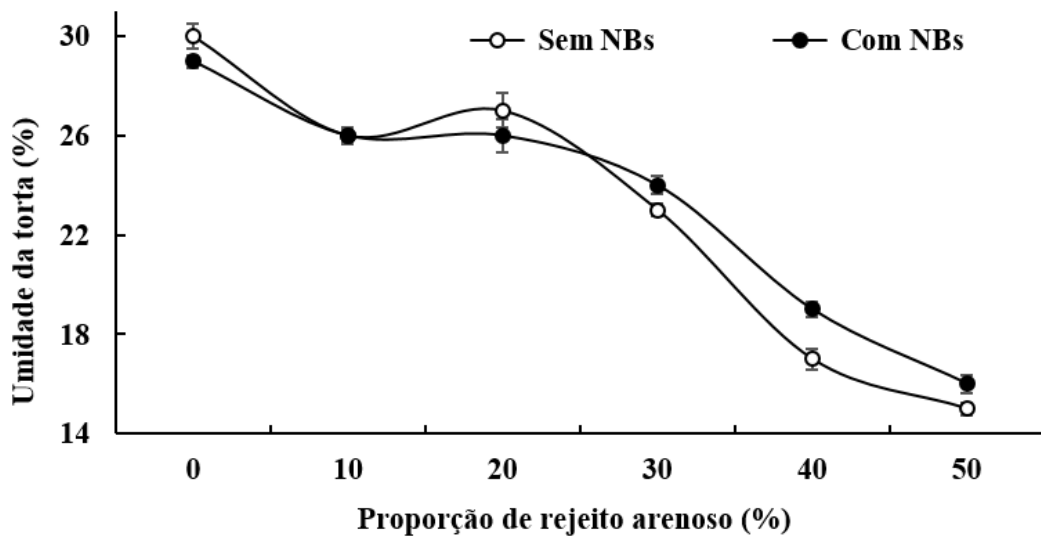


Figura 29- Efeito do aumento na proporção do rejeito arenoso e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de mistura de rejeito UF 1ce arenoso. Condições: 50% de sólidos na polpa; P =8 bar (800 KPa); Temperatura = 23°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5.

Oliveira et al. (2004) nomeia o processo de mistura de rejeito arenoso e ultrafino como *precoat*, tendo como intuito revestir o meio filtrante com a porção mais grossa e reduzir a chance de entupimento dos poros por onde a água flui.

A redução da umidade e do tempo de filtração é favorecida pelo aumento da proporção de rejeito arenoso, pois o maior tamanho das partículas proporciona um aumento da porosidade, permitindo maiores velocidades de filtração e volume de água filtrada, como descrito por Jahromi et al. (2021), Chaves (2013), Guimarães (2011) e previsto nas equações de Darcy e de Koseny. Conforme a equação de Koseny, polpas com elevada superfície específica tendem a diminuir a velocidade e quantidade de água no filtrado, o que é o caso das partículas ultrafinas. Como a proporção de rejeito ultrafino foi reduzindo ao longo dos ensaios, a superfície específica também foi reduzindo, o que ocasionou melhores taxas de filtração.

Comparando-se as condições com e sem NBs, as NBs apresentaram redução no tempo de filtração em todas as proporções de rejeito arenoso avaliadas, sendo estas reduções nas faixas de 29, 25, 21, 29, 11 e 4%, levando em referência a ordem crescente de proporção de rejeito arenoso. As reduções proporcionadas pelas NBs ocorrem de acordo com os mecanismos anteriormente descritos, no entanto, é observado que conforme aumenta a proporção de rejeito arenoso esse efeito positivo das NBs decai e isso acontece em virtude do diâmetro cada vez

maior das partículas e do aumento de porosidade que, por si só, reduz o tempo de filtragem e diminui a relevância do efeito da hidrofobização causado pela ação das NBs.

Os melhores resultados foram obtidos na presença de NBs e com proporção 1:1 entre rejeitos ultrafino e arenoso, obtendo umidade da torta de 16% e tempo de filtragem de 98 segundos.

#### 4.1.5. Efeito do uso de aditivos combinado com o condicionamento de NBs na filtragem de misturas de rejeito ultrafino e arenoso

Os efeitos da variação da proporção da mistura entre rejeito UF 1 e arenoso foram estudados variando-se as porcentagens de rejeito arenoso entre 0, 10, 20 e 30%, enquanto para o rejeito UF 1 as variações foram de 100, 90, 80 e 70%. Tal avaliação contou com dois cenários distintos, sendo o primeiro com a adição de 10 g/t do flocculante Flotisor 15553, na presença e ausência de NBs, e o segundo com adição de 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t do tensoativo E/PE MIN 343/19, com e sem NBs. Ambos os cenários apresentaram condições fixas de 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, pH da polpa 7,5 e 50% de sólidos na polpa. As Figuras 30 e 31 mostram o efeito destes cenários em relação ao tempo de filtragem e umidade da torta.

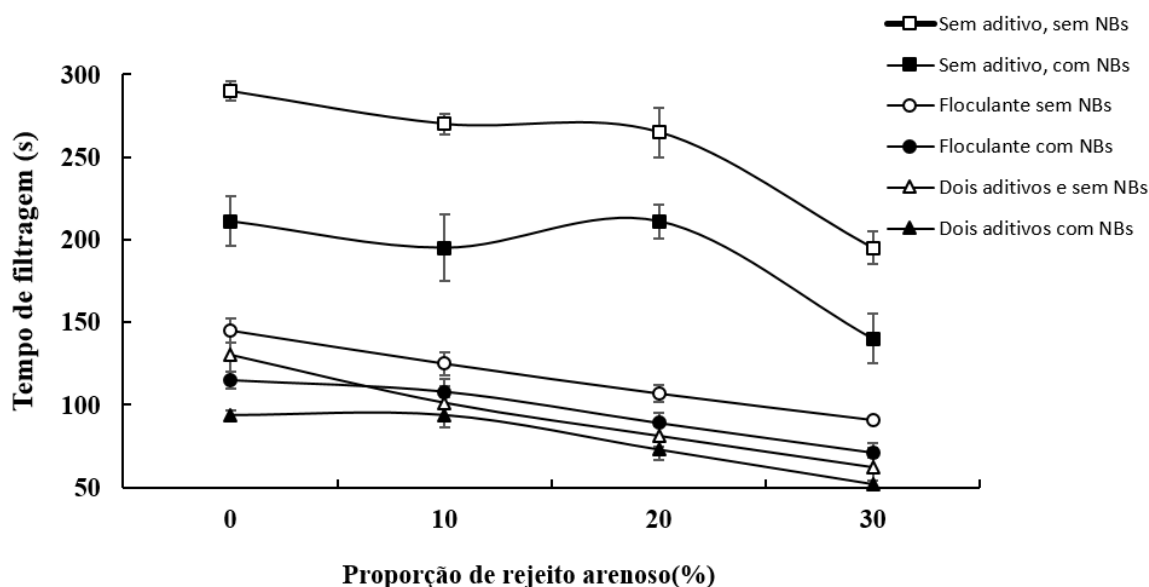


Figura 30- Efeito da proporção de rejeito UF 1 e arenoso combinado com o condicionamento de aditivos de filtragem e NBs sobre o tempo de filtragem de uma polpa submetida a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; temperatura 19°C; 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t de E/PE MIN 343/19; com e sem NBs.

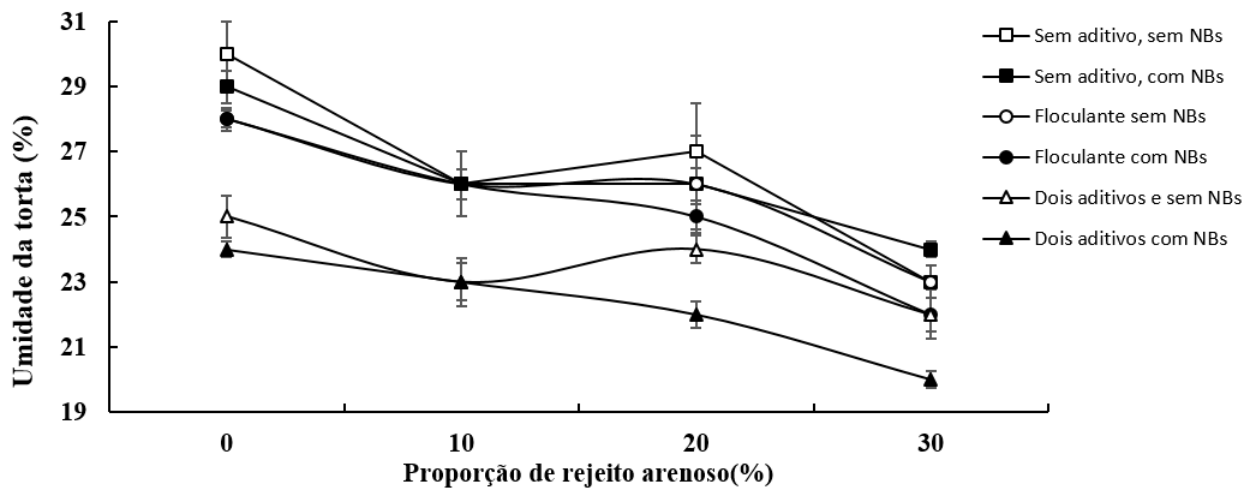


Figura 31- Efeito da proporção de rejeito UF 1 e arenoso combinado com o condicionamento de aditivos de filtração e NBs sobre a umidade da torta submetida a um filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; temperatura 19°C; 10 g/t de Flotisor 15553 e 50 g/t de E/PE MIN 343/19; com e sem NBs.

Nota-se que o aumento na proporção de partículas arenosas ocasiona a queda do tempo de filtração e da umidade da torta, independente de usar ou não tensoativo ou NBs e isso ocorre pela maior porosidade da torta e aumento da velocidade de filtração, como visto no tópico 4.1.4. No entanto, o efeito combinado da adição de partículas arenosas, floculante, tensoativo e NBs proporciona uma redução muito mais significativa, visto que a porosidade é aumentada pelas partículas arenosas e ação dos floculantes, a tensão superficial e pressão capilar são reduzidas pelo tensoativo e as NBs, o que implica na redução do tempo de filtração.

Observando-se apenas as condições utilizando floculante, com e sem NBs, as NBs proporcionaram reduções de 21, 14, 16 e 22% no tempo de filtração, conforme aumenta-se a proporção de rejeito arenoso. Observando-se apenas as condições utilizando floculante e tensoativo, com e sem NBs, as NBs proporcionaram reduções de 28, 7, 10 e 16%, conforme aumenta-se a proporção de rejeito arenoso.

Sendo assim, os melhores parâmetros de filtração alcançados foram de 52 s de tempo de filtração e 20% de umidade da torta, nas condições de 70% de partículas ultrafinas e 30% de partículas arenosas, 10 g/t de Flotisor 15553, 50 g/t de E/PE MIN 343/19 e na presença de NBs.

## 4.2. Estudos de filtragem de quartzo ultrafino

Os efeitos do condicionamento com NBs e da variação na granulometria das partículas sobre os parâmetros de filtragem, foram estudados através de ensaios com e sem NBs e utilizando das três amostras de quartzo purificadas (fina, média e grossa). Foram mantidas algumas condições fixas, sendo elas 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min, 50% de sólidos na polpa, pH 7,5 e adição de 180 g/t de éteramina. Os resultados obtidos para o tempo de filtragem em tais condições são apresentados na Figura 32 e para a umidade na Figura 33.

