

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO ITABIRITO POBRE
COMPACTO – “IPC” DA MINA CASA DE PEDRA**

Autora: Érica de Queiroz Ribeiro

Orientador: Professor Paulo Roberto de Magalhães Viana

Belo Horizonte, Junho/2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Érica de Queiroz Ribeiro

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO ITABIRITO POBRE
COMPACTO – “IPC” DA MINA CASA DE PEDRA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de
Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de
Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Tecnologia Mineral

Orientador: Professor Paulo Roberto de Magalhães Viana

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
Junho/ 2011

Esta dissertação de Mestrado é dedicada à minha mãe Regina e ao meu pai Fídias. A eles, meu eterno agradecimento.

AGRADECIMENTOS

Ao terminar uma longa caminhada e ao olhar para trás, sinto uma imensa dívida de gratidão, com muitas pessoas que contribuíram para que este trabalho fosse concretizado. Contribuições que vão desde discussões conceituais até um simples e valioso apoio em momentos difíceis. Uma página não seria suficiente para citar todos. Mas, não posso deixar de registrar alguns nomes.

Ao meu orientador Paulo Roberto Magalhães Viana pelos ensinamentos e confiança. Ele foi muito mais que orientador, pois a fundamental e esmerada orientação durante a jornada de aprendizado e descoberta deste trabalho, ajudou-me a conhecer e ampliar meus limites.

À equipe de desenvolvimento da CSN em especial a Wiliam Whitaker, Rejaine Aparecida, Carlos Rangel, Rafael Marcelino e Adriano Totou, pela ajuda durante este trabalho, propiciando condições para esta realização tão importante para mim.

Um agradecimento muito especial à: Daiana Morais, Daniel Teodoro, Cláudia Tavares, Edvando e Arthur pela preciosa ajuda na realização dos testes de laboratório. Sem eles, a caminhada teria bem mais árdua.

À Raquel Guerra, pela amizade e apoio.

Ao Rodrigo, pelo amor e compreensão.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	2
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
3.1 Aspectos gerais	3
3.2 Geologia do Quadrilátero Ferrífero	3
3.2.1 Geologia e localização da Mina de Casa de Pedra	7
3.2.1.1 Mina Casa de Pedra - Tipologias de Minério de Ferro	8
3.2.1.2 Tipologias de Minério de Ferro da Mina Casa de Pedra	10
3.3 Beneficiamento Mineral	11
3.3.1 Conceitos básicos	11
3.4 Beneficiamento na mineração Casa de Pedra	12
3.5 Concentração pelo método de flotação	13
3.5.1 Reagentes utilizados na flotação	14
3.5.2 Coletores	15
3.5.3 Depressores	20
3.5.4 Mecanismos de adsorção de coletores	20
3.5.5 Interação entre Surfatantes	23
3.5.6 Interação entre coletores e espumantes	24
4 METODOLOGIA	27
4.1 Recursos laboratoriais	28
4.2 Obtenção e procedência das amostras	28
4.3 Preparação das amostras	28
4.4. Caracterização da amostra	29
4.4.1 Análise granulométrica	29
4.4.2. Análises químicas	29
4.4.3 Determinação do grau de liberação	30
4.4.4 Caracterização mineralógica	30

4. 5 Deslamagem	31
4.6. Flotação em bancada.....	31
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
5.1 Caracterização	36
5.1.1. Análise granulométrica	36
5.1.2. Grau de liberação.....	37
5.1.3. Difração de raios-x	38
5.2 Testes de flotação	40
5.2.1. Primeira etapa dos testes de flotação – Avaliação dos testes utilizando o coletor Flotigam EDA3	41
5.2.2. Primeira etapa dos testes de flotação - Avaliação dos testes utilizando o coletor Tomah DA-14	46
5.2.3. Segunda etapa dos testes de flotação - substituição parcial do coletor pelo espumante Montanol 800	51
6 CONCLUSÕES	53
7 RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS	54
8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	55
9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
10 ANEXOS	
Anexo 01 - Procedimento de deslamagem e flotação	60
Anexo 02 - Resultados dos testes de flotação - 1ª Etapa	62
Anexo 03 - Resultados dos testes de flotação - 1ª Etapa	68
Anexo 04 - Resultados dos testes de flotação - 2ª Etapa	74

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Coluna estratigráfica - Quadrilátero Ferrífero	04
Figura 3.2 - Mapa Geológico do Quadrilátero Ferrífero	06
Figura 3.3 - Geologia estrutural do Quadrilátero Ferrífero	06
Figura 3.4 - Mapa geológico Mina Casa de Pedra	07
Figura 3.5 - Mineralogia do Itabirito Pobre Compacto da Mina Casa de Pedra	10
Figura 3.6 - Fluxograma simplificado da planta de beneficiamento da Mina Casa de Pedra	12
Figura 3.7 - Estrutura molecular da amônia, amina primária, secundária, terciária e quaternária	16
Figura 3.8 - Atividade versus pH de solução de dodecilamina, 5×10^{-5} M	17
Figura 3.9 - Principais rotas de obtenção de aminas	18
Figura 3.10 - Mecanismo de precipitação 2D/3D	22
Figura 3.11 - Flotação de quartzo com acetato de dodecilamina (ADA), 4×10^{-5} M	23
Figura 3.12 - Tensão superficial versus concentração – (KEX) etil xantato potássio e (C16TAB) brometo de cetiltrimetil amônio	26
Figura 3.13 - CMC versus concentração do álcool	27
Figura 4.1 - Fluxograma simplificado da metodologia dos estudos utilizada.	35
Figura 5.1 - Distribuição granulométrica (percentual passante acumulado versus tamanho em μm)	37
Figura 5.2 - Grau de liberação da amostra de IPC	37
Figura 5.3 - Difratoograma obtido pela análise da amostra global do Itabirito Pobre Compacto	39
Figura 5.4 - Percentual de SiO_2 no concentrado dos testes de flotação utilizando amina Flotigam EDA3, para diferentes faixas de pH.	41
Figura 5.5 - Eficiência de separação obtida no teste utilizando amina Flotigam EDA3, em diferentes faixas de pH.....	42
Figura 5.6 - Índice de Seletividade obtido no teste utilizando amina	

Flotigam EDA3, em diferentes faixas de pH.....	43
Figura 5.7 – Percentual de ferro no rejeito obtido no teste de flotação utilizando amina Flotigam EDA3, em diferentes faixas de pH	44
Figura 5.8 - Recuperações mássicas e metalúrgicas dos testes da 1ª etapa, utilizando a amina Flotigam EDA3	45
Figura 5.9 - Percentual de SiO ₂ no concentrado dos testes de flotação utilizando amina Tomah DA 14, para diferentes faixas de pH.....	46
Figura 5.10 - Eficiência de separação (ES) em diferentes faixas de pH para a amina Flotigam EDA 3 e Tomah DA-14	47
Figura 5.11 - Percentual de ferro no rejeito da flotação com uso do coletor Tomah DA-14	48
Figura 5.12 - Recuperações mássicas e metálicas dos testes com o coletor Tomah DA-14	49
Figura 5.13 - percentual de distribuição de ferro no concentrado versus percentual de distribuição de SiO ₂ no rejeito da flotação para os dois tipos de coletores testados	50
Figura 5. 14 - Ampliação do quadrante superior direito do gráfico da figura 5.13	51
Figura 5.15 – percentual de SiO ₂ no concentrado – teste de substituição de coletor por espumante Montanol 800	52

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 - Litotipos da Mina Casa de Pedra (modificada de Relatório Interno - Síntese da Mineralogia 2009)	09
Tabela III.2 - Principais coletores catiônicos usados em flotação de minério de ferro	18
Tabela IV.1 - Parte 01 - Planejamento dos testes de flotação - 1ª etapa	33
Tabela IV.1 - Parte 02 - Planejamento dos testes de flotação - 1ª etapa	33
Tabela IV.2 - Planejamento dos testes de flotação - 2ª etapa	34
Tabela V.1 - Distribuição granulométrica e análise química por fração	36
Tabela V.2 - Descrição dos principais reagentes utilizados	40

RESUMO

O presente estudo apresenta a caracterização tecnológica do Itabirito Pobre Compacto – IPC da Mina Casa de Pedra. O IPC é um material com teor de Ferro médio de 42% e possui alta resistência mecânica. A associação destas características torna inviável o beneficiamento deste material na planta de beneficiamento atual de Casa de Pedra, já que sua alimentação contaminaria os produtos *sinter feed* e granulado. Deste modo o IPC até então era considerado estéril. Este material representa 30% da reserva da Mineração Casa de Pedra. A caracterização tecnológica, objeto deste trabalho, contemplou o estudo detalhado de variáveis importantes do processo de flotação para o beneficiamento do Itabirito Pobre Compacto (IPC), após moagem para liberação. O foco principal foi a avaliação da influência dos coletores etermonoamina e eterdiamina em várias dosagens e misturas de coletor com espumante, em diferentes valores de pH. Para caracterização do material foram realizadas análises granulométricas, análises químicas, difração de raios-X e microscopia ótica. Os resultados realizados mostram que o IPC pode ser utilizado para obtenção de *pellet feed*, via moagem e concentração pelo processo de flotação catiônica reversa.

Palavras Chave: itabirito compacto, espumante, flotação.

ABSTRACT

This study presents the mineralogical and technological characterization of the Itabirito Pobre Compacto - IPC's of Mina Casa de Pedra. The IPC is a material with average iron content of 42% and has high mechanical strength. The combination of these characteristics makes it impossible to processing this material in the processing plant of the Casa de Pedra, since its feeding would contaminate the *sinter feed* and pellets products. Thus the IPC until then was considered sterile. This material represents 30% of the reserve of the Casa de Pedra mining. The technological characterization, object of this work, included a detailed study of important variables of the flotation process for the processing of IPC after grinding for liberation. The main focus was to evaluate the influence of collectors ethermonoamine and etherdiamine in various dosages and mixtures of collector with frothers at different pH values. To characterize the material, particle size distribution, chemical analysis, X-ray diffraction and optical microscopy data were analyzed. The results achieved show that the IPC can be used to obtain the *pellet feed*, through milling and concentration by the process of reverse cationic flotation.

Keywords: Itabirito compact, foaming, flotation.

1 INTRODUÇÃO

O aumento da produção de minério de ferro, demandada por um mercado siderúrgico mundial em franco crescimento, tem levado as mineradoras à busca constante por melhor aproveitamento de suas reservas minerais. A progressiva redução dos teores de ferro nas jazidas, somadas às exigências cada vez mais rígidas do mercado e a necessidade de se alcançar custos de produção mais competitivos, torna imperativa a necessidade de estudos de novas rotas para o beneficiamento de minério.

Dentro deste contexto, nos últimos anos a Companhia Siderúrgica Nacional - CSN vem investindo fortemente em pesquisa e desenvolvimento visando ao suporte do aumento da produção previsto com a expansão da mineração. Foram então concebidas idéias de novas plantas de beneficiamento de minérios Itabiríticos pobres para produção de *pellet feed* via moagem e flotação.

A Mineração Casa de Pedra encontra-se situada no município de Congonhas, no Estado de Minas Gerais, distante cerca de 80 km da capital Belo Horizonte. Produz minério de ferro com ótimas propriedades físicas e químicas. É responsável pelo suprimento integral de minério de ferro para a Usina Presidente Vargas da CSN em Volta Redonda (RJ) e ainda comercializa seus produtos nos mercados interno e externo. As reservas minerais de Casa de Pedra alcançam teores de até 68% de ferro.

Está em andamento projeto de expansão da mineração, com previsão de triplicar a produção de minério de ferro nos próximos três anos, incrementando a capacidade produtiva total das atuais 20 milhões de toneladas/ano para 70 milhões até 2014. Unidades de pelletização deverão entrar em operação, com produção estimada em 6 milhões de toneladas/ano por unidade. Em 2009, a Mineração Casa de Pedra produziu 17 milhões de toneladas de minério de ferro. Em 2010, 21 milhões de toneladas, o que demonstra grande ritmo de crescimento (24%) em relação ao ano anterior.

A quantidade estimada de Itabirito Pobre Compacto equivale a 30% das reservas atuais. Desta forma o presente trabalho contribui para garantir o aproveitamento destes recursos com a viabilização deste material como minério, aumentando as reservas da CSN.

2 OBJETIVOS

O presente estudo tem como objetivo a caracterização tecnológica do Itabirito Pobre Compacto – “IPC” da Mina Casa de Pedra.

Com o estudo de variáveis do processo de flotação espera-se obter *pellet feed* com especificações adequadas ao mercado, a partir da moagem e flotação do IPC.

Tem como objetivos específicos a determinação do grau de liberação do material, conhecimento das características químicas, granulométricas e mineralógicas, bem como a realização de testes de flotação nos quais serão testados diferentes coletores e dosagem e mistura de coletor e espumante, em diferentes faixas de pH.

O estudo foi motivado pela necessidade de melhor aproveitamento de recursos minerais, dando suporte ao aumento da produção com os projetos de expansão previstos.

O método de concentração por flotação foi escolhido uma vez que já existe uma planta de flotação para concentração de finos operando na Mineração Casa de Pedra. Isto torna estratégica a sinergia entre a planta atual e a nova planta que contemplará um circuito de moagem.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aspectos gerais

A caracterização de minérios e o reconhecimento dos processos mineralizantes são de grande importância econômica não somente para auxiliar nos trabalhos de prospecção e pesquisa como também na caracterização tecnológica.

O ajuste dos parâmetros dos processos metalúrgicos utilizados na aglomeração do *pellet feed* e produção do ferro metálico dependem das características mineralógicas, incluindo o tamanho e arranjo dos cristais que variam dependendo dos processos metalogenéticos envolvidos (ROSIÈRE e JUNIOR, 2001).

3.2 Geologia do Quadrilátero Ferrífero

A estrutura geológica regional do estado de Minas Gerais denominada por Quadrilátero Ferrífero é considerada um dos mais importantes distritos de mineração de ferro do mundo (FERNANDES, 2003).

O Quadrilátero Ferrífero está localizado na borda sul do Cráton São Francisco e é constituído por rochas arqueanas do Supergrupo Rio das Velhas e paleoproterozóicas do Supergrupo Minas. O Supergrupo Minas (figura 3.1) por sua vez inclui quatro Grupos: Caraça, Itabira, Piracicaba e Sabará (DORR, 1969).

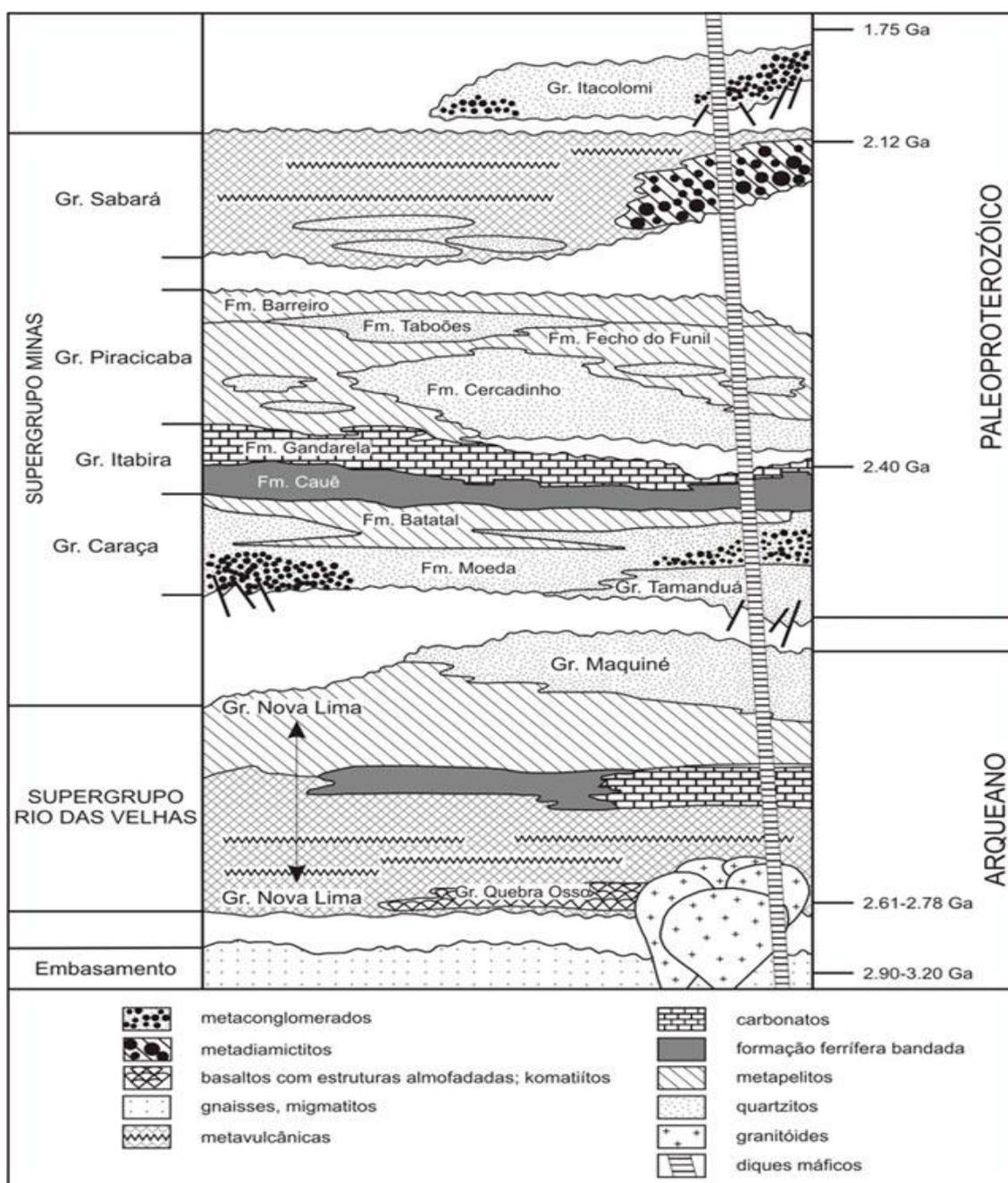


Figura 3.1 - Coluna estratigráfica do Quadrilátero Ferrífero. (<http://www.cprm.gov.br/>. Consultado em 10/11/2010).

Os minérios de ferro encontram-se hospedados em formações ferríferas bandadas (*Banded Iron Formations* - BIF), constituídas de itabiritos. O termo BIF é uma nomenclatura internacionalmente usada para designar sedimentos e metassedimentos químicos finamente bandados constituídos por alternância de chert ou quartzo e óxidos de ferro (JAMES, 1954).

DORR (1964) define o termo Itabirito como uma formação ferrífera de fácies óxidos, laminada e metamorfisada, na qual as bandas de chert ou jaspe, originais, foram recristalizadas como quartzo granular e o ferro está presente como hematita, magnetita ou martita.

O grupo Itabira, onde estão os Itabiritos se divide em uma unidade inferior, a Formação Cauê, onde predominam itabiritos, e uma superior, a Formação Gandarela, com rochas carbonáticas (dolomitos e mármore dolomíticos e calcíticos), filitos e formações ferríferas bandadas, não existindo uma nítida separação entre elas. As formações ferríferas bandadas com corpos de minério de alto teor, economicamente exploráveis, mais espessas, pertencem ao Supergrupo Minas, Formação Cauê. Nesta, ocorrem itabiritos, juntamente com hematita – filitos, filitos dolomíticos e mármore (ROSIÈRE *et al.*, 2001).

Diferentemente do que ocorre nas outras bacias, a seqüência de itabiritos no Quadrilátero Ferrífero é relativamente monótona, sendo hematita o óxido predominante sob diferentes formas (martita, hematita granoblástica e especularita) geradas em diferentes gerações e com clara relação com o grau de metamorfismo e deformação. Quartzo é o mineral de ganga predominante, além de dolomita e anfibólios que permitem a definição dos três tipos composicionais principais: *quartzo-itabirito*, *itabirito dolomítico* e *itabirito anfibolítico* (ROSIÈRE *et al* 2001).

As figuras 3.2 e 3.3 mostram o Mapa Geológico do Quadrilátero Ferrífero e a Geologia estrutural do Quadrilátero Ferrífero, respectivamente.

