



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
UNIDADE ARAXÁ

DOUGLAS SOARES MOREIRA

A INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA NA FLOTABILIDADE DA HEMATITA

ARAXÁ/MG

2018

DOUGLAS SOARES MOREIRA

A INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA NA FLOTABILIDADE DA HEMATITA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Minas, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

Orientador: Prof. Me. Fábio de São José.

ARAXÁ/MG

2018

FOLHA DE APROVAÇÃO
DOUGLAS SOARES MOREIRA

A INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA NA FLOTABILIDADE DA HEMATITA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Minas do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

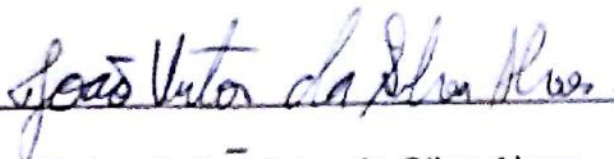
Araxá, 06 de Dezembro de 2018.



Presidente e Orientador Me. Fábio de São José.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG –
Unidade Araxá



Membro Titular: Me. Tamiris Fonseca de Souza.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG –
Unidade Araxá



Membro Titular: João Victor da Silva Alves.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG –
Unidade Araxá

*Aos meus pais e familiares, pelo apoio incondicional,
acreditando na realização dos meus sonhos, e em minhas conquistas.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me conceder saúde e força para prosseguir na caminhada, na realização desse trabalho e dos meus estudos.

Aos professores do curso do Departamento de Minas e Construção Civil, pela ajuda, orientação e ensinamentos, possibilitando a apresentação desse respectivo trabalho.

A professora, Me. Maria Auxiliadora Mendes Aguiar, pela disponibilidade de materiais para realização desse trabalho.

Ao meu orientador, Prof. Me. Fábio de São José, pela dedicação, tempo e paciência, confiando em meu potencial na realização do trabalho.

Aos membros da banca Prof. Me. Tamiris Fonseca de Souza e Gr. João Victor da Silva Alves, pela prontidão no aceite.

Aos estimados professores Leandro Henrique Santos, Michelly dos Santos Oliveira e Felipe de Moraes Russo, por passarem seu amor pela profissão aos alunos e nos inspirarem.

Ao João Victor e João Antônio, técnicos do Laboratório de Tratamento de Minérios e amigos, pelo suporte e atenção.

Aos meus pais, Jose Edison e Marly Soares, e ao meu irmão, Ivo Soares, por terem acreditado em meu potencial desde o primeiro instante e terem me acompanhado até o final, não medindo esforços para me apoiar.

A minha família, como um todo, pelo carinho.

Aos amigos feitos no CEFET/MG, que além de caminharem ao meu lado, deixando minha caminhada mais leve e alegre.

EPÍGRAFE

*“Há homens que lutam um dia e são bons.
Há homens que lutam um ano e são melhores.
Há os que lutam muitos anos e são muito bons.*

Porém, há os que lutam toda a vida.

Esses são os imprescindíveis”.

Bertolt Brecht.

RESUMO

Por meio de testes de microflotação foi possível observar a variação de arraste, dosagem e pH para as diferentes hematitas cominuídas. O teste de arraste mostrou uma grande correlação com a taxa de injeção de gás nitrogênio no tubo de Hallimond, possibilitando assim a definição de uma vazão ótima do gás nitrogênio. Foi observado também, a variação da flotabilidade dos minerais em determinado pH, definindo assim qual valor ótimo para demais testes com outras variáveis. Os testes permitiram também a obtenção da dosagem ótima de reagente a ser utilizada no processo. Confirmou-se, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) o aspecto morfológico de hematita especular e compacta, assim como a mineralogia e o grau de pureza das amostras por meio de difratometria de raios X (DRX). Por fim, foram analisados os potenciais zeta de ambas as hematitas, para possibilitar correlações com flotabilidade das mesmas. É de conhecimento a influência da morfologia na flotabilidade de minerais, mas sabe-se também que a essa contribuição morfológica somam-se efeitos não naturais, causados principalmente pelo processamento, como o tipo de cominuição a que se submete a amostra. Desse exposto, é possível definir parâmetros pontuais por meio de ensaios de microflotação, tais como dosagem, vazão de gás ótima e pH de flotação, que se correlacionam com a particularidade morfológica do mineral e disponibilizá-los para uma dada aplicação. Duas morfologias de hematitas (especular e compacta) foram estudadas nesse trabalho e apresentaram características ímpares no que se refere à flotabilidade. Outro parâmetro avaliado foi o tipo de cominuição das amostras e notou-se que quando as partículas cominuídas via moinho de barras às amostras apresentam maior heterogeneidade nos tamanhos dos grãos refletindo assim nos ensaios de flotabilidade. Notou-se que a morfologia da hematita impacta de certo modo na flotabilidade, sendo que a hematita especular apresentou maior rugosidade/porosidade, e ainda indícios de quartzo, e, portanto flotabilidade maior do que a hematita compacta. A vazão ótima obtida para a amostra foi de 50 cm³/min. A dosagem ótima obtida nesse respectivo trabalho foi de 2 mg/L. Tanto para a dosagem, quanto para a vazão foram utilizados pH's constante igual a 10.

Palavras-chave: Flotabilidade. Microflotação. Hematita. Dosagem. Morfologia.

ABSTRACT

By means of micro flotation tests it was possible to observe the variation of drag, dosage and pH for the different hematite comminuted. The drag test showed a high correlation with the rate of nitrogen gas injection in the Hallimond tube, thus enabling the definition of an optimum flow rate of the nitrogen gas. It was also observed, the variation of the buoyancy of the minerals in a determined pH, thus defining what optimal value for other tests with other variables. The tests also allowed obtaining the optimal dosage of reagent to be used in the process. The morphological aspect of specular and compact hematite, as well as the mineralogy and the degree of purity of the samples were confirmed by means of scanning electron microscopy (SEM) by means of X-ray diffractometry (XRD). Finally, the zeta potentials of both hematites were analyzed to allow correlations with buoyancy. The influence of morphology on the buoyancy of minerals is known, but it is also known that to this morphological contribution are added non-natural effects, mainly caused by processing, as the type of comminution to which the sample is submerged. From this, it is possible to define punctual parameters by means of micro flotation tests, such as dosage, optimum gas flow and flotation pH, which correlate with the morphological particularity of the mineral and make them available for a given application. Two hematite morphologies (specular and compact) were studied in this work and presented unique characteristics with regard to buoyancy. Another parameter evaluated was the type of comminution of the samples and it was noticed that when the particles fragmented by bar mill to the samples present greater heterogeneity in the sizes of the grains thus reflecting in the buoyancy tests. It was observed that the hematite morphology has some impact on the buoyancy, with specular hematite having a higher roughness / porosity, and also with quartz, and therefore greater buoyancy than compact hematite. The optimum flow obtained for the sample was $50 \text{ cm}^3 / \text{min}$. The optimal dosage obtained in this respective work was $2 \text{ mg} / \text{L}$. For both the dosage and the flow rate, pH values of 10 were used.

Keywords: Buoyancy. Microflotation. Hematite. Dosage. Morphology.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Quantidade de ferro brasileiro no mercado externo e interno.....	15
Figura 2.1: Reservas de Minério de Ferro nacional e internacional.....	18
Figura 2.2.1: Hematita em seu estado bruto.....	18
Figura 2.2.2: Formações morfológicas da hematita.....	19
Figura 2.3: Variáveis importantes na flotação.....	21
Figura 2.4: Modelo de Gibbs da Interface.....	23
Figura 2.5: Potencial zeta da hematita em função do pH.....	25
Fluxograma 1: Processo realizado via moinho de discos.....	30
Fluxograma 2: Processo realizado via moinho de barras.....	31
Figura 3.1: Tubo de Hallimond	34
Figura 4.1: Difratoograma de raios X	41
Figura 4.2: Hematita especular e compacta cominuída por barras e por discos.....	42
Figura 4.3: Teste de microflotação variando a vazão.....	44
Figura 4.4: Referência da flotabilidade pela dosagem de amina.....	46
Figura 4.5: Flotabilidade com relação ao pH da solução.....	47
Figura 4.6: Análise do potencial zeta	48

LISTA DE QUADROS

Quadro 3.1: Equipamentos utilizados durante os experimentos.....	30
Quadro 3.2: Reagentes e fabricantes utilizados nos procedimentos de microflotação.....	31
Quadro 3.3: Locais e alíquotas dos procedimentos realizados.....	33

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DRX – Difratorômetro de raio X

MEV – Microscópio Eletrônica de Varredura

DCE – Dupla Camada Elétrica

pH – Potencial Hidrogeniônico

PIE – Ponto Isoelétrico

LISTA DE SÍMBOLOS

P_f - probabilidades flotação;

P_c - probabilidades colisão;

P_a - probabilidades adesão;

P_p - probabilidades permanência e remoção.

Sumário

1 – Introdução	15
2 - Referenciais Teóricos	16
2.1 – Minério de Ferro	16
2.2 – Hematita	17
2.3 - Tratamento de Minérios	19
2.3.1 – Flotação	20
2.3.2 – Química de superfície	22
2.3.2.1 – Influência do pH da polpa.....	23
2.3.2.2 – Potencial Zeta (ζ).....	24
2.3.3 – Adsorção de coletores	25
2.3.4 – Coletores	26
2.4 – Flotação de minério de ferro.....	27
2.4.1 – Microflotação.....	28
2.5 - Difratomia de raios X (DRX)	29
2.6 – Microscopia de Varredura Eletrônica (MEV)	29
3 – Metodologia	29
3.1 – Amostras.....	29
3.1.1 – Materiais e equipamentos	30
3.2 – Preparação das amostras e caracterização	32
3.2.1 – Difratomia de raios X (DRX)	33
3.2.2 – Microscopia de Varredura Eletrônica (MEV)	33
3.3 – Microflotação.....	34
3.3.1 – Preparo da água destilada	35
3.3.2 – Preparo do reagente.....	35
3.3.3 - Flotabilidade natural das hematitas	36
3.3.4 – Flotabilidade variando a dosagem de reagente.....	37
3.3.5 – Flotabilidade variando o pH.....	38
3.4 - Potencial zeta	39
4 – Resultados e Discussão	40
4.1 – Difratomia de raios X (DRX)	40
4.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	41
4.3 – Microflotação.....	43
4.3.1 – Teste de flotabilidade natural	43
4.3.2 – Teste de Dosagem de Reagente (Amina)	44

4.3.3 - Teste de flotabilidade variando o pH	46
4.4 – Potencial Zeta	47
5 – Conclusão	49
Referências Bibliográficas	50

1 – Introdução

A atual crise econômica tem impactado todos os setores industriais. Apesar disso, há ainda considerável demanda latente pela obtenção de bens minerais, o que viabiliza o setor econômico e a extração mineral. Com o intuito de obter uma geração de lucro crescente, aumenta-se o investimento em desenvolvimento tecnológico com o objetivo de diminuir a margem de custos e aperfeiçoar os processos industriais.

De acordo com Bradesco (2017), a quantidade de minério de ferro que foi exportada e comercializada internamente, mesmo com o sistema econômico em crise, têm atingido grandes proporções. No Brasil, das 400 milhões de toneladas de minério de ferro produzidas em 2017, aproximadamente 14% foi destinado ao mercado interno, sendo que destes, 91% foi direcionado para a siderurgia diretamente e apenas 9% do minério de ferro seguiu para o processo de pelotização (Figura 1).

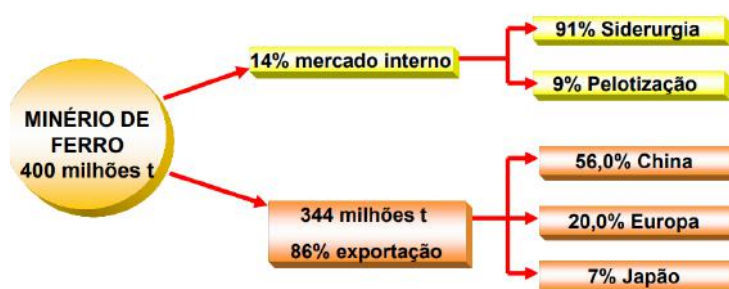


Figura 1: Quantidade de minério de ferro brasileiro no mercado externo e interno. Fonte: (Bradesco, 2017).

Segundo Santana (2012), a necessidade de se obter uma produção eficiente é de fundamental importância para a manutenção do negócio, exigindo assim maior conhecimento tecnológico para obtenção dos insumos minerais de qualidade. E com o minério de ferro não é diferente, sendo de suma importância o constante levantamento de informações que implementam a eficiência do processo. Fato esse que justificou a realização deste trabalho, o qual possibilitou análises comparativas entre as diferentes morfologias de hematitas, o tipo de cominuição usado e resultados de caracterização mineral em ensaios de flotabilidade.

A hematita apresenta morfologias adversas, e estas podem influenciar diretamente nas etapas de cominuição e concentração. Através dos ensaios realizados neste trabalho, foi possível confirmar a influência de diferentes morfologias na flotabilidade mineral e a eficiência do processo, além do impacto do tipo de cominuição na mesma flotabilidade.

O principal objetivo desse trabalho foi à investigação da influência de diferentes morfologias/efeitos da cominuição na flotabilidade indevida da hematita por meio de testes de microflotação. Dessa forma, foram abordados no respectivo trabalho os seguintes objetivos específicos: A confirmação da mineralogia das hematitas por DRX; a análise morfológica das hematitas por MEV; a determinação do potencial zeta por meio de medidas eletrocinéticas com suspensões das hematitas; a investigação do efeito do pH, e da dosagem de reagente na flotabilidade dos minerais e a análise da flotabilidade da hematita para testes de flotação catiônica reversa do minério de ferro.

2 - Referenciais Teóricos

2.1 – Minério de Ferro

O minério de ferro tem sido uma das maiores *commodities* comercializadas mundialmente. Esse apresenta grande importância no mercado internacional e tem sido amplamente estudado, desde a sua formação até mesmo a sua forma de extração, concentração e processamento siderúrgico.

A crosta terrestre apresenta em sua constituição, cerca de 36% de ferro. Quando encontrado nas camadas mais superficiais, devido ao contato intenso com o oxigênio, o ferro se apresenta na forma de óxido (Grotzinger *et al*, 2006).

No Brasil o ferro é extraído principalmente da hematita (Fe_2O_3). Conforme Gomes *et al* (2013), o ferro também pode ser obtido na ilmenita (FeTiO_2), goethita ($\text{FeO}(\text{OH})$) e magnetita (Fe_3O_4). É válido destacar que a principal diferença entre a magnetita e a hematita é que ambas apresentam

cristalografia e magnetismo diferente, apesar de apresentarem a mesma participação química, apenas oxigênio e ferro.

Em conformidade com Jesus (2004), o planeta terra possui em sua estrutura cerca de 330 bilhões de toneladas de minério de ferro a serem exploradas e beneficiadas. Contudo, nesse número leva também em consideração o minério de ferro de baixo teor, o qual atualmente esta sendo mais encontrado na crosta terrestre, e para a utilização do mesmo se torna obrigatório o uso de processos de beneficiamento para concentrá-lo.

Dentre todos os países, o Brasil é o terceiro no âmbito de extração de minério de ferro (Figura 2.1A). De acordo com Bradesco (2017), no Brasil o minério de ferro pode ser encontrado em larga escala, principalmente nos estados de Minas Gerais, Mato Grosso do Sul e Pará (Figura 2.1B).

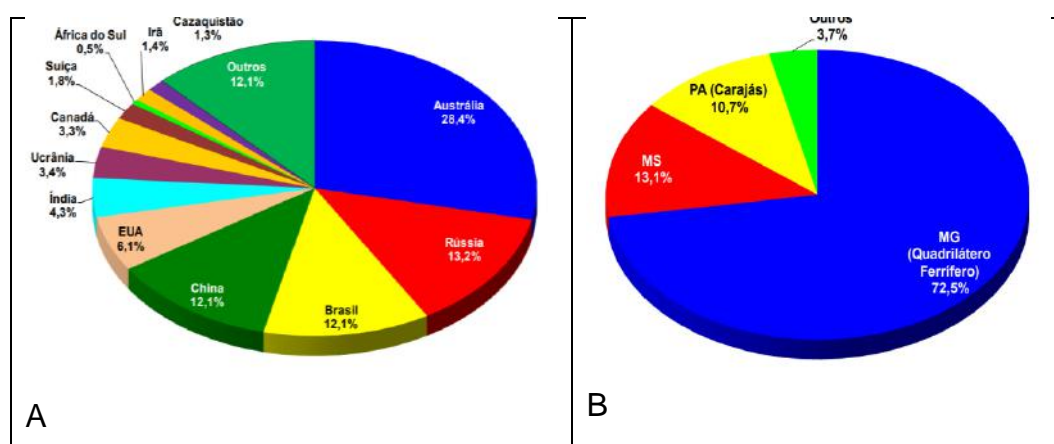


Figura 2.1: Reservas de Minério de Ferro nacional e internacional (Bradesco, 2017).

2.2 – Hematita

A hematita ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$) é o mineral de ferro encontrado em maior abundância no Brasil. A hematita apresenta em sua constituição estequiométrica, cerca de 70% de ferro.

A hematita apresenta fratura sub-conchoidal, partição romboédrica a basal e se destaca principalmente nas cores preta ou cinza metálica (Figura 2.2.1). Esta também possui dureza na escala de Mohs entre 5,5 e 6,5 e uma massa específica de aproximadamente $5,26 \text{ g/cm}^3$ (Vilela *et al*, 2004).



Figura 2.2.1: Hematita em seu estado bruto (Yu & Henry, 2017).

A hematita pode ser encontrada com diferentes macroestruturas, das quais as mais conhecidas são a hematita especular e compacta. A maior diferença entre essas hematitas se destaca tanto em sua forma de fratura, quanto em sua resistência mecânica. De acordo com Gomes *et al* (2013), o tamanho, a forma e a distribuição dos cristais no mineral influenciam diretamente na redutibilidade (parâmetro siderúrgico) e na resistência mecânica dos aglomerados formados por esses minerais. Através de estudos estruturais, foram constatados que a hematita compacta apresenta um aumento na resistência mecânica dos aglomerados e uma redução da porosidade e da redutibilidade. Já na hematita especular ocorre exatamente o inverso. Além disso, por possuir mais alto custo de beneficiamento e também mais baixa reatividade química a hematita compacta pode ser devidamente substituída pelo itabirito, tanto na sinterização quanto na pelotização, processos de aglomeração.

Como a morfologia pode impactar diretamente na forma em que o minério é extraído e inclusive no tratamento (desde a cominuição até a etapa de concentração) é válido a investigação da influência da morfologia nesse aspecto. Com base nessas informações, Marques (2013) *apud* Águiar (2014), observou as diferenças morfológicas encontradas na hematita, podendo ser encontrada principalmente nas estruturas especular e compacta. Tais estruturas compactas e especulares são, juntamente com outras estruturas, ilustradas na Figura 2.2.2.

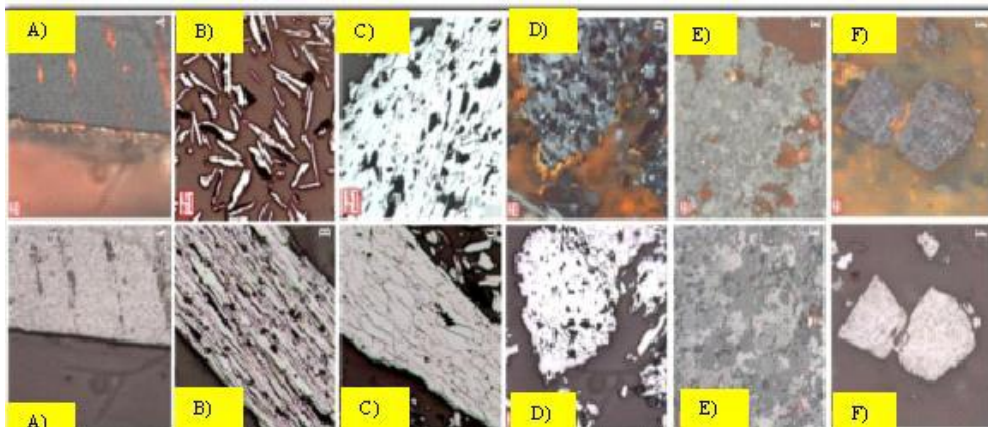


Figura 2.2.2: Formações morfológicas da hematita. A - hematita microcristalina; B - hematita especular; C - hematita lamelar; D - hematita granular; E - hematita sinuosa e F - hematita martítica (Aguiar, 2014).

2.3 - Tratamento de Minérios

O tratamento de minérios consiste no processamento industrial de bens minerais visando a modificação da granulometria, da concentração das espécies presentes ou ainda da forma, sem modificar a identidade química ou física do mesmo. Para se realizar o beneficiamento de minérios não existe uma fórmula padrão, pois o tratamento do material irá depender tanto das características e complexidades do material, quanto da aplicabilidade restrita da respectiva faixa granulométrica.

A necessidade de se fazer o tratamento de minérios metálicos está relacionada com o não utilizar o minério tal como é lavrado, ou seja, não encaminhá-lo diretamente para o processo de metalúrgico. Portanto, deve-se fazer o tratamento do minério de ferro para que se possa obter uma melhor qualidade do mesmo e um baixo custo nos respectivos processos de beneficiamento e siderurgia. Portanto, no tratamento de minérios, apesar de ser essencialmente técnico e complexo em determinadas aplicações, não se deve menosprezar o seu conceito fundamental.

De acordo com Luz (2004), deve-se destacar que na prática não é possível obter uma separação completa dos constituintes minerais, ou seja, muitas partículas de interesse que foram processadas no beneficiamento mantêm ainda íntima associação com partículas do mineral indesejado, mesmo

que seja mínimo. Através dessa circunstância, é observado que quanto maior o teor dos concentrados no rejeito, maiores são as perdas e, portanto, mais baixas são as recuperações metalúrgicas nos processos.

2.3.1 – Flotação

Os processos de concentração podem ser descritos como a capacidade de se dar a um ou mais componentes minerais heterogêneos com velocidade diferente da velocidade mantida pelas demais espécies presentes na mistura. Para que ocorra a devida velocidade diferencial é necessária à existência de propriedades diferenciadoras.

A propriedade diferenciadora, a qual vem a influenciar indubitavelmente a concentração por flotação, segundo Baltar (2010) e Luz *et al* (2004), é dada pela capacidade de partículas se prenderem à bolhas de gás. Se essa partícula consegue se associar a uma gama de bolhas, a densidade relativa do conjunto (partícula e bolha) se torna menor do que a do fluido e faz com que haja um deslocamento vertical do conjunto para a superfície livre do fluido.

No processo de flotação, a hidrofobicidade é conhecida como uma propriedade natural ou induzida por meio de adições de reagentes no sistema. Partículas hidrofóbicas não apresentam afinidade com a água e partículas hidrofílicas podem ser hidrofobizadas com o uso do reagente adequado. O caráter hidrofóbico do mineral obtido via indução, é aferida por meio de reagentes chamados coletores.

Conforme Fuerstenau (1995), a flotação é um processo considerado complexo, sendo que esse engloba várias variáveis, tanto mineralógicas, quanto químicas e de processo. Entretanto, as variáveis mineralógicas abrangem a composição das fases minerais e características como porosidade, grau de liberação e a forma da mesma (Figura 2.3).

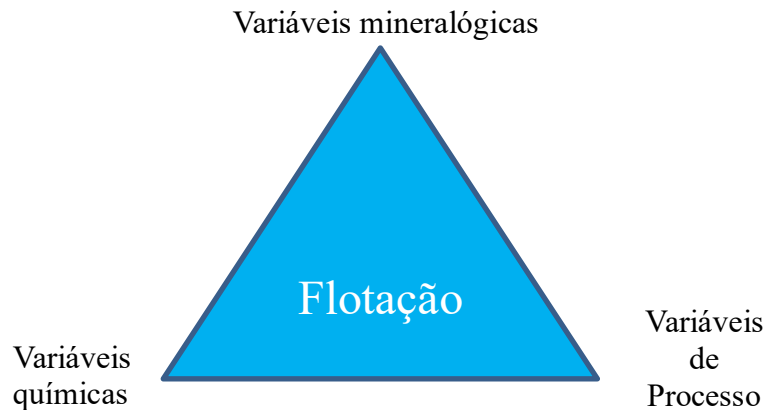


Figura 2.3: Variáveis importantes na flotação; modificado (FUERSTENAU, 1995).

Além das variáveis que devem ser observadas no processo de flotação, para que a concentração ocorra efetivamente, existem alguns mecanismos que também devem ser analisados (Tabosa (2007) *apud* Furtado (2017)):

1. Colisão e adesão seletiva de partículas às bolhas de ar;
2. Resistência ao cisalhamento e transferência de partículas a zona de espuma;
3. Resistência do agregado partícula-bolha na espuma e sua transferência ao concentrado.

Em conformidade com Santos *et al* (2010), é possível interpretar a flotação através de um modelo matemático probabilístico, o qual determina a probabilidade de se obter o mineral desejado por flotação (Equação 1). Esta equação se baseia principalmente no parâmetro de colisão, adesão e transporte do mineral útil, obtendo desse modo o flotado/concentrado.

$$P_f = P_c \times P_a \times P_p \times P_r \quad (1)$$

P_f - probabilidades flotação;

P_c - probabilidades colisão;

P_a - probabilidades adesão;

P_p - probabilidades permanência e remoção.

Consoante com Luz *et al* (2004), cada termo do modelo probabilístico matemático tem uma determinada função. A probabilidade de adesão (P_a) está

correlacionada ao ambiente químico predominante em um dado sistema de flotação. Portanto a mesma poderá ser influenciada pela mineralogia, reagentes e até mesmo as condições da polpa, sendo controlada predominantemente pelas forças superficiais. A probabilidade de colisão (P_c) é influenciada pelo tamanho da partícula, da bolha e, em geral, pelas condições hidrodinâmicas, sendo independente da hidrofobicidade da partícula. E a probabilidade de permanência (P_p), apresenta uma relação direta entre a força de adesão do agregado partícula-bolha e do ângulo de contato.

2.3.2 – Química de superfície

Na flotação a contribuição da química de superfície da partícula tem por objetivo separar minerais úteis de outros minerais dispersos em solução aquosa. Através de agentes tensoativos, que controlam as propriedades da superfície, se obtém uma eficiente separação com boa seletividade.

Nos processos de flotação a água é o meio dispersante mais usado. Para Luz *et al* (2004), nesse sistema (suspensão de partículas em água) forças de Van der Waals e forças eletrostáticas contribuem para que as partículas se agreguem (contribuição por adsorção física não específica), fazendo com que o processo de beneficiamento com a água seja o mais econômico possível. Entretanto, Luz (1996) *apud* Águiar (2014) relata que devido a uma estreita faixa das forças intermoleculares, uma interface pode ser considerada como a região de espessura finita, por meio do qual a energia, densidade e outras propriedades termodinâmicas modificam-se gradualmente (Figura 2.4).

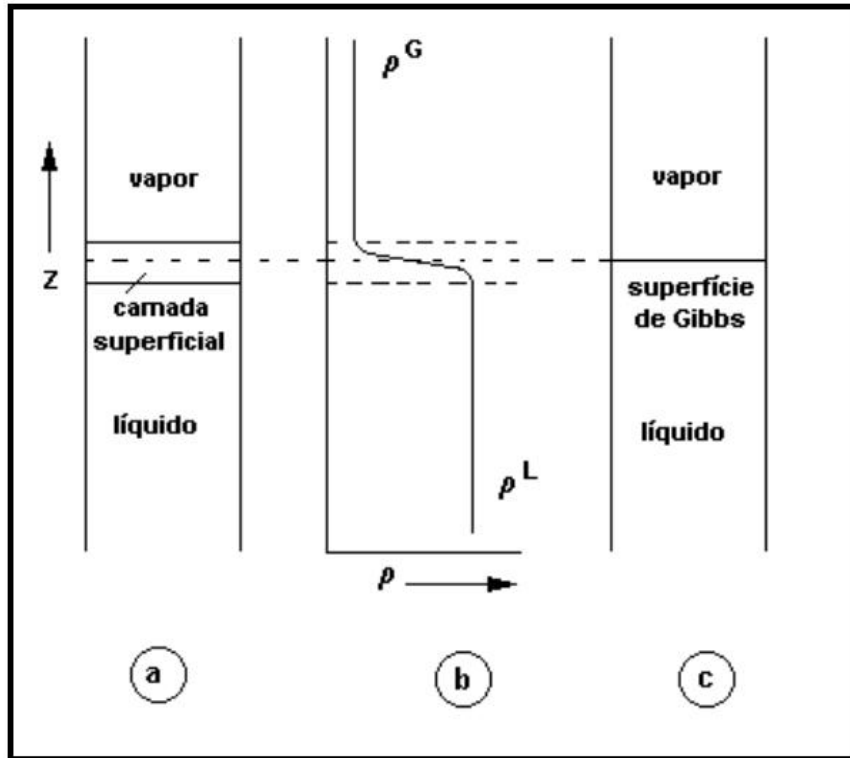


Figura 2.4 – A: Representação esquemática da superfície de um líquido puro; B: variação da densidade de adsorção na região interfacial; C: Modelo de Gibbs da Interface (Luz, 2004).

2.3.2.1 – Influência do pH da polpa

Baltar (2010) discorre sobre que a influência do pH torna-se mais evidente nos sistemas de flotação que utilizam coletores e os quais adsorvem-se fisicamente. Assim dependem do excesso de carga elétrica existente na superfície da partícula. Portanto, o pH da polpa pode influenciar diretamente nos respectivos processos de flotação: carga elétrica superficial das partículas (as espécies OH^- e H^+ são determinantes de potencial para a maioria dos minerais); adsorção dos reagentes; formação de precipitados; estado de dispersão da polpa; estado de ionização de reagentes; espécies químicas dissolvidas na água, originando assim cargas superficiais nas partículas por hidratação, por exemplo.

O pH considerado ótimo para realizar a flotação da hematita, segundo Viana *apud* Furtado (2017), encontra-se entre 9,5 e 10,5; sendo que nesta faixa se sobressai a ação espumante da amina (coletor catiônico mais utilizado na flotação reversa de minério de ferro), mas ocorrendo ainda a coparticipação da

forma iônica desse reagente, portanto ação coletora. Em pH ácido tem-se uma predominância da espécie iônica no meio, e o inverso também segue sendo válido (em pH mais básico há predominantemente à forma molecular da amina).

2.3.2.2 – Potencial Zeta (ζ)

O potencial zeta é um potencial de atração ou repulsão eletrostática ou das cargas das partículas que afetam diretamente a estabilidade de uma suspensão. A aferição desse oferece um maior detalhamento sobre as possíveis causas de dispersão, agregação ou até mesmo floculação, o qual pode ser aplicado para melhorar as possíveis emulsões e suspensões num processo de flotação e espessamento. O monitoramento desse parâmetro, segundo a Malvern Panalytical (fornecedora de instrumentação científica), pode reduzir os custos de aditivos e o controle de dosagem a ser aplicado em determinada situação.

O valor do potencial zeta pode sofrer variações na superfície mineral relativo as seguintes situações: variando-se a concentração de sais, a concentração de íons que determinam o potencial, o pH, a concentração de surfactantes, a concentração do íon determinante de potencial, o qual é identificado por obter o potencial zeta igual á zero definido como ponto isoelétrico (PIE), e este se relaciona diretamente com a estabilidade do sistema.

De acordo com Luz (1996) *apud* Nascimento *et al* (2010) o único potencial eletroquímico que pode ser mensurado experimentalmente é o potencial zeta, sendo esse um importante parâmetro a ser medido com o auxílio da eletrocinética. O potencial zeta é medido junto ao plano de cisalhamento entre partícula-solução em um meio fluido que mantém movimento relativo na presença de um campo elétrico. As técnicas mais utilizadas para a determinação do potencial zeta são a eletroforese e o potencial de escoamento.

A respectiva relação entre o potencial zeta da hematita em função do pH pode ser observada no gráfico da Figura 2.5, que também identifica PIE dos minerais. Nessa figura, pode-se concluir que, a hematita apresentou potencial zeta igual á zero em um pH ácido igual a 6.

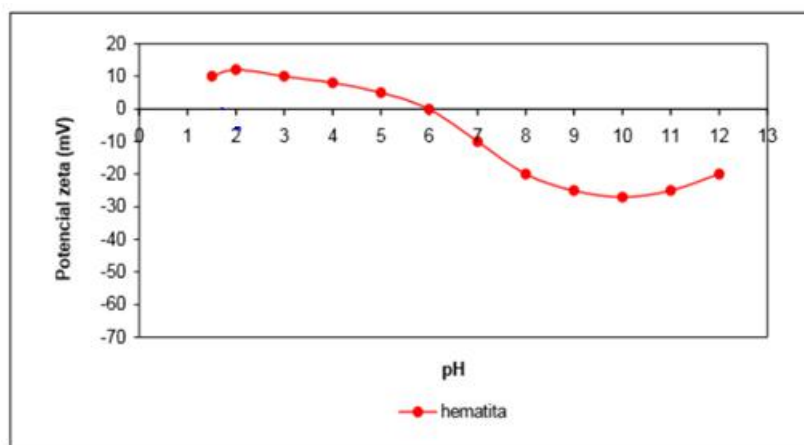


Figura 2.5: Potencial zeta da hematita em função do pH. Adaptado de: Vieira *apud* Furtado, 2017.

2.3.3 – Adsorção de coletores

Em conformidade com Nascimento (2010), a adsorção de coletores sobre a superfície mineral ocorre devido à atração eletrostática ou por interação química (adsorção) da mesma com íons metálicos na superfície mineral e com o fluido.

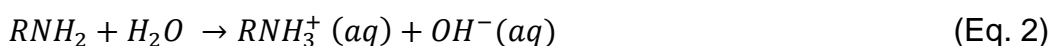
Para Brandão *apud* Nascimento (2010), a hematita cujo ponto isoelétrico é seis, será flotada quando um surfactante aniônico for usado nas condições de pH correspondentes ao potencial zeta positivo através de uma adsorção física. Além disso, há uma aparente contradição no modelo supracitado, sendo que pode haver flotação com íons coletores, cuja carga é igual a da interface, processando assim a adsorção em regiões de pH relativamente próximas ao PIE. Nestas regiões o potencial zeta, tem valor absoluto relativamente baixo.

2.3.4 – Coletores

Enfatizado por Leja *apud* Nascimento (2010), os coletores são surfactantes, que se adsorvem seletivamente na interface sólido/líquido, tornando as partículas hidrofóbicas. Estas partículas são denominadas de anfipáticas, as quais o grupo polar da mesma consiste em associação de dois ou mais átomos com ligações covalentes. Este pode ser apresentado tanto como caráter aniônico, como com um caráter catiônico.

Os coletores catiônicos são adsorvidos e desorvidos de forma rápida e fácil, isso leva há um menor grau de seletividade dos mesmos em relação aos coletores aniônicos. A amina é um dos coletores mais utilizados atualmente na indústria mineral sendo que a ionização da mesma ocorre na solução aquosa por protonação (Equação 2).

Em solução, dentre as reações decorrentes, a reação para se adquirir a amina se sucede do seguinte modo: adiciona-se a amina em forma molecular na água, com isso ocorrerá uma interação entre água e amina, essa reação liberará hidróxido na água deixando o meio mais básico. A amina adquire um hidrogênio e fica com radical positivo sendo considerado assim um coletor catiônico.



Conforme explicou Baltar (2010), existem dois tipos de mecanismos para a amina adsorver na superfície mineral. O primeiro é por interações intermoleculares, o qual existe uma interação entre as cadeias carbônicas pelas forças de Van der Waals e a segunda, se dá pela atração eletrostática, decorrente pela interação de íons de cargas opostas na superfície mineral e do grupo funcional da amina.

O excesso ou a falta de reagente na flotação reversa do minério de ferro podem trazer algumas complicações tais como: o excesso pode causar o aumento da coleta de ferro fino na espuma, a saturação na área de coleta, gerando uma espuma escorregadia e comprometendo o concentrado, o aumento do consumo de amina, a inversão de carga na superfície da sílica,

tornando-a hidrofílica, o aumento do volume de espuma causando perdas nas bombas.

Já com relação à falta de amina, pode ocorrer: elevação do teor de sílica no concentrado, baixo teor de ferro no rejeito e concentrado, rejeitos pobres em ferro.

2.4 – Flotação de minério de ferro

Atualmente, com as reservas de minério de ferro apresentando baixo teor, se faz necessário a utilização de etapas de concentração mais eficazes, para que se possam adequar de modo satisfatório o teor do mineral.

Dentre os métodos de flotação do minério de ferro, se destacam os seguintes métodos:

1. Flotação direta aniônica do minério de ferro;
2. Flotação reversa aniônica do minério de ferro;
3. Flotação direta catiônica do minério de ferro;
4. Flotação reversa catiônica do minério de ferro.

As etapas de concentração geralmente são utilizadas para minerais de baixo teor, os quais necessitam atingir um respectivo teor para adequar eficiência do processamento nos demais processos subsequentes. Dentre as operações citadas, para a separação da ganga do mineral minério, se destacam dois processos, a flotação aniônica direta do minério de ferro e a flotação catiônica reversa do minério de ferro.

Para Chaves (2012), os coletores mais utilizados na flotação aniônica direta do minério de ferro são os sulfonatos de petróleo, hidroxamatos e os ácidos graxos.

Já a flotação catiônica reversa é um dos métodos mais utilizados para se concentrar o minério de ferro. Utiliza-se nesse como principal coletor a amina para os silicatos e depressor o amido para o óxido de ferro. Separando assim a ganga silicatada do material desejado com alta eficiência.

2.4.1 – Microflotação

Conforme Baltar (2010), a microflotação compreende a técnica fundamental de flotação que utiliza pequenas alíquotas amostrais puras ou purificadas, equipamento específico e delicado e, capaz de viabilizar campanhas rápidas e de baixo custo. Tem como vantagem a realização de ensaios bem controlados e reprodutíveis, permitindo assim o estudo do mecanismo de interação entre reagentes e as superfícies minerais e o levantamento das melhores condições físico-químicas da suspensão/polpa, pH, etc.

Segundo Luz *et al* (2004), os microflotadores são tratados como sistemas simplificados, usualmente para minerais isolados, com água destilada e reagentes purificados. O escalonamento para as condições de flotação convencional de bancada ou industrial deve ser considerado com extrema reserva. Mesmo assim, os resultados obtidos em um equipamento de microflotação podem servir como um guia durante a seleção das condições operacionais em células de bancada, levando à economia de recursos humanos e materiais.

O tubo de Hallimond é a célula de microflotação mais utilizada, sendo que essa utiliza amostras com massa entre 1,0 e 2,0 gramas e um mecanismo de agitação (agitador magnético) (Leja, 1982). Segundo Araújo (1982), em estudos de microflotação com os minerais quartzo e hematita, usando uma amina graxa primária com cadeia de 10 a 12 átomos de carbono, observa-se que a região de máxima flotabilidade para ambos minerais está compreendida entre os valores de pH de 9 a 10,5.

Através da placa porosa na base é inserido um fluxo de gás no interior do tubo. Sobre a base, se coloca um bastão magnético, o qual é responsável pela agitação e condicionamento juntamente com o agitador magnético localizado abaixo do tubo.

2.5 - Difractometria de raios X (DRX)

A difratometria de raios X é uma das ferramentas básicas para a caracterização mineralógica dos minerais. Esse método é baseado na interação das ondas na frequência de raios X, que geralmente circunda em torno de 0,7 a 2,3 Å, com repetição sistemática do retículo cristalino. Portanto, pela própria definição, deve ser aplicada apenas a materiais cristalinos, e não amorfos (Luz *et al*, 2004).

2.6 – Microscopia de Varredura Eletrônica (MEV)

De acordo com Baltar (2010), o microscópio de varredura eletrônica é acoplado a um espectrômetro de dispersão de energia, sendo que esses permitem a devida caracterização dos materiais. O funcionamento desse é baseado na interação de um feixe de elétrons finamente colimado com a amostra. As imagens devidamente geradas são ótimas relações para se verificar a morfologia dos minerais podendo chegar a uma resolução de poucos nanômetros.

3 – Metodologia

O conhecimento dos processos realizados nesse trabalho é de fundamental importância para que a pesquisa e o conhecimento adquirido através da mesma transmitam tal sabedoria dos feitos realizados e como os mesmos foram feitos. O sucesso das determinadas pesquisas transmite através dos respectivos procedimentos a sabedoria de como prosseguir em testes futuros para analisar outros minerais e até mesmo morfologia de acordo com o objetivo do estudo.

3.1 – Amostras

As amostras utilizadas nesse trabalho foram fornecidas pela Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) – Mina Casa de Pedra, localizada no município de

Congonhas-MG. As amostras recebidas possuíam tamanho acima de 150 µm e foram previamente cominuídas por moinho de barras e moinho discos para adequação à metodologia de microflotação. As amostras foram preparadas em diferentes moinhos com o intuito de avaliar os efeitos de diferentes tipos de cominuição na flotabilidade mineral.

3.1.1 – Materiais e equipamentos

Os materiais utilizados durante os procedimentos são destacados no Quadro 3.1, declarando quais foram às etapas utilizadas, os equipamentos, os modelo e fabricantes dos equipamentos. Nessa tabela torna-se claro as etapas necessárias para realização desse trabalho, que foram: a preparação das amostras, a difratometria de raios X, a microscopia de varredura eletrônica, o potencial zeta e a microflotação.

Etapa(s)	Equipamento(s)	Modelo/Tipo	Fabricante
Preparação das amostras	Gral de ágata	-	-
Preparação das amostras	Peneiramento	Série Tyler	Bertel
Preparação das amostras	Moinho	Barras	-
Preparação das amostras	Moinho	Discos	-
Preparação de reagentes	Vidrarias (balões, béqueres, pipetas e funis)	-	-
Condicionamento	Agitador magnético	78HW-1	Fisatom
Secagem de produtos	Estufa	-	Olidef Cz
Preparação das amostras	Balança analítica	BG2000	Gehaka
Microflotação	Medidor de pH	HL113	Hanna instruments
Microflotação	Tubo de Hallimond modificado	-	Haloquímica
Determinação de potencial zeta	Célula eletroforética	4.0	ZetaMeter
Caracterização mineralógica	Difratômetro	EMPYREAN	PANalytical
Caracterização mineralógica	Microscópio eletrônico de varredura	6360LV	JEOL JSM

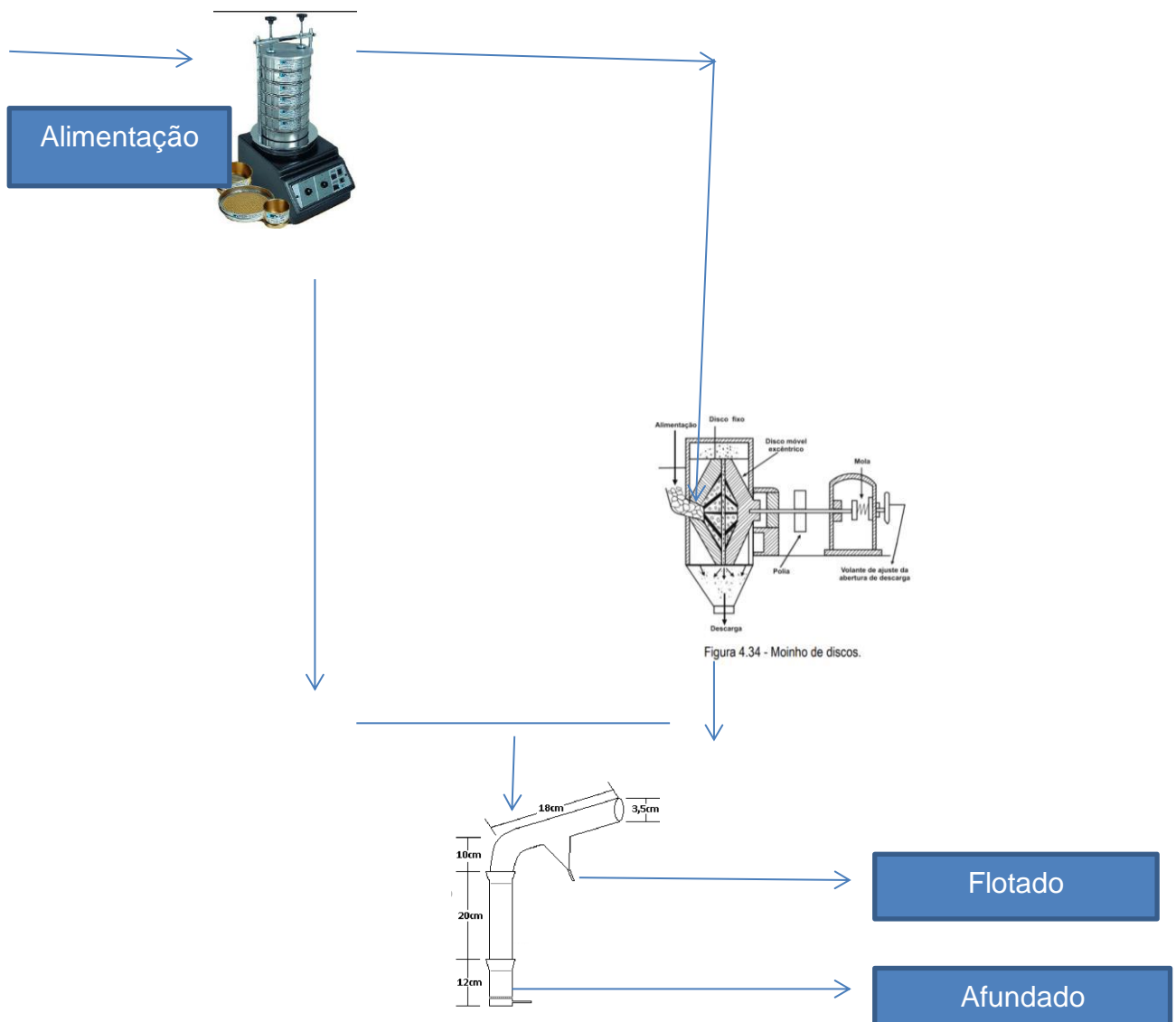
Quadro 3.1 – Equipamentos utilizados durante os experimentos.

O Quadro 3.2, mostra os reagentes utilizados nos testes de microflotação, juntamente com o fabricante de cada reagente.

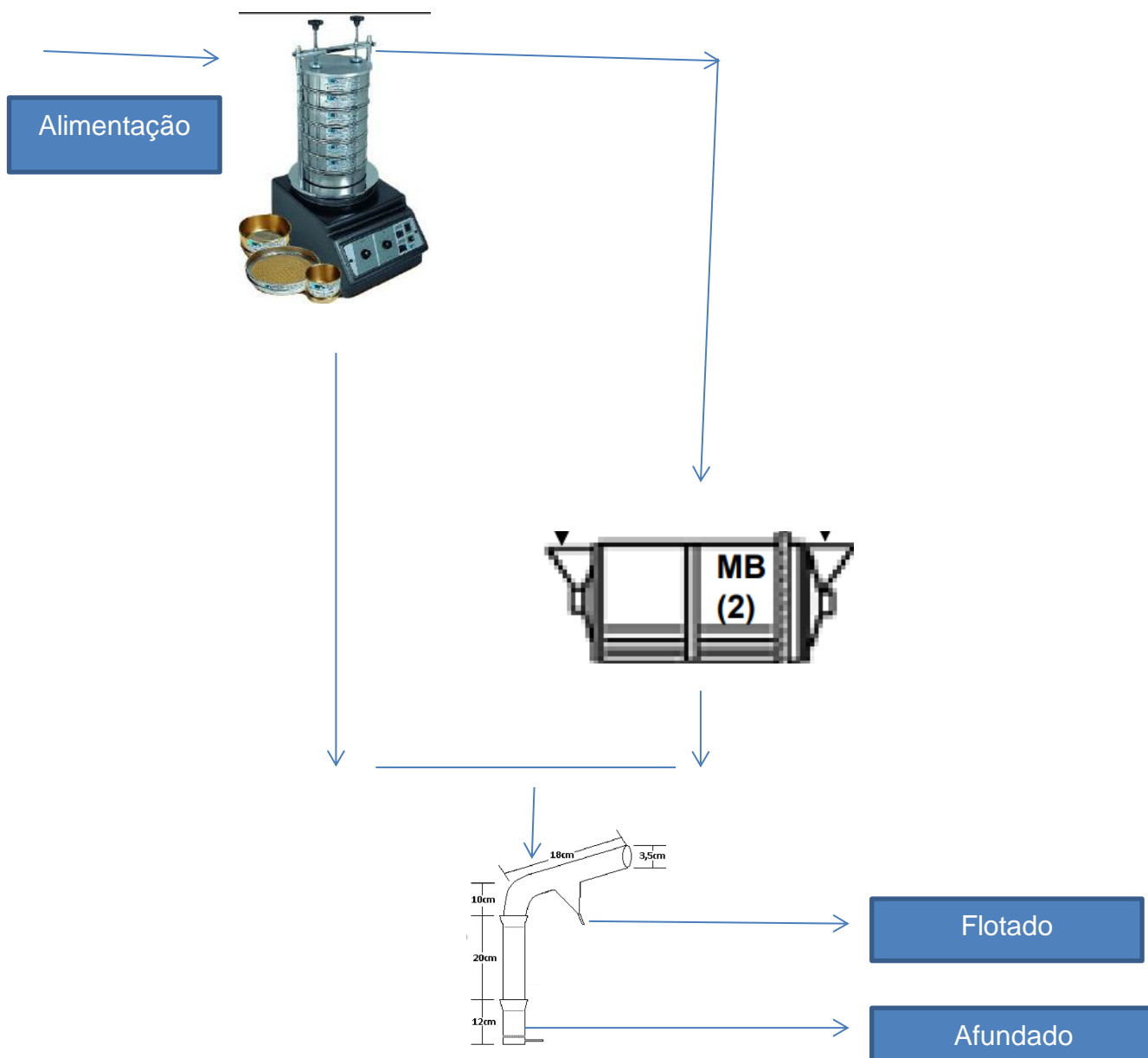
Função	Coletor	Modulador de pH
Denominação	Amina Flotigam EDA 3	HCl
		NaOH
Fabricante	Clariant	Neon

Quadro 3.2 – Reagentes e fabricantes utilizados nos procedimentos de microflotação.

De acordo com os seguintes materiais, pode-se analisar o fluxograma de como se sucedeu o procedimento.



Fluxograma 1: Fluxograma do processo via moinho de discos.



Fluxograma 2: Fluxograma do processo via moinho de barras.

3.2 – Preparação das amostras e caracterização

Os testes e a caracterização das amostras foram realizados em quatro laboratórios distintos, sendo dois destes na Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), um na Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP) e um no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), unidade de Araxá. Os dados dos experimentos realizados são citados na Quadro 3.3, sendo que essa tabela mostra qual etapa sucedeu e a alíquota utilizada no experimento, assim como o local de realização das análises.

Etapa	Granulometria (µm)	Local	Alíquota
Difratometria de raios X (DRX)	-38	Laboratório de difratometria da UFMG	1g
Microscopia de varredura eletrônica (MEV)	-38	Laboratório de microscopia eletrônica da UFMG	1g
Microflotação	-150 +75	Laboratório de química do CEFET-MG	1g
Potencial Zeta	-38	Laboratório de flotação da UFOP	0,025g

Quadro 3.3 – Locais e alíquotas dos procedimentos realizados.

A caracterização da hematita foi realizada por meio de análises mineralógicas em difratômetro de raios X (DRX) e também por análise morfológica via microscopia de varredura eletrônica (MEV).

3.2.1 – Difratometria de raios X (DRX)

Para se realizar os testes de difratometria das amostras pulverizadas de hematita compacta e especular, foi utilizado o difratômetro da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) do laboratório de raios X, o qual nos indicou claramente o grau de pureza mineralógica das amostras utilizadas.

Para a realização do teste de difratometria de raios X necessitou-se à pulverização das amostras de hematita previamente cominuídas em moinho de barras ou moinho de discos. As amostras foram pulverizadas em gral de ágata e classificadas por peneiramento para obtenção de massa passante em 38 µm.

3.2.2 – Microscopia de Varredura Eletrônica (MEV)

Os resultados dos ensaios de microscopia de varredura eletrônica indicaram a forma das partículas de hematita especular e compacta e a influência do tipo de fragmentação nessa forma.

Para a realização deste ensaio, também foi utilizada alíquota de 1 grama de amostra de hematita, previamente fragmentada via moinhos e posteriormente pulverizada em gral de ágata até se obter material passante em 38 μm .

3.3 – Microflotação

Os ensaios de microflotação foram realizados no tubo de Hallimond. Esse tubo específico apresenta algumas partes importantes a serem analisadas. A parte intermediária do tubo, correspondente a um extensor de altura, utilizado para que o arraste hidrodinâmico de finos durante o processo seja o mínimo possível. Na parte superior, há uma região de recolhimento, sendo que nesta é possível obter o produto flotado, e na parte inferior o afundado. O tubo de Hallimond com o extensor utilizado tem capacidade de 320 mL (Figura 3.1 A e B).

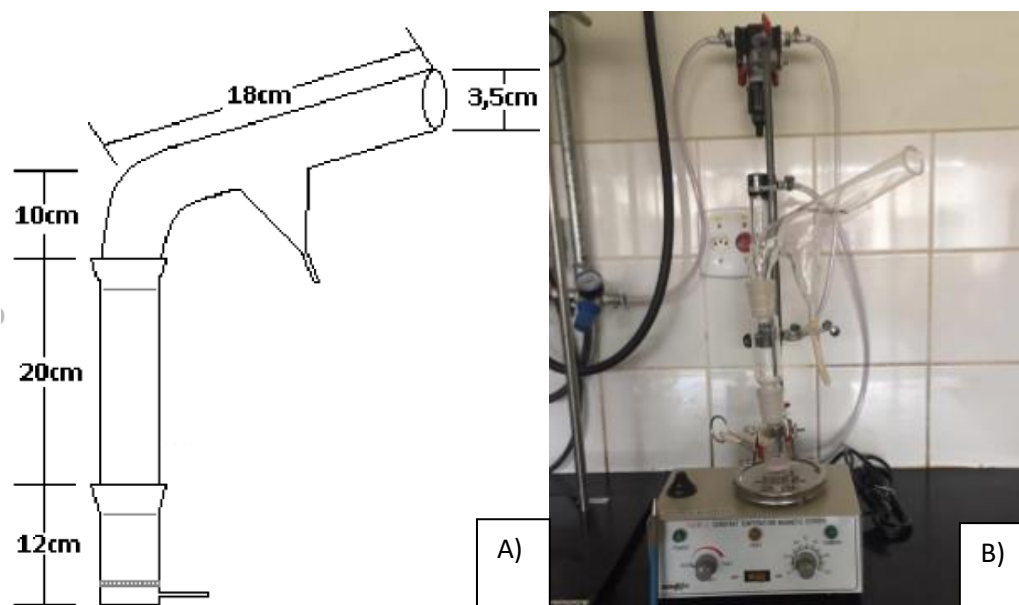


Figura 3.1 – (A) Tubo de Hallimond esquemático (Baltar, 2010). (B) Tubo de Hallimond utilizado no laboratório do CEFET-MG/Araxá.

A flotabilidade dos minerais é a relação de quanto material foi flotado em relação ao total alimentado. Essa correlação foi verificada utilizando a Equação 3.1:

$$\text{Flotabilidade (\%)} = \frac{\text{Massa do flotado}}{\text{Massa do flotado} + \text{Massa do afundado}} \times 100 \text{ (Eq. 4.1)}$$

O cálculo da flotabilidade das hematitas possibilitou a análise quanto as características ideais de pH de flotação, dosagem e vazão de gás.

3.3.1 – Preparo da água destilada

A água destilada produzida no laboratório de química do CEFET - Araxá possuía pH entre 8,5 e 9. Portanto, para a realização dos testes foi necessário o ajuste desse pH, por meio de adições de ácidos (HCl) e bases (NaOH), para os valores de ensaio.

3.3.2 – Preparo do reagente

O preparo de reagentes se resume, basicamente, nos procedimentos utilizados para se alcançar a concentração desejada da amina.

Preparo de amina 0,1% (p/v) – “solução mãe” e da diluição do mesmo em 0,01%:

- 1) Pesou-se em uma balança analítica 1g do reagente Flotigam EDA;
- 2) Despejou-se o reagente em uma proveta de 1 litro e completou-se com água destilada, já com pH ajustado conforme item 3.3.1;
- 3) Agitou-se a solução por 1 minuto no agitador magnético com uma barra magnética para homogeneização da solução.
- 4) Para a solução de concentração 2mg/L de solução de amina, diluiu-se 100 g da solução anterior em um novo recipiente de 1 litro.
- 5) Acrescenta-se a água destilada no pH desejado no recipiente até completar o menisco de 1 litro.
- 6) Como os testes foram realizados em triplicatas, pegaram-se três béquers pequenos e despejou-se nos mesmos 50 mL da solução final, para a realização dos testes de microflotação.
- 7) Ao termino dos testes, foi feito a proporção das dosagens para 4, 6, 8 e 10 mg/L repetindo o processo para cada dosagem.

3.3.3 - Flotabilidade natural das hematitas

Avaliar a flotabilidade natural da hematita auxilia na busca pela informação de quanto a hematita poderá ser arrastada em um processo de microflotação e, qual vazão representaria a menor porcentagem de arraste em determinada solução, definindo assim a vazão ótima de flotação. Para isso, foram realizados testes em triplicatas variando a vazão do gás nitrogênio de 20 cm³/min até 110 cm³/min, variando de 10 em 10 cm³/min. Salienta-se que o gás utilizado se trata de um gás inerte, portanto a interferência na operação do mesmo será a menor possível, auxiliando assim em uma maior credibilidade nos resultados dos testes.

O pH utilizado para realizar os experimento de flotação foi ajustado entre 10 e 10,5, pois como visto na bibliografia consultada, é a melhor faixa de pH para que ocorra a flotação reversa do minério de ferro, assim foi possível avaliar o quanto os parâmetros estudados poderiam contribuir para uma flotação catiônica direta dos portadores de ferro.

Os procedimentos realizados foram organizados da seguinte maneira:

- 1) Pesou-se 1 g (+/- 0,005g) de mineral puro com tamanho entre -150 +75 μm ;
- 2) Os papéis de filtro foram pesados e depois identificados com o número de cada amostra e como flotado e afundado;
- 3) Ambientaram-se os componentes do tubo de Hallimond modificado com água destilada;
- 4) Ajustou-se a água destilada a ser utilizada no teste de arraste em pH na faixa de 10 á 10,5.
- 5) Foi colocado 1g do mineral juntamente com a barra magnética na parte inferior do tubo;
- 6) Colocou-se o extensor de altura e a parte superior do tubo;
- 7) Adicionou-se 50 ml de água destilada;
- 8) Agitou-se a suspensão por 3 minutos;
- 9) Adicionou-se água destilada até a marcação de 320 mL;
- 10) Ligou-se o gás;

- 11) Flotou-se por 1 minuto;
- 12) Desligou-se o agitador e a liberação de gás ao mesmo tempo;
- 13) Separou-se o afundado e flotado;
- 14) Filtrou-se cada produto;
- 15) As partes filtradas foram secadas em estufa por 12 horas a uma temperatura de 100°C;
- 16) Após atingir a umidade ambiente (3 horas após a sua retirada), pesaram-se os filtros;
- 17) Calculou-se a flotabilidade através da Equação 4.1;
- 18) Definiu-se a Vazão ótima.

3.3.4 – Flotabilidade variando a dosagem de reagente

A triagem da dosagem de reagente foi um processo realizado em triplicatas. Nesse procedimento, foram utilizadas dosagens de 2 até 10 mg/L, variando de 2 em 2 e, permitiu definir a dosagem ótima. Além dessas dosagens foram feitos testes para dosagens menores para visualizar a continuidade da flotabilidade junto a dosagem acrescida no teste.

Os seguintes procedimentos foram realizados nessa etapa dos testes:

- 1) Pesou-se 1 g (+/- 0,005 g) de mineral puro com tamanho entre -150 +75 μm ;
- 2) Foi medido o peso dos papéis de filtro e identificaram-se os mesmos com o número de cada amostra, e foram devidamente marcados como flotado e afundado.
- 3) Ambientaram-se os componentes do tubo de Hallimond modificado com água destilada;
- 4) Ajustou-se a água destilada a ser utilizada no teste de arraste em pH na faixa de 10 á 10,5.
- 5) Foi colocado 1g do mineral juntamente com a barra magnética na parte inferior do tubo;
- 6) Colocou-se o extensor de altura e a parte superior do tubo;
- 7) Adicionou-se 50 ml de amina;
- 8) Condiçionou-se o minério e o reagente por 3 minutos;

- 9) Adicionou-se água destilada até a marcação de 320 mL;
- 10) Com a vazão estabelecida no teste de arraste utilizou a mesma em todos os testes de dosagem;
- 11) Ligou-se o gás;
- 12) Flotou-se por 1 minuto;
- 13) Desligou-se o agitador e a liberação de gás ao mesmo tempo;
- 14) Separou-se o afundado e flotado;
- 15) Filtrou-se cada produto;
- 16) Levaram-se as partes filtradas para a estufa por 12 horas a uma temperatura de 100°C;
- 17) Após atingir a umidade ambiente (3 horas após a sua retirada), pesaram-se os filtros;
- 18) Calculou-se a flotabilidade através da equação 4.1.
- 19) Definiu-se a dosagem ótima.

3.3.5 – Flotabilidade variando o pH

Definidos a dosagem ótima e a vazão ótima, partiu-se a verificar qual o melhor pH. Os testes foram realizados em triplicatas, com variação do pH de 2 a 12, com intervalos de 2 em 2. Os procedimentos realizados nessa etapa são apresentados a seguir:

- 1) Pesou-se 1 g (+/- 0,005g) de mineral puro com tamanho entre -150 +75 μm ;
- 2) Os papéis de filtro foram pesados e depois identificados com o número de cada amostra e como afundado e flotado.
- 3) Ambientaram-se os componentes do tubo de Hallimond modificado com água destilada;
- 4) A água destilada foi regulada de acordo com o pH de cada ocasião;
- 5) Foi colocado 1g do mineral juntamente com a barra magnética na parte inferior do tubo;
- 6) Colocou-se o extensor de altura e a parte superior do tubo;
- 7) Adicionou-se 50 ml de solução de amina – previamente com o pH definido anteriormente para o teste;

- 8) Condiçionou-se o minério com o reagente por 3 minutos;
- 9) Adicionou-se água destilada até a marcação de 320 mL;
- 10) Flotou-se por 1 minuto;
- 11) Separou-se o flotado e afundado;
- 12) Filtrou-se cada produto;
- 13) As partes filtradas foram secadas em estufa por 12 horas na temperatura de 100°C;
- 14) Após atingir a umidade ambiente (3 horas após a sua retirada), pesaram-se os filtros;
- 15) Calculou-se a flotabilidade através da Equação 4.1.
- 16) Definiu-se o pH ideal.

3.4 - Potencial zeta

Os ensaios de potencial zeta foram realizados com o objetivo de determinar a influência do reagente no comportamento eletroforético dos minerais. O equipamento Zeta Meter 4.0 de determinação do potencial zeta fornece o valor médio de referido potencial, possibilitando verificar a relação da amostra mineral/reagente com o pH.

O ensaio foi realizado com amostras das hematitas pulverizadas no Laboratório de Flotação do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP).

O potencial zeta permitiu analisar o potencial de cisalhamento entre as partículas na solução, na presença de um reagente, observando assim o comportamento da partícula, podendo obter como análise tanto o PCZ, quanto o PIE da partícula.

Nesse ensaio, foi utilizado uma solução de KNO_3 , como eletrólito indiferente, e reguladores de pH nas concentrações de 1% (p/v). Esse teste foi realizado em duplicatas. Os procedimentos para realização dos ensaios de potencial zeta foram:

- 1) Misturou-se aproximadamente 0,025g de mineral puro pulverizado em 1 litro de solução contendo amina;

- 2) Transferiu-se parte das misturas para provetas de 100 mL e mediu o pH de cada uma delas. O restante da solução foi mantido no balão volumétrico;
- 3) O pH das seis provetas foi ajustado para os seguintes valores: 2, 4, 6, 8 e 10;
- 4) Aguardaram-se 5 minutos para o estabelecimento do equilíbrio na suspensão de particulados;
- 5) Extraíu-se cuidadosamente, a meia altura da proveta, volume suficiente para preenchimento da célula de eletroforese;
- 6) Mediu-se a velocidade de migração eletroforética das partículas que foram influenciadas pelo campo elétrico gerado pelo Zeta Meter 4.0.

4 – Resultados e Discussão

Os resultados obtidos nesse trabalho foram adquiridos com a realização de testes de caracterização e microflotação, os quais foram detalhados nos itens anteriores. Para obter uma maior clareza no entendimento dos processos, os resultados são mostrados em gráficos e tabelas.

4.1 – Difratomia de raios X (DRX)

A análise de difratometria de raios X, tanto de hematita especular, quanto de hematita compacta, mostra que ambas as amostras podem ser consideradas puras (Figuras 4.1 (a) e (b)). A amostra de hematita compacta apresentou picos somente de hematita, o que demonstra claramente a pureza da amostra mineral. Já na amostra de hematita especular, pode-se observar a presença de quartzo, que podem causar algum impacto no teste de flotabilidade.

Para a estimativa da proporção de quartzo na amostra de hematita especular seria necessário averiguações mais aprofundadas, como determinações semi-quantitativa por meio do método Rietveld. No entanto, não houve tempo hábil para tal determinação.

Barbosa (2009) verificou, com auxílio de luz refletida polarizada, que cristais de hematita tabular estavam rodeados trechos de quartzo e de hidróxido de ferro. Isso pode contribuir para uma redução na massa específica desse tipo de hematita e, portanto facilitar o arraste quando esta se encontra em granulometria muito fina.

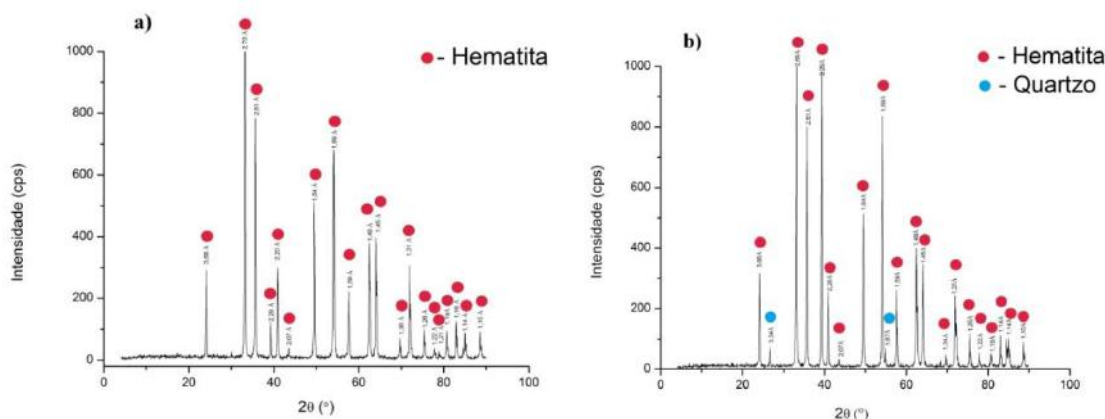


Figura 4.1: Difratograma de raios X das amostras de hematita compacta (a), hematita especular (b).

4.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Através do teste de microscopia eletrônica de varredura, foi possível confirma dois tipos de hematitas (compacta e especular), cominuídas em dois moinhos diferentes (barras e discos). As imagens da Figura 5.2 refletem como as amostras estão dispostas depois da cominuição das mesmas através do moinho de barras ou moinho de discos.

As hematitas cominuídas por moinho de barras apresentaram maior heterogeneidade de tamanho entre os grãos, além de aparentarem grãos mais equigranulares. Já o moinho de discos gerou grãos mais regulares em tamanho e quanto à forma, maioria alongada, nota-se maior homogeneidade.

Pode-se notar também a diferença quanto ao aspecto superficial entre as hematitas compacta e especular. De acordo com Gomes *et al* (2013), a hematita compacta apresenta uma menor rugosidade superficial e menor porosidade, o que implica num material com massa específica maior quando se

compara com a hematita especular. Além disso, a hematita compacta é mais competente do que a hematita especular, ou seja, é mais difícil de fragmentar.

Semelhante a conclusões de Gomes (2013) e analisando as imagens geradas no MEV (Figuras 4.2), a hematita especular sugere uma estrutura menos resistente mecanicamente, mais poroso e mais fácil de fragmentar. Como essa, apresenta uma maior porosidade em sua estrutura, a possibilidade da flotabilidade desta ser maior do que a compacta é grande.

Como é de pouco conhecimento é válido destacar as propriedades de acordo com Luz 2004. Esse moinho tem dois discos com ressaltos internos, sendo um fixo e outro móvel, dotado de movimento excêntrico. A alimentação ocorre através da abertura central do disco fixo e assim sofre o impacto e o atrito do disco móvel que com seu movimento excêntrico vai fragmentando e forçando o material para a periferia, caindo depois numa câmara coletora.

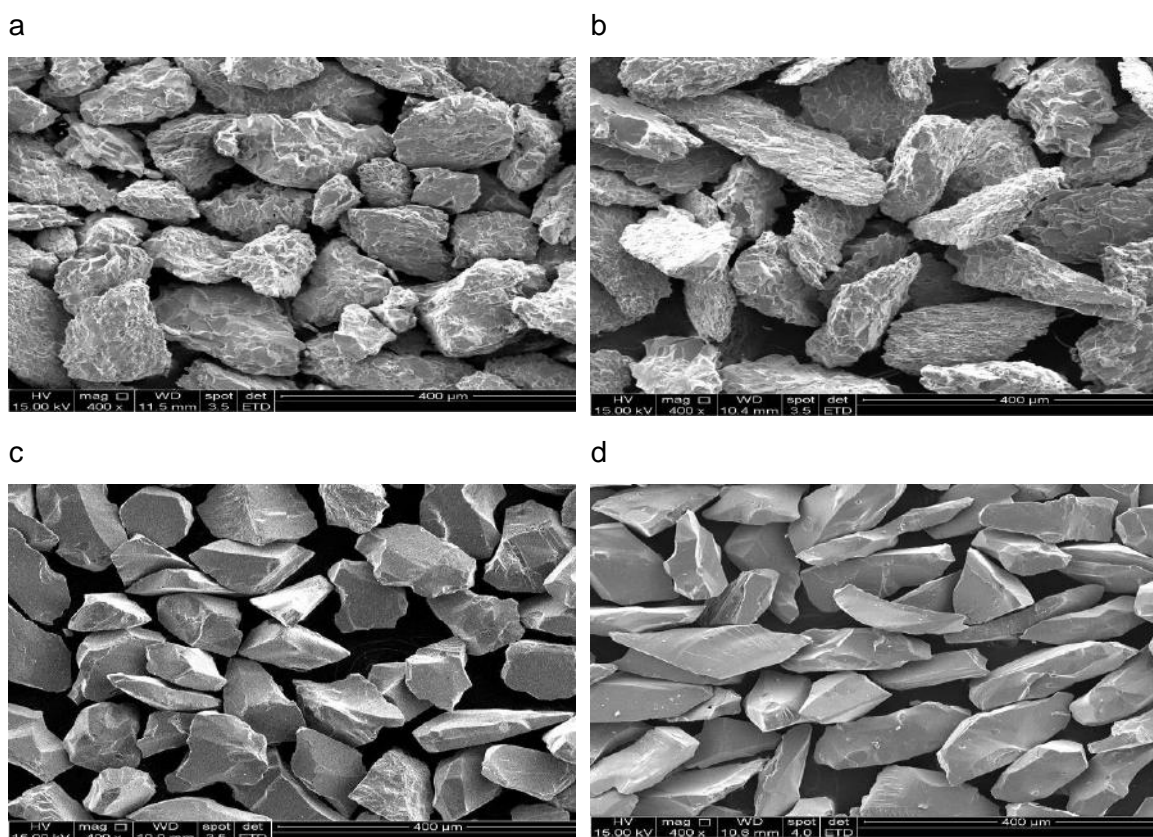


Figura 4.2: Hematita especular cominuída em (a) por barras e (b) por discos. Hematita compacta cominuída em (c) barras e (d) por discos.

4.3 – Microflotação

4.3.1 – Teste de flotabilidade natural

A necessidade de se fazer testes de flotabilidade natural, conhecido em microflotação como teste de arraste foi para encontrar a vazão ótima de gás a ser utilizada nos testes de microflotação propostos. Portanto, obteve-se uma análise preliminar entre diferentes hematitas, sua porcentagem de flotabilidade e a vazão de gás para, deste modo, definir a variável vazão ótima.

Utilizando pH entre 10 e 10,5 e uma vazão de gás inerte (nitrogênio) nos experimentos de 20 a 110 cm³/min, foi possível observar algumas evidências da diferença de flotabilidade entre a hematita compacta e especular, o qual pode ser observado no gráfico da Figura 4.3. A hematita compacta apresentou menor irregularidade superficial e equivalentemente menor flotabilidade em comparação com a hematita especular quando se variou a vazão de gás. Além disso, como existe a presença confirmada de quartzo (dados de DRX), pode-se sugerir que esse quartzo contribuiu para que hematita especular obtivesse um maior arraste hidrodinâmico.

A faixa usual representativa de vazão de gás está entrelaçada na faixa entre 50 á 80 cm³/min de acordo com a bibliografia consultada. Sendo que, essa faixa é representativamente a faixa mais utilizada proporcionalmente nas indústrias. Faixas menores que 50 cm³/min não são utilizadas, pois uma vazão pequena não terá uma interação e adsorção mais efetiva entre as partículas. E a faixa mais alta não é utilizada, pois, uma vazão muito alta gera um impedimento entre a adsorção entre a partícula e a bolha, afetando incisivamente na flotabilidade da partícula, fazendo com que a probabilidade de flotar determinada partícula tenha uma dificuldade muito maior.

Observa-se que no gráfico da figura 4.3 a hematita especular e compacta em uma vazão de gás igual a 20 cm³/min, por exemplo, uma flotabilidade de 11% e 2,5% respectivamente, representando assim uma variação de flotabilidade de uma hematita em relação à outra em cerca de quatro vezes. Portanto, a probabilidade das amostras de hematita especular

serem arrastadas durante os testes de microflotação seria até quatro vezes maior do que a compacta.

Através dos testes realizados e conseqüentemente da análise do gráfico, chegou-se a conclusão que a vazão ótima para a realização dos demais testes de microflotação foi de 50 cm³/min. A vazão ótima observada é relacionada indiretamente com os aspectos econômicos e de eficiência, sendo que esta vazão, é a que apresenta um menor arraste durante os testes.

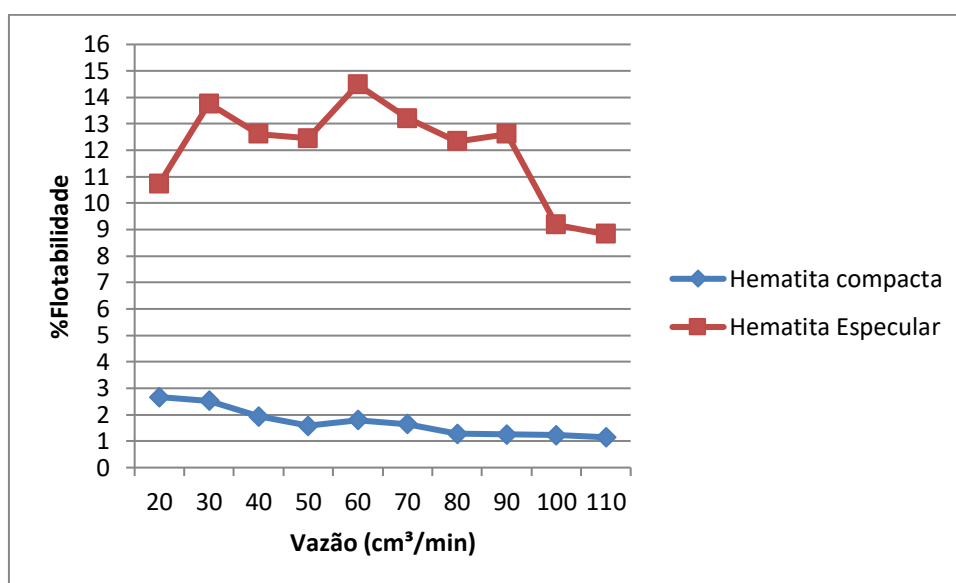


Figura 4.3 – Teste de microflotação variando a vazão.

4.3.2 – Teste de Dosagem de Reagente (Amina)

Após a obtenção da vazão ótima para a realização dos demais testes de microflotação, se define em seqüência a dosagem ótima de amina a ser utilizada. Utilizando uma faixa de pH entre 10 e 10,5.

De acordo com o gráfico da Figura 4.4 observa-se que a hematita especular cominuída por moinho de barras e moinho de discos apresenta uma alta flotabilidade. A programação do teste era realizar os testes para dosagens de 2 a 10 mg/L, observando a flotabilidade da hematita. No entanto, como a hematita especular apresentou uma constância nos resultados de flotabilidade, optou-se realizar testes para dosagens menores estas (0,5; 1,0 e 1,5 mg/L).

Em posse dos resultados, observou-se que a hematita especular cominuída por moinho de barras em uma dosagem de 0,5 mg/L apresenta uma flotabilidade de 70% e a partir da dosagem de 1 mg/L há uma constância na flotabilidade, relativamente entre 90 e 95%. Já para a hematita especular cominuída por discos há uma constância de 90% de flotabilidade até a dosagem de 4 mg/L, após isso a mesma fica entre 85 e 90% de flotabilidade.

Já com relação à hematita compacta, essa apresentou menor flotabilidade do que a especular. Contudo, a hematita compacta cominuída por moinho de barras apresentou uma flotabilidade maior do que a hematita cominuída por moinho de discos até uma dosagem de 4 mg/L, após isso, a flotabilidade da segunda ficou maior do que a flotabilidade da primeira.

De modo geral, através dos dados obtidos, pode-se observar que a hematita compacta cominuída por discos apresentou menor flotabilidade que os demais tipos até a dosagem de 6 mg/L, demonstrando assim uma menor flotabilidade da hematita em relação ao tipo de cominuição.

A dosagem ótima observada na faixa de 2 a 10 mg/L de coletor catiônico, é de 2 mg/L. Essa dosagem ótima foi definida com relação aos aspectos econômicos e também com relação a flotabilidade das amostras em determinado tipo de equipamento. A dosagem ótima selecionada foi aquela que apresentou menor flotabilidade.

A dosagem escolhida com menor flotabilidade não foi escolhida na faixa de 0,5 á 1,5 mg/L pois, além da faixa mais comum a ser utilizada seja proporcional a 2 mg/L á 10 mg/L. A dosagem com intervalo menor que 1,5 mg/L, não terá efeito sobre todas as partículas minerais, sendo que está faixa está diretamente relacionada com o seguinte parâmetro: o excesso de reagente poderá causar o aumento da coleta de ferro fino na espuma, a saturação na área de coleta, gerando uma espuma escorregadia e comprometendo o concentrado, o aumento do consumo de amina, a inversão de carga na superfície da sílica, tornando-a hidrofílica, o aumento do volume de espuma causando perdas nas bombas. Já com relação à falta de amina, pode ocorrer: elevação do teor de sílica no concentrado, baixo teor de ferro no rejeito e concentrado, rejeitos pobres em ferro, ocorrendo assim uma maior

flotabilidade da sílica e uma menor da hematita. Portanto, em dosagens menores que 2 mg/L se terá uma menor flotabilidade, mas não por interferência entre dosagem e partícula e sim pela reação entre o segundo mineral (sílica) e o reagente, o que pode interferir diretamente nos testes sendo que o material de hematita especular apresenta uma pequena quantidade de quartzo.

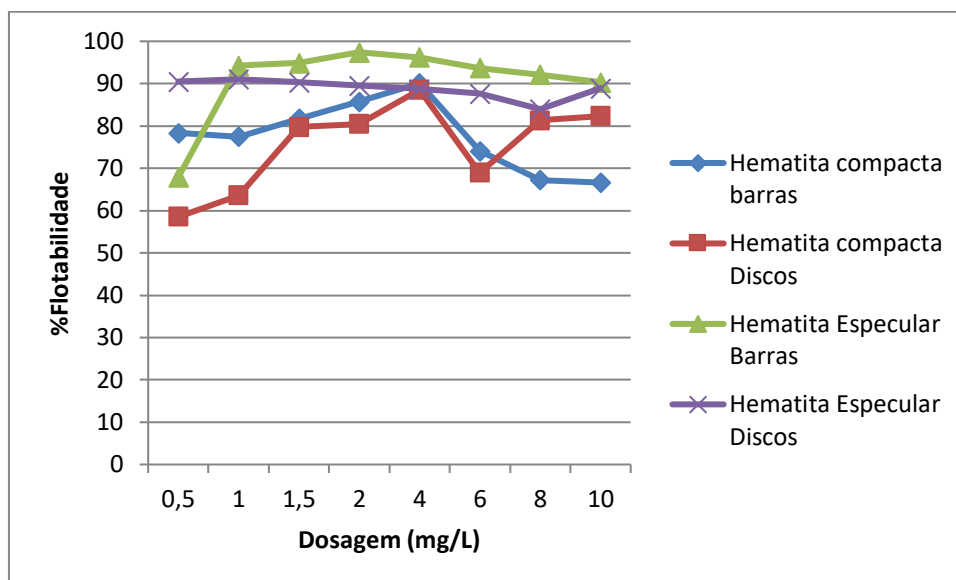


Figura 4.4 - Referência da flotabilidade pela dosagem de amina em uma vazão ótima de 50 mg/L.

4.3.3 - Teste de flotabilidade variando o pH

Definidas a vazão ótima (50 cm³/min) e a dosagem ótima (2 mg/L), pode-se definir qual será o pH ótimo. Observa-se no gráfico da Figura 4.5, que em pH menor que 4, tem-se uma menor flotabilidade, o que reafirma a informação de que a amina em pH muito ácido apresenta propriedades de agente espumante e não coletor.

Com informações do potencial zeta e com os dados obtidos, podem-se fazer algumas afirmações. Em pH entre 4 e 6,8 o reagente, apresentou tanto a amina em forma iônica, quanto na forma molecular, fazendo com que nessa faixa de pH, se utilize muito mais reagente do que o esperado para se obter determinada flotabilidade.

Em pH entre 8 e 10, há uma certa tendência de redução da flotabilidade entre os 4 tipos de hematita. Porém um pH ótimo para se trabalhar obtendo o máximo de hematita idealizado em um sistema é o pH 8.

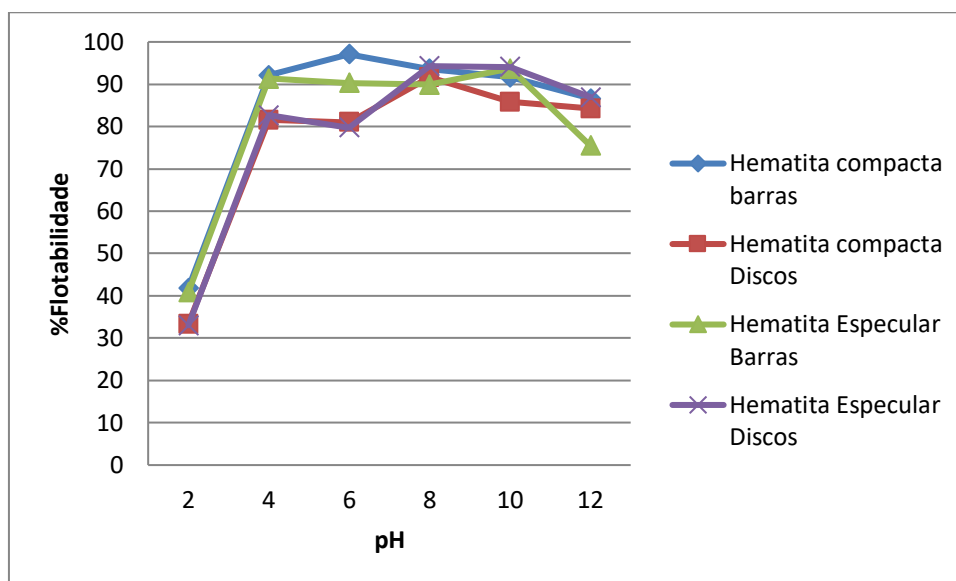


Figura 4.5 – Flotabilidade com relação ao pH da solução.

O pH 6 não é escolhido, pois como pode ser observado na figura 4.6; a hematita tanto especular, quanto compacta apresentam seu potencial zeta nessa faixa de pH positivo o que impacta diretamente na flotabilidade da hematita, tendo como impedimento a carga superficial das partículas, diminuindo assim a probabilidade de flotação das partículas minerais. Já na faixa de pH ideal utilizado, de 8 á 10, usualmente utilizada e com PZ negativo interferindo diretamente na flotabilidade da hematita. Além disso, para um pH igual a 6, não se utilizaria um coletor catiônico para adsorção da partícula com o reagente, mas sim um coletor aniônico, o qual não é objetivo desse estudo.

4.4 – Potencial Zeta

O potencial zeta é aquele que traduz qual o potencial no plano de cisalhamento gerado com o movimento da partícula no meio líquido.

Os resultados das determinações de potencial zeta são apresentados na Figura 4.6. Segundo Baltar (2010), a adição de eletrólitos comprimi os contra-

íons na camada de Stern. Portanto no ponto isoelétrico tem-se um potencial zeta nulo.

Analisando o gráfico da Figura 4.6, observa-se que na presença do agente coletor, a hematita compacta apresentou PIE um pouco maior do que a hematita especular, sendo que o PIE da hematita compacta é aproximadamente 7,2 e o PIE da hematita especular é aproximadamente 6,8.

Em pH maior que 7 as hematitas apresentam carga de superfície negativa, essas então atrairão os cátions, justificando a presença de um coletor catiônico e não aniônico.

Em pH 6 ambas as hematitas apresentam seu PZ positivo, observando assim que para que se possa flotar determinadas partículas minerais é necessário um coletor aniônico, já que a superfície da partícula mineral estará positiva, atraindo para si um ânion e não um cátion. Sendo assim, como o objetivo da pesquisa é o coletor catiônico, a faixa usual para essa seria a partir do PIE das hematitas, como citado anteriormente, 7,2 para a hematita compacta e 6,8 para a hematita especular.

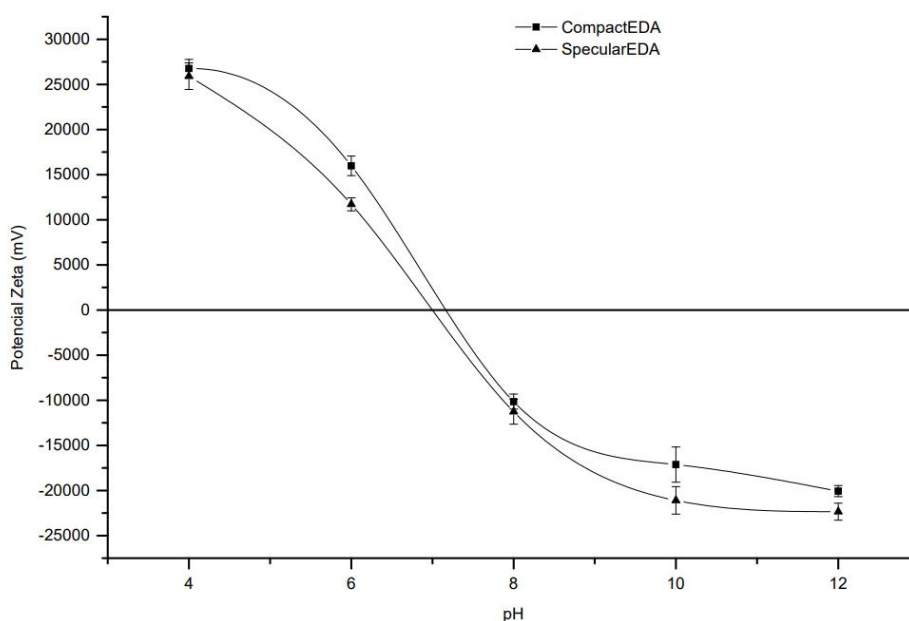


Figura 4.6 – Análise do potencial zeta tanto para hematita especular, quanto para compacta.

O potencial zeta realizado nesse trabalho coincide também com os gráficos de potencial obtidos tanto por Alexandrino (2012), quanto para Henriques (2009). Ambos os autores, através de testes de potencial zeta

chegaram a valores em uma faixa restrita para as hematitas compactas, especulares, martíticas e mistas, e também para outras variações do minério de ferro, assim como a goethita e a magnetita. Através dos dados obtidos por esses, pode-se verificar que o ponto iso-elétrico das hematitas coincidem a uma faixa de pH variando entre 6 e 8, demonstrando desse modo uma maior validade dos testes posteriormente realizados através de testes pré-existentes.

5 – Conclusão

Conclui-se nesse trabalho que a morfologia da hematita impacta de certo modo na flotabilidade, assim como nos valores de potencial zeta, vazão de gás, dosagem e pH ótimos. Como observado nos testes realizados, a hematita especular apresentou maior rugosidade/porosidade, e ainda sinais de quartzo, e, portanto flotabilidade maior do que a hematita compacta.

Como a presença de hematitas cominuídas por moinho de barras apresentam uma maior heterogeneidade entre seus grãos, no entanto, as hematitas cominuídas por moinho de discos, apresentam uma maior homogeneidade em seus grãos, os mesmos aparentando uma forma mais alongada e uniforme da partícula mineral.

A vazão ótima obtida para a amostra foi de 50 cm³/min. A dosagem ótima obtida nesse respectivo trabalho foi de 2 mg/L. Tanto para a dosagem, quanto para a vazão foram utilizados pH's constante igual a 10. Através de uma vazão constante e uma dosagem também definida, conseguiu-se obter o pH ótimo (ideal), para uma flotação catiônica reversa de hematita, que no caso é o pH 8, obtendo a menor e mais adequada flotabilidade possível. Mudar, parece contradizer.

Referências Bibliográficas

- ALEXANDRINO, J. S.; *CORRELAÇÃO ENTRE ESTADO DE DISPERSÃO, PROPRIEDADES ELETROCINÉTICAS E FLOTABILIDADE DE HEMATITA*. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2013.
- AGUIAR, M. A.; *CLATRATOS NA FLOTAÇÃO CATIONICA REVERSA DE MINÉRIO DE FERRO*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) Universidade Federal de Minas Gerais. BELO HORIZONTE, 2014.
- BALTAR, C. A. *Flotação no Tratamento de Minérios*. 2. ed. Pernambuco: UFPE 2010.
- BERTOLD, B. Artigo: *MEMORIAL DO CONVENTO, DE JOSÉ SARAMAGO: O MONUMENTO, O HOMEM ANÔNIMO E A EXPERIÊNCIA LITERÁRIA*. Universidade Federal de Viçosa. Acessado em: http://www.omarrare.uerj.br/numero14/pdf/Dinamarque_Oliveira.pdf.
- BRDESCO. *Minério de Ferro*. Informação e documentação: DEPEC - Bradesco. Disponível em: https://www.economiaemdia.com.br/EconomiaEmDia/pdf/infset_minerio_de_ferro.pdf. Acesso em: 14 mar. 2018.
- BRANDÃO, P.R.G (1985). Flotação de Oxi-minerais. In: Peres, A.E.C. (1999-II). Flotação
- FUERSTENAU, D. W.; *Where are we in flotation chemistry after 70 years of research*. v.3: Flotation Operating Practices and Fundamentals. p. 3-18. XIX International Minerals Processing Congress. Littleton, Colorado, Estados Unidos, 1995.
- FURTADO, R. M. *ESTUDO ACERCA DOS REAGENTES NA FLOTAÇÃO CATIONICA REVERSA DO MINÉRIO DE FERRO: RECIRCULAÇÃO DE AMINA E DEGRADAÇÃO DO AMIDO*. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Disponível em: <http://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp>

content/uploads/sites/170/2018/05/Renata_Monteiro_Furtado.pdf>.

Acesso em: 23 mai. 2018.

GOMES, O. d., Iglesias, J. C., Paciornik, S., & Vieira, M. B. (2013). MORFOMETRIA E CLASSIFICAÇÃO AUTOMÁTICA DE HEMATITA EM MINÉRIOS DE FERRO. *RESERCH GATE*, 12.

GROTZINGER, J *et al.* *Para entender a terra*. 2006. Editora Bookman.

HENRIQUES, A. B.; *Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: hematita, goethita e magnetita*. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

JESUS, C. A. (2004). Ferro. Em C. A. Jesus, *Sumário Mineral, Departamento Nacional de Produção Mineral* (pp. 64-65). Brasília.

LEJA, J. Flotation Surfactants. In: Leja, J. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. 2. ed. printing. New York and London: Plenum Press, 1983. P.205-339.

LUZ, A. B. da; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.. *Tratamento de Minérios*. 5ª edição. CETEM/MCT. Rio de Janeiro, 2004.

LUZ, J. A.; *Flotação aniônica de rejeito itabirítico: estudo de reagentes alternativos e modelamento polifásico do processo*. Belo horizonte, 1996.

MARQUES, M. L. S.; *Comportamento de minérios de ferro na concentração por flotação na presença de lamas*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2013.

NASCIMENTO, D. R.. *Flotação aniônica de minério de ferro*. (Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas). Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2010.

SANTANA, P. P.; *FLOTAÇÃO DIRETA DE MINÉRIO DE FERRO ITABIRÍTICO*. Belo Horizonte, 2012.

SANTOS, E. P. ; *ALTERNATIVAS PARA O TRATAMENTO DE ULTRAFINOS DE MINÉRIO DE FERRO DA MINA DO PICO/MG POR FLOTAÇÃO EM COLUNA*. Porto Alegre, 2010.

TABOSA, E. O.; *Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de minérios: Fundamentos e Aplicações*. (Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2007.

VIANA, P. R. M.; *Flotação de Espodumênio, Microclina, Muscovita e Quartzo com Coletores Aniônicos, Catiônicos, Anfotéricos e Mistura de Coletores*. (Tese de Doutorado, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2006.

VIEIRA, A. M.; *Flotação – Alguns Tópicos*. Curso Interno SAMARCO, 1995.