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

Tese de Doutorado

Interação entre Surfatantes na Flotação de Minérios de Ferro

Autor: Ronney Rogério Rodrigues Silva Orientador: Armando Corrêa de Araujo Fevereiro/2008

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

Ronney Rogério Rodrigues Silva

INTERAÇÃO ENTRE SURFATANTES NA FLOTAÇÃO DE MINÉRIOS DE FERRO

Tese de Doutorado Apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Tecnologia Mineral Orientador: Prof. Armando Corrêa de Araujo

> Belo Horizonte Escola de Engenharia da UFMG 2008

À minha esposa, Lilian, e ao meu filho Rafael.

AGRADECIMENTOS:

O autor agradece a todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram na preparação deste trabalho e, em particular: aos profissionais da MBR/CVRD que colaboraram e participaram com muito empenho deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Armando Corrêa de Araujo, um agradecimento especial pela oportunidade de realizar este trabalho sob sua orientação, bem como a total liberdade que tive para executá-lo e pela grande ajuda na orientação.

Agradeço à Universidade Federal de Minas Gerais pela oportunidade.

Aos membros da banca de defesa da tese, agradeço antecipadamente pela participação.

Agradeço a minha família (minha esposa e meu filho) e aos meus Pais e irmã.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	(
2. OBJETIVOS	(
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	(
3.1 Aminas	(
3.2 Mecanismos de Adsorção dos Coletores]
3.3 Espumantes]
3.3.1 Composição e Estrutura dos Espumantes]
3.3.2 Mecanismos de Ação do Espumante]
3.3.3 Espumas	[
3.3.4 Estruturas das Espumas	.]
3.3.4.1 "Foam"	
3.3.4.2 "Froths"	
3.3.5 Espumas no Processo de Flotação	
3.3.6 Métodos para Análise de Espumantes	
3.4 Interação entre Coletores e Espumantes	
3.5 Estudos de Penetração da Monocamada – Interface Líquido/Ar	2
3.6 Interações Entre Coletor e Espumante na Interface Sólido/Líquido	
4. METODOLOGIA	4
4.1 Desenvolvimento Experimental	·
4.2 Seleção e Obtenção da Amostra	4
4.2.1 Amostra da 1 ^a , 2 ^a e 3 ^a fases	4
4.2.1.1 Planta Piloto - Britagem Primária	
4.2.1.2 Planta Piloto - Circuito de Finos	
4.2.1.3 Preparação da Amostra	
4.2.2 Amostra Obtida para os Testes da 4ª fase – Laboratório	
4.2.3 Amostra Obtida para os Testes da 4ª fase – Planta Piloto	
4.3 Reagentes Utilizados	:
4.4 Procedimentos dos Testes Realizados	
4.4.1 Procedimento de Determinação de Densidade	
4.4.2 Procedimento de Determinação da Área Superficial por Unidade de Ma	issa
(Índice de Blaine)	·

4.4.3 Procedimento de Deslamagem em Bancada	59
4.4.4 Procedimento de Flotação em Bancada	60
4.4.5 Peneiramento	60
4.4.6 Análise Química	60
4.4.7 Microscopia	60
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
5.1 Primeira fase - Consolidação e Utilização dos Testes de Mestrado como Base	
de Dados	62
5.1.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada	62
5.1.2 Testes em Bancada com Espumantes	65
5.2 Segunda fase - Estudo de Novos Espumantes	69
5.2.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada	69
5.2.2 Testes em Bancada com Espumantes	69
5.3 Terceira fase - Estudos de Novas Variáveis	76
5.3.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada	76
5.3.2 Testes em Bancada	76
5.4 Quarta fase - Estudos de Aplicação Industrial para a Instalação de Tratamentos	
de Minérios de Vargem Grande (ITMVGR)	91
5.4.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada	91
5.4.2 Amostra Utilizada nos Testes Piloto	92
5.4.3 Testes em Bancada	93
5.4.4 Testes em Escala Piloto	100
5.4.5 Testes Industriais	109
5.4.5.1 Primeira Etapa	10
5.4.5.2 Segunda Etapa	114
5.4.5.3 Análise Final dos Resultados	122
6. CONCLUSÕES	12:
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	12
8- DADOS BIOGRÁFICOS DO AUTOR:	134
9- ANEXO 01	13
10- ANEXO 02	13

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Amina (Nomenclatura: nome do radical AMINA)
Figura 3.2 – Características de solução de dodecilamina, 5x10 ⁻⁵ M
Figura 3.3 – Diagrama de equilíbrio – DCA
Figura 3.4 – Mobilidade eletroforética x pH
Figura 3.5 – Tensão superficial versus concentração Figura 3.6 – a) Estrutura da espuma ocorrendo durante a formação e drenagem da
espuma em uma coluna. b) Bordas de Plateau, pressão capilar provoca sucção do
líquido dentro das bordas
Figura 3.7 – Influência da molhabilidade na estabilidade do filme e como a
espessura do filme se aproxima ao tamanho da partícula. a) Partículas hidrofóbicas
causando um bloqueio do líquido causando uma ruptura do filme na interface l/s
como indicado pelas setas. b) Partículas hidrofílicas permitem a retenção do líquido
dentro do filme retardando a ruptura
Figura 3.8 – Efeito de partículas hidrofóbicas na estabilidade das bolhas. a)
mineralização pobre nas bolhas. b) Alta mineralização das bolhas. c) Efeito de
partículas placoides
Figura 3.9 – Diferentes ações de estabilização de moléculas de espumantes (a) e
partículas sólidas (b)
Figura 3.10 – Estrutura típica de uma espuma de três fases
Figura 3.11 – Efeito de partículas hidrofóbicas sobre a diferença de pressão no
filme da espuma e nas bordas de Plateau
Figura 3.12 – Avaliação do valores de CCC para o MIBC, (PO)1 e (PO)2
Figura 3.13 - Avaliação do valores de CCC para os Dowfroths
Figura 3.14 – Relação entre IEE e CCC
Figura 3.15 – Área versus fração molar – (Leja, 1989)
Figura 3.16 – Tensão superficial versus concentração – (KEX) etil xantato potássio
e (C ₁₆ TAB) brometo de cetiltrimetilamônio - Leja (1989)
Figura 3.17 – CMC versus concentração do álcool – (Leja, 1989)
Figura 3.18 – Flotação da Albita com aminas C_{12} e C_{16} em função da
concentração em pH natural 6-7, Vidyadhar et at. (2002)

Figura 3.19 – Efeito da cadeia na mistura álcool-amina na flotação da albita em pH 6-7,
Vidyadhar et al. (2002)
Figura 3.20 – Interação entre amina – água – álcool
Figura 3.21 – Representação da adsorção 2D-3D
Figura 3.22 - Mecanismo de adesão da bolha – A bolha aproxima-se da superfície
do sólido coberta de coletor – camadas difusas de moléculas associadas e não
associadas apresentam-se na interface e na solução
Figura 3.23 - Mecanismo de adesão da bolha – A aderência de uma bolha de ar se
estabelece através da penetração da monocamada na interface sólido/Líquido pela
monocamada na interface Líquido/Ar
Figura 3.24 - Recuperação de partículas grossas (+35 mesh) ■, e todo o carvão em
função do tipo de espumante \bigcirc . Números em () indicam a seletividade do carvão
em relação as cinzas
Figura 3.25 - A influência da estrutura do espumante em função do tamanho das
partículas para um minério de cobre (cobre-molibdênio porfirítico)
Figura 4.1 Circuito de grossos da Planta Piloto da MBR
Figura 4.2 Circuito de Finos da Planta Piloto da MBR
Figura 5.1 – Distribuição dos elementos
Figura 5.2 – Microscópio ótico aumento de 50x
Figura 5.3 – Microscópio ótico aumento de 100x
Figura 5.4 – Eficiência de separação – sem espumante
Figura 5.5 – Índice de seletividade – sem espumante
Figura 5.6 – Recuperação Mássica – sem espumante
Figura 5.7 – Recuperação do Fe – sem espumante
Figura 5.8 – Percentagem de Fe no Rejeito – sem espumante
Figura 5.9 – Teor de SiO ₂ no concentrado – sem espumante
Figura 5.10 – Eficiência de separação – sem espumante nova curva
Figura 5.11 – Índice de seletividade – sem espumante nova curva
Figura 5.12 – Recuperação Mássica – sem espumante nova curva
Figura 5.13 – Recuperação do Fe – sem espumante nova curva
Figura 5.14 – Percentagem de Fe no Rejeito – sem espumante nova curva
Figura $5.15 -$ Teor de SiO ₂ no concentrado – sem espumante nova curva

Figura 5.16 – Eficiência de separação	- 71
Figura 5.17 – Índice de seletividade	- 71
Figura 5.18 – Recuperação Mássica	72
Figura 5.19 – Recuperação do Fe	72
Figura 5.20 – Percentagem de Fe no rejeito	72
Figura 5.21 – Teor de SiO ₂ no concentrado	- 73
Figura 5.22 – Recuperação de Fe versus teor de SiO ₂ no concentrado	- 75
Figura 5.23 – Eficiência de separação – Diferentes aminas	76
Figura 5.24 – Índice de seletividade – Diferentes aminas	- 77
Figura 5.25 – Recuperação Mássica – Diferentes aminas	- 77
Figura 5.26 – Recuperação Metálica – Diferentes aminas	- 77
Figura 5.27 – % Fe no rejeito – Diferentes aminas	- 78
Figura 5.28 – Teor de SiO ₂ no concentrado – Diferentes aminas	- 78
Figura 5.29 – Eficiência de separação – Variação do pH	- 79
Figura 5.30 – Índice de seletividade – Variação do pH	- 80
Figura 5.31 – Recuperação mássica – Variação do pH	- 80
Figura 5.32 – Recuperação de Fe – Variação do pH	- 80
Figura 5.33 - %Fe no rejeito – Variação do pH	- 81
Figura 5.34 – Teor de SiO ₂ no concentrado	- 81
Figura 5.35 – Eficiência de separação – Forma de preparação da solução	- 83
Figura 5.36 – Índice de seletividade – Forma de preparação da solução	83
Figura 5.37 – Recuperação mássica – Forma de preparação da solução	- 83
Figura 5.38 – Recuperação metálica – Forma de preparação da solução	- 84
Figura 5.39 - % Fe no rejeito – Forma de preparação da solução	- 84
Figura 5.40 – Teor de SiO ₂ no concentrado – Forma de preparação da solução	- 85
Figura 5.41 – Eficiência de separação – Variação da temperatura	- 86
Figura 5.42 – Índice de seletividade – Variação da temperatura	- 86
Figura 5.43 – Recuperação mássica – Variação da temperatura	- 87
Figura 5.44 – Recuperação metálica – Variação da temperatura	87
Figura 5.45 - % Fe no rejeito – Variação da temperatura	- 87
Figura 5.46 – Teor de SiO ₂ no concentrado – Variação da temperatura	- 88
Figura 5.47 – Eficiência de separação – Mistura "in natura"	- 89

Figura 5.48 – Índice de seletividade – Mistura "in natura"	89
Figura 5.49 – Recuperação mássica - Mistura "in natura"	89
Figura 5.50 – Recuperação metálica - Mistura "in natura"	90
Figura 5.51 - % Fe no rejeito - Mistura "in natura"	90
Figura 5.52 – Teor de SiO ₂ no concentrado - Mistura "in natura"	90
Figura 5.53 – Eficiência de separação – Vargem Grande	94
Figura 5.54 – Índice de seletividade – Vargem Grande	94
Figura 5.55– Recuperação Mássica – Vargem Grande	95
Figura 5.56 – Recuperação metálica – Vargem Grande	95
Figura 5.57 – Percentagem de Fe no rejeito – Vargem Grande	96
Figura 5.58 – Teor de SiO ₂ no concentrado – Vargem Grande	96
Figura 5.59 – Eficiência de separação – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol	
800	98
Figura 5.60 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol 800-	98
Figura 5.61 – Recuperação mássica – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol 800-	99
Figura 5.62 – Recuperação metálica – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol 800	99
Figura 5.63 – %Fe no rejeito – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol 800	100
Figura 5.64 – Eficiência de separação – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60	100
Figura 5.65 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60	101
Figura 5.66 – Recuperação mássica – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60	101
Figura 5.67 – Recuperação metálica – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60	102
Figura 5.68 – %Fe no rejeito – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60	102
Figura 5.69 – Eficiência de separação – Vargem Grande – Efeito pH -Benewet685P	103
Figura 5.70 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Benewet 685P	103
Figura 5.71 – Recupeação mássica – Vargem Grande – Efeito pH – Benewet 685P	104
Figura 5.72 – Recuperação metálica – Vargem Grande – Efeito pH – Benewet 685P	104
Figura 5.73– %Fe no rejeito – Vargem Grande – Efeito pH – Benewet 685P	105
Figura 5.74 – Recuperação mássica, metálica, deleção da SiO_2 e deleção da Al_2O_3 –	
planta piloto	107
Figura 5.75 – Eficiência de separação e Índice de seletividade – planta piloto	107
Figura 5.76 - %Fe no rejeito – planta piloto	108
Figura 5.77 – ReSiO ₂ x RFe – planta piloto	108

Figura 5.78 – teor de SiO ₂ no concentrado versus teor de SiO ₂ na alimentação –
ITMVGR
Figura 5.79 – Recuperação metálica versus SiO ₂ na alimentação – ITMVGR
Figura 5.80 – Recuperação metálica versus SiO ₂ no concentrado
Figura 5.81 – Eficiência de separação versus coeficiente de separação – ITMVGR
Figura 5.82 – Deleção de SiO ₂ versus Recuperação metálica – ITMVGR
Figura 5.83 – Teor de SiO ₂ da alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)
Figura 5.84 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)
Figura 5.85 – Teor de SiO ₂ no concentrado versus teor de SiO ₂ na alimentação –
ITMVGR 2 ^a etapa
Figura 5.86 – Recuperação metálica versus SiO2 na alimentação – ITMVGR 2ª
etapa
Figura 5.87 – Recuperação metálica versus SiO2 no concentrado - ITMVGR 2ª
etapa
Figura 5.88 – Eficiência de separação versus coeficiente de separação – ITMVGR
2ª etapa
Figura 5.89 – Deleção de SiO ₂ versus Recuperação metálica – ITMVGR 2ª etapa
Figura 5.90 – Teor de SiO ₂ da alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)
Figura 5.91 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)
Figura 5.92 – Teor de SiO ₂ da alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)
Figura 5.93 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)
Figura 5.94 – Teor de SiO ₂ da alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)
Figura 5.95 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)
Figura 5.96 – Possibilidade de ganhos na ITMVGR

LISTA DE TABELAS

Tabela IV.1 - Programação dos testes de flotação – nova curva	43
Tabela IV.2 - Programação dos testes de flotação – novos espumantes	44
Tabela IV.3 - Programação dos testes de flotação – concentração da solução e	
soluções conjuntas ou separadas	45
Tabela IV.4 - Programação dos testes de flotação – variação do pH	45
Tabela IV.5 - Programação dos testes de flotação – diferentes tipos de amina	46
Tabela IV.6 - Programação dos testes de flotação – influência da temperatura	46
Tabela IV.7 - Programação dos testes de flotação – Mistura dos reagentes "in	
natura"	46
Tabela IV.8 - Programação dos testes de flotação – Laboratório VGR	47
Tabela IV.9 - Programação dos testes de flotação – Planta Piloto VGR	48
Tabela IV.10 – Reagentes utilizados (a)	54
Tabela IV.11 – Reagentes utilizados (b)	55
Tabela IV.12 – Reagentes utilizados (c)	56
Tabela IV.13 – Reagentes utilizados (d)	57
Tabela V.1 – Distribuição granulométrica e teores dos principais elementos	63
Tabela V.2 – Distribuição granulométrica e análise química por faixa	91
Tabela V.3 – Teste de deslamagem VGR	92
Tabela V.4 – Análise química planta piloto VGR	93
Tabela V.5 – Teores da Planta Piloto Alimentação, Concentrado e Rejeito	106
Tabela V.6 - Parâmetros de avaliação	106
Tabela V.7 – Média dos resultados do período Abril-Maio ITMVGR	112
Tabela V.8 – Média dos parâmetros de avaliação da flotação-Abril-Maio ITMVGR	112
Tabela V.9 – Média dos dados – ITMVGR 2ª etapa	116
Tabela V.10 – Média dos dados com alteração da SiO ₂ da alimentação dos testes	
sem espumante – ITMVGR 2ª etapa	119
Tabela V.11 – Média dos dados com alteração da SiO_2 do concentrado dos testes	
com espumante – ITMVGR 2ª etapa	119
Tabela V.12 – Possibilidades de ganhos na ITMVGR	123

LISTA DE ABREVIATURAS

ES	Eficiência de separação
IS	Índice de seletividade
ITM	Instalação de tratamento de minérios
LO	Lump Ore
PFF	Pellet Feed Fines
PIC	Pico (MINA DO PICO – MBR)
RFe	Recuperação de Fe
RM	Recuperação Mássica
ROM	Run of Mine
SAP	Sapecado (MINA DO SAPECADO – MBR)
SF	Sinter Feed
TAM	Tamanduá (MINA DO TAMANDUÁ – MBR)
TCLD	Transportador de correia de longa distância
VGR	Vargem Grande

RESUMO

Ainda existe considerável espaço para pesquisas envolvendo o emprego conjunto de espumantes e aminas na flotação reversa de minério de ferro. A utilização de espumantes nesta aplicação é pouco explorada uma vez que o coletor utilizado (eteraminas) exerce a função de coletor e também a função de espumante em pH usualmente aplicado.

Estudos recentes mostraram que existe uma interação entre o coletor (eteraminas) e os espumantes, interação esta que pode ser benéfica à flotação ou prejudicial dependendo do tipo de espumante utilizado.

Os estudos realizados no sentido de entender melhor as variáveis que afetam essa interação foram feitos em laboratório, planta piloto e industrialmente. Os reagentes empregados incluíram vários tipos de coletores, mas principalmente um coletor catiônico da classe dos acetatos de alquil aminas e vários tipos de surfatantes (na sua maioria da classe dos espumantes) que foram dosados em diversas proporções juntamente com a eteramina alcóxi-propanoamina ou eteramina.

Quanto ao tipo de espumante pode-se concluir que os espumantes que se destacaram mais foram o C8 (álcool), M9837 (álcool C4-C18, aldeídos e ésteres) e 01 DU133 (informação não disponível) que apresentaram recuperações metálicas altas com boa seletividade, com o destaque maior para o M9837 (álcool C4-C18, aldeídos e ésteres) que apresentou as maiores recuperações. Os espumantes C8C10 (álcool), BD 029/05 (a base de alquil fenol etoxilado) e M537 (informação não disponível) mostraram maior seletividade, podendo-se destacar os espumantes C8C10 (álcool) e BD 029/05 (a base de alquil fenol etoxilado) que apresentaram os melhores resultados.

