

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA,
MATERIAIS E DE MINAS

MARINA FILIZZOLA MELQUIADES DE OLIVEIRA

**POLIACRILAMIDAS NA FLOTAÇÃO CATIÔNICA REVERSA DE
MINÉRIO DE FERRO**

Belo Horizonte

2016

MARINA FILIZZOLA MELQUIADES DE OLIVEIRA

**POLIACRILAMIDAS NA FLOTAÇÃO CATIÔNICA REVERSA DE
MINÉRIO DE FERRO**

Dissertação de mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de
Minas da Escola de Engenharia da
Universidade Federal de Minas Gerais.
Área de Concentração: Tecnologia
Mineral

Orientador: Prof. Antônio Eduardo
Clark Peres

Belo Horizonte

2016

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar o meu agradecimento e reconhecimento especial a todos que colaboraram e contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho:

ao Prof. Antônio Eduardo Clark Peres, pela amizade, disponibilidade e por seus ensinamentos e sugestões, que sempre foram valiosos;

ao Geraldo Magela André Silva (Geraldo Caminhão), um agradecimento muito especial pelo incentivo e ajuda na idealização deste trabalho;

aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, em especial aos professores Roberto Galery, Paulo Roberto Brandão, George Valadão e Paulo Viana agradeço pelas preciosas lições;

aos funcionários dos departamentos de Engenharia de Minas e de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, pelo auxílio e boa vontade, sem os quais a execução do trabalho teria sido mais penosa, em especial, agradeço à Aparecida Pacheco, Nelson Antônio de Azevedo, Andréia Bicalho, Isabel de Sousa e ao Breno de Oliveira;

ao amigo Mário Neto, um agradecimento muito especial pelo companheirismo e pelos momentos de descontração e alegria;

a amiga Carol Arantes, que mesmo a distância sempre esteve presente, agradeço pelo apoio e carinho;

aos amigos que fiz ao longo do mestrado, Dodora e Léo, por toda ajuda, sugestões e por tornarem mais agradável o dia a dia de pesquisas;

a todos meus colegas que, de alguma forma, manifestaram a sua amizade e companheirismo;

ao Macgarem por existir de forma tão amorosa em minha vida;

aos meus pais, Fábio e Carolina, agradeço por sempre acreditarem em mim e por me darem todo o apoio, carinho que tornam minha vida mais feliz;

ao CNPQ, PROEX CAPES e FAPEMIG pelo apoio ao PPGEM.

Sumário

1. Introdução	1
2. Objetivo	4
2.1. Objetivo geral	4
2.2. Objetivos específicos	4
3. Revisão bibliográfica	5
3.1. Minério de ferro	5
3.1.1. Propriedades dos principais minerais presentes em minérios de ferro	6
3.2. Flotação	8
3.2.1. Flotação catiônica reversa de minério de ferro	10
3.2.2. Principais problemas na flotação de minério de ferro	14
3.3. Flocculação seletiva	16
3.3.1. Flocculação seletiva de minério de ferro	18
3.3.2. Reagentes	19
4. Metodologia	24
4.1. Materiais	24
4.1.1. Amostras	24
4.1.2. Reagentes	24
4.1.3. Equipamentos	26
4.2. Métodos	26
4.2.1. Preparação das amostras	26
4.2.2. Caracterização tecnológica	27
4.2.3. Medidas de Potencial Zeta	28
4.2.4. Testes de microflotação	28
4.2.5. Teste de sedimentação	35

5. Resultados e Discussões	38
5.1. Caracterização tecnológica.....	38
5.1.1. Difractometria de raios X	38
5.1.2. Microscopia eletrônica de varredura.....	40
5.2. Medidas de Potencial Zeta	40
5.3. Testes de Microflotação	42
5.3.1. Fase I - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de coletor (amina)	42
5.3.2. Fase II - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de depressor (amido) e coletor (amina)	44
5.3.3. Fase III - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de depressor (amido), floculantes (poliacrilamidas) e coletor (amina).....	45
5.4. Testes de sedimentação	51
6. Conclusões.....	53
7. Referências bibliográficas	54

Lista de Figuras

Figura 3.1-Formação das etermonoaminas.....	11
Figura 3.2 - Formação das eterdiaminas.....	12
Figura 3.3-(a) Amilose (b) Amilopctina.....	12
Figura 3.4-Floculação por mecanismo de pontes.....	16
Figura 3.5- Estruturas das poliacrilamidas.....	22
Figura 4.1-Tubo de Hallimond modificado, sobre agitador magnético.....	29
Figura 4.2-Tubo de sedimentação sobre agitador magnético.....	35
Figura 5.1-Difratograma de raios X da amostra de hematita compacta ($\lambda\alpha$ Cu=1,54060 A).....	38
Figura 5.2-Difratograma de raios X da amostra de hematita especular ($\lambda\alpha$ Cu=1,54060 A).....	39
Figura 5.3-Difratograma de raios X da amostra de quartzo ($\lambda\alpha$ Cu=1,54060 A).....	39
Figura 5.4-Imagem de elétrons retroespalhados (IER) das amostras de hematita compacta (I) e hematita especular (II).....	40
Figura 5.5-Potencial Zeta da Hematita compacta, hematita especular e quartzo em função do pH.....	41
Figura 5.6-Flotabilidade da hematita compacta em função do pH e da concentração de amina.....	42
Figura 5.7-Flotabilidade da hematita especular em função do pH e da concentração de amina.....	42
Figura 5.8-Flotabilidade do quartzo em função do pH e da concentração de amina.....	43
Figura 5.9-Microflotação da hematita compacta, hematita especular e quartzo com Flotigam EDA nas concentrações 50mg/L, 20mg/L e 5mg/L, respectivamente, depressor amido e pH 10,5.....	45
Figura 5.10-Microflotação de hematita compacta na presença de Magnofloc 351.....	46
Figura 5.11-Microflotação de hematita compacta na presença de flonex 920.....	46
Figura 5.12-Microflotação de hematita compacta na presença de Superfloc N-100.....	47
Figura 5.13- Microflotação de hematita compacta na presença de Superfloc N-300.....	47

Figura 5.14-Microflotação de hematita especular na presença de Magnofloc 351.	47
Figura 5.15-Microflotação de hematita especular a na presença de Flonex 920.	48
Figura 5.16-Microflotação de hematita especular na presença de Superfloc N-100.	48
Figura 5.17- Microflotação de hematita especular na presença de Superfloc N-300.	48
Figura 5.18-Microflotação de quartzo na presença de Magnofloc 351.	49
Figura 5.19-Microflotação de quartzo na presença de Flonex 920.	49
Figura 5.20-Microflotação de quartzo na presença de Superfloc N-100.	49
Figura 5.21- Microflotação de quatzo na presença de Superfloc N-300.	50
Figura 5.22- Teste de sedimentação das amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo.	51

Lista de Tabelas

Tabela III-1-Classificação dos polímeros- Fonte: Bolto e Gregory, 2007.	20
Tabela IV-1- Reagentes utilizados.....	24
Tabela IV-2- Equipamentos empregados na realização dos experimentos	26

Resumo

No procedimento da flotação catiônica reversa utilizada para minério de ferro de baixo teor destaca-se a necessidade de aprimorar a recuperação do elemento útil. A presença de partículas finas neste sistema é um dos principais fatores diminuidor da efetividade do processo. O presente estudo teve como objetivo investigar as consequências da formação prévia de agregados com essas partículas através da utilização de floclulantes sintéticos a fim de buscar uma possibilidade de se aumentar a recuperação metalúrgica nesta etapa de concentração, sem que ocorresse perda de qualidade do concentrado. Os resultados foram obtidos através da realização de ensaios de microflotação, em tubo de Hallimond modificado, com amostras de minerais puros (hematita compacta, hematita especular e quartzo), utilizando-se amido de milho na ausência e presença de floclulantes não iônicos da família das poliacrilamidas. Nos testes de microflotação realizados com amostras de hematita compacta e hematita especular, a adição de diferentes floclulantes, combinados ao amido, gerou uma redução mais acentuada da flotabilidade dos minerais, em relação aos testes em que apenas o amido foi utilizado. Já nos testes de microflotação realizados com o quartzo, a adição das poliacrilamidas junto ao amido ocasionou aumento da flotabilidade em relação aos ensaios na ausência dos floclulantes. Também foram realizados testes de sedimentação em tubo com o objetivo de estudar a eficiência e a seletividade dos diferentes floclulantes investigadas neste trabalho. Os resultados revelaram que todas as poliacrilamidas testadas reduziram o grau de dispersão tanto das polpas de hematita compacta e hematita especular quanto da polpa de quartzo. Esses ensaios permitiram concluir que as poliacrilamidas avaliadas são floclulantes eficientes, porém não atuam de forma seletiva. A análise dos resultados demonstrou que o pré-condicionamento dos minerais com um floclulante pode ser uma alternativa promissora para a obtenção de uma atuação depressora mais eficiente no processo de flotação e assim gerar maior recuperação metalúrgica nessa fase de beneficiamento.

PALAVRAS-CHAVE: hematita; poliacrilamida; depressor; microflotação

Abstract

Improving the iron metallurgical recovery is a relevant aspect of the reverse cationic flotation. The presence of fine particles in the system strongly affects the process performance. The present study addressed the investigation of previous formation of particles aggregates using synthetic flocculants aiming at increasing the metallurgical recovery in this concentration stage without impairing the concentrate quality. Microflotation experiments were conducted, in a modified Hallimond tube, with pure samples of compact hematite, specular hematite, and quartz, conditioned with corn starch, in the presence and absence of different non ionic polyacrylamides. The addition of flocculants combined with starch enhanced the depression of compact hematite and specular hematite. On the other hand, the addition of polyacrylamides increased the floatability of quartz. All polyacrylamides decreased the dispersion degree of both hematites and quartz, indicating that the polyacrylamides are effective as flocculants, but their action is not selective. The results indicated that the pre-conditioning of the minerals with flocculants is a promising alternative to enhance the iron metallurgical recovery in the flotation stage.

KEYWORDS: hematite; polyacrylamide; depression; microflotation

1. Introdução

Os minérios de ferro de baixo teor demandam, além das etapas de cominuição e classificação, outras etapas complementares, como a exigência da fase de concentração, cujo objetivo é alcançar as especificações de pureza exigidas pelo mercado. Tais exigências tornam mais complexo e oneroso o beneficiamento desse tipo de minério.

Os principais métodos de concentração aplicados industrialmente para o tratamento de minério de ferro são os métodos gravíticos, magnéticos e a flotação. Esta última se baseia na diferença de propriedades de superfície entre as espécies minerais.

A concentração de minérios de ferro por flotação é uma técnica já mundialmente consolidada para partículas minerais na faixa de 10 μm a 250 μm HOUOT (1983). Para minério de ferro com baixo teor, o método de concentração mais utilizado é a flotação catiônica reversa. Nesse processo, geralmente, utiliza-se amido de milho ou mandioca, como reagentes depressores, e a amina, como reagente coletor.

No procedimento da flotação catiônica reversa utilizada para minério de ferro de baixo teor, destaca-se a necessidade de aprimorar a recuperação do elemento útil.

Diversos autores, ao abordar a questão da baixa recuperação, identificam a presença de partículas finas no sistema como o principal fator diminuidor da efetividade do processo.

Assim, no que se refere à delicada questão das partículas finas, cada pesquisador se debruça sobre um aspecto nocivo à efetividade da concentração, a fim de buscar respostas pontuais a serem reunidas para solucionar esse problema complexo.

De acordo com MAPA (2006), o principal desafio no aproveitamento de minério com baixa granulometria está em aumentar a recuperação metálica. O referido autor defende a busca da redução da perda de minerais de ferro flotados, seja por arraste ou por flotação verdadeira, como fator preponderante a ser considerado para a efetividade da recuperação metálica.

Por sua vez, LEJA (1982) destaca outro aspecto importante para a questão, ao constatar que a adsorção de reagentes na superfície de partículas menores é menos intensa que a ocorrida em partículas maiores. Segundo ele, essa menor adsorção em fragmentos reduzidos contribui para a perda de partículas de minerais de ferro na fração flotado, o que acarreta uma indesejável diminuição na recuperação metálica.

Tendo em vista as características das partículas finas e ultrafinas que dificultam o processo de flotação, FRIEND e KITCHENER (1973) observaram, em seus estudos, o aumento da eficiência da flotação seletiva através da formação prévia de agregados com essas partículas.

Na mesma linha de estudos, pesquisadores, como BALTAR (2010), relataram que polímeros de alto peso molecular possuem elevado poder floculante, de forma a possibilitar a formação prévia de agregados. A partir dessa constatação, verifica-se que a utilização desses polímeros poderia aumentar a intensidade da adsorção do amido, em sua atuação depressora no processo de flotação.

Uma vez que ação do amido em agregados de partículas se mostra mais eficaz que sua atuação em partículas isoladas do mesmo material, a adição do floculante gera flocos, de forma a auxiliar e facilitar o processo de adsorção. Assim, como consequência, ter-se-á o aumento na recuperação metalúrgica nessa fase de beneficiamento.

Uma vez evidenciada a vantagem dos floculantes para o processo, surge a questão de escolha da espécie mais favorável desse tipo de reagente a ser utilizada.

Os floculantes são geralmente classificados em dois grupos, conforme sua origem: os sintéticos e os naturais.

O uso de floculantes sintéticos para formação de agregados vem se destacando devido às suas vantagens em relação aos floculantes naturais. As principais delas são (BALTAR, 2010):

- I. possibilidade de manipulação de sua estrutura. Por serem sintetizados em laboratório, é possível modificar a sua estrutura de modo a moldar suas características no sentido de melhorar o desempenho;
- II. composição química definida;

- III. ampla disponibilidade (os naturais, eventualmente, podem apresentar limitações de natureza política ou climática);
- IV. maior estabilidade química e biológica.

Dentre os floculantes sintéticos, os mais comumente utilizados são poliacrilamidas de alto peso molecular que se caracterizam como hidrossolúveis, possuem cadeia flexível e versatilidade de cargas, podendo ser neutras, catiônicas ou aniônicas (LIMA, 2010).

Com esses fundamentos, o objetivo deste trabalho é investigar a possibilidade de aumentar a recuperação metalúrgica no processo de concentração de minério de ferro fino (50 a 55% abaixo de 44 μm), sem que ocorra perda de qualidade do concentrado através da adição do polímero sintético poliacrilamida não iônica conjuntamente com amido na concentração por flotação catiônica reversa.

2. Objetivo

2.1. Objetivo geral

O presente estudo tem como objetivo, a partir da realização de testes padronizados, investigar as consequências da utilização de floculantes sintéticos combinados ao amido convencional no processo de flotação catiônica reversa do minério de ferro, a fim de buscar uma possibilidade de se aumentar a recuperação metalúrgica no processo de concentração, sem que ocorra perda de qualidade do concentrado.

2.2. Objetivos específicos

Para atingir o objetivo geral, o desenvolvimento do estudo envolveu os seguintes objetivos específicos:

- caracterização mineralógica, química e física de amostras dos seguintes minerais puros: 1) hematita compacta; 2) hematita especular; 3) quartzo;
- ensaios de microflotação com as amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo em “tubo de Hallimond modificado” com o propósito de avaliar, no processo de flotação, as influências das variáveis: pH; concentração dos reagentes coletores, depressores e floculantes;
- ensaios de sedimentação em proveta a fim de analisar a influência da adição dos floculantes testados e do amido sobre o grau de dispersão das polpas de hematita compacta, hematita especular e quartzo.

3. Revisão bibliográfica

Neste capítulo será apresentada uma estruturação dos conceitos que compõem o tema-problema, com a contextualização do estudo e a sistematização teórica das questões que deram origem à investigação.

3.1. Minério de ferro

O minério de ferro é conceituado, em termos econômicos, como agregado de minerais que está sendo ou poderá vir a ser explorado com vantagem econômica devido ao seu conteúdo de ferro (MAPA, 2006).

Os principais minerais que contêm ferro são hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4), goethita (FeOOH), siderita (FeCO_3), pirita (FeS_2) e ilmenita (FeTiO_3). Nos minérios de ferro também há presença de impurezas como sílica, alumina, compostos de enxofre e fósforo (ALECRIM, 1982).

Para adequação do teor de impurezas e da granulometria a fim de se atender as especificações do mercado consumidor, os minérios de ferro são tipicamente tratados. O tratamento ou beneficiamento de minérios consiste em operações que buscam modificar a granulometria, a concentração relativa e/ou a forma dos minerais, sem que haja modificações de suas identidades química e física.