A utilização da éteramina foi necessária porque nos ensaios prévios sem sua utilização, foi constatado elevados tempos de filtragem e entupimento frequente do filtro, dado o caráter hidrofílico da amostra de quartzo.

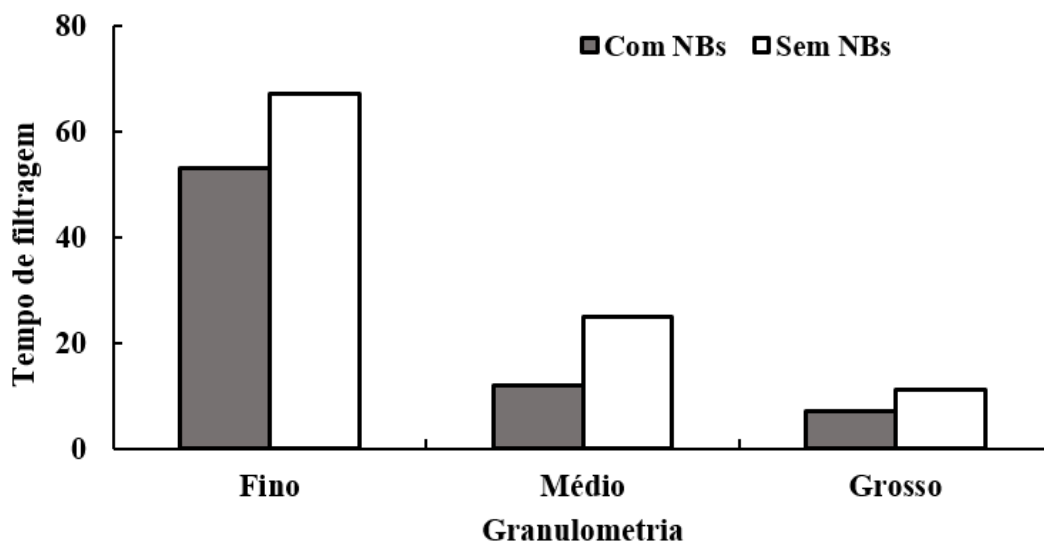


Figura 32- Efeito da granulometria e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtragem em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 7,5; temperatura 20°C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.

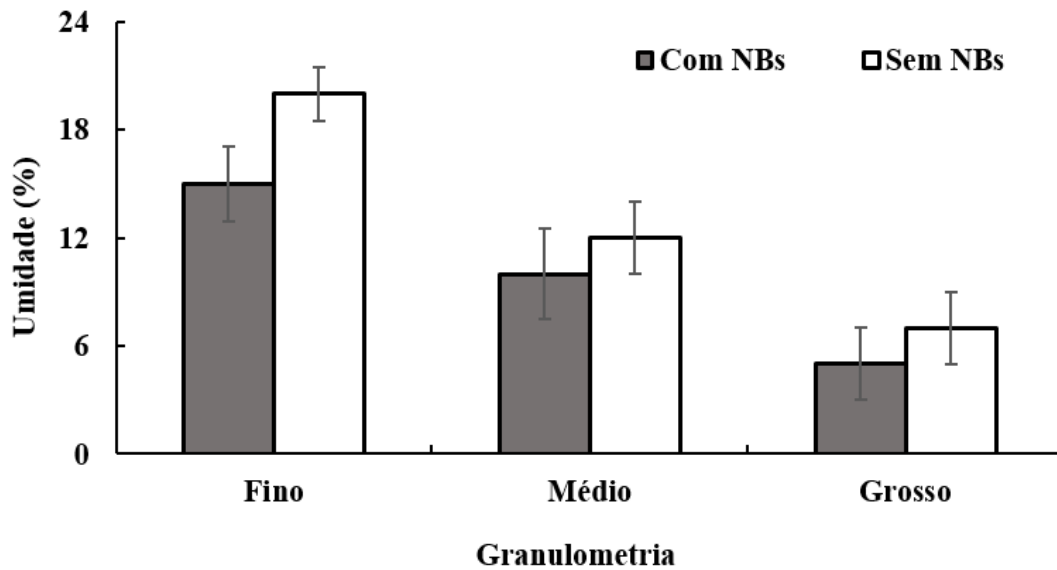


Figura 33- Efeito da granulometria e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 7,5; temperatura 20°C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.

Os resultados apresentados nas figuras acima demonstram que a granulometria possui influência significativa no tempo de filtragem e umidade da torta, de modo que o aumento da granulometria proporciona uma redução do tempo de filtragem e da umidade da torta. Isso se deve ao fato de a granulometria determinar a porosidade da torta, permitindo que a água passe com facilidade, o que resulta em maiores velocidades de filtragem e volume de água filtrada, como constatado por Jahromi et al. (2021), Chaves (2013), Guimarães (2011) e as equações de Darcy e de Koseny.

A adição das NBs, em decorrência dos mecanismos descritos anteriormente, reduz o tempo de filtragem nas granulometrias analisadas, sendo esse efeito mais pronunciado nas amostras finas e médias, de modo que tais reduções abrangem as faixas de 19 e 54%, respectivamente. Para os ensaios com quartzo grosso, foi constatado a menor taxa de redução do tempo de filtragem após adição de NBs e isso provavelmente se deve ao fato de que um maior diâmetro dos poros dos interstícios da torta acaba atuando mais fortemente na redução do tempo, não necessitando tanto dos efeitos de hidrofobização das NBs. Esse efeito é o mesmo observado na filtragem de misturas de rejeitos finos e arenoso, nas condições contendo grandes proporções de rejeito arenoso (50%).

Os efeitos do condicionamento com NBs, variação na granulometria das partículas e variação de pH sobre o desempenho da filtragem, foram estudados através de ensaios com e

sem NBs, utilizando das três amostras de quartzo (fina, média e grossa) e alterando o pH de 7,5 para 10,5. Foram mantidas algumas condições fixas, sendo elas 8 bar (800 KPa) de pressão, meio filtrante de papel, tempo de secagem da torta de 3 min e 50% de sólidos na polpa. Os resultados obtidos para o tempo de filtragem em tais condições são apresentados na Figura 34 e para a umidade na Figura 35.

Em pH 10,5 as NBs não proporcionaram efeito na redução dos tempos de filtragem, visto que os resultados para as condições com e sem NBs foram praticamente semelhantes. A amina possui um efeito de hidrofobização das partículas de quartzo e adsorção através de um mecanismo eletrostático, de modo que no pH 10,5 a adsorção é mais eficiente, pois as partículas de quartzo estão com carga negativa e a amina com carga positiva. Nesse sentido, no pH 10,5 as partículas de quartzo estão mais hidrofóbicas devido a presença de amina e o efeito de hidrofobização causado pelas NBs deixa de ser relevante

Sabe-se que o pH é um fator determinante para o bom funcionamento da filtragem, o excesso de íons pode aumentar ou reduzir a espessura da dupla camada elétrica das partículas e aumentar ou reduzir a repulsão entre as partículas na torta, afetando o tamanho dos poros. No pH 10,5 e com adição de amina, as partículas ficaram bastante hidrofóbicas, reduzindo a ação das NBs.

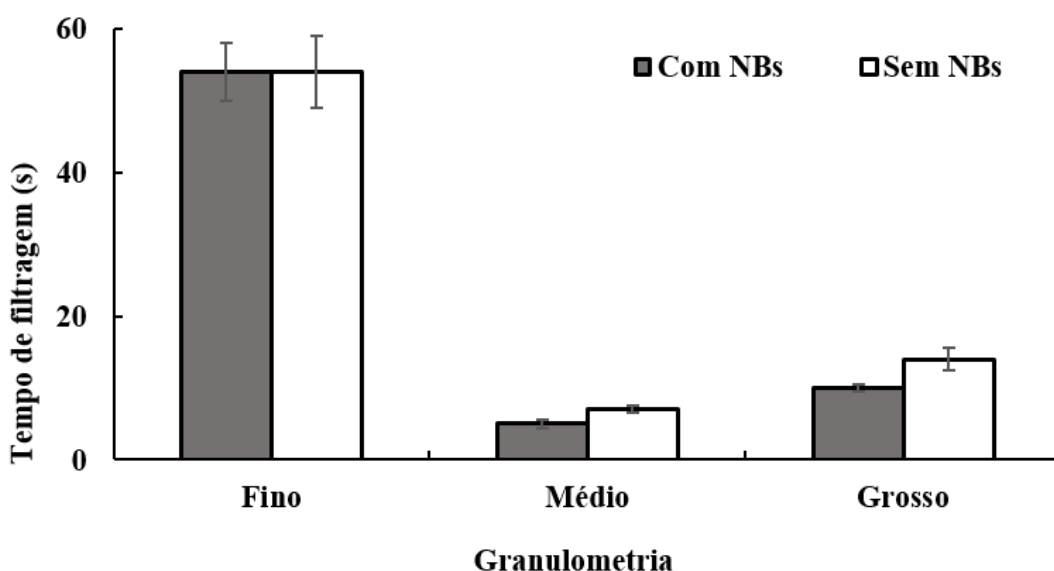


Figura 34- Efeito da granulometria, do pH e do condicionamento com NBs sobre o tempo de filtragem em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 10,5; temperatura 20 °C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.



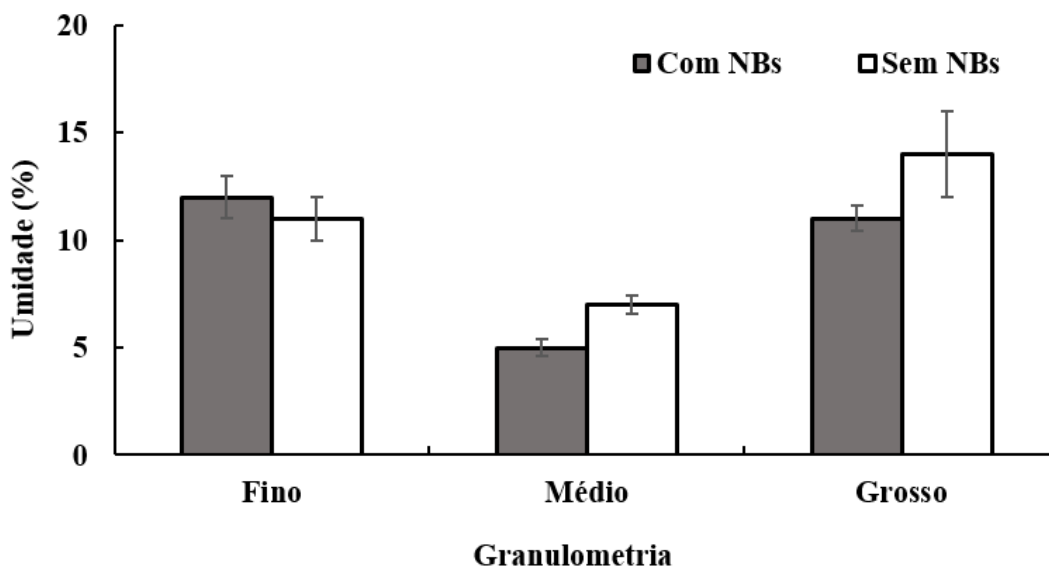


Figura 35- Efeito da granulometria, do pH e do condicionamento com NBs sobre a umidade da torta em filtro de pressão positiva em escala de bancada, com amostra constituída de quartzo de elevada pureza. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 50% de sólidos; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; pH 10,5; temperatura 20 °C; 180 g/t de amina; com e sem NBs.