A compatibilidade entre as estruturas dos surfatantes (coletor e espumante) mostrou-se mais uma vez de suma importância para o bom desempenho da flotação, uma vez que apresentaram os melhores resultados os surfatantes que têm sua estrutura molecular compatível com a da amina testada.

O tipo de coletor também parece influenciar bastante no desempenho final, ou seja, a estrutura e o grau de neutralização parecem ter uma influência significativa na interação da amina com espumante. Os testes com diamina mostraram uma interação muito significativa com o MONTANOL 800.

Quanto ao pH, os melhores resultados foram com os valores de pH mais altos, ou seja, entre pH 10,5 e 11,0.

É importante destacar também que os resultados dos testes com espumante em pH 8,5 apresentaram-se melhores do que os sem espumante neste mesmo pH, entretanto com resultados piores se comparados com os testes em pH 10,5.

Com relação à concentração da solução e a preparação da solução, verifica-se que concentrações mais diluídas apresentam resultados melhores. As soluções de coletores e espumantes feitas conjuntamente, ou seja, em uma única solução apresentam resultados melhores.

Quanto a variação de temperatura na preparação de soluções dos surfatantes, verificouse que em temperaturas mais altas os testes apresentam recuperações maiores e em temperaturas mais baixas eles são mais seletivos.

A aplicação industrial na instalação de tratamentos de minérios de VGR mostra-se plenamente viável e de fácil implementação.

ABSTRACT

There is considerable room for the development of joint application of frothers and amine on iron ore reverse cationic flotation. The use of the frothers in this application is few explored, because in pH usually applicable the collector does the function of collector and frother.

Recent studies have shown that an interaction between the collector and the frothers exists. Such an interaction can be good or synergic for the flotation or it can be hinder flotation performance, depending upon the frother utilized.

Studies performed with intention of best evaluating the variables that affect this interaction were performed at laboratory, pilot and industrial scales. The reagents used were several types of collector, where the main one was a cationic collector of the class of acetate of alkyl amines and several types of frothers that were added in several proportions to the collector.

With relation of the type of frother, it can be concluded that the best reagents of this class were C8 (alcohol), M9837 (alcoholC4-18, aldehydes, esters) and 01 DU133 (information not available) that had presented high metallic recoveries with good selectivity, with the prominence biggest for the M9837 that presented the biggest recoveries. The frothers C8C10 (alcohol), 029/05 BD (based on alky phenol etoxylate) and M537 (information not available) had shown the best selectivity, however the frothers C8C10 (alcohol) and BD 029/05 (based on alky phenol etoxylate) obtained the best overall results.

The compatibility between the structures of the surfactants (collector and frother) showed, one more time, its importance for good flotation performance. Best surfactants were represented by those that have compatible molecular structure with the tested amine.

The type of collector also seems to influence significantly in the final performance; the structure and the degree of neutralization seem to have an important influence in the interaction of amine with frother. The tests with diamine clearly had shown a significant interaction with MONTANOL 800.

With regard to pH, the best performance took place at higher values, that is, between pH the 10.5 and 11.0.

It is also important to state that the results of the tests with frother at pH 8 were better when compared with tests without frother at this same pH, notwithstanding with worse results in comparison with the tests at pH10.5.

With regard to the solution concentration and the solution preparation, it was verified that diluted concentrations presented the best results. The solutions of frother and collectors prepared jointly outperformed all other tests.

Regarding to variation temperature of surfactant solution preparation it was verified that at higher temperatures, the tests presented higher recoveries and at lower temperatures, they are more selective.

The industrial application at VGR processing plant reveals the fully feasibility and the ease of application of the conditions tested herein.

1. INTRODUÇÃO

Pouco se sabe ainda sobre a utilização de espumantes na flotação catiônica reversa de minérios de ferro e seus efeitos no sistema de flotação. Sua utilização nesta aplicação é pouco explorada uma vez que o coletor utilizado (eteraminas) exerce, além da função de coletor, também a função de espumante no pH usualmente aplicado.

Estudos recentes mostraram que existe uma interação entre o coletor (eteraminas) e os espumantes, interação esta que pode ser benéfica à flotação ou prejudicial, dependendo do tipo de espumante utilizado.

Os estudos mencionados acima foram realizados na dissertação de mestrado, intitulada "SISTEMAS DE REAGENTES SURFATANTES NA FLOTAÇÃO CATIÔNICA REVERSA DE MINÉRIOS DE FERRO" defendida na UFMG (Silva, R. R. R., 2004), demonstrando diversas oportunidades de estudos a serem ainda exploradas.

Como exemplos podem ser citados estudos com a variação do pH, que parecem ser de grande importância para o melhor conhecimento das interações entre a amina e os surfatantes auxiliares, uma vez que a forma iônica da amina é predominante em valores de pH mais baixos.

A forma de preparação dos reagentes também merece estudo detalhado. A formação de filmes mistos dos dois surfatantes pode levar a alterações ainda não investigadas na cinética do processo de flotação. Assim, preparação de soluções com os dois tipos de reagentes misturados ou mistura de soluções preparadas separadamente com cada reagente de forma isolada podem ser fatores significativos para o emprego de surfatantes na flotação catiônica reversa de minérios de ferro.

Outra oportunidade observada indicou para o estudo de novos espumantes, uma vez que a estrutura molecular destes mostrou ser de grande importância na interação coletorespumante. O tipo de coletor utilizado na interação da amina com espumante, também parecer ser de grande importância.

A aplicação industrial mostra-se com possibilidade de ganhos expressivos, visto que a interação entre o espumante e o coletor melhoraria o desempenho da flotação e ainda haveria uma redução do custo total de reagentes empregados na flotação uma vez que os espumantes utilizados têm preço menor que o coletor.

Em fim, os estudos realizados nesta tese buscam entender em maior profundidade as variáveis de maior influência na interação da amina com surfatantes e tenta mostrar a viabilidade técnica e econômica de uma aplicação industrial, especificamente na instalação de tratamentos de minérios de Vargem Grande.

2. OBJETIVOS

O objetivo desta tese é o estudo das variáveis de maior influência na interação entre surfatantes não-iônicos e coletores do tipo alquil alcóxi-propanoaminas (eteraminas) utilizados na flotação catiônica reversa de minério de ferro, para um minério itabirítico do complexo Pico da MBR (atualmente VALE).

Além disso, este estudo também tem como objetivo comprovar a viabilidade técnica e econômica de uma aplicação industrial, especificamente na instalação de tratamento de minérios de Vargem Grande.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são abordados aspectos relevantes dos reagentes utilizados hoje na flotação catiônica reversa de minérios de ferro e suas interações, bem como os equipamentos industriais e de laboratório relevantes para a flotação.

3.1 Aminas

Na industria mineral Brasileira as aminas, são mais comumente utilizadas na flotação de catiônica reversa de minério de ferro, e também na flotação de Willemita e Calamina (zinco), Pirocloro (nióbio), Calcita (carbonato de cálcio), Magnesita (carbonato de magnésio), Silvita (cloreto de potássio) e Apatita (fosfato). Além do uso consagrado nos minérios mencionados acima, existem estudos a nível mundial para a viabilização de sua utilização para outros minerais tais como: feldspato (albita e ortoclásio), caulinita, pirofilita, wolastonita e carvão (Neder, 2005).

As aminas são compostos orgânicos derivados da amônia (NH₃) Figura 3.1.

NH ₃	RNH ₂	R₂NH	R ₃ N
Amônia	Primária	Secundária	Terciária

Figura 3.1 – Amina (Nomenclatura: nome do radical AMINA)

As aminas são derivadas de álcoois e ácidos graxos. As aminas primárias, secundárias e terciárias são produzidas a partir de hidrogenação catalítica de nitrilas graxas, onde estas reagem com hidrogênio em altas pressões e presença de um catalisador. As diaminas são obtidas a partir das aminas primárias. Os sais de amônios quaternários são obtidos através da reação de uma amina terciária com um haleto de aquil ou aril. As eteraminas são obtidas através de duas reações a primeira é a reação de um álcool graxo com acrilonitrila, posteriormente o produto desta reação será hidrogenado cataliticamente a alta pressão. Finalmente as eterdiaminas. Da mesma forma descrita para a eteramina a

eterdiamina também é formada pela reação com a acrilonitrila e posteriormente hidrogenação (Neder, 2005)

O grau de neutralização das aminas primárias, e também das eteraminas, é variável. Os produtos industriais normalmente são manufaturados com graus de neutralização desde 30 até 70%. A neutralização com ácido acético é a mais comum por razões econômicas, sendo a obtenção de sal tipo cloreto (ou brometo) também viável tecnicamente.

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.

Os reagentes 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.

Exemplos de aminas:

1 - Acetato de alquil alcóxi propanoamina (eteramina)
 [R-O-(CH₂)₃-NH₃]⁺ CH₃COO⁻

O papel do grupo hidrofílico O- $(CH_2)_3$ é aumentar a solubilidade da amina em água.

2 - Diamina R-NH(CH₂)NH₂

Segundo (Viana, 2006) as aminas também 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 3.2.



Figura 3.2 – Características de solução de dodecilamina, $5x10^{-5}M$ – (Leja, 2004)

As reações mostradas a seguir dão um exemplo de ionização de uma dodecilamina (DA) em meio aquoso (1):

$$RNH_2 (aq) + H_2O \leftrightarrow RNH_3^+ + OH^-$$
(3.1)

$$Kb = [RNH^{3+}] [OH^{-}] \qquad Kb = 4,3 \times 10^{-4} \text{ e } pKb = 3,37 \rightarrow pKa = 10,63 \qquad (3.2)$$
$$[RNH_2 (aq)]$$

Em sistemas saturados tem-se,

$$RNH_2 (s) \leftrightarrow RNH_2 (aq) K = 2.0 \times 10^{-5}$$
(3.3)

Em pH 10,63 tem-se a mesma quantidade de RNH_2 (aq) e RNH^{3+} em solução.

Combinando-se as equações 3.2 e 3.3 se obtém:

$$\log C_{\text{saturação}} = 14 - pKb - pH + \log C_{\text{solubilidade}}$$
(3.4)

Com a equação 3.3 pode-se calcular o pH de precipitação para uma dada concentração de amina em solução ou a concentração de precipitação para um dado valor de pH. Adicionalmente à reação de hidrólise, podem ocorrer associações entre moléculas neutras e íons gerando dímeros e espécies ionomoleculares conforme as reações mostradas a seguir:

$RNH_3^+ \leftrightarrow RNH_2 + H^+$	pKa = 10,63	(3.5)

$2\text{RNH}_{3}^{+} \leftrightarrow (\text{RNH}_{3})_{2}^{2+}$	$pK_{D} = -2,08$	(3.6)
$\mathrm{RNH_3}^+ + \mathrm{RNH_2} \leftrightarrow (\mathrm{RNH_2} \ \mathrm{RNH_3})^+$	$pK_{AD} = -3,12$	(3.7)
RNH_2 (s) $\leftrightarrow RNH_2$ (aq)	$pK_{ps} = 4,69$	(3.8)

A precipitação de uma espécie molecular sob a forma coloidal, quando é excedido o limite de solubilidade de uma amina leva à formação de um sistema coloidal típico, Figura 3.3. O precipitado coloidal obtido no estudo de Laskowski et al, 1986, com uso de cloreto de dodecilamina (DAC), mostrou que sua carga positiva era revertida em valor de pH acima de pH 11, Figura 3.4.



Figura 3.3 – Diagrama de equilíbrio – DCA - (Laskowski et al, 1986)



Figura 3.4 – Mobilidade eletroforética x pH - (Laskowski et al, 1986)

Segundo Neder, 2005 os parâmetros analíticos mais importantes para análise da qualidade da amina e que geralmente fazem parte dos certificados dos fabricantes são:

- Índice de amina;
- Índice de neutralização e de acidez;
- Índice de iodo;
- Ponto de fusão;
- Ponto de turvação;
- Inflamabilidade (flash point).

Índice de amina (IA)

Como as aminas apresentam uma característica básica, o IA (índice de amina) é uma forma de determinar o teor de amina presente em uma certa amostra.

Índice de neutralização (IN) e de acidez (IAc)

As aminas são pouco solúveis em água, razão pela qual elas são comercializadas na forma de sais, assim o IA e IAc são uma forma de determinar o teor de ácido presente na amostra de amina, após sua neutralização. Portanto o IN é expresso pela relação entre o índice de acidez (IAc) e o índice de amina (IA), que indicará a percentagem de neutralização da amostra.

Índice de iodo (IV)

O índice de iodo determina o grau de insaturação da amina, ou seja, quanto maior for o IV maior será o grau de insaturação da cadeia hidrocarbônica do coletor.

Ponto de fusão

É definido como a temperatura na qual um sólido funde. Como os derivados nitrogenados não têm um ponto de fusão definido, devido quase sempre existirem misturas de cadeias hidrocarbônicas diferentes presentes em um mesmo produto, passa a fazer mais sentido o conceito de faixa de fusão, uma vez que cada cadeia hidrocarbônica tem seu ponto de fusão definido.

Ponto de turvação

O ponto de turvação está relacionado com a temperatura na qual o líquido na qual começa a exibir sinais de turvação, ou precipitação visível durante o resfriamento. É obtido através do resfriamento de uma determinada amostra e observando os primeiros sinais de turvação ou precipitação.

Inflamabilidade (flash point).

É definido pela temperatura em que um composto líquido ou sólido volátil desprende vapor em quantidade suficiente para formar uma mistura inflamável com o ar. O conhecimento do "flash point" é acima de tudo uma condição de segurança para quem trabalha com produtos químicos.

3.2 Mecanismos de Adsorção dos Coletores (Coelho, et al., 1980)

Algumas hipóteses têm sido propostas para explicar os mecanismos de adsorção de coletores em superfície de minerais classificados como não sulfetos. Dentre estas merecem destaque as seguintes "teorias":

- teoria da adsorção iônica ou da formação de hemi-micelas;
- teoria da solubilidade;
- teoria da formação de complexos ionomoleculares;

Teoria da adsorção iônica ou da formação de hemi-micelas

Essa teoria, devida a Gaudin e Fuerstenau, admite que os coletores sejam adsorvidos de acordo com dois mecanismos principais:

- a) interação eletrostática de íons coletores e a superfície do mineral de acordo com a teoria da dupla camada elétrica;
- b) associação das cadeias hidrocarbônicas dos íons coletores por forças laterais de Van der Waals, formando hemi-micelas.

Considerando-se que ocorre uma adsorção física não específica a adsorção individual de íons coletores é observada em baixas concentrações. Basicamente ocorre uma simples troca iônica na dupla camada elétrica. Quando a adsorção de íons atinge um valor crítico, CHMC ("Critical hemi-micelle concentration") ocorre a formação de hemimicelas. Para que haja a coletagem é necessária a condição: CHMC<CMC ("Critical Miceller Concentration"). Óxidos e silicatos flutuam bem com coletores catiônicos em pH maior que aquele onde ocorre à reversão do sinal do potencial zeta. Isto significa dizer que o mecanismo é proposto pela teoria da adsorção iônica, pois a atração inicial será entre espécies de cargas de sinais contrários, a superfície do mineral negativa e o íon coletor positivo.

<u>Teoria da solubilidade</u>

Foi sugerida por Taggart e colaboradores, em 1930. Esta teoria assume que a adsorção de coletores nos minerais é devida a ligações químicas que seguem as leis que governam a precipitação de substâncias de baixa solubilidade. A estrutura cristalina, as propriedades elétricas de superfície e os fenômenos de adsorção física são usualmente

desconsiderados por esta teoria. Muitos exemplos mostram uma estreita relação entre a solubilidade dos complexos metal-coletor, a adsorção de coletores e a flotação.

Teoria de formação de complexos ionomoleculares

Admite-se a adsorção de moléculas neutras e íons de um mesmo coletor. Há então uma interação entre as cadeias hidrocarbônicas das moléculas neutras e iônicas na solução (co-adsorção) através de forças de van der Waals, posteriormente ocorre a adsorção na interface sólido-líquido. A formação destes complexos foi considerada como o principal mecanismo responsável pela adsorção de coletores em alguns óxidos e silicatos.

3.3 Espumantes

Agentes espumantes são substâncias que agem como ativadoras de superfície, concentrando-se na interface ar-água, ajudando a manter as bolhas de ar dispersadas e previnindo a sua coalescência. Os agentes espumantes aumentam a estabilidade da flotação em espuma através do decréscimo da energia livre de superfície da bolha. (Schlitt et al, 1992)

3.3.1 Composição e Estrutura dos Espumantes (Wills, 1997)

Os espumantes mais efetivos têm em sua composição um dos seguintes grupos polares:

Hidroxil: OH⁻



Sulfo: —OSO₂ OH ou SO₂ OH

O grupo hidrofóbico consiste em uma cadeia hidrocarbônica ou em um radical de hidrocarboneto cíclico. Os espumantes mais comuns são aqueles que contêm o grupo

OH, que são os óleos de pinho, $C_{10}H_{17}$ OH, cresóis, $CH_3C_6H_4$ OH, e álcoois tais como CH_{11} OH. O grupo OH tem propriedades hidrofílicas fortes e são adsorvidos fracamente nos minerais, produzindo um mínimo de efeito de coleta.

Espumantes devem ser solúveis o suficiente para manter uma distribuição uniforme e boas propriedades de ativação de superfície. A solubilidade varia de 0,001% até 3 a 4%. Como regra geral, a presença de um ou dois grupos polares na molécula dará propriedades melhores à espuma. Um aumento no número de grupos polares com o mesmo radical não beneficia a espuma. A força de um espumante também está ligada a estrutura e o comprimento do grupo não polar. Por exemplo, o CH_3OH não forma espuma, o C_2H_5OH é um espumante fraco enquanto as propriedades espumantes aumentam quando caminhamos do etil para o propil, butil, amil álcoois.

Para ser um espumante efetivo um mínimo de seis átomos de carbono é necessário no grupo não polar. Se o grupo não polar torna-se muito longo o poder espumante diminui devido ao decréscimo da solubilidade. Cetil álcool ($C_{16}H_{33}OH$) não tem poder espumante por causa de sua baixa solubilidade. Introduzindo-se um grupo sulfato na molécula deste álcool faz com que ele se torne solúvel e um bom espumante ($C_{16}H_{33}.SO_4H$). Assim uma combinação de espumantes pode muitas vezes ser melhor do que um espumante individual.

Espumantes com o grupo polar hidroxil (-OH) não tem propriedades de coletor, desta forma se destacam sobre os outros espumantes. Espumantes com o radical carboxílico (COOH) apresentam-se com propriedades de espumante quanto de coletor.

3.3.2 Mecanismos de Ação do Espumante

Segundo Schlitt et al., 1992, quando a superfície de uma partícula mineral torna-se hidrofóbica através da adsorção de um coletor, a estabilidade da agregação de uma partícula na bolha depende da eficiência do espumante. Os espumantes são substâncias orgânicas ativadoras de superfície heteropolar que adsorvem na interface ar-água.

