

REOMETRIA ROTACIONAL: LIMITAÇÕES DA TÉCNICA QUANDO APLICADA PARA SUSPENSÕES COM PARTÍCULAS GROSSAS OU DENSAS*

Jean Carlo Grijó Louzada¹
Elaine Cristina Andrade²
Thiago Cesar de Souza Pinto³
Laurindo de Salles Leal Filho⁴

Resumo

Neste trabalho investigou-se a reologia de polpas de minério de ferro em um reômetro rotacional. Foram identificados os deletérios efeitos de sedimentação de partículas e os vórtices de Taylor, ambos recorrentes em tais dispositivos quando empregados para polpas constituídas por partículas grossas ou densas. Os dados reológicos foram ajustados pelos modelos Lei da Potência e Tscheuschner. Os índices de comportamento (n) para as polpas a 36,8 e 43,6% de sólidos em massa exibiram valores de 1,535 e 1,493 respectivamente, indicando comportamentos dilatantes. Os resultados mostraram que para taxas de cisalhamento inferiores a 400s^{-1} , as curvas reológicas se sobrepõem, sinalizando a ocorrência da sedimentação de partículas. Ademais, as condições de fluxo das polpas foram avaliadas através do número de Taylor, cuja magnitude ($Ta > 41,3$) indicou a existência de vórtices. Os resultados mostraram que os dispositivos rotacionais não são os mais adequados para estudos reológicos de polpas com as características supracitadas.

Palavras-chave: Reômetros rotacionais; suspensões; minério de ferro.

ROTATIONAL RHEOMETRY: LIMITATIONS OF THE TECHNIQUE WHEN APPLIED TO SUSPENSIONS WITH COARSE OR DENSE PARTICLES

Abstract

In this work, the rheology of iron ore slurries was investigated in a rotational rheometer. The deleterious effects of particle settling and Taylor's vortices, both recurrent in such devices when used for slurries consisting of coarse or dense particles, were identified. The rheological data were adjusted by Power Law and Tscheuschner models. The behavior indices (n) for the slurries at 36.8 and 43.6% solids by mass showed values of 1.535 and 1.493 respectively, indicating a shear thickening behavior. The results showed that for shear rates lower than 400s^{-1} , the rheological curves overlap indicating the occurrence of particle settling. Furthermore, the flow conditions of the slurries were evaluated using the Taylor number, whose magnitude ($Ta > 41.3$) indicated the existence of vortices. The results showed that the rotational devices are not the most suitable for rheological studies of slurries with the aforementioned characteristics.

Keywords: Rotational rheometers; slurries; iron ore.

¹ Engenheiro Químico, doutor, professor adjunto, Instituto de Geociências e de Engenharias, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, Pará, Brasil.

² Engenheira de Materiais, doutoranda, Programa de Engenharia Mineral, Universidade de São Paulo, São Paulo, São Paulo, Brasil.

³ Engenheiro Químico, doutor, pesquisador, Centro de Desenvolvimento Mineral (CDM), Vale, Santa Luzia, Minas Gerais, Brasil.

⁴ Engenheiro de Minas, doutor, professor titular, Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, Universidade de São Paulo, São Paulo, São Paulo, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O processamento de minérios em geral é conduzido a úmido, ou seja, o material particulado é submetido às diferentes operações unitárias de beneficiamento na forma de suspensões particuladas, denominadas polpas. Ainda que em sua essência uma polpa seja um sistema sólido-líquido, a mesma pode ser classificada como um fluido pseudo-homogêneo com reologia complexa, sendo esta influenciada pela composição mineralógica, granulometria, concentração de sólidos, forma e estado de dispersão das partículas (Turian et al., 1997).

A reologia de uma polpa, por sua vez, exercerá influência nas diversas operações de beneficiamento tais como: moagem (Vieira e Peres, 2013), classificação (Kawatra et al., 1996), concentração gravimétrica (Sampaio e Tavares, 2005), flotação (Shabalala et al., 2011), separação sólido líquido (Kawatra e Bakshi, 1998) e bombeamento (Louzada, 2022).