#### 4.3. Efeito do condicionamento de NBs na agregação das partículas

Para investigar se os mecanismos envolvidos no aumento da velocidade de filtragem na presença de NBs são relacionados aos efeitos de agregação das partículas de quartzo causado pelas NBs, foram utilizadas duas técnicas, sendo elas a fotografia em microscópio e a difração de laser no Cilas. De modo geral, o método de microscopia utilizado não foi capaz de demonstrar a agregação das partículas de quartzo condicionadas com NBs e formação de agregados entre partículas através da ação de NBs e MBs. O efeito mais notado foi o de aumento na distância entre partículas (porosidade) em decorrência da utilização da éter-amina, sendo esta maior na dosagem de 180 g/t. Algumas fotografias são apresentadas no Anexo 4.

A Tabela 8 representa a distribuição granulométrica das polpas de quartzo “fino” submetidas as análises de microscópio. Novamente, não foi possível comprovar a agregação das partículas ocasionada pela presença de NBs.

A Tabela 9 apresenta os valores de D10, D50, D90 e Dm para as amostras de concentrado ultrafino e rejeitos UF 1 e 2, nas condições secas e polpa, com e sem NBs. De modo geral, o aumento nos diâmetros das amostras na forma de polpa em relação às amostras secas se deve ao fato da água promover a agregação das partículas entre si, unindo-se em

agregados de maiores diâmetros. Semelhante ao ocorrido para o quartzo, não foi possível comprovar o efeito de agregação proporcionado pelas NBs, visto que as variações no diâmetro são mínimas nas condições com e sem NBs.

Tabela 8- Parâmetros principais da distribuição granulométrica das amostras de quartzo submetidas a análise em microscópio. Condições: 50% de sólidos; dosagens de 0, 90 e 180 g/t de éter-amina; pH 7,5.

Diâmetros ( $\mu\text{m}$ )	Sem amina		Com 90 g/t de amina		Com 180 g/t de amina	
	Sem NBs	Com NBs	Sem NBs	Com NBs	Sem NBs	Com NBs
<b>D10</b>	0,8	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8
<b>D50</b>	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
<b>D90</b>	19,0	23,0	24,0	23,0	18,0	22,0
<b>Dm</b>	7,0	8,0	8,0	8,0	7,0	8,0

Tabela 9- Análise granulométrica de algumas amostras no Cilas para verificação de possível efeito das NBs na agregação destas partículas.

Diâmetros ( $\mu\text{m}$ )	Concentrado ultrafino			Rejeito UF 2			Rejeito UF 1		
	Seco	Sem NBs	Com NBs	Seco	Sem NBs	Com NBs	Seco	Sem NBs	Com NBs
<b>Dm</b>	8	11	11	11	12	14	7	27	29
<b>D10</b>	0,5	1	1	1	1	1	0,3	0,3	1
<b>D50</b>	7	8	9	9	8	9	5	14	15
<b>D90</b>	19	25	26	25	27	26	18	78	80

O menor tempo de filtragem na presença de NBs pode ser proporcionado pela formação de agregados entre partículas ou pelo aumento da hidrofobicidade das mesmas, ocasionado pela adesão das NBs. Porém, por meio das técnicas de microscopia óptica e difração de laser, não foi possível verificar o efeito da agregação das partículas, o que permite indicar que nesse sistema de filtragem de polpas minerais, o principal mecanismo de atuação das NBs

provavelmente é o do aumento da hidrofobização da superfície das partículas, promovendo a redução da pressão capilar e das forças de retenção de água nos interstícios da torta, em virtude do efeito hidrofóbico (Azevedo et al., 2016a; Rosa, 2017; Rosa e Rubio, 2018).

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O setor de mineração (especialmente de minério de ferro) enfrenta desafios relacionados ao melhor aproveitamento dos recursos minerais, gestão de rejeitos e desaguamento mais eficiente das polpas contendo partículas ultrafinas. Investimentos e melhorias podem otimizar os parâmetros de tempo de filtração e umidade da torta, possibilitando até mesmo a implantação de técnicas de disposição de rejeitos alternativas à barragem, tais como empilhamento a seco e pasta mineral, enviando maiores volumes de água de volta a usina de beneficiamento.

As partículas ultrafinas afetam negativamente o desempenho da filtração, resultando em entupimentos frequentes dos filtros, baixa velocidade de filtração, elevada umidade da torta, entre outros problemas. Dentro deste contexto, este estudo propõe um método inovador na filtração de polpas do beneficiamento de minério de ferro utilizando o condicionamento das partículas via injeção de nanobolhas que proporcionaram uma maior velocidade de escoamento da água em função do efeito de hidrofobização das partículas minerais da torta formada. Com esse aumento da hidrofobicidade das partículas, ocorre uma redução da pressão capilar que retém água nos interstícios da torta, aumentando a permeabilidade da mesma.

Em base aos resultados obtidos neste estudo, a Figura 36 mostra um esquema descritivo, como proposta de um circuito de desaguamento de rejeitos (lamas e arenosos) de ferro composto de espessamento e filtração com injeção de NBs. Esse circuito pode ser adaptado do convencional existente nas usinas que realizam a filtração de rejeitos, a partir da adição de uma linha de recirculação de polpa no tanque de alimentação do filtro. Nessa linha de recirculação as NBs seriam geradas por cavitação hidrodinâmica, utilizando um tubo de cavitação (*venturi type*), conforme estudado por Oliveira et al. (2017), com a possibilidade de uso combinado da geração de NBs e reagentes aditivos de filtração (tensoativos ou floculantes).

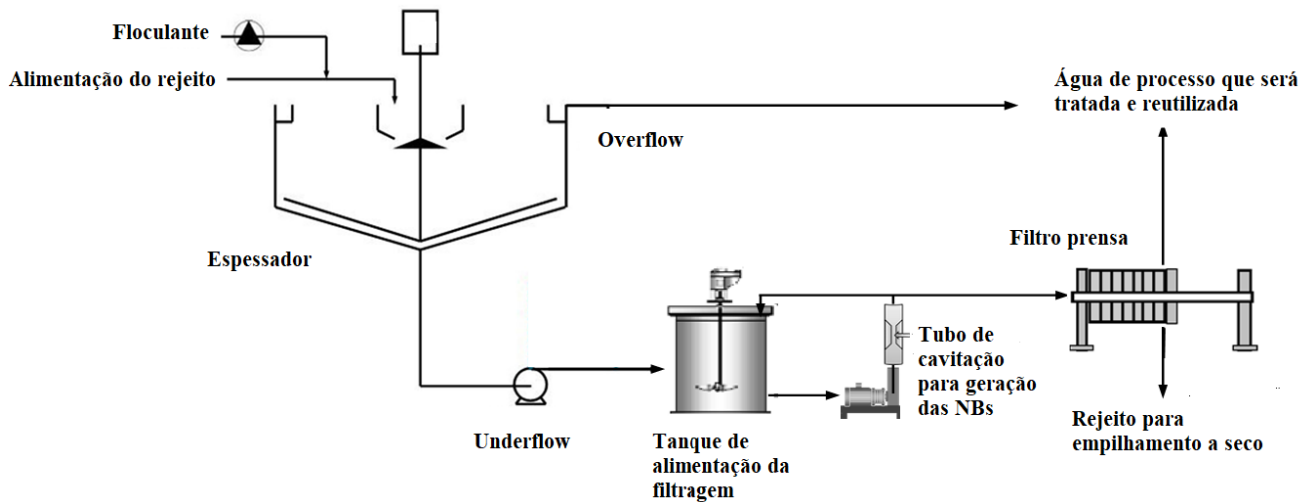


Figura 36- Circuito proposto de desaguamento de rejeito após adição do tubo de cavitação antes da filtragem.

Os floculantes possibilitam a redução no tempo de filtragem através da agregação das partículas e aumento de porosidade, os tensoativos por meio de reduções na viscosidade e tensão superficial da água, enquanto as NBs apresentam a vantagem de reduzir o tempo apenas através do efeito de hidrofobização de partículas, gerando redução nas forças capilares de retenção (coesão) de água nos interstícios entre as partículas e melhorando o fluxo de filtrado. A combinação de NBs, floculantes e tensoativos, condicionadas a uma polpa de rejeito ultrafino da Vale, apresenta tempo de filtragem 28% menor do que a condição utilizando apenas floculantes e tensoativos, tal argumento é melhor discutido na conclusão.

Entretanto, uma continuidade dos estudos em nível piloto e/ou industrial é necessária para validação do efeito das NBs em sistemas contínuos de filtragem como técnica de potencial para permitir um melhor escoamento da fase líquida entre os interstícios da torta que será formada posteriormente.

## 6. CONCLUSÕES

O uso de NBs na filtração apresentou efeitos na redução do tempo de filtração em todas as amostras e condições analisadas no filtro de pressão positiva em escala de bancada. As principais conclusões referentes aos estudos são apresentadas a seguir:

- O condicionamento com as NBs foi capaz de reduzir em 28% o tempo de filtração da polpa composta de concentrado ultrafino de minério de ferro, em 11% para o rejeito da flotação de lamas e em 29% para o rejeito da concentração magnética de lamas. Não foi constatado efeito significativo das NBs na umidade residual da torta nesses sistemas;

- O tempo de filtração da polpa contendo 50% de sólidos, constituídos de rejeito ultrafino proveniente de concentração magnética, foi reduzido com o aumento da temperatura da polpa e, após condicionamento com as NBs, houve um efeito positivo na redução do tempo de filtração em todas as condições estudadas (entre 20 e 80 °C), chegando a uma redução máxima de 28%, em temperatura ambiente (20°C);

- O floculante de melhor desempenho analisado foi o Flotisor 15553 (Clariant®) na concentração de 10 g/t. O uso desse reagente proporcionou uma redução de até 50% no tempo de filtração de uma polpa de rejeito ultrafino da concentração magnética de lamas, de 290 para 145 s. O condicionamento de NBs juntamente com o floculante obteve um tempo de filtração médio de 115 s, representando uma redução de 20% em comparação com o tempo de filtração da polpa floculada sem condicionamento de NBs;

- No estudo do condicionamento com tensoativos, o melhor produto foi o E/PE MIN 343/19 (Clariant®) na concentração de 50 g/t. O uso desse reagente combinado ao floculante, proporcionou uma redução de 145 para 130 s, de uma polpa de rejeito ultrafino obtido na concentração magnética de lamas.

- O condicionamento de NBs combinado com a adição de tensoativo e floculante proporcionou um tempo de filtração de 94 s, representando uma redução de 28% em comparação com o tempo de filtração utilizando os aditivos e sem NBs;

- O estudo de filtração de mistura de rejeitos de minério de ferro (arenoso e ultrafino) mostrou que o aumento da proporção de rejeito arenoso promove redução no tempo de filtração e umidade residual da torta em decorrência do aumento na porosidade e diminuição da área superficial específica da torta. O condicionamento com NBs promoveu uma redução no tempo em todas as faixas de proporções de misturas de rejeitos verificadas, no entanto, conforme aumenta a proporção de partículas grossas no rejeito, esse efeito das NBs é reduzido;

- O menor efeito do condicionamento de NBs na filtração de partículas grosseiras foi ressaltado com o estudo utilizando polpas de quartzo com diferentes granulometrias. Nesse estudo, as NBs apresentaram redução maior do tempo de filtração nas polpas contendo quartzo fino e médio, da ordem de 19 e 54%, respectivamente, após condicionamento em pH 7,5 com 180 g/t de uma éteramina (Flotigam EDA 7100, Clariant ®), tipicamente utilizada como coletor-hidrofobizante na flotação de quartzo e silicatos;
- A filtração das polpas contendo partículas de quartzo em pH 10,5 não apresentou efeito positivo do condicionamento com NBs, já que esse valor de pH possibilitou uma elevada hidrofobização das partículas de quartzo, pelo mecanismo de adsorção eletrostática da amina, tornando menos significativo o efeito das NBs.
- As técnicas de microscopia óptica e difração de laser não permitiram comprovar o efeito de agregação proporcionado pelas NBs, o que permite concluir que, nas condições cinéticas e de turbulência, o menor tempo de filtração proporcionado pelas NBs ocorre provavelmente pelo aumento da hidrofobicidade da superfície das partículas, o que promove uma redução da pressão capilar nos interstícios da torta, aumentando a permeabilidade da mesma.