Minérios de ferro ricos, que atendem naturalmente às especificações químicas do mercado consumidor, são tipicamente processados em circuitos de fragmentação, classificação por tamanho (processo a úmido) e desaguamento. Já minérios de baixos teores de ferro, além dessas etapas, passam por processos de concentração que, em geral, consistem em métodos gravíticos, de concentração magnética e flotação (MAPA, 2006).

No presente trabalho foram utilizados para estudo as hematitas e o quartzo, que se destacam respectivamente como principal mineral minério de ferro e mineral de ganga contido nas jazidas brasileiras (SALES, 2012).

3.1.1. Propriedades dos principais minerais presentes em minérios de ferro

3.1.1.1. Hematita

A hematita, principal mineral de ferro, é composta predominante por óxido de ferro Fe_2O_3 , podendo conter também titânio e magnésio. Seu sistema cristalino é hexagonal. Caracteriza-se por cor cinza grafite a vermelho ocre (dependendo da sua granulometria e arranjo cristalino), traço vermelho, ausência de clivagem, brilho metálico, fratura subconchoidal, transparência opaca, dureza 6,5 na escala de Mohs e densidade $5,3\text{g/cm}^3$ (CORNELL e SHUWERTMANN, 2003).

É importante destacar que, no que se refere às propriedades superficiais, a hematita natural, de acordo com FUERSTENAU (2005), apresenta ponto de carga zero na faixa de pH 4,8-6,7, sendo essas partículas carregadas positivamente em valores abaixo deste pH e carregadas negativamente para valores superiores. Trata-se de informação importante para a presente pesquisa, uma vez que as propriedades superficiais do material apresentam grande influência nos mecanismos de adsorção dos reagentes nos processos de flotação e floculação.

A hematita possui designações variáveis em função de suas diferenças morfológicas. Com base nesses critérios, o presente estudo adota a classificação utilizada por HENRIQUES (2012), a qual distingue as hematitas nas seguintes formas: hematita compacta, hematita especular, hematita porosa, hematita granoblástica e ainda martita.

Pesquisas revelam que os diferentes tipos texturais de hematita afetam diretamente os processos de beneficiamento. Cada estudo específico demonstra as consequências da utilização de diferentes formas morfológicas de hematita nos processos de tratamento de minérios. Nesse sentido, é relevante a contribuição de MARTINS *et al.* (2012). Ao estudar a relação entre a morfologia de minerais de ferro e a intensidade da adsorção de amido em processo de concentração por flotação, os autores observaram que, de todas as amostras contendo hematita, apenas as ricas em hematitas compactas apresentaram deficiência/dificuldade em serem deprimidas pelo amido, exigindo a utilização de elevadas dosagens do reagente.

Tendo em vista os comportamentos distintos dos diversos tipos de hematita na flotação, o presente estudo utilizou, para fins de análise e comparação, amostras de hematita

compacta e hematita especular, cujas principais características foram estudadas por HENRIQUES (2012):

- hematita especular: formada predominantemente por cristais lamelares (relação de comprimento: largura maior que 5:1) retilíneos e com orientação determinada; friável.
- hematita compacta: é uma rocha que possui estrutura maciça no que se refere ao arranjo geométrico dos minerais; formada predominantemente por cristais granulares de hematita associados de forma compacta.

3.1.1.2. Quartzo

O quartzo é o segundo mineral mais abundante da Terra. Sua fórmula química é SiO_2 , sendo que em sua estrutura cristalina cada átomo de silício se encontra rodeado por quatro átomos de oxigênio situados no vértice de um tetraedro.

Dentre as principais características do quartzo, destacam-se: dureza 7 (escala de Mohs), clivagem ausente, peso específico entre $2,5\text{g/cm}^3$ e $2,8\text{g/cm}^3$ e brilho vítreo. O quartzo possui algumas propriedades especiais como resistência aos ácidos, baixo coeficiente de dilatação, transparência para os raios ultravioleta, entre outros. É um mineral extremamente resistente ao intemperismo e ao desgaste físico (BETEJTIN 1970). Em relação às propriedades eletrocinéticas, segundo FUERSTENAU (2002), o quartzo apresenta ponto de carga zero em torno de pH 2, assim para um valor de pH menor sua carga superficial é positiva, e para um valor de pH maior sua carga é negativa.

Na maioria dos minérios de ferro, o quartzo representa o principal mineral de ganga. Por ser a impureza mais relevante do minério, na flotação catiônica reversa do minério de ferro o quartzo é o alvo da flotação. Trata-se do principal mineral a ser flotado, motivo pelo qual o conhecimento de suas características é essencial para o presente estudo.

3.2. Flotação

Flotação é um processo de separação de minerais que explora as diferenças de características de superfície entre as espécies envolvidas. Como propriedade diferenciadora, a flotação utiliza, principalmente, o grau de hidrofobicidade das partículas.

A hidrofobicidade tem relação com a afinidade das partículas com a água, sendo a base da seletividade do processo de flotação.

O método de flotação consiste na introdução de um fluxo de ar em uma mistura heterogênea de partículas sólidas suspensas em fase aquosa, de modo a produzir bolhas. A separação ocorre uma vez que as partículas hidrofílicas tendem a interagir com a água, diferentemente das partículas hidrofóbicas que, por maior afinidade com o ar, são por ele carregadas.

A fase líquida é a água, caracterizada por sua polaridade. Por sua vez, a fase gasosa é geralmente o ar, predominantemente apolar. A introdução de um fluxo de ar movimenta a suspensão, criando uma fase gasosa no meio.

O ar contido nas bolhas é apolar. Durante o processo, as partículas hidrofóbicas, também apolares, interagem com ele e por isso são conduzidas em meio às bolhas, formando-se uma espuma que se diferencia da suspensão, podendo ser removida do sistema.

Para que ocorra o melhor carregamento das partículas hidrofóbicas, conferindo efetividade ao processo, é importante a formação de uma espuma estável: aquela que reúne condições eficazes para a interação entre o ar e as partículas hidrofóbicas, visando seu carregamento.

Uma espuma estável, essencial para o bom desempenho da flotação, é obtida através da adição de reagentes espumantes ou pela ação de alguns coletores que também possuem poder de estabilizar a espuma. Os espumantes são compostos não iônicos geralmente pertencentes à classe dos álcoois e éteres (PERES, 2014).

A hidrofobicidade pode ser natural dos minerais ou induzidas através da adição de reagentes que adsorvem nas superfícies das partículas. Minerais naturalmente hidrofílicos, por

exemplo, podem ter sua superfície transformada em hidrofóbica através da adsorção de reagentes conhecidos como coletores, permitindo que a flotação possa ser aplicada extensivamente em sistemas com múltiplas espécies envolvidas.

Além dos espumantes e dos coletores, PERES e ARAUJO (2009) destacam que a seletividade na flotação, na maioria das vezes, também requer a utilização adicional de outros reagentes, compostos orgânicos e inorgânicos, definidos como modificadores.

Os modificadores são constituídos por substâncias variadas que atuam de maneira diversificada, a fim de contribuir para o processo. Dentre as atuações dos modificadores, destaca-se a sua utilização no controle do estado de agregação e dispersão da polpa; seu uso como moduladores de pH e Eh; e sua aplicação como ativadores ou depressores de certas partículas à ação de coletores.

3.2.1. Flotação catiônica reversa de minério de ferro

Para minérios de ferro em que o principal mineral de ganga é o quartzo, o processo de flotação mais utilizado é o catiônico reverso. Nesse processo o quartzo é flotado utilizando-se como reagente coletor eteraminas ($R-O-(CH_2)_3-NH_2$) parcialmente neutralizadas (25% a 30%) com ácido acético (ARAUJO *et al.*, 2009). As aminas, além de agirem como coletores na flotação de minério de ferro podem atuar como reagentes espumantes. No processo, os minerais de ferro são deprimidos por amido não modificado, geralmente amidos de milho previamente solubilizados por água quente ou através da adição de NaOH, processo conhecido como gelatinização (ARAUJO *et al.*, 2009). O NaOH também atua como modulador do pH, mantendo-o em torno de 10,5. Nesse valor (ambiente básico), o sistema se mantém disperso e apresenta, em equilíbrio, tanto a amina na forma iônica, a qual atua como coletora, quanto na forma molecular, que desempenha ação espumante (SILVA, 2014).

3.2.1.1. Reagentes

Coletor catiônico

As aminas e seus derivados estão entre os reagentes mais utilizados como coletores no processo de flotação. Estima-se que aproximadamente 5.500 toneladas de derivados de aminas eram utilizadas anualmente, em 2006, no Brasil em processos de concentração de diversos minerais, entre eles a hematita (NEDER e LEAL FILHO, 2006).

As aminas possuem carácter anfipático, ou seja, quando ionizadas, apresentam uma parte hidrofílica, composta por um grupo iônico positivo e uma parte hidrofóbica, normalmente composta por uma cadeia carbônica. Essa propriedade permite que as aminas adsorvam na interface mineral/solução transformando o carácter naturalmente hidrofílico das partículas em hidrofóbico, propiciando o carregamento do mineral a ser flotado pelas bolhas de ar. Na forma molecular, as aminas também influenciam a cinética de adesão partícula/bolha, atuando como reagente espumante da flotação. Por isso o processo é realizado na faixa de pH entre 10 e 10,5, na qual a dissociação da amina é em torno 50% havendo equilíbrio entre a forma iônica e a forma molecular.

A adsorção das aminas e seus derivados na interface mineral/solução ocorre através da combinação de dois mecanismos. O primeiro é a atração eletrostática entre a superfície negativa do mineral e o grupo funcional positivo do reagente dissociado ($R-NH_3^+$). Para que ocorra esse tipo de adsorção é necessário que o pH da suspensão seja maior do que o pH do ponto de carga zero, PCZ, do mineral a ser flotado. O segundo mecanismo se refere às interações laterais do tipo van der Waals entre as cadeias hidrocarbônicas da amina fazendo com que o filme hidrofóbico formado na interface mineral fase aquosa fique mais compacto (SOMASUNDARAN, RAMACHANDRAN, 1986).

As eteraminas são os derivados de amina mais utilizados industrialmente na flotação de minério de ferro. A presença da ligação covalente C-O confere às eteraminas maior solubilidade, de forma a facilitar seu acesso às interfaces sólido-líquido e líquido-gás, assim melhorando a contribuição espumante da amina (ARAUJO *et al.*, 2009).

As etermonoaminas são formadas em duas etapas descritas por NEDER (2005): a primeira consiste na reação de um álcool graxo com acrilonitrila, equação (a) (Figura 3.1). Na segunda etapa, o produto gerado anteriormente, eternitrila, sofre uma hidrogenação catalítica a alta pressão, formando-se as etermonoaminas, equação (b).

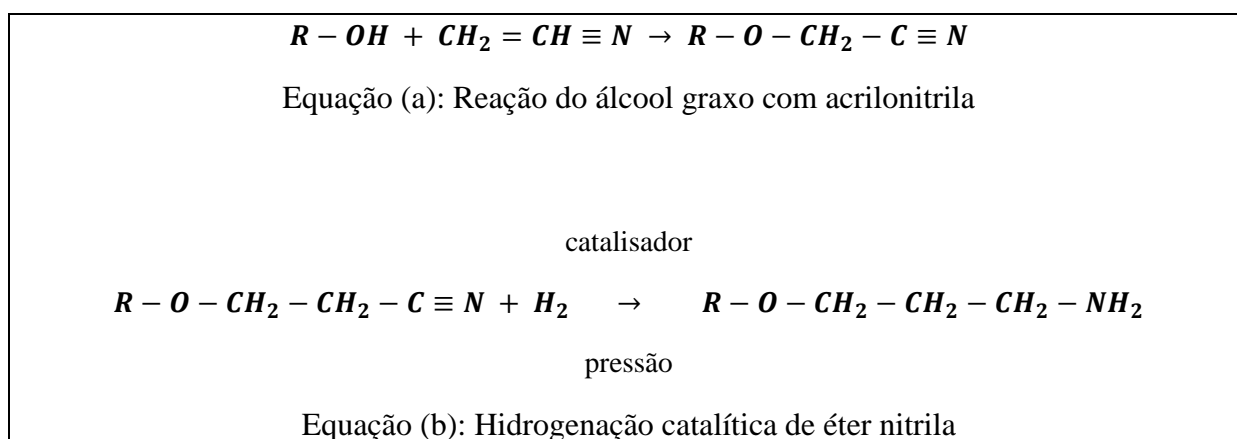


Figura 3.1-Formação das etermonoaminas.

As eterdiaminas são produtos da reação das etermonoaminas com a molécula de acrilonitrila, formando uma eternitrila, posteriormente hidrogenada cataliticamente a alta pressão, como mostrado na equação abaixo (figura 3.2) (NEDER, 2005):

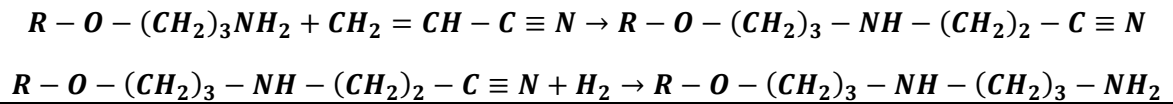


Figura 3.2 - Formação das eterdiaminas.

Depressor

Os amidos têm sido amplamente utilizados como reagentes depressores em processamento de diferentes tipos de minério como, por exemplo, na flotação catiônica reversa de minérios de ferro, na flotação direta de minérios de fosfato carbonatítico, na flotação de carvão e na depressão de ganga silicatada na flotação de sulfetos de cobre. (CAIRES, 1995).

O amido possui fórmula química $(C_6H_{10}O_5)_n$, onde “n” é o número de unidades α -glicose. Essa substância é um polímero natural formado por dois polissacarídeos, **amilose** e **amilopectina**, os quais são constituídos de moléculas de α -glicose, ligeiramente diferentes. A amilose é um polímero linear, com massa molecular média a alta e apresenta ligações glicosídicas $\alpha \rightarrow 1,4$. Já a amilopectina possui estrutura ramificada, massa molecular muito alta e contém além das ligações glicosídicas presentes na amilose, as ligações do tipo $\alpha \rightarrow 1,6$ (BRANDÃO 2005).

O seguinte diagrama representa a estrutura molecular da amilose e da amilopectina (LAJOLO e MENEZES, 2006):

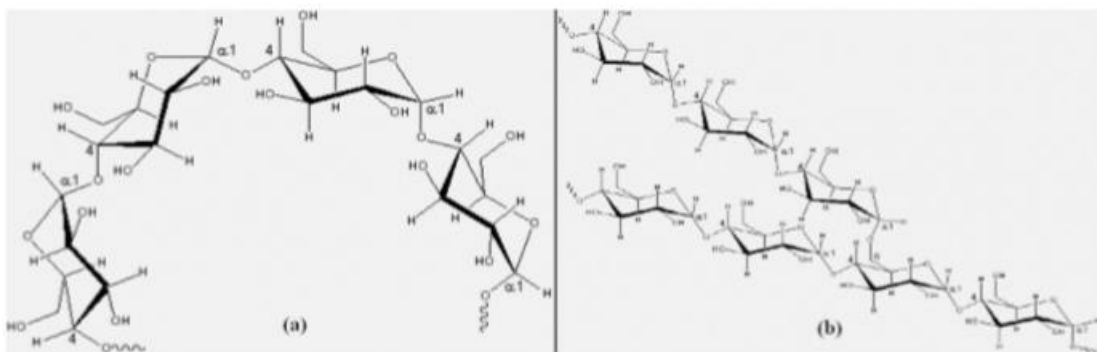


Figura 3.3-(a) Amilose (b) Amilopctina.

Apesar de encontrado em diversas espécies vegetais tais como batatas, trigo, arroz e feijão, por fatores econômicos, o milho é a principal fonte industrial de amido no Brasil, motivo pelo qual os amidos de milho são os depressores mais utilizados na indústria mineral brasileira.

Os amidos de milho podem ser divididos em amidos não modificados e amidos modificados. Aqueles não modificados caracterizam-se por alto peso molecular, superior a 300.000 u.m.a., o que lhes confere a capacidade de agir não só como depressores, mas também como floculantes. Os amidos de milho não modificados podem sofrer transformações químicas que diminuam seu grau de polimerização passando a ser reconhecidos como amidos de milho modificados ou pela denominação dextrina.

As dextrinas, apesar de manterem a proporção de amilopectina/amilose original caracterizam-se pelo peso molecular reduzido, variando entre 7000 u.m.a. e 3000 u.m.a., assim ao se adsorverem nas partículas minerais, ao invés de agirem como reagentes floculantes, elas agem como dispersante das partículas na polpa. Em temperatura ambiente as dextrinas são solúveis em água fria.