O modelo reológico de um fluido consiste de relações funcionais entre a tensão (τ) ou a viscosidade (μ) e a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$). Na Tabela 1 são apresentados os modelos não newtonianos Lei da Potência e de Tscheuschner, ambos empregados no ajuste dos dados experimentais obtidos neste estudo (Louzada, 2022).

Tabela 1. Modelos reológicos não newtonianos.

Designação do Modelo	Equação Constitutiva
Lei da Potência	$\tau = K(\dot{\gamma})^n$
Tscheuschner	$\tau = \tau_o + a\dot{\gamma} + b\dot{\gamma}^c$

As investigações reológicas são comumente realizadas em viscosímetros e reômetros rotacionais, sendo os mais tradicionais aqueles com geometrias do tipo cilindros concêntricos. Nestes dispositivos, um dos cilindros gira e o outro permanece em repouso, de modo que o fluido confinado no espaço anular seja submetido a fluxos laminares. Portanto, a dinâmica dos movimentos rotacionais governa o princípio de operação dos equipamentos supramencionados. Para os dispositivos do tipo cilindros concêntricos, a tensão (τ) e a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) são definidas de acordo com as Equações 1 e 2, respectivamente (Mezger, 2006).

$$\tau = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \frac{T'}{2\pi LR_i^2 C_L} \quad (1)$$

$$\dot{\gamma} = \omega \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \quad (2)$$

Sendo:

δ a razão entre os raios dos cilindros externo e interno;

T' o torque;

L a altura do cilindro interno;

R_i o raio do cilindro interno;

C_L o fator de correção;

ω a velocidade angular.

A acurácia das medidas nos reômetros rotacionais depende da ocorrência de fluxos laminares e, por essa razão, as condições hidrodinâmicas de operação devem ser adequadamente controladas. Nesse sentido, assume relevância o número de

Taylor (Ta), definido como a razão entre as forças de inércias e as forças centrífugas, sendo expresso de acordo com a Equação 3 (Shi, 2016). Adicionalmente, a velocidade periférica do cilindro interno (u_{ci}) é calculada a partir da rotação (N) e do diâmetro, conforme apresentado na Equação 4 (Shi e Napier-Munn, 1996).

$$Ta = \frac{(R_e - R_i)u_{ci}\rho}{\eta} \sqrt{\frac{R_e - R_i}{R_i}} \quad (3)$$

$$\begin{aligned} u_{ci} \\ = \pi D_i N \end{aligned} \quad (4)$$

Em que:

R_e e R_i são os raios dos cilindros externo e interno, respectivamente;

u_{ci} é a velocidade periférica do cilindro interno;

ρ é a massa específica do fluido;

η é a viscosidade aparente do fluido;

D_i é o diâmetro do cilindro interno.

A magnitude de Taylor permite classificar o tipo de fluxo em laminar ($Ta < 41,3$), laminar com o surgimento de vórtices ($41,3 < Ta < 400$) e turbulento ($Ta > 400$) (Shi, 2016).

No tocante às limitações da reometria rotacional para suspensões particuladas, cerne deste trabalho, há efeitos deletérios e recorrentes que comprometem a acurácia das medidas. Dentre estes efeitos, pode-se elencar a sedimentação de partículas (Klein e Laskowsky, 1999), o deslizamento na parede (Senapati e Mishra, 2014), os efeitos da força centrífuga, os fluxos secundários e os vórtices de Taylor (Shi, 2016).

No presente trabalho serão apresentados os resultados da caracterização reológica de suspensões de minério de ferro realizadas em reômetro rotacional, bem como a identificação e a discussão dos efeitos deletérios da sedimentação de partículas e dos vórtices de Taylor, ambos representados na Figura 1.