## 7. ESTUDOS FUTUROS

São sugeridos os seguintes trabalhos, como sequência do desenvolvimento dos estudos realizados nesta dissertação:

- Filtração de misturas de rejeitos arenosos e ultrafinos em filtro a vácuo de bancada (leaf test);
- Realização de estudos em escala piloto e industrial do efeito das NBs geradas em linha diretamente na polpa de alimentação da filtração;
- Verificar por Minitab qual a variável estudada que gera maior influência na filtração;
- Verificar por outras técnicas se houve agregação das partículas pela ação das NBs;
- Estudos básicos de geração de NBs (maximização da geração das NBs) em soluções de tensoativos aditivos de filtração;
- Avaliação da redução de umidade residual da torta com condicionamento de NBs geradas em soluções de tensoativos específicos.
- Avaliar a hidrofobicidade gerada pelas NBs por meio da medição do ângulo de contato em tensiômetro, com a técnica Washburn capillary rise.

## **8. PRODUÇÃO CIENTÍFICA ASSOCIADA**

1. Filtragem de concentrado ultrafino de minério de ferro por filtro prensa em escala de bancada. Diniz, P.H.V; Azevedo, A. In: XXIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 2022, Armação de Búzios, RJ.
2. Filtration of fine mineral particles assisted by nanobubbles. Diniz, P. H. V.; Lima, N. P.; Azevedo, A.; Rubio, J. Paper submetido na Minerals Engineering, Jun/2023, Under review.



## 9. REFERÊNCIAS

AGARWAL, A. **An experimental study of nanobubbles on hydrophobic surfaces**. 2005. 127 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, 2005.

AHMADI, R. et al. Nano-microbubble flotation of fine and ultrafine chalcopyrite particles. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 24, n. 4, p. 559-566, July. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2014.05.021>.

AHMED, N.; JAMESON, G. J. Flotation Kinetics. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, v. 5, n.1-4, p. 77-99, 1989.

ALAM, N.; OZDEMIR, O.; HAMPTON, M, A.; NGUYEN, A, V. Dewatering of coal plant tailings: Flocculation followed by filtration. **Fuel**, v. 90, p. 26-35, já. 2011.

AMARANTE, S, C. **Filtragem de minério de ferro – comparação entre métodos de filtragem de laboratório**: Testes de Folha e de Funil de Büchner. 2002. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2002.

AN, H.; LIU, G.; CRAIG, V. S. J. Wetting of nanophases: Nanobubbles, nanodroplets and micropancakes on hydrophobic surfaces. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 222, p. 9-17, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.07.008>

ARAÚJO, V. A.; LIMA, N.; AZEVEDO, A.; BICALHO, L.; RUBIO, J. Column reverse rougher flotation of iron bearing fine tailings assisted by HIC and a new cationic collector. **Minerals Engeneering**, v. 156, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106531>

AZEVEDO, A.; ETCHEPARE, R.; ROSA, A. F.; RUBIO, J. The role of nanobubbles in the flotation of minerals and mining wastewaters. *In*: II Congreso Internacional de Flotación de Minerales, 2016, Lima, Peru. **II Congreso Internacional de Flotación de Minerales** - CD-ROM of the Proceedings, 2016.

AZEVEDO, A.; ETCHEPARE, R.; CALGAROTO, S.; RUBIO, J. Aqueous dispersions of nanobubbles: Generation, properties and features. **Minerals Engineering**, v.94, p. 29-37, 2016a. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.05.001>

AZEVEDO, A.; ETCHEPARE, R.; PAIVA, M.; ROSA, A. F.; RUBIO, J. Featuring the nanobubbles scenario in mining and mineral flotation. *In*: World Mining Congress, 24., 2016b, Rio de Janeiro. **24 th World Mining Congress Proceedings - Innovation in mining**, 2016b.

AZEVEDO, A. C. **Estudos de geração e caracterização físico-química de nanobolhas produzidas por despressurização e aplicações em sistemas de flotação**. 2017. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2017.

AZEVEDO A, ETCHEPARE R, RUBIO J. Raw water clarification by flotation with microbubbles and nanobubbles generated with a multiphase pump. **Water Science and Technology**, v. 75, May. 2017. DOI: <https://doi.org/10.2166/wst.2017.113>

AZEVEDO, A.; ROSA, A. F.; OLIVEIRA, H.; RUBIO J. Nanobolhas: o panorama da pesquisa, propriedades e potencial nas áreas mineral e ambiental. **Saneamento Ambiental**, v.189, p. 33-39, 2018.

AZEVEDO, A.; OLIVEIRA, H.; RUBIO, J. Bulk nanobubbles in the mineral and environmental areas: Updating research and applications. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 271, Sept. 2019.

BALTAR, C. A. M. **Flotação no Tratamento de Minérios**. 2. ed. Recife: Universitária da UFPE, 2010.

BORKENT, B. M.; BEER, S.; MUGELE, F.; LOHSE, D. On the shape of surface nanobubbles. **Langmuir**, v. 26, n. 1, p. 260- 268, Sept. 2009.

CALGAROTO, S.; WILBERG, K. Q.; RUBIO, J. On the nanobubbles interfacial properties and future applications in flotation. **Minerals Engineering**, v. 60, p. 33-40, Jun. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.02.002>

CALGAROTO, S. Propriedades interfaciais de nanobolhas e estudos na flotação de quartzo e precipitados coloidais de amina. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2014.

CALGAROTO, S.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Flotation of quartz particles assisted by nanobubbles. **International Journal of Mineral Processing**, v. 137, p. 64-70, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2015.02.010>

CALGAROTO, S.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Separation of amine-insoluble species by flotation with nano and microbubbles. **Minerals Engineering**, v. 89, p. 24-29, April. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.01.006>

CHAVES, A. P. **Teoria e Prática do Tratamento de Minérios: Desaguamento, Espessamento e Filtragem**. Coleção Teoria e prática do Tratamento de minérios, v. 2, 4. ed. São Paulo: Oficina de Textos, v. 2, 2013.

CHEN, K-K. **Bathing pool assembly with water full of nano-scale ozone bubbles for rehabilitation**. US 7488416 B2. Depósito: 10 feb. 2009.

CONCHA, F. A. **Solid-Liquid Separation in the Mining Industry**. 1. ed. Concepción: Springer, v. 105, 2014. 429 p.

DIAS, C. L. P.; SILVA, L. M.; PERES, A. E. C.; VALADÃO, G. E. S. Utilização de reagentes auxiliares na filtragem. **Revista Escola de Minas, Ouro Preto**, v. 57, p. 229-234, Dez. 2004.

DAVIES, M. Filtered dry stacked tailings – the fundamentals. *In: Tailings, 2011, Vancouver. Proceedings of Tailings and Mine Waste, Vancouver, 2011. p.1-9.*

DAI, Z.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Particle–bubble attachment in mineral flotation. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 217, n. 1, p. 70-76, Sept. 1999.

DITSCHERLEIN, L.; FRITZSCHE, J.; PEUKER, U. A. Study of nanobubbles on hydrophilic and hydrophobic alumina surfaces. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 497, p. 242-250, May. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.03.011>

DOELLINGER, T. M.; FONSECA, M. C.; ARAUJO JR, A. M.; TURRER, H. D. G.; PEREIRA, P. M.; PASSIGATI, V. P.; PERES, A. C. Efeito da adição de reagentes auxiliares na filtragem e suas consequências no pelotamento. *In*: Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-Primas, 39., 2008, São Luís. **Anais do 39º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-Primas e 9º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro**. Ouro Preto: ABM, 2009. p. 1-8.

DZIENSIEWICZ, J.; PRYOR, E. J. An investigation into the action of air in froth flotation. **Trans**, v. 2001, n. 59, p. 455-491, 1950.

ETCHEPARE, R. G. **Geração, caracterização e aplicações das nanobolhas na remoção de poluentes aquosos e reuso de água por flotação**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2016.

ETCHEPARE, R.; OLIVEIRA, H.; NICKNIG, M.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Nanobubbles: generation using a multiphase pump, properties and features in flotation. **Minerals Engineering**, v. 112, ep. 19-26, Oct. 2017a.

ETCHEPARE, R.; OLIVEIRA, H.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Separation of emulsified crude oil in saline water by dissolved air flotation with micro and nanobubbles. **Separation and Purification Technology**, v.186, p. 326-332, 2017b.

ETCHEPARE, R.; AZEVEDO, A.; CALGAROTO, S.; RUBIO, J. Removal of ferric hydroxide by flotation with micro and nanobubbles. **Separation and Purification Technology**, v.184, p. 347-353, 2017c.

FAN, M.; TAO, D. A study on picobubble enhanced coarse phosphate froth flotation. **Separation Science and Technology**, v. 43, n. 1, p. 1-10, Jan. 2008.

FAN, M.; TAO, D.; HONAKER, R.; LUO, Z. Nanobubble generation and its application in froth flotation (part I): nanobubble generation and its effects on properties of microbubble and millimeter scale bubble solutions. **Mining Science and Technology**, v. 20, n. 1, p. 1-19, Jan. 2010a. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1674-5264\(09\)60154-X](https://doi.org/10.1016/S1674-5264(09)60154-X)

FAN, M.; ZHAO, Y.; TAO, D. Fundamental studies of nanobubble generation and applications in flotation. **Separation Technologies for Minerals, Coal, and Earth Resources**, p. 457-469, Jan. 2012.

FAN, M.; TAO, D.; ZHAO, Y.; HONAKER, R. Effect of nanobubbles on the flotation of different sizes of coal particle. **Minerals and Metallurgical Processing**, v. 30, p. 157–161, Aug. 2013. DOI:10.1007/BF03402262

FRANÇA, S. C. A.; TRAMPUS, B. C. **Desaguamento de rejeitos minerais para utilização de métodos de disposição alternativos às barragens de rejeitos convencionais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018. 60 p.

GUIMARÃES, N. C.; VALADÃO, G. E. S.; PERES, A. E. C. **Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando sua disposição em pilhas**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2011.

GUIMARÃES, N. C.; VALADAO, G. E.S.; PERES, A.E.C. Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando à sua disposição em pilhas. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 65, n. 4, p. 543-548, Dec. 2012.

GOMES, R., B. **Influência da recuperação da reserva e disposição dos rejeitos no desenvolvimento sustentável de operações de minas no Quadrilátero Ferrífero**. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, ouro Preto – MG, 2016.

HASELHUHN, H. J.; SWANSON, K. P.; KAWATRA, S. K. The effect of CO<sub>2</sub> sparging on the flocculation and filtration rate of concentrated hematite slurries. **International Journal of Mineral Processing**, v. 112-113, p. 107–109, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2012.04.006>

HAMPTON, M. A.; NGUYEN, A. V. Nanobubbles and the nanobubble bridging capillary force. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 154, n. 1, p. 30-55, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2010.01.006>

HEWITT, D.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Bubble particle attachment efficiency. **Minerals Engineering**, v. 7, n. 5-6, p. 657-665, June. 1994.