Na flotação catiônica reversa de minério de ferro os amidos atuam principalmente como reagente depressor da hematita ao reforçarem o caráter hidrofílico do mineral e, assim, reduzirem a flotabilidade dessas partículas diante da atuação da amina (MAPA 2006). Devido à presença de grupos OH, tanto os amidos não modificados quanto as dextrinas apresentam alta hidrofiliabilidade e são capazes de tornar hidrofílicas as superfícies das partículas minerais nas quais se adsorvem (PERES, 2001).

Segundo BRANDÃO (2005), o amido adsorve-se extensivamente na superfície da hematita e em menor quantidade na superfície do quartzo, fazendo com que o coletor, na etapa seguinte, não consiga adsorver na hematita em quantidade suficiente para tornar sua superfície hidrofóbica. De acordo com PERES *et al.* (1992), a adsorção do amido na superfície da hematita se deve as interações do tipo ligações de hidrogênio, formação de sais e interações eletrostáticas. Outra característica a qual deve-se atentar é o teor de óleo na composição dos amidos, que segundo ARAUJO *et al.* (2004) não deve ultrapassar 1,8 % para que não haja comprometimento da estabilidade da espuma na flotação.

3.2.2. Principais problemas na flotação de minério de ferro

3.2.2.1. Interferência do material fino

No processo de flotação catiônica reversa utilizada para minério de ferro de baixo teor, destaca-se a necessidade de aprimorar a recuperação do elemento útil. Diversos autores, ao abordar a questão da baixa recuperação, identificam a presença de partículas finas no sistema como o principal fator de redução da efetividade do processo. Assim, no que se refere à delicada questão das partículas finas, cada pesquisador se debruça sobre um aspecto prejudicial à efetividade da concentração, a fim de buscar respostas pontuais a serem reunidas para solucionar esse problema complexo.

De acordo com MAPA (2006), o principal desafio no aproveitamento de minério com baixa granulometria está em aumentar a recuperação metálica. O referido autor defende a busca da redução da perda de minerais de ferro flotados, seja por arraste ou por flotação verdadeira, como fator preponderante a ser considerado para a efetividade da recuperação metálica.

Por sua vez, LEJA (1982) destaca outro aspecto importante para a questão, constatando que a adsorção de reagentes na superfície de partículas menores é menos intensa que a ocorrida em partículas maiores. Segundo ele, essa menor adsorção em fragmentos reduzidos contribui para a perda de partículas de minerais de ferro no corpo flotado, o que acarreta uma indesejável diminuição na recuperação metálica.

Em pesquisa sobre a questão, TURRER (2004) também aponta a atuação do agente depressor dos minerais, em especial o amido de milho, como importante fator de baixa recuperação mineral. Em seu estudo, o pesquisador identificou a ineficiência da adsorção do depressor amido nas partículas finas de minerais de ferro como o principal dificultador da recuperação metalúrgica na flotação reversa.

Em tentativa de melhor identificar as variáveis que influenciam na concentração, SIVAMOHAN (1990) delimitou parte do estudo ao âmbito da presença de materiais finos e ultrafinos na fase da concentração. Em seu estudo, o autor identificou e sistematizou as

características das partículas ultrafinas tendo em vista sua influência no tratamento do minério.

SIVAMOHAN (1990) concluiu pelo destaque de duas principais características da partícula ultrafina que dificultam a flotação: (1) a pequena massa e (2) elevada área superficial específica.

A partir dessas duas categorias, o estudioso correlacionou as principais consequências negativas para a concentração do minério, quais sejam:

A característica (1), pequena massa, proporciona:

- baixo momento de inércia da partícula, heterocoagulação, adesão de partículas na espuma (arraste);
- baixa probabilidade de colisão partícula/bolha;
- dificuldade em romper a barreira energética entre partícula/partícula e partícula/bolha.

Por sua vez, a característica (2), elevada área superficial específica, tem como consequência:

- alta taxa de dissolução na água;
- necessidade de maior quantidade reagente para adsorção;
- rigidez da espuma;
- alta viscosidade da polpa;
- indesejável recobrimento de partículas ultrafinas de ganga nos minerais úteis.

3.3. Floculação seletiva

A floculação seletiva é um mecanismo de agregação entre partículas, previamente dispersas, da mesma espécie mineral, pelo estabelecimento de pontes através de filamentos de moléculas poliméricas adicionadas (reagentes floculantes), com a formação de flocos (Figura 3.4).

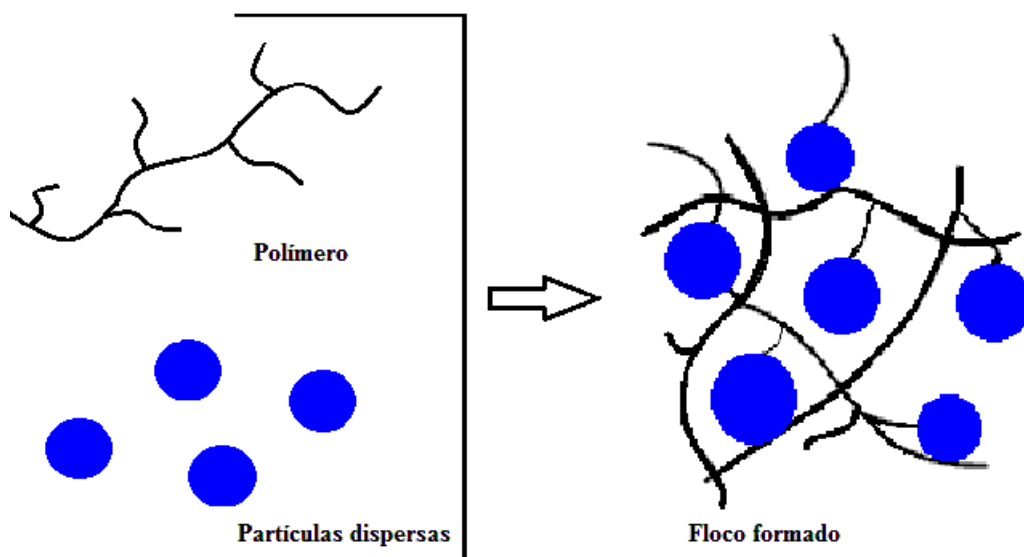


Figura 3.4-Floculação por mecanismo de pontes.

A floculação seletiva pode ser usada como técnica de concentração de finos desde que os reagentes floculantes atuem seletivamente, de forma a agregar a espécie mineral desejada enquanto as demais espécies deverão permanecer dispersas. O processo de floculação seletiva pode ser dividido em quatro etapas fundamentais: (i) dispersão; (ii) adsorção do floculante; (iii) formação e crescimento do floc; (iv) separação e, se necessário, limpeza (BALTAR, 2010).

A eficiência da floculação depende da completa dispersão inicial das partículas, provocando sua individualização, assim como da utilização de polímeros seletivos e dosados adequadamente (BALTAR, 2010). Concentrações de floculantes acima da ideal favorecem a

heterofloculação e podem evoluir para uma situação de desfloculação (dispersão estérica) enquanto concentrações insuficientes podem afetar a formação dos flocos (BRANDÃO, 2014).

No que se refere à etapa de formação do floco e adsorção do polímero floculante no minério é importante destacar a contribuição de HOGG (1999), que revelou a importância da cinética para a efetividade do processo. Em seus estudos, o autor considerou, principalmente, a influência das seguintes variáveis na floculação seletiva a fim de identificar a relação entre a taxa de adsorção do floculante e a taxa final de floculação da polpa: carga das partículas em oposição à carga dos reagentes; maior ou menor exigência de dosagem do floculante para a efetividade da flotação; cinética e rapidez do crescimento do floco.

HOGG (1999) identificou que maiores densidades de adsorção de polímeros são observadas em partículas eletricamente carregadas com cargas opostas aos reagentes. Contudo, a maior taxa de adsorção não significava necessariamente a maior taxa de floculação. Ao serem observadas, as suspensões desses minerais necessitavam de maiores dosagens de polímeros para obter uma alta taxa de floculação, em relação às polpas de baixa carga superficial. Contudo, no que se refere às partículas com baixa carga superficial (polpas pré-coaguladas), apesar da menor taxa de adsorção, elas apresentaram altas taxas de floculação, mesmo com a adição de pequenas doses de polímeros. Para o pesquisador, isso demonstra que não há relação direta entre taxa de adsorção e taxa de floculação e que, na realidade, o fator mais determinante para o processo é a cinética. A explicação proposta é que em sistemas nos quais o crescimento de floco ocorre muito rapidamente, a adsorção continuada do floculante é dificultada pela diminuição da área superficial externa do floco e por sua remoção instantânea da suspensão, via sedimentação. Além disso, revelou-se que os flocos formados muito rapidamente acabam incorporando partículas de composições diferentes (heterofloculação) comprometendo a seletividade da floculação. Outra característica prejudicial, é que a rápida formação gera flocos muito grandes, que são mais frágeis e susceptíveis à quebra do que flocos pequenos. Em conclusão, autor afirmou que os melhores resultados da floculação seletiva são obtidos com adição estagiada do floculante.

Na área do processamento mineral, geralmente são mencionados apenas três aplicações industriais da técnica de floculação seletiva, sendo elas: a floculação seletiva de minério de ferro, floculação seletiva de silvinita, e a remoção de minerais de titânio em caulim (LARROYD, 2001). As restrições quanto à aplicação de floculação seletiva se devem

principalmente à dificuldade de se encontrar polímeros flocculantes realmente seletivos haja vista a grande variedade de mecanismos pelos quais ocorre a adsorção: como ligações de hidrogênio, ligações de van der Waals e interações eletrostáticas, o que torna difícil a ação específica do polímero sobre a superfície de uma única espécie mineral.

Além disso, em sistemas mistos ou naturais, a seletividade ainda pode ser comprometida por outros fatores como: (i) heteroagulação, interferência de íons dissolvidos de outra espécie mineral; (ii) *slimes coating*; (iii) aprisionamento de partículas no floco; (iv) contaminação durante a moagem (BALTAR, 2010).

3.3.1. Flocculação seletiva de minério de ferro

A mais desenvolvida aplicação industrial da flocculação ocorre no processo de concentração do minério de ferro, contexto em que a flocculação seletiva não constitui uma etapa independente. Nesse procedimento, a flocculação seletiva figura como uma operação auxiliar, inserida estrategicamente na etapa de concentração por flotação (OLIVEIRA e RUBIO, 2011), a fim de formar agregados previamente à atuação dos reagentes da flotação. Por sua vez COELHO (1984) observou que a agregação de partículas por flocculação seletiva pode ser útil principalmente em sistemas de concentração de minério de ferro com presença de ultrafinos. O pesquisador cita em seu trabalho o uso industrial da flocculação seletiva antecedendo o processo de flotação catiônica reversa no beneficiamento de taconito (minério contendo 30 a 35% de hematita e 50% de ganga quartizítica) da mina de Tilden, em National Mine, Michigan. Nessa usina, a polpa é condicionada em presença de reagente flocculante, amido cozido, e em seguida conduzida para uma série de espessadores. O *underflow* dos espessadores, já com 40 a 45% de Fe, é então direcionado para flotação cujo concentrado final sai com cerca de 60% de Fe e 5% de SiO₂.

TURRER (2004), ao estudar a adição de reagentes flocculantes em sistemas de flotação catiônica reversa de minério de ferro, observou um aumento significativo na recuperação metalúrgica no concentrado, em torno de 5,5% e 7,8%. Segundo o pesquisador a atuação do flocculante adicionado favoreceu a formação de agregados de partículas, de forma a auxiliar e facilitar o processo de adsorção do amido na superfície da hematita além de reduzir a perda do mineral por arraste.

3.3.2. Reagentes

Dispersantes

Na floculação seletiva a dispersão inicial das partículas é fundamental para o sucesso do processo. Tal dispersão pode ser obtida através da adição de reagentes dispersantes, que são substâncias orgânicas ou inorgânicas capazes de individualizar as partículas minerais agregadas. Esses compostos atuam provocando um aumento da repulsão elétrica entre as partículas (por exemplo, metafosfato de sódio e silicato de sódio) ou promovendo uma estabilização estérica (por exemplo, carboximetilcelulose e poliacrilato) (TOTOU *et al.* 2011). No processamento do minério de ferro os principais reagentes utilizados como dispersantes são: o metassilicato de sódio, o metafosfato de sódio, poliacrilato de sódio e a carboximetilcelulose (CHAVES *et al.* 2010).

O pH também é um fator importante no controle de dispersão do sistema. Íons H^+ e OH^- são determinadores de potencial para oximinerais podendo, portanto, modificar a carga de superfície dessas partículas alterando a estabilidade termodinâmica da polpa.

TOTOU *et al.* (2011) investigaram a influência do tipo e da concentração de uma série de dispersantes na eficiência da dispersão de lamas de minério de ferro. Os resultados encontrados apontaram o controle do pH com o hidróxido de sódio como melhor alternativa de alcançar uma dispersão adequada, seguido da utilização do reagente hexametáfosfato. O metassilicato de sódio e as poliacrilaminas, que também foram testadas, apresentaram boa eficiência na dispersão, porém provocaram a depressão do quartzo na flotação.



Em pesquisa sobre dispersão de polpas de hematita, ALEXANDRINO *et al.* (2013) observaram que, em testes realizados sem a adição de reagentes dispersantes, sistemas em níveis de pH mais alcalinos apresentaram níveis de dispersão maiores, de até 11,8%, enquanto na faixa mais ácida, pH 6,8, ocorreu um decaimento no grau de dispersão para 4,65% .

Floculantes

A floculação ocorre através da ação de polímeros denominados floculantes. Esses reagentes promovem a agregação de partículas em suspensão pelo estabelecimento de pontes através dos filamentos de suas moléculas, com a conseqüente formação de flocos.

Os floculantes possuem características que devem ser levadas em consideração para a escolha adequada do reagente. Como mostrado na tabela III.1, os polímeros podem ser: naturais ou sintéticos; neutros, aniônicos ou catiônicos e de baixo, médio ou elevado peso molecular (OLIVEIRA e RUBIO, 2011).

Tabela III.1-Classificação dos polímeros- Fonte: Bolto e Gregory, 2007.

CARACTERÍSTICA	CLASSIFICAÇÃO	EXEMPLOS
Natureza	Naturais	A maioria dos polímeros comerciais
	Sintéticos	Poliacrilamidas, biopolímeros (polifenóis)
Carga	Catiônico	Radicais NH_3 (poliaminas)
	Aniônico	Radicais $-\text{COOH}^-$ (Policarboxilatos)
	Não iônico	Polióxido de etileno, Poliacrilamidas
	Anfótero	Poliacrilamidas semi hidrolisadas
Hidrofobicidade	Hidrófobicos, semi hidrofóbicos	Polióxido de etileno, álcool, polivilínico
	Hidrofílicos	A maioria dos polímeros
Peso molecular	Baixo	$< 10^5$ g/mol
	Médio	Entre 10^5 g/mol e 10^6 g/mol
	Alto	$>10^6$ g/mol
Estrutura	Linear	
	Ramificada	

Na floculação de minério de ferro o amido, floculante natural, destaca-se como um dos reagentes mais utilizados. No entanto, o uso de floculantes sintéticos, para formação de agregados, vem se destacando devido a uma série de vantagens em relação aos floculantes naturais, entre elas (MOLYNEUX, 1983):

- i. estrutura que permite modificações, por serem sintetizadas em laboratório;
- ii. composição química determinada;
- iii. maior estabilidade química e principalmente biológica;
- iv. ampla disponibilidade (os naturais podem apresentar restrições de natureza política ou climática).

Os floculantes sintéticos são polímeros que se caracterizam por serem solúveis em água e, em geral, apresentam elevado peso molecular. À medida que cresce o tamanho das moléculas o poder floculante do polímero se torna maior, porém sua solubilidade tende a ser reduzida, o que pode ser corrigido com uma agitação vigorosa e bem controlada, já que a turbulência provoca a degradação do polímero por meio de rupturas ao longo da molécula, mas também pode causar a quebra dos flocos já formados. O esforço no desenvolvimento tecnológico dos floculantes tem sido direcionado no sentido de produzir polímeros cada vez maiores sem que a solubilidade em água seja comprometida (BALTAR, 2010).

Em 1970, os polímeros sintéticos poliacrilamidas de alto peso molecular foram desenvolvidos e desde então têm sido utilizados em diversas áreas como nos tratamentos de água, na indústria petrolífera e em beneficiamento mineral.

Quando comparadas ao amido, as poliacrilaminas são capazes de produzir maiores taxas de sedimentação a dosagens relativamente mais baixas (AVOTINS e RYLES, 1996).

As poliacrilamidas podem ser obtidas através da polimerização do monômero acrilamida via radical livre ou a partir da copolarização entre dois ou mais monômeros. Elas caracterizam-se como hidrossolúveis, possuem cadeia flexível e versatilidade de cargas, podendo ser neutras, catiônicas ou aniônicas (Figura 3.5) (LIMA, 2010).

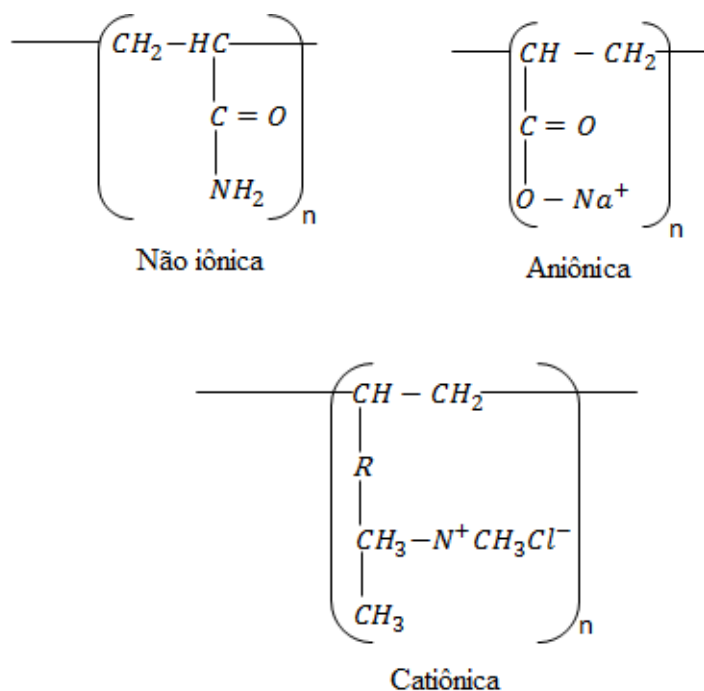


Figura 3.5- Estruturas das poliacrilamidas.

O grau de hidrólise (ou grau de ionização) é uma característica importante do polímero floculante. A presença de segmentos ionizados provoca o estiramento da macromolécula devido à repulsão eletrostática resultante, o que favorece a formação de flocos e acarreta um aumento na viscosidade da solução (BALTAR, 2010).

A densidade iônica de uma poliacrilamida hidrolisada depende do pH e da concentração de sais na solução. Graus de ionização excessivamente reduzidos podem ser insuficientes para promover o necessário estiramento da molécula, importante para a formação do floco. Já uma densidade iônica muito elevada pode gerar repulsão eletrostática, resultando em dificuldade para adsorção em superfícies com carga de mesmo sinal.

- **Poliacrilamidas não iônicas**

As poliacrilamidas não iônicas constituem os polímeros sintéticos neutros mais utilizados na indústria e são obtidas a partir da polimerização da acrilamida (BALTAR, 2010). De um modo geral, pode-se considerar que toda poliacrilamina dita neutra é de fato levemente iônica (2 a 5%) (BRANDÃO, 2014).

- **Poliacrilamidas aniônicas**

As poliacrilaminas aniônicas são obtidas a partir da copolimerização da acrilamida com o ácido acrílico ou por reações de hidrólise das poliacrilamidas neutras. Em soluções aquosas a principal reação química da poliacrilamida é a hidrólise do grupo amida de sua molécula. Essa reação consiste na substituição do grupo amida por um grupo carboxílico fazendo com que a molécula adquira uma carga negativa em meio neutro ou alcalino. Esses reagentes tendem a atuar melhor em pH neutro e básico. Em meio ácido, a incorporação de íons H^+ pelo grupamento carboxil resulta na neutralização da molécula do polímero aniônico, prejudicando a atuação do reagente como floculante (BALTAR, 2010).

- **Poliacrilamidas catiônicas**

As poliacrilaminas catiônicas se caracterizam pela presença de monômeros com um átomo de nitrogênio e uma carga positiva que tem como origem a protonação ou quaternização do grupo funcional. Em geral, esses floculantes são obtidos a partir da copolimerização da acrilamida com um monômero catiônico (LEWELLYN e AVOTINS, 1988). As poliacrilamidas catiônicas adsorvem na superfície mineral principalmente através de interações eletrostáticas quando a superfície mineral e o polímero apresentam cargas contrárias, porém são raramente usadas na mineração devido a seu alto custo, baixo peso molecular ($2 \text{ a } 6 \times 10^5$) e dificuldade no armazenamento (ADAMS *et al.*, 1986).

A adsorção das poliacrilaminas na superfície mineral ocorre principalmente por ligações de hidrogênio. Esse tipo de ligação pode ocorrer através de interação do grupo funcional carbonila ($C = O$) em sítios eletropositivos da superfície mineral ou através do grupamento amida NH_2 em sítios eletronegativos (MPOFU *et al.*, 2005)

Interações eletrostáticas também podem ocorrer sempre que a superfície mineral e o polímero apresentam cargas contrárias. Esse mecanismo constitui-se na principal forma de adsorção dos floculantes catiônicos (KITCHENER, 1992). Já em sistemas com poliacrilamidas aniônicas a adsorção por interação eletrostática tem uma importância secundária. Isso porque, para que ocorra esse tipo de adsorção, é necessário que a superfície mineral esteja abaixo do seu ponto de carga zero, que geralmente ocorre em pH bastante ácido e em pH muito baixo a poliacrilamida perde o seu caráter aniônico devido à hidrólise do grupo carboxílico ($-COOH$) (BALTAR, 2010).

4. Metodologia

4.1. Materiais

4.1.1. Amostras

As amostras estudadas consistem em minerais de alta pureza de: 1) hematita compacta proveniente da Mina Casa de Pedra em Congonhas (MG); 2) hematita especular proveniente da Mina de Andrade em João Monlevade (MG); 3) quartzo de pegmatito coletados em Turmalina (MG).

4.1.2. Reagentes

Para os ensaios de microflotação e sedimentação em tubo foram utilizados os reagentes apresentados na tabela IV.1, abaixo.

Tabela IV.1 Reagentes utilizados

COLETOR	Eteramina Flotigam EDA (Clariant)
DEPRESSOR	Amido de milho (Maisena)
MODULADORES DE pH	NaOH e HCl (Cynth)
FLOCULANTES	Magnafloc® 351 (BASF)
	Flonex 920 (SNF Floerger)
	Superfloc N100 (Cyttec)
	Superfloc N300 (Cyttec)

Importante destacar que todos os floculantes utilizados (Magnafloc® 351-BASF; Flonex 920-SNF Floerger; Superfloc N100-Cytec; Superfloc N300-Cytec) são poliacrilamidas não-iônicas de alto peso molecular, classe que, em estudos anteriores, mostrou se mais promissora para o objetivo da presente pesquisa (TURRER, 2004).

4.1.3. Equipamentos

Para a preparação das amostras, dos ensaios de microflotação e dos ensaios de sedimentação foram utilizados os equipamentos apresentados na Tabela IV.2, abaixo.

Tabela IV.2 Equipamentos empregados na realização dos experimentos

EQUIPAMENTO	MODELO	FABRICANTE
Martelo de mão	-	-
Gral	Porcelana	-
Peneiras	Série Tayler	Bartel
Estufa	A -HT	Fanem
Balança analítica	AY220	SHIMADZU
Agitador magnético	LS59A	Logen
Medidor de pH	DM- 22	Digimed
Tubo de Hallimond modificado	-	Hialoquímica
Tubo de sedimentação		Hialoquímica
Cronômetro	-	Technos

4.2. Métodos

4.2.1. Preparação das amostras

No presente estudo todos os testes foram realizados com amostras de minerais puros. Para tal finalidade, as amostras que originalmente mediam aproximadamente 5cm (cinco centímetros) foram fragmentadas manualmente, com a ajuda de um martelo, até atingirem uma granulometria inferior a 0,5mm (cinco décimos de milímetro), e separadas para cada tipo de ensaio. As faixas granulométricas foram obtidas a partir do processo de peneiramento laboratorial.

Para a utilização nos ensaios de microflotação e também na caracterização pela técnica microscopia eletrônica de varredura (MEV), as amostras fragmentadas supramencionadas

foram reduzidas novamente, com a utilização de um gral em porcelana, até atingirem as faixas granulométricas de $-150\mu\text{m} +75\mu\text{m}$ (menor que cento e cinquenta micrômetros e maior que setenta e cinco micrômetros).

Por sua vez, as amostras destinadas à caracterização pela técnica difração de raios X (DRX), e destinadas aos ensaios de potencial zeta e aos testes de sedimentação, foram reduzidas, em gral em porcelana, até a faixa granulométrica de $-38\mu\text{m}$ (menor que trinta e oito micrômetros).

4.2.2. Caracterização tecnológica

A caracterização das amostras de mineral puro foi realizada a partir de duas técnicas: 1) difração de raios X (DRX), para verificação de pureza; 2) microscopia eletrônica de varredura (MEV), para análise de morfologia.

Para a técnica de difratometria de raios X (DRX), foi utilizado o equipamento difratômetro de raios X, marca PANalytical, modelo EMPYREAN, com tubo de anodo de cobre. As análises foram efetuadas a partir do confronto dos valores das distâncias interplanares e das intensidades dos picos das amostras do estudo registrados pelo equipamento em comparação com os valores de referência (amostras de referência), pertencentes ao banco de dados do PDF-2 Release 2010 do ICDD (International Centre for Diffraction Data).

Por sua vez, os ensaios de análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram realizados com o objetivo de se comparar a microestrutura das partículas das amostras de hematita compacta e hematita especular. Nestas análises utilizou-se o equipamento microssonda eletrônica acoplada ao microscópio eletrônico de varredura, marca FEI, modelo INSPECT S50, sendo este capaz de gerar imagens virtuais de ampliação e alta resolução das superfícies minerais. A microssonda eletrônica utilizada e acoplada ao MEV foi o espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS), marca EDAX. O software utilizado foi o Genesis EDS Software. Nessa caracterização, foram analisadas amostras de granulometria $+75\mu\text{m} -150\mu\text{m}$ (menor que cento e cinquenta micrômetros e maior que setenta

e cinco micrômetros), as quais foram previamente preparadas e recobertas por uma fina película condutora de carbono para conferir condutividade elétrica às mesmas.

4.2.3. Medidas de Potencial Zeta

As determinações das cargas elétricas superficiais das partículas dos minerais puros hematita compacta, hematita especular e quartzo foram realizadas com o auxílio do equipamento Zeta Meter ZD3-D-G 3.0+, marca Zeta Meter System, com imagem direta por vídeo, através da técnica de eletroforese em suspensão com o eletrólito indiferente NaCl $1 \times 10^{-3} \text{M}$. As amostras utilizadas nos ensaios possuíam granulometria inferior a $38 \mu\text{m}$ (menor que trinta e oito micrômetros). Para realização das medidas, foram preparadas suspensões aquosas com o mineral e o eletrólito indiferente.

O tempo de decantação das amostras em solução, calculado pela "lei de Stokes", foi de aproximadamente 3 horas, de forma a garantir que no momento de cada medida fossem analisadas apenas partículas de granulometria inferior a $10 \mu\text{m}$ (dez micrômetros). As curvas foram levantadas para valores de pH compreendidos entre 2 (dois) e 12 (doze). Para cada valor de pH analisado foram feitas ao menos 40 medidas de potencial zeta, de forma a manter o significado estatístico das medidas. No entanto, para valores de pH próximos ao PIE (ponto isoelétrico) dos minerais ou nos valores extremos de pH, não foi possível obter tal quantidade de medidas. Para garantir obtenção de curvas confiáveis, as amostras cujo resultado apresentou desvio padrão superior a 5% foram descartadas e analisadas novamente.

4.2.4. Testes de microflotação

Foram realizados testes de microflotação com o objetivo de analisar as interações entre os minerais puros e os reagentes específicos para indicar a sua flotabilidade. Nesses testes foram estudados:

- as concentrações mínimas de reagente coletor que tiveram atuação sobre as diferentes amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo);

- a eficácia de reagente depressor (amido) sobre as diferentes amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo) na presença de reagente coletor (amina), cuja concentração foi estabelecida no item anterior;
- o efeito da adição dos reagentes flocculantes combinados com o reagente depressor (amido), em diferentes concentrações sobre a flotabilidade das diferentes amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo), na presença do reagente coletor (amina);

Os testes de microflotação foram realizados em tubo de Hallimond modificado adaptado com um extensor (figura 4.1, abaixo) e colocado sobre agitador magnético, marca Logen. Trata-se de uma célula de vidro composta por três partes encaixáveis por meio de uma junta esmerilhada. A parte inferior tem um fundo poroso de vidro sinterizado, que produz bolhas uniformes a partir do gás injetado no sistema. O extensor, colocado entre a base e a parte superior do tubo, é utilizado para evitar o arraste hidrodinâmico dos agregados. A parte superior tem a função de coletar o material flotado.



Figura 4.1-Tubo de Hallimond modificado, sobre agitador magnético.

Os ensaios de microflotação foram realizados em triplicata e divididos em 03 (três) fases, de acordo com os objetivos específicos:

- I. testes com variação da concentração de coletor, afim de obter a concentração mínima que garanta alguma flotabilidade das amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo).
- II. testes com variação da concentração de depressor, afim de obter a concentração mínima que garanta a interrupção da flotabilidade de cada mineral estudado na presença do reagente coletor;
- III. testes com variação das concentrações de depressor e de floculante, combinados, a fim de avaliar a flotabilidade das amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo) na presença desses reagentes.

Os testes de microflotação foram realizados em água destilada, de acordo com o procedimento básico descrito a seguir (MARQUES, 2013). É importante destacar que para cada fase foram utilizadas diferentes soluções, conforme apontado no item 4, abaixo, e em respeito aos objetivos específicos supramencionados.

1. pesagem 1g de amostra pura (hematita compacta, hematita especular, quartzo) com tamanho $-150 +75\mu\text{m}$;
2. pesagem de papel filtro;
3. identificação da massa e da numeração do teste em cada papel filtro;
4. preparação das soluções a serem utilizadas em cada fase dos ensaios:

fase I – utilização de uma solução de reagente coletor;

fase II – utilização de uma solução de reagente coletor e de uma solução de reagente depressor;

fase III – utilização de uma solução de reagente coletor, de uma solução de reagente depressor e de uma solução de floculante;

5. preparação de solução de reagentes moduladores de pH (NaOH e HCl a ser utilizada em todas as fases do ensaio);
6. ajuste do pH de cada solução dos reagentes;
7. introdução do mineral e da barra magnética na parte inferior do tubo de Hallimond modificado;
8. acoplagem do extensor ao tubo de Hallimond modificado;

9. nesse ponto, utilizando-se uma proveta de 50mL (cinquenta mililitros) foi realizada, em cada teste, a adição da solução de reagentes, em concentrações variáveis, de forma a permitir a construção do gráfico de resultados. Tal procedimento resultou da adição de quantidades diferentes dos reagentes de massa conhecida, com a complementação do volume com água destilada, até atingir os 50mL (cinquenta mililitros) da proveta.
10. adição dos 50mL (cinquenta mililitros) da solução, já no pH do ensaio, na parte inferior do tubo;
11. condicionamento da suspensão por tempo predeterminado em agitador magnético;
12. montagem da parte superior junto ao extensor;
13. adição de água destilada, no pH do ensaio, até completar o volume total de 320 mL (trezentos e vinte mililitros) de suspensão, assim atingindo a concentração do ensaio;
14. introdução do gás nitrogênio no sistema, na vazão predeterminada, durante o tempo de 1min (um minuto), de forma a realizar a flotação;
15. ao final do tempo de flotação, desliga-se o gás e, em seguida, o agitador;
16. coleta do material flotado pela abertura da parte superior do tubo;
17. filtragem do material coletado;
18. retirada da barra magnética com pescador e lavagem para remover alguma partícula presa a ela;
19. coleta e filtragem do material afundado;
20. secagem dos papéis de filtro em estufa a 70°C, durante 24h (vinte e quatro horas);
21. retirada dos papéis de filtro da estufa;
22. resfriamento à temperatura ambiente por 2h (duas horas) antes da pesagem;
23. pesagem em balança de precisão padrão;
24. final do procedimento com o cálculo da porcentagem de material flotado através da fórmula:

$$\text{Flotabilidade}(\%) = \frac{m_f}{m_f + m_a} \times 100$$

(Equação 4.1)

em que m_f = massa do flotado e m_a = massa do afundado.

Os parâmetros 1) velocidade de agitação, 2) vazão de gás e 3) tempos de condicionamento foram determinados a partir de testes preliminares, realizados a fim de identificar as condições mais eficientes para a execução dos ensaios, tendo em vista os objetivos almejados.

Os testes revelaram que a velocidade de agitação de 600 rpm (seiscentas rotações por minuto) era suficiente para manter os agregados em suspensão durante os testes, sem promover a degradação dos flocos.

