

# AVALIAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO DE PARTÍCULAS DE HEMATITA ATRAVÉS DA ASCENSÃO CAPILAR <sup>(1)</sup>

Charleston de Lellis Pimenta Dias <sup>(2)</sup>

George Eduardo Sales Valadão <sup>(3)</sup>

## Resumo

O ângulo de contato é um parâmetro considerado importante na avaliação do grau de hidrofobicidade de uma superfície mineral. Várias técnicas que podem ser empregadas para se medir este ângulo sendo a escolha da técnica dependente do tamanho e da forma do sólido. O método da ascensão capilar tem sido utilizado com sucesso na determinação do ângulo de contato em sólidos pulverizados. O objetivo deste trabalho é determinar o ângulo de contato de partículas de hematita por meio da ascensão capilar considerando-se a equação de Washburn. Os testes foram realizados utilizando-se uma montagem, especialmente desenvolvida, que inclui: uma balança analítica interligada a um microcomputador, uma célula cilíndrica e um sistema de elevação. Os resultados indicaram: a) a possibilidade da utilização da equação Washburn para a amostra de hematita em presença dos líquidos utilizados; b) o valor do fator geométrico obtido, experimentalmente, foi  $1,03\text{mm}^5$ . Este valor está em boa concordância com aquele determinado por equação matemática ( $1,06\text{mm}^5$ ); c) o ângulo de contato determinado para água foi de  $45,5^\circ$ ; d) a tensão superficial crítica determinada para a hematita foi de  $30,6\text{mNm}^{-1}$ .

**Palavras-chave:** Ângulo de contato; Ascensão capilar; Método de Washburn.

<sup>1</sup>60<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional.  
Belo Horizonte – 25 a 28 de julho de 2005.

<sup>2</sup>Engenheiro de Minas, Doutorando – CPGEM - Universidade Federal de Minas Gerais.

<sup>3</sup>Engenheiro de Minas, Dr., Dep. de Engenharia de Minas - Universidade Federal de Minas Gerais.

## INTRODUÇÃO

O ângulo de contato é um parâmetro importante na avaliação do grau de hidrofobicidade de uma superfície mineral. Há várias técnicas que podem ser empregadas para se medir o ângulo de contato. A escolha da técnica depende da forma que o sólido de interesse esteja disponível. Em partículas que apresentam superfícies planas e lisas, os métodos mais empregados são: da gota séssil e da captura da bolha. O método de Wilhelmy desenvolvido por Neumann (Neumann, 1970) também é amplamente utilizado para determinar o ângulo de contato de avanço e de recuo em superfícies planas. Para sólido pulverizado, onde as técnicas acima não podem ser empregadas, são utilizadas medidas indiretas. Os métodos de ascensão capilar e de camada fina, que são baseados na taxa de penetração do líquido em partículas sólidas, podem ser usados neste caso. Outra técnica de determinação do ângulo de contato para sólido em pó pode ser feita através das variações do calor de imersão quando o sólido pulverizado é imerso em diferentes líquidos.

O objetivo deste trabalho é estudar a aplicabilidade do método da ascensão capilar utilizando a equação de Washburn, e determinar o ângulo de contato de alguns líquidos em partículas de hematita.

### Ascensão Capilar

A velocidade do fluxo em um leito de partículas pode ser estimada utilizando a equação de Poiseuille :

$$v = \frac{dh}{dt} = \frac{K\varepsilon r_h^2 \Delta P}{\mu h} \quad (1)$$

onde:

$v$  = velocidade do fluxo através de um leito poroso;  $h$  = altura do leito;  $t$  = tempo de penetração do líquido;  $\mu$  = viscosidade do líquido;  $r_h$  = raio hidráulico;  $K$  = constante de Carman-Koseny cujo valor é aproximadamente 0,24 para leitos de esferas;  $\varepsilon$  = porosidade do leito;  $\Delta P$  é a diferença entre a pressão capilar ( $P_c$ ) e a pressão hidrostática ( $P_h$ ). Para um capilar circular, a diferença de pressão na interface líquido-ar é dada por:

$$P_c = \frac{\gamma_{LA} \cos \theta}{r_h} \quad (2)$$

onde:

$\gamma_{LA}$  = tensão superficial do líquido;  $\theta$  = ângulo de contato.