HOSTEN, C.; SASTRY, K.V.S. Filtration Behavior of Iron Ore Slurries - Influence of Flocculants and Surfactants. *In: AIME - Annual Meeting Preprint*, 1983, Atlanta. AIME, 1983. p. 83-513.

ISHIDA, N.; INOUE, T.; MIYAHARA, M.; HIGASHITANI, K. Nano bubbles on a hydrophobic surface in water observed by tapping-mode atomic force microscopy. **Langmuir**, v. 16, n. 16, p. 6377-6380, July. 2000.

JAHROMI, A. A.; NADERI, H.; DEHGHANI, A. Increasing the Efficiency of Vacuum Belt Filter in Gole-Gohar iron ore concentrate production by adding surfactants. **Environmental Sciences Proceedings**, v. 6, p. 1-18, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/iecms2021-09384>

KERFOOT, W. B. **Nano-bubble Generator and Treatments**. US 20110241230 A1. Depósito: 06 Oct. 2011.

KLASSEN, V. I.; MOKROUSOV, V. A. **An introduction to the theory of flotation**. Butterworths, 1963.

KNÜPFER, P.; DITSCHERLEIN, L.; PEUKER, U. A. Nanobubble enhanced agglomeration of hydrophobic powders. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects**, v. 530, p.117-123, Oct. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.07.056>

LEE, J. I.; KIM, J-M. Influence of temperature on bulk nanobubble generation by ultrasonication. **Colloid and Interface Science Communications**, v. 49, p.1-6, July. 2022.

LEGNER, C. Filtro Prensa no tratamento de água e efluentes. **Revista Meio Filtrante**, São Paulo, v. 85, mar. 2017.

LOU, S.-T.; OUYANG, Z-Q.; ZHANG Y. Nanobubbles on solid surface imaged by atomic force microscopy. **Journal of Vacuum Science & Technology B: Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena**, v. 18, n. 5, p. 2573-2575, July. 2000. DOI: <https://doi.org/10.1116/1.1289925>.

LUZ, A. B.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. **Tratamento de Minérios**. 6. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2018.

METCALF, L.; EDDY, H. P. **Wastewater engineering: treatment and reuse**. 4th ed. New York: McGraw-Hill, 2003. 1819 p.

MASINI, E. A. Auxiliares de Filtragem na polpa de concentrado de minério de ferro da Companhia Vale do Rio Doce. *In*: Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro, 1996. **Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro: Caracterização, Beneficiamento e Pelotização**, ABM, 1996, v. 1, p. 133-140.

NAZARI S.; SHAFAEI, S. Z.; SHAHBAZI, B.; CHEHREH CHELGANI, S. Study relationships between flotation variables and recovery of coarse particles in the absence and presence of nanobubble. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 559, 284–288, Dez. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.09.066>

NETO, G. R. V. **Maximização do desaguamento dos rejeitos minerais gerados pela concentração do minério de ferro**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2016.

NICOL, S. K. The Effect of surfactants on the dewatering of fine coal, **Australasian Institute of Mining and Metallurgy**, n. 260, p. 37-44, Dez. 1976.

OLIVEIRA, M. L. M.; LUZ, J. A. M.; LACERDA, C. M. M. **Espessamento e Filtragem**. Ouro Preto: Departamento de Engenharia de Minas, 2004. 122 p.

OLIVEIRA, C.; RUBIO, J. **Mecanismos, técnicas e aplicações da agregação no tratamento mineral e ambiental**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2011. 69 p.

OLIVEIRA, H.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Nanobubbles generation in a high-rate hydrodynamic cavitation tube. **Minerals Engineering**, v. 116, p. 32-34, Jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.10.020>

OLIVEIRA, H. A. **Estudos de geração, caracterização e uso de nanobolhas na flotação de águas oleosas**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2018.

PARKER, J. L.; CLAEISSON, P. M.; ATTARD, P. Bubbles, cavities, and the long-ranged attraction between hydrophobic surfaces. **The Journal of Physical Chemistry**, v. 98, n. 34, p. 8468-8480, Aug. 1994.

PATRA, A. S.; MAKHIJA, D.; MUKHERJEE, A. K.; TIWARI, R.; SAHOO, C. R.; MOHANTY, B. D. Improved dewatering of iron ore fines by the use of surfactants, **Powder Technology**, v. 287, p. 43–50, jan. 2016.



RALSTON, J.; FORNASIERO, D; HAYES, R. Bubble – particle attachment and detachment in flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v. 56, n. 1, p. 133-164, April. 1999.

RAMOS, L. T. S.; SANTANA, A. N.; VALADÃO, G. E. S.; PAVEZ, O. F. A influência de Reagentes Auxiliares na Filtragem de "Pellet Feed Fines". *In: Tecnologia Mineral*, 1996. **Tecnologia Mineral**, ABTM, 1996, p. 660-674.

ROSA, A. F. **Mecanismos envolvidos na flotação de quartzo e minério fosfático assistida com nanobolhas**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre – RS, 2017.

ROSA, A. F.; RUBIO, J. On the role of nanobubbles in particle–bubble adhesion for the flotation of quartz and apatitic minerals. **Mineral Engineering**, v. 127, p. 178–84, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.08.020>.

SEDDON, J. R. T.; LOHSE, D.; DUCKER, W. A.; CRAIG, V. S. T. A deliberation on nanobubbles at surfaces and in bulk. **ChemPhysChem**, v. 13, n. 8, p. 2179-2187, Jun. 2012.

SOBHY, A. **Cavitation nanobubble enhanced flotation process for more efficient coal recovery**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas) - College of Engineering, University of Kentucky, Lexington, 2013.

SOBHY, A.; TAO, D. Nanobubble column flotation of fine coal particles and associated fundamentals. *International Journal of Mineral processing*, v. 124, p. 109-116, Nov. 2013a.

SOBHY, A.; TAO, D. High-efficiency nanobubble coal flotation. *International Journal of Coal Preparation and Utilization*, v. 33, p. 242-256, May. 2013b.

STROH, G.; STAHL, W. Basics surfactant aided dewatering in mineral processing. *In: International Mineral Processing Congress*, 17., 1991, Dresden. **Preprints**, Freiberg: Poligraphischer Bereich, 1991. v.3, p. 287-300.

TAO, D.; GROPPPO, J. G.; PAREKH, B. K. Enhanced ultrafine coal dewatering using flocculation filtration processes. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 2, p. 163-171, Feb. 2000.

TAO, D.; WU, Z.; SOBHY, A. Investigation of nanobubble enhanced reverse anionic flotation of hematite and associated mechanisms. *Powder Technology*, v. 379, p. 12-25, Feb. 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.10.040>

TABOSA, É. O. Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de minérios: fundamentos e aplicações. 2007. 117 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2007.

TASAKI, T.; WADA, T. Degradation of surfactants by an integrated nanobubbles/VUV irradiation technique. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 48, n. 9, p. 4237-4244, April. 2009.

TSAI, J. -C.; KUMAR, M.; CHEN, S. -Y.; LIN, J. -G. Nano-bubble flotation technology with coagulation process for the cost effective treatment of chemical mechanical polishing wastewater. **Separation and Purification Technology**, v. 58, n. 1, p. 61-67, Dec. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2007.07.022>.

VILELA, V. S. Filtro de alta pressão para rejeitos e concentrados. *In: ABM WEEK, 2015, Rio de Janeiro. Anais do 45º Seminário de Redução, 16º Simpósio de Minério de Ferro e 3º Simpósio de Aglomeração*, Rio de Janeiro: ABM, 2015. p. 611-620.

WANG, Y.; PAN, Z.; LUO, X.; QIN, W.; JIAO, F. Effect of nanobubbles on adsorption of sodium oleate on calcite surface. **Minerals Engineering**, v. 133, p. 127–37, Mar. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.01.015>

WILLS, B. A.; FINCH, J. A.; **Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery**. 8nd ed. Oxford: Elsevier, 2016.

WU, Z.; Zhang, X.; Zhang, X. F. Nanobubbles influence on BSA adsorption on mica surface. **Surface and Interface Analysis**, v. 38, n. 6, p. 990-995, Jun. 2006. DOI: [10.1002/sia.2326](https://doi.org/10.1002/sia.2326)

YAMASAKI, K.; CHUHJOH, K.; OHOKA, K.; UDA, K. **Wastewater treatment method and wastewater treatment equipment**. US 7641802 B2. Depósito: 5 jan. 2010.

YOON, R. H.; LUTTRELL, G. H. The effect of bubble size on fine particle flotation. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, v. 5, n. 1-4, p. 101-122, April. 1989.

ZHANG, X. H.; ZHANG, X. D.; LOU, S. T.; ZHANG, Z. X.; SUN, J. L.; HU, J. Degassing and temperature effects on the formation of nanobubbles at the mica/water interface. **Langmuir**, v. 20, n. 9, p. 3813-3815, Mar. 2004.

ZHANG, X. H.; MAEDA, N.; HU, J. Thermodynamic stability of interfacial gaseous states. **The Journal of Physical Chemistry B**, v. 112, n. 44, p. 13671-13675, Oct. 2008.

ZHANG, L.; ZHANG, X.; FAN, C.; ZHANG, Y.; HU, J. Nanoscale multiple gaseous layers on a hydrophobic surface. **Langmuir**, v. 25, n. 16, p. 8860-8864, July. 2009.

ZHOU, W.; NIU, J.; XIAO, W.; OU, L. Adsorption of bulk nanobubbles on the chemically surface-modified muscovite minerals. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 51, 31–39, Mar. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.10.021>.

## ANEXO 1

### 1. Caracterização das amostras

#### 1.1 Concentrado de minério de ferro ultrafino

A amostra de concentrado ultrafino de minério de ferro foi obtida na concentração magnética vertical das lamdas da Usina de Brucutu da VALE S.A., em equipamento de escala piloto de separação magnética vertical de alto gradiente e alta intensidade (SLon<sup>®</sup>, Outotec), apresenta teor de 60,2% Fe e granulometria ultrafina (60% massa passante em 15 µm). A Figura 37 apresenta os dados de caracterização física, química e granulométrica da amostra. A Figura 38 mostra a distribuição granulométrica da amostra de concentrado analisada por Difração de Raio Laser (Cilas), obtendo-se um diâmetro médio de aproximadamente 8 µm, D10 de 0,5 µm, D50 de 7 µm e D90 de 19 µm.

Malha	Conc. Slon		
210,00	99,77	Fe (%)	60,19
150,00	99,65	SiO2 (%)	6,83
106,00	99,50	P (%)	0,092
75,00	97,84	Al2O3	2,47
45,00	94,17	Mn (%)	0,852
37,00	90,65	TiO2 (%)	0,119
25,00	79,65	CaO (%)	0,012
15,00	59,50	MgO (%)	0,124
10,00	42,81	PPC (%)	2,84
6,00	25,77	Blaine (cm2/g)	5798
5,00	21,15	Densidade (t/m3)	4,54
4,00	16,47		
3,20	12,70		

Figura 37- Caracterização granulométrica e química do concentrado de minério de ferro utilizado nos testes de filtração.