Líquidos puros com estruturas monopolares, polares e heteropolares (exemplos: água, querosene e álcool) não produzem espumas estáveis quando agitados com ar. As bolhas que são produzidas são destruídas rapidamente. Entretanto se uma pequena quantidade de uma substância ativadora de superfície heteropolar é adicionada em água, uma espuma estável é criada com a introdução de ar. Quando as moléculas ativadoras de superfície reagem com a água os dipolos da água reagem com os grupos polares e hidratam elas, pouca ou nenhuma reação com a cadeia hidrocarbônica ocorre. O resultado desta interação é forçar a cadeia hidrocarbônica para dentro da fase ar.

Considere um sistema na qual as moléculas heteropolares de um líquido de baixa tensão superficial γ em mN.m⁻¹/cm tenha sido dispersa igualmente em água. Se um líquido de baixa solubilidade como o óleo de pinho ($\gamma = 27$ mN.m⁻¹/cm) é adicionado podem ocorrer as seguintes ações:

• Todas as moléculas continuam a se moverem como antes, de modo que de tempos em tempos algumas moléculas de óleo de pinho atingem a superfície. Estas condições são consideravelmente diferentes de uma molécula de água na superfície.

• A força descendente de atração do óleo de pinho é ligeiramente menor do que um terço da força exercida no óleo de pinho por uma molécula da água no mesmo plano; o resultado líquido é que o corpo de água principal exerce uma força externa de encontro ao óleo de pinho. As moléculas do óleo de pinho encontram assim seu caminho para uma interface e permanecem lá, resultando na diminuição da tensão superficial na interface com a produção de espuma.

A resistência da parede da bolha é aumentada pela reação intensa entre o grupo polar e os dipolos da água. Desta forma requer uma grande força para destruir esta parede quando uma bolha colide se comparada com bolhas com a ausência do espumante. Se por um instante uma pressão local é exercida na superfície da bolha a distorção na superfície aumenta a área e então diminui a concentração na superfície.

Este resultado produz um aumento local da tensão superficial com resistência maior para o colapso (Figura 3.5).



Figura 3.5 - Tensão superficial versus concentração - Schlitt et al, 1992

O tamanho das bolhas é determinado principalmente pelos espumantes, que previne a coalescência das bolhas. Os espumantes que são mais eficientes em reduzir o tamanho das bolhas são também os que apresentam espumas mais estáveis (Cho e Laskowski, 2002).

3.3.3 Espumas

Os termos "foams" e "froths" são muitas vezes usados para definir a espuma, mas é mais apropriado se referir ao sistema gás-líquido (g/l) como "foams", onde a quebra da estrutura conduz a uma faze líquida homogênea. Os "froths" em processamento mineral, geralmente contem partículas sólidas dispersas que conduz a uma estrutura de 3 fases (g/l/s) e quando quebrada reduz-se a um sistema de 2 fases (solução aquosa e partículas finas). Em ambos os sistemas, a drenagem conduz a coalescência através da redução da espessura dos filmes aumentando a probabilidade de instabilidade, na qual conduz a ruptura dos filmes, mas geralmente vários diferentes tipos de efeitos ocorrem na "foaming" e "frothing" (Pugh, 2005).

3.3.4.1 "Foam"

Segundo Pugh, 2005, em uma coluna de "*Foam*", várias e diferentes estruturas de transição podem ocorrer em diferentes alturas através da coluna. Próximo à superfície existe um alto conteúdo de gás na estrutura que geralmente é produzido com um baixo conteúdo de gás na base da estrutura da coluna. A densidade da espuma diminui com a altura na coluna Figura 3.6A.



Figura 3.6 – a) Estrutura da espuma ocorrendo durante a formação e drenagem da espuma em uma coluna. b) Bordas de Plateau, pressão capilar provoca sucção do líquido dentro das bordas. (Pugh, 2005)

A drenagem de um líquido em excesso em uma coluna de espuma de uma certa solução é inicialmente comandada pela hidrostática. O colapso das espumas geralmente ocorre do topo para a base da coluna, geralmente causado pela ruptura de filmes finos na espuma, os quais são mais susceptíveis à ruptura pelo choque, gradientes de temperatura e vibrações.

Em sistemas de espumas, podem-se distinguir facilmente dois estágios. Inicialmente uma espuma esférica é produzida em sistemas preparados recentemente, que consiste em pequenas bolhas aproximadamente esféricas separadas por filmes densos. A espuma pode ser considerada como uma dispersão diluída temporária de bolhas no líquido, mas com o passar do tempo, a estrutura vai mudando gradativamente e as bolhas transformam em células gasosas poliédricas com filmes finos.

Para manter o equilíbrio mecânico dentro da estrutura as paredes dos filmes são drenadas até atingirem 120°. Os pontos de junção dos canais interconectados são denominados de bordas de Plateau Figura 3.6B.

Devido a curvatura interfacial a pressão é menor e a espessura do filme é maior nas bordas de Plateau, então ocorre o efeito de sucção do líquido do centro do filme para a periferia A diferença de pressão nas vizinhanças da bordas das células (Δp) está relacionada com o raio da curvatura (r) da borda de Plateau pela equação 3.9

$$\Delta p = 2\gamma/r \tag{3.9}$$

Resultando em filmes finos, com afinamentos de 100nm ou menos (onde interferências de cores são observadas). (Pugh, 2005)

Segundo Shaw, 1975, a transferência do líquido da parte central da região lamelar para as bordas de Plateau é governada pela diferença de pressão do líquido nessas duas regiões. Parece que estão envolvidos pelo menos três fatores, ou seja, a) forças de atração de van der Waals favorecem o adelgaçamento do filme, b) a superposição de duplas camadas elétricas de cargas de mesmo sinal se opõe ao adelgaçamento do filme, c) o outro fator importante é a pressão capilar, que favorece o adelgaçamento; esta se desenvolve porque a pressão da fase gasosa adjacente é uniforme e, portanto a pressão do líquido nas bordas de Plateau, onde a interface é curva, deve ser menor que a pressão na região lamelar do filme. Dependendo do equilíbrio entre essas forças, um filme pode tornar-se cada vez mais fino, até romper-se, ou ainda, pode atingir uma espessura de equilíbrio. Qualquer estrutura que se propague no interior do filme afetará significativamente a espessura de equilíbrio do mesmo, determinada pelo equilíbrio entre essas forças mencionadas.

3.3.4.2 "Froths"

Espumas de três fases contêm partículas sólidas. Um fator chave dominante da estabilidade é a afinidade das partículas com a interface gás/líquido. O parâmetro importante então que surge é a molhabilidade das partículas, porem o tamanho e a forma também influenciam. Como o filme líquido é drenado até uma espessura critica, as partículas hidrofóbicas podem reduzir a estabilidade da espuma induzindo o líquido a não molhar ao redor da partícula, causando o recuo do líquido para áreas indicadas pelas setas na Figura 3.7a. Este fato conduz a uma rápida ruptura, mas no caso de partículas hidrofílicas elas aprisionam o líquido tornando o filme mais estável, Figura 3.7b. (Pugh, 2005)



Figura 3.7 – Influência da molhabilidade na estabilidade do filme e como a espessura do filme se aproxima ao tamanho da partícula. a) Partículas hidrofóbicas causando um bloqueio do líquido causando uma ruptura do filme na interface l/s como indicado pelas setas. b) Partículas hidrofílicas permitem a retenção do líquido dentro do filme retardando a ruptura. (Pugh, 2005) Entretanto, a influência da concentração da partícula, densidade e forma também devem ser consideradas. A Figura 3.8, mostra o efeito de concentrações baixas e altas de partículas hidrofóbicas e o efeito de partículas como placas (partículas de argila) na estabilidade de filmes finos.



Figura 3.8 – Efeito de partículas hidrofóbicas na estabilidade das bolhas. a) mineralização pobre nas bolhas. b) Alta mineralização das bolhas. c) Efeito de partículas placoides. (Pugh, 2005)

3.3.5 Espumas no Processo de Flotação

Segundo Pugh, 2005, o comportamento de partículas e sua interação com os espumantes apesar de ser um fator de suma importância é pouco conhecida na indústria de flotação em espuma. Ela pode levar a perdas através da espuma ou contribuir para aumentar o poder do espumante bem como a estabilidade, através da introdução de partículas sólidas em filmes finos ou aderidas na interface gás/líquido. Enquanto espumas esféricas são estabilizadas pela adsorção de moléculas de surfatantes Figura 3.9a, espumas poliédricas são estabilizadas geralmente por pequenas partículas com um ângulo de molhabilidade crítico na interface gás/líquido, no qual conduzem as bolhas a uma forma aproximadamente arredondada Figura 3.9b e a coalescência é prevenida devido a interações estéricas.


Figura 3.9 – Diferentes ações de estabilização de moléculas de espumantes (a) e partículas sólidas (b). (Pugh, 2005)

Partículas minerais chegam até a espuma via a adesão seletiva de partículas hidrofóbicas nas bolhas que as conduzem até a espuma ou são carreadas junto com a água da polpa que vai para a espuma ou também serem aprisionadas entre as partículas na espuma que estão aderidas nas bolhas (Savassi et al, 1998).

Geralmente o carreamento é insignificante para partículas maiores que 50 µm (Smith and Warren, 1989 apud Melo e Laskowski, 2005), mas o tamanho real das partículas que são fortemente carreadas depende das propriedades da espuma. Isto é determinado pela concentração do espumante, mas também pela molhabilidade das partículas sólidas e assim também pela concentração do coletor, distribuição das partículas e depende das propriedades intrínsecas da partícula.

Como mostrado por diversas pesquisas de flotação, a estabilidade e drenagem de espumas de três fases depende da hidrofobicidade das partículas presentes. Espumas tornam-se estáveis e a drenagem do líquido de um filme fino é restringida por partículas sólidas hidrofóbicas. (Pugh, 2005)

A Figura 3.10 mostra a estrutura de uma espuma de três fases, comumente encontrada na flotação em espuma. A estrutura da espuma de três fases é similar a estrutura da espuma de duas fases (ar/água), do fundo para o topo da espuma o tamanho das bolhas vão aumentando, a água intersticial dos filmes tornam-se mais finas, mas as bolhas das camadas superiores são marcadamente irregulares e os filmes são espessos. (Pugh, 2005)



Figura 3.10 – Estrutura típica de uma espuma de três fases. (Pugh, 2005)

A forma e o tamanho da partícula também afetam a estabilidade da espuma de três fases. Tem sido sugerido que espumas seriam menos estáveis com o aumento do tamanho das partículas. A forma da partícula também é importante e partículas laminares geralmente resultam em espumas de três fases mais estáveis como mostra a Figura 3.8c.

Dois mecanismos foram sugeridos para explicar o efeito da estabilização de espumas causados por partículas hidrofóbicas adsorvidas na interface. O primeiro resulta de uma mudança na pressão da capilaridade. Isso é causado pela presença de partículas adsorvidas modificando a curvatura da interface gás/líquido na qual reduz a diferença de pressão entre as bordas de Plateau e os três filmes associados a ela. A situação é ilustrada na Figura 3.11.

	I he with	Sem partículas	Com partículas
Vi Pe	ista do erfil	[A] Plat Bot	ne [D] teau rda
partículas	Filme	[B] P _{Gas}	P _{Gas} [E]
Próximo as	Borda Plateau	[C] P _{Ges}	P _{Gas} [F] P _{PB}
F	Pressão	P _{Gas} = P _{Film} > P _{PB}	P _{Gas} > P _{Film} - P _{PB}

Figura 3.11 – Efeito de partículas hidrofóbicas sobre a diferença de pressão no filme da espuma e nas bordas de Plateau. (Pugh, 2005)

No caso de espumas esféricas sem partículas (ver Figura 3.11 A) o líquido pode fluir do filme para as bordas de Plateau e então através da estrutura por gravidade.

O fluxo pode ser proporcionado pela diferença de pressão, ΔP expressa pela equação 3.9.

$$\Delta P = P_{\text{film}} - P_{\text{pb}} = (P_{\text{gas}} - \gamma/\infty) - (P_{\text{gas}} - \gamma/R_{\text{pb}}) = \gamma/R_{\text{pb}}$$
(3.9)

Onde P_{film} é a pressão nos filmes, P_{pb} a pressão nas bordas de Plateau, γ a tensão superficial do líquido e R_{pb} é o raio de curvatura da interface gás/líquido (ver Figura 3.11 B e C). Entretanto quando ΔP é maior, o fluxo é aumentado o que causa uma drenagem rápida e a espuma torna-se menos estável. Se partículas hidrofóbicas são aderidas na interface gás/líquido (ver Figura 3.11 D) o raio de curvatura da interface gás/líquido pode ser quase igual ao da interface da borda de Plateau (ver Figura 3.11 E e F), isto vai causar uma diminuição da diferença de pressão conduzindo a uma espuma mais estável.

No segundo mecanismo, as partículas aderidas na espuma causam o retardo da drenagem do filme e as passagens do líquido tornam-se tortuosas e restritas. O volume de partículas estabilizadoras da espuma é proporcional a quantidade de partículas hidrofóbicas presentes no sistema. O tamanho da partícula também tem grande importância na estabilização da espuma.

Garret (apud Pugh, 2005) relatou que partículas maiores (1-100µm) podem facilmente destruir a espuma. Por outro lado, experimentos feitos por Tang et al. (apud Pugh, 2005) usando sílica com partículas abaixo de 0,7µm mostraram que a espuma tornava-se mais estável quando o tamanho das partículas foi reduzido.

Como foi discutido anteriormente, na presença de minerais, a estabilidade da espuma é modificada e as características da espuma mudam. Segundo Croizer e Klimpel 1989, um exemplo disto é que o amil xantato combinado com α -terpineol puro (o principal constituinte do óleo de pinho) representam uma combinação com forte ação espumante, mas na presença de um mineral sulfetado estes reagentes tendem a produzir pouca ou nenhuma espuma.

3.3.6 Métodos para Análise de Espumantes

Na prática, os espumantes são selecionados através de testes de laboratório e/ou testes piloto. Os termos "poderoso" ou "seletivo" são comumente utilizados para caracterizar estes espumantes.

Nos estudos de espumantes em sistemas de flotação há ainda muita coisa por descobrir, entretanto existem fatos que já são bem conhecidos, como a ação dos espumantes nas bolhas, controlando seu tamanho e diminuindo a coalescência das bolhas, ou seja, promovendo a estabilidade da espuma.

Estudos realizados por Laskowski (2004) com espumantes, baseados no fato de que espumantes reduzem o tamanho das bolhas e estabilizam a espuma serão mostrados a seguir.

Existe um grande número de métodos para se medir o tamanho de bolhas, o método utilizado por Laskowski foi desenvolvido pela Universidade de Cape Town denominado de UCT bubble sizer.

Para a determinação da estabilidade da espuma foi utilizado um método desenvolvido por Malysa et al. 1978 (apud Laskowski, 2004), este método requer a determinação do tempo de retenção (rt) através do ângulo da porção linear que depende do volume total de gás (V) contido no sistema plotado em um gráfico versus a taxa de gás (Q).

$$rt = \Delta V / \Delta Q \tag{3.10}$$

Obtido os valores de rt, estes são usados para determinar o IEE (Índice de estabilidade da espuma) no qual é definido como sendo o ângulo limite do rt-concentração.

$$\text{IEE} - (\partial \text{rt}/\partial c)_{c=0} \tag{3.11}$$

As Figuras 3.12 e 3.13 mostram as curvas do tamanho das bolhas versus concentração de espumantes. As figuras também indicam a concentração crítica de coalescência (CCC).



Figura 3.12 – Avaliação do valores de CCC para o MIBC, (PO)1 e (PO)2 - Laskowski (2004)



Figura 3.13 - Avaliação dos valores de CCC para os Dowfroths - Laskowski (2004)

Na figura 3.14 verifica-se que os espumantes que produzem bolhas finas também produzem espumas mais estáveis como a correlação entre IEE e CCC sugere.



Figura 3.14 – Relação entre IEE e CCC - Laskowski (2004)

Portanto espumantes podem ser caracterizados pelos valores de IEE e CCC.

3.4 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.

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 silvita (KCl) e flotação em tubo de Hallimond mostraram que a adição de hexanol pode melhorar significativamente a flotabilidade (Monte e Oliveira, 2004).

Christman apud Leja (1989) verificou a ocorrência de interações químicas entre coletores e espumantes com base na eliminação da espuma em alguns conjuntos de condições. Por exemplo, certas proporções de oleato de sódio e alquil sulfonato de sódio não produzem espuma, embora cada um possa dar uma boa espuma com uma pequena proporção de outro componente; oleato de sódio e óleo de pinho são incompatíveis quando usados em certas proporções; similarmente, na flotação de esfalerita, etil xantato e cresol podem anular completamente a espuma quando uma quantidade inadequada de cresol é acrescentada. Descobriu-se que o volume e a estabilidade da espuma estabelecidos em soluções de coletores, eram freqüentemente afetados quando se adicionava espumantes (álcoois), eletrólitos e/ou sólidos no sistema. Não somente as características da espuma eram afetadas por um grande número de varáveis, mas alguns componentes que tinham uma reatividade superficial muito fraca para formar, sozinhos, espumas, tais com álcool, diacetona e etil acetato - ver Lekki e Laskowski apud Leja, (1989) produziram espumas trifásicas adequadas em soluções de coletores.

3.5 Estudos de Penetração da Monocamada – Interface Líquido/Ar (Leja, 1989)

A primeira evidência direta de interações entre dois tipos de surfatantes foi obtida em 1935 por Schulman e Hughes (apud Leja, 1986) com o fenômeno da penetração da monocamada. Quando estudavam o comportamento de filmes de monocamadas insolúveis de um surfatante A quanto à expansão na interface ar/líquido através de uma balança de Langmuir, eles verificaram que a introdução de um surfatante solúvel B dentro do substrato líquido, pode resultar em três possíveis efeitos:

1 - não há mudança da área para uma pressão superficial constante p, ou não há mudança na pressão superficial para uma área constante do filme A, quando o surfatante B é altamente solúvel;

2 - penetração do filme A pelo surfatante B resultando em um filme misto A-B, indicado por mudanças na área pela pressão ou mudanças na pressão pela área;

3 - substituição gradual do filme A pelo surfatante B na região interfacial, resultando em um filme B.

A penetração de um filme insolúvel A por um B para resultar em filmes mistos de A-B é o efeito mais comum encontrado entre surfatantes biológicos e não-biológicos. Sempre que ocorre a substituição da monocamada, imediatamente uma mudança grande ocorre (usualmente um aumento) na pressão superficial do filme, e um aumento ou decréscimo no potencial superficial.

Estudos realizados em um grande número de sistemas (monocamada A/Surfatante B), conduzidos por Schulman, Rideal e seus colaboradores (apud Leja, 1986) por mais de 20 anos 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.