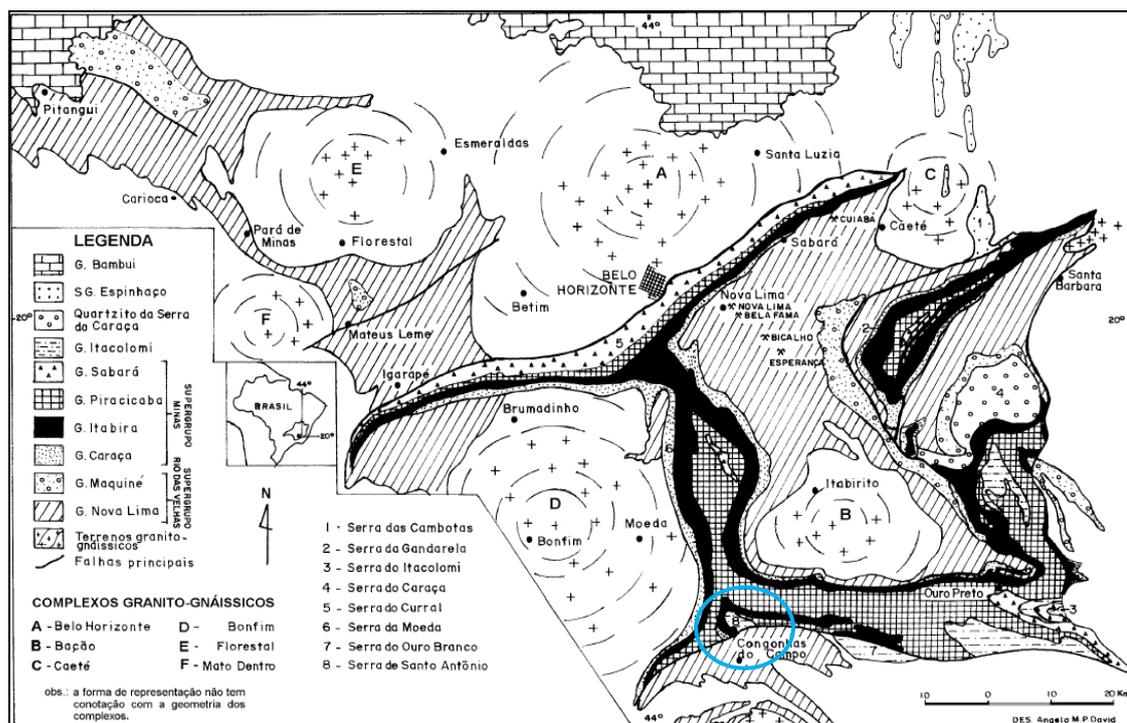
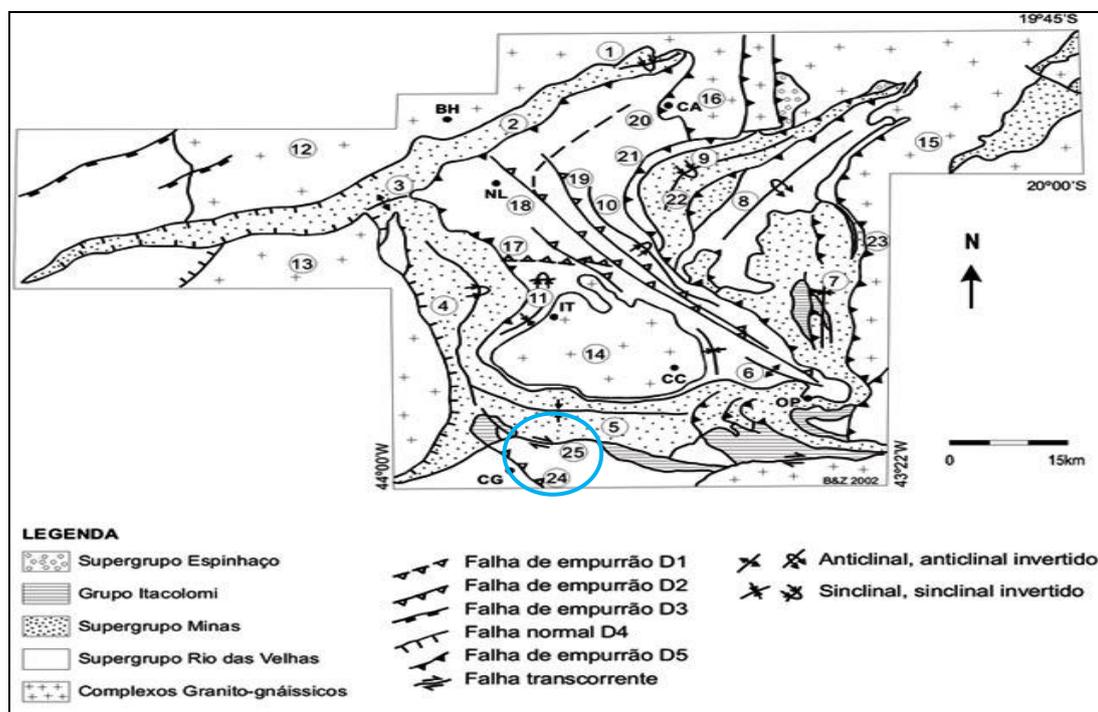


Figura 3.2 - Mapa Geológico do Quadrilátero Ferrífero (modificado de Renger, 2002).



Legendas. Dobras: 1 - Sinclinal Piedade, 2 - Homoclinal Serra do Curral, 3 - Anticinal da Serra do Curral, 4 - Sinclinal Moeda, 5 - Sinclinal Dom Bosco, 6 - Anticinal de Mariana, 7 - Sinclinal Santa Rita, 8 - Anticinal Conceição, 9 - Sinclinal Gandarela, 10 - Sinclinal Vargem do Lima, 11 - Sinclinal dos Andaimes. Complexos granito-gnáissicos: 12 - Belo Horizonte, 13 - Bonfim, 14 - Bação, 15 - Santa Bárbara, 16 - Caeté. **Falhas:** 17 - Bem-Te-Vi, 18 - São Vicente, 19 - Raposos, 20 - Caeté, 21 - Cambotas, 22 - Fundão, 23 - Água Quente, 24 - Congonhas, 25 - Engenho. **Cidades:** BH - Belo Horizonte, CC - Cachoeira do Campo, IT - Itabirito, NL - Nova Lima, CA - Caeté, CG - Congonhas, OP - Ouro Preto.

Figura 3.3 - Geologia estrutural do Quadrilátero Ferrífero. (<http://www.cprm.gov.br/>. Consultado em 10/11/2010).

3.2.1 Geologia e localização da Mina de Casa de Pedra

A Mina Casa de Pedra está localizada no município de Congonhas, a 80 km de Belo Horizonte. É composta pelos seguintes litotipos de minério de ferro: hematitas brandas e compactas, itabiritos silicosos brandos e compactos, e itabiritos carbonáticos predominantemente compactos (ALKMIM; TRZASKOS e ZAVAGLI, 1999).

Conforme definido pelo Planejamento de curto e longo prazo, a mina se divide em cinco corpos mineralizados: Corpo Oeste, Corpo Principal, Entre Corpos, Corpo Norte e Mascate.

De acordo com a litoestratigrafia regional, estes corpos, situados no Quadrilátero Ferrífero, pertencem ao Supergrupo Minas e estão inseridos no Grupo Itabira, mais precisamente na Formação Cauê. A figura 3.4 mostra o mapa geológico da Mina Casa de Pedra.

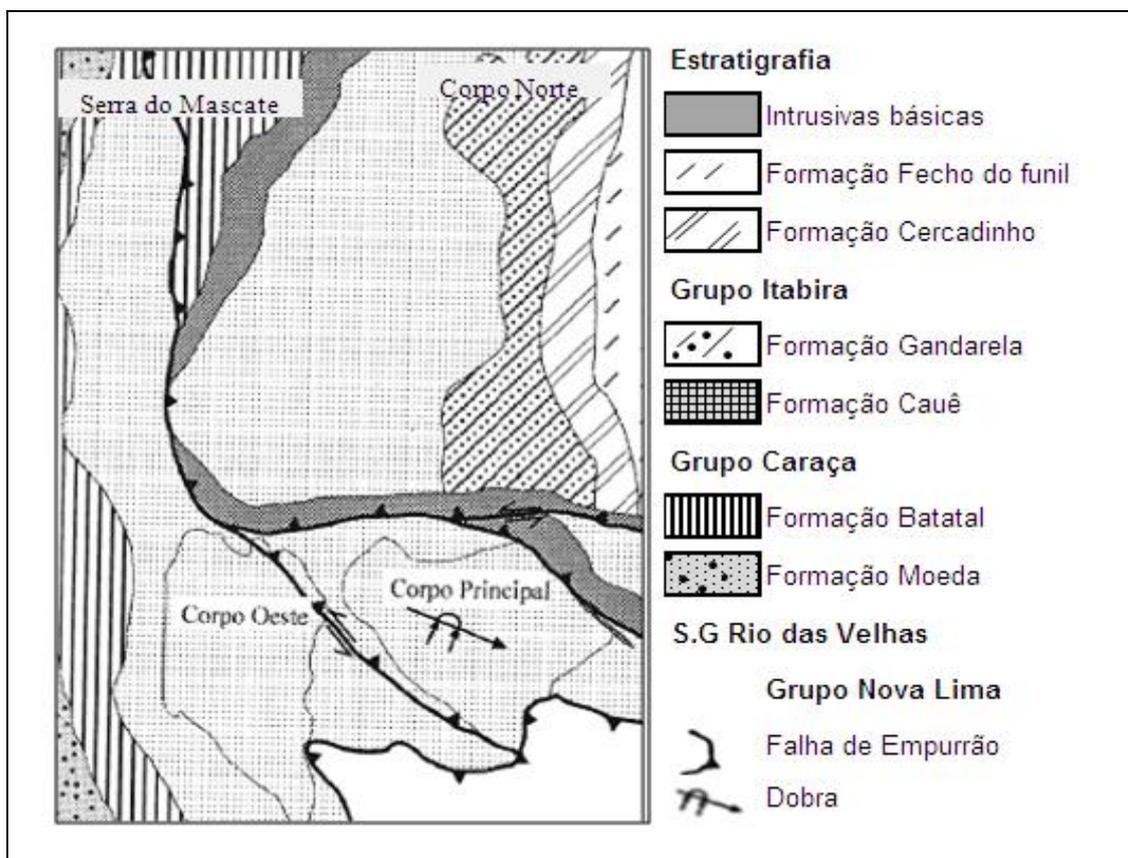


Figura 3.4 - Mapa geológico Mina Casa de Pedra. Fonte: Relatório Interno CSN, 2009.

Na porção oeste, a Formação Cauê recobre em contato gradacional os filitos da Formação Batatal em uma faixa orientada aproximadamente NS, contínua desde o extremo sul até a região imediatamente a norte. Na Serra do Mascate se acunha tectonicamente, seccionada pela Falha de Empurrão da Serra do Mascate. Nesta faixa estão encaixados os Corpos Leste, Entre Corpos e Mascate.

No Corpo Norte, o contato com a Formação Cauê se dá na capa da falha de empurrão da Serra do Mascate, onde ocupa uma larga faixa também orientada segundo NS, na metade norte da área estudada. Nesta ocorrência, a Formação Cauê faz contato gradacional com a Formação Batatal no extremo norte, se justapõe a um “sill” de rocha máfica a oeste e a um dique a sul e é recoberta por carbonatos da Formação Gandarela a leste.

No Corpo Principal a formação ferrífera está limitada por falhas, exibindo grande complexidade estrutural. Fica na porção central da mina e engloba o Corpo Principal da Mina Casa de Pedra.

A Formação Cauê é constituída essencialmente por itabiritos e minérios hematíticos. Dentre os itabiritos, observaram-se os seguintes tipos composicionais: itabirito silicoso, itabirito manganésífero, itabirito dolomítico, itabirito anfíbolítico alterado, relacionados nesta ordem decrescente em termos de sua ocorrência na Mina Casa de Pedra (TRZASKOS-LIPSKI, 2001 *apud* RELATÓRIO INTERNO CSN- SÍNTESE DA MINERALOGIA DA MINA CASA DE PEDRA).

3.2.1.1 Mina Casa de Pedra - Tipologias de Minério de Ferro

A Tabela III.1 apresenta as tipologias de minério da Mina Casa de Pedra, com enfoque na mineralogia.

Tabela III.1 - Litotipos da Mina Casa de Pedra (modificada de Relatório Interno-Síntese da Mineralogia 2009).

Tipologia	Características químicas	Mineralogia
Hematita Compacta	Fe > 64%	É constituída predominantemente por cristais de hematita granular (nas formas granular e lobular) e hematita especular. A textura predominante deste tipo de minério é a granoblástica de granulação fina. A distribuição da porosidade é heterogênea. Observando-se com detalhes as diferenças entre os corpos da mina, percebeu-se que a hematita compacta do Corpo Oeste apresenta maiores porcentagens de martita e magnetita, além de goethita e limonita, quando comparada com as hematitas compactas dos corpos Principal e Norte. Já a porosidade ficou com uma média de 35% para os corpos Norte e Principal, contra os 27% do Corpo Oeste.
Hematita Branda	Fe > 64%	Constitui-se, essencialmente, por hematita granular, hematita especular e martita. São observados, em igual proporção, entre os corpos da mina, baixas porcentagens de limonita e óxidos de manganês. Comparando-se os corpos entre si, observou-se que a hematita branda do corpo Oeste, Mascate e Entre Corpos apresenta maiores porcentagens de magnetita e goethita. <u>Hematita Brechada</u> : ocorre apenas no Corpo Principal e mineralogicamente é composto por hematita granular, hematita especular, pouca limonita e grande porcentagem de goethita (10%).
Itabirito Rico Brando	Fe < 64 % Fe > 58%	É caracterizado por apresentar bandas de hematita e sílica alternadas, com espessuras milimétricas. Apresenta elevado teor de ferro (58 a 64%). A composição mineralógica deste tipo nos corpos Principal e Norte é constituída por hematita granular (nas formas granular e lobular), hematita especular, pequena porcentagem de martita, magnetita e limonita. Já nos corpos Oeste, Mascate e Entre Corpos é composta por hematita especular, martita, hematita granular e grande quantidade de goethita e limonita. A porosidade média nos itabiritos ricos brandos é da ordem de 25%. A textura neste tipo de itabirito é granolepidoblástica, devido à presença dos níveis quartzosos intercalados a níveis ferruginosos.
Itabirito Silicoso Brando	Fe < 52%	Este tipo de minério compõe a maior parte dos itabiritos na mina Casa de Pedra e corresponde a um minério com até 52% de ferro e com a característica mecânica: friável. Apresenta em sua composição mineralógica: martita, hematita granular, hematita especular, magnetita, pouca limonita e goethita, além do quartzo. Este tipo de itabirito apresenta maiores porcentagens de goethita para os corpos Mascate, Oeste e Entre Corpos, com valores na ordem de 12%. A porosidade média para este tipo de minério é da ordem de 25% para todos os corpos da mina.
Itabirito Silicoso Compacto (IPC)	Fe < 58%	Esse itabirito difere do anterior, apenas por apresentar características mecânicas diferentes (maior resistência mecânica). A porosidade apresenta valor médio de 21%.
Itabirito Limonítico	PPC elevado	É determinado através da análise química e corresponde a um minério com elevados valores de PPC (perda por calcinação), que determina a perda de água e gás carbônico da rede cristalina, bem como a transformação de carbonatos e sulfatos em óxidos. O elevado PPC caracteriza a presença de minerais hidratados em grande quantidade. Este tipo de itabirito é encontrado, localmente, nos Corpos Oeste e Mascate. A mineralogia é basicamente composta por martita, goethita, limonita, quartzo e pouca quantidade de hematita granular e especular. Apresenta porosidade média de 30% .
Itabirito Anfibolítico	Pseudomorfo de anfibólio	Foi encontrado, localmente, no Principal, Oeste e Mascate (maior ocorrência). Sua principal característica é apresentar, macro e microscopicamente, cristais de gibsita e/ou goethita fibro-radiais, que podem estar representando a pseudomorfose dos anfibólios originais. Sua mineralogia é composta por gibsita, goethita, limonita, martita, quartzo e pouca hematita granular (geralmente microlobular) e especular.

3.2.1.2 Tipologias de Minério de Ferro da Mina Casa de Pedra - Fases Mineralis

Foram avaliadas 20 amostras de frente de lavra e furos de sondagem, provenientes de todos os corpos da Mina Casa de Pedra. Os resultados obtidos por meio de descrição petrográfica são apresentados na figura 3.5.

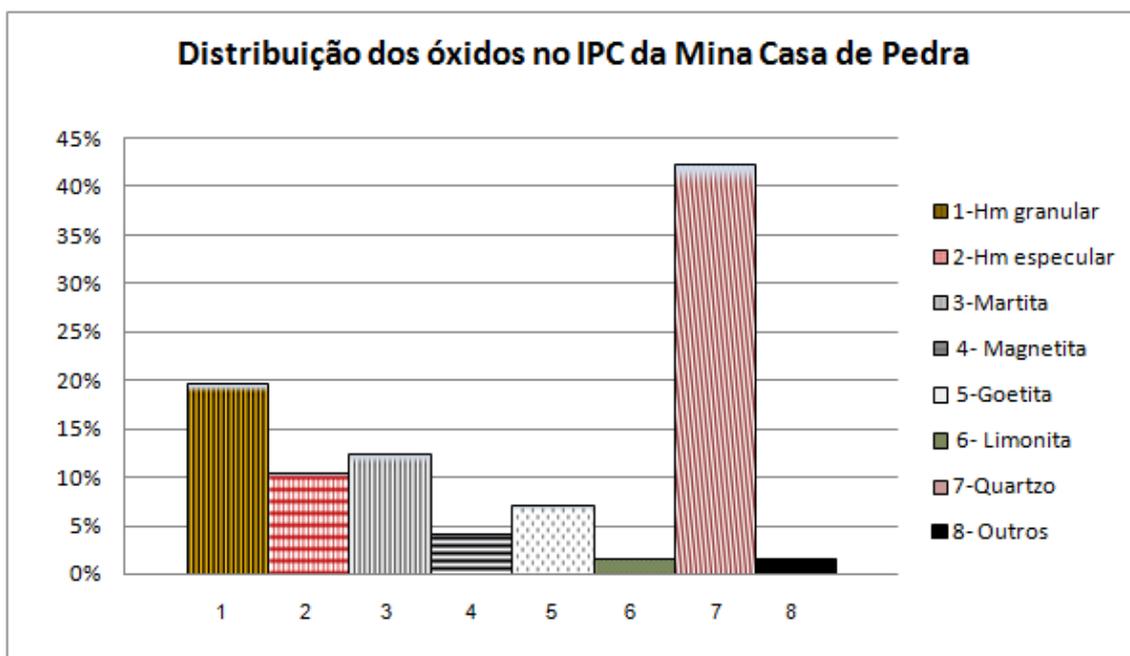


Figura 3.5 - Mineralogia do IPC na Mina Casa de Pedra (elaborado com base nos dados do relatório Interno CSN, 2009).

Em resumo, os atributos intrínsecos dos minérios de ferro da Mina Casa de Pedra permitem concluir que:

- **Mineralogia:** Os minérios são constituídos pelas fases mineralis: hematita granular e especular, martita, magnetita e hidróxidos de ferro goethita e limonita, além do quartzo, óxidos de manganês e gibsita. Como mineralis acessórios e raros tem-se o rutilo e a caolinita;
- **Porosidade:** no que tange à sua distribuição, duas situações foram observadas: i) poros aproximadamente de mesmo tamanho disseminados por toda a massa rochosa; ii) poros de granulometria distintas, concentrados em níveis. Tais categorias foram designadas, respectivamente, de porosidades homogêneas e heterogêneas;

- **Granulometria:** os minérios de ferro apresentam no geral a granulometria fina, onde as fases de óxidos variam de 0,002 a 0,3mm, com tamanho médio em torno de 0,06mm.

3.3 Beneficiamento Mineral

3.3.1 Conceitos básicos

O beneficiamento mineral consiste em um conjunto de operações com a finalidade de modificar a granulometria e a concentração das espécies minerais que se deseja, sem alterar a identidade química ou as características físicas dos minerais.

O conjunto de operações realizadas no beneficiamento de um mineral inclui a fragmentação, separação por tamanho, concentração, separação sólido/líquido entre outras operações auxiliares. Estas operações são arranjadas sequencialmente de modo a maximizar a recuperação dos minerais úteis contidos no minério e adequar os produtos obtidos à qualidade desejada (VALADÃO e ARAUJO, 2007).

A concentração de minerais requer três condições básicas: liberabilidade, diferenciabilidade e separabilidade dinâmica. A liberação dos grãos dos diferentes minerais é obtida através de operações de fragmentação (britagem e moagem) intercaladas com etapas de separação por tamanho. A separabilidade dinâmica está diretamente ligada aos equipamentos empregados. As máquinas de flotação se caracterizam por possuírem mecanismos capazes de manter as partículas em suspensão e de possibilitar a aeração da polpa (PERES, 2003). A diferenciabilidade, no processo de flotação está associada à modificação e controle das características da superfície dos minerais, é a base da seletividade do método.

3.4 Beneficiamento na mineração Casa de Pedra

Na figura 3.6 é mostrado o fluxograma simplificado da planta de beneficiamento da Mina Casa de Pedra.

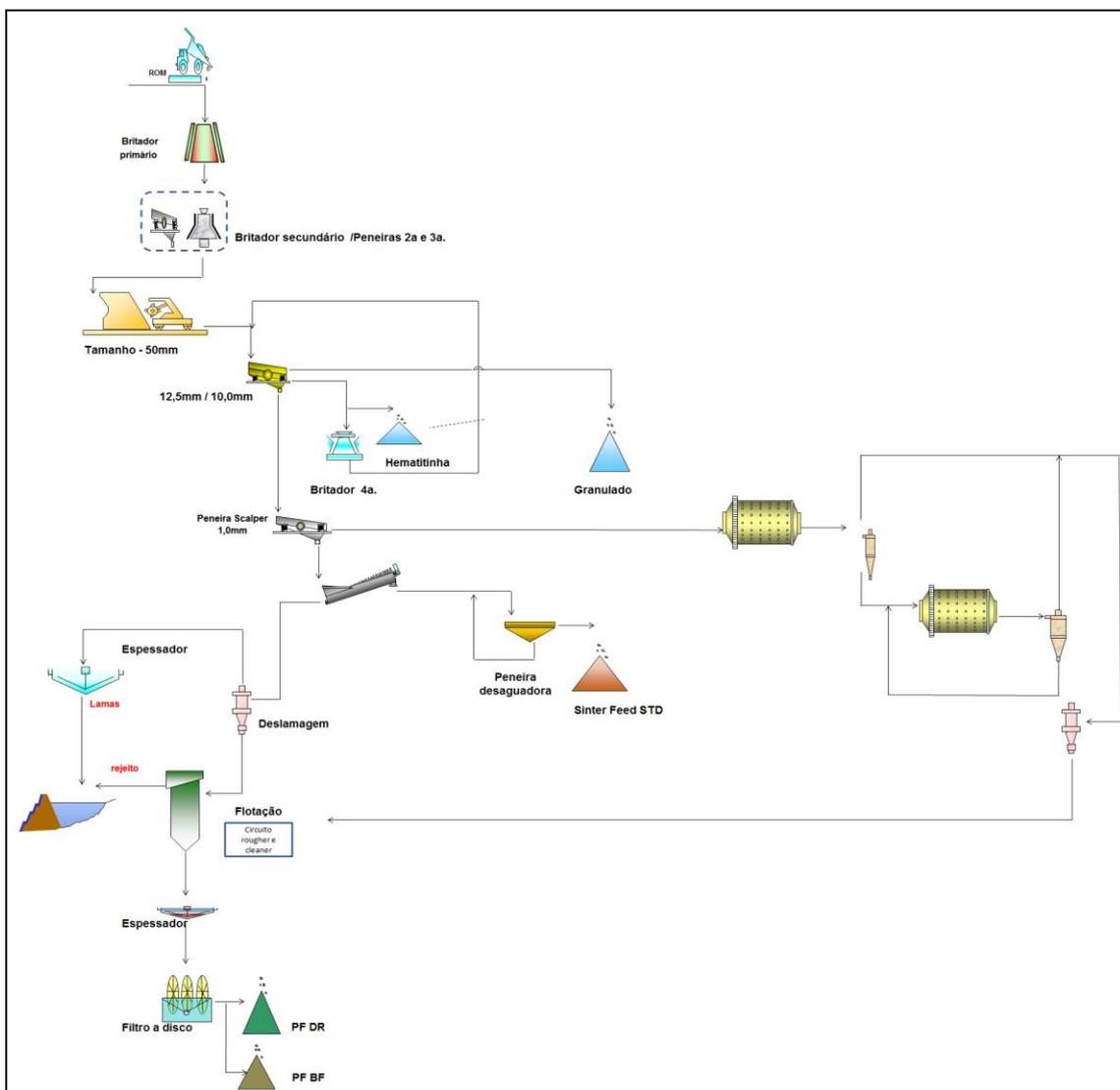


Figura 3.6 - Fluxograma simplificado da planta de beneficiamento da Mineração Casa de Pedra.

3.5 Concentração pelo método de flotação

Segundo Chaves *et. al* (2009), a flotação em espuma, ou simplesmente flotação, é um processo de separação aplicado a partículas sólidas que explora diferenças nas características de superfície entre as várias espécies presentes. O método trata misturas heterogêneas de partículas suspensas em fase aquosa (polpas) nas quais se introduz uma fase gasosa (normalmente bolhas de ar).

A seletividade do processo de flotação se baseia no fato de que a superfície de diferentes espécies minerais pode apresentar distintos graus de hidrofobicidade. O conceito de hidrofobicidade de uma partícula está associado à sua umectabilidade ou "molhabilidade" pela água. Partículas mais hidrofóbicas são menos ávidas por água. O conceito oposto à hidrofobicidade é designado como hidrofiliabilidade. Em termos de polaridade os compostos químicos se dividem em polares e apolares. A importância da polaridade reflete-se no fato de que existe afinidade entre substâncias ambas polares ou ambas apolares (ou não-polares), não havendo, geralmente, afinidade entre uma substância polar e outra apolar.

Nos sistemas de flotação a fase líquida é sempre a água, uma espécie polar. A fase gasosa é quase sempre o ar, constituído basicamente por moléculas apolares. Uma substância hidrofóbica pode agora ser melhor caracterizada como aquela cuja superfície é essencialmente não-polar, tendo maior afinidade com o ar que com a água. Por outro lado, substância hidrofílica é aquela cuja superfície é polar, indicando maior afinidade com a água que com o ar.

A separação entre partículas naturalmente hidrofóbicas e partículas naturalmente hidrofílicas é teoricamente possível fazendo-se passar um fluxo de ar através de uma suspensão aquosa contendo as duas espécies. As partículas hidrofóbicas seriam carregadas pelo ar (aderidas às bolhas) e aquelas hidrofílicas permaneceriam em suspensão.

Peres (2011) cita que a mera passagem de um fluxo de ar não é suficiente para carrear as partículas hidrofóbicas. Faz-se necessária a formação de uma espuma estável, que é obtida através da ação de reagentes conhecidos como espumantes, os quais abaixam a tensão superficial na interface líquido/ar e têm ainda a importante

função de atuar na cinética da interação partícula-bolha, fazendo com que o afinamento e a ruptura do filme líquido ocorram dentro do tempo de colisão.

A vasta aplicação industrial da técnica de flotação se deve ao fato de que minerais naturalmente hidrofílicos podem ter sua superfície tornada hidrofóbica através da adsorção (concentração na superfície) de reagentes conhecidos como coletores. Ou seja, a propriedade diferenciadora pode ser induzida (VALADÃO e ARAUJO, 2007).

As máquinas de flotação possuem mecanismos capazes de manter as partículas em suspensão e de possibilitar a aeração da polpa. A faixa granulométrica das partículas situa-se usualmente entre 1mm e 5 μ m no caso de oxi-minerais e o limite inferior para minérios de ferro situa-se na maioria das vezes entre 0,5mm e 10 μ m. O tamanho máximo, usualmente denominado “*top size*”, é fixado pela liberação dos grãos do mineral de interesse do qual se quer obter um concentrado. Quando a granulometria de liberação é maior do que a que possibilita o transporte das partículas pelas bolhas de ar, esse fator passa a governar o tamanho máximo na alimentação (CHAVES *et. al*, 2009).

O limite inferior da faixa granulométrica está diretamente relacionado à seletividade do processo, influenciando no consumo de reagentes e na perda da identidade mineralógica das partículas, causada pelo fenômeno denominado “*slimescoating*”. Estas partículas excessivamente finas são denominadas “lamas”.

Originalmente patenteada em 1906, o desenvolvimento do processo de flotação permitiu a exploração de minerais que até um passado recente seriam considerados inviáveis economicamente. Rejeitos de muitas plantas de concentração gravimétrica tinham teor mais alto que o minério alimentado em muitas plantas de flotação modernas (WILLS, 2006).

3.5.1 Reagentes Utilizados na flotação

Reagentes de flotação são compostos orgânicos e inorgânicos empregados com o objetivo de controlar as características das interfaces envolvidas no processo.

Dependendo de como atuam no processo de flotação, os reagentes são tradicionalmente classificados em coletores, espumantes e modificadores ou reguladores. As ações dos modificadores são diversas, destacando-se: ajustar o pH do sistema, ajustar o Eh do sistema, controlar o estado de dispersão da polpa, facilitar e tornar mais seletiva a ação do coletor (função designada como ativação) e tornar um ou mais minerais hidrofílicos e imunes à ação do coletor -função conhecida como depressão, (PERES, 2011).

Surfatantes exercem dois papéis principais em flotação. O primeiro consiste na adsorção na interface sólido/líquido, tornando hidrofóbica a superfície de certos minerais, agindo assim como coletor. O segundo é a sua influência na cinética da flotação (COELHO e ARAUJO, 1980).

3.5.2 Coletores

Coletores são compostos orgânicos que tem a função de tornar hidrofóbicos minerais naturalmente hidrofílicos. Suas moléculas contem um grupo polar (“cabeça polar”) e uma cadeia hidrocarbônica não-polar. A cadeia carbônica tem acentuadas propriedades hidrofóbicas enquanto que a cabeça polar apresenta propriedades hidrofílicas, reagindo com a água.

Os coletores podem ser classificados pela sua carga iônica, dividindo-se em catiônico (positivo), aniônico (negativo), não iônico (sem carga) e anfotérico (positivos em pH ácido e negativo em pH alcalino). (NEDER e LEAL FILHO, 2006).

Os coletores catiônicos são os mais utilizados na flotação de minério de ferro (MILLER, 1999). Dentre estes os de maior importância são as aminas, sendo as primárias as mais extensivamente usadas na indústria.

As aminas são classificadas como primárias, secundárias, terciárias ou quaternárias dependendo do número de radicais hidrocarbonetos ligados ao átomo de nitrogênio. Se apenas um grupo hidrocarboneto está presente com 2 átomos de hidrogênio, a amina é denominada amina primária. Da mesma forma, aminas contendo 2, 3 ou 4

grupos hidrocarbonetos são denominadas aminas secundárias, terciárias ou quaternárias (FUERSTENAU; MILLER e KUHN, 1985).

Na Figura 3.7 são apresentadas as estruturas da amônia, amina primária, secundária, terciária e quaternária.

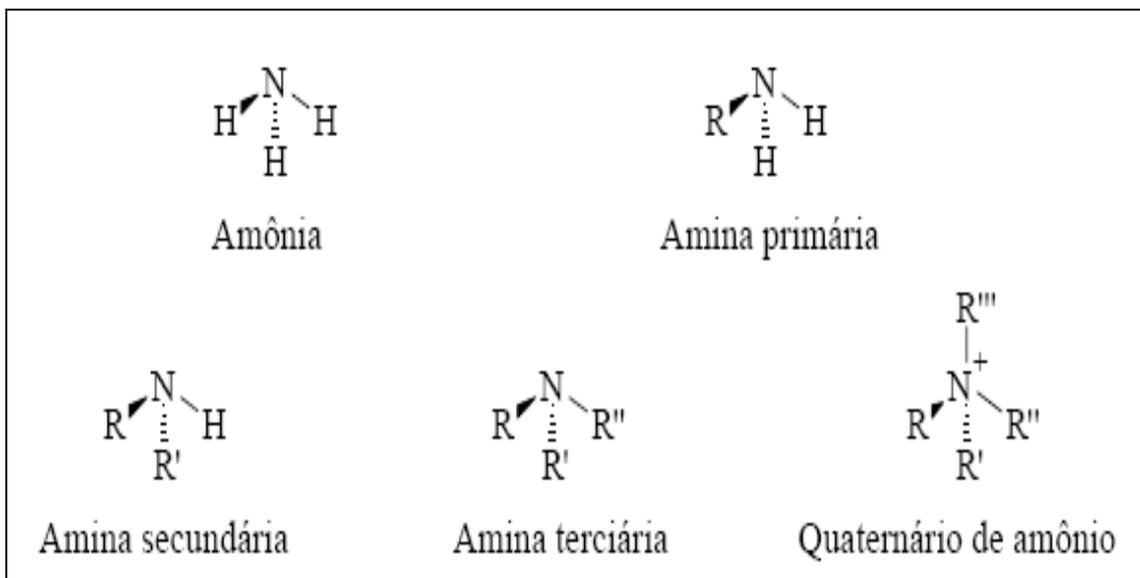


Figura 3.7 – Estrutura molecular da amônia, amina primária, secundária, terciária e quaternária (NEDER e LEAL FILHO, 2006).

Aminas primárias, secundárias e terciárias são bases fracas, sendo seu grau de ionização dependente do pH. Já as aminas quaternárias são bases fortes e, portanto, completamente ionizadas em qualquer pH (FUERSTENAU, 1985).

Segundo VIANA (2006) as aminas apresentam propriedades de eletrólitos fracos dissociando-se em solução aquosa com a predominância da forma molecular ou iônica em função do pH da solução. Em faixa de pH ácida ou pouco alcalina predomina a espécie iônica enquanto que em faixa de pH mais alcalina predomina a espécie molecular como mostra a figura 3.8.

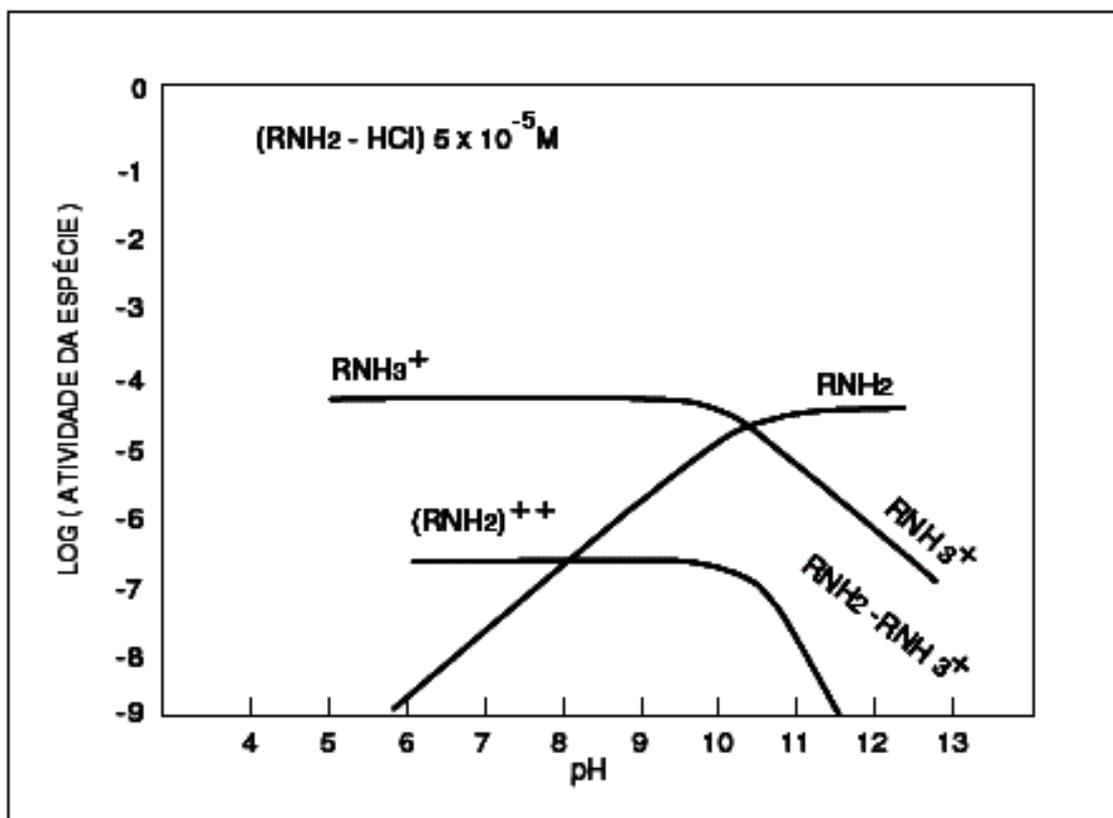
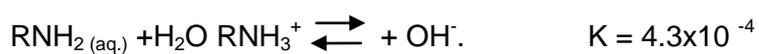


Figura 3.8 – Atividade versus pH de solução de dodecilamina, $5 \times 10^{-5} \text{ M}$ (LEJA, 2004 modificado por Viana, 2006).

As aminas se ionizam em solução aquosa por protonação. No caso da dodecilamina:



Em sistemas saturados,



As principais rotas de obtenção de aminas estão mostradas na figura 3.9.

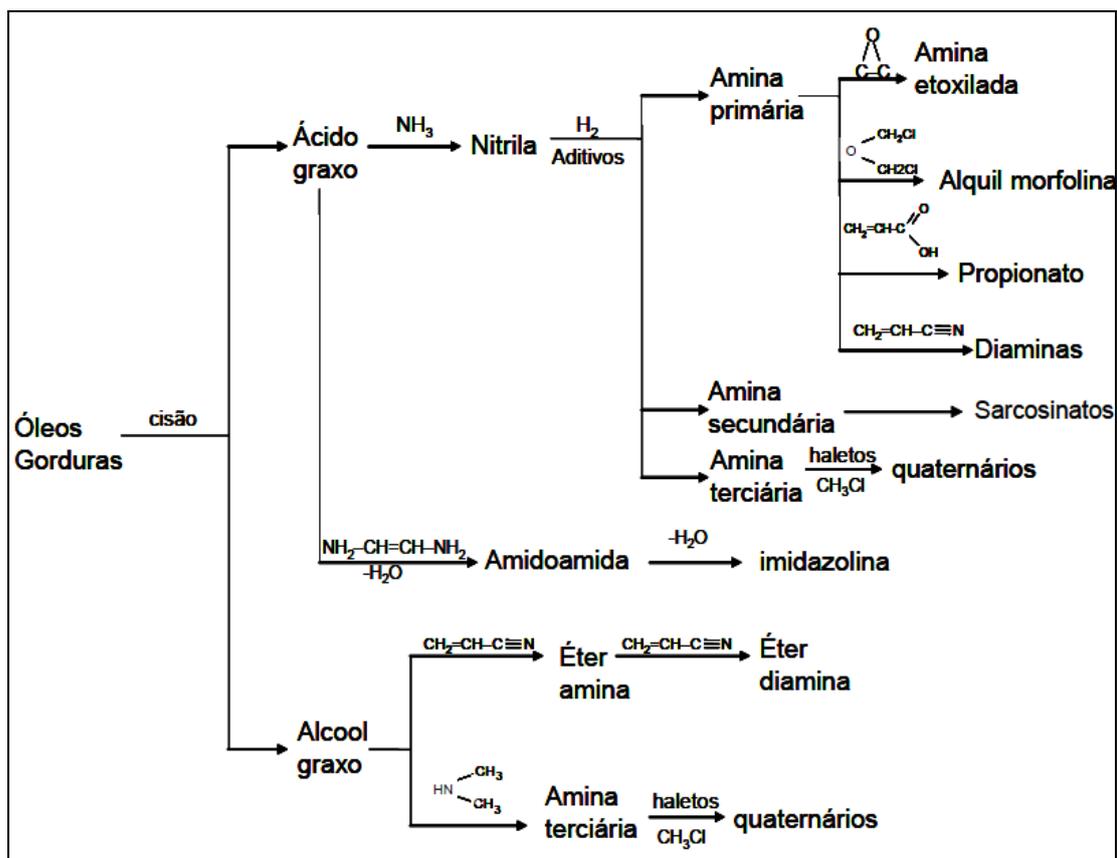


Figura 3.9 - Principais rotas de obtenção de aminas (NEDER e LEAL FILHO 2006).