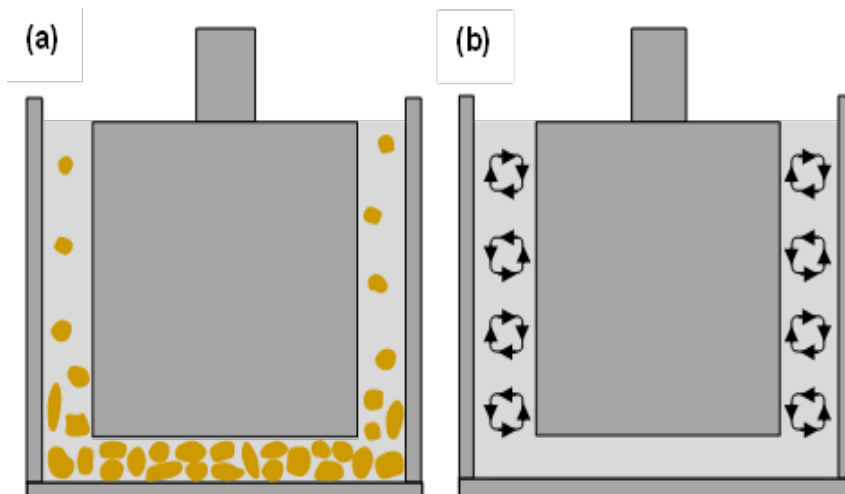


Figura 1. Sedimentação de partículas (a) e vórtices de Taylor (b), em reômetros do tipo cilindros concêntricos.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1. Materiais e Métodos

2.1.1. Caracterização Tecnológica do Minério

Neste estudo utilizou-se uma amostra de minério de ferro proveniente da mina de Carajás (Pará) e fornecida pela empresa Vale S.A. A mineralogia qualitativa foi realizada por difratometria de raios-X (Difratômetro X'Pert, Philips 1997) e revelou a presença dos minerais goethita, hematita, magnetita e quartzo. Os teores dos elementos foram determinados por fluorescência de raios-X (Malvern Panalytical - Modelo Zetium) e são reportados na Tabela 2. A distribuição de tamanho das partículas foi determinada pela técnica de difração de laser (Mastersizer 2000 - Malvern Instruments Ltd) e os resultados são apresentados na Tabela 3. A caracterização tecnológica contemplou também a determinação da massa específica do minério ($\rho=4.805 \text{ kg/m}^3$), determinada na temperatura de $21,8^\circ\text{C}$ em um picnômetro a gás nitrogênio (Quantachrome). Muito embora o minério apresente uma granulometria fina ($d_{32} = 4,37\mu\text{m}$), seu teor de ferro é elevado ($\% \text{Fe} = 64,3\%$), compatível com um concentrado constituído praticamente por hematita pura. Deste modo, sua elevada densidade sinaliza a possibilidade de ocorrência de sedimentação.

Tabela 2. Resultado da composição química do minério de ferro de Carajás.

Elementos	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	Mn	TiO ₂	CaO	MgO	PF
Teores	64,3	2,50	1,50	0,077	0,22	0,13	<0,10	<0,10	3,44

Tabela 3. Resultados da caracterização granulométrica do minério de ferro de Carajás.

d ₃₂ (μm)	d ₁₀ (μm)	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)
4,37	1,55	21,54	76,25

2.1.2. Reometria Rotacional

As investigações reológicas foram realizadas em um reômetro rotacional Anton Paar modelo MCR 92, equipado com o software RheoCompass™ e que opera em sistema Searle (Figura 2).