A fim de estabelecer o parâmetro, foram testadas as vazões de gás iguais a 40 mL/min, 60 mL/min e 80 mL/min. A vazão de 60 mL/min apresentou melhor uniformidade de distribuição das bolhas na placa porosa do tubo de Hallimond ao mesmo tempo em que gerou reduzido arraste as partículas, sendo, portanto, o valor estabelecido para realização dos testes.

Para garantir a regularidade dos testes, os tempos de condicionamento foram fixados em: 4min (quatro minutos) para o depressor; 1min (um minuto) para o floculante; 2min (dois minutos) para o coletor.

No que se refere às concentrações das soluções utilizadas, foi necessário realizar um procedimento escalonado, para atingir quantidades de reagentes que permitissem reproduzir, dentro do tubo de Hallimond, condições aptas a produzir resultados praticáveis em escala industrial, sempre considerando as diferenças de grandezas e buscando fugir de eventuais deturpações que possam resultar da pequena escala dos experimentos realizados no laboratório. Tudo isso com o objetivo de garantir a credibilidade dos resultados e sua possível utilização industrial.

A partir do volume total do tubo de Hallimond (320ml), busca-se reproduzir um ambiente que permita reproduzir a utilização dos reagentes na concentração compreendida aproximadamente entre a faixa de 1 mg/L a 100 mg/L, uma vez que, em decorrência da

construção do conhecimento da área, tal concentração vem se revelando a mais favorável para gerar resultados viáveis para aplicação em escala industrial.

Tal constatação pode ser evidenciada a partir do estudo dos gráficos e resultados apresentados pelos principais estudiosos do tema. Por exemplo, Brandão (2005), em seu estudo “Seletividade na Flotação Reversa de Minério de Ferro: Adsorção dos Reagentes”, revela os resultados de pesquisa realizada na faixa de 0mg/L a 120mg/L de reagente depressor.

Contudo, ao fazer a conversão de escala, fica demonstrado que os valores buscados para o tubo são bastante reduzidos, de forma que se torna inviável praticamente preparar tal solução utilizando os equipamentos padrão de pesagem e medição.

Assim, para chegar à concentração desejada, primeiramente foram preparadas soluções preliminares (solução concentrada) de microflotação nas seguintes concentrações: coletor (amina) a 0,5% p/v (cinco décimos por cento peso por volume); depressor (amido) a 0,1% p/v (um décimo por cento peso por volume); floculante 0,5% p/v (cinco décimos por cento peso por volume).

Em seguida, cada uma dessas soluções foi diluída a fim de se manter a massa conhecida e, ao realizar o aumento da quantidade de solvente, tornar possível mensurar a concentração desejada, ainda que seja bastante reduzida, com o objetivo de reproduzir a concentração de 1mg/L, que possibilita a obtenção de resultados aproveitáveis.

Assim, após o processo de diluição foram obtidas as soluções de reagentes nas seguintes concentrações: coletor (amina) a 0,064% p/v (sessenta e quatro milésimos por cento peso por volume); depressor (amido) a 0,064% p/v (sessenta e quatro milésimos por cento peso por volume); floculante 0,03% p/v (três centésimos por cento peso por volume).

A partir dessas soluções de concentração conhecida, foi realizada, em cada teste, a adição da solução de reagentes, em concentrações variáveis, de forma a permitir a construção do gráfico de resultados. Tal procedimento resultou da adição de quantidades diferentes dos reagentes de massa conhecida, com a complementação do volume com água destilada, permitindo manipular as concentrações.

A adição dos reagentes seguiu a seguinte ordem:

- Fase I: apenas o coletor

- Fase II: 1º depressor; 2º coletor.
- Fase III: 1º depressor; 2º floculante; 3º coletor.

Para a realização dos testes, foi necessário eleger qual seria a ordem de adição dos reagentes, em cada uma das progressivas fases. Visando registrar a maior efetividade do processo de flotação catiônica reversa do minério de ferro, o presente estudo optou por adicionar primeiramente o depressor, em seguida o floculante e, por fim, a adição do coletor.

Na fase II, a sequência de adição inicial do depressor (amido), seguida pela adição final do coletor (amina), foi escolhida por ser procedimento já consolidado e adotado de forma consagrada por ser mais eficiente, tendo em vista a forma de atuação desses reagentes.

Contudo, na fase III, optou-se por adicionar primeiramente o depressor e, posteriormente, o floculante. Tal decisão foi feita com base na busca de otimizar a dinâmica de atuação dos reagentes.

Já foi afirmado que o agente depressor amido também possui uma atuação como floculante seletivo de minerais de ferro (BRANDAO, 2005). Tal comportamento do amido proporcionaria a formação prévia de alguns flocos de minerais de ferro.

Diante dessa constatação, a adição posterior do floculante poderia se beneficiar dos flocos previamente formados, potencializando a atuação desse reagente. Nesse sentido, HOGG (1999) afirma que as partículas maiores (ou os flocos pré-existent), recebem mais adsorção do polímero floculante do que as partículas menores, principalmente sob agitação intensa.

Além disso, essa realidade poderia desestimular a formação de flocos com alto teor de sílica, tendo em vista que o floculante, apesar de apresentar baixa seletividade em relação aos minerais de ferro, poderia se beneficiar dos flocos de ferro previamente formados pela atuação do depressor, o que privilegiaria a qualidade (teor de minério) dos flocos.

4.2.5. Teste de sedimentação

Os testes de sedimentação foram realizados com o objetivo de estudar a eficiência e a seletividade dos diferentes reagentes flocculantes citados no item 4.1.2 e do amido, em amostras de polpa mineral pura, em pH 10,5 a partir da análise do grau de dispersão das partículas na polpa.

Na presente pesquisa foi utilizado o tubo de sedimentação desenvolvido por Galery (1985), com as seguintes especificações: 18,5 cm (dezoito centímetro e cinco milímetros) de altura, 4,5 cm (quatro centímetro e cinco milímetros) de diâmetro e um orifício localizado a 1,5 cm (um centímetro e cinco milímetros) da base através do qual é feita a coleta do material em suspensão, figura 4.2.

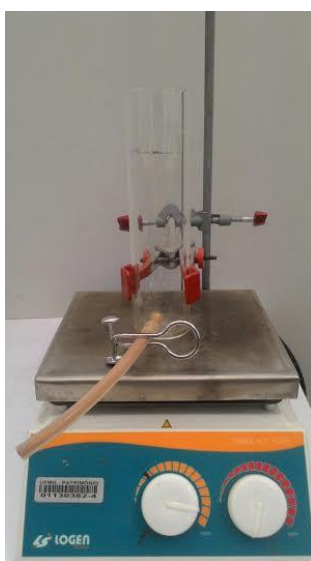


Figura 4.2-Tubo de sedimentação sobre agitador magnético.

Os ensaios de sedimentação foram realizados de acordo com o procedimento descrito a seguir:

1. adição de 5g (cinco gramas) das amostras (hematita compacta, hematita especular, quartzo), na granulometria $-37\mu\text{m}$ (menor que trinta e sete micrômetros), no tubo de sedimentação;
2. adição de 200ml (duzentos mililitros) de água destilada no pH desejado;

3. introdução do eletrodo na parte superior do tubo para acompanhamento do pH da polpa, possibilitando sua modulação sempre que necessária com a adição de soluções NaOH e HCl;
4. adição do reagente floculante;
5. início da agitação em agitador magnético;
6. condicionamento da polpa mineral com os reagentes floculantes por 5min (cinco minutos) em agitador magnético;
7. término da agitação após os 5min (cinco minutos) de condicionamento;
8. em seguida, a polpa mineral é deixada em regime de sedimentação durante outros 5min (cinco minutos);
9. coleta do material em suspensão (overflow) e do material afundado (underflow);
10. secagem do material recolhido, em estufa, por 24h (vinte e quatro horas);
11. resfriamento à temperatura ambiente por 2h (duas horas) antes da pesagem;
12. pesagem em balança de precisão padrão;
13. Final do procedimento com o cálculo do grau de dispersão a partir dos resultados registrados nas etapas anteriores e a utilização da fórmula:

$$GD\% = \frac{m_{over}}{m_{over} + m_{under}} \times 100$$

(Equação b)

Todos os testes foram realizados em triplicata a fim de garantir a representatividade dos resultados.

As soluções dos reagentes poliacrilamidas utilizados nos testes de sedimentação foram preparadas a uma concentração de 0,03% p/v (três centésimos por cento peso por volume) e o

amido a uma concentração de 0,1% p/v (um décimo por cento peso por volume). Para os testes com poliacrilamida foram utilizados dosagens de 10g/t (dez gramas por tonelada) do reagente. Nos testes realizados com amido, a dosagem utilizada foi 1000g/t (mil gramas por tonelada).

5. Resultados e Discussões

5.1. Caracterização tecnológica

5.1.1. Difratomia de raios X

Através da realização das análises de difratometria de raios X foi possível verificar que as amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo possuíam elevado grau de pureza. Como pode ser observado na figura 5.1 a 5.3, abaixo, o difratograma de cada amostra apresenta picos que correspondem apenas a seu respectivo mineral.

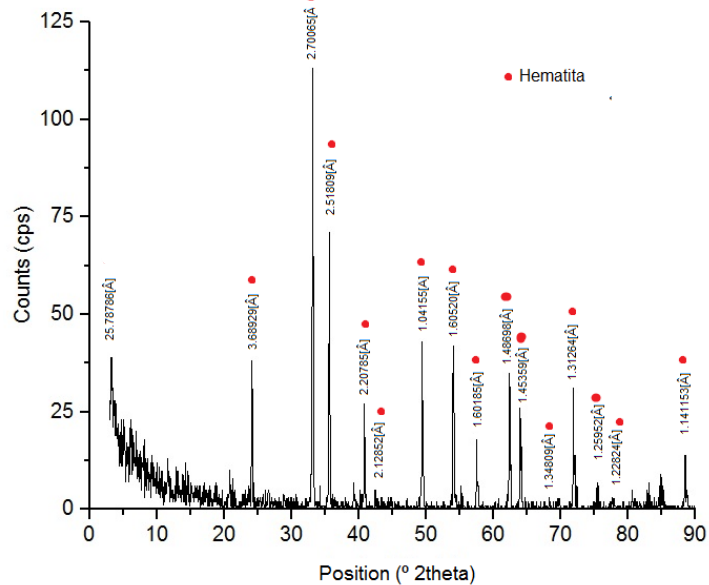


Figura 5.1-Difratograma de raios X da amostra de hematita compacta ($\lambda\alpha$ Cu=1,54060 Å)

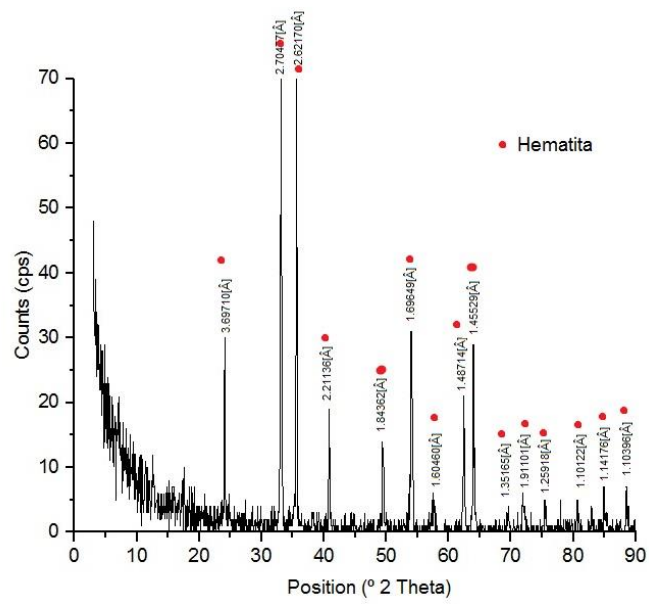


Figura 5.2-Difratograma de raios X da amostra de hematita especular ($\lambda\kappa\alpha$ Cu=1,54060 Å)

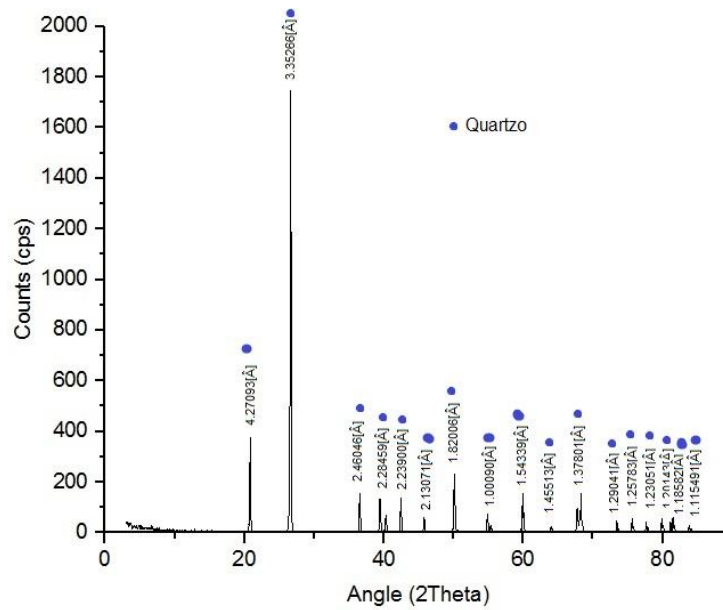


Figura 5.3-Difratograma de raios X da amostra de quartzo ($\lambda\kappa\alpha$ Cu=1,54060 Å)

5.1.2. Microscopia eletrônica de varredura

Os resultados do estudo da morfologia das partículas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) são mostrados na figura 5.4, abaixo. A análise da figura 5.4 (I) demonstra que as partículas da amostra de hematita compacta apresentaram formato irregular e superfície rugosa. No caso da amostra de hematita especular, figura 5.4 (II), observou-se partículas lamelares e lisas.

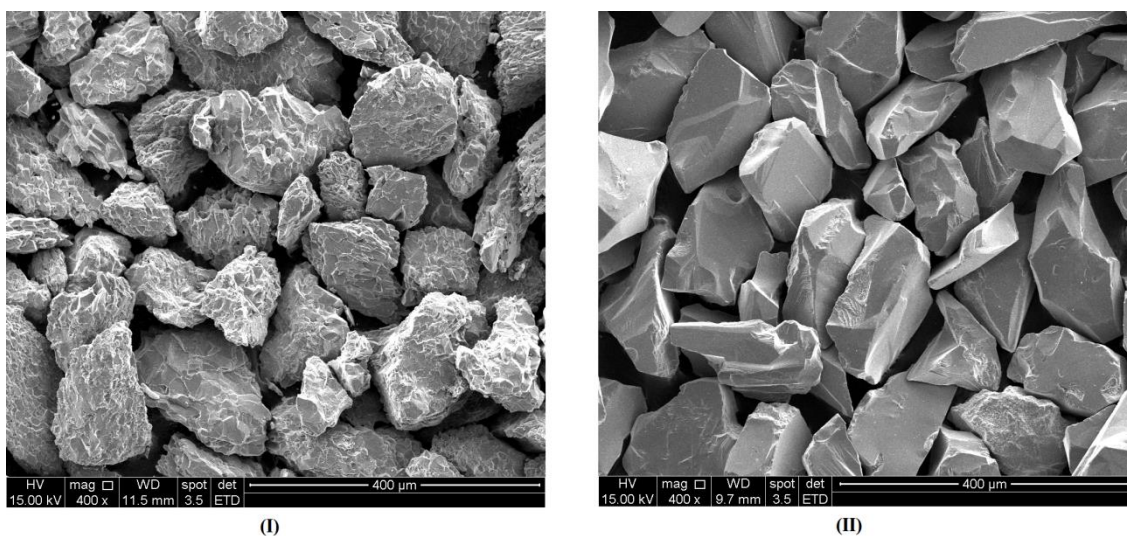


Figura 5.4-Imagem de elétrons retroespalhados (IER) das amostras de hematita compacta (I) e hematita especular (II)

5.2. Medidas de Potencial Zeta

A Figura 5.5, abaixo, apresenta os resultados das determinações de potencial zeta das amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo em função do pH em solução aquosa ($\text{NaCl} - 10^{-3} \text{ mol/l}$).

A análise dos resultados revelou que para as amostras de hematita compacta e hematita especular, os PIE (pontos isoelétricos) foram encontrados aproximadamente em pH 6. Esses valores são próximos aos obtidos por outros autores, dentre eles Valdivieso *et al.* (2004) que encontraram PIE da hematita em pH 7,0. Por sua vez, a amostra de quartzo teve

como resultado o PIE em aproximadamente pH 1,8, valor similar ao encontrado em pesquisas da área, por exemplo em MARTINS *et al.* (2006).