Na Tabela III.2, a seguir, são apresentados os principais coletores catiônicos usados em flotação de minério de ferro (LEJA 1983).

Tabela III.2 - Principais coletores catiônicos usados em flotação de minério de ferro (LEJA, 1983).

Coletor	Fórmula Estrutural
Sal de amina graxa primária	$\text{RNH}_3^+\text{Cl}^-$
Sal de amina graxa secundária	$\text{RR}'\text{NH}_2^+\text{Cl}^-$
Sal de amina graxa terciária	$\text{R}(\text{R}')_2\text{NH}^+\text{Cl}^-$
Diamina graxa	$\text{R-NH}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2$
Éter-diamina	$\text{R-O}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2$
Éteramina	$\text{R-O}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2$
Sal de eteramina	$[\text{R-O}(\text{CH}_2)_3-\text{NH}^+] [\text{CH}_2\text{COO}^-]$
Sal de sulfônio	$\text{R}(\text{R}')_3\text{NCl}$
Sal de amônio quaternário	$\text{RS}(\text{R}')_2\text{Cl}$

Nota: R= cadeia hidrocarbônica com 10 átomos de carbono, R' = cadeia alquílica curta, geralmente Metil

Os coletores empregados na flotação apresentam de C_6 a C_{20} carbonos na cadeia; homólogos mais curtos que C_6 não apresentam suficiente atividade superficial, enquanto aqueles superiores a C_{20} tornam-se excessivamente insolúveis, chegando, em alguns casos, a se tornarem pastosos (SILVA, 2004)

As aminas empregadas na flotação catiônica reversa de minérios de ferro são parcialmente neutralizadas com ácido acético, para aumentar sua solubilidade em água. O grau de neutralização, que leva a um melhor desempenho, situa-se entre 25% e 30% (VALADÃO e ARAUJO, 2007).

Aminas graxas primárias, utilizadas no processo pioneiro USBM, não são mais utilizadas em flotação de minérios de ferro. Foram modificadas com a inserção do grupo polar $O-(CH_2)_3$ entre o radical R e a cabeça polar NH_2 da amina primária. Devido à presença da ligação covalente C-O, característica da função orgânica éter, reagentes pertencentes a essa classe são designados como eter aminas. A presença do grupo hidrofílico extra, aumenta a solubilidade do reagente facilitando seu acesso às interfaces sólido-líquido e líquido-gás, aumenta a elasticidade do filme líquido que circunda as bolhas e também afeta o momento de dipolo da cabeça polar, reduzindo o tempo de relaxação dielétrica principal (tempo para reorientação dos dipolos). Esse aspecto é relevante para a função espumante da amina (PERES, 2003).

As aminas secundárias R_1R_2NH e terciárias $R_1R_2NR_3$ não são tradicionalmente empregadas como coletores de flotação, apesar de apresentarem boa potencialidade para a função. Os sais quaternários de amônio têm sido utilizados em escala de laboratório, especialmente quando se deseja investigar o efeito de um coletor catiônico completamente dissociado em toda faixa de pH (SILVA, 2004).

Recentemente (SANTOS 2011) propôs o uso de misturas de sais quaternários de amônio com eteraminas primárias para flotação de minérios de ferro portadores de anfibólios.

Magriotis (1995) menciona que não há fórmula rápida e fácil para se selecionar um coletor próprio para uma dada operação de flotação. Cita seis fatores, entre outros, que afetam a resposta de um coletor catiônico. Esses fatores são: tamanho de partícula, deslamagem do minério, condicionamento dos reagentes, densidade da

polpa, química da água e temperatura da água. Pelos resultados obtidos no seu trabalho, observa-se que: as eteraminas atuaram como bons coletores na flotação reversa do minério de ferro itabirítico estudado; quatro eteraminas de diferentes fabricantes, mesmo semelhantes em composição química e tipo de neutralização, podem fornecer resultados diferentes; e eteraminas funcionam como bons coletores quando em combinação com querosene.

3.5.3 Depressores

Depressores são reagentes capazes de inibir a ação do coletor e hidrofiliar a superfície dos minerais que se destinam ao afundado.

O amido de milho e de mandioca são depressores orgânicos comumente usados na depressão de óxidos de ferro.

A maior parte dos amidos constitui-se, basicamente, de dois compostos de composição química semelhante e estruturas de cadeia distintas:

- amilose um polímero linear no qual as unidades α -D-glicose se unem através de ligações α -1, 4 glicosídicas;
- amilopectina, um polímero ramificado no qual as ramificações se unem a cadeia principal através de ligações α -1, 6 glicosídicas;

A proporção amilopectina/ amilose na fração amilácea das diversas substâncias vegetais, ou mesmo no caso de variedades de um mesmo vegetal, pode diferir bastante. No caso do amido de milho, a relação 3/1 prevalece para as modalidades comuns do milho amarelo. A composição da fração amilácea se aproxima de amilopectina pura no caso do milho ceroso (Peres, 2001).

3.5.4 Mecanismos de adsorção de coletores

A carga superficial dos silicatos tem sua origem primária nas ligações químicas não totalmente satisfeitas eletricamente e a posição relativa dessas ligações na estrutura cristalina que é determinada pela superfície de quebra associada ou não a planos de clivagem (VIANA, 2006).

Assim, a geração de carga superficial pode ser atribuída primordialmente às superfícies quebradas, ou não completadas, onde as ligações estão “dependuradas”, ou seja, eletricamente insatisfeitas. Essas superfícies, com ligações incompletas e, portanto, com sítios de cargas tanto negativas quanto positivas, tendem a reagir fortemente com a água devido à polaridade das moléculas da água. Na ausência de outros íons, sítios positivos e negativos da superfície reagem com íons OH^- e H^+ fazendo com que a carga superficial seja dependente do pH.

Em pH básico, o quartzo e a maioria dos silicatos tem carga superficial negativa.

As aminas adsorvem na superfície mineral principalmente devido ao mecanismo de atração eletrostática entre a cabeça polar do coletor e a dupla camada elétrica carregada na superfície do mineral. Estas forças não são tão fortes quanto as forças químicas características dos coletores aniônicos. Logo estes coletores tendem a ser relativamente fracos em termos de poder coletor. Coletores catiônicos são em geral muito sensíveis ao pH, sendo mais ativos em pH levemente ácido (WILLS, 2006).

Segundo MILLER (1999), a adsorção de coletor na superfície mineral depende de inúmeros fatores, como a carga da superfície e a composição química da superfície do mineral. A adsorção eletrostática dos surfatantes pode ser influenciada por outras espécies carregadas presentes no sistema. Por exemplo: a flotação de quartzo com amina é prejudicada pela presença de KNO_3 devido à competição entre K^+ e os íons amônio pela adsorção nos sítios negativos da superfície do quartzo.

HANUMANTHA (1997) propõe o mecanismo ilustrado na figura 3.10 para a adsorção de aminas em silicatos. O mecanismo é denominado precipitação 2D/3D.

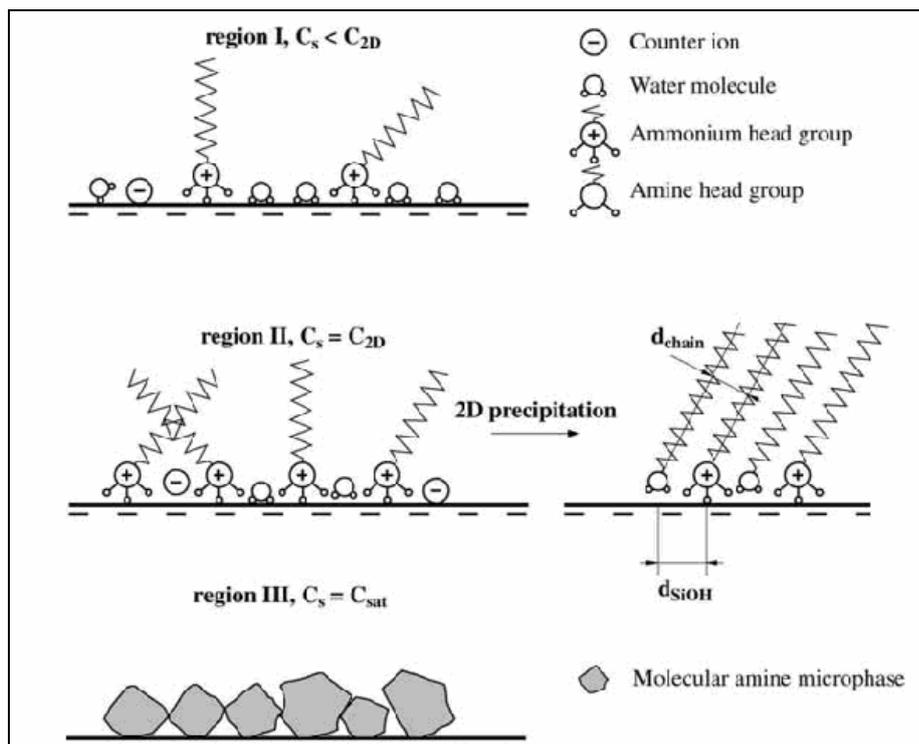


Figura 3.10 - Mecanismo de precipitação 2D/3D (HANUMANTHA 1997).

Os mecanismos de adsorção das aminas em diversos sistemas de flotação têm sido objeto de inúmeras investigações através do uso de técnicas como microflotação, medidas de ângulo de contato, medidas de potencial zeta, isothermas de adsorção, espectroscopia infravermelha, XPS e outras. Um fator marcante em praticamente todas as investigações que se referem à flotação de silicatos com aminas é a concordância da dependência do mecanismo de adsorção das aminas com o pH. O gráfico mostrado na figura 3.11 foi elaborado por FUERSTENAU, MILLER e HUHN (1985), para o sistema amina/quartzo e mostra a correlação entre recuperação na flotação, ângulo de contato, potencial zeta e cobertura da superfície do quartzo em função do pH, ainda hoje é amplamente empregado para ilustrar a dependência do mecanismo de adsorção das aminas com o pH.

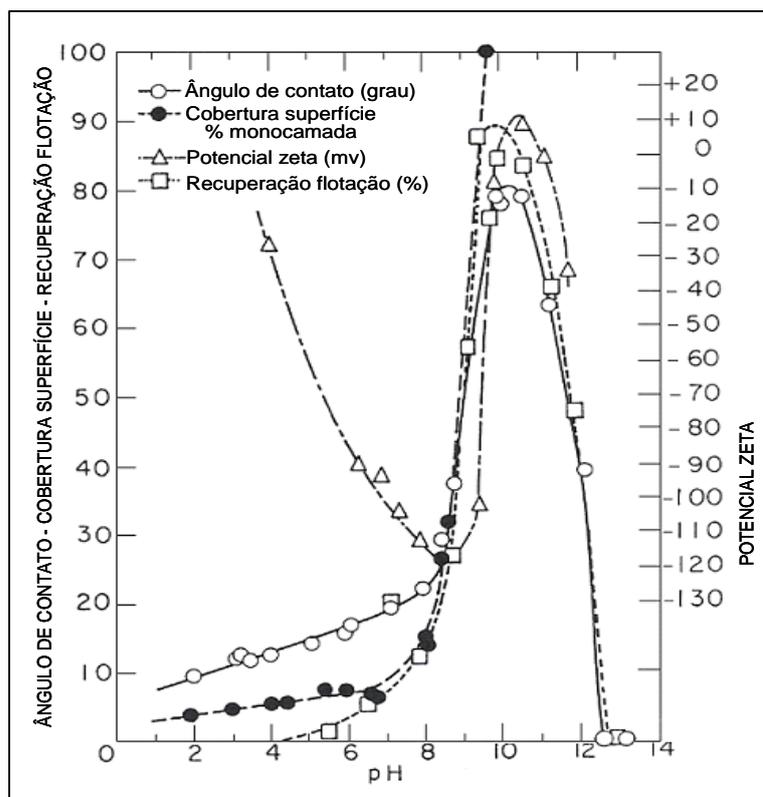


Figura 3.11 - Flotação de quartzo com acetato de dodecilamina (ADA), 4×10^{-5} M (FUERSTENAU, 1985).

3.5.5 Interação entre Surfactantes

Segundo VIANA (2006), na década de 60 surgiram estudos detalhados sobre interações entre reagentes na flotação. Os primeiros trabalhos dedicaram-se a misturas de reagentes aniônicos ou catiônicos com álcoois. Nos últimos 20 anos, foram publicados alguns trabalhos relacionados à adsorção de misturas de coletores na interface alumina-água, na flotação de feldspato e na flotação reversa de hematita.

Segundo WILLS (1997) é comum adicionar mais de um coletor a um sistema de flotação, geralmente uma combinação de um coletor mais seletivo com um menos seletivo, porém mais “poderoso”, para promover a recuperação dos minerais mais lentamente flotados. Opções já incorporadas na prática industrial, em relação ao coletor, incluem a combinação de monoaminas com diaminas e a substituição parcial de aminas por óleo diesel.

A mistura de diaminas com monoaminas é prática usual visando à produção de concentrados com baixo teor de sílica. A proporção de diamina é maior na geração de concentrados com especificação para redução direta (ARAUJO et al, 2004).

A mistura de diferentes surfatantes, frequentemente, leva à sinergia de seus efeitos nas propriedades do sistema que se investiga. Esse fato é atribuído ao impacto que a mistura gera na concentração micelar crítica (CMC) e na tensão interfacial (TI), que são menores que a CMC e a TI de cada um dos reagentes considerados isoladamente.

Silva (2004) estudou a flotação reversa de minério de ferro com amina, na presença de diferentes tipos de álcoois, mostrando que os melhores resultados de recuperação de quartzo estão associados a comprimentos e formas de cadeias de amina e álcool semelhantes.

HANUMANTHA (1997) apresenta revisão de estudos de flotação reportando o uso de várias combinações de surfatantes. Discute o comportamento de mistura de coletores em relação à adsorção na interface sólido/ líquido, objeto de estudo de vários autores. Os resultados mostram que a flotabilidade melhora com combinação de surfatantes em relação a seu uso individual. A melhora é atribuída à interação cadeia-cadeia e à redução da repulsão eletrostática entre grupos iônicos.

SCAMEHORN (1986) afirma que a atração em sistemas de misturas de reagentes cresce na seguinte ordem: catiônico/não iônico, aniônico/não iônico e catiônico/aniônico.

3.5.6 Interação entre coletores e espumantes

A adição de espumantes no sistema de flotação pode acarretar em modificações na formação da espuma, na estabilidade, na drenagem, no tamanho das bolhas na taxa de colapso e na seletividade em relação aos minerais de interesse (SILVA, 2004).

Alguns desses espumantes utilizados no processo de flotação adsorvem tanto na interface líquido-ar, como interagem com o coletor adsorvendo também na interface

sólido-líquido. Esta interação entre coletor e espumante pode agir no consumo de reagentes e poder de coleta no sentido de diminuir o primeiro e aumentar o segundo. Estudos de adsorção de dodecilamina na superfície de KCl e flotação em tubo de Hallimond mostraram que a adição de hexanol pode melhorar significativamente a flotabilidade (MONTE, et al., 2004).

Os surfatantes empregados como espumantes em sistemas de flotação são compostos não iônicos, geralmente pertencentes à classe dos álcoois ou dos éteres.

CHRISTMAN (1930) *apud* LEJA (1989) verificou a ocorrência de interações químicas entre coletores e espumantes com base na eliminação da espuma em alguns conjuntos de condições.

SILVA (2004) cita estudos conduzidos por Schulman, Rideal e seus colaboradores, realizados em um grande número de sistemas (monocamada A/ Surfactante B) por mais de 20 anos, que tem gradualmente identificado os parâmetros de controle das interações. Verificou-se que a primeira condição para que a penetração ocorra é a de que o grupo polar de A e B não sejam idênticos.

Estudos de penetração mostraram claramente o fato de que a adsorção de moléculas B dissolvidas em um substrato é fortemente acentuada pela presença de um outro surfatante A (com um grupo polar diferente) na interface ar água. (SILVA, 2004).

Estudos detalhados de MARSDEN e SCHULMAN (1938) *apud* LEJA (1983) com misturas de surfatantes contendo a mesma cadeia hidrocarbônica, mas diferentes grupos polares, -COOH, -NH₂, OCH₃, -OH, mostraram que interações íon-dipolo são mais fortes que dipolo-dipolo. A coesão lateral entre os dois grupos polares muda consideravelmente com a ionização de um dos grupos, o que é obtido através do pH. As melhores coesões laterais ocorrem em filmes mistos equimolares a 50% de ionização do ácido ou amina. Se a ionização decresce abaixo de 50% ou aumenta acima de 50% , uma expansão do filme misto ocorre, diminuindo as forças laterais entre os grupos polares.

A curva de tensão versus concentração com surfatantes solúveis A e B e sua mistura mostra que há uma interação entre esses dois surfatantes na interface sólido-líquido (figura 3.12).

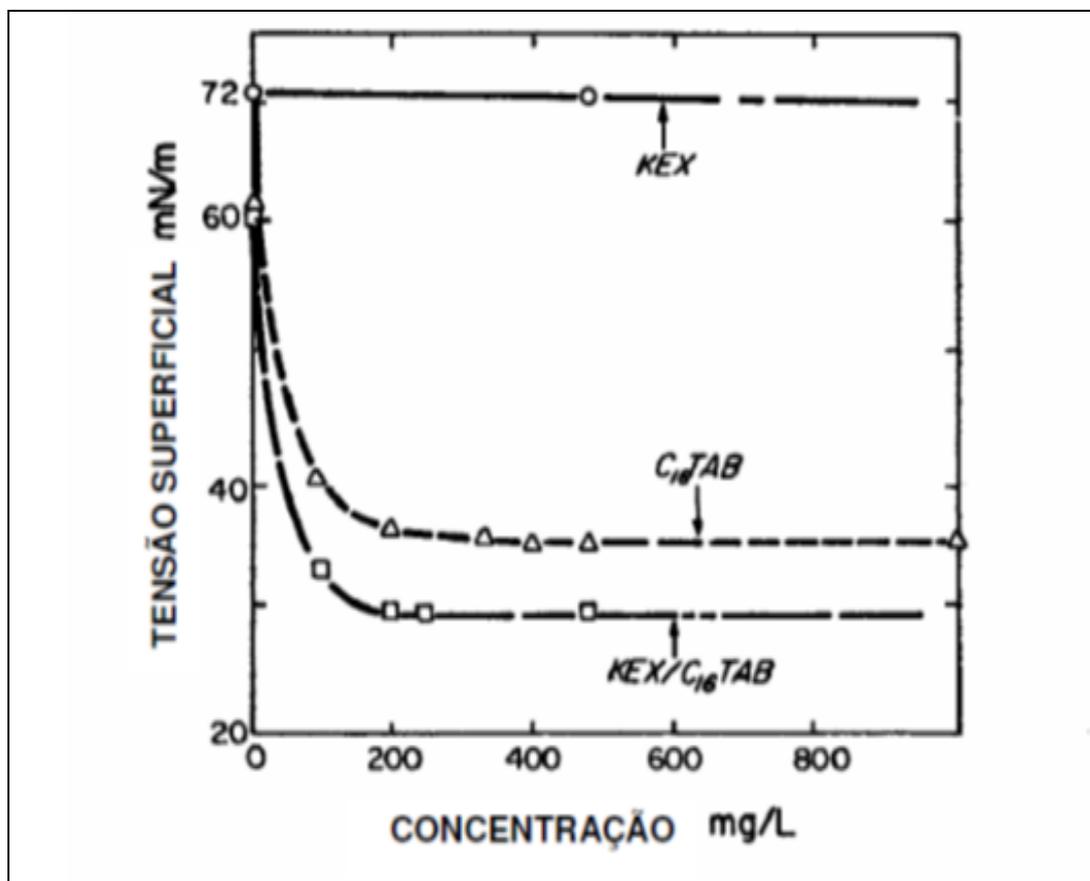


Figura 3.12- Tensão superficial versus concentração – (KEX) etil xantato potássio e (C₁₆TAB) brometo de cetiltrimetil amônio (Leja 1989).

Similarmente, uma redução no valor da CMC de um surfatante A com adição de surfatante B, interpretado como formação de micelas mistas (figura 3.13), e uma adsorção preferencial de um componente no filme misto na interface ar solução, são todos sinais de interações entre surfatantes.

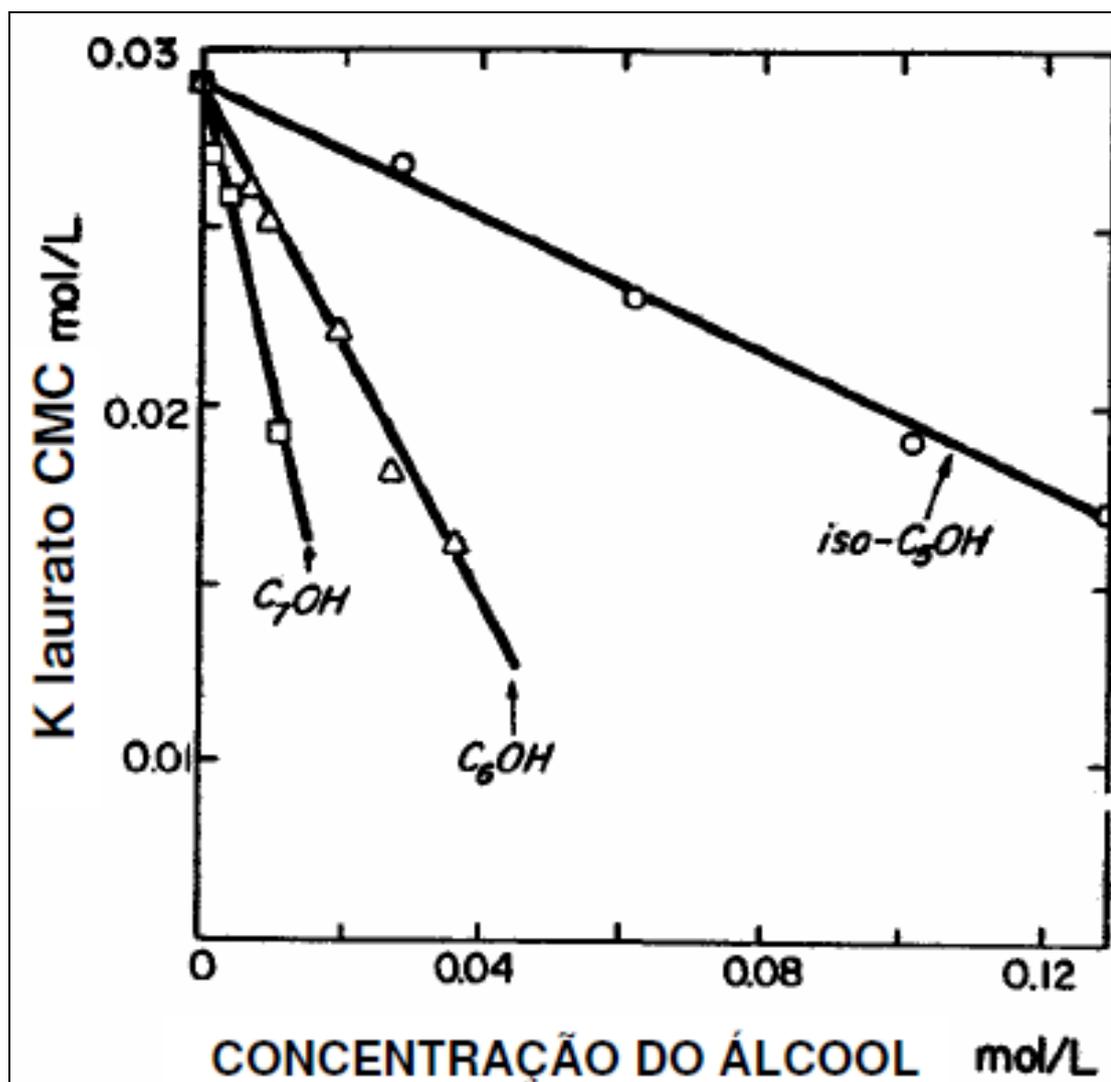


Figura 3.13 – CMC versus concentração do álcool (LEJA, 1989).

Neutralizando a repulsão eletrostática entre as cabeças polares, as moléculas neutras mudam a estrutura de camada adsorvida aumentando a densidade da monocamada. A coadsorção da amina e álcool via associação alquilamonium-álcool pode explicar a mistura de surfantes na monocamada adsorvida na qual resulta da diferença observada na inclinação dos ângulos das cadeias hidrocarbônicas na mistura (SILVA, 2004).

4 METODOLOGIA

Neste capítulo serão apresentados os materiais e métodos utilizados no do desenvolvimento do presente estudo.

4.1 Recursos laboratoriais

Para desenvolvimento dos trabalhos, foram utilizados os recursos laboratoriais da empresa CSN e da Escola de Engenharia da UFMG.

4.2 Obtenção e Procedência das amostras

A amostra utilizada é proveniente da Mina Casa de Pedra, representando o material denominado Itabirito Pobre Compacto – IPC da Mina Casa de Pedra.

A composição da amostra global foi feita pela área de desenvolvimento e representa as litologias que efetivamente farão parte do “*Run of Mine*” (ROM) que será alimentado na planta de beneficiamento futura. Esta nova Planta será implantada no Projeto de Expansão da Mineração e contemplará circuito de moagem para posterior concentração dos Itabiritos Compactos.

4.3 Preparação das amostras

As amostras foram preparadas visando à adequação aos métodos de determinação dos parâmetros de qualidade, conforme recomendado pela norma ISO/ ABNT 3082.

Para homogeneização, divisão e cominuição das amostras foram utilizados os seguintes equipamentos:

- divisor rotativo;
- divisor de rifles;
- Britador de mandíbulas;
- moinho de rolos;
- moinho de bolas;
- pulverizador da marca Herzog.

4.4. Caracterização da amostra

4.4.1 Análise Granulométrica

O peneiramento foi realizado a úmido, em peneiradores da marca Dialmática, utilizando peneiras de dimensões 500 x 500mm, nas seguintes malhas:

- 31,7mm;
- 6,35mm;
- 1,0mm;
- 0,5mm;
- 0,150mm;
- 0,106mm;
- 0,075mm;
- 0,038mm.

4.4.2. Análises Químicas

As análises químicas foram feitas utilizando a técnica de dicromatometria para análise do ferro e espectrometria de emissão de Plasma para análise dos contaminantes (silício, alumínio, fósforo e manganês).

A análise do ferro foi realizada em titulador automático da marca Dosimat.

O espectrômetro de Plasma utilizado é da marca Spectro, modelo Spectroflame Modula S.

Foram realizadas análises químicas das seguintes amostras: global e faixas granulométricas geradas no peneiramento, amostras geradas nos processos de deslamagem (alimentação, “*underflow*” e “*overflow*”) e flotação (alimentação, concentrado e rejeito).

4.4.3 Determinação do grau de liberação

A determinação do grau de liberação foi feita pelo método de GAUDIN, que utiliza microscopia ótica e consiste na observação de amostras minerais em várias faixas granulométricas, obtendo-se o grau de liberação para cada uma delas (VALADÃO e ARAUJO, 2007). O equipamento utilizado é da marca Olympus, modelo TL3, pertencente ao laboratório da EEUFMG.

4.4.4 Caracterização mineralógica

Para realização da análise mineralógica, a amostra foi submetida a análise semi-quantitativa por difratometria de raios-x realizada em um difratômetro Philips, modelo PW1710, utilizando radiação $\text{CuK}\alpha$ e cristal monocromador de grafita, velocidade de varredura $0,06^\circ 2\theta/\text{s}$, tempo de contagem 1s, intervalo de varredura de 3° até $90^\circ 2\theta$.

O método de análise se baseia na comparação dos valores das distâncias interplanares e das intensidades dos picos nos difratogramas das amostras analisadas e uma amostra de referência, utilizando o padrão do banco de dados PDF-2 do ICDD – *International Centre for Diffraction Data*.

4.5 Deslamagem

As amostras passaram por deslamagem e então foram realizados os testes de flotação em bancada. O procedimento completo adotado para a deslamagem e flotação está descrito no Anexo 01.

4.6. Flotação em bancada

Para a realização dos testes de flotação em bancada as amostras de IPC foram previamente moídas abaixo de 0,150mm para se obter o grau de liberação requerido à concentração. Após passarem pelo processo de deslamagem, iniciaram-se os testes de concentração.

Os testes de flotação foram feitos em célula CDC- modelo EEPN 1000, com 800g de alimentação seca, mantendo-se fixas as seguintes variáveis:

- Percentual de sólidos: 40%;
- Rotação: 1200 rpm;
- Reagentes utilizados no ajuste do pH: HCl e NaOH;
- Depressor: gritz de milho a 450 g/t;
- Tempo de condicionamento do amido: 5:00 min;
- Tempo de condicionamento da amina: 1:45 min;
- Tempo médio de coleta de espuma: 6 min;
- tempo de flotação: 6 min (correspondente às etapas “*rougher*” e “*cleaner*”, segundo o teste padrão adotado).

Foram realizados testes variando principalmente o pH, tipos de coletores e dosagem dos mesmos, e misturas de coletor com espumante em diferentes proporções.

As faixas de pH testadas foram: 9,5; 10; 10,5; e 11.

Os coletores testados foram:

- etermonoamina Flotigam EDA3 da Clariant;
- eterdiamina Tomah DA-14 da Airproducts;
- mistura etermonoamina Flotigam EDA3 + espumante Montanol 800 .

A escolha do espumante baseou-se no trabalho de Silva 2004, que apresentou testes de flotação com adição de espumantes: Yserol 60, Flotanol D14, Benemax 685P, CytecOreprep F523, CytecOreprep X 133, Montanol 800, MIBC, CytecOreprep F507, Flotanol C7, CytecOreprep F535. Os melhores resultados foram obtidos com uso do Benemax e do espumante Montanol 800. Os testes realizados por Silva mostraram que no intervalo de 10% a 30% de substituição do coletor por espumante foram encontrados os melhores resultados.

Foram realizados também testes preliminares com misturas de aminas (etermonoaminas e eterdiaminas) com sal quaternário de amônio. Os resultados não foram considerados neste estudo em função de não terem sido positivos. A ausência de anfíbios no “itabirito anfibolítico” foi considerada a causa dos resultados negativos encontrados nos testes preliminares.

A Tabela IV.1 mostra o planejamento da 1ª etapa dos testes de flotação. As dosagens de coletor e depressor são apresentadas nas unidades g/ t de minério alimentado e g/t de SiO₂ alimentada.

Tabela IV.1 – Parte 01 - Planejamento dos testes de flotação -1ª etapa

Primeira Etapa - Total de testes: 32																
	Etapa 1.1								Etapa 1.2							
Valor pH	pH 9,5								pH 10							
Tipo de Amina	Eteramina				Eter diamina				Eteramina				Eter diamina			
Dosagem amina (g/t)	70	90	110	130	70	90	110	130	70	90	110	130	70	90	110	130
Dosagem amina(g/t SiO2)	175	225	275	325	175	225	275	325	175	225	275	325	175	225	275	325
Dosagem Amido (g/t minério)	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450
Dosagem Amido (g/t Fe)	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100

Tabela IV.1 – Parte 02 - Planejamento dos testes de flotação-1ª etapa

	Etapa 1.3								Etapa 1.4							
Valor pH	pH 10,5								pH 11							
Tipo de Amina	Eteramina				Eter diamina				Eteramina				Eter diamina			
Dosagem amina (g/t)	70	90	110	130	70	90	110	130	70	90	110	130	70	90	110	130
Dosagem amina(g/t SiO2)	175	225	275	325	175	225	275	325	175	225	275	325	175	225	275	325
Dosagem Amido (g/t minério)	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450
Dosagem Amido (g/t Fe)	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100	1100

A Tabela IV.2 mostra o planejamento da 2ª etapa dos testes de flotação.

Tabela IV.2 - Planejamento dos testes de flotação – 2ª etapa

Segunda Etapa - Total de testes: 15															
Valor pH	9,5						10			10,5			11		
Tipo de Amina	Éteramina Flotigam EDA3						Éteramina Flotigam EDA3			Éteramina Flotigam EDA3			Éteramina Flotigam EDA3		
Dosagem amina (g/ t mineral)	90			110			110			110			110		
Dosagem amina (g/t SiO ₂)	225			275			275			275			275		
% de substituição de amina por espumante (% peso/peso)	15	20	30	15	20	30	15	20	30	15	20	30	15	20	30

A figura 4.1 mostra o resumo da metodologia usada no presente estudo.

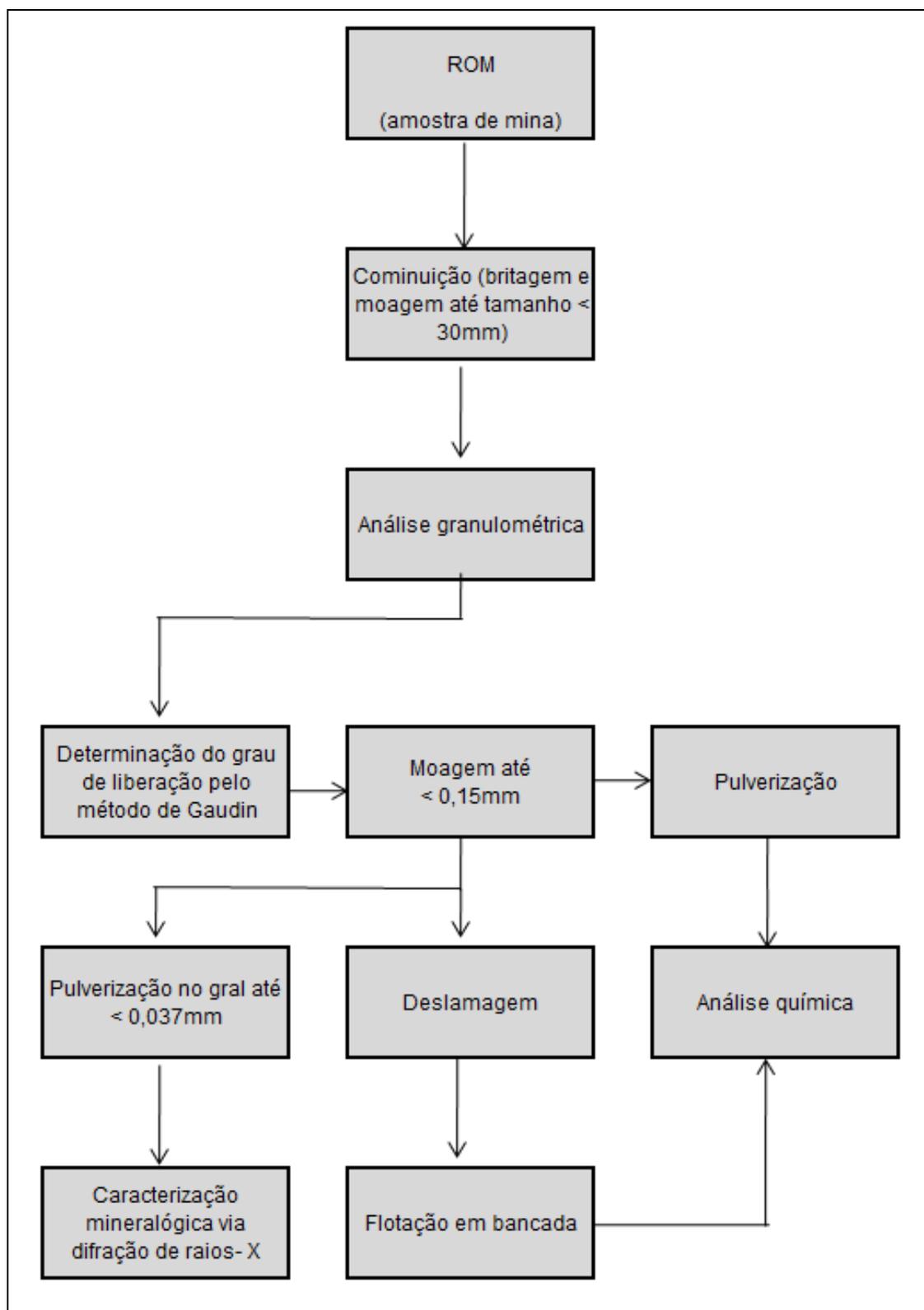


Figura 4.1 - Fluxograma simplificado da metodologia dos estudos utilizada.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios realizados na fase experimental desse estudo são apresentados a seguir.

5.1 Caracterização

5.1.1. Análise Granuloquímica

Os resultados da distribuição granulométrica e química por fração são apresentados na tabela V.1.

Tabela V.1 - Distribuição granulométrica e análise química por fração

Abertura da peneira (mm)	Massa (kg)	% retida acumulada	% passante acumulada	Fe	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Mn	P	CaO	MgO	TiO ₂	PPC
	Alimentação: 15,38 (kg)			%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
31,7	1,66	4,16	95,84	37,44	1,41	45,21	0,250	0,084	0,035	0,011	0,030	0,017	1,36
6,3	6,59	54,57	45,43	43,98	1,08	34,48	0,418	0,247	0,053	0,031	0,052	0,029	1,99
1	1,76	66,17	33,83	50,70	0,39	23,67	0,598	0,502	0,060	0,040	0,068	0,042	2,11
0,5	0,29	68,12	31,88	52,98	0,15	19,08	0,991	0,689	0,078	0,017	0,079	0,077	2,58
0,15	0,87	73,86	26,14	38,47	0,37	41,77	0,683	0,425	0,052	0,063	0,095	0,067	1,69
0,106	0,56	77,58	22,42	24,44	0,61	63,80	0,341	0,135	0,034	0,061	0,067	0,052	0,90
0,075	0,76	82,57	17,43	20,81	0,49	68,90	0,470	0,107	0,023	0,015	0,064	0,038	0,65
0,038	1,40	91,82	8,18	25,06	0,40	62,90	0,401	0,129	0,027	0,019	0,122	0,054	0,82
<0,038	1,24	100,00	0,00	44,10	0,08	27,73	3,474	0,874	0,093	0,095	0,316	0,213	3,70
Massa total (kg)	15,13	Global analisada		40,09	0,75	39,08	0,708	0,365	0,048	0,024	0,089	0,051	1,81
% de Perda	1,62	Global calculada		40,3	0,79	39,41	0,695	0,307	0,051	0,036	0,084	0,051	1,86

Pelos resultados mostrados na tabela V.1 observa-se que 74% do material fica retido na malha de 150 μ m. É importante observar também o percentual de material passante em 38 μ m, 8%.

A representação gráfica dos resultados é mostrada na figura 5.1.

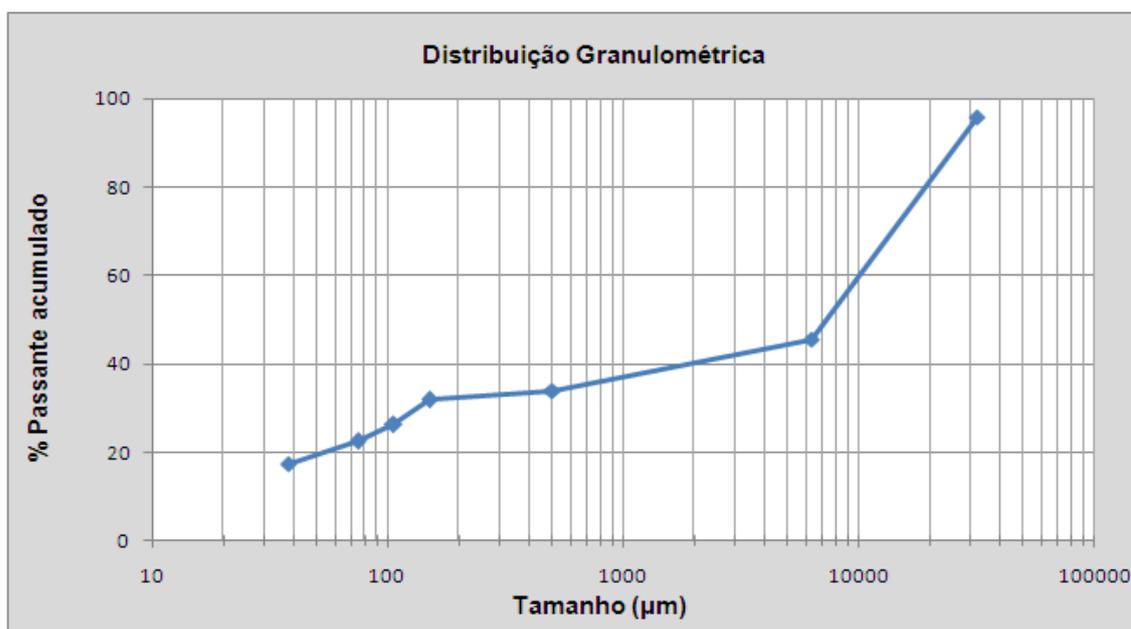


Figura 5.1 – Distribuição granulométrica (percentual passante acumulado versus tamanho em µm).

5.1.2. Grau de liberação

Os resultados obtidos pelo teste do grau de liberação utilizando método de Gaudin são exibidos na Figura 5.2.

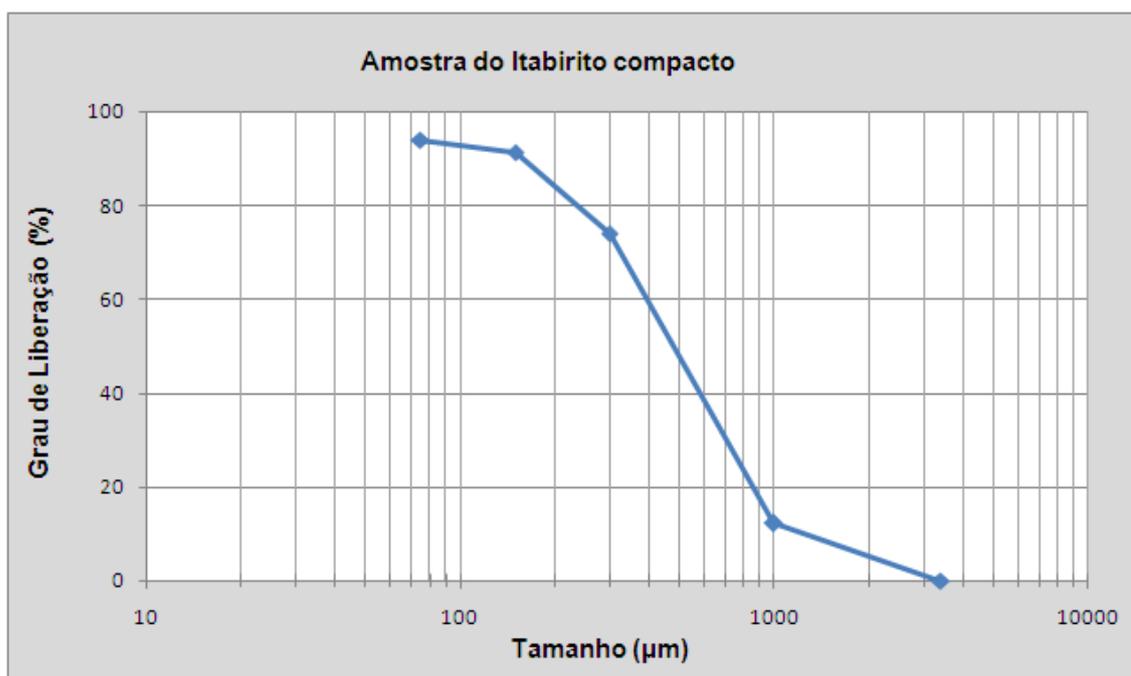


Figura 5.2 - Grau de liberação da amostra de IPC.

Pelo gráfico exibido na figura 5.2 observa-se que o grau de liberação de 91% foi atingido para fração $<150\mu\text{m}$.

5.1.3. Difração de raios-x

Na figura 5.3 é mostrado o difratograma obtido pela análise da amostra global do Itabirito Pobre Compacto.

Verifica-se que a litologia itabirito compacto é constituída basicamente de hematitas e quartzo. Ocorre em menor proporção a goethita.

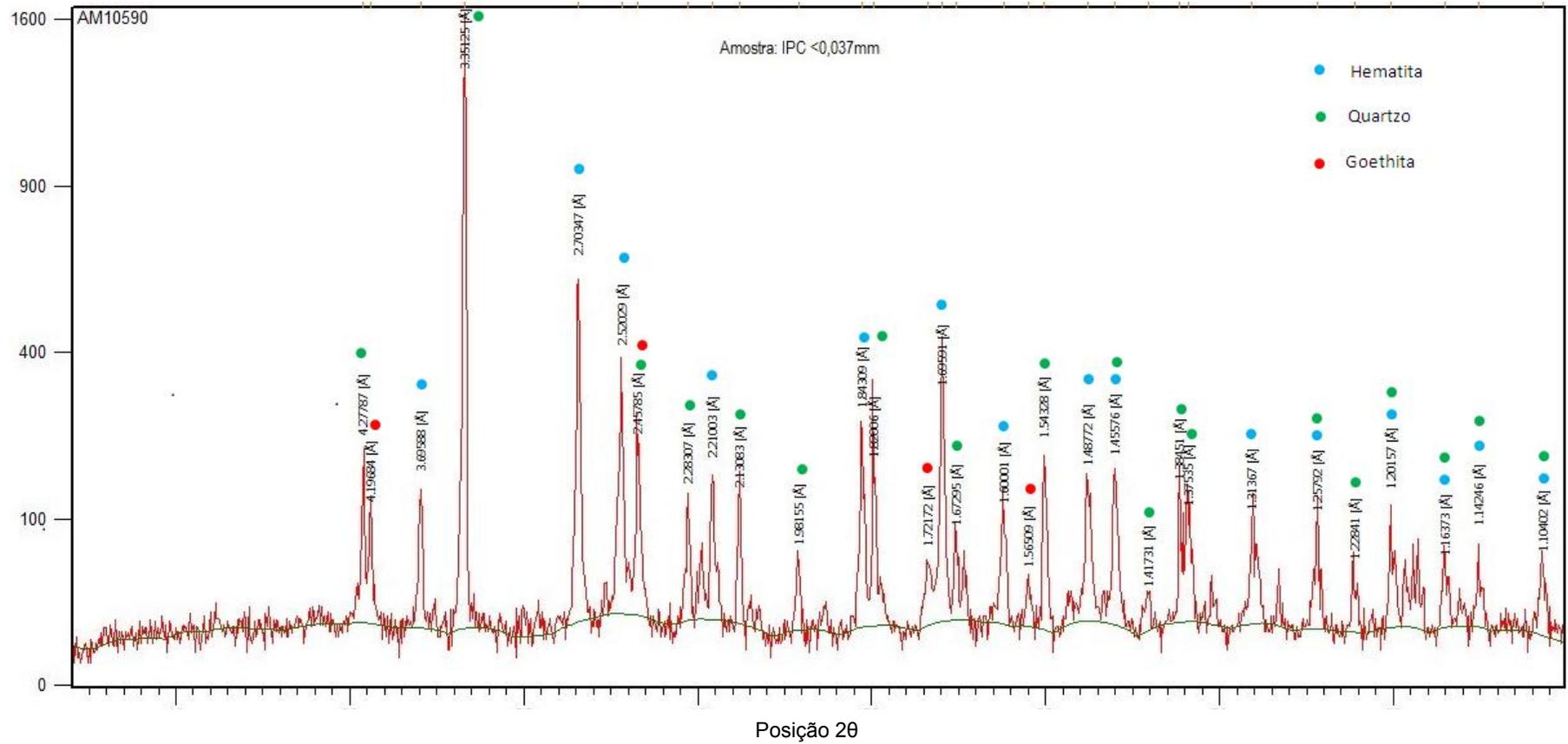


Figura 5.3 -Difratograma obtido pela análise da amostra global do Itabirito Pobre Compacto.

5.2 Testes de Flotação

Para avaliação dos testes de flotação foram consideradas as diferenças na seletividade (IS), eficiência de separação (ES), Recuperação mássica (RM) e recuperação metalúrgica (RMet.) e o percentual de ferro no rejeito da flotação em função:

- do coletor utilizado e sua dosagem;
- de diferentes faixas de pH;
- da mistura de coletor + espumante utilizada.

Foram avaliados também o percentual de distribuição de SiO₂ no rejeito e o percentual de distribuição de ferro no concentrado ao final dos testes.

As definições dos parâmetros de avaliação IS, ES, RM e RMet. encontram-se no Anexo 05.

Os principais reagentes utilizados no teste de flotação em bancada são descritos na Tabela V.2.

Tabela V.2 - Descrição dos principais reagentes utilizados

Reagente	Classe	Fornecedor	Composição	Especificações		Tipo
Flotigam EDA3	Éteramina	Clariant	Alquileteramina parcialmente neutralizada com ácido acético. Derivado de amina graxo	Grau de neutralização	29,6%	Coletor
				Densidade	0,9 g/cm ³	
				Solubilidade em água	solúvel	
Tomah DA-14	Éteramina	Tomah/ Air products	Éterdiamina	Grau de neutralização	30,0%	Coletor
				Densidade	0,87%	
				Solubilidade em água	solúvel	
Montanol 800	Álcool alifático	Clariant	Misturas de álcoois alifáticos, éster e éter	Densidade	0,89 g/cm ³	Espumante
				Solubilidade em água	3g/l (parcialmente solúvel)	

Fonte: www.clariant.com. Acessado em 04/09/2010

Fonte: www.airproducts.com. Acessado em 04/09/2010.

Os testes de flotação em bancada foram realizados da seguinte forma:

- na primeira etapa do estudo foram testadas dois tipos de amina (éter monoamina Flotigam EDA 3 e eterdiamina Tomah DA-14), variando-se a dosagem do coletor e o pH;
 - na segunda etapa do estudo, o coletor Flotigam EDA3 foi parcialmente substituído pelo espumante Montanol 800. Foram testados três percentuais de substituição.
- Os resultados completos dos testes de flotação podem ser vistos nos Anexos 02, 03 e 04.

Definiu-se como critério de aprovação do teste o valor máximo de 1,80% de SiO₂ no concentrado da flotação.

5.2.1 – Primeira etapa dos testes de flotação – Avaliação dos testes utilizando o coletor Flotigam EDA3

Na figura 5.4 são exibidos os resultados de SiO₂ obtidos para o concentrado dos testes de flotação utilizando a amina Flotigam EDA3, durante a 1ª etapa dos testes.

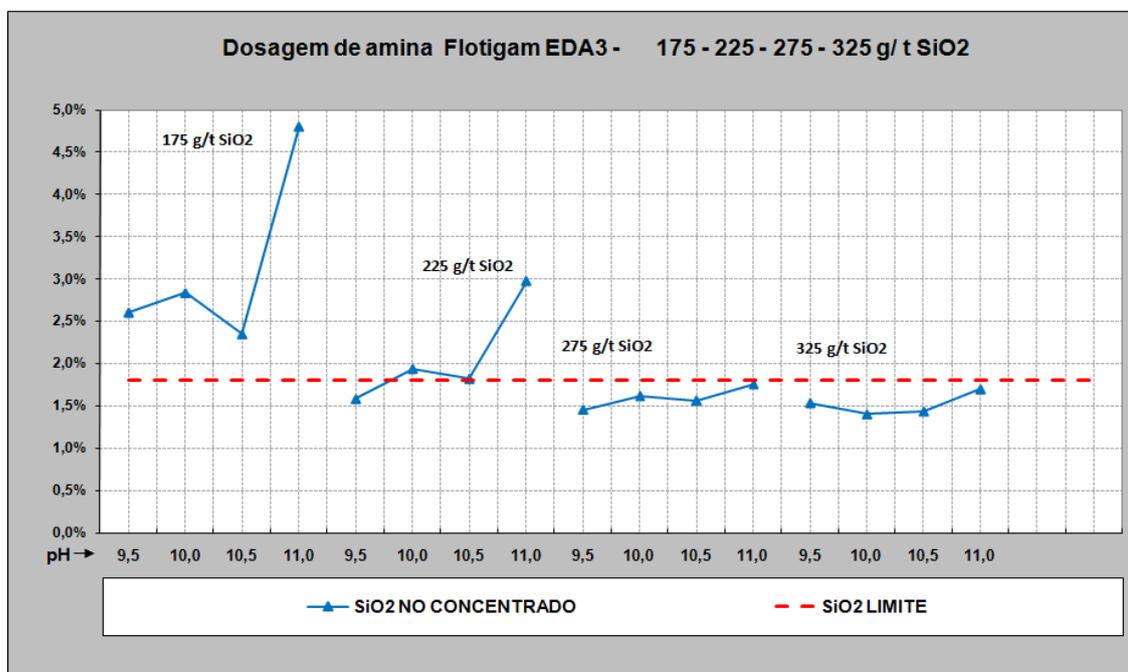


Figura 5.4 - percentual de SiO₂ no concentrado dos testes de flotação utilizando amina Flotigam EDA3, para diferentes valores de pH.

Pelos resultados apresentados observa-se que somente os testes com as dosagens de amina de 275 e 325 g/t SiO₂ apresentaram resultados satisfatórios, ou seja, com SiO₂ no concentrado menor que 1,80%. Como este critério foi considerado eliminatório, os demais parâmetros de avaliação (Índice de Seletividade, Eficiência de Separação, RM, RMet e percentual de ferro no rejeito) só serão avaliados para estas dosagens de amina. Desta forma, os testes com dosagem de amina de 175 e 225 g/t de SiO₂ foram reprovados e assim, não serão mais mencionados.

Nas figuras 5.5 e 5.6 são apresentadas respectivamente a eficiência de separação e o índice de Seletividade das duas dosagens de coletor para as quais obteve-se percentual de SiO₂ no concentrado da flotação menor que 1,80.

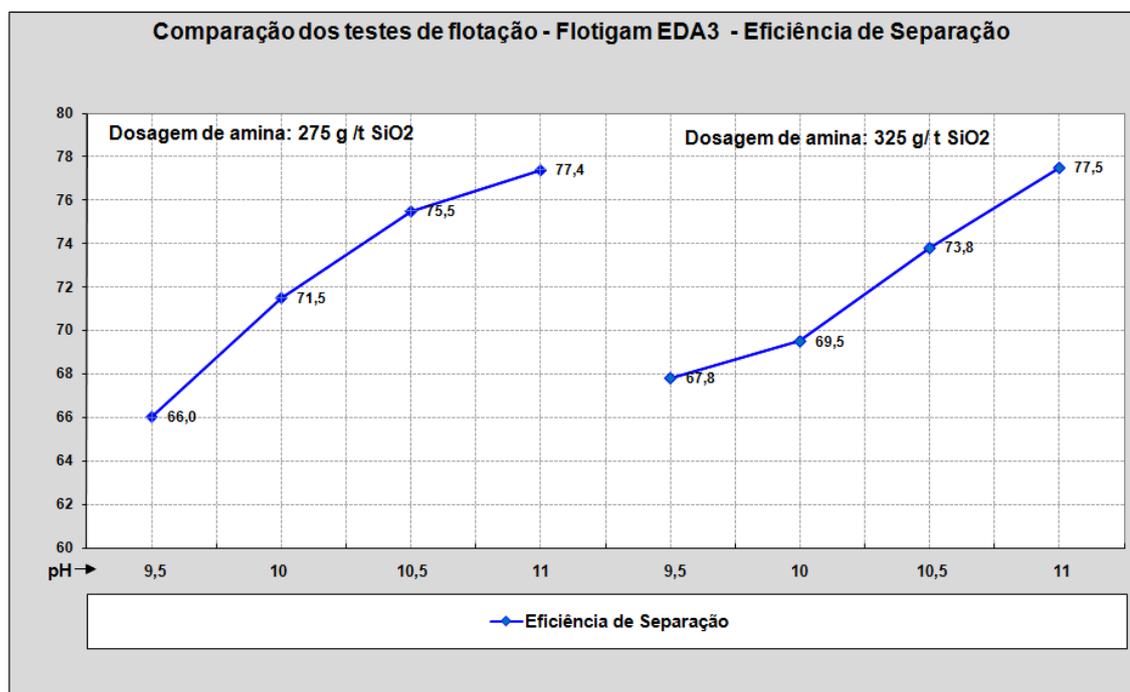


Figura 5.5 – Eficiência de separação obtida no teste utilizando amina Flotigam EDA3, em diferentes valores de pH.

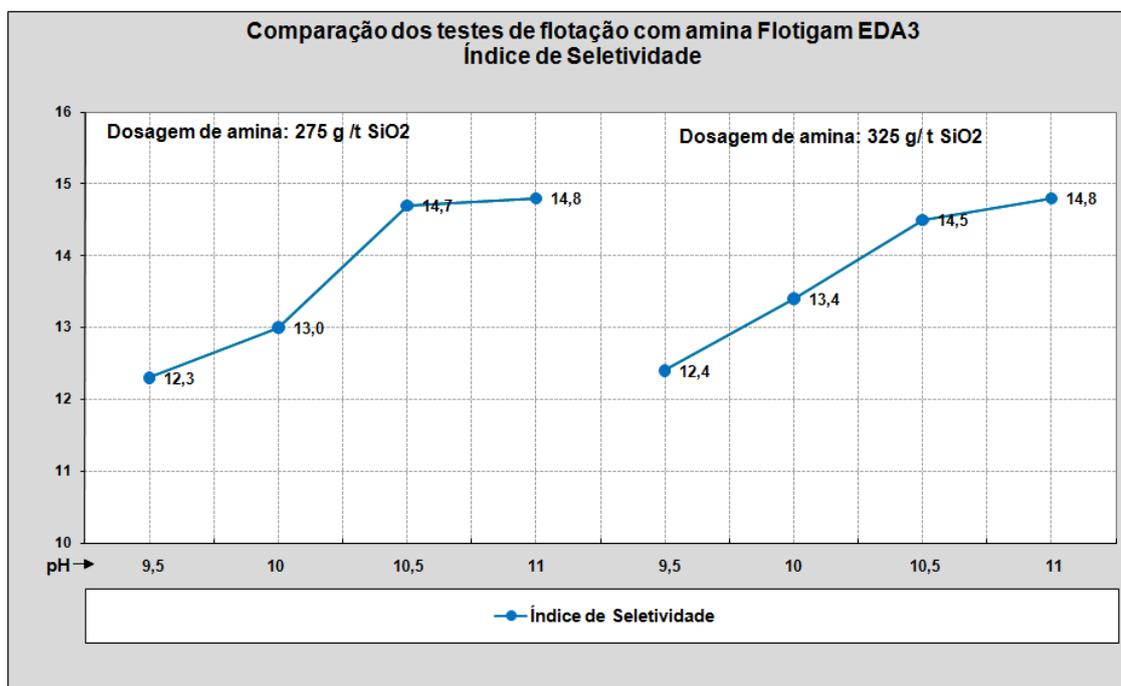


Figura 5.6 – Índice de Seletividade obtido no teste utilizando amina Flotigam EDA3, em diferentes valores de pH.

Pela observação dos gráficos verifica-se que tanto a ES quanto o IS crescem à medida que o pH aumenta de 9,5 até 11.

Os melhores resultados para as duas dosagens ocorrem em pH 11. A ES para a dosagem de 275 g/t SiO₂ em pH 10 e 10,5 é maior que a ES na dosagem de 325 g/t SiO₂ para os mesmos valores de pH. Isto é vantajoso considerando o alcance de melhor resultado com menor consumo de reagentes.

Com relação ao IS os valores alcançados são próximos e praticamente independentes da dosagem do coletor.

Na figura 5.7 é representado o percentual de ferro no rejeito dos testes. Os melhores resultados novamente apontam a dosagem de 275 g/t SiO₂ com pH 11.

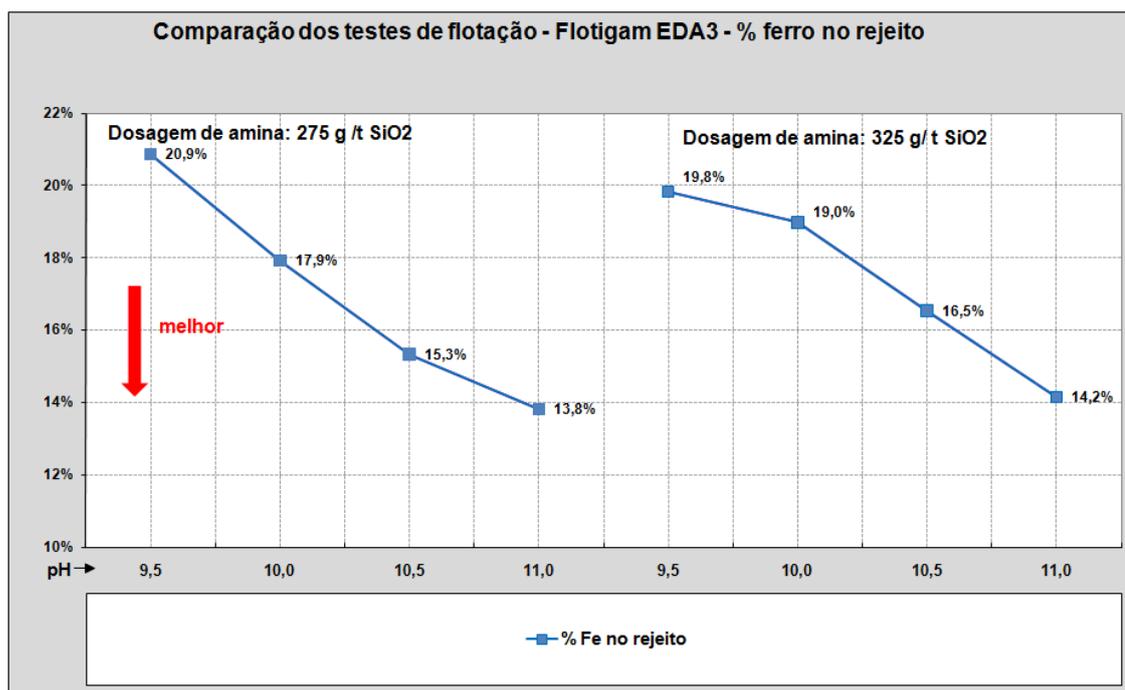


Figura 5.7 – percentual ferro no rejeito obtido no teste de flotação utilizando amina Flotigam EDA3, em diferentes valores de pH.

Pela observação do gráfico mostrado na figura 5.7 verifica-se que a avaliação do teor de ferro no rejeito mostra melhores resultados com o uso da dosagem de 275g/t SiO₂.

Na figura 5.8 estão representadas as Recuperações mássicas e metálicas dos testes da 1ª etapa utilizando a amina Flotigam EDA3.

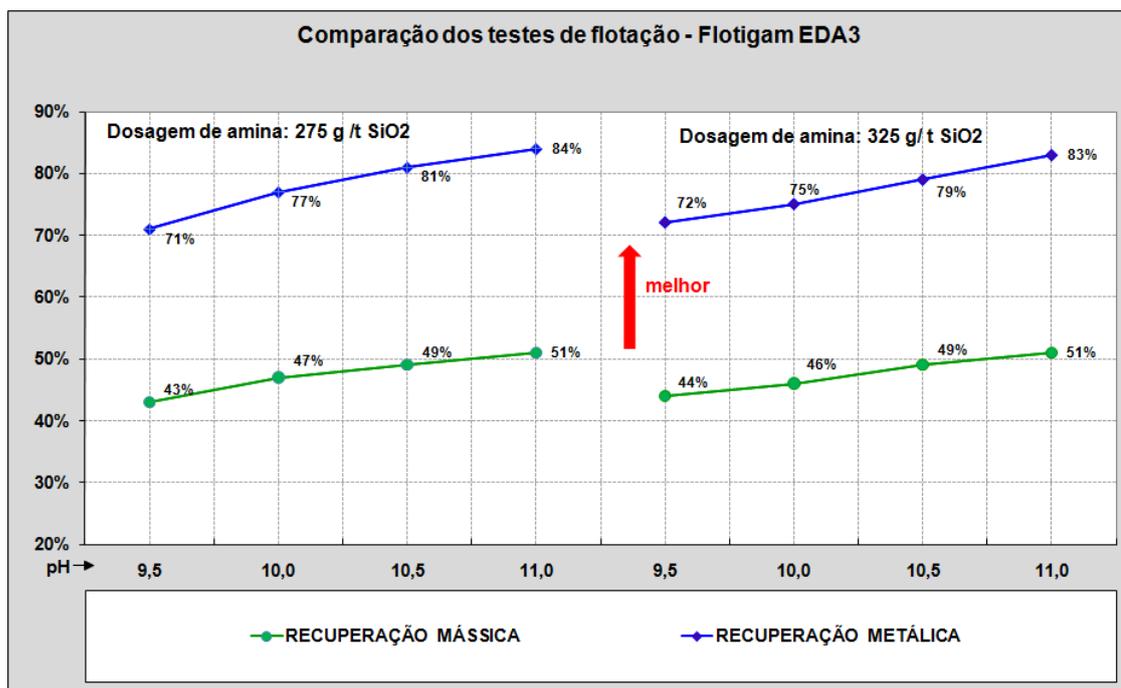


Figura 5.8 - Recuperações mássicas e metalúrgicas dos testes da 1ª etapa utilizando a amina Flotigam EDA3.

Pelo gráfico mostrado na figura 5.8 observa-se que os resultados de recuperação metálica e mássica são similares para as duas dosagens de coletor testadas. Desta forma, novamente consideramos a dosagem de 275g/t SiO₂ como melhor parâmetro uma vez que representa menor consumo de reagentes, atingindo resultado similar ao atingido com dosagem superior de coletor.

Pela avaliação de todos os parâmetros apresentados para o coletor Flotigam EDA3: percentual de SiO₂ no concentrado, percentual de ferro no rejeito, ES, IS, RM e RMet conclui-se que a melhor condição para o minério estudado é a dosagem de amina de 275g/t SiO₂ em pH 11.

5.2.2 – 1ª etapa dos testes de flotação - Avaliação dos testes utilizando o coletor Tomah DA-14

Na figura 5.9 são exibidos os resultados de SiO_2 obtidos no concentrado dos testes de flotação utilizando o coletor Tomah DA-14.

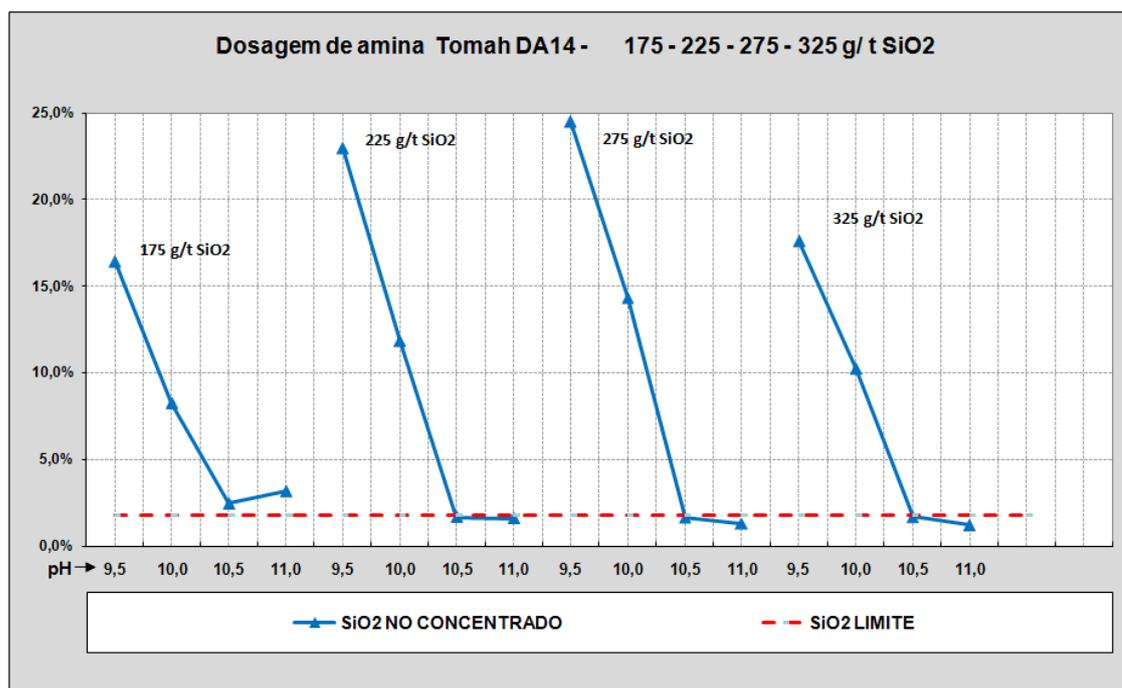


Figura 5.9 - percentual de SiO_2 no concentrado dos testes de flotação utilizando amina Tomah DA 14, para diferentes valores de pH.

Os testes utilizando a diamina Tomah DA-14 apresentaram resultados de SiO_2 no concentrado menores que 1,8% para os pHs 10,5 e 11. Para faixas de pH ligeiramente menores, o percentual SiO_2 no concentrado ficou extremamente elevado. Desta forma, deve-se tomar muito cuidado com o uso deste tipo de coletor devido à alta sensibilidade dos resultados à pequena variação no pH.

Trabalhando-se com pH 11, o uso desta diamina possibilita a obtenção de concentrados com teores de SiO_2 mais baixos do que os obtidos com uso da monoamina o que é favorável à obtenção de *pellet feed* de redução direta (percentual de SiO_2 de 1,29 e 1,21 para 275 e 325 g/tSiO₂ a pH11 respectivamente).

Na figura 5.10 são apresentadas comparações entre as Eficiências de separação em diferentes faixas de pH para a amina Flotigam EDA3 e Tomah DA-14.

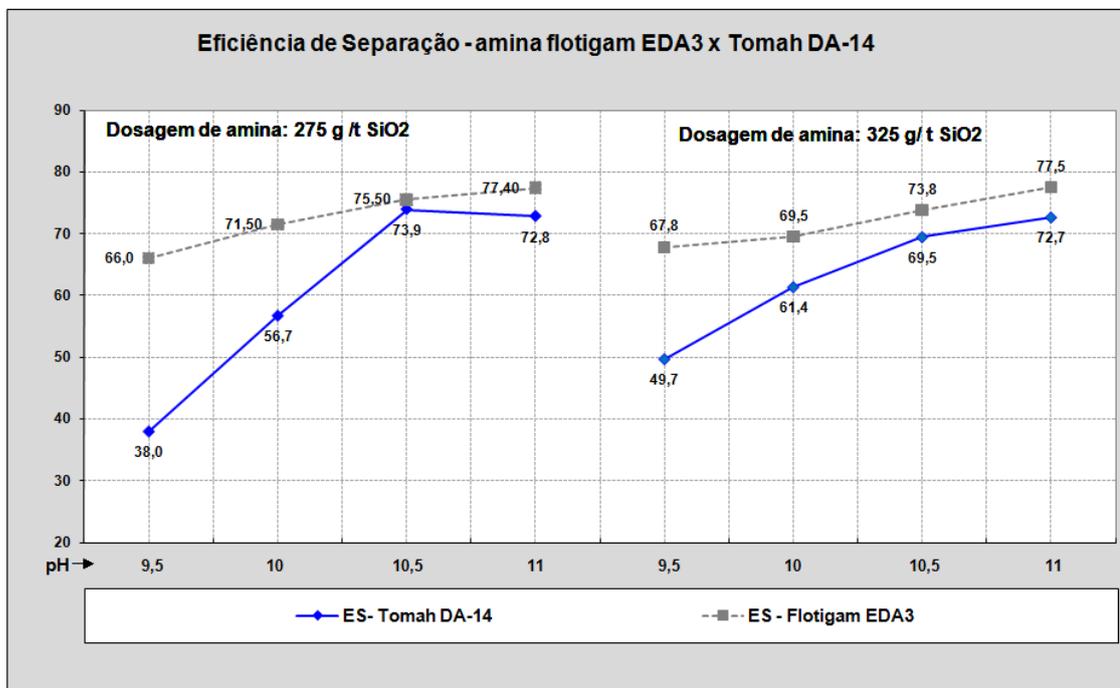


Figura 5.10 - Eficiência de separação (ES) em diferentes pHs para a amina Flotigam EDA 3 e Tomah DA-14.

Como esperado, os resultados exibidos na figura 5.10 mostram que em toda faixa de pH a ES é maior para a monoamina do que para a diamina devido ao seu menor poder de coleta.

Na figura 5.11 é representado o percentual de ferro no rejeito dos testes.

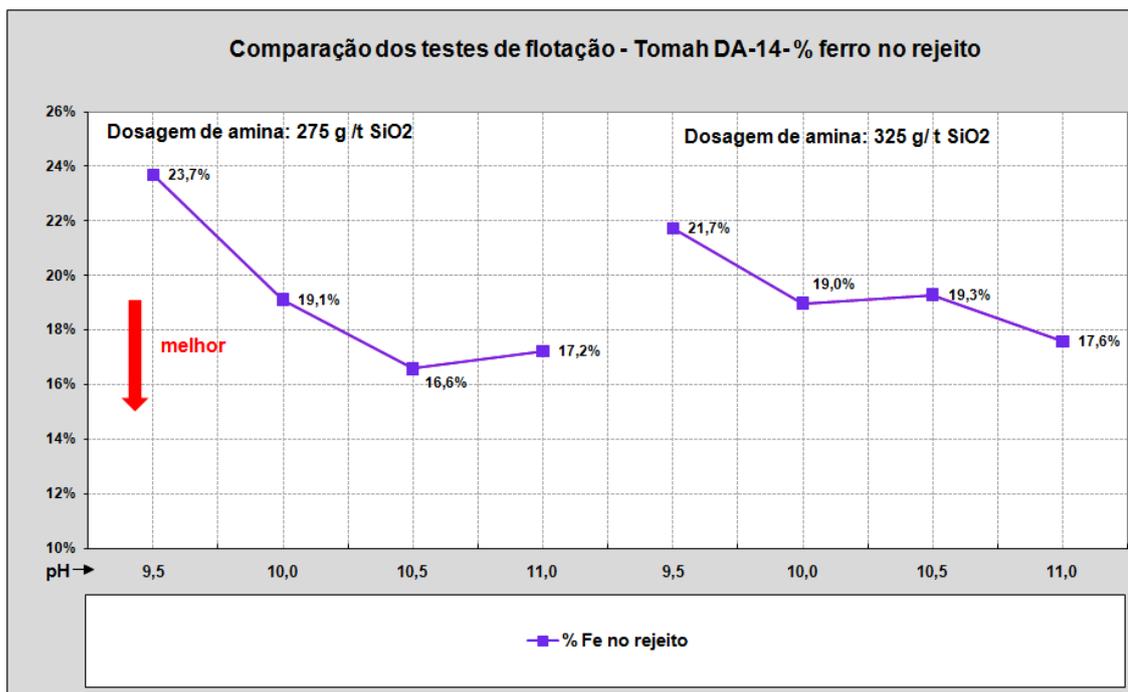


Figura 5.11 - Percentual de ferro no rejeito da flotação com uso do coletor Tomah DA-14.

O melhor resultado alcançado ocorreu para dosagem de 275g/t SiO₂ em pH 10,5. Uma possível explicação seria a coexistência de amina iônica e molecular 50%/50% neste pH.

Na figura 5.12 é exibido gráfico apresentando as recuperações mássicas e metálicas dos testes com o coletor Tomah DA-14.

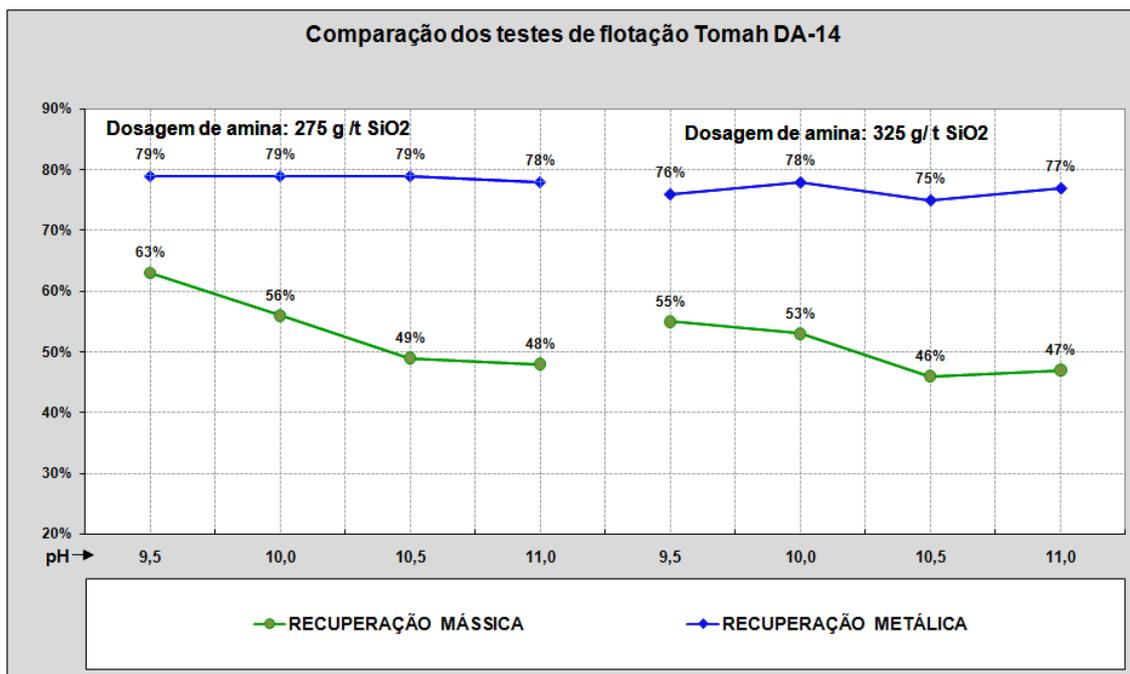


Figura 5.12 - Recuperações mássicas e metálicas dos testes com o coletor Tomah DA-14.

Pela avaliação dos resultados mostrados na figura 5.12 conclui-se que os melhores resultados apontam pH 10,5 e 11 e dosagem de coletor de 275g/t SiO₂.

Lembrando que os altos valores de recuperação mássica para as faixas de pH 9,5 e 10 estão associados a altos teores de SiO₂ no concentrado, como já anteriormente mostrado na figura 5.9.

Na figura 5.13 é apresentado comparativo do percentual de distribuição de ferro no concentrado versus percentual de distribuição de SiO₂ no rejeito da flotação para os dois tipos de coletores testados.

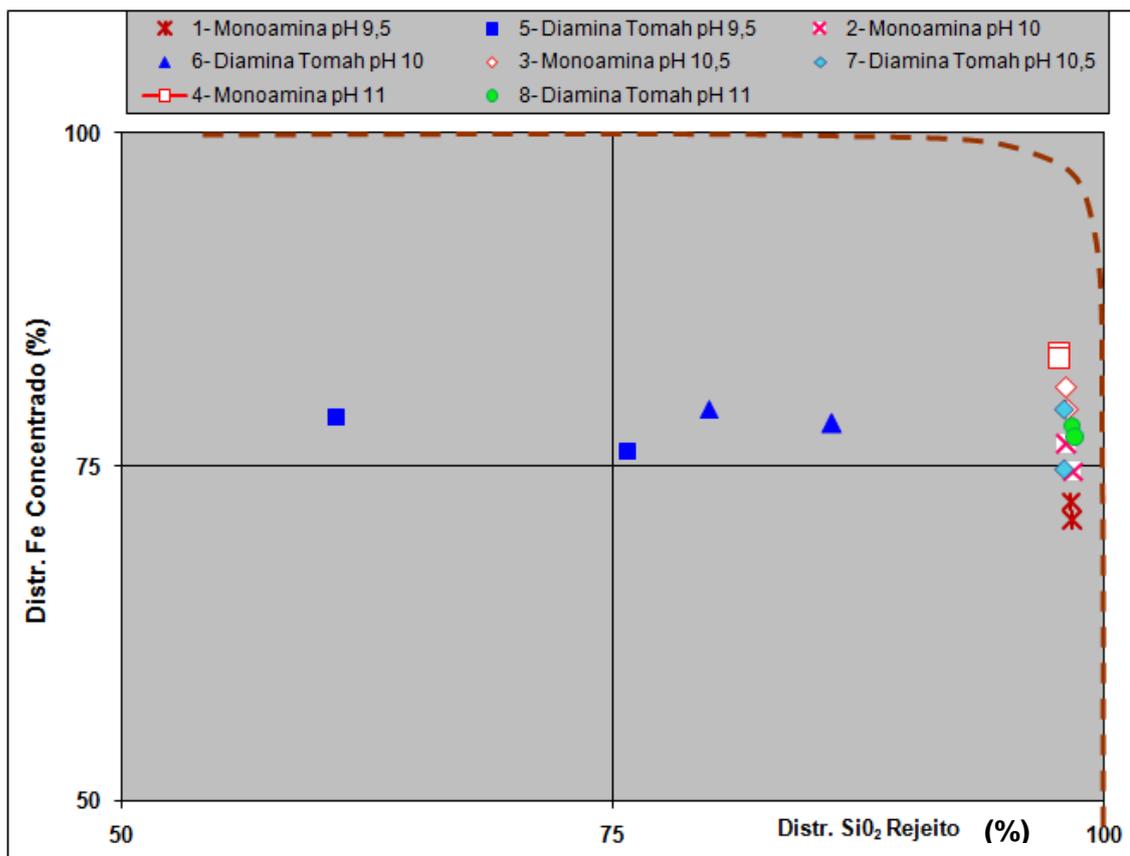


Figura 5.13 – Percentual de distribuição de ferro no concentrado versus percentual de distribuição de SiO₂ no rejeito da flotação para os dois tipos de coletores testados.

Na figura 5.14 é mostrada ampliação do quadrante superior direito do gráfico da figura 5.13.

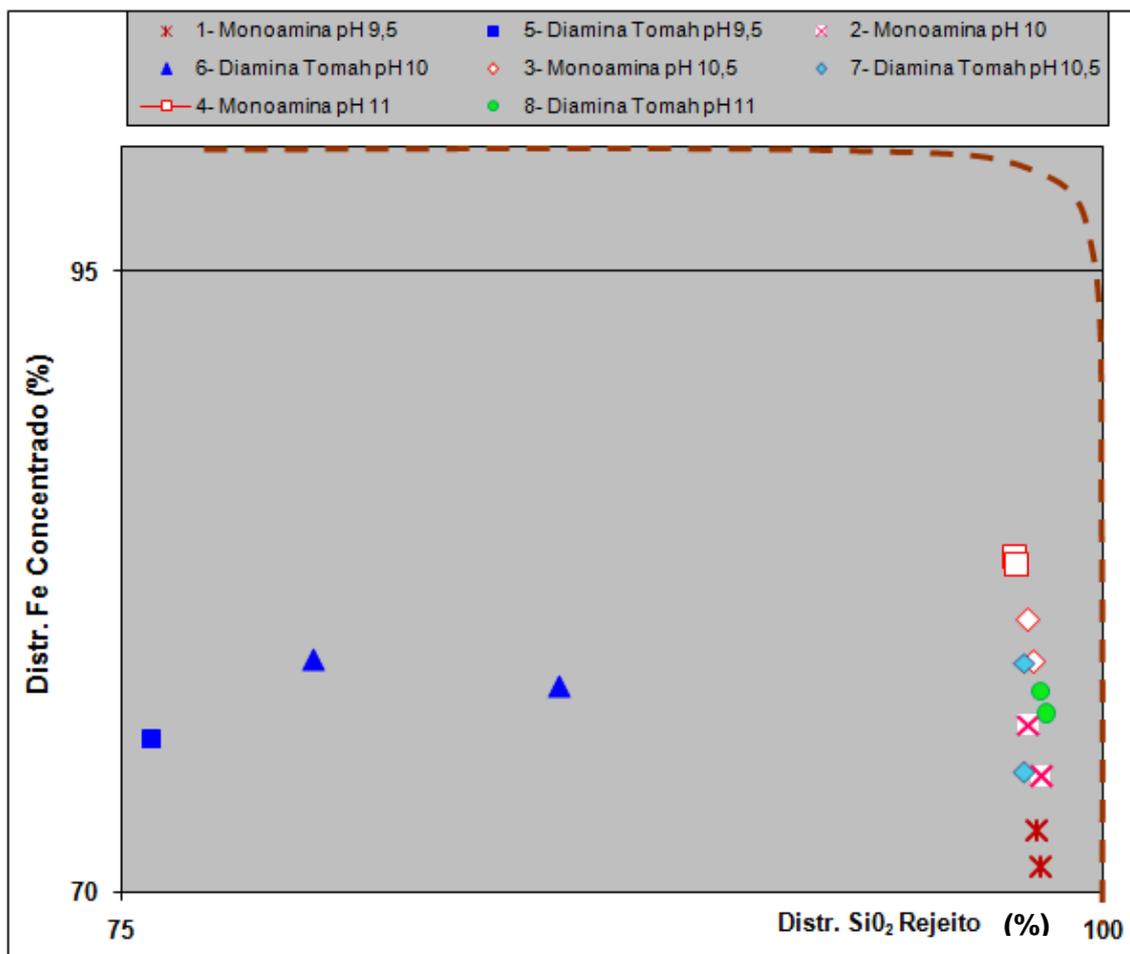


Figura 5. 14 - Ampliação do quadrante superior direito do gráfico da figura 5.13.

O gráfico mostra que a melhor distribuição ocorre para o coletor Flotigam EDA3 a pH 10,5 e 11.

O coletor Tomah DA-14 não mostrou bons resultados na avaliação destes parâmetros já que apresentou valores bem menores de percentual de distribuição de SiO₂ no rejeito quando comparado com a monoamina.

5.2.3 - 2ª etapa dos testes de flotação - substituição parcial do coletor pelo espumante Montanol 800

Na 2ª etapa do estudo o coletor foi parcialmente substituído por espumante. O objetivo desta substituição seria a obtenção de resultados similares ou melhores que obtidos com o uso do coletor isoladamente proporcionando redução de custos com consumo de reagentes.

Foram realizados testes com 3 percentuais de substituição: 15%, 20% e 30% de substituição do coletor pelo espumante Montanol 800.

Os resultados completos estão no Anexo 04. Na figura 5.15 são apresentados graficamente os resultados.

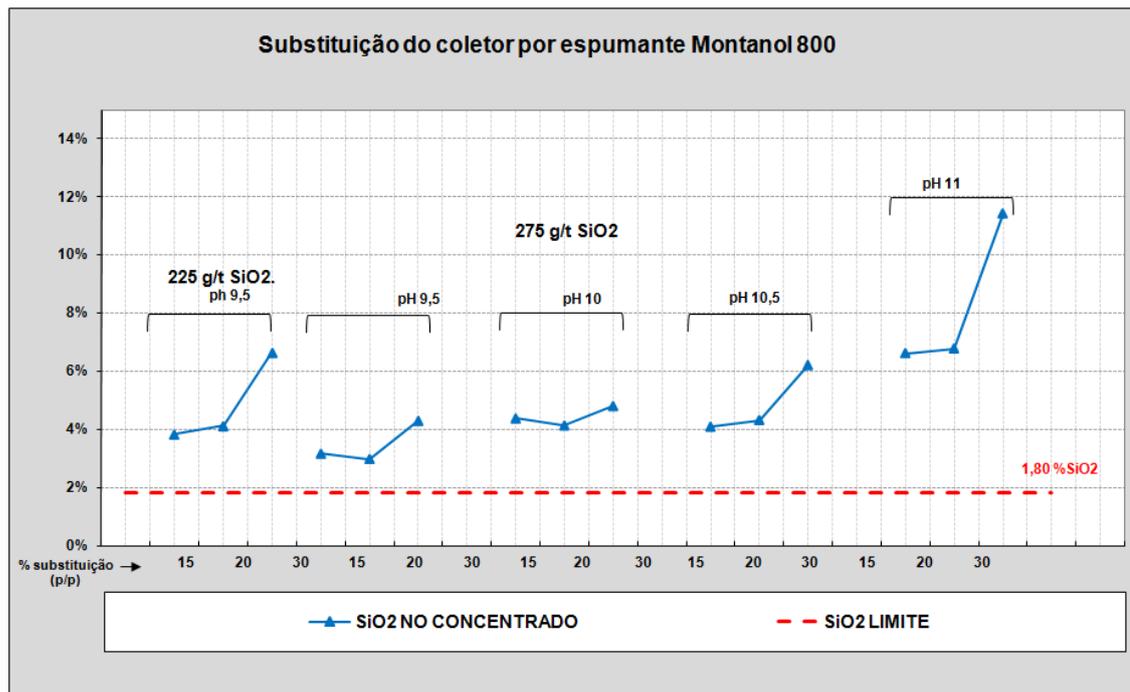


Figura 5.15 – percentual de SiO₂ no concentrado – teste de substituição de coletor por espumante Montanol 800.

Em todos os testes, o percentual de SiO₂ no concentrado ficou acima do estabelecido como critério de aprovação. No entanto a substituição na faixa de 15% a 20% para pH 9,5 mostra potencial para otimização dos resultados e está em concordância com os resultados obtidos por Silva (SILVA, 2004). Atribui-se os melhores resultados em pH 9,5 ao fato de neste pH a espuma ser um fator primordial tendo em vista que a porcentagem de espécie molecular neste pH para a dissociação de uma éteramina é muito pequena. Para a dodecilamina pura em pH 9, a porcentagem de espécies moleculares é de cerca de 1% (VIANA, 2006).

6 CONCLUSÕES

- Os resultados obtidos mostram que é possível obter *pellet feed* com especificação adequada ao mercado a partir da moagem e flotação do Itabirito pobre compacto. Para obtenção de *pellet feed* de alto forno, os melhores parâmetros encontrados foram coletor monoamina com dosagem de 275 g/t SiO₂ em pH 11.
- Foi possível atingir especificação de *pellet feed* para redução direta utilizando éterdiamina como coletor, usando as dosagens de coletor de 275 e 325 g/t SiO₂ em pH 11.
- Apesar de para o minério estudado, a mistura de surfatantes não ter mostrado ganhos em relação ao seu uso individual, a substituição da monoamina na faixa de 15 a 20% em pH 9,5 mostra potencial para otimização dos resultados com a utilização de diferentes tipos de espumantes.

7 RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

- O presente trabalho contribuiu para garantir a possibilidade de aproveitamento do Itabirito Pobre Compacto da Mina Casa de Pedra, viabilizando-o como minério, aumentando assim as reservas da Companhia Siderúrgica Nacional.
- Além de aumento da reserva, sua utilização irá reduzir significativamente custos e área necessários à disposição de rejeitos, reduzindo impactos ambientais.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Os testes mostraram a obtenção de baixos teores de SiO₂ no concentrado e baixos teores de ferro no rejeito da flotação, apenas com estágios correspondentes às etapas *rougher* e *cleaner*. Sugere-se incluir outras etapas de concentração para maximizar os índices de recuperação mássica e metálica.
- Devido aos resultados obtidos com a mistura de reagentes em pH 9,5 terem mostrado obtenção de teores de SiO₂ próximos à especificação de *pellet feed* para alto forno recomenda-se a realização de estudos com diferentes tipos de espumante.
- Testar outras variáveis comuns aos processos de flotação tais como percentual de sólidos, tempo de condicionamento dos reagentes e velocidade de agitação.
- Testar mistura de monoamina + diamina + espumante.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALKMIN, F.F; TRZASKOS, B.; ZAVAGLIA, G. 1999. **Geologia estrutural, mineralogia e texturas dos minérios de ferro da Mina de Casa de Pedra – CSN: Resultados Preliminares**. Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro. 1999.

ARAUJO, A.C. Peres, A.E.C., VIANA, P.R.M. Flotation Machines in Brazil - Columns x Mechanical Cells. **Proceedings Centenary of Flotation Symposium: Centenary of Flotation Symposium**, Brisbane, p 187-192, 2004.

ARAUJO, A.C. Peres, A.E.C., VIANA, P.R.M. Reagents in iron ores flotation. **Minerals Engineering** 18 (2005) 219–224. 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRAS DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT – NBR/ ISO 3082/ 2011 - **Minérios de ferro - Procedimentos de amostragem e preparação de amostras**.

CHAVES, A.P *et al.* **Teoria e prática do tratamento de minérios – flotação**: o estado da arte no Brasil. Coleção teoria e prática do tratamento de minérios; v.4. 2 ed. São Paulo: Signus Editora, 2009.

COELHO, E. M.; A.E.C.; ARAUJO, A.C. Flotação, Espessamento, Filtragem e Floculação Seletiva. In memorian: Paulo Abib Andery. **Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia**. Recife, 1980. Cap 3, p. 205-286.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS- CPRM, 2010. **Disponível em:** <<http://www.cprm.gov.br/>> Acesso em: 10 de nov. de 2010.

Companhia Siderúrgica Nacional. **Relatório interno GDSV-03-2009** - Síntese da mineralogia de Casa de Pedra. Congonhas. CSN, 2009. 30 p.

DORR, J. V. N., **Physiographic, stratigraphic and structural development of the Quadrilátero Ferrífero**, Minas Gerais, Brazil. USGS, Prof Paper 614-A, Washington, DC, 110p, 1969.

DORR, J. V. N. **Supergene iron ores of Minas gerais, Brazil**. *Economic Geology*, 1964.54: 1204-1240.

FERNANDES, E. Z. **Aplicação da Caracterização Tipológica ao Planejamento Lava de Minério de Ferro**. Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003. 183p.

FUERSTENAU, M.C, MILLER, J. D., KUHN, M. C. **Chemistry of Flotation**. New York: Published by Society of Mining Engineers. 1985.

HANUMANTHA RAO, K. **Mixed collector systems in flotation**. K. Hanumantha Rao, K.S.E. Forssberg. *Division of Mineral Processing, Luleå University of Technology, S-971 87 Luleå, Sweden*. Accepted 14 April 1997

JAMES, H. L., **Sedimentary facies of iron-formations**. *Econ. Geol.* 49, p. 235-293, 1954.

LEJA, J. Flotation Surfactants. In: **Surface Chemistry of Froth Flotation**. 2nd Printing. New York and London: Plenum Press, 1983. Chapter 5, p. 279-294.

LEJA, J. **Interactions Among Surfactants**. *Mineral Processing and Extractive Review*, 1989, Vol. 5, 1-24p.

MAGRIOTIS, Rísia Salgado. **Efeito do tipo de amina na flotação catiônica reversa de um minério itabirítico**. Dissertação de mestrado Curso de Pós graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Belo Horizonte: UFMG, 1995.

MILLER, **Advances in Flotation Technology**. Edited by B.K Parekh and J.D. Miller. 1999.

MONTE, B.M.; OLIVEIRA, J.F. – **Flotation of syvite with dodecylamine and effect of added long chain alcohols** . *Minerals Engineering* 17 (2004), pags. 425- 430.

NEDER e LEAL FILHO (2006). **O uso de aminas graxas e seus derivados na flotação de minérios brasileiros**. *Holos*, Ano 22, maio 2006.

PERES, A.E.C.; **Processamento Mineral – Métodos de Concentração**. In: ABM. Minério de ferro: processos de obtenção e sua utilização na Siderurgia. Belo Horizonte, 2003. Cap. 6, pags 196-251.

PERES, A.E.C. Flotação. **Apostila do curso de pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas**. Belo Horizonte-MG: Escola de Engenharia da UFMG, 2001. 303p.

RENGER, Friedrich E. et. al. **Evolução sedimentar do supergrupo Minas: 500 MA. de registro geológico no Quadrilátero Ferrífero**, Minas Gerais, Brasil. Friedrich. GEONOMOS, 2 (1): 1-11. 2002.

ROSIÈRE, C.A. et al. **Microstructures, textures and deformation mechanisms in hematite**. *Journal of Structural Geology*, Amsterdam, volume 23, n. 9, p. 1429-1440, set. 2001.

ROSIÈRE, C.A. & JUNIOR, F.C. **Itabiritos e os minérios de ferro de alto teor do Quadrilátero Ferrífero: visão geral e discussão**. Belo Horizonte, 2001. 37 p.

SANTOS, D. F. **Flotação de anfibólios com amina primária e sais quaternários de amônio**. Dissertação de Mestrado. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas Belo Horizonte: UFMG, 2011.

SCAMEHORN, J.F., 1986. **An overview of phenomena involving surfactant mixtures**. In: Scamehorn, J.F. (Ed.), Phenomena in Mixed Surfactant Systems. **ACS Symposium Series 311**, Am. Chem. Soc., Washington, DC, pp. 1-27.

SILVA, Ronney Rogério Rodrigues. **Sistemas de Reagentes Surfataentes na Flotação Catiônica Reversa de Minérios de Ferro**. Dissertação de Mestrado. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Belo Horizonte: UFMG, 2004.

TRZASKOS-LIPSKI. **Relatório interno CSN: síntese da mineralogia Casa da Mina Casa de Pedra, Congonhas, CSN**, 2001.

VALADÃO, G.E.S; ARAUJO, A.C. **Introdução ao tratamento de minérios**. Belo Horizonte: UFMG, 2007. 234 p.

VIANA, P. R. M. **Flotação de Espodumênio, Microclina, Muscovita e Quartzo com Coletores Aniônicos, Catiônicos, Anfotéricos e Mistura de Coletores**. Tese Doutorado em Engenharia de Minas. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2006.

WILLS, B.A. **Mineral Processing Technology**. Edited by Tim-Napier Munn. 7a edition. 2006. 444p.

10 ANEXOS

ANEXO 01 – PROCEDIMENTO DE DESLAMAGEM E FLOTAÇÃO

1. Procedimento de Deslamagem

Realizar a deslamagem em dois estágios.

1º estágio:

- em um balde (transparente e graduado) trabalhar com a polpa com aproximadamente 20% de sólidos. Usar aproximadamente 2000g em 8 litros de água.

Utilizar um agitador mecânico para formação da polpa, regulando o pH em 10,5 com NaOH a 5% (se necessário, corrigir com o ácido acético a 5%). Acertado o pH, deixar em repouso por 2 minutos, sifonando o sobrenadante até a interface com o sólido.

2º estágio:

Manter o *underflow* do 1º estágio no balde e adicionar o mesmo volume de água anterior, repetindo o procedimento acima, coletando o *overflow* deste estágio no mesmo recipiente do *overflow* do 1º estágio.

- *overflow*: filtrar, secar, desagregar e retirar uma alíquota para análise química global.
- *Underflow*: filtrar em filtro à pressão, não secando a amostra, arquivando-a para posterior teste de flotação.

2. Preparação do Minério para Flotação

Homogeneizar o minério deslamado (*underflow* da deslamagem) e quartear a amostra. Retirar uma alíquota, pesar e colocar para secar em estufa a 150°C. Após a secagem, retirar o material da estufa e pesar, calculando a umidade segundo a equação:

$$Umidade = \frac{\text{peso úmido} - \text{peso seco}}{\text{peso úmido}}$$

Obter a massa de minério seco a ser utilizada no ensaio.

Homogeneizar e quartear a amostra até obter a massa calculada acima em base seca (usar aproximadamente 700 a 800g), dependendo da disponibilidade de amostra que determinará qual tamanho de cuba usar na célula de flotação.

3. Procedimento para o ensaio de Flotação

- Adicionar a massa de minério calculada na cuba de flotação adequada / compatível com a massa disponível;
- Adicionar à cuba um volume de água pré-calculado para obter uma polpa com aproximadamente 60% de sólidos; a água utilizada deve ser a preparada em pH 10,7;
- Ligar a máquina de flotação com agitação constante de acordo com a cuba utilizada (1200rpm - cuba pequena), mantendo a válvula de ar da célula na posição fechada;
- Adicionar volume da solução de amido, calculado de acordo com o percentual de ferro da alimentação), monitorando o pH da polpa. Tempo de condicionamento : 5 minutos;
- Regular o pH da polpa com a solução de NaOH a 5% (se necessário, corrigir com o ácido acético a 5%);
- Adicionar volume da solução de amina, calculado de acordo com o percentual de sílica na alimentação. Tempo para condicionamento da amina: 1:45 minutos;
- Após o tempo de condicionamento da amina, estando a polpa com cerca de 40% de sólidos, abrir gradativamente a válvula de ar da célula de flotação para iniciar a flotação da sílica;
- Coletar suavemente a espuma utilizando duas pás de acrílico, mantendo o movimento das pás o mais constante possível;
- Repôr o volume de polpa na cuba, adicionando a água de reposição, com pH utilizado na flotação, para manter o mesmo nível de espuma;
- Coletar em bandeja adequada a espuma por 6 minutos, repetindo o procedimento anterior quantas vezes for necessário;
- Fechar a válvula de ar e encerrar o ensaio de flotação;
- Preparação dos produtos, concentrado e rejeito: filtrar, secar e pesar, preparando as alíquotas para análise química.