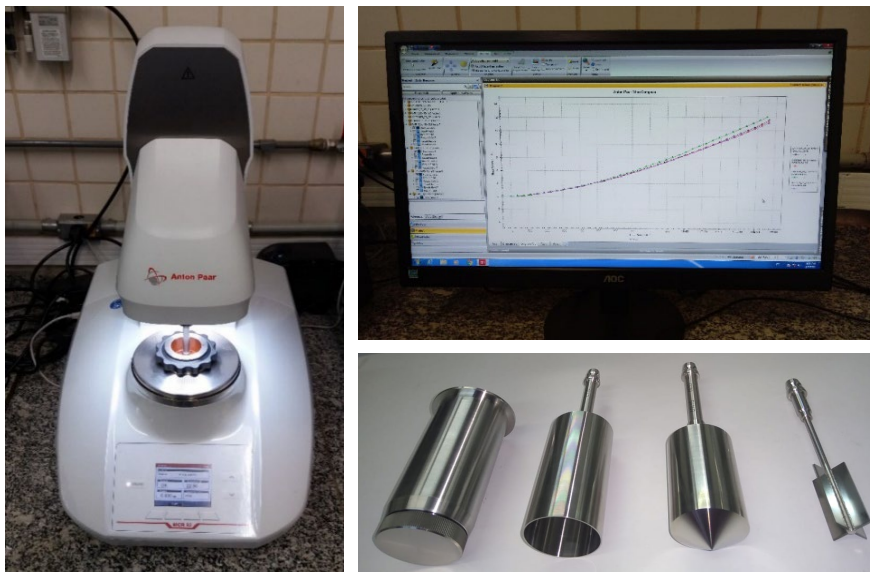


Figura 2. Reômetro Anton Paar e geometrias dos tipos cilindros concêntricos e vane.

Neste trabalho foi utilizada a geometria Mooney-Ewart (CC39) padrão ISO 3219 para a caracterização reológica das polpas de minério de ferro. Relativamente à geometria supracitada, os diâmetros dos cilindros externo e interno medem 42,010mm e 38,716mm, respectivamente. A altura do cilindro interno é de 60,014 mm e o ângulo da superfície cônica mede 120°.

Após a preparação das polpas nas concentrações de sólidos de 36,8% e 43,6% em massa, foi adotada uma etapa de agitação prévia, de modo a mitigar a sedimentação das partículas. Assim sendo, as polpas foram submetidas a uma taxa de cisalhamento inicial de 1450s^{-1} durante 2 minutos. Subsequentemente, a taxa foi sendo gradualmente reduzida até o valor de 50s^{-1} , permitindo obter os valores correspondentes para a tensão de cisalhamento e viscosidade aparente das suspensões. Os dados experimentais foram ajustados pelos modelos reológicos Lei da Potência e de Tscheuschner, disponíveis no software RheoCompass™.

2.2. Resultados

Os resultados da tensão em função da taxa de cisalhamento são apresentados na Figura 3. Na Figura 4 são reportados os resultados da viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento atinentes às polpas de minério de ferro.

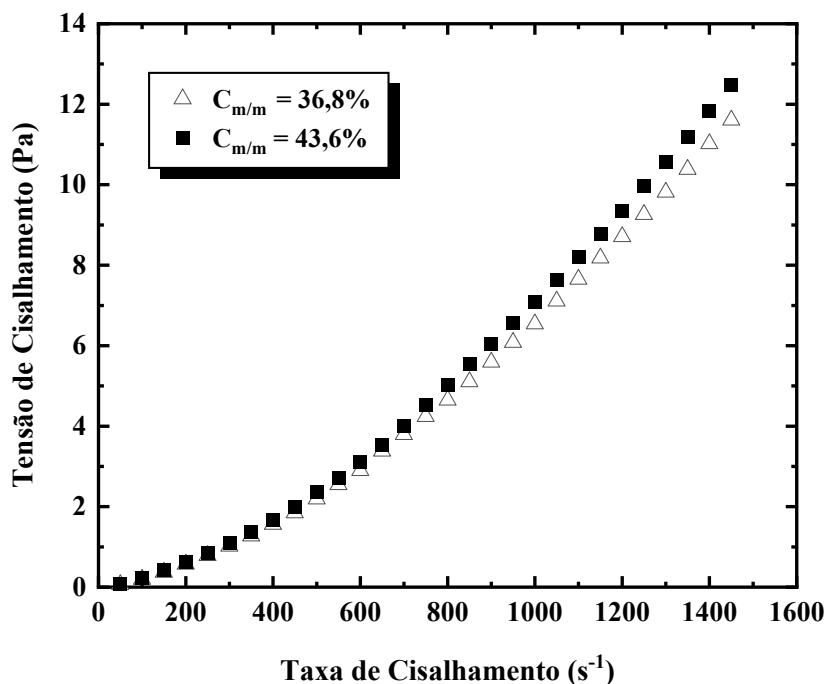


Figura 3. Tensão em função da taxa de cisalhamento referentes às suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