O raio hidráulico ( $r_h$ ) é definido pela seguinte equação:

$$r_h = \frac{\varepsilon}{(1-\varepsilon)S_v} \quad (3)$$

onde:

$S_v$  = área superficial específica na unidade de volume

Para capilares com raios pequenos e leitos porosos com pequena altura, a pressão hidrostática pode ser desprezada, então,  $\Delta P = P_c$ . Substituindo-se as equações (3) e (2) em (1) e integrando-se, chega-se à equação de Washburn :

$$\frac{h^2}{t} = \frac{2K\varepsilon^2\gamma_{LA}\cos\theta}{(1-\varepsilon)S_v\mu} \quad (4)$$

A equação 4 mostra uma relação entre a variação altura de ascensão do líquido (no tempo) e o ângulo de contato permitindo uma a avaliação deste ângulo. Esta avaliação pode ser realizada, de forma semelhante, considerando-se variação da massa do líquido. Desta forma, a massa (m) do líquido no leito está relacionada à altura do líquido (h), por:

$$m = \varepsilon\rho_l Ah \quad (5)$$

onde:

$\rho_l$  = densidade do líquido; A = área transversal do leito poroso.

Finalmente, combinando as equações (5) e (4) tem-se:

$$\frac{m^2}{t} = \frac{c\rho_l^2\gamma_{LA}\cos\theta}{\mu} \quad (6)$$

onde:

c = fator geométrico, dado por:

$$c = \frac{2KA^2\varepsilon^4}{(1-\varepsilon)S_v} \quad (7)$$

A constante c é normalmente determinada empiricamente utilizando um líquido de ângulo de contato conhecido, geralmente aquele líquido de molhabilidade máxima ( $\theta=0^\circ$ ). Desde que seja conhecido o valor de c, o ângulo de contato de um líquido qualquer pode ser determinado utilizando a equação (6).

## **METODOLOGIA**

A amostra mineral utilizada nos testes de ascensão capilar é proveniente do Quadrilátero Ferrífero (MG) e representa material com alto teor em hematita (~98%). A amostra original foi fragmentada e peneirada sendo a fração < 37 $\mu$ m (400 mesh Tyler) utilizada nos testes. As características químicas e físicas da amostra utilizada são mostradas nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

**Tabela 1.** Composição química da Amostra

Fe (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	P (%)	Mn (%)
68,84	0,42	0,23	0,033	0,029

**Tabela 2.** Características físicas da amostra

< 42,03 $\mu$ m (%)	<10,51 $\mu$ m (%)	d <sub>50</sub> ( $\mu$ m)	Blaine (cm <sup>2</sup> /g)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
90	5	24,93	1070	5,01

A área superficial específica da amostra mineral foi determinada por intermédio do permeabilímetro de Blaine.

Os líquidos utilizados nos testes foram os seguintes: n-hexano, n-decano, n-dodecano, diiodometano e água, suas propriedades químicas estão mostradas na Tabela 3.

**Tabela 3.** Propriedades dos líquidos utilizados nos testes.

Líquido	Tensão Superficial (mN/m)	Viscosidade (mPa.s)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
n-hexano	18,0	0,33	0,650
n-decano	23,8	0,92	0,730
n-dodecano	27,6	1,51	0,748
Diodometano	50,8	2,8	3,325
Água	72,8	1,0	1,000

A montagem desenvolvida para os testes de ascensão capilar está mostrada na Figura 1. Esta montagem é dividida em dois compartimentos: superior e inferior, que se comunicam por meio de uma abertura. No compartimento superior há uma balança analítica interligada ao computador. No compartimento inferior, uma plataforma móvel realiza o contato entre o líquido e a base inferior da célula cilíndrica que contém as partículas de hematita. Observe-se que a altura da plataforma é regulada pela movimentação do êmbolo do cilindro de acrílico, posicionado externamente aos compartimentos. Os experimentos foram realizados elevando-se o recipiente até que o líquido tocasse a borda da célula, quando se iniciava, então, a ascensão capilar. A taxa de ascensão capilar do líquido foi avaliada pela determinação, por computador, da massa de líquido ascendente no leito de partículas de hematita, para um intervalo de tempo estabelecido. A mesma quantidade de amostra mineral foi utilizada em todos os testes mantendo-se a altura do leito constante. A porosidade do leito foi mantida em 0,45 (45%).

O valor de  $c$  foi calculado, por meio de testes de ascensão capilar com líquidos apolares de baixa energia (n-hexano, n-decano, n-dodecano) que se espalham totalmente sobre a superfície do sólido, nestes casos,  $\cos\theta=1$ . O gráfico  $(m^2/t) \cdot \mu$  em função de  $\rho^2 \cdot \gamma_{LA}$  é uma reta cuja inclinação fornece o valor médio de  $c$ . Este valor

determinado experimentalmente foi comparado com aquele calculado usando-se a equação (7).

O ângulo de contato para o diiodometano e água foram determinados utilizando-se a equação (6).