A análise das curvas também mostrou que o potencial zeta do quartzo é negativo para todos os valores de pH medidos e que os mesmos são mais negativos do que o potencial zeta das hematitas. Outra importante constatação é a diferença no comportamento eletrocinético entre as amostras de hematita especular e as de hematita compacta. Nota-se que, em toda faixa de pH, a amostra de hematita especular apresenta maior valor absoluto de carga superficial em comparação à amostra de hematita compacta. Tal fato também foi observado por Silva *et al.* (2013) em estudo anterior.

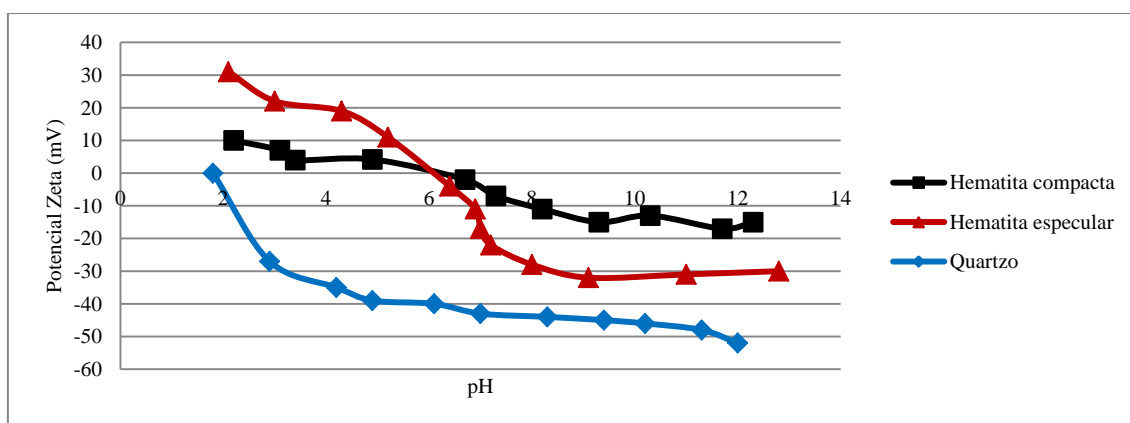


Figura 5.5-Potencial Zeta da Hematita compacta, hematita especular e quartzo em função do pH.

5.3. Testes de Microflotação

5.3.1. Fase I - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de coletor (amina)

Na Fase I, foram realizados testes de microflotação em diferentes pH, utilizando-se como reagente apenas o coletor eteramina FLOTIGAM EDA em diversas concentrações, afim de se determinar a condição a partir da qual se obtem 100% de flotabilidade para cada mineral. Os resultados para as amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo são apresentados nas figuras 5.6 a 5.8, abaixo.

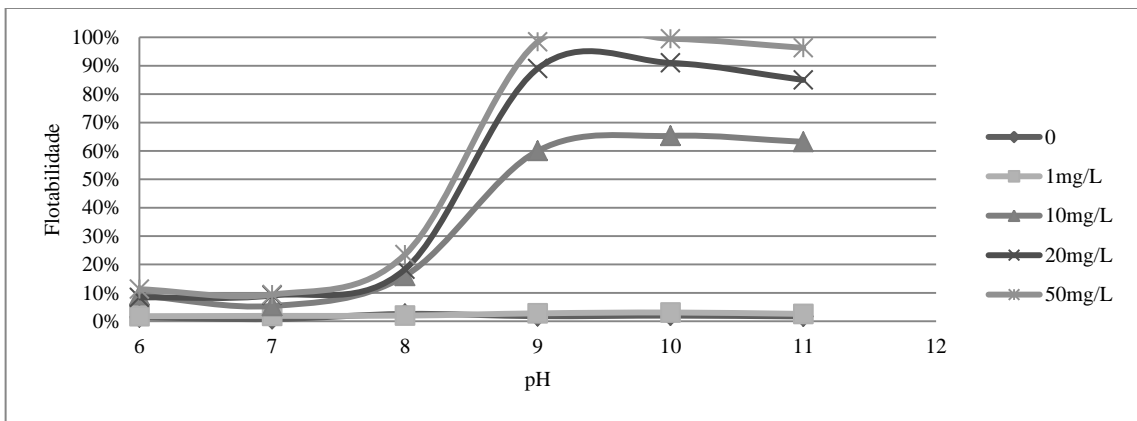


Figura 5.6-Flotabilidade da hematita compacta em função do pH e da concentração de amina

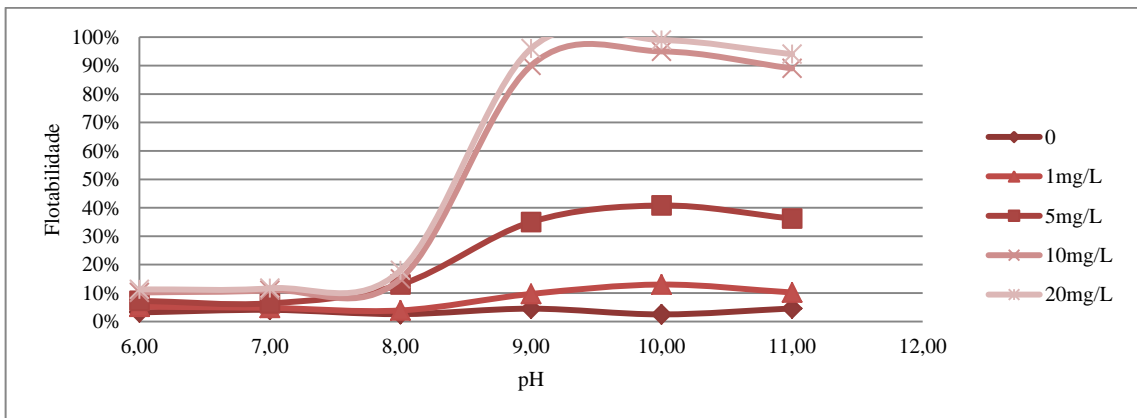


Figura 5.7-Flotabilidade da hematita especular em função do pH e da concentração de amina.

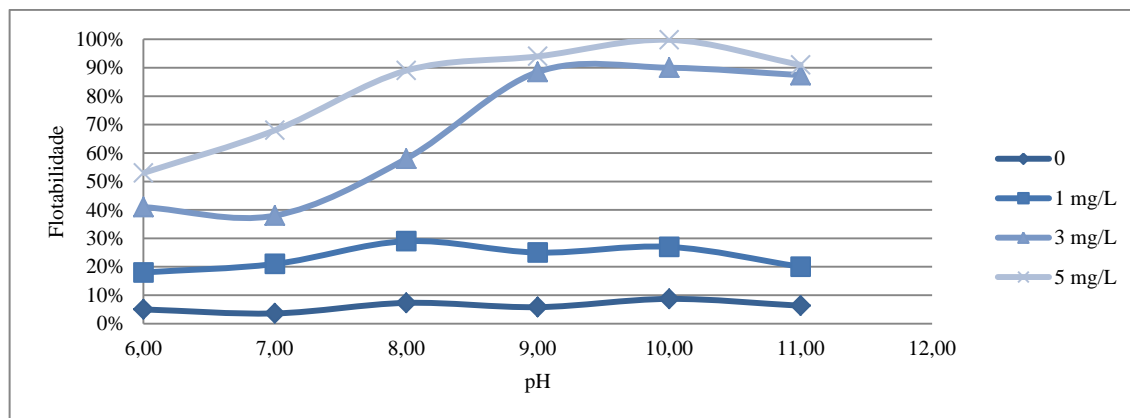


Figura 5.8-Flotabilidade do quartzo em função do pH e da concentração de amina

Os resultados permitem concluir que, na ausência de reagente depressor, a amina se adsorve tanto na superfície das hematitas quanto na superfície do quartzo. No entanto nota-se uma maior densidade de adsorção da amina na superfície do quartzo em relação às hematitas. A partir da adição de pequenas dosagens de amina, em torno de 5mg/L (cinco miligramas por litro), a amostra de quartzo já apresenta máxima flotabilidade. Por outro lado, as amostras de hematita atingem ótima flotabilidade a partir da adição de dosagens em torno de 20mg/L (vinte miligramas por litro) de amina.

Constatou-se também que a flotabilidade do quartzo ocorreu em uma faixa de pH mais ampla do que no caso das hematitas. Os resultados revelam que a flotabilidade de quartzo ocorre em quase toda a faixa de pH testada, porém a flotabilidade das hematitas se restringe a acontecer em pH básico, notadamente nas condições superiores ao pH 8. Os comportamentos observados podem ser explicados pelo mecanismo de ação da amina sobre as partículas minerais, o qual tem natureza eletrostática (BRANDÃO, 2005). Ao analisar as curvas de potencial zeta dos minerais, figura 5.5, observa-se que as partículas de quartzo apresentam, em toda a faixa de pH, carga superficial mais negativa do que as hematitas. Por tal motivo a interação do quartzo com a amina (coletor catiônico) é mais efetiva e ocorre em uma faixa de pH mais extensa, quando comparada com a interação entre as amostras de hematita e a amina.

Além disso, verificou-se que a hematita especular demanda menores dosagens de amina para atingir uma flotabilidade ótima, quando comparada com o comportamento da hematita compacta. A amostra de hematita especular apresentou flotabilidade máxima com dosagens de amina em torno de 20mg/L, (vinte miligramas por litro). Por sua vez, a amostra de hematita compacta exigiu maior concentração de amina, de forma que atingiu flotabilidade

em torno de 100% apenas a partir de dosagens de amina de aproximadamente 50mg/L (cinquenta miligramas por litro).

No mesmo sentido, a discrepância observada entre as flotabilidades das amostras de hematita especular e de hematita compacta foi constatada em estudo anterior realizado por Silva *et al.* (2013). As análises dos resultados da presente pesquisa em conjunto com estudos pretéritos sobre o tema sinalizam que o comportamento distinto das hematitas pode decorrer de dois fatores distintos: 1) morfologia das partículas; 2) propriedades de superfície.

Autores como Ahmed (2010) e Yekeler *et al.* (2004), afirmam que o formato lamelar e a superfície lisa das partículas de hematita especular podem favorecer a sua flotabilidade. Além disso, ao observar a curva de potencial zeta dos minerais, figura 5.5, nota-se que as partículas de hematita especular, em pH básico, apresentam carga superficial mais negativa do que as das partículas de hematita compacta. Isso indica uma clara atuação das propriedades elétricas das partículas como fator de influência na flotabilidade, uma vez que o reagente utilizado foi um coletor catiônico.

Com base nos resultados obtidos, concluiu-se que o ambiente mais eficiente para a realização das próximas fases dos ensaios de microflotação, seriam:

- utilização de pH 10,5;
- concentração de amina de 50 mg/L (cinquenta miligrama por litro) para a hematita compacta;
- concentração de amina de 20mg/L (vinte miligrama por litro) para a hematita especular;
- concentração de amina de 5mg/L (cinco miligrama por litro) para o quartzo.

5.3.2. Fase II - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de depressor (amido) e coletor (amina)

A figura 5.9, abaixo, apresenta os resultados dos testes da fase II. Os experimentos com hematita compacta, hematita especular e quartzo foram realizados com a adição de reagente amina na dosagem 50mg/L, 20mg/L e 5mg/L, respectivamente, conforme conclusões

dos testes da fase I, com o novo estágio manifestado pela adição do reagente depressor (amido) em diversas concentrações.

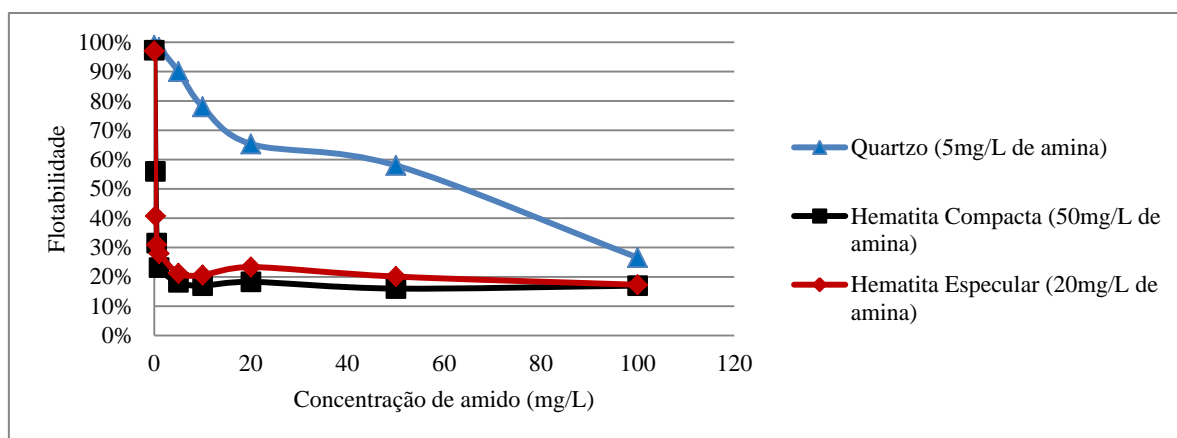


Figura 5.9-Microflotação da hematita compacta, hematita especular e quartzo com Flotigam EDA nas concentrações 50mg/L, 20mg/L e 5mg/L, respectivamente, depressor amido e pH 10,5

Conforme a análise do gráfico, o amido ocasionou a depressão dos três minerais, em intensidades diferentes. A depressão se mostrou mais pronunciada e drástica para as hematitas do que para o quartzo. Verificou-se uma queda da flotabilidade da hematita compacta e hematita especular, para aproximadamente 20%, nos testes com adição de amido em dosagens superiores a 1mg/L. Revelou-se também que, a partir da dosagem de aproximadamente 2mg/L, o aumento do amido não influi consideravelmente na flotabilidade do mineral hematita, conforme demonstrado pela parte reta e estável do gráfico para a hematita compacta e para a especular. Já nos testes realizados com quartzo, observa-se queda de flotabilidade gradual, com a acentuação da queda a partir da adição de maiores dosagens de amido, em torno de 10mg/L.

5.3.3. Fase III - Análise dos testes de microflotação das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo) com adição de depressor (amido), floculantes (poliacrilamidas) e coletor (amina)

Na fase III, foram utilizadas as mesmas proporções de depressor (amido) e coletor (amina) usados na fase II, com o acréscimo de novo estágio intermediário caracterizado pela

adição de diferentes flocculantes poliacrilamina não iônica de alto peso molecular em diversas concentrações. A fim de investigar as consequências dessa etapa, os diferentes flocculantes poliacrilamina não iônica de alto peso molecular foram empregados nas concentrações de 1mg/L, 10mg/L e 100mg/L. Os resultados para hematita compacta, hematita especular e quartzo estão apresentados a seguir, nas figuras 5.10 a 5.21:

5.3.3.1. Resultados para Hematita Compacta:

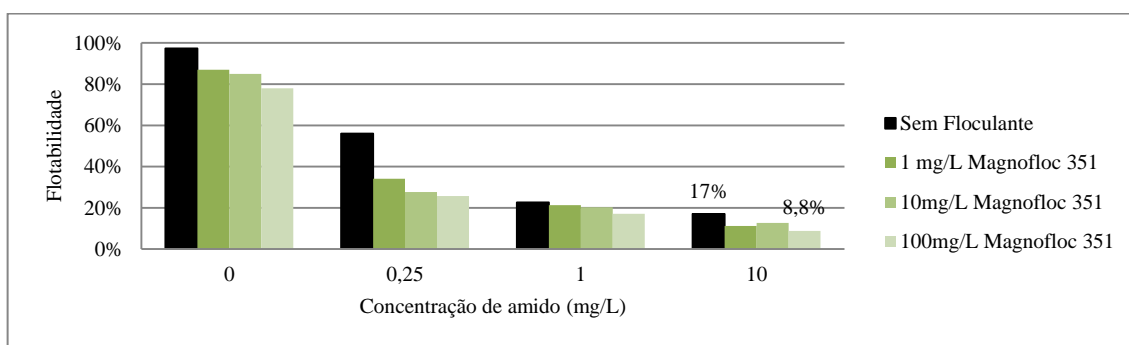


Figura 5.10-Microflotação de hematita compacta na presença de Magnofloc 351

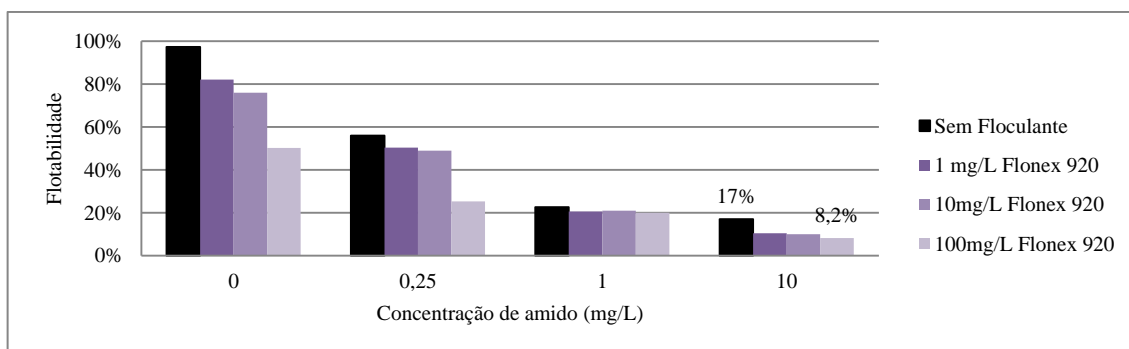


Figura 5.11-Microflotação de hematita compacta na presença de flonex 920.

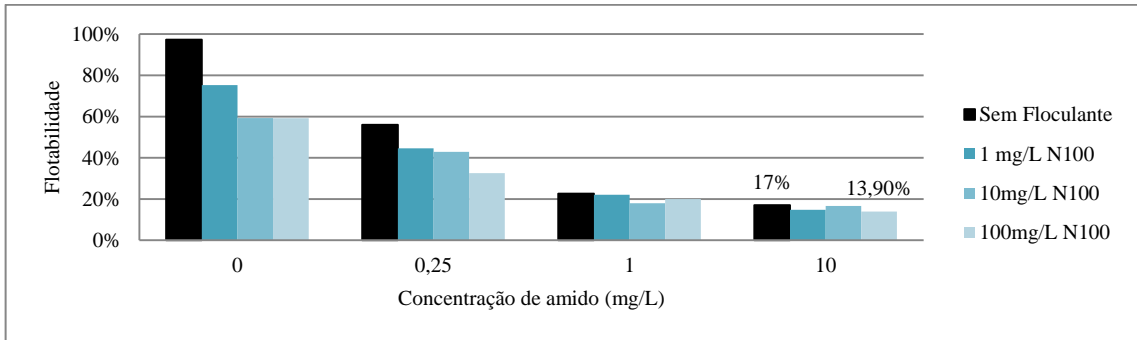


Figura 5.12-Microflotação de hematita compacta na presença de Superfloc N-100

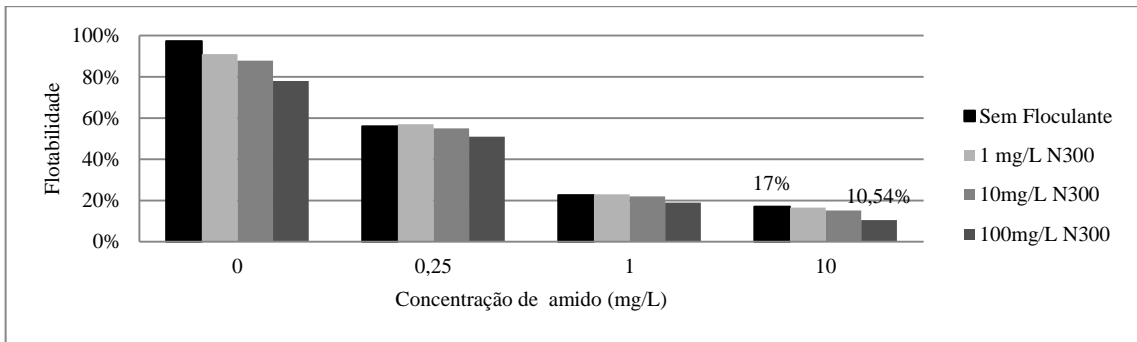


Figura 5.13- Microflotação de hematita compacta na presença de Superfloc N-300.

5.3.3.2. Resultados para Hematita Especular

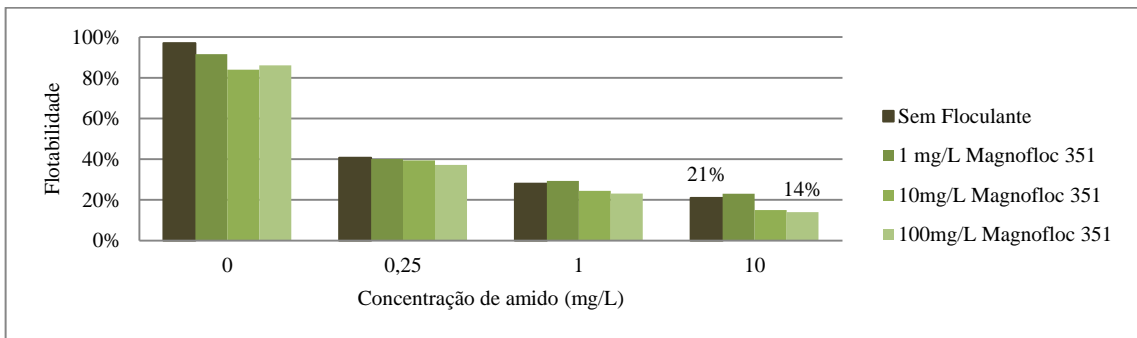


Figura 5.14-Microflotação de hematita especular na presença de Magnofloc 351.

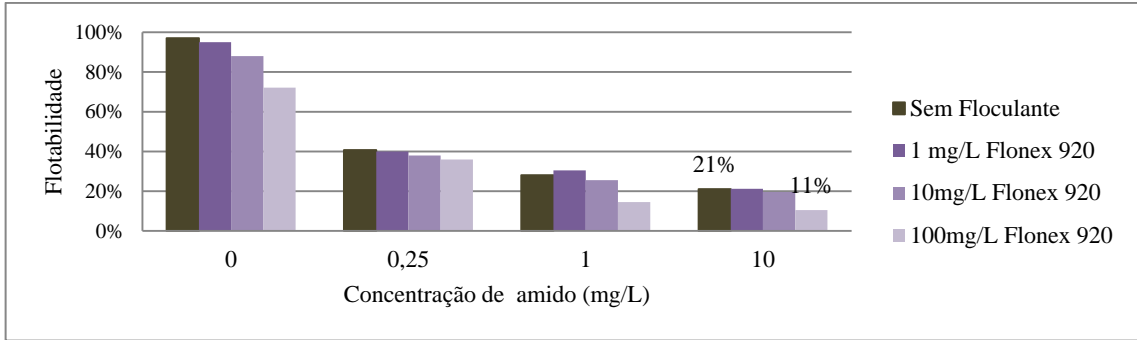


Figura 5.15-Microflotação de hematita especular a na presença de Flonex 920.

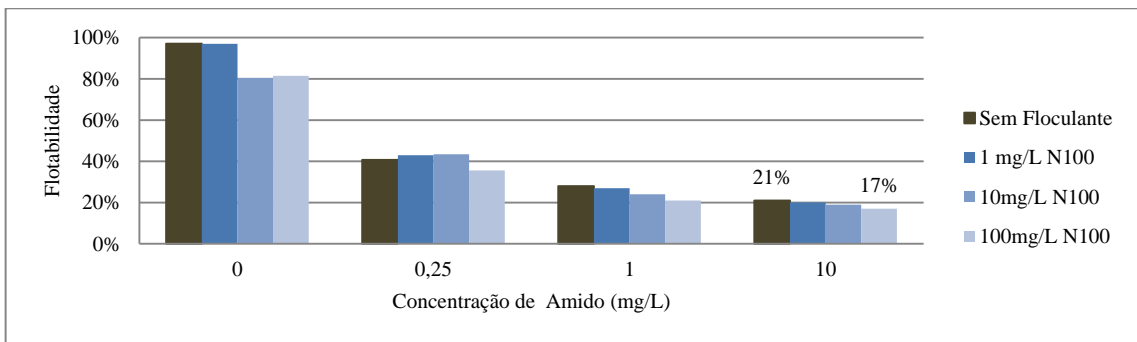


Figura 5.16-Microflotação de hematita especular na presença de Superfloc N-100.

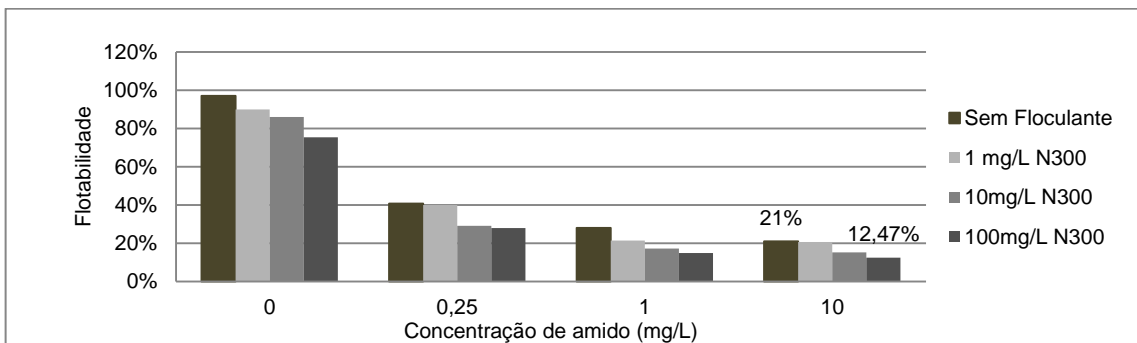


Figura 5.17- Microflotação de hematita especular na presença de Superfloc N-300.

5.3.3.3. Resultados para o quartzo

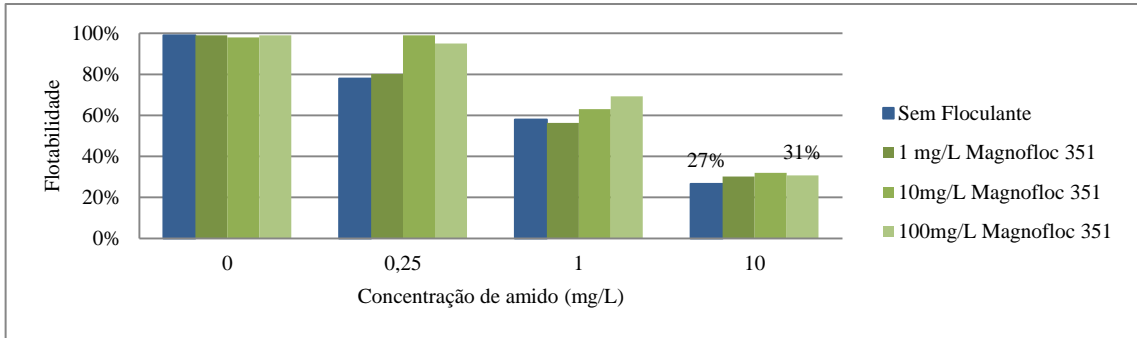


Figura 5.18-Microflotação de quartzo na presença de Magnofloc 351.

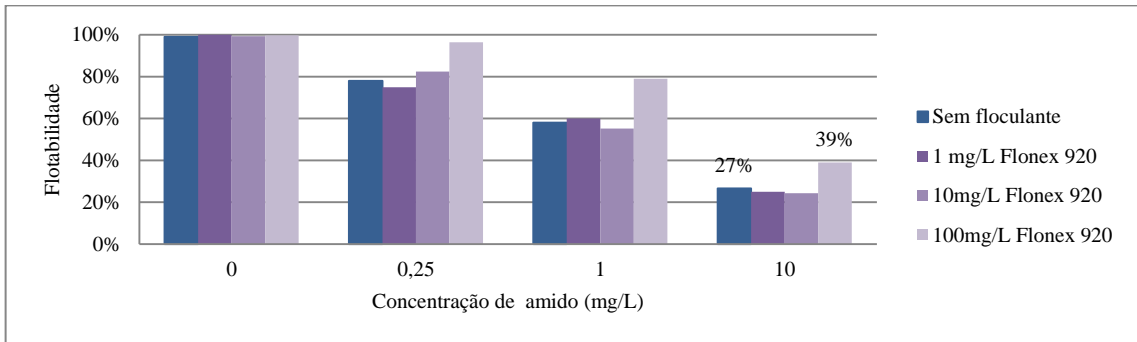


Figura 5.19-Microflotação de quartzo na presença de Flonex 920.

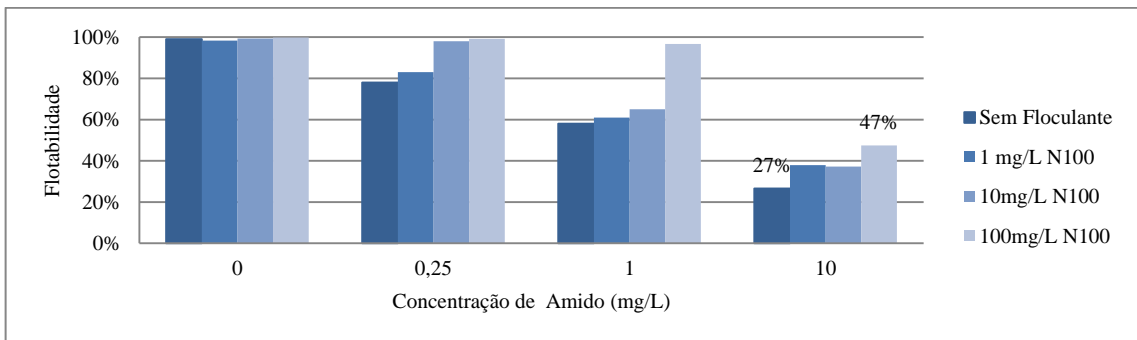


Figura 5.20-Microflotação de quartzo na presença de Superfloc N-100.

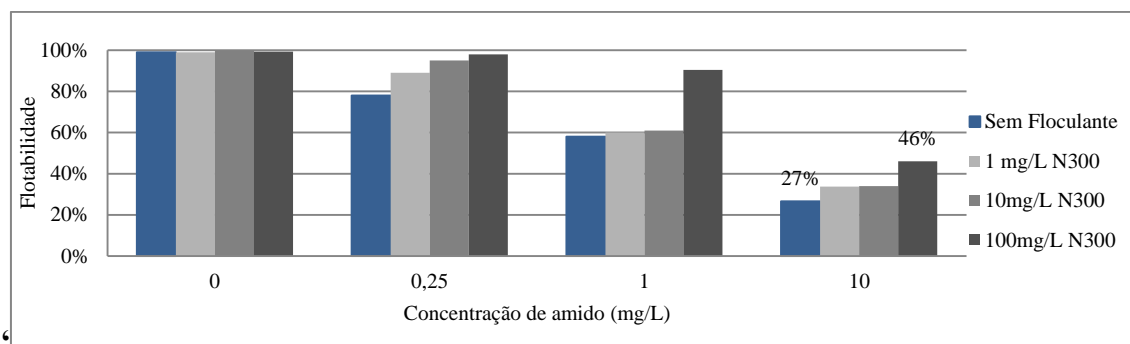


Figura 5.21- Microflotação de quartzo na presença de Superfloc N-300.

Revelou-se, na fase III, que a adição de floculante nos ensaios de microflotação de hematita compacta e hematita especular, em todas as condições testadas, ocasionou uma queda mais acentuada na flotabilidade do mineral, para aproximadamente 10 % (dez por cento). Todos os floculantes estudados apresentaram comportamento semelhante.

Em relação às concentrações utilizadas, ficou demonstrado que os floculantes adicionados em concentração de 100mg/L, apresentaram a redução mais significativa no percentual flotado. Os resultados evidenciaram que, para uma mesma quantidade de depressor (amido), a adição do reagente floculante tornou mais eficiente a depressão dos minerais hematita compacta e hematita especular na microflotação.

Por sua vez, os ensaios de microflotação realizados com o quartzo na fase III (vide figuras 5.18 a 5.21) informam que a adição das poliacrilamidas não iônicas junto ao amido ocasionou o aumento da flotabilidade do mineral, quando comparados com os ensaios realizados na ausência dos floculantes (fase II).

Isso porque, nos experimentos da fase II, nos quais o amido em alta concentração (100mg/L) foi utilizado como reagente depressor, observou-se uma queda na flotabilidade do quartzo para aproximadamente 27% (vinte e sete por cento) (figura 5.9). Já nos testes da fase III, em que a amostra mineral, submetida às mesmas concentrações de amido, foi condicionada com diferentes dosagens de floculante, a flotabilidade do quartzo aumentou para valores próximos a 40% (quarenta por cento) (vide figuras 5.18 a 5.21).

5.4. Testes de sedimentação

No que se refere aos testes de sedimentação realizados, a figura 5.22, exposta abaixo, ilustra os resultados da adição do amido e dos flocculantes poliacrilamidas não iônicas estudadas neste trabalho sobre o grau de dispersão das polpas das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo).

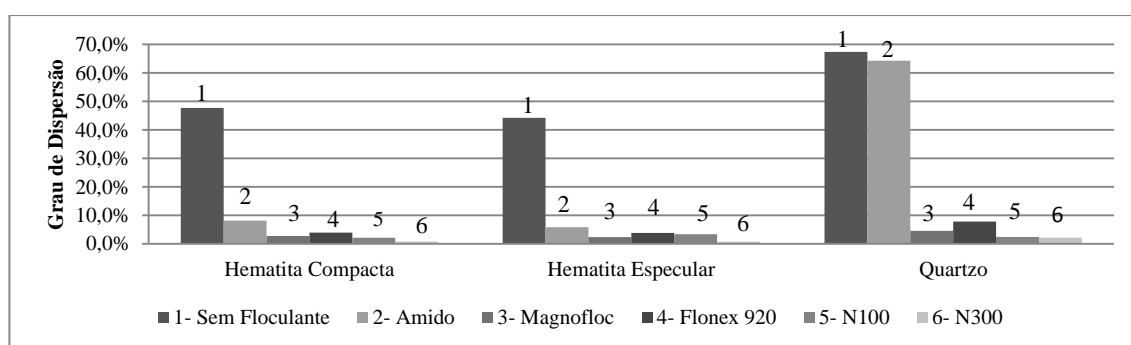


Figura 5.22- Teste de sedimentação das amostras de hematita compacta, hematita especular e quartzo.

A análise dos resultados demonstra que a adição do amido às polpas de hematita compacta e hematita especular gerou uma significativa redução do grau de dispersão do sistema. Isso ocorre provavelmente em decorrência da ação flocculante do amido, que, por ser uma grande molécula polimérica, pode agir na formação de flocos, no aumento da agregação e, conseqüentemente, no favorecimento da redução do grau de dispersão da polpa (MARTINS *et al.* 2006). O mesmo fenômeno não foi observado nos testes com polpas de quartzo em que, mesmo após a adição do amido, o grau de dispersão manteve-se elevado. Esta diferença de comportamento das polpas minerais diante presença de amido se deve a atuação seletiva do reagente e está de acordo com o estudo conduzido por BRANDÃO (2005), o qual mostrou que o amido se adsorve extensivamente nos minerais de ferro e em menor intensidade em partículas de quartzo.

A análise do gráfico também revela que nos testes em que foram utilizadas as poliacrilamidas não iônicas como reagentes flocculantes ocorreram elevada redução do grau de dispersão nas polpas de hematita compacta e nas de hematita especular, bem como na polpa de quartzo. Importante constatar que os diferentes flocculantes poliacrilamidas acarretaram efeitos semelhantes, no que se refere à eficiência de redução do grau de dispersão. Esses resultados permitem concluir que:

- a adição das poliacrilamidas não iônicas investigadas à polpa mineral geram flocos;
- os reagentes em questão (poliacrilamidas não iônicas) não são seletivos, ou seja, eles atuam tanto sobre as partículas de hematita quanto sobre as partículas de quartzo.

6. Conclusões

Nos testes de microflotação realizados com amostras de hematita compacta e hematita especular, a adição de diferentes flocculantes, do tipo poliacrilamida não iônica de alto peso molecular, combinado ao amido, gerou uma redução mais acentuada da flotabilidade dos minerais, em relação aos testes em que apenas o amido foi utilizado. Nos experimentos da fase II, em que o amido foi utilizado como único reagente depressor, observou-se uma queda na flotabilidade da hematita para aproximadamente 20% (figura 5.9). Já nos testes da fase III, em que a amostra mineral foi pré-condicionada com diferentes dosagens de flocculantes, a flotabilidade das hematitas foi reduzida a valores próximos a 10%. Nos testes de microflotação realizados com o quartzo, a adição das poliacrilamidas junto ao amido (fase III) ocasionou em aumento da flotabilidade em relação aos ensaios realizados na ausência dos flocculantes (fase II), comportamento oposto ao observado nos testes com as amostras de hematita compacta e hematita especular. Nos ensaios da fase II, em que o amido em altas dosagens foi utilizado como reagente depressor, observou-se uma redução da flotabilidade do quartzo para em torno de 27% (figura 5.9). Já nos testes da fase III, em que a amostra mineral foi pré-condicionada com diferentes concentrações de flocculante, a flotabilidade do quartzo aumentou a valores próximos a 40%.

Nos ensaios de sedimentação, os resultados revelaram que todos os reagentes poliacrilamidas testados reduziram o grau de dispersão das polpas das amostras (hematita compacta, hematita especular e quartzo). Esses testes permitiram concluir que as poliacrilamidas avaliadas são eficientes, porém não atuam de forma seletiva. Ainda nos testes de sedimentação observou-se que a adição de amido às polpas de hematita compacta e hematita especular gerou uma significativa redução do grau de dispersão do sistema. O mesmo fenômeno não foi observado nos testes com polpas de quartzo em que, mesmo após a adição do amido, o grau de dispersão manteve-se elevado (figura 5.22). Esta diferença de comportamento das polpas minerais diante da presença de amido revela a atuação seletiva deste reagente.

Em conclusão, os resultados obtidos sinalizam que a utilização dos flocculantes poliacrilamidas no processo de flotação catiônica reversa de minério de ferro pode ser uma alternativa promissora para a obtenção de uma atuação depressora mais eficiente no processo e assim gerar maior recuperação metalúrgica nessa fase de beneficiamento.

7. Referências bibliográficas

ADAMS, R. W. Flocculantes y ayudas para drenado o filtrantes. In: ADAMS, R.W. et al. Manual de productos químicos para minería. Edição revisada. American Cyanamid Corporation, 1986. Cap. 4, p. 132-144.

AHMED, M. M. Effect of comminution on particle shape and surface roughness and their relation to flotation process. International Journal of Mineral Processing, v. 94, issue 3–4, p.180-191, 2010.

ALECRIM, J. D. Recursos Minerais do Estado de Minas Gerais. Belo Horizonte: Metanig, 1982. 297 p.

ALEXANDRINO, J. S.; PERES, A. E. C.; RODRIGUES, O.M.S.; LOPES, G.M. Estado de dispersão de partículas de hematita em polpas na presença de reagentes. Ingeniería. Universidad de Atacama, Vol. 29, p. 32-46, 2013.

ARAUJO, A. C.; PERES, A. E. C.; VIANA, P. R. M.; OLIVEIRA, J. F. Flotação de minérios de ferro. In: CHAVES, A. P. (Org.). Teoria e prática do tratamento de minérios: A flotação no Brasil. São Paulo: Signus, 2009, v. 4, 2ª edição, 484p.

ARAUJO, A. C., VIANA, P. R. M., PERES, A. E. C. Reagents in iron ores flotation. Minerals Engineering. v. 18, p. 219-224, 2005

AVOTINS, P. V., RYLES R. G. Superfloc H.X, a new technology for alumina industry. Cytec Industries, Inc. p. 1-11. 1996.

BALTAR, C. A. M. PROCESSOS DE AGREGAÇÃO. In: Da Luz, A. B.; Sampaio, J.A.; França, S.C.A. (Ed(s)). Tratamento de Minérios – 5ª Edição. Rio de Janeiro CETEM/MCT, 2010. P 559-587.

BASARAN H., TASDEMIR T., 2014, Determination of flocculation characteristics of natural stone powder suspensions in the presence of different polymers, Physicochem. Probl. Miner. Process., 50, 1, 169–184.

BATISTELI, G. M. B. Amina residual na flotação catiônica reversa de minério de ferro. 2007. 93p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

BETEJTIN, A. Curso de mineralogía. Moscou, Ed. MIR, 1970. 739 p.

BOLTO, B.; GREGORY, J. Organic polyelectrolytes in water treatment. Water Research 41 (11). P 2301-2324, 2007

BRANDÃO, P. R. G. A seletividade na flotação reversa de minério de ferro: adsorção dos reagentes. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 21. Anais. Natal: O2 Editora, 2005. v.1, p.22-33

BRANDÃO, P. R. G. - Notas de Aula da Disciplina Agregação/Dispersão – Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2014.

BULATOVIC, S. M. Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice. 1 ed. Amsterdam: Elsevier Science & Technology Books, 2007. p. 33-39, 82.

CAIRES, L.G., *Óleos vegetais como matéria-prima coletora*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1995.

CASTRO, E. F. Produção de Pellet Feed a Partir de Lamas. 2012. 92p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

CAVALLIERI, H. C. F. Estudo da biodegradação de éter-aminas utilizadas na flotação do minério de ferro. 2011. 179 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2011.

CHAVES, A. P.; LEAL FILHO, L. S.; BRAGA, P. F. Flotação. In: Da Luz, A. B.; Sampaio, J.A.; França, S.C.A. (Ed(s)). Tratamento de Minérios – 5ª Edição. Rio de Janeiro CETEM/MCT, 2010. P 465-507.

COELHO, E. M. Separação de minerais de rochas fosfáticas e de minérios de ferro por flotação e por agregação seletiva. 1984. 232p. (Tese Titular). Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 1984.

CORNELL, R. M.; SHUWERTMANN, U. The iron oxides- structure, properties, Reactions, Occurrences and Uses. 2 ed. Weinheim: Wiley-VHC. 2003. P 29-31

DIAS, C. L. P.; SILVA, L. M.; PERES, A. E. C.; VALADÃO, G. E. S. Utilização de reagentes auxiliares na filtração. REM – Revista Escola de Minas, Ouro Preto.v. 57, n.4. Ouro Preto Oct./Dec. 2004.

FRIEND, J. P., KITCHENER, J. A. (1973) Some psycho-chemical aspects of the separation of finely-divided minerals by selective flocculation. Chemical Engineering Science, v.28.

FUERSTENAU, M.C., Hank, K.N. Metal-surfactant precipitation and adsorption in froth flotation. Journal of colloid and interface science, 2002.

GALERY, R. Influência no estado de dispersão na flutuabilidade do sistema willemita/dolomita. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1985).

GÓIS, C. C.; LIMA, R. M. F.; MELO A. C. Sedimentação de resíduos Bayer utilizando floculantes hidroxamatos e poliacrilamida. REM – Revista Escola de Minas, Ouro Preto.v. 56, n.2, p. 119-122, abr/jun. 2003.

HENRIQUES, A. B. Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: hematita, goethita e magnetita. 2012. 223p. Tese (doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

HOUOT, R. (1983). Beneficiation of iron ore by flotation review of industrial and potential applications. International Journal of Mineral Processing, v.10, p.183-204.

HOGG, R. Polymer adsorption_and_flocculation. In: Laskowski, J. S. Processing. Proc. 3rd UBC-McGill Int. Symp. Metall. Soc. CIM, Montreal, 1999. p 3-18.

KITCHENER, J. A., 1992. Minerals and Surfaces. In: Laskowski, J.S., Ralston, J. (eds.), Colloid Chemistry in Mineral Processing, chapter 1, Amsterdam, The Netherlands, Elsevier Science Publishers

LAJOLO, F. M.; MENEZES, E. W. *Carboidratos en alimentos regionales Iberoamericanos*. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2006. 648p.

LARROYD, M. Separação caulinita - dióxido de titânio por floculação seletiva: mecanismo, seletividade e aplicação do caulim do rio Jari (AP). 2001 Teses (doutorado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre 2001

LEJA, J. Surface chemistry of froth flotation. New York: Plenum Press, 758 p.1982

LEWELLYN, M. E.; AVOTINS, P. V., 1988. Dewatering/Filtering Aids. In.: Reagents in Mineral Technology. Somasundaran, P. and Moudgil, B.M. Marcel Dekker, Inc. New York, 559-578.

LIMA, B. V. Hidrólise e caracterização de poliacrilamida hidrofobicamente modificada: avaliação da aplicação na recuperação de petróleo. 110f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

MAPA, P.S. Rota de processo para o underflow da deslamagem de minério de ferro do concentrador da Samarco Mineração S.A. 2006. 172f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

MARQUES, M. L. S. Comportamento de minérios de ferro na concentração por flotação na presença de lamas. 2013. 88p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

MARTINS, M.; FILHO, L. S. L.; LEITE, P. R.; LIMA, J. R. B. Influência do estado de agregação da polpa na flotação de quartzo, apatita e calcita. REM- Revista Escola de Minas, v.59, n 1. Ouro Preto. Jan./Mar. 2006.

MARTINS, M.; LIMA, N. P.; FILHO, L. S. L.; Depressão de minerais de ferro: influencia da mineralogia, morfologia e pH de condicionamento. REM- Revista Escola de Minas, 65. Ouro Preto. Jul./Set. 2012.

MOLYNEUX, P. Water-Soluble Synthetic Polymers: Beauty with Performance. , Florida, USA. , CRC Press. 1983. 240 p.

MONTE, M. B. M.; PERES, A. E. C. Química de superfície na flotação. In: Luz, A. B. ET al. Tratamento de minérios. 3.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2002, Capítulo 9, p.339-407.

MPOFU, P.; ADDAI-MENSAH, J., RALSTON, J., 2005. Interfacial chemistry, particle interactions and improved dewatering behaviour of smectite clay dispersions. International Journal of Mineral Processing, 75, 155-17

NASCIMENTO, D. R. Flotação aniônica de minério de ferro. 2010. 116p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2010.

NEDER, E. E. O uso de aminas graxas e seus derivados na flotação de minérios brasileiros. São Paulo: Escola Politécnica da USP, 2005. 91p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas e Petróleo).

NEDER, E. E.; LEAL FILHO, L. S. O uso de aminas graxas e seus derivados na flotação de minérios brasileiros. In XXI Encontro Nacional de Tratamento de Minério e Metalurgia Extrativa, 2005, Natal. Anais do XXI Encontro Nacional de Tratamento de Minério e Metalurgia Extrativa. Natal: UFRN-CEFET/RN, 2005, v1.

OLIVEIRA, C.; RUBIO, J. Mecanismos, técnicas e aplicações da agregação no tratamento mineral e ambiental. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2011. (Série Tecnologia Ambiental, 60).

PERES, A. E. C.; ARAUJO, A. C.; PINTO, C. L. L. The effect of starch, amylase, amylopectin and glucose monomer and their effect on flotation of hematite and quartz. Minerals Engineering. Amsterdam, v. 16, p. 1117-1122, 1992.

PERES, A. E. C. Flotação. Apostila do PPGEM. Belo Horizonte - MG: Escola de Engenharia da UFMG, p. 303 2014.

SALES, C. G. Rotas de beneficiamento para recuperação de minerais portadores de ferro do underflow do espessador de lamas da usina de Brucutu. 136F. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

SILVA, G. R. Caracterização, estudos fundamentais e flotação de minério de ferro goethítico. 2014. 214p. . Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

SILVA, G. R.; HENRIQUES, A. B.; PERES, A. E. C. Correlação entre tipos texturais, morfologia de partículas, potencial zeta e flotabilidade da hematita. In: XXV Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa & VIII Meeting of the Southern Hemisphere on Mineral Technology, 2013, Goiânia. Anais/Proceedings of XXV ENTMME e VIIIIMSHMT. Pires do Rio: Gráfica e Editora Pires do Rio, 2013. v. 2. p. 79-86

SILVA, L. P. G; SILVA, J. I. S. S; MELO, E. J; SILVA, E. E. P. S. Estudo das propriedades físico-químicas do amido de milho como depressor na hidrofobicidade do mineral apatita. Centro Científico Conhecer - ENCICLOPÉDIA BIOSFERA, vol.5, n.8, Goiânia, 2009.

SIVAMOCHAN, R. The problem of recovering very fine particles in mineral processing - A review. *International Journal of Mineral Processing*. Amsterdam. v. 28: p. 247-288, 1990.

SOMASUNDARAN, R.; RAMACHANDRAN, P. Effect of Temperature on the Interfacial. Henry Kumb School of Mines, Columbia University, New York, NY. 1986.

TOTOU, A. R.; PEREIRA, C. A.; MACHADO P. G. F.; BALTAR, C. A. M. Efeito da dispersão em polpas de minérios itabiríticos. *REM – Revista Escola de Minas*, 64. Ouro Preto. Abr./Jun, 2011.

TURRER, H. D. G. Utilização de poliacrilamidas de alto peso molecular na flotação catiônica reversa de minério de ferro. 2004. 79 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2004.

VALDIVIESO, A. L., CERVANTES, T. C., SONG, S., CABRERA, A. R., LASKOWSKI, J.S. Dextrin as a non-toxic depressant for pyrite in flotation with xanthates as collector. *Minerals Engineering*, v.17, p.1001–1006, 2004.

YEKELER, M.; ULUSOY, U.; HIÇYILMAZ, C. Effect of particle shape and roughness of talc mineral ground by different mills on the wettability and floatability. *Powder Technology*, v. 140, issue 1-2, p. 68-78, 2004.