O aspecto característico de fluidos dilatantes é observado nos reogramas da Figura 3. Nesta mesma figura, verifica-se que em taxas de cisalhamento inferiores a 700s^{-1} os dois reogramas se aproximam e se sobrepõem. Para taxas de cisalhamento menores que 400s^{-1} os dois reogramas “se convertem” em um único reograma. Do ponto de vista reológico, as duas suspensões com diferentes concentrações de sólidos (e, portanto, dois fluidos distintos) “se transformam” em um mesmo fluido à medida que ocorre redução da taxa de cisalhamento. Tal comportamento sugere a ocorrência da sedimentação das partículas durante os experimentos, efeito este muito frequente em reômetros rotacionais e que se revela mais intenso em taxas de cisalhamento cada vez mais baixas.

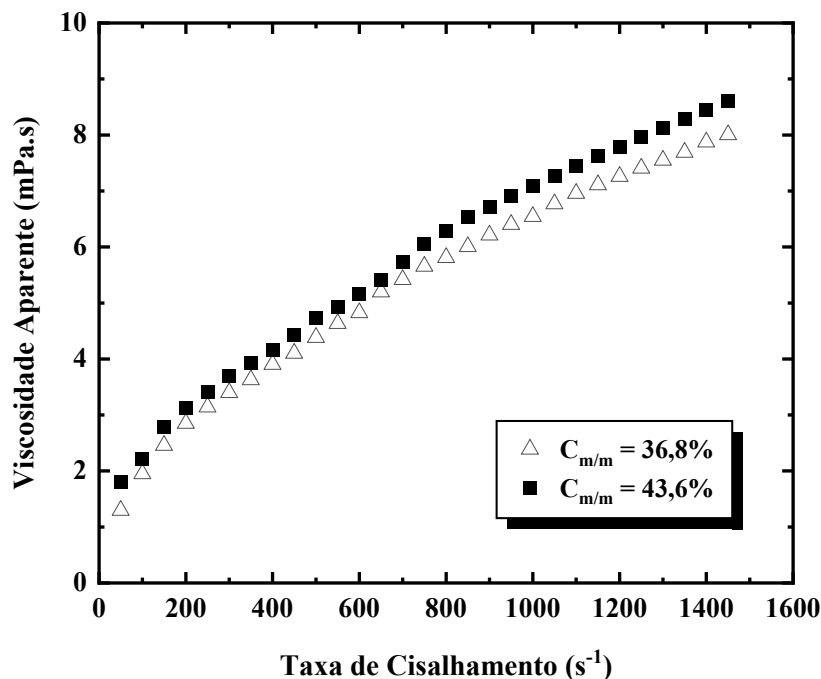


Figura 4. Viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento referentes às suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

Os resultados apresentados na Figura 4 corroboram o comportamento dilatante das polpas de minério de ferro, haja vista o aumento da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento. Na Figura 4 também se observa a aproximação das curvas com a redução da taxa de cisalhamento, evidenciada a partir dos valores abaixo de 700 s^{-1} . Portanto, verifica-se a primeira limitação dos dispositivos rotacionais quando aplicados a polpas constituídas por partículas densas que é o deletério efeito da sedimentação.

Os resultados experimentais foram ajustados satisfatoriamente ($R^2 = 0,99$) pelos modelos reológicos Lei da Potência e Tscheuschner e seus parâmetros são apresentados nas Tabelas 4 e 5, respectivamente. Na Tabela 6 são mostrados os modelos reológicos para as polpas de minério de ferro.

Tabela 4. Parâmetros de ajuste do modelo lei da potência aplicado aos reogramas das suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

$C_{m/m}$ (%)	K	n	R^2
36,8	$1,62 \times 10^{-4}$	1,535	0,99
43,6	$2,30 \times 10^{-4}$	1,493	0,99

Tabela 5. Parâmetros de ajuste do modelo de Tscheuschner aplicado aos reogramas das suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

$C_{m/m}$ (%)	τ_0 (Pa)	a	b	c	R^2
36,8	0,16	0,27	-0,28	0,99	0,99
43,6	0,20	0,30	-0,31	0,99	0,99

Tabela 6. Modelos reológicos obtidos para as suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

$C_{m/m}$ (%)	Lei da Potência	Tscheuschner
---------------	-----------------	--------------

36,8	$\tau = 1,62 \times 10^{-4} \dot{\gamma}^{1,532}$	$\tau = 0,16 + 0,27 \dot{\gamma} - 0,28 \dot{\gamma}^{0,99}$
43,6	$\tau = 2,30 \times 10^{-4} \dot{\gamma}^{1,493}$	$\tau = 0,20 + 0,30 \dot{\gamma} - 0,31 \dot{\gamma}^{0,99}$

Conforme se observa na Tabela 4, as magnitudes dos índices de comportamento (n) foram superiores a 1, o que de fato sinaliza comportamentos dilatantes para as polpas investigadas. O modelo de Tscheuschner contempla a tensão de escoamento (τ_0) e na Tabela 5 constam os valores referentes às polpas a 36,8% e 43,6% de sólidos, que foram de 0,16 e 0,20Pa, respectivamente.

A segunda limitação inerente aos dispositivos rotacionais e objeto de discussão do presente trabalho é a ocorrência dos vórtices de Taylor. Para identificá-los, faz-se necessário a determinação do número de Taylor (Ta) para todas as condições experimentais. Para tal objetivo, foram obtidos os dados de rotação do cilindro interno a partir do software RheoCompass. Subsequentemente, para cada taxa de cisalhamento aplicada, foram determinados a velocidade periférica do sensor e o número de Taylor, a partir das Equações 4 e 3, respectivamente. Os resultados de Ta em função da taxa de cisalhamento para as polpas de minério de ferro são apresentados na Figura 5.

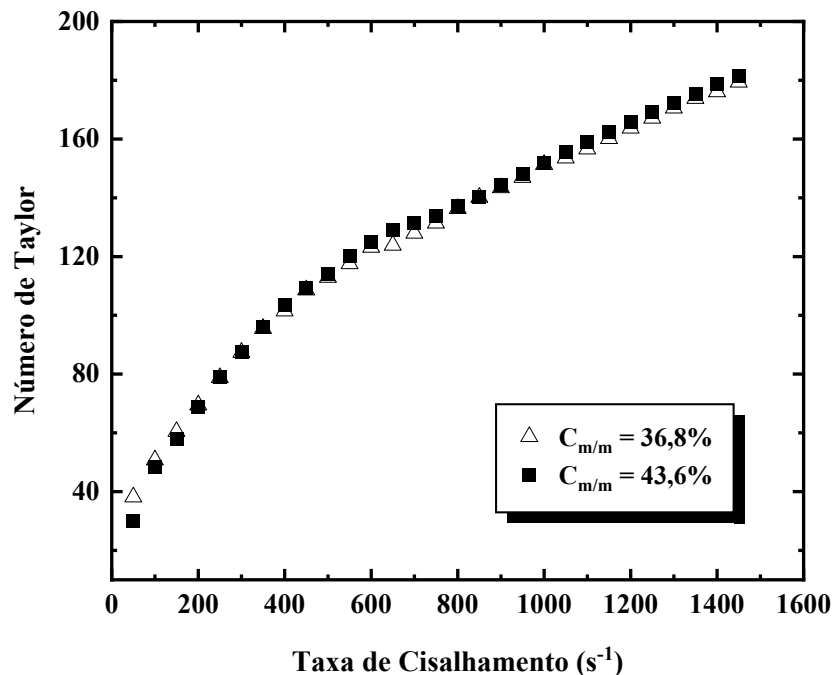


Figura 5. Número de Taylor em função da taxa de cisalhamento referentes às suspensões preparadas com o minério de ferro de Carajás.

A partir dos resultados, depreende-se que, exceto para a única condição em que a taxa de cisalhamento é inferior a 100s^{-1} , as magnitudes de Ta apresentaram valores compreendidos entre 41 e 400, o que revela ocorrência de regime laminar com a presença dos vórtices, conforme o critério discutido por Shi (2016). Além disso, observa-se uma redução mais acentuada nos valores de Ta quando $\dot{\gamma} < 500\text{s}^{-1}$, ou seja, no intervalo de taxa de cisalhamento em que há indícios da ocorrência da sedimentação de partículas, conforme as evidências apresentadas nos reogramas da Figura 1. Isto posto, os números de Taylor determinados em taxas inferiores a 500s^{-1} , podem ser menos consistentes, visto que em caso de sedimentação, as

massas específicas das suspensões cisalhadas serão menores do que os valores correspondentes às suspensões a 36,8% e 43,6% de sólidos em massa. Deste modo, para elucidar quaisquer dúvidas relacionadas à ocorrência das instabilidades de fluxo e dos vórtices de Taylor, aplicou-se a condição para o início da formação dos vórtices, conforme apresentado nas Inequações 5, 6 e 7.

$$Ta > 41,3 \quad (5)$$

$$\frac{(R_e - R_i)u_i\rho}{\eta} \sqrt{\frac{R_e - R_i}{R_i}} > 41,3 \quad (6)$$

$$N > \frac{41,3\eta}{2\pi R_i\rho(R_e - R_i)} \sqrt{\frac{R_i}{R_e - R_i}} \quad (7)$$

Deste modo, a Inequação 7 permite determinar a mínima rotação requerida para o surgimento das instabilidades de fluxo e dos vórtices, as quais foram comparadas com as rotações efetivamente aplicadas às suspensões durante os experimentos. A partir dos dados obtidos pelo software RheoCompass, foram selecionadas as rotações correspondentes às taxas de cisalhamento de 1450s^{-1} e 500s^{-1} , designadas por N_{1A} e N_{2A} , respectivamente. As taxas supracitadas correspondem ao maior e menor valor dentro do intervalo em que não ocorreu a sedimentação das partículas. Deste modo, N_{1A} e N_{2A} foram comparadas às taxas requeridas denominadas (N_{1R} e N_{2R}), conforme apresentado na Tabela 7.

Tabela 7. Rotação requerida (N_R) para o início da ocorrência dos vórtices de Taylor e rotação efetivamente aplicada (N_A) às suspensões preparadas com o minério de Carajás.

$C_{m/m}$ (%)	η_1 (mPa.s)	N_{1R} (s^{-1})	N_{1A} (s^{-1})	η_2 (mPa.s)	N_{2R} (s^{-1})	N_{2A} (s^{-1})
36,8	8,01	> 4,33	18,8	4,38	> 2,37	6,48
43,6	8,61	> 4,28	18,8	4,73	> 2,35	6,48

Os dados reportados na Tabela 7 comprovam que, de fato, as rotações aplicadas durante os experimentos foram significativamente superiores às rotações mínimas requeridas para o surgimento dos vórtices. Fica, portanto, demonstrada a segunda limitação associada à utilização dos reômetros rotacionais para suspensões instáveis, ou seja, aquelas constituídas por partículas com tendência à sedimentação. Apesar de seu emprego muito difundido, os dispositivos rotacionais são susceptíveis aos efeitos da força centrífuga, que podem promover instabilidades no fluxo, vórtices de Taylor e turbulência. Tais efeitos influenciam o comportamento reológico do material, uma vez que as instabilidades de fluxo podem ocasionar um aumento na resistência ao escoamento (Mezguer, 2006), o que em última análise significa um comportamento dilatante.

Os resultados obtidos no presente trabalho sinalizaram a ocorrência dos efeitos deletérios de sedimentação, força centrífuga, fluxos secundários e vórtices de Taylor. Além disso, revelaram um impasse ao qual se chega quando dispositivos rotacionais operam com suspensões particuladas com tendência à sedimentação. Elevadas taxas de cisalhamento podem impedir a sedimentação das partículas mas, ao mesmo tempo, criam condições favoráveis à ocorrência de força centrífuga, fluxos secundários, vórtices de Taylor e turbulência. Por outro lado, baixas taxas de

cisalhamento favorecem fluxos laminares em detrimento da turbulência, porém, não impedem a sedimentação das partículas. Evidentemente que todos os efeitos supracitados, isolados ou associados, comprometem a acurácia das medidas. Uma solução tecnológica viável foi proposta no trabalho de Louzada (2022), que recorre ao Princípio da Entropia Máxima e aos dispositivos tubulares para a investigação da reologia de polpas em condições de escoamento que se assemelham à realidade industrial, ou seja, regime turbulento, fluidos newtonianos e não-newtonianos e tubos rugosos.