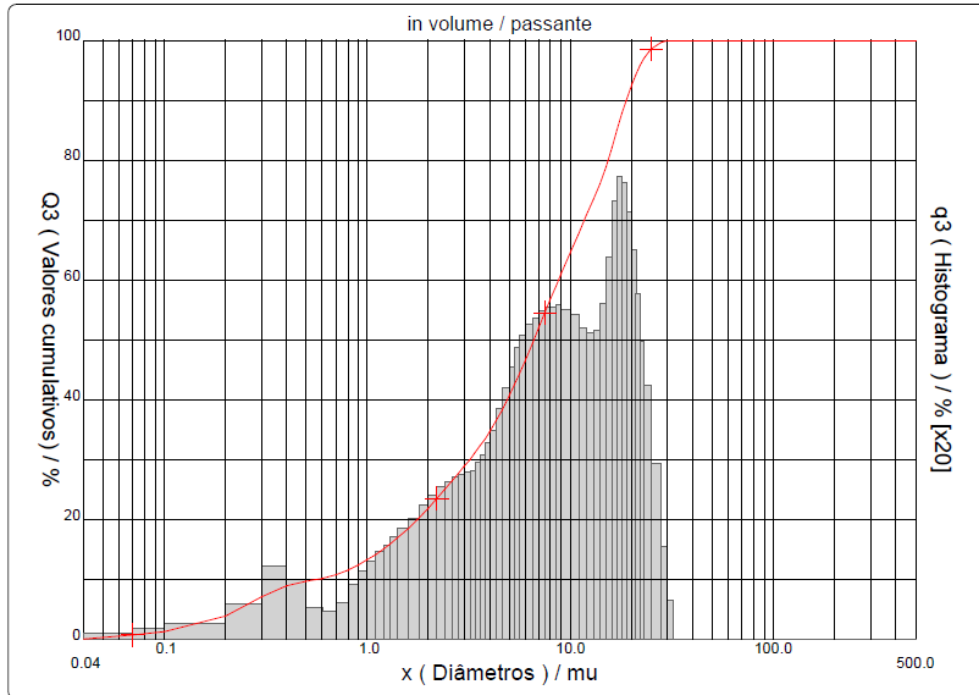


Figura 38- Distribuição granulométrica da amostra de concentrado de minério de ferro.

## 1.2. Rejeito de flotação de lamas

A amostra de rejeito ultrafino é proveniente da Usina de Brucutu, porém foi submetida a estudos no LTM, na flotação em coluna convencional e flotação em coluna de três produtos das lamas de Brucutu (Araújo, 2022). A Figura 39 mostra a distribuição granulométrica da amostra de rejeito UF 2 analisada no Cilas, obtendo um diâmetro médio de aproximadamente 11 μm, D10 de 1 μm, D50 de 9 μm e D90 de 25 μm, sendo os teores variando entre 11 e 22% Fe.

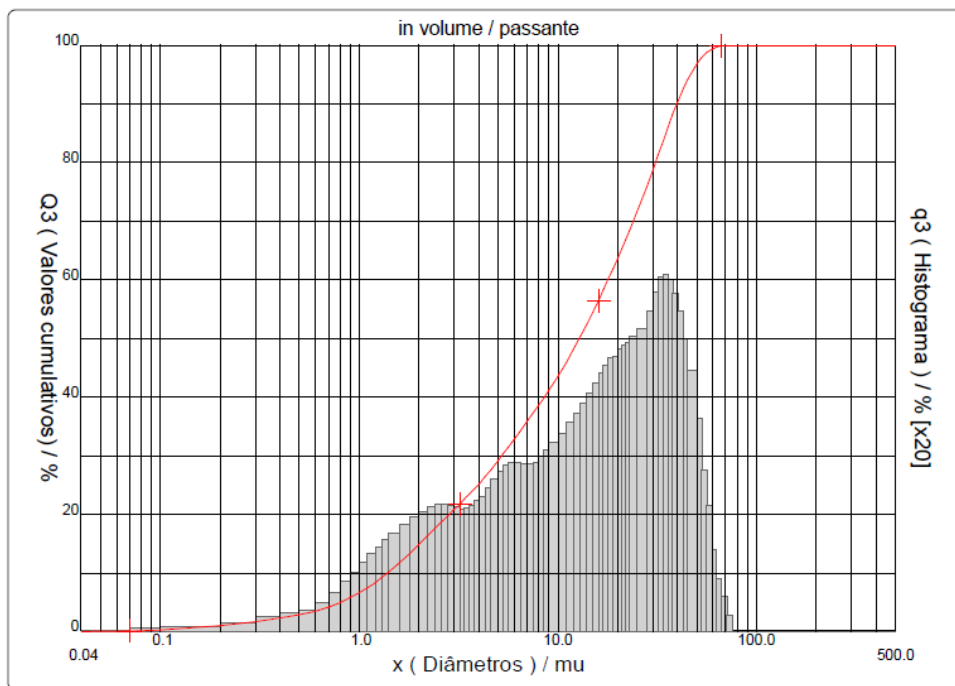


Figura 39- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito da flotação de minério de ferro.

### 1.3. Amostras de rejeito arenoso e ultrafino da VALE

O rejeito ultrafino é proveniente dos estudos piloto na concentração magnética da Usina de Brucutu (rejeito UF 1), enquanto o rejeito arenoso é produzido na etapa de flotação (flotado silicoso). As Figuras 40 e 41 mostram as distribuições granulométricas das amostras no Cilas, as informações de diâmetro médio, D10, D50 e D90 podem ser comparadas através da Tabela 9.

Tabela 10- Comparativo entre os principais parâmetros da distribuição granulométrica das amostras de rejeito arenoso e ultrafino.

<b>Diâmetros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Rejeito UF 1</b>	<b>Arenoso</b>
<b>D10</b>	0.3	33
<b>D50</b>	5	89
<b>D90</b>	18	149
<b>Diâmetro médio</b>	7	92

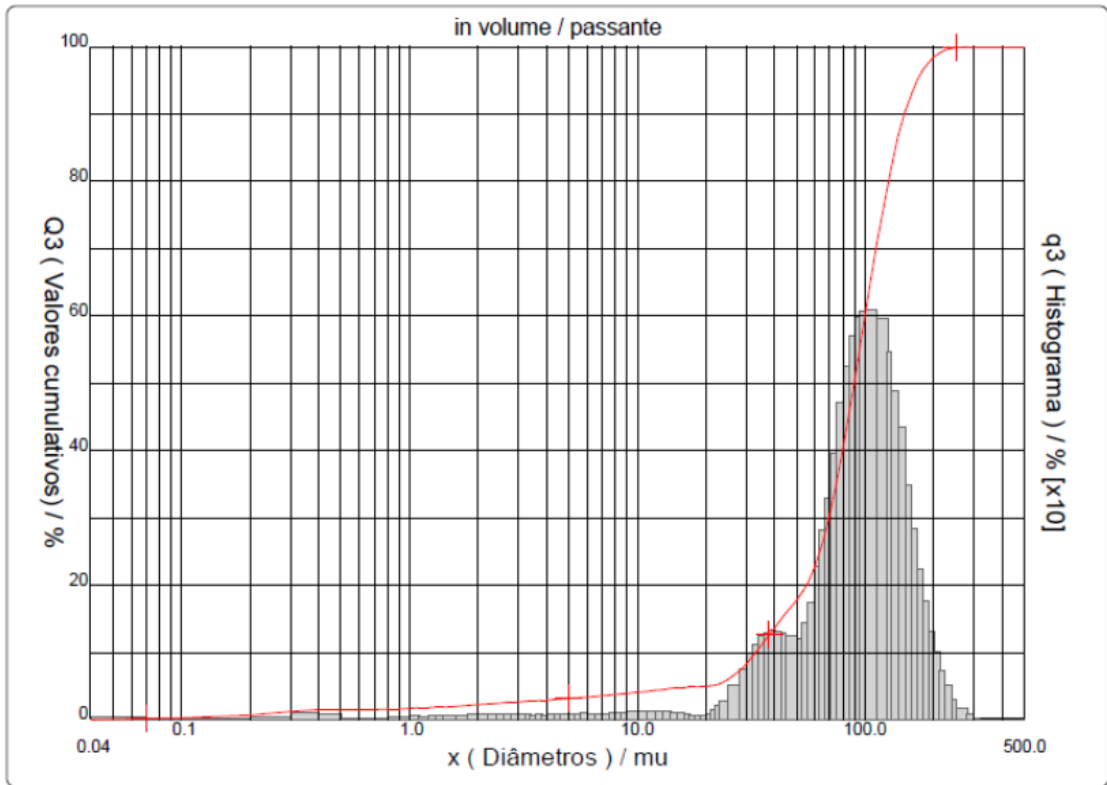


Figura 40- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito arenoso obtido na concentração magnética.

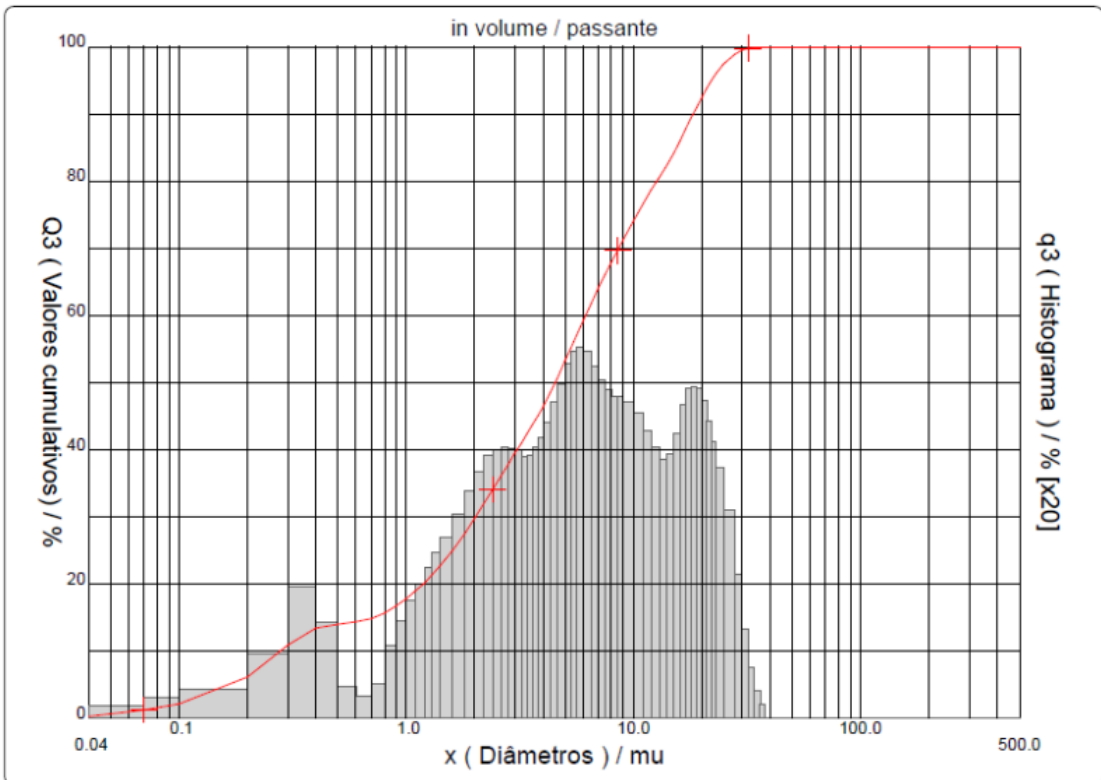


Figura 41- Distribuição granulométrica da amostra de rejeito ultrafino obtido na flotação.

#### 1.4. Amostras de quartzo de elevada pureza

Uma amostra de quartzo de elevada pureza foi submetida a moagem em moinhos de bolhas em escala de laboratório para preparo de três amostras de granulometria diferentes. As amostras denominadas “grossos”, “médios” e “finos” foram preparadas com tempos de moagem distintos, sendo que a amostra “finos” foi moída por um período de 12h.

As distribuições granulométricas das amostras de quartzo fino, médio e grosso são apresentadas nas Figuras 42, 43 e 44, respectivamente, enquanto a Tabela 11 apresenta um compilado de valores de diâmetro médio, D10, D50 e D90 destas amostras.

Tabela 11- Parâmetros principais da distribuição granulométrica das amostras de quartzo.

<b>Diâmetros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Fino</b>	<b>Médio</b>	<b>Grosso</b>
<b>D10</b>	0,8	30,0	186,4
<b>D50</b>	3,7	103,4	300,0
<b>D90</b>	19,0	270,0	452,0
<b>Diâmetro médio</b>	7,0	129,5	307,5



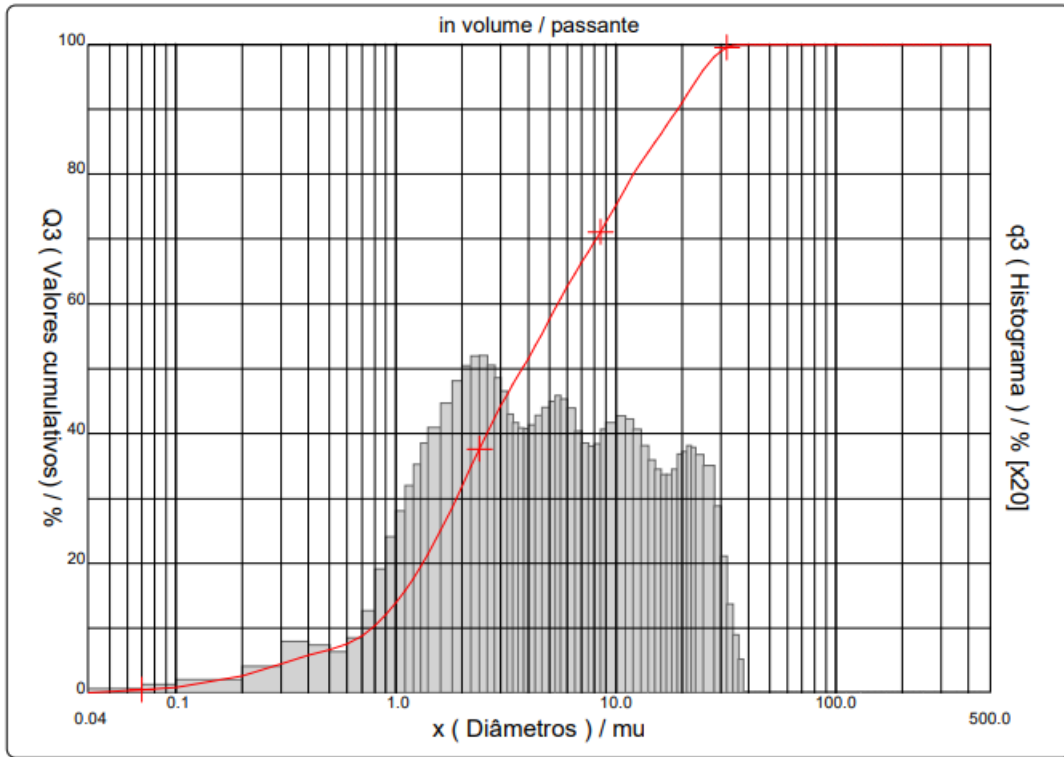


Figura 42- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo fino analisada no Cilas.

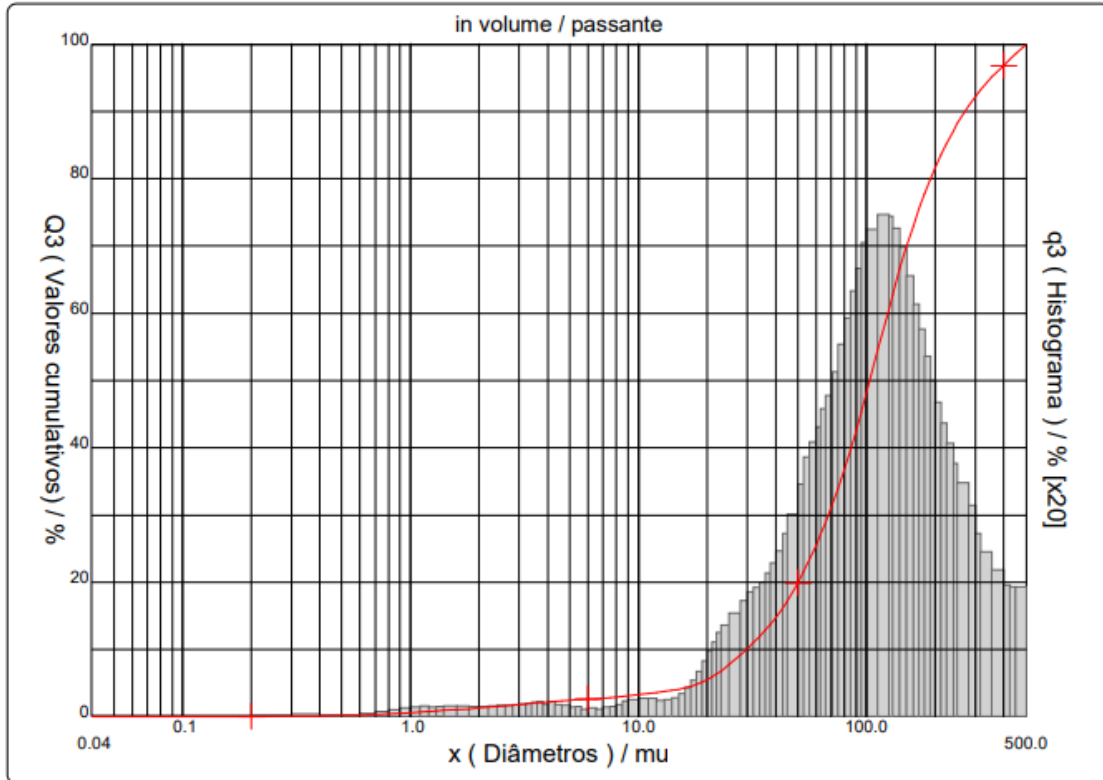


Figura 43- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo médio analisada no Cilas.

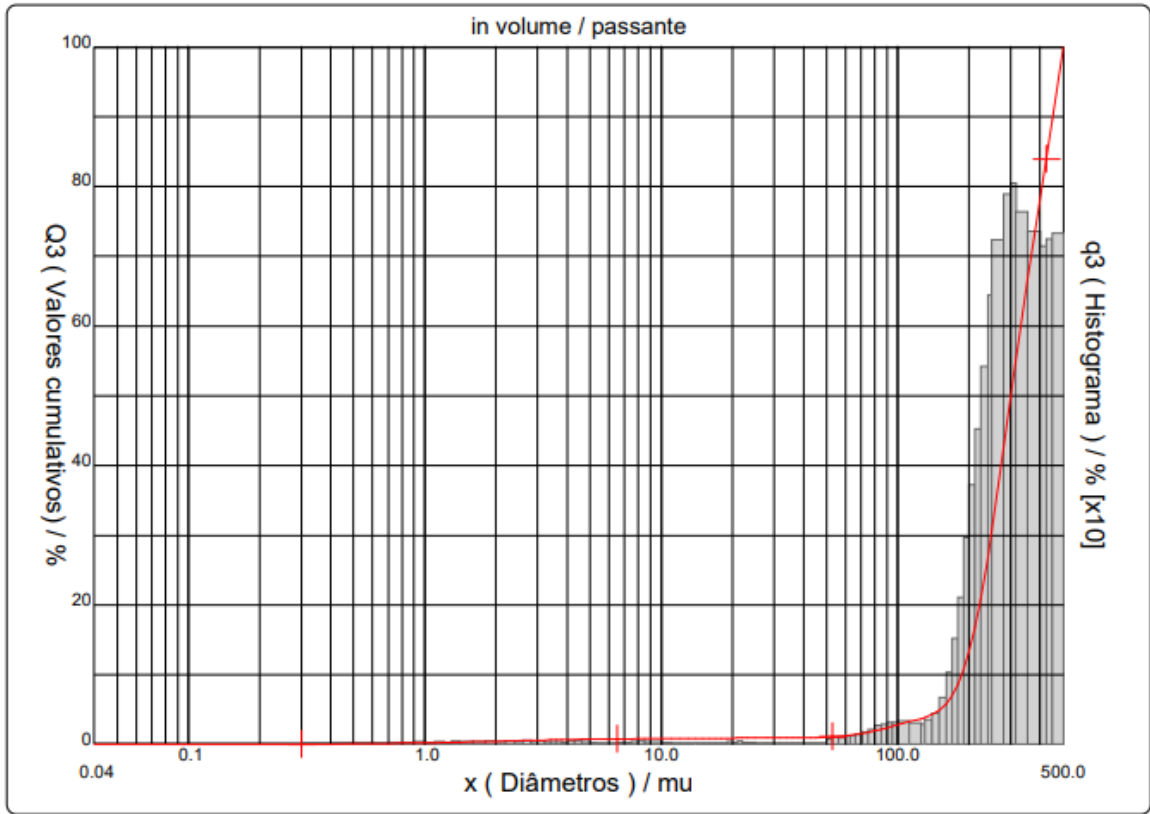


Figura 44- Distribuição granulométrica da amostra de quartzo grosso analisada no Cilas.

## ANEXO 2

Os principais resultados encontrados para a filtração de polpa contendo concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada, são apresentados na Tabela 12. A Tabela 13 apresenta os resultados referentes aos ensaios com a polpa constituída de rejeito UF 2.

Tabela 12- Ensaios de filtração realizados para polpa de concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); 60% de sólidos; temperatura = 25°C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; meio filtrante de papel; com e sem NBs; pH 7,5.

ENSAIO	CONDIÇÃO	TURBIDEZ (NTU)	TEMPO DE FILTRAÇÃO (s)	ALTURA DA TORTA (mm)	UMIDADE DA TORTA (%)
1	SEM NBs	41	92	21	16
2		17	79	20	14
3		30	71	21	13
4		-	88	28	12
5		-	115	25	16
6		18	97	-	20
7		22	100	26	20
8		28	118	27	21
<hr/>					
1	COM NBs	40	68	21	15
2		22	73	24	16
3		33	57	20	12
4		-	71	22	13
5		-	75	21	15
6		32	64	-	15
7		23	65	24	16
8		18	70	-	16

Tabela 13- Ensaio de filtração realizados para polpa contendo rejeito UF 2, em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 atm; Temperatura = 25 °C; Tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; com e sem NBs; pH 7,5.

ENSAIO	CONDIÇÃO	TURBIDEZ (NTU)	% SÓLIDOS (calculada)	TEMPO DE FILTRAGEM (s)	ALTURA DA TORTA (mm)	UMIDADE DA TORTA (%)
1	SEM NBs	45	57	57	28	28
2		52	55	93	26	29
3		31	54	93	27	27
4		25	55	81	28	28
5		16	54	76	28	28
6		35	54	79	26	28
7		37	55	50	27	27
8		28	54	63	27	27
9		19	55	77	26	28
10		35	57	61	29	26
11		25	57	51	27	28
12		35	57	52	27	28
1	COM NBs	45	55	37	24	30
2		50	55	52	27	29
3		64	54	47	26	28
4		22	55	70	28	29
5		15	55	70	27	27
6		36	55	84	27	27
7		34	54	61	28	28
8		35	54	55	24	28
9		37	55	68	27	27
10		22	57	64	26	26
11		19	56	73	24	29
12		27	57	65	24	25

### ANEXO 3

A Figura 45 retrata como fica a coloração do filtrado após o processo de filtração da polpa contendo concentrado ultrafino. As Figuras 46 e 47 mostram a aparência da torta de concentrado e de rejeito UF 2, enquanto as Figuras 48, 49 e 50 referem-se as tortas constituídas de quartzo fino, médio e grosso, respectivamente.

Independentemente da composição da polpa e do uso ou não das NBs, a coloração do filtrado ficou praticamente constante e em relação as tortas, não foi observado alteração visual.

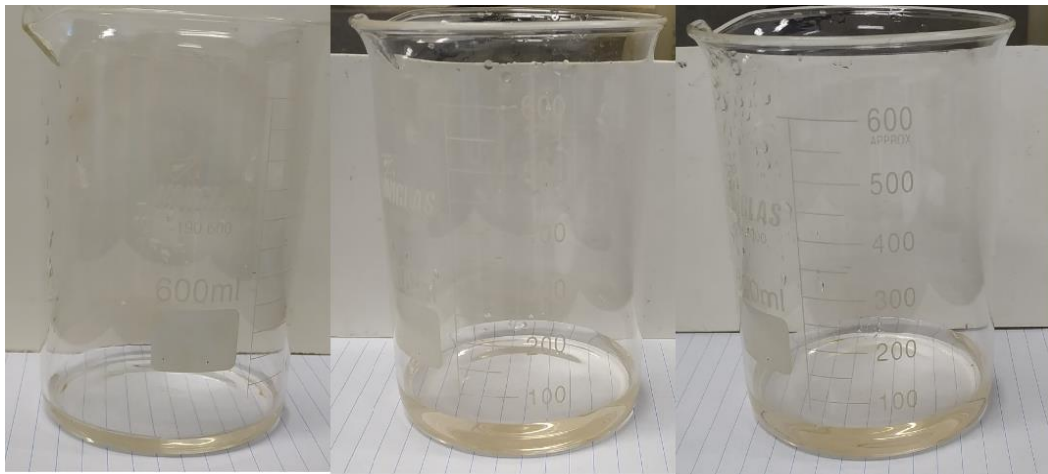


Figura 45- Filtrado obtido através de filtração do concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições:  $P = 8 \text{ bar}$  (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5.

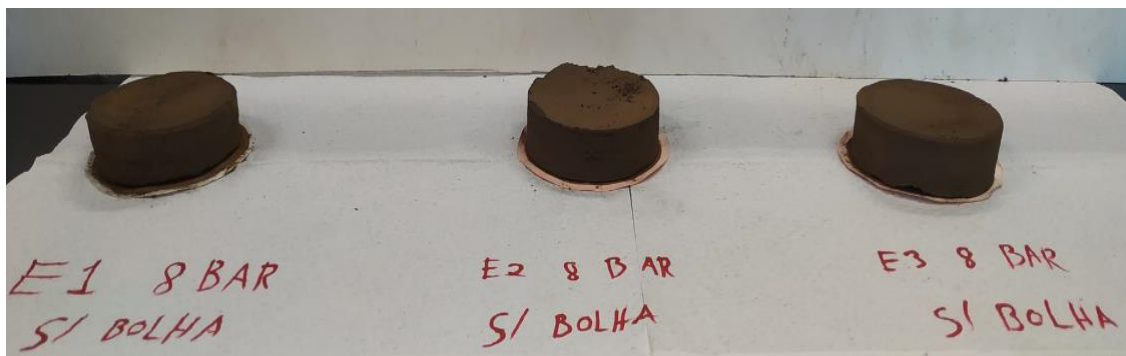


Figura 46- Torta obtida através de filtração do concentrado ultrafino de minério de ferro em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições:  $P = 8 \text{ bar}$  (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 60% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5.



Figura 47- Torta obtida através de filtração do rejeito UF 2 em filtro de pressão positiva em escala de bancada. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 55% de sólidos; meio filtrante de papel; sem NBs; pH 7,5.

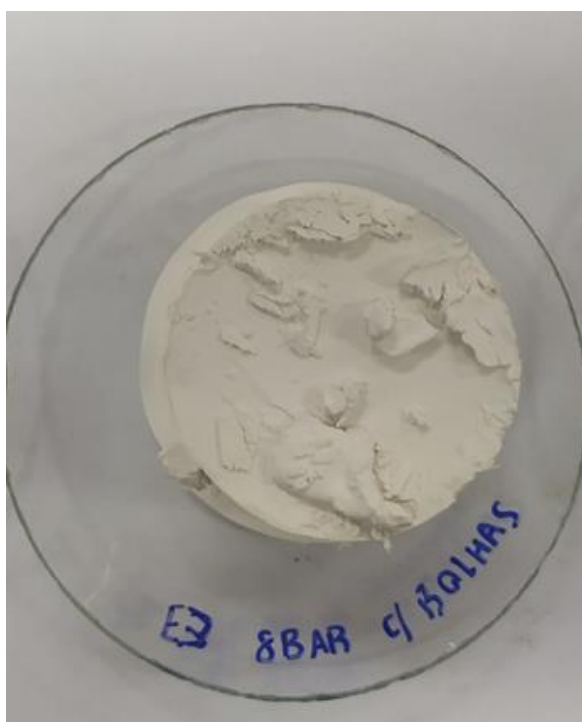


Figura 48- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria fina. Condições: P = 8 bar (800 KPa); tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5.



Figura 49- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria média. Condições:  $P = 8 \text{ bar (800 KPa)}$ ; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5.



Figura 50- Torta obtida após filtração de polpa contendo partículas de quartzo com granulometria grossa. Condições:  $P = 8 \text{ bar (800 KPa)}$ ; tempo de secagem (sopro) da torta = 3 min; 50% de sólidos; meio filtrante de papel; com NBs; 180 g/t de amina; pH 7,5.

## ANEXO 4

A Figura 51 ilustra a adsorção da água sobre as partículas de quartzo fino na condição com NBs, não havendo grande diferenciação para a figura 52 na condição sem NBs. O método de microscopia óptica não conseguiu demonstrar a agregação das partículas devido a presença de NBs, dada a escala de tamanho na faixa manométrica.

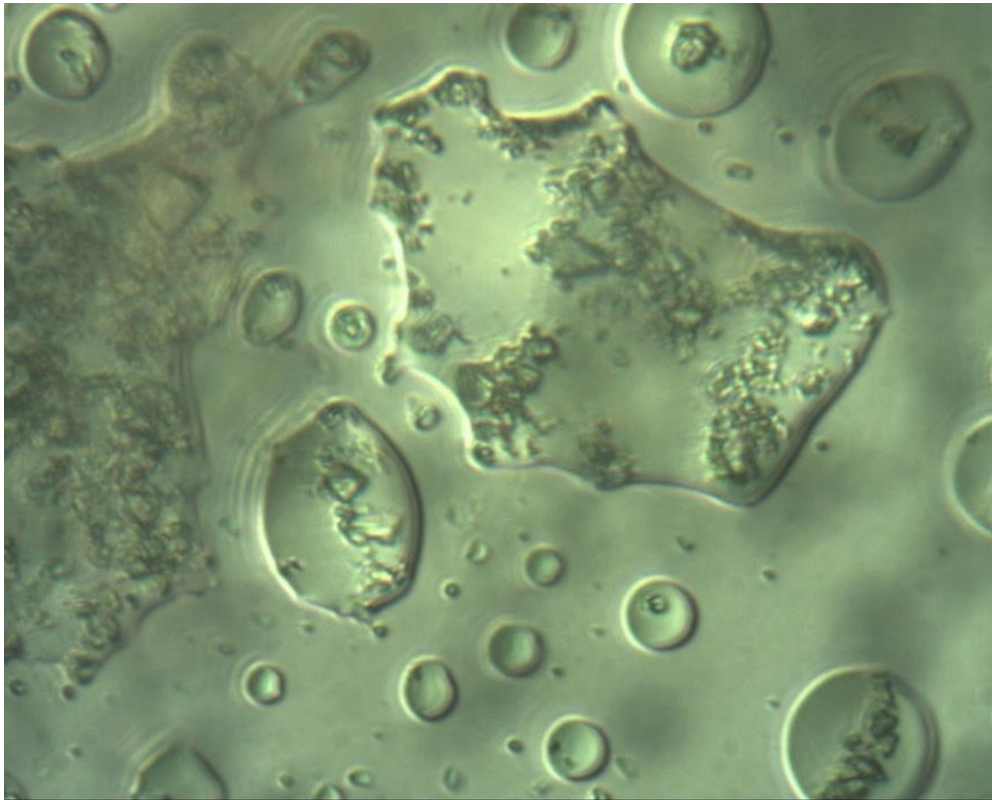


Figura 51- Método de microscopia óptica para amostra de quartzo fino na condição com NBs e sem amina.



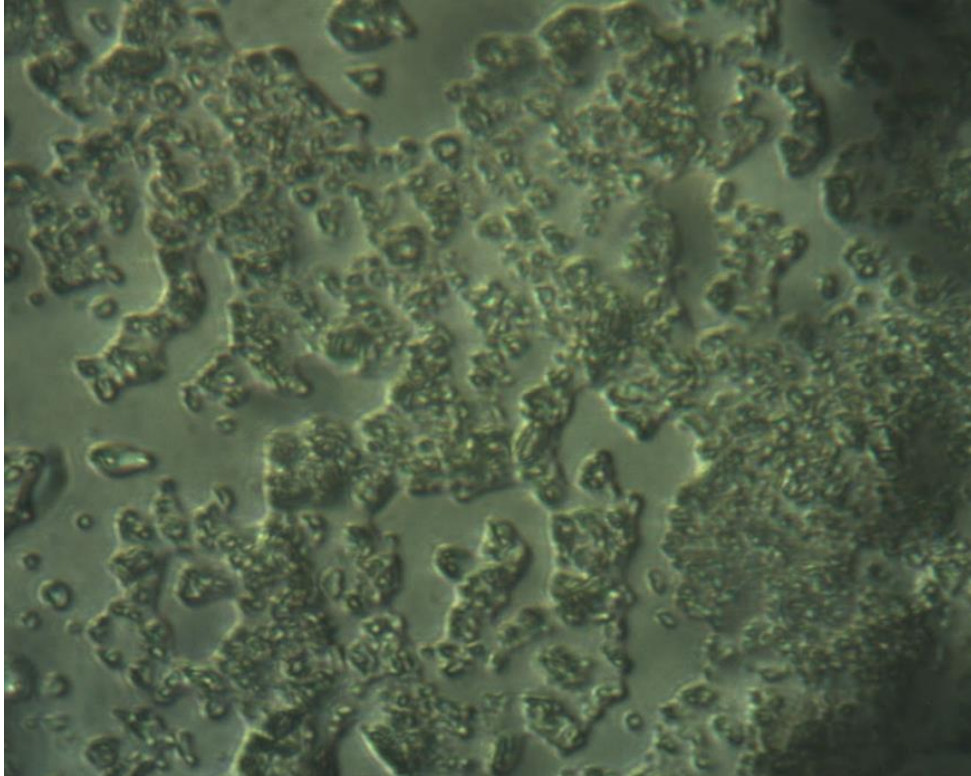


Figura 52- Método de microscopia óptica para amostra de quartzo fino na condição sem NBs e sem amina.