A tensão superficial correspondente ao  $\cos\theta = 1$ , definida como tensão superficial crítica ( $\gamma_c$ ), foi determinada, para a amostra, utilizando-se a relação entre a tensão superficial e o  $\cos\theta$ .

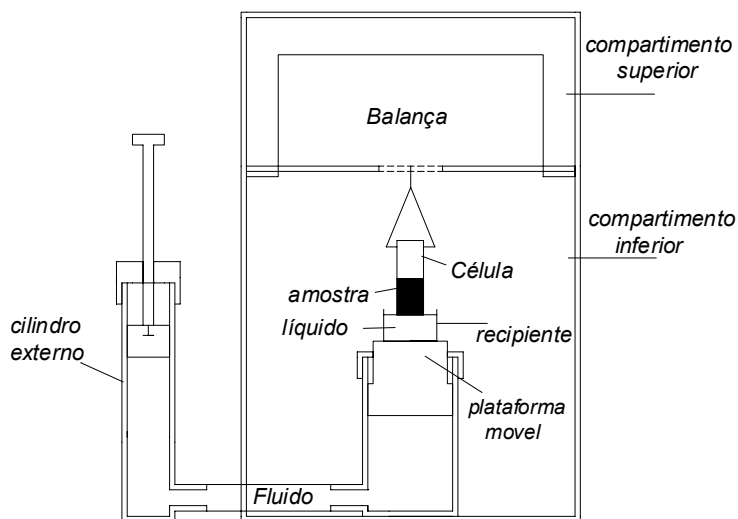
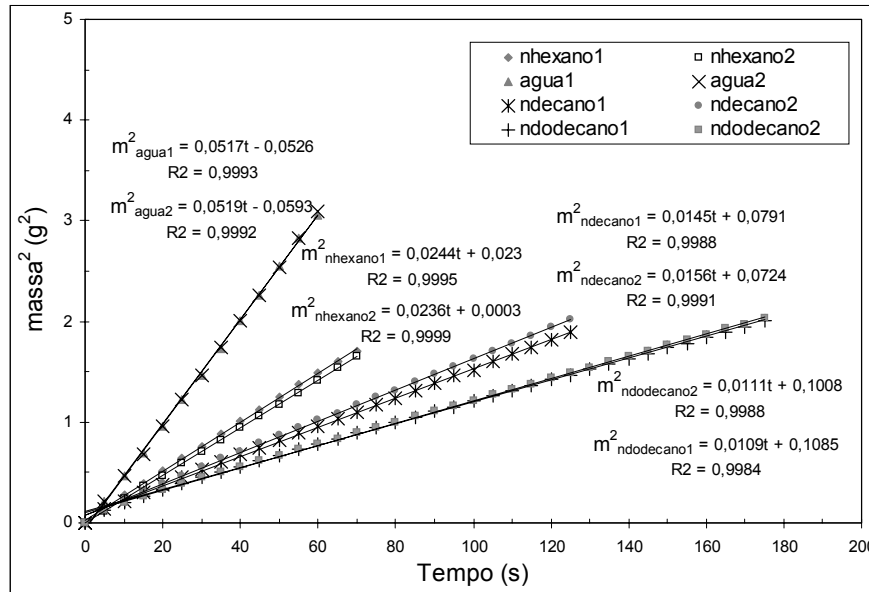


Figura 1. Montagem desenvolvida para os testes de ascensão capilar.

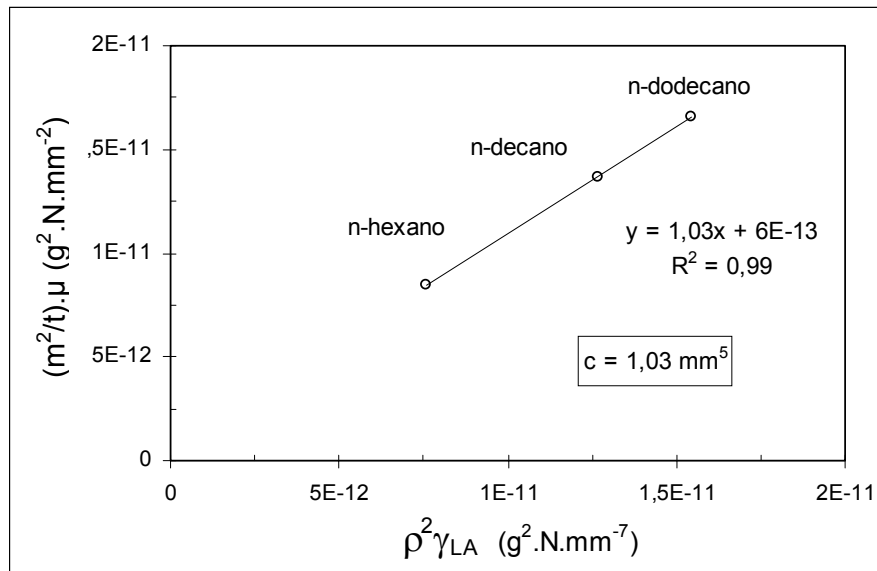
## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra que os dados dos testes de ascensão capilar para todos os líquidos utilizados, em presença de partículas de hematita, mostram a linearidade prevista pela equação de Washburn. O resultados para o líquido diiodometano não está apresentado na Figura 2 por apresentar um coeficiente angular bem maior que os demais, o que dificulta sua representação nesta figura.

A Figura 3 mostra o gráfico de  $(m^2/t) \cdot \mu$  em função de  $\rho^2 \gamma_{LA}$ , obtido por meio da ascensão capilar dos líquidos apolares de baixa energia (n-hexano, n-decano e n-dodecano) em partículas de hematita. Verifica-se que há uma relação linear entre estes dois parâmetros, permitindo determinar a inclinação da reta, que representa o valor experimental de  $c$ , que, neste caso, é igual a  $1,03\text{mm}^5$ . Utilizando-se a equação (7) e considerando-se  $K = 0,24$ , obteve-se um valor estimado de  $c$  igual a  $1,06\text{mm}^5$ , que está muito próximo ao valor de  $c$  obtido experimentalmente.



**Figura 2.** Massa de líquido ao quadrado em função do tempo obtido por meio da ascensão capilar dos líquidos em partículas de hematita.



**Figura 3.** Gráfico  $(m^2/t) \cdot \mu$  em função de  $\rho^2 \gamma_{LA}$  obtidos da ascensão capilar de líquidos apolares de baixa energia em partículas de hematita.

Os valores dos ângulos de contato dos líquidos em partículas de hematita obtidos nos testes de ascensão capilar estão mostrados na Tabela 4. O valor do ângulo de contato obtido para água ( $45,5^\circ$ ), mostrado da Tabela 4, é comparado com os resultados obtidos por outros autores na Tabela 5. Este valor mostra-se, em princípio, elevado quando comparado com aquele obtido por Akdemir ( $15^\circ$ ). Por outro lado, observa-se na Tabela 5 que o valor do ângulo de contato obtido por Iveson et al. (2004) é próximo daquele obtido neste trabalho.

**Tabela 4.** Valores de ângulo de contato para diversos líquidos em hematita.

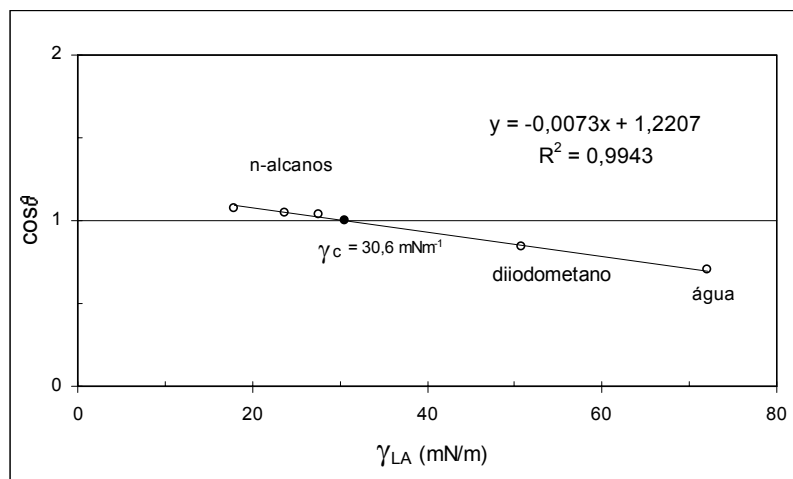
Líquido	cos $\theta$	$\theta$ (°)
n-hexano	1,078	0
n-decano	1,045	0
n-dodecano	1,041	0
Diiodometano	0,845	32,3
água	0,700	45,5

**Tabela 5.** Valores de ângulo de contato da água em hematita segundo alguns autores.

Amostra	Método	$\theta$ (°)	Autores
Hematita sintética	Camada Fina	25,85	Costanzo et al. (1995)
Hematita sintética	Camada Fina	21,50	Plaza et al. (1988)
Hematita natural	Pressão capilar de equilíbrio	49	Iveson et al. (2004)
Hematita Natural	Ascensão Capilar	15	Akdemir (1996)

Os valores obtidos por Costanzo et al. (1995) e Plaza et al. (1988) para amostras de hematita sintética são intermediários: 25,85° e 21,50° respectivamente. Segundo Iveson et al. (2004) a natureza da superfície pode influenciar nesta grande variação observada.

A Figura 4 mostra o gráfico de cos $\theta$  em função da tensão superficial dos líquidos. A relação mostrou-se linear e a tensão superficial crítica,  $\gamma_c$ , obtida foi de 30,6 m.N.m<sup>-1</sup>. Este valor significa, que o líquido com valor de tensão superficial abaixo de 30,6 m.N.m<sup>-1</sup> espalharia totalmente sobre as partículas de hematita da amostra estudada.



**Figura 4.** Gráfico tensão superficial dos líquidos em função do Cos  $\theta$ .

Verifica-se que o valor de 0° calculado para o ângulo de contato (Tabela 4) para a hematita em presença de cada um dos 3 líquidos apolares de baixa energia (n-hexano, n-decano e n-dodecano), está de acordo com os valores de tensão superficial destes líquidos (Tabela 3) que são inferiores ao da tensão superficial crítica determinada. No caso do diiodometano ( $\theta=32,3^\circ$ ) e da água ( $\theta=45,5^\circ$ ) há

também uma concordância, sendo os valores de tensão superficial dos líquidos (Tabela 3) superiores ao da tensão superficial crítica.

## CONCLUSÕES

- Os testes de ascensão capilar realizados indicaram a possibilidade da utilização da equação Washburn para hematita em presença de todos os líquidos utilizados.
- O valor do fator geométrico (c) obtido, experimentalmente, foi  $1,03 \text{ mm}^5$ , que é muito próximo daquele determinado por equação matemática ( $1,06 \text{ mm}^5$ ).
- O ângulo de contato determinado para água em presença de partículas de hematita foi de  $45,5^\circ$ .
- A tensão superficial crítica determinada para a amostra de hematita foi de  $30,6 \text{ mNm}^{-1}$ .

## Agradecimentos

A CAPES pela bolsa de doutorado concedida a um dos autores. A Minerações Brasileiras Reunidas – MBR pelo fornecimento da amostra.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 AKDEMIR, Ü. 1997. **Shear flocculation of fine hematite particles and correlation between flocculation, flotation and contact angle.** Powder Technology, 1-4
- 2 COSTANZO, P.M., WU, W., GEISE, R.F., van OSS, C.J., 1995. **Comparison between direct contact angle measurements and thin layer wicking on synthesised monosized cuboid hematite particles.** Langmuir 11, 1827-1830.
- 3 IVESON, S.M., HOLT, S., BIGGS, S. 2004. **Advancing contact angle of iron ores as function of their hematite and goethite content: implication for pelletising and sintering.** International Journal of Mineral Processing 74, 281-287.
- 4 NEUMANN A. W., TANNER W., 1970. **The temperature dependence of contact angles-polytetrafluoroethylene/n-decane.** Journal of Colloids and Interface Science 34(1), 1-8.
- 5 PLAZA, R.C., ZURITA, L., DURÁN, J.D.G., GONZÁLEZ-CABALLERO, F., DELGADO, A.V., 1998. **Surface thermodynamics of hematite/yttrium oxide core-shell colloidal particles.** Langmuir 14, 6854 – 6859.



# EVALUATION OF THE CONTACT ANGLE OF HEMATITE PARTICLES THROUGH THE CAPILLARY RISE

*Charleston de Lellis Pimenta Dias  
George Eduardo Sales Valadão*

## **Abstract**

The contact angle is a parameter considered important for the assessment of the degree of hydrophobicity of a mineral surface. Several techniques can be used to measure this angle and the choice of the technique depends on the size and the shape of the solid. The capillary rise method has been used successfully in the determination of the angle of contact in mineral powders. The objective of this work is to determine the contact angle of hematite particles by means of the capillary rise considering the Washburn's equation. The tests were carried out using an apparatus, especially developed, that includes: one scale linked to a microcomputer, a cylindrical cell, and a rising system. The results indicated: a) the possibility of the use of the Washburn equation for the hematite sample in presence of the utilized liquids; b) the value of geometric factor, experimentally obtained, was  $1,03\text{mm}^5$ . This value is in good agreement to that determined by means of mathematical equation ( $1,06\text{mm}^5$ ); c) the angle of contact determined for water was of  $45,5^\circ$ ; d) the determined critical superficial tension for hematite was  $30,6\text{mNm}^{-1}$ .

**Key-words:** Contact angle; Hematite; Cappilary.