3. CONCLUSÃO

Neste trabalho ficaram comprovadas algumas limitações atinentes aos viscosímetros e reômetros rotacionais quando aplicados para polpas de minério constituídas por partículas densas. Tais limitações decorrem dos efeitos de sedimentação de partículas e dos vórtices de Taylor que, isolados ou associados, comprometem seriamente a acurácia dos resultados. Os resultados revelaram que nas taxas de cisalhamento mais baixas ($\dot{\gamma} < 400\text{s}^{-1}$) aplicadas às polpas, os reogramas convergem para uma única curva, apontando fortes indícios de sedimentação. Por outro lado, taxas de cisalhamento elevadas permitem que as partículas permaneçam homogeneamente suspensas, todavia, propiciam a ocorrência dos vórtices de Taylor que, assim como a sedimentação, comprometem a qualidade dos resultados obtidos. Além disso, a tentativa de mitigar um efeito, a partir do aumento ou redução da taxa de cisalhamento, tem como consequência imediata a ocorrência do outro efeito e vice-versa. Pode-se concluir, portanto, que os dispositivos rotacionais não representam a melhor alternativa para se investigar a reologia de polpas constituídas por partículas grossas ou densas que tendem a sedimentar.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) e ao Instituto Tecnológico Vale (ITV) pelo suporte financeiro e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Universidade de São Paulo.

REFERÊNCIAS

- 1 Turian, RM, Ma, TW, Hsu, FLG, Sung, DJ. Characterization, settling, and rheology of concentrated fine particulate mineral slurries. *Powder Technology*. 1997; 93: 219 – 233.
- 2 Vieira, MG, Peres, AEC. Effect of rheology and dispersion degree on the regrinding of an iron ore concentrate. *Journal of Materials Research and Technology*. 2013; 2:332 – 339.
- 3 Kawatra, SK, Bakshi, AK. Rusesky, M.T. The effect of slurry viscosity on hydrocyclone classification. *International Journal of Mineral Processing*. 1996; 48:39 – 50.
- 4 Louzada, JCG. Princípio da Entropia Máxima aplicado à reologia de suspensões de minério de ferro. Tese de doutorado, Universidade de São Paulo; 2022.
- 5 Sampaio, CH, Tavares, LMM. Beneficiamento Gravimétrico – Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade. Porto Alegre: Editora da UFRGS; 2005.
- 6 Shabalala, NZP, Harris, M, Leal Filho, LS, Deglon, DA. Effect of slurry rheology on gas dispersion in a pilot-scale mechanical flotation cell. *Minerals Engineering*. 2011; 24:1448 – 1453.

- 7 Kawatra, SK, Bakshi, AK. On-line measurement of slurry rheology in a thickener at a copper concentrator. *Minerals & Metallurgical Processing*. 1998; 15:37 – 40.
- 8 Mezger, T.G. *The Rheology Handbook: For users of rotational and oscillatory rheometers*. Hannover: Vincentz Network; 2006.
- 9 Shi, F. Determination of ferrosilicon medium rheology and stability. *Minerals Engineering*. 2016; 98: 60 – 70.
- 10 Shi, FN, Napier-Munn, TJ. Measuring the rheology of slurries using an on-line viscometer. *International Journal of Mineral Processing*. 1996; 47: 153 – 176.
- 11 Klein, B, Laskowski, JS. Rheological measurements on settling suspensions: characterization of a cyanide leach pulp. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*. 1999; 20: 41 – 55.
- 12 Senapati, PK, Mishra, BK. Rheological characterization of concentrated jarosite waste suspensions using Couette e rheometry techniques. *Powder Technology*. 2014; 263: 58 – 65.