Se não há interação entre o filme A e o surfatante B injetado, o efeito na pressão π superficial do filme depende do valor relativo de π e a diferença na tensão superficial (γ_0 - γ) produzido pela adição do surfatante B. Se $\pi < (\gamma_0 - \gamma)$, as moléculas adicionadas adsorvem até $\pi = (\gamma_0 - \gamma)$. Se ($\gamma_0 - \gamma$) é maior que a pressão de colapso da monocamada A, o último é substituído por B na interface.

A extensão das interações na penetração depende de vários parâmetros:

- 1. a natureza e o número de grupos polares nas duas moléculas A e B;
- 2. a extensão das forças de van der Waals entre as porções não polares de A e B;
- 3. a pressão superficial do filme A e a concentração de moléculas dissolvidas de B;
- 4. o valor do pH da solução e a concentração de sais neutros;
- 5. as configurações estereoquímicas das duas soluções.

Quando há associação entre os diferentes grupos polares de A e B, mas não há interação entre as porções hidrofóbicas, as moléculas do Surfatante B injetadas adsorvem em níveis baixos no filme A mudando seu potencial superficial, mas não afeta a pressão superficial - não há penetração do filme A. Se há alguma associação (interação) entre ambos os grupos polares e os grupos hidrofóbicos A e B, a penetração ocorre e o número de moléculas na interface do filme é aumentado, a pressão superficial sobe e o potencial superficial muda. Quando moléculas dos surfatantes A e B têm cadeia hidrocarbônicas longas, múltiplas interações de van der Waals entre essas cadeias mostram um grande efeito de condensação durante a penetração, a pressão superficial sobe e o potencial superficial decresce.

Harkins (apud Leja, 1986) questionou a existência de complexos moleculares de proporções definidas, o que provocou uma controvérsia sobre o assunto. Dervichian (apud Leja, 1986) revisou os resultados conflitantes obtidos por grupos de pesquisa em diversos lugares. Ele chegou a conclusão que indicações de complexos de proporções definidas podem ser interpretadas como associações estruturais de um arranjo regular de moléculas A:B, análogo para transformação de fase. Conseqüentemente, descontinuidades que apareceram na curva de área versus fração molar (Figura 3.15) de filmes mistos, são devidas ao aparecimento de um modelo particular de arranjos entre as moléculas, atingindo um equilíbrio meta estável não reversível. O conceito de um complexo molecular com dissociação constante ou pressão de equilíbrio não existe.



Figura 3.15 – Área versus fração molar – (Leja, 1989)

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. Estudos detalhados de Marsden and Schulman (apud Leja, 1986) com misturas de surfatantes contendo a mesma cadeia hidrocarbônica, mas diferentes grupos polares, -COOH, -NH₂, OCH₃, - OH, mostrou 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, conseguindo isso 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. Uma área mais alta por molécula é indicada para 100% de ionização do Surfatante. O efeito cooperativo das forças de van der Waals na estabilização de filmes mistos foi claramente revelado pelos estudos de Hutchinson (apud Leja, 1986). Ele não obteve evidências de formação de filmes condensados em misturas de álcool octílico e dodecil sulfato de sódio, apesar de

evidências claras de associações moleculares fortes (complexos) entre álcool cetílico e dodecil sulfato de sódio.

O fato de que a não há estabilização de filmes mistos pode ser detectada por meios de mudanças na relação pressão/área, uma técnica ideal para monocamadas insolúveis, não exclui a possibilidade de interações fracas requererem uma técnica mais sensível.

A curva de tensão superficial versus concentração com surfatantes solúveis A e B e sua mistura mostra que há uma interação entre esses dois surfatantes na interface sólidolíquido (Figura –3.16).



Figura 3.16 – Tensão superficial versus concentração – (KEX) etil xantato potássio e (C₁₆TAB) brometo de cetil trimetil amônio - Leja (1989)

Similarmente, uma redução no valor da CMC de um surfatante A com adição de um Surfatante B, interpretado como formação de micelas mistas, (Figura 3.17), e uma adsorção preferencial de um componente no filme misto na interface ar solução, são, em conjunto, sinais de interações entre surfatantes.



Figura 3.17 - CMC versus concentração do álcool - (Leja, 1989)

3.6 Interações Entre Coletor e Espumante na Interface Sólido/Líquido

Em conformidade com as evidências de interações entre surfatantes A e B na interface líquido/ar obtidos em estudos de penetração e similares, na interface óleo-água em emulsões estáveis, Leja e Schulman esperavam que a co-adsorção pudesse aparecer na interface sólido-líquido sob uma pré-adsorção apropriada de coletores. Suas determinações analíticas de co-adsorção, usando métodos que utilizam cor, confirmaram que cresóis e α -Terpineol interagem com xantatos pré-adsorvidos em sulfetos (Leja, 1989).

Bansal and Biswas (apud Leja, 1989) obtiveram resultados de não adsorção de espumantes, tripropilenoglicol e tetrapropilenoglicol monometil éter (ingredientes ativos no Dowfroth 200 e 250) em rutilo, TiO₂, na ausência de coletor – oleato de sódio

– e um aumento da co-adsorção com aumento da concentração de oleato de sódio. Na presença de espumantes em solução (antes de adicionar oleato), a adsorção de oleato foi menor que a adsorção na ausência de espumante na solução. Medidas de tensão superficial indicaram um efeito sinérgico na interface ar-solução.

Malysa et al. (apud Leja, 1989) também encontraram uma pequena influência na adsorção de xantato na presença de espumantes em solução. Os espumantes estudados mostraram algumas propriedades de coleta sobre a calcopirita e quartzo, mas quando se adiciona xantato as coberturas da calcopirita eram significantemente aumentadas, mas não as do quartzo.

Mecanismos de interação amina-feldspato na ausência e presença de álcoois foram estudados por Vidyadhar et al. (2002).

Pode-se verificar através da Figura 3.18 o efeito da flotação de albita na presença de amina neutralizada com ácido acético (AmAc) e amina neutralizada com ácido clorídrico (Am). Pode-se notar que, para coletores com cadeia carbônica igual a doze, a recuperação aumenta com o aumento da concentração, verificando-se também que a amina neutralizada com ácido acético tem um melhor desempenho ao longo de toda a variação da concentração. A amina com cadeia carbônica maior (dezesseis carbonos) apresenta um melhor desempenho em concentrações menores se comparada com a amina com cadeia carbônica menor (doze carbonos), verifica-se um desempenho pior para a AmAc em concentrações mais baixas, a medida que se aumenta a concentração atinge-se o mesmo desempenho da Am e posteriormente há uma diminuição no desempenho. A Figura 3.19 mostra o efeito do tamanho da cadeia do álcool na mistura amina-álcool na flotação da albita em valores de pH entre 6 e 7. Verifica-se que álcoois com cadeia carbônica maior que C_{12} tem um melhor desempenho.

Vidyadhar et at. (2002) propuseram uma interação entre amina – álcool com a molécula de água, a Figura 3.20 mostra a representação dessa interação.



Figura 3.18 – Flotação da Albita com aminas C_{12} e C_{16} em função da concentração em pH natural 6-7, Vidyadhar et at. (2002).



Figura 3.19- Efeito da cadeia na mistura álcool-amina na flotação da albita em pH 6-7, Vidyadhar et at. (2002).



Figura 3.20 – Interação entre amina – água – álcool. Vidyadhar et at. (2002).

A explicação mais provável da presença da amina neutra adsorvida na monocamada sobre albita ou com aminas puras ou soluções binárias de amina álcool, é a precipitação da amina, mas em espaço 2D. As altas quantidades de amina neutra na presença de álcool podem ser entendidas admitindo-se que as espécies precipitadas são associações solúveis de amina iônica e álcool. É esperado que essas espécies tenham uma baixa solubilidade se comparado com a amina separada devido ao grande número de grupos de hidrocarbonetos.

O modelo da hemi-micela admite a presença de moléculas neutras e íons de um mesmo Surfatante porém não pode explicar a presença de moléculas neutras de surfatantes diferentes na monocamada adsorvida. Os resultados presentes podem ser interpretados através do modelo da concentração 2D que é a substituição do fenômeno da precipitação em lugar do fenômeno da condensação. De qualquer forma, antes da transição para aumentar a adsorção, os grupos amônio estão ligados ao hidrogênio do silanol carregado negativamente, como mostra a equação 3.12.

H
(Si-O...H -
$$^{+}NH_2 - R$$
) (3.12)

Quando a concentração local na interface aproxima-se de um valor crítico, a camada adsorvida transforma-se em um estado cristalino devido a precipitação da amina neutra (formação de solóide). No primeiro passo, o processo é 2D e a amina neutra adsorvida estabelece um equilíbrio mostrado na equação (3.13).

$$SiOH...H_2N - R \leftrightarrow SiO^{-}...H_3^+N - R$$
(3.13).

Neutralizando a repulsão eletrostática entre as cabeças polares, as moléculas neutras mudam a estrutura da camada adsorvida aumentando substancialmente a densidade da monocamada. A segunda fase é a precipitação em 3 D que ocorre quando o limite de solubilidade da solução é atingido na superfície. Esse modelo está ilustrado na Figura 3.21.

A coadsorção da amina e álcool via associações alquilamônio- álcool pode explicar a mistura de surfatantes na monocamada adsorvida, na qual resulta da diferença observada na inclinação dos ângulos das cadeias hidrocarbônicas na mistura.



Figura 3.21 – Representação da adsorção 2D-3D. Vidyadhar et at. (2002).

Portanto, Vidyadhar et al. 2002 concluíram através dos resultados obtidos que os mecanismos de adsorção de aminas primárias de cadeias longas em valores de pH entre 6 e 7 sobre albita e quartzo são representados por sucessivas precipitações 2D-3D. A presença de álcool aumenta a precipitação 2D de amina na mesma concentração total. As espécies precipitadas são associações solúveis de espécies iônicas da amina e álcool. Quando as espécies possuem o mesmo número de carbonos, há uma melhor interação entre as cadeias, ou seja, há uma melhora no empacotamento, ocorrendo então um aumento da hidrofobicidade. A concentração em uma composição mista é reduzida se comparada com a amina sozinha para o mesmo efeito.

Uma forma simples de apresentação do complexo coletor-espumante foi mostrada também pela teoria de interação proposta por Leja e Schulman, (apud Croizer e Klimpel, 1989), Figuras 3.22 e 3.23 que reproduzem a proposta original. Leja mostrou

que as cadeias alquil dos coletores e dos espumantes aderem através de forças de van der Waals.



Figura 3.22 - Mecanismo de adesão da bolha – A bolha aproxima-se da superfície do sólido coberta de coletor – camadas difusas de moléculas associadas e não associadas apresentam-se na interface e na solução.(Croizer e Klimpel, 1989)



Figura 3.23 - Mecanismo de adesão da bolha – A aderência de uma bolha de ar se estabelece através da penetração da monocamada na interface sólido/Líquido pela monocamada na interface Líquido/Ar. (Croizer e Klimpel, 1989)

Há muitas evidências indiretas de complexos de coletor-espumante, catalisados por minerais. O fato é que a adição de um espumante em conjunto com um coletor, pode reduzir o consumo do coletor sem afetar a dosagem de espumante (Croizer e Klimpel, 1989).

Ainda segundo Croizer e Klimpel 1989, um grande número de minas mistura todos os seus espumantes com o coletor e alimentam esta mistura dentro de um moinho de bolas ou em um condicionador. Muitos fazem isto, por ocorrer uma diminuição no consumo de coletor, mas geralmente isto é atribuído a uma melhor dispersão do coletor. A experiência sugere que a formação de um complexo coletor-espumante é o efeito mais razoável para explicar este aumento de eficiência. Em alguns casos, há um incentivo financeiro como é o caso da flotação de sulfetos, em que os espumantes comerciais são mais baratos do que os coletores. Entretanto deve-se tomar cuidado, para não superdosar espumantes no sistema o que pode provocar uma baixa adsorção do coletor ou coletor-espumante no mineral devido baixa concentração dos mesmos. Klimpel e Hansen, apud Croizer e Klimpel 1989, mostraram claramente que em plantas industriais tais práticas conduzem a uma flotação não muito seletiva.

Somasundaran e Huang 2000, observaram em estudos recentes, que sistemas mistos de surfatantes exibem um comportamento muito mais complexo do que sistemas com um único surfatante. Os surfatantes não-iônicos estudados por eles não mostraram adsorção, ou somente traços de adsorção na superfície da alumina, entretanto a adsorção destes surfatantes foi significativa com a presença de surfatante iônicos fornece um número suficiente de locais hidrofóbicos para adsorção tipo-solóide de surfatantes não iônicos. O parâmetro interação mostrou um nível de associação molecular entre cloreto de amônio tetradecil-trimetil (TTAC) e pentadeciletoxinonilfenol (NP-15) que é mais fraca do que entre surfatantes aniônico e não-iônico. Contudo, significante adsorção de NP-15 não-iônico ocorreu como um resultado das interações acima. A presença de TTAC catiônico promoveu a adsorção de NP-15 na superfície da alumina, o que não acontecia normalmente.

As densidades de adsorção de ambos TTAC e NP-15 dependem da composição da mistura de surfatantes. A presença de co-adsorção de NP-15 aumenta a adsorção de TTCA abaixo da adsorção de saturação e diminui acima. Enquanto o aumento na subcamada de cobertura é atribuído a redução na repulsão entre os grupos polares catiônicos, devido ao bloqueio do surfatante não iônico, a diminuição das condições de saturação é atribuída a competição entre o não iônico NP-15 e o catiônico TTAC por locais de adsorção. Os resultados também mostram a importância da estrutura dos surfatantes na adsorção de misturas de surfatantes.

Croizer e Klimpel 1989, mostraram que a reação de um produto de um álcool com cadeia hidrocarbônica com 6 carbonos com uma quantidade específica de óxido de propileno dava um espumante muito forte que incrementava a habilidade de flotar partículas mais grossas. Um exemplo típico com carvão é mostrado na Figura 3.24 e minério de cobre na Figura 3.25.



Figura 3.24 –Recuperação de partículas grossas (+35 mesh) ■, e todo o carvão em função do tipo de espumante ○. Números em () indicam a seletividade do carvão em relação às cinzas.



Figura 3.25 – A influência da estrutura do espumante em função do tamanho das partículas para um minério de cobre-molibdênio porfirítico.

Não há dúvidas que alguns destes efeitos são devido ao aumento do poder de coleta do espumante no caso do carvão e uma melhora na interação coletor-espumante no caso do cobre.

4. METODOLOGIA

4.1 Desenvolvimento Experimental

Os estudos desenvolvidos nesta tese de Doutorado para o seu melhor entendimento podem ser divididos em 4 fases, que serão descritas a seguir:

1ª fase – Consolidação e utilização dos testes de mestrado como base de dados;

2^a fase – Estudo de novos espumantes;

3ª fase – Estudo de novas variáveis;

4^a fase – Estudos de aplicação Industrial para a Instalação de tratamentos de minérios de Vargem Grande (ITMVGR).

Importante salientar que todos os testes realizados na 1ª, 2ª e 3ª fases, foram feitos em duplicata.

1ª fase - Consolidação e utilização dos testes de mestrado como base de dados

A amostra utilizada para a realização dos testes da 2^a e 3^a fases foi a mesma amostra utilizada nos estudos da "Dissertação de Mestrado defendida em 2004 - SISTEMAS DE REAGENTES SURFATANTES NA FLOTAÇÃO CATIÔNICA REVERSA DE MINÉRIOS DE FERRO – CPGEM/UFMG", com isso, os resultados dos testes da dissertação de Mestrado foram utilizados como base para comparação com os resultados dos testes da 2^a e 3^a fases. Desta forma vale fazer uma breve descrição de como foram realizados os testes de flotação nos estudos do Mestrado.

Os testes de flotação foram feitos em célula Denver D12 de bancada com a percentagem de sólidos inicial fixada em 40%, o valor do pH em 10,5, rotação de 1500rpm, a dosagem de depressor em 720g/t (amido de milho). Utilizou-se o coletor catiônico da classe dos acetatos de alquil alcóxi-propanoamina (eteramina) e surfatantes tais como: álcoois alifáticos, MIBC, poliglicóis, óleo de pinho e misturas contendo álcoois, aldeídos pesados, ésteres, poliglicóis e éter. Foram feitos testes variando somente a dosagem de amina (15g/t a 80g/t) e testes com adição de surfatante onde foram feitas

substituições em peso do coletor por surfatante, nas seguintes proporções: 0%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% usando para isto uma dosagem fixa de coletor-surfatante de 60g/t e 35g/t.

Para que se pudessem utilizar os dados com confiança, era necessário consolidar estes resultados, pois já havia se passado muito tempo desde a realização dos testes, o que podia ocasionar algumas alterações nos resultados de flotação em bancada, devido a desgaste do equipamento (mesmo operando nas mesmas condições anteriores). Desta forma foram feitos novos testes para a construção de uma nova curva somente com a variação da dosagem da amina para que fosse comparada com a curva anterior. Se os resultados fossem compatíveis, os novos dados fariam parte do conjunto de dados já existentes e se teria uma curva mais consistente ainda, caso contrário, somente os resultados dos testes da curva nova poderiam ser utilizados.

A programação dos testes pode ser vista na Tabela IV.1.

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagentes (g/t)_Total/amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1/2	1%	EDA 3B	_		10,5	10 / 10 / -	conjunta
3/4	1%	EDA 3B	_		10,5	20 / 20 / -	conjunta
5/6	1%	EDA 3B	_		10,5	30/30/-	conjunta
7/8	1%	EDA 3B	-		10,5	40 / 40 /	conjunta
9 / 10	1%	EDA 3B	_		10,5	50 / 50 /	conjunta

Tabela IV.1 - Programação dos testes de flotação - nova curva

2ª fase – Estudo de novos espumantes

Levando-se em consideração o aprendizado obtido na dissertação de Mestrado, foram feitos nesta fase, testes de flotação com 6 novos espumantes, com substituições em peso da amina por espumante de 5%, 10%, 15% e 20%, com uma dosagem de 60g/t, pH– 10,5, rotação da célula de 1500rpm e dosagem de depressor de 720g/t.

A programação dos testes pode ser vista na Tabela IV.2.

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagentes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1 / 2	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
3 / 4	1%	EDA 3B	C8	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
5/6	1%	EDA 3B	C8	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
7/8	1%	EDA 3B	C8	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
9 / 10	1%	EDA 3B	C8	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
11 / 12	1%	EDA 3B	C8	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta
13 / 14	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
15 / 16	1%	EDA 3B	C8-C10	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
17 / 18	1%	EDA 3B	C8-C10	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
19 / 20	1%	EDA 3B	C8-C10	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
21 / 22	1%	EDA 3B	C8-C10	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
23 / 24	1%	EDA 3B	C8-C10	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta
25 / 26	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
27 / 28	1%	EDA 3B	BD-029/05	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
29 / 30	1%	EDA 3B	BD-029/05	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
31 / 32	1%	EDA 3B	BD-029/05	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
33 / 34	1%	EDA 3B	BD-029/05	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
35 / 36	1%	EDA 3B	BD-029/05	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta
37 / 38	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
39 / 40	1%	EDA 3B	NALFLOTE® 9837	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
41 / 42	1%	EDA 3B	NALFLOTE® 9837	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
43 / 44	1%	EDA 3B	NALFLOTE® 9837	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
45 / 46	1%	EDA 3B	NALFLOTE® 9837	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
47 / 48	1%	EDA 3B	NALFLOTE® 9837	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta
49 / 50	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
51 / 52	1%	EDA 3B	01DU133	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
53 / 54	1%	EDA 3B	01DU133	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
55 / 56	1%	EDA 3B	01DU133	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
57 / 58	1%	EDA 3B	01DU133	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
59 / 60	1%	EDA 3B	01DU133	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta
61 / 62	1%	EDA 3B			10,5	60 / 60 /	conjunta
63 / 64	1%	EDA 3B	M-537	5%	10,5	60 / 57 / 3	conjunta
65 / 66	1%	EDA 3B	M-537	10%	10,5	60 / 54 / 6	conjunta
67 / 68	1%	EDA 3B	M-537	15%	10,5	60 / 51 / 9	conjunta
69 / 70	1%	EDA 3B	M-537	20%	10,5	60 / 48 / 12	conjunta
71 / 72	1%	EDA 3B	M-537	30%	10,5	60 / 42 / 18	conjunta

Tabela IV.2 - Programação dos testes de flotação - novos espumantes

3ª fase – Estudo de novas variáveis

Nesta fase foram estudadas outras variáveis do processo de flotação para que se pudesse verificar sua influência na interação entre a amina e surfatantes. Para tal, foi definido um percentual de substituição de amina por espumante de 15%. Esse nível de substituição foi definido baseado no seu melhor desempenho tanto em dosagens maiores (60g/t) quanto em dosagens menores (35g/t) e com o espumante MONTANOL 800 por este apresentar um melhor desempenho dentre os espumantes testados. Desta maneira, foram feitos os seguintes testes:

- Testes com diferentes tipos de aminas;
- Testes variando o pH;
- Testes com a adição de espumante e coletor em uma única solução ou em soluções separadas;

- Testes variando a concentração da solução;
- Testes com aumento de temperatura na preparação da solução.

Outro item avaliado foi a mistura dos dois reagentes (coletor e espumante) "in natura", ou seja, foi feita a mistura na concentração em que os produtos são comercializados, posteriormente foi feita a solução em concentração usual para o processo de flotação. Para tal, foi definida a substituição de 30% da amina por espumante, por apresentar o maior percentual de substituição testado e foram testados o Montanol 800 e Benewet 685P.

A programação dos testes pode ser vista nas Tabelas IV.3, IV.4, IV.5, IV.6 e IV.7.

Tabela IV.3 - Programação dos testes de flotação – concentração da solução e soluções conjuntas ou separadas

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagen tes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1/2	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	Separada
3/4	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
5/6	0,50%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	Separada
7/8	0,50%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
9 / 10	3%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	10,5	60/51/9	Separada
11 / 12	3%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagen tes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1/2	1%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	8,5	60/51/9	conjunta
3/4	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	9,0	60/51/9	conjunta
5/6	1%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	9,5	60/51/9	conjunta
7/8	1%	EDA 3B	Montan ol 800	15%	10,0	60/51/9	conjunta
9 / 10	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
11 / 12	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	11,0	60/51/9	conjunta
13 / 14	1%	EDA 3B	_		8,5	60/60/-	conjunta
15 / 16	1%	EDA 3B	_		9,0	60/60/-	conjunta
17 / 18	1%	EDA 3B	_		9,5	60 / 60 /	conjunta
19 / 20	1%	EDA 3B	_		10,0	60 / 60 /	conjunta
21 / 22	1%	EDA 3B	_		10,5	60 / 60 / -	conjunta
23 / 24	1%	EDA 3B	_		11,0	60/60/-	conjunta

Tabela IV.4 - Programação dos testes de flotação - variação do pH

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	рН	Dosagem reagen tes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1/2	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
3/4	1%	SI 950	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
5/6	1%	Arosurf MG 70	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
7/8	1%	Lilatot 819	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
9 / 10	1%	Tomah	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
11 / 12	1%	EDA 3B	_		10,5	60/60/-	conjunta
13 / 14	1%	SI 950	_		10,5	60 / 60 /	conjunta
15 / 16	1%	Arosurf MG 70	_		10,5	60 / 60 / -	conjunta
17 / 18	1%	Litatiot 819	_		10,5	60/60/-	conjunta
19 / 20	1%	Tomah	_		10,5	60/60/-	conjunta

Tabela IV.5 - Programação dos testes de flotação - diferentes tipos de amina

Tabela IV.6 - Programação dos testes de flotação - influência da temperatura

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagentes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta	Tempo (s) - Aquecimento
1/ 2	2 1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta	5
3/4	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta	10
5/(i 1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta	15
7/8	3 1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta	25
9/1	0 1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta	35

Tabela IV.7 - Programação dos testes de flotação - Mistura dos reagentes "in natura"

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagen tes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	60/51/9	conjunta
2	1%	EDA 3B	Benemax	15%	10,5	60/51/9	conjunta

4^a fase – Estudos de aplicação Industrial para a Instalação de tratamentos de minérios de Vargem Grande (ITMVGR)

Foram feitos estudos de aplicação industrial para a Instalação de Tratamentos de Minérios de Vargem Grande, que consistiram em testes de laboratório, testes piloto e testes industriais, que são descritos a seguir mais detalhadamente.

a) Testes de Laboratório

Coletou-se uma amostra da pilha de alimentação da ITMVGR e foram feitos testes de flotação em bancada.

Os testes de flotação foram feitos em célula Denver D12 de bancada com a percentagem de sólidos fixa em 40%, o valor do pH em 10,5, rotação de 1500rpm, a dosagem de depressor em 720g/t (amido de milho). O coletor utilizado foi um coletor catiônico da classe dos acetatos de alquil alcóxi-propanoamina (eteramina) e surfatantes tais como: álcoois alifáticos, óleo de pinho e misturas contendo álcoois, aldeidos pesados, ésteres, poliglicóis e éter. Foram feitos testes variando somente a dosagem de amina (28g/t a 40g/t) e testes com adição de surfatante onde foram feitas substituições em peso do coletor por surfatante, nas seguintes proporções: 0%, 10%, 15%, 20% e 30% usando para isto uma dosagem fixa de coletor-surfatante de 40g/t.

Adicionalmente ao conjunto de testes foram feitos testes em pH 9,5, para substituições de amina por espumante de 30%.

A programação dos testes pode ser vista na Tabela IV.8 abaixo.

Teste	concentração da solução (%P/V)	Amina	Espumante	Substituição	pН	Dosagem reagen tes (g/t) _ Total / amina /espumante	Solução separada/ conjunta
1	1%	EDA 3B	_		10,5	28/28/-	conjunta
2	1%	EDA 3B	_		10,5	32/32/-	conjunta
3	1%	EDA 3B	_		10,5	34/34/-	conjunta
4	1%	EDA 3B	-		10,5	36/36/-	conjunta
5	1%	EDA 3B	_		10,5	40 / 40 /	conjunta
6	1%	EDA 3B	Montanol 800	10%	10,5	40/36/4	conjunta
7	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	10,5	40/34/6	conjunta
8	1%	EDA 3B	Montanol 800	20%	10,5	40/32/8	conjunta
9	1%	EDA 3B	Montanol 800	30%	10,5	40 / 28 / 12	conjunta
10	1%	EDA 3B	Yserol 60	10%	10,5	40/36/4	conjunta
11	1%	EDA 3B	Yserol 60	15%	10,5	40/34/6	conjunta
12	1%	EDA 3B	Yserol 60	20%	10,5	40/32/8	conjunta
13	1%	EDA 3B	Yserol 60	30%	10,5	40 / 28 / 12	conjunta
14	1%	EDA 3B	Benewet 685P	10%	10,5	40/36/4	conjunta
15	1%	EDA 3B	Benewet 685P	15%	10,5	40/34/6	conjunta
16	1%	EDA 3B	Benewet 685P	20%	10,5	40/32/8	conjunta
17	1%	EDA 3B	Benewet 685P	30%	10,5	40 / 28 / 12	conjunta
18	1%	EDA 3B	Montanol 800	15%	9,5	40/34/6	conjunta
19	1%	EDA 3B	Yserol 60	15%	9,5	40/34/6	conjunta
20	1%	EDA 3B	Benewet 685P	15%	9.5	40/34/6	conjunta

Tabela IV.8 - Programação dos testes de flotação – Laboratório VGR

b) Testes em escala piloto

Coletou-se outra amostra, agora da alimentação da flotação da ITMVGR para a realização dos testes em escala piloto.

Foram feitos testes em escala piloto, utilizando célula Denver de 40L. O resumo dos testes pode ser visto na Tabela IV.9.

			Condições												
e	stra					Alime	ntação	Tei condicio	mpo onamento						
Test	Amos	Coletor	Espumante	Depressor	Relação Amido/scda	Dosagem Coletor (g/t)	Dosagem Depressor (g/t)	Substituição de amina por espumante (%)	%SOL	Taxa kg/h	Amina (min)	Arnido (min)			
01	set/05	EDA3B	Montanol 800	Amisol	04:01	45	720	0	40	300	1	5			
02	set/05	EDA3B	Montanol 800	Amisol	04:01	45	720	15	40	300	1	5			
03	set/05	EDA3B	Montanol 800	Amisol	04:01	45	720	20	40	300	1	5			
04	set/05	EDA3B	Montanol 800	Amisol	04:01	45	720	30	40	300	1	5			

Tabela IV.9 - Programação dos testes de flotação - Planta Piloto VGR

c) Testes Industriais

Foram feitos dois testes industriais na instalação de tratamentos de minérios de VGR nos períodos de Abril-Maio/2006 (8 dias) e Agosto-Setembro/2006 (19 dias) com substituições parciais de amina por espumante de 5%, 10% e 20% em peso.

Os reagentes utilizados nos testes industriais foram:

- espumante composto de uma mistura de álcoois alifáticos, éster e éter;
- eteramina com neutralização de 20% no período de Abril-Maio/2006 e eteramina com neutralização de 30% no período de Agosto-Setembro/2006.

As análises químicas foram feitas de 2 em 2 horas para o concentrado e flotado e para a alimentação de 6 em 6 horas, de acordo com funcionamento da ITMVGR.

O circuito de flotação da ITMVGR é composto por uma etapa rougher, o concentrado desta etapa alimenta uma etapa cleaner e o flotado destas duas etapas alimenta uma etapa scavenger, o concentrado desta retorna para a alimentação rougher fechando o circuito, há também a possibilidade de abrir o circuito by passando a etapa scavenger. O circuito descrito está disposto em duas linhas independentes.

Os testes de flotação foram realizados com o circuito aberto e foram analisados os dados de uma linha do circuito. Como base de comparação os dados do circuito dos meses de

abril-maio e de agosto-setembro foram coletados no período em que não se estava usando espumante.

4.2 Seleção e Obtenção da Amostra

4.2.1 Amostra da 1ª,2ª e 3ª fases

A fração granulométrica utilizada nesta tese foi de -0,15 + 0,010mm. A amostra utilizada para os estudos foi oriunda de uma composição de dois tipos de itabiritos de cavas diferentes do complexo Pico (Sapecado e Pico). Primeiramente essas amostras foram trabalhadas separadamente, sendo cominuídas abaixo de 8,0 mm e posteriormente misturadas em uma determinada proporção. A mistura foi processada em planta piloto e separada em diversas frações de tamanho: -8,00 + 1,0 mm, -1,0 + 0,15 mm e -0,15 + 0,010mm. Como já mencionado, esta última fração granulométrica foi objeto do estudo. Os procedimentos descritos sucintamente acima são apresentados com mais detalhes abaixo.

Foram processadas duas amostras coletadas em novembro de 2002, que foram identificadas como "Itabiritos SAP" (aproximadamente 33t) e "Itabiritos PIC" (aproximadamente 7,5t).

As amostras de itabiritos das Minas do Pico e Sapecado objetivaram representar os itabiritos friáveis, sendo constituídas em torno de 50% de itabiritos ricos e 50% de itabiritos pobres, silicosos.

A sistemática de amostragem consistiu no uso de uma retro-escavadeira e caminhões com capacidade para doze toneladas e foram feitos incrementos em todos os bancos que possuíam acesso, tendo sido amostrados todos os tipos de itabiritos ricos e silicosos expostos nas bancadas de lavra.

Os itabiritos são classificados de acordo com o teor de ferro na amostra cabeça, da seguinte maneira:

•	Itabirito Rico	52 a 64%;
•	Itabirito Pobre	30 a 52%.

A proporção média foi de 20% de itabiritos do Pico e 80% do Sapecado, pois as reservas contidas nas cavas são condizentes com estes percentuais.

4.2.1.1 Planta Piloto - Britagem Primária

Cada amostra foi cominuída separadamente em um circuito piloto com britagem primária e secundaria (Figura 4.1) com o objetivo de obter toda amostra abaixo de 8,00 mm.



Figura 4.1 Circuito de grossos da Planta Piloto da MBR

Homogeneizaram-se as amostras obtidas no item 3.2, com uma retro-escavadeira, misturando-as numa proporção de 80% "Itabiritos SAP" e 20% "Itabiritos PIC".

4.2.1.2 Planta Piloto - Circuito de Finos

A amostra composta citada no item anterior foi alimentada no circuito de finos da Planta Piloto, como mostra a Figura 4.2



Figura 4.2 Circuito de Finos da Planta Piloto da MBR

A amostra que foi objeto de estudo desta dissertação foi a amostra do fluxo 10.

4.2.1.3 Preparação da Amostra

A amostra foi homogeneizada com o emprego de metodologia padrão que consiste na formação de um cone retomado por pazadas alternadas para formação de uma pilha anelar que circunda o cone. Este procedimento foi repetido três vezes. Da pilha anelar formada no último estágio de homogeneização tomaram-se alíquotas diametralmente opostas, em toda a extensão do círculo.

Posteriormente outra homogeneização utilizando o divisor de fendas (tipo Jones) foi feita, coletando-se então diversas alíquotas para as etapas subseqüentes de caracterização com peneiramento a úmido seguido de sub-peneiramento em "cyclosizer", análise química da amostra integral, análise química por faixa, massa específica pelo método do picnômetro e índice de Blaine, através do permeabilímetro de Blaine e testes de deslamagem e de flotação em bancada.

4.2.2 Amostra obtida para os testes da 4ª fase - Laboratório

Foi coletada uma amostra da pilha de alimentação da ITMVGR. Para esta amostra da pilha foi feita uma análise química por faixa granulométrica nas seguintes frações:

	0,150 mm		
31,5 mm	-1,00 +0,15 mm		
19 mm	-6,35 +0,15 mm		
25 mm	0,106 mm		
12,5 mm	0,075 mm		
+12,50 mm	0,053 mm		
9,5 mm	0,045 mm		
8,0 mm	0,038 mm		
6,35 mm	-0,15 + 0,038 mm		
-12,50 +6,35 mm	0,0299 mm		
4,75 mm	0,0217 mm		
3,36 mm	0,0164 mm		
2,35 mm	0,0113 mm		
1,00 mm	0,009 mm		
-6,35 +1,00 mm	-0,038 + 0,009 mm		
0,600 mm	-0,15 +0,009 mm		
0,300 mm	-0,009 mm		

Esta amostra foi peneirada e retirada a fração – 0,15mm. A fração abaixo de 0,15 mm foi deslamada, com deslamagem em cuba e com o deslamado foram feitos os testes de flotação em bancada.

4.2.3 Amostra Obtida para os Testes da 4ª fase – Planta Piloto

Foi coletada uma amostra de 8t da alimentação da flotação da instalação de tratamento de minérios de Vargem Grande (ITMVGR). Com esta amostra foram feitos os testes de flotação em escala piloto.

4.3 Reagentes Utilizados

Os reagentes utilizados nos testes de flotação em bancada, piloto e industriais podem ser vistos nas Tabelas IV.10, IV.11, IV.12 e IV.13.

Classe	Nome	Fornecedor	Composição	Especificações		Tipo
Álcoois cíclicos	Yesrol 60	Resinas Yser	óleo de pinho sintético composto de uma mistura de álcoois terpênicos e hidrocarbonetos terpênicos.	Aparência	Líquido claro transparente	Espumante
				Odor	Característico	
				Álcoois Terpênicos Totais (% por CG)	60 min.	
				Peso específico (20°C)	0,902 - 0,910	
				Índice de acidez (mg KOH/g)	1,0 máx.	
				Índice de refração (20º C)	1,4773-1,4805	
				Umidade (%)	0,3 máx.	
is os			CH3-C5H10-OH (4-METIL-2-PENTANOL	Estado físico	Líquido	Espumante
átic	isobutil-carbinol)	Oxiquim S.A		Aparência e odor	incolor e odor suave	
Ál alíf	Isobulii-carbinor)			Concentração	99%	
				Solubilidade em água	1,6 g/100g de água	
ois	Oreprep F-507 Frother	Cytec	mistura	Aparência e odor	Claro para escuro; odor típico de hidrocarbonos	Espumante
glic				Peso específico (20°C)	1.0118 @ 25 C	
Poli				рН	7.0-10.0	
				Solubilidade em água	Completa	
ura icois e ois	OreprepX-133 Frother	Cytec	Mistua de álcoois, aldeidos pesados, esteres e misturas de poliglicois.	Aparência e odor	Claro para escuro; odor típico de mistura álcoois e esters glicol.	Espumante
oligi lico				Peso específico (20°C)	0.89 @ 25 C	
depo á				pH	5.0	
				Solubilidade em água	No available	
Eteramina	FlotigamEDA 3	Clariant	Eteramina	Grau de neutralização	29,60%	Coletor
				Tav (mg KOH/g)	222,7	
				Tav (mg KOH/g)	66,6	
				Número de amina (ml HCl04 0,1N/g)	39,7	
Amido de milho	Creme de milho fecomil 101	Caramuru	Creme de milho	Umidade (%)	13	Depressor
				Extrato etéreo	3,5	
				Acidez	5	
				Amido	83	
				Proteína bruta	6,5	
				Fibra bruta	1	
				Peneira 0,240 mm	1	
				Peneira 0,149 mm	15	
				Fundo	85	

Classe	Nome	Fornecedor	Composição	Especificações		Tipo
d elifetico	Montan ol 800			Cor	amarelo	umarte
				Odor	sem elhante a éster	
				Densidade	0,89 g/cm ³	
		Clariant	Misturas de álcoois alifáticos ester e éter	Solubilidade em água	3g/l (parcialmente solúvel)	
8 X				pH	3	i Mari
ব				Viscosidade (dinâmica)	10 mPa.s	
<u>8</u>	Flotanol D14	Clariant	Prolipropil eno glicol metileter	Cor	incolor até am arelo	Espumante
				Odor	inodoro	
				Densidade	0,98 g/cm ^s	
ĕ				Solubilidade em água	700g/l (solúvel)	
Ī				pH	11	
ш.					40 - 0	
				viscosidade (dinamica)	12 mPa.s	
a ca See See	Oreprep F-535	Cytec	Mistua de álcoois, aldeidos pesados, esteres e misturas de políglicois.	Aparência e odor	Claro para escuro; odor típico de mistura álcoois e esters glicol.	Espumante
불혈월				Peso específico (20°C)	0.937 @ 21 C	
E 8 48				pH	5,98	
-8				Solubilidade em água	Slight	
mistura depoligilod e e él coole	Oreprep F-523	Cytec	Mistua de álcoois, aldeidos pesados, esteres e misturas de políglicois.	Aparência e odor	Claro para escuro; odor típico de mistura álcoois e esters glicol.	Espumarte
				Peso específico	0.9 @ 25 C	
				pH	5	
				Solubilidade em água	Slight	
88	fécula de mandióca	AVEBE	Amido de mandióca	Urnidade (%)	1114	Depressor
ě Ř				Fibra finas	0,4	
ĔĔ				Sujidade	3	
₹ £				Gran ulom tria	Passa 99% 100#	
Auxillar de filtregem	Benemax 685P	Benemax	Álc ool etoxil ato	Utilizado na fitragem		Audiller de filtragem
	C8	Clariant	Álcool	Massa molar	130,26 g/mol	
Aicoci				Transformação de fases líquido/qás	~ 180 °C	
				Transformação de fase sólido/líquido	-76 ℃	
				Densidade	~ 840,000 g/l	
				Auto-inflamabilidade	270 °C	
				Ponto de inflamação	76 ℃	
				pH	7	
				Forma	líquido	
				COF	incolor	

Tabela IV.11 – Reagentes utilizados (b)
Classe	Nome	Fornecedor	Composição	Espec	Tipo		
				Massa molar	158,32 g/mol		
000			Transformação de fases				
				líquido/gás		oumante Espumante Espumante	
				Transformação de fase sólido/líquido	214 - 222 °C	nte	
	C8-10	Clariant	Álcool	Densidade	836.000 - 841.000 a/l	naı	
Ą				Auto-inflamabilidade	275 °C	sb	
				Ponto de inflamação	102 °C	ш	
				Hq			
				Forma	líquido		
				cor	incolor		
				ESTADO FÍSICO	Líquido		
-=				APARÊNCIA	Límpido Amarelo claro		
nb				ODOR	Suave		
A e o					Odave	ante Espumante	
e de				RELATIVA	1,04 @ 60 °F / 15,6 °C	te	
ase oxil			Mistura	DENSIDADE	84-89lb/gal	spumant	
ä	BD-029/05	NALCO			0,4 0,0 16/gai		
0 00				ÁGUA	Completamente solúvel		
ost Ter				100/1	> 200 °E / > 93 °C (Vaso	ш	
dr –				PONTO DE FULGOR :	fechado)		
Ö				nH ·	5 - 8 units		
Ŭ					20 - 250 cPs		
		NALCO					
					Elquido		
					0.89 @ 77 °F / 25 °C		
					7.4 lb/gal	e	
Ira					7.4 15/gai	Espumant	
istu	NALFLOTE® 9837		C4-C18 Álcoois, Aldeidos, Esteres		Parcial		
Σ					192 °F / 89 °C		
				TONIO DE L'OLGOR :	2.8 mm Hg @ 100 °F /		
				Pressão de vapor	37.8 °C		
					20 cps		
				ESTADO EÍSICO			
		NALCO		APARÊNCIA	levemente aarelo		
				ODOR	Alcoolico		
σ,	01DU133			DENSIDADE	7	pumante	
Mistur			Mistura	RELATIVA	0.970		
				SOLUBILIDADE EM			
_				ÁGUA	insolúvel	ů	
a				PONTO DE EULGOR	112 °C		
				Pressão de vapor	< 1 mm Hg @ 20 °C		
				ESTADO EISICO			
		NALCO		APARÊNCIA	Ämbar		
				ODOR	Não disponível	Espumante	
tur	M-537		Mistura				
Vis	W-337	NALOO	Wistura		1.01 - 1.05 @ 25%		
~					1.01 - 1.05 @ 23 C		
					Completamente miscível		
					140%		
				IF UNITUDE FULGUR :	149-0		

Tabela IV.12 – Reagentes utilizados (c)

Tabela IV.13 – Reagentes utilizados (d))
---	---

Classe	Nome	Fornecedor	Composição	Espec	Tipo	
		AKZO NOBEL		APARÊNCIA	Fluido	ebr
				COR	Amarelado	
				CHEIRO	Parecido com amoníaco	
				PONTO/INTERVALO	> 100	
ğ				DE EBULIÇÃO (°C)	100	
E			Alkoxypropaneamine acetate 20 -40%	PONTO/INTERVALO	< 5	
919 2			Alcoxipropanoamina 60-100%	DE FUSÃO (°C)	FUSAO (°C)	
茴				PONTO DE	> 80	Ŭ
				INFLAMAÇÃO (°C)		
				SOLUBILIDADE EM	> 80	
					000	
				DENSIDADE Kg/cm3	890	
, cu	SI 950	Clariant	etermonoaminade cadeia média (de C9 a C11) e outra de			tor
stur			cadeia longa (C12 a C16) mais o Flotigam 2835-2L			
Σ			(eterdiamina de cadeia longa - C12 a C16)			
			Informação não disponível			
	Arosurf MG-70	WITCO*				
					– Não disponível	
ul c				Volatilidade (%)		
ran			Isodecil eter amina	DENSIDADE g/cm3	0.80 @ 110 F	9
Ц Ц				SOLUBILIDADE EM		Ō
_				ÁGUA	ÁGUA Insolúvel	
				pH	9 - 11	
				ESTADO FÍSICO	Líquido	
				COR	Levemente amarelado	
Eteramina				0000	Odor amoniacal	
				UDUK	característico	
				PONTO DE EBULIÇÃO	204	Coletor
	Tomah(R) PA 15		iso-decilox ipropilam in a acetato: ~98%	(°C)	201	
	20%	Tornah*	álcoois C9-C11, rico em C10 ; ~2%	PONTO DE	-28,3	
	2070			CONGELAMENTO (°C)		
					93,8	
				("C)		
				SOLUBILIDADE	Boa até diluições de 10%	
		1				

*Atualmente Air Products

4.4 Procedimentos dos Testes Realizados

A seguir são apresentados os procedimentos dos métodos citados no item anterior.

4.4.1 Procedimento de Determinação de Densidade

A densidade é determinada utilizando 40 a 50 gramas da amostra e um picnômetro de 100mL, e as seguintes massas então são medidas:

 $Mm \rightarrow Massa da amostra$

 $Mp+a \rightarrow Massa do picnômetro + água$

 $Mp+m \rightarrow Massa do picnômetro + massa da amostra$

 $Mp \rightarrow Massa do picnômetro$

Mp+a+m → Massa do picnômetro + água + massa da amostra.

Determina-se a densidade da amostra através da fórmula (4.1):

D = Mm/[(Mp+a + Mp+m) - (Mp + Mp+m+a)]. (4.1)

4.4.2 Procedimento de Determinação da Área Superficial por Unidade de Massa (Índice de Blaine)

A amostra a ser utilizada deve estar seca a (105 \pm 5) °C, desagregada à temperatura ambiente, com a sua densidade específica determinada e abaixo de 0,150 mm. Verificar se a sala onde se realizará o teste está totalmente fechada. Para se obter a amostra necessária para realizar o teste, deve-se utilizar a seguinte fórmula (4.2):

$$M = \delta_x V_x (1-e) \tag{4.2}$$

Onde:

M = massa da amostra de ensaio, em g.

 δ = massa específica da amostra de ensaio, em g/cm³.

V = volume da camada da amostra de ensaio.

e= porosidade da camada da amostra de ensaio.

A massa da amostra é colocada dentro de um cilindro (célula de permeabilidade), na seqüência: coloca-se um disco perfurado na célula, posteriormente um disco de papel de filtro é colocado sobre o disco perfurado, coloca-se então uma quantidade de minério e

. . .

novamente outro disco de papel de filtro, este conjunto é acoplado no tubo manométrico, então o ar contido no ramo do tubo manométrico é eliminado lentamente até que o líquido alcance a marca mais alta. Fecha-se herméticamente a válvula. O cronômetro é posto em marcha no momento em que o menisco do fluído no tubo manométrico chegue à segunda marca que segue a mais alta, e é detido no momento em que o menisco passe à terceira marca. O intervalo de tempo é anotado em segundos. Fazem-se três determinações e o valor médio deve ser reportado.

Calcula-se o Índice de Blaine (IBLA) através da seguinte fórmula (4.3):

$$\mathbf{S}_{e} = (\sqrt{t} / (\delta_{x} \sqrt{\eta}))_{x} \mathbf{F}_{ek}$$
(4.3)

Onde:

 $S_e = Area$ superfícial específica (cm²/g).

- t = intervalo de tempo em segundos.
- δ = massa específica da amostra (g/cm³).
- $\eta = viscosidade dinâmica do ar.$

 F_{ek} = Fator que é função de k(constante do aparelho) e porosidade (e).

4.4.3 Procedimento de Deslamagem em Bancada

Colocar a amostra de 1,5kg na cuba (2,5L) e adicionar água até se obter uma polpa com 40% de sólidos. Medir o pH natural. Elevar o pH para 10,5 com NaOH solução 5%. Iniciar a agitação (agitar durante 3min a uma rotação de 1500rpm). Interromper a agitação e deixar decantar durante 5min. Sifonar a lama até a marca de 60% de sólidos de lama na cuba.

Repetir os passos desde a agitação até a etapa de sifonar a lama mais duas vezes (três no total). Decantar a lama e o deslamado (abaixar o pH para 7 com HCl a 5%) e sifonar ambos.

Secar a lama e deslamado e pesar o material. Retirar as alíquotas dos produtos da deslamagem e preparar para análise química.

4.4.4 Procedimento de Flotação em Bancada

Os testes de flotação foram feitos em célula Denver D12 de bancada com a percentagem de sólidos fixa em 40%, o valor do pH em 10,5, rotação de 1500rpm, a dosagem de depressor em 720g/t (Amido de milho). O coletor utilizado foi um coletor catiônico da classe dos acetatos de alquil alcóxi-propanoamina (eteramina) e surfatantes tais como: álcoois alifáticos, MIBC, poliglicóis, óleo de pinho e misturas contendo álcoois, aldeídos pesados, ésteres, poliglicóis e éter. Foram feitos testes variando somente a dosagem de amina (15g/t a 80g/t) e testes com adição de surfatante onde foram feitas substituições em peso do coletor por surfatante, nas seguintes proporções: 0%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% usando para isto uma dosagem fixa de coletor-surfatante de 60g/t e 35g/t.

4.4.5 Peneiramento

O peneiramento foi realizado a úmido, em peneiradores da marca Manupen de 500x500mm até a abertura de 0,038mm, o passante nesta abertura foi homogeneizado e dele foi retirada uma alíquota de 50g que foi levada para o sub-peneiramento utilizandose para isto um "cyclosizer" da marca Warman.

4.4.6 Análise Química

Para se obter a analise química de uma amostra, ela deve ser pulverizada em moinho de disco e reduzida até que esteja toda abaixo 0,106mm. As análises químicas da MBR são realizadas no laboratório localizado na mina do Pico, onde se utiliza via úmida (dicromatometria) para determinar Fe total, espectrometria de emissão de plasma (ICP) para silício, alumínio, fósforo e manganês.

4.4.7 Microscopia

Para a realização da análise mineralógica, foi utilizado um microscópio ótico com luz transmitida e refletida, da marca Leica modelo DMLP. As fotos foram feitas em câmera

digital. As seções polidas foram feitas com resina de poliéster e polidas utilizando abrasivos de carbeto de silício e alumina e, pasta de diamante.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os testes de flotação objetivaram buscar diferenças significativas na seletividade e recuperação de Fe em função da adição de diferentes espumantes em conjunto com a amina.

As características do processo de flotação analisadas foram: IS (índice de seletividade), RM (recuperação mássica), RFe (recuperação metálica do ferro), CS (coeficiente de separação) e ES (eficiência de separação). As definições destes parâmetros de avaliação são encontradas no Anexo 02.

Como foi dito anteriormente, para o melhor entendimento desta tese os estudos foram divididos em quatro fases. Os resultados de cada uma delas serão apresentados a seguir.

5.1 Primeira fase - Consolidação e utilização dos testes de mestrado como base de dados

5.1.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada

A amostra utilizada foi um itabirito silicoso proveniente da Mina do Pico. Algumas características dessa amostra, tais como análise química, área superficial específica por unidade de massa (índice de Blaine) e distribuição granulométrica são mostradas a seguir. A Tabela V.1 mostra a análise química por faixa granulométrica. Pode-se notar na Tabela V.1 que a amostra possui uma quantidade de lama muito baixa (% passante em 0,0164 mm) e teor de Al₂O₃ também muito baixo o que é excelente para a flotação. A Figura 5.1 mostra a distribuição dos elementos químicos analisados.

O índice de Blaine da amostra é de 626,75cm²/g, o que corrobora os resultados da Tabela V.1, mostrando que essa amostra apresenta-se com pouca quantidade de finos. A densidade da amostra é de 3,89g/cm³.

Peneira	%Retida	Teores								
mm	Simples	Al ₂ O ₃	Fe	Mn	Р	PPC	SiO ₂	CaO	MgO	TiO ₂
Cabeça Analisada		0,53	43,7	0,031	0,019	0,50	36,70	0,019	0,020	0,028
Cabeça Calculada		0,38	44,0	0,026	0,018	0,45	36,47	0,028	0,023	0,029
0,150	2,85%	0,81	24,9	0,053	0,035	0,90	62,70	0,021	0,024	0,017
0,106	10,49%	0,32	21,9	0,028	0,020	0,38	68,00	0,020	0,021	0,014
0,075	14,34%	0,27	24,6	0,022	0,020	0,37	64,60	0,020	0,020	0,015
0,053	8,65%	0,26	29,3	0,020	0,013	0,40	58,00	0,018	0,020	0,018
0,045	11,29%	0,30	34,5	0,021	0,013	0,42	50,40	0,022	0,020	0,022
0,038	7,33%	0,35	44,4	0,024	0,020	0,41	36,00	0,023	0,021	0,029
0,030	6,05%	0,13	69,2	0,016	0,011	0,25	0,96	0,023	0,020	0,036
0,022	11,77%	0,16	64,8	0,020	0,014	0,33	7,18	0,025	0,021	0,038
0,0164	15,29%	0,34	58,2	0,024	0,015	0,39	16,20	0,036	0,024	0,040
-0,0164	11,95%	1,06	59,5	0,043	0,027	0,85	13,10	0,056	0,034	0,052

Tabela V.1 – Distribuição granulométrica e teores dos principais elementos



Figura 5.1 - Distribuição dos elementos

É importante ressaltar que SiO_2 está distribuída em maior proporção na faixa de tamanho entre 0,15mm e 0,038mm.

As Figuras 5.2 e 5.3 apresentam fotos obtidas por microscopia ótica de luz refletida com aumentos de 50 vezes e de 100 vezes. Observa-se uma mineralogia simples, composta na sua maioria de quartzo e hematita, corroborando os resultados químicos verificados anteriormente.



Figura 5.2 - Microscópio ótico - aumento de 50x.



Figura 5.3 – Microscópio ótico - aumento de 100x.

5.1.2 Testes em Bancada com Espumantes

Foram feitos novos testes variando-se somente a dosagem de amina, sem adição de surfatante não-iônico. O objetivo destes testes é de comparar com os resultados obtidos com a curva feita anteriormente nos estudos do mestrado, uma vez que a amostra estudada é a mesma. Os resultados dos testes podem ser vistos nas Figuras 5.4; 5.5; 5.6; 5.7; 5.8 e 5.9. Todos os testes foram feitos em duplicata e os dados novos não fazem parte da equação de regressão.



Figura 5.4 - Eficiência de separação - sem espumante



Figura 5.5 – Índice de seletividade – sem espumante



Figura 5.6 - Recuperação Mássica - sem espumante



Figura 5.7 – Recuperação do Fe – sem espumante



Figura 5.8 - Percentagem de Fe no Rejeito - sem espumante



Figura 5.9 - Teor de SiO₂ no concentrado - sem espumante

Os resultados obtidos com os novos testes de flotação ficaram muito próximos dos resultados obtidos no estudo feito no mestrado, com isto, os dados novos e os antigos foram agregados numa nova curva com maior volume de dados. Os coeficientes de correlação se mantiveram com valores altos.

O resultado desta junção pode ser visto nas Figuras 5.10, 5.11, 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15.



Figura 5.10 - Eficiência de separação - sem espumante nova curva



Figura 5.11 – Índice de seletividade – sem espumante nova curva



Figura 5.12 - Recuperação Mássica - sem espumante nova curva



Figura 5.13 - Recuperação do Fe - sem espumante nova curva



Figura 5.14 - Percentagem de Fe no Rejeito - sem espumante nova curva



Figura 5.15 – Teor de SiO₂ no concentrado – sem espumante nova curva

Assim, a curva gerada pela junção dos dados novos com os antigos será utilizada como base de dados para os estudos desta tese.

5.2 Segunda fase - Estudo de Novos Espumantes

5.2.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada

A amostra utilizada nos testes em bancada para esta fase é a mesma descrita no item 5.1.1.

5.2.2 Testes em Bancada com Espumantes

No estudo realizado no mestrado foram feitos testes com os seguintes reagentes:

- Coletor
 - Flotigam EDA 3
- Depressor
 - Creme de milho Fecomil 101
- Surfatante
 - ➤ Yserol 60
 - Montanol 800
 - ➢ Flotanol D14
 - ➢ Oreprep F-523
 - Benemax 685P

Maiores detalhes sobre os reagentes podem ser consultados nas Tabelas IV.10, IV.11, IV.13 e IV.14.

- Levando-se em conta os resultados obtidos no primeiro estudo foram incluídos no presente trabalho 6 outros reagentes, a saber: Surfatantes
 - > C8
 - ➤ C8-10
 - ➢ BD-029/05
 - ► NALFLOTE® 9837
 - ➢ 01DU133
 - ≻ M-537

Maiores detalhes sobre os reagentes podem ser consultados nas Tabelas IV.10, IV.11, IV.12 e IV.13.

Para cada espumante selecionado nas etapas anteriores foram executados testes em duplicata variando o percentual de substituição de amina por espumante nos níveis de 5%, 10%, 15%, 20% e 30%. Deve-se ressaltar que esta substituição é feita em peso, ou seja, para uma dosagem fixa de 60g/t e uma substituição da amina por espumante em

10%, tem-se 6g/t de espumante e 54g/t de amina. A comparação feita segue o seguinte raciocínio: os resultados dos testes realizados anteriormente somente com a variação da amina são comparados com os testes com substituição de espumantes, ou seja, ao se tomar um resultado do teste em que se variou somente a amina, por exemplo, o teste de 54g/t, este será comparado com o resultado do teste com substituição de espumante que substituiu 10% da amina por espumante (54g/t de amina e 6g/t de espumante). Este tipo de comparação mostra se o espumante realmente tem uma interação com a amina no sentido de aumentar ou diminuir o desempenho do processo de flotação ou ainda pode mostrar que não há interação. O resumo dos resultados dos testes pode ser visto nas Figuras 5.16, 5.17, 5.18, 5.19, 5.20 e 5.21.



Figura 5.16 – Eficiência de separação



Figura 5.17 – Índice de seletividade



Figura 5.18 - Recuperação Mássica



Figura 5.19 - Recuperação do Fe



Figura 5.20 - Percentagem de Fe no rejeito



Figura 5.21 – Teor de SiO₂ no concentrado

Para efeito de comparação, os resultados dos testes feitos com os espumantes estudados no mestrado foram plotados juntamente com os resultados dos testes com os seis novos espumantes.

Outro fator importante para a análise dos resultados foi à construção de duas outras curvas que representam o limite superior e inferior da curva principal sem espumante (curva dos pontos denominados branco). Estas duas curvas foram construídas baseadas no tratamento estatístico de 26 testes de flotação em bancada com a dosagem de 60g/t sem adição de espumante e dos resultados da curva principal sem espumante. Através do tratamento estatístico dos 26 testes de flotação, obteve-se o desvio padrão de cada parâmetro de avaliação da flotação (ex: ES, IS, RM, RFe, etc) e este desvio foi aplicado aos resultados obtidos com a curva principal (ex: ES \pm DSV, IS \pm DSV, etc).

Analisando-se a ES destacam-se dois espumantes: o M9837 que apresentou valores acima do limite superior da curva principal para todas as substituições testadas e o C8 que apresentou valores maiores do que o limite superior da curva principal até a substituição de 20%. Acima desta percentagem os valores ficam entre a curva principal e o limite superior. Os espumantes C8C10 e M537 tiveram seus melhores resultados nas substituições entre 5% e 15% respectivamente. Para as outras substituições os valores ficaram entre a curva principal e o limite superior, com exceção ao teste com 30% de substituição com o espumante M537 que ficou abaixo do limite inferior. Os

reagentes 01 DU133 e BD 029/05 mostraram que para todas as substituições testadas os valores ficaram situados entre a curva principal e o limite superior.

O IS apresentou valores maiores que o limite superior da curva principal para quatro espumantes testados. Para dois deles, C8C10 e BD 29/05, os valores foram maiores do que o limite superior para todas as substituições testadas, para 01 DU133 os valores foram maiores para substituições acima de 15%, para substituições abaixo de 15% os valores se situaram entre a curva principal e o limite superior e para C8 os melhores resultados foram com substituições acima de 10%. Para substituições abaixo de 10% os valores ficaram entre a curva principal e o limite superior. Para M9837 e M537 os melhores resultados foram com substituições de 20% e 15%, respectivamente. Para as outras substituições testadas os valores ficaram entre a curva principal e o limite a curva principal e o limite superior.

Para a RM e a RFe os espumantes M9837 e 01 DU133 apresentaram os melhores resultados, sendo destaque o M9837 que apresentou os maiores valores para todas as substituições testadas. Os reagentes C8, C8C10 e M537 apresentaram-se com valores maiores até 20%, 15% e 15% de substituição respectivamente e substituições maiores que estas com valores entre a curva principal e o limite superior, com exceção ao teste com 30% de substituição com o espumante M537 que ficou abaixo do limite inferior. O espumante BD 029/05 apresentou-se com valores entre a curva principal e o limite superior, porém mais próximos ao limite superior.

Para o teor de ferro no rejeito, pode-se destacar o M9837 que apresentou valores abaixo do limite inferior para todas as substituições testadas. Os reagentes C8 e BD 029/05 mostraram resultados levemente abaixo do limite inferior até 15%. Acima de 15% de substituição os valores situaram-se entre o limite inferior e a curva principal. Para os demais espumantes, C8C10, 01 DU133 e M537, os valores ficaram entre o limite inferior e a curva principal para todas as substituições estudadas, com exceção ao teste com 30% de substituição com o espumante M537, que ficou acima do limite superior.

Os espumantes C8C10 e BD 029/05 ficaram com os teores de SiO₂ no concentrado abaixo do limite inferior para todas as substituições estudadas. Para os espumantes M537, 01 DU133 e C8 os melhores resultados foram aqueles com substituições acima de 10% e o M9837 ficou com valores entre o limite inferior e a curva principal.

Desta forma, pode-se destacar os espumantes C8, M9837 e 01 DU133 que apresentaram recuperações metálicas altas com boa seletividade, com destaque principal para o M9837 que apresentou as maiores recuperações. Os espumantes C8C10, BD 029/05 e M537 mostraram maior seletividade, podendo destacar os espumantes C8C10 e BD 029/05 que apresentaram os melhores resultados, como mostra a Figura 5.22.



Figura 5.22 – Recuperação de Fe versus teor de SiO₂ no concentrado

O efeito do aumento de recuperação significativo vistos nos resultados acima, pode ter sido ocasionado pelos seguintes fatores:

- a. Com a adição de um espumante a estabilidade da camada de espuma é privilegiada, e há uma melhora na drenagem da camada de espuma o que promove também o aumento de recuperação e de seletividade.
- b. Outro aspecto relevante que acontece com a adição do espumante no sistema é a diminuição do diâmetro das bolhas o que pode diminuir o arraste de partículas de hematitas mais finas, promovendo o aumento de recuperação e de seletividade.

5.3 Terceira fase - Estudos de Novas Variáveis

Nesta fase foram estudadas variáveis que pudessem apresentar alguma interferência na interação entre a amina e o espumante.

5.3.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada

A amostra utilizada nos testes em bancada para esta fase é a mesma descrita no item 5.1.1.

5.3.2 Testes em Bancada

A seguir serão apresentados os resultados dos testes flotação realizados em bancada, para cada variável estudada.

Testes com diferentes tipos de aminas

Para que se pudesse verificar a influência do coletor na interação entre aminaespumante, foram feitos testes de flotação com os seis coletores sem adição de espumante na dosagem de 60g/t e 720g/t amido em pH 10,5 e testes com substituição de 15% do coletor por espumante (Montanol 800), com dosagem de coletor (51g/t) mais espumante (9g/t) de 60g/t em pH 10,5. Os resultados dos testes podem ser vistos nas Figuras 5.23, 5.24, 5.25, 5.26, 5.27 e 5.28.



Figura 5.23 – Eficiência de separação – Diferentes aminas



Figura 5.24 – Índice de seletividade – Diferentes aminas



Figura 5.25 - Recuperação Mássica - Diferentes aminas



Figura 5.26 - Recuperação Metálica - Diferentes aminas





Figura 5.27 - % Fe no rejeito – Diferentes aminas

Figura 5.28 – Teor de SiO₂ no concentrado – Diferentes aminas

Para todos os parâmetros de avaliação da flotação (ES, IS, RM, RFe, %Fe no rejeito e teor de SiO₂ concentrado) os coletores EDA 3B, Arosurf MG 70 e Lilaflot 819 M tiveram resultados melhores se comparados aos resultados dos testes sem espumante, com destaque para o Lilaflot 819 que obteve os melhores resultados. O SI 950 apresentou para ES, RFe, RM e teor de Fe no rejeito resultados melhores se comparados com os resultados sem espumante e para IS e teor de SiO₂ no concentrados resultados piores se comparados ao resultados sem espumante.

Verifica-se que o tipo de coletor também é de fundamental importância na interação entre o coletor e o espumante. O coletor que obteve a maior RFe foi uma mistura de etermonoamina de diferentes cadeias (cadeias iguais ou maiores que a do espumante) e diaminas, ou seja, corroborando os resultados obtidos anteriormente onde espumantes com cadeia hidrocarbônica igual ou superior à do coletor apresentaram os melhores resultados.

Este aumento de recuperação também pode ser explicado considerando que, o espumante interage com o coletor formando uma nova estrutura com carga iônica inferior à do coletor e estruturalmente diferente da amina(iônica)-amina(neutra), portanto promovendo uma menor adsorção na superfície da hematita e aumentando a recuperação do sistema de flotação.

O grau de neutralização também se mostrou de suma importância, uma vez que os resultados para o Arosurf MG 70 com 0% neutralização foram significativos.

<u>Testes variando o pH</u>

Para verificar a influência do pH na interação amina (EDA 3B) espumante foram feitos testes de flotação sem adição de espumante com variações de pH entre 8,5 e 11 e testes com espumante (Montanol 800) com 15% de substituição com variações de pH também entre 8,5 e 11. Os resultados dos testes podem ser vistos nas Figuras 5.29, 5.30, 5.31, 5.32, 5.33 e 5.34.



Figura 5.29 – Eficiência de separação – Variação do pH



Figura 5.30 - Índice de seletividade - Variação do pH



Figura 5.31 - Recuperação mássica - Variação do pH



Figura 5.32 - Recuperação de Fe - Variação do pH



Figura 5.33 - %Fe no rejeito - Variação do pH



Figura 5.34 – Teor de SiO₂ no concentrado

Verifica-se através dos resultados apresentados acima, que os melhores resultados para os parâmetros avaliados da flotação foram com os valores de pH mais altos, ou seja, entre pH 10,5 e 11,0 a flotação apresenta-se com melhor desempenho sob a maioria dos parâmetros avaliados.

Este melhor desempenho pode ser explicado devido ao fato de que no pH 10,5 há formação de estruturas amina(iônica)-amina(neutra), com a adição de um espumante, a formação de estruturas do tipo espumante-amina(iônica) seria privilegiada e também haveria formação de estruturas espumante-amina(neutra) diminuindo assim as estruturas do tipo amina(iônica)-amina(neutra), uma vez que estudos anteriores (Marsden and Schulman, apud Leja 1989) mostraram que as interações de surfatantes são mais

efetivas com grupos polares diferentes e interações íon-dipolo são mais eficientes. Isso levaria a uma possível diminuição de adsorção desses complexos na superfície da hematita, aumentando a recuperação.

Os testes de flotação com adição de espumante obtiveram melhores resultados em pH acima de 9, exceto para o IS em que os resultados dos testes sem espumante foram melhores. Quanto aos teores de SiO_2 no concentrado, os resultados com e sem espumante em pH 10,5 ficaram próximos. Para os resultados em valores de pH 9; 9,5; 10 e 11, os testes sem espumante foram melhores.

É importante destacar que os resultados dos testes com espumante em pH 8,5 apresentaram-se melhores do que os sem espumante para todos os parâmetros de avaliação da flotação (ES, IS, RM, RFe, teor de Fe no rejeito e teor de SiO₂ no concentrado), porém com a diminuição do pH a diferença entre os resultados dos testes com e sem espumante diminui consideravelmente, quase se igualando em pH 8,5.

O desempenho menos significativo do espumante em pH 8,5, indica que a interação entre a amina(neutra) e o espumante também é de suma importância, uma vez que neste pH a concentração da amina(neutra) é reduzida.

<u>Testes de flotação com a adição de coletor e espumante em uma única solução ou em</u> <u>soluções separadas e testes de flotação com variação da concentração</u>

Os testes realizados nesta etapa têm como objetivo avaliar se a forma de preparar as soluções de amina e espumante apresenta algum impacto na interação aminaespumante. Os testes de flotação foram realizados com a dosagem de 60g/t com substituição de 15% de amina(EDA 3B) por espumante(Montanol 800). Os resultados dos testes de flotação podem ser vistos nas Figuras 5.35, 5.36, 5.37, 5.38, 5.39 e 5.40.



Figura 5.35 - Eficiência de separação - Forma de preparação da solução



Figura 5.36 - Índice de seletividade - Forma de preparação da solução



Figura 5.37 - Recuperação mássica - Forma de preparação da solução



Figura 5.38 - Recuperação metálica - Forma de preparação da solução



Figura 5.39 - % Fe no rejeito - Forma de preparação da solução



Figura 5.40 – Teor de SiO₂ no concentrado – Forma de preparação da solução

Com relação à concentração da solução, verifica-se através dos resultados apresentados acima que concentrações mais diluídas apresentam resultados melhores.

Ao se comparar a preparação da solução feita com o coletor e o espumante em uma única solução ou em soluções separadas, verifica-se que os resultados dos testes cujos reagentes foram preparados em uma mesma solução foram melhores para a maioria dos parâmetros analisados.

Portanto, mostrando que quando esta interação é facilitada seja por soluções mais diluídas e a preparação conjunta os resultados são melhores, devido ao fato de que, a interação do espumante com o coletor promove uma adsorção mais efetiva na superfície do quartzo, promovendo uma maior hidrofobicidade da mesma, assim podendo aumentar a seletividade. (ver Vidyadhar et al. (2002))

Testes com o aumento de temperatura na preparação da solução

Outra variável relacionada à forma de preparação da solução é a temperatura. Nesta etapa foram avaliadas diferentes temperaturas na preparação da solução que foi feita com amina (EDA 3B) e o espumante (Montanol 800) juntos em concentração de 1% p/v. Os testes de flotação foram realizados com a dosagem de 60g/t com substituição de

15% de amina por espumante. Os resultados dos testes de flotação podem ser vistos nas Figuras 5.41, 5.42, 5.43, 5.44, 5.45 e 5.46.



Figura 5.41 - Eficiência de separação - Variação da temperatura



Figura 5.42 – Índice de seletividade – Variação da temperatura



Figura 5.43 - Recuperação mássica - Variação da temperatura



Figura 5.44 - Recuperação metálica - Variação da temperatura



Figura 5.45 - % Fe no rejeito – Variação da temperatura



Figura 5.46 – Teor de SiO₂ no concentrado – Variação da temperatura

Verifica-se que em temperaturas de preparação de soluções mais elevadas a ES, RM, RFe e %Fe no rejeito apresentam os melhores resultados e em temperaturas menores o IS e o teor de SiO_2 no concentrado apresentam os melhores resultados, ou seja, em temperaturas de preparação mais elevadas os testes apresentam-se com recuperações maiores e em temperaturas de preparação mais baixas eles são mais seletivos.

Mistura dos dois reagentes (coletor e espumante)

Nesta etapa foi avaliada a possibilidade de receber os reagentes já misturados antes da sua solubilização, no caso EDA 3B / Montanol 800 e EDA 3B/ Benewet 685P (Benemax). Para tanto, foram feitas misturas dos reagentes no mesmo estado em que eles são fornecidos pelos fornecedores, ou seja, sem qualquer alteração do seu estado original. Os testes foram feitos com os surfatantes Montanol 800 e Benewet 685P (Benemax), com substituição de amina por espumante de 30%, por representar o maior percentual testado. Os resultados dos testes podem ser vistos nas Figuras 5.47, 5.48, 5.49, 5.50, 5.51 e 5.52.



Figura 5.47 – Eficiência de separação – Mistura "in natura"



Figura 5.48 – Índice de seletividade - Mistura "in natura"



Figura 5.49 - Recuperação mássica - Mistura "in natura"



Figura 5.50 - Recuperação metálica - Mistura "in natura"



Figura 5.51 - % Fe no rejeito - Mistura "in natura"



Figura 5.52 – Teor de SiO₂ no concentrado - Mistura "in natura"

Os resultados acima mostram que os espumantes Benemax e Montanol 800 podem ser misturados com EDA 3B, tal qual são fornecidos, sem que haja prejuízo ao desempenho da flotação, indicando então que os reagentes estudados são miscíveis.

É importante ressaltar que este fator é de suma importância no caso de uma aplicação industrial, o que implicaria na determinação da forma em que estes reagentes poderão ser recebidos na área industrial.

5.4 Quarta fase - Estudos de Aplicação Industrial para a Instalação de Tratamentos de Minérios de Vargem Grande (ITMVGR)

Como já foi dito anteriormente, nesta quarta fase os estudos foram divididos em testes de laboratório, testes em escala piloto e testes industriais, a seguir serão apresentados detalhadamente cada etapa.

5.4.1 Amostra Utilizada nos Testes em Bancada

A amostra utilizada nos testes de bancada foi uma amostra da pilha de alimentação da instalação de tratamentos de minérios de VGR. Os resultados de análise química por faixa granulométrica desta amostra podem ser vistos na Tabela V.2.

Peneira	%Retida	Teores								
mm	Simples	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Р	Mn	CaO	MgO	TiO ₂	PPC
Cabeça Analisada										
Cabeça Calculada		64,48	4,30	1,64	0,063	0,045	0,011	0,016	0,082	1,80
+12,50 mm	16,95%	66,99	1,82	1,09	0,048	0,010	0,011	0,011	0,040	1,25
-12,50 +6,35 mm	11,80%	67,13	1,63	1,07	0,04	0,01	0,01	0,01	0,04	1,32
-6,35 +1,00 mm	25,12%	66,74	2,12	1,05	0,049	0,02	0,010	0,011	0,049	1,43
-1,00 +0,15 mm	10,79%	65,14	3,91	1,16	0,060	0,03	0,010	0,010	0,067	1,77
+0,038 mm	9,49%	57,85	15,39	0,99	0,047	0,029	0,010	0,012	0,064	1,25
+0,009 mm	19,06%	65,63	4,23	0,77	0,038	0,023	0,011	0,011	0,068	0,95
-0,009 mm	6,79%	50,27	8,57	10,25	0,282	0,387	0,024	0,083	0,462	8,62
-6,35 +0,15 mm	35,91%	66,26	2,66	1,09	0,053	0,023	0,010	0,011	0,054	1,53
-0,15 +0,009 mm	28,54%	63,04	7,94	0,84	0,041	0,025	0,010	0,011	0,067	1,05

Tabela V.2 – Distribuição granulométrica e análise química por faixa
A alimentação da flotação que seria a fração -0,15 + 0,009 mm está com teor de SiO₂ de 7,94% e Al₂O₃ de 0,84%.

A distribuição granulométrica e análise química mais detalhada podem ser vista no Anexo 01.

A amostra então foi peneirada para que se pudesse obter a fração -0,15 mm. Esta fração foi deslamada, utilizando para tal uma deslamagem em cuba, o resultado desta deslamagem pode ser visto na Tabela V.3.

Partição em M	lassa	Teores por Faixa (%)					Distribuição dos Elementos (%)				
Huxo	%	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Р	PPC	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Р	PPC
Cab. analis		60,59	8,06	2,65	0,087	2,503					
Cab. calcul.	100,00	61,29	7,99	2,35	0,074	2,288					
Deslamado	81,66	63,77	7,85	0,58	0,027	0,865	84,9 5	80 ,31	20,08	30,16	30,88
Lama	18,34	50,27	8,57	10,25	0,282	8,620	15, 0 5	19,69	79,92	69,84	69,12

O deslamado foi a amostra utilizada para a realização dos testes de flotação em bancada. A amostra está com teores de SiO₂ e Al₂O₃ dentro dos limites praticados pela ITMVGR.

Os resultados da deslamagem em bancada mostraram um corte em 0,012 mm devido à retirada maior de massa nas lamas.

5.4.2 Amostra Utilizada nos Testes Piloto

A amostra utilizada nos testes piloto foi coletada na instalação de tratamento de minérios de Vargem Grande, constituindo-se uma alíquota do fluxo de alimentação da flotação (já deslamado industrialmente e antes da adição de qualquer reagente). A análise química desta amostra pode ser vista na Tabela V.4.

Teores (%)								
Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Р	Mn	PPC			
63,13	7,21	1,02	0,040	0,127	1,15			

Tabela V.4 – Análise química da alimentação da planta piloto VGR

A amostra apresenta-se com SiO₂ de 7,21% e Al₂O₃ de 1,02%, a SiO₂ está com o teor característico praticado na ITMVGR e a Al₂O₃ está dentro do limite aceitável.

5.4.3 Testes em Bancada

Tendo como base os estudos relatados acima, foram feitos testes de flotação com seguintes surfatantes:

- Montanol 800;
- Yserol 60;
- Benewet 685P.

Para cada espumante selecionado nas etapas anteriores foram feitos testes variando o percentual de substituição de amina por espumante nos níveis de 10%, 15%, 20% e 30%. Deve-se ressaltar que esta substituição é feita em peso, ou seja, para uma dosagem fixa de 40g/t e uma substituição da amina por espumante em 10%, têm-se 4g/t de espumante e 36g/t de amina. A comparação feita segue o seguinte raciocínio: os resultados dos testes realizados anteriormente somente com a variação da amina são comparados com os testes com substituição de espumantes, ou seja, ao se tomar um resultado do teste em que se variou somente a amina, por exemplo, o teste de 36g/t este será comparado com o resultado do teste com substituição de espumante que substituiu 10% da amina por espumante (36g/t de amina e 4g/t de espumante). Este tipo de comparação mostra se o espumante realmente tem uma interação com a amina no sentido de aumentar ou diminuir o desempenho do processo de flotação ou ainda pode mostrar que não há interação. O resumo dos resultados dos testes pode ser visto nas Figuras 5.53, 5.54, 5.55, 5.56, 5.57 e 5.58.



Figura 5.53 - Eficiência de separação - Vargem Grande



Figura 5.54 – Índice de seletividade – Vargem Grande



Figura 5.55- Recuperação Mássica - Vargem Grande



Figura 5.56 - Recuperação metálica - Vargem Grande



Figura 5.57 – Percentagem de Fe no rejeito – Vargem Grande



Figura 5.58 – Teor de SiO2 no concentrado – Vargem Grande

Para a ES, pode-se destacar o Montanol 800 que apresentou os melhores resultados, os valores ficaram acima da curva sem espumante até substituições de 20%. Para o Benewet 685P os valores mantiveram-se próximos aos da curva sem espumante até 15% de substituição. Com o Yserol 60 bons resultados não foram alcançados.

O IS apresentou-se com bons resultados para dois dos surfatantes testados, que são o Montanol 800 e Benewet 685P, com destaque para o Montanol 800 que obteve bons resultados para todas as substituições testadas. O Benewet 685P mostrou bons resultados até substituições de 15%. Para o Yserol 60 os valores foram bons até 10% de substituição.

Em termos de RM e de RFe também se destacam o Montanol 800 e o Benewet 685P, novamente com maior destaque para o Montanol 800 que apresenta valores acima da curva sem espumante para todas as substituições testadas e o Benewet 685P com bons resultados até substituições de 15%. Para o Yserol 60 os valores não foram bons, ficando abaixo da curva sem espumante para todas as substituições testadas.

Para a % Fe no rejeito o Montanol 800 produziu bons resultados para todas as substituições testadas e o Benewet 685P apresentou-se com bons resultados com substituições de até 15% e o Yserol 60 não obteve bons resultados.

Os teores de SiO₂ do concentrado foram bons para todos os surfatantes testados.

Portanto, podem-se destacar dois surfatantes: o Montanol 800 e o Benewet 685P, sendo que o Montanol 800 apresentou bons resultados para todos os níveis de substituição testados e o Benewet 685P apresentou bons resultados para substituições de até 15%. Estes resultados confirmam os resultados obtidos com a amostra do item 5.1.1.

A seguir serão apresentados os resultados dos testes com pH 9,5 para substituição de amina por espumante de 10%. Os testes foram feitos para os três surfatantes estudados acima. O resultado dos testes pode ser visto nas Figuras 5.59, 5.60, 5.61, 5.62, 5.63, 5.64, 5.65, 5.66, 5.67, 5.68, 5.69, 5.70, 5.71, 5.72 e 5.73.



Figura 5.59 - Eficiência de separação - Vargem Grande - Efeito pH - Montanol 800



Figura 5.60 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Montanol 800



Figura 5.61 - Recuperação mássica - Vargem Grande - Efeito pH - Montanol 800



Figura 5.62 - Recuperação metálica - Vargem Grande - Efeito pH - Montanol 800



Figura 5.63 - %Fe no rejeito - Vargem Grande - Efeito pH - Montanol 800



Figura 5.64 - Eficiência de separação - Vargem Grande - Efeito pH - Yserol 60



Figura 5.65 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60



Figura 5.66 – Recuperação mássica – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60



Figura 5.67 - Recuperação metálica - Vargem Grande - Efeito pH - Yserol 60



Figura 5.68 – %Fe no rejeito – Vargem Grande – Efeito pH – Yserol 60



Figura 5.69 - Eficiência de separação - Vargem Grande - Efeito pH - Benewet 685P



Figura 5.70 – Índice de seletividade – Vargem Grande – Efeito pH – Benewet 685P



Figura 5.71 - Recuperação mássica - Vargem Grande - Efeito pH - Benewet 685P



Figura 5.72 - Recuperação metálica - Vargem Grande - Efeito pH - Benewet 685P



Figura 5.73- %Fe no rejeito - Vargem Grande - Efeito pH - Benewet 685P

Os testes com pH 9,5 não obtiveram bons resultados para a maioria dos parâmetros de avaliação da flotação comparados aos testes com pH 10,5, exceto para os teores de SiO₂ no concentrado que variaram de 0,38% a 0,46% que estão dentro faixa dos valores com pH 10,5. Estes resultados corroboram os resultados do item 5.3.2 (testes variando pH).

Os testes em escala piloto foram feitos com células mecânicas Denver de 40L e utilizando o espumante Montanol 800 com dosagem de 45g/t e pH10,5 nas substituições de 15%, 20% e 30%. Os resultados dos testes podem ser vistos nas Tabelas V.5 e V.6 e Figuras 5.74, 5.75, 5.76 e 5.77.

				A	Alimentação	0					
Teste	%Fe	% SiO ₂	%Al ₂ O ₃	% P	% Mn	%CaO	% MgO	% TiO₂	%PPC		
1 0%esp	62,9	7,19	1,00	0,036	0,127	0,010	0,010	0,143	1,131		
2 15%esp	63,2	7,16	1,04	0,039	0,128	0,010	0,010	0,144	1,136		
3 20%esp	63,2	7,29	0,98	0,036	0,122	0,010	0,012	0,140	1,210		
4 30%esp	63,1	7,10	1,01	0,037	0,130	0,010	0,011	0,144	1,164		
	Concentrado										
Teste	%Fe	%SiO₂	%Al ₂ O ₃	%P	% Mn	%CaO	% MgO	% TiO₂	%PPC		
1 0%esp	67,7	1,37	0,67	0,033	0,081	0,010	0,010	0,141	0,960		
2 15%esp	67,2	1,86	0,65	0,034	0,088	0,010	0,010	0,143	0,910		
3 20%esp	67,2	1,87	0,66	0,033	0,091	0,010	0,010	0,136	1,050		
4 30%esp	66,5	3,24	0,63	0,032	0,083	0,010	0,010	0,140	0,990		
					Rejeito						
Teste	%Fe	%SiO₂	%Al ₂ O ₃	% P	% Mn	%CaO	% MgO	% TiO₂	%PPC		
1 0%esp	49,5	23,43	1,92	0,045	0,253	0,010	0,010	0,150	1,659		
2 15%esp	45,6	30,67	2,78	0,059	0,309	0,014	0,013	0,163	2,074		
3 20%esp	42,4	35,78	2,67	0,048	0,275	0,011	0,030	0,160	2,020		
4 30%esp	47,5	24,86	2,72	0,058	0,358	0,010	0,023	0,164	2,096		

Tabela V.5 – Teores da Planta Piloto Alimentação, Concentrado e Rejeito

Tabela	V.6 -	Parâmetros	de	ava	liaç	ao
--------	-------	------------	----	-----	------	----

		Resul	tados	Dele	eção	Re			IS			
	Teste	RFe	RM	DSiO ₂	DAI ₂ O ₃	ReFe	ReSiO ₂	ReAl ₂ O ₃	ReP	ISFe -SiO ₂	ISFe - Al ₂ O ₃	ES
1	0%esp	79,24%	73,61%	85,96%	50,74%	1,08	0,19	0,67	0,92	4,83	1,98	56,35
2	15%esp	86,74%	81,63%	78,75%	48,89%	1,06	0,26	0,63	0,89	4,92	2,50	52,72
3	20%esp	89,29%	84,02%	78,46%	43,45%	1,06	0,26	0,67	0,93	5,51	2,53	54,23
4	30%esp	86,53%	82,13%	62,58%	48,32%	1,05	0,46	0,63	0,87	3,28	2,45	45,32



Figura 5.74 – Recuperação mássica, metálica, deleção da SiO_2 e deleção da Al_2O_3 – Planta piloto



Figura 5.75 – Eficiência de separação e Índice de seletividade – Planta piloto



Figura 5.76 - %Fe no rejeito - Planta piloto



Figura 5.77 –SiO₂ concentrado/ SiO₂ alimentação x RFe – Planta piloto

Verifica-se que os melhores resultados foram com substituições de 15% e 20%, sendo que a substituição de 20% foi a que apresentou o melhor resultado.

Para a substituição de 20%, verifica-se que a recuperação mássica e metálica ficou muito maior do que os valores encontrados para o teste sem espumante, respectivamente 84,02%, 89,29% e 73,61%, 79,24%. Os índices de seletividade ferro-sílica e ferro-alumina para o teste com 20% de substituição também ficaram maiores do que os valores do teste sem espumante.

A %Fe no rejeito para o teste com 20% de substituição foi o que apresentou o melhor resultado se comparado com os outros testes. Por outro lado teor de sílica no concentrado cresceu com o aumento da quantidade de espumante adicionada.

A Figura 5.77 mostra os resultados de ReSiO_2 versus RFe para todos os dados. Para o teste sem espumante e para os testes com 15% e 20% de substituição, verifica-se que na curva dos dados com 15% e 20% de substituição numa razão de enriquecimento de 0,19 a mesma apresentada para o teste sem espumante, tem-se uma recuperação metálica de 84,89% e para o teste sem espumante 79,24%. O que indica que este resultado poderia ser obtido com um percentual de substituição mais baixo, entre 5% a 10%.

5.4.5 Testes Industriais

Os testes industriais foram feitos na instalação de tratamento de minérios de VGR e se dividiram em duas etapas:

- Primeira etapa foram feitos testes com uma eteramina com neutralização de 20% (Tomah) no período de Abril-Maio/2006 e o espumante Montanol 800;
- Segunda etapa foram feitos testes com uma eteramina com neutralização de 30% (EDA 3B) no período de Agosto-Setembro/2006;

5.4.5.1 Primeira Etapa

Os resultados dos testes da primeira etapa podem ser vistos nas Figuras 5.78, 5.79, 5.80, 5.81 e 5.82 e Tabelas V.7 e V.8.



Figura 5.78 - Teor de SiO₂ no concentrado versus teor de SiO₂ na alimentação -

ITMVGR



Figura 5.79 - Recuperação metálica versus SiO2 na alimentação - ITMVGR



Figura 5.80 - Recuperação metálica versus SiO2 no concentrado



Figura 5.81 - Eficiência de separação versus coeficiente de separação - ITMVGR



Figura 5.82 – Deleção de SiO₂ versus Recuperação metálica – ITMVGR

		Alimentação								
Média	%Fe	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%P	%Mn					
Sem espumante	64,92	5,04	0,81	0,030	0,075					
10% subst	65,43	4,91	0,82	0,038	0,084					
20% subst	64,83	5,08	0,94	0,034	0,058					
	Concentrado									
Média	%Fe	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%P	%Mn					
Sem espumante	67,63	1,40	0,76	0,032	0,072					
10% subst	67,74	1,46	0,68	0,032	0,078					
20% subst	67,44	1,39	0,93	0,037	0,058					
			Rejeito							
Média	%Fe	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%P	%Mn					
Sem espumante	58,49	13,14	1,19	0,032	0,127					
10% subst	54,15	19,15	1,35	0,036	0,162					
20% subst	59,44	12,07	1,23	0,037	0,105					

Tabela V.7 – Média dos resultados do período Abril-Maio ITMVGR

Tabela V.8 - Média dos parâmetros de avaliação da flotação - Abril-Maio ITMVGR

	Resultados		Deleção		Re				I		
Média	RFe	RM	DSiO ₂	DAl ₂ O ₃	ReFe	ReSiO ₂	ReAl ₂ O ₃	ReP	ISFe -SiO ₂	ISFe - Al ₂ O ₃	ES
Sem espumante	67,96%	65,22%	79,93%	45,13%	1,04	0,30	0,84	1,00	3,39	1,39	37,76
Com Espuamante	74,77%	72,01%	75,89%	38,18%	1,04	0,32	0,86	1,00	3,81	1,48	40,68
10% subst	80,78%	77,82%	73,55%	34,50%	1,04	0,33	0,83	0,98	4,16	1,60	44,96
20% subst	63,62%	61,21%	80,22%	45,02%	1,04	0,29	0,90	1,02	3,16	1,25	32,73

Os testes foram realizados com substituições de 10% e 20% de amina por espumante (Montanol 800). Verifica-se que os resultados dos testes com 10% de substituição foram os que apresentaram os melhores resultados.

Os teores de SiO_2 no concentrado ficaram próximos para os testes com e sem espumante.

Os teores de Al_2O_3 no concentrado foram melhores para os testes com substituições de 10% de amina por espumante. Os testes com substituições de 20% ficaram piores do que os testes sem espumante.

Para a RFe os valores foram muito melhores para os testes com 10% do que com a substituição de 20% e os testes sem espumante, ou seja, para um mesmo teor de SiO_2 no concentrado as recuperações metálicas ficaram muito maiores para o teste com substituição de 10%.

A ES e CS também ficaram maiores para os testes com substituições de 10% e os testes com substituições de 20% e sem espumante os valores mostraram-se próximos. O mesmo pode se dizer do IS.

Assim, comparando-se a média dos resultados tem-se uma RFe para os testes sem espumante de 67,96% e para os testes com 10% de substituição 80,78%, portanto uma diferença de 12,82% com o mesmo teor de SiO_2 no concentrado.

O tratamento estatístico dos resultados apresentados acima, mostrados nas Figuras 5.83 e 5.84, analisa a SiO₂ na alimentação versus a média \pm o desvio padrão e a RFe versus a média \pm o desvio padrão, confirmam os resultados acima em termos estatísticos, ou seja, os teores de SiO₂ na alimentação estão dentro de uma mesma faixa de variação com médias muito próximas e a RFe apresenta-se com um deslocamento da média e com a faixa de variação também deslocada. Portanto, o aumento de RFe é estatisticamente significativo e os teores de SiO₂ na alimentação são comparáveis.



Figura 5.83 – SiO₂ alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)



Figura 5.84 - RFe versus média $\pm DV$ (Desvio padrão)

5.4.5.2 Segunda Etapa

Os resultados dos testes da segunda etapa podem ser vistos nas Figuras 5.85, 5.86, 5.87, 5.88 e 5.89 e a Tabela V.9.



Figura 5.85 – Teor de SiO₂ no concentrado versus teor de SiO₂ na alimentação – ITMVGR 2^a etapa



Figura 5.86 – Recuperação metálica versus SiO2 na alimentação – ITMVGR 2ª etapa



Figura 5.87 - Recuperação metálica versus SiO2 no concentrado - ITMVGR 2ª etapa



Figura 5.88 – Eficiência de separação versus coeficiente de separação – ITMVGR 2ª etapa



Figura 5.89 – Deleção de SiO₂ versus Recuperação metálica – ITMVGR 2ª etapa

Descrição Mé	dia	sem espurmante	Espumante 5% substituição	Espumante 10% substituição	Espumante 20% substituição
0	% Fe	62.32	61.03	62 32	63 28
açã	%SiO ₂	8,55	9,90	8,48	7,23
ente	%Al ₂ O ₃	0,75	0,94	0,79	0,70
<u>ä</u>	%P	0,036	0,039	0,041	0,038
A	%Mn	0,090	0,060	0,089	0,070
8	% Fe	67,53	66,97	66,96	67,27
rac	%SiO ₂	1,30	1,71	1,92	1,69
ent	%Al ₂ O ₃	0,74	0,94	0,77	0,71
ouc	%P	0,041	0,044	0,045	0,043
ŭ	%Mn	0,088	0,057	0,086	0,070
	% Fe	55,83	50,13	56,70	58,95
2	%SiO ₂	17,19	24,51	15,66	12,77
ejei	%Al ₂ O ₃	0,93	1,23	1,03	0,93
ž	%P	0,036	0,038	0,041	0,042
	%Mn	0,118	0,087	0,139	0,103
Pagultadag	RFe	53,02%	66,75%	53,72%	51,96%
Resultados	RM	49,03%	61,11%	50,10%	48,91%
	DSiO ₂	91,60%	87,45%	86,74%	87,03%
Deleção		56,05%	44,19%	55,90%	56,66%
	ReFe	1,09	1,10	1,08	1,06
	ReSiO ₂	0,16	0,20	0,24	0,26
	ReAl ₂ O ₃	0,90	0,91	0,87	0,89
Re	ReP	1,06	1,06	1,05	1,04
	ISFe-SiO ₂	4,14	4,54	3,14	2,97
IS	ISFe - Al ₂ O ₃	1,24	1,34	1,28	1,26
E	S	36,83	44,61	33,32	31,58

Tabela V.9 – Média dos dados – ITMVGR 2ª etapa

Os testes de flotação desta etapa foram feitos com substituições de 5%, 10% e 20%. Os melhores resultados obtidos foram os com substituição de 5%.

Os teores de SiO_2 no concentrado para os testes sem espumante ficaram com valores menores se comparados com os testes com substituições de 5% de amina por espumante.

Para a Al₂O₃ os valores ficaram próximos para todos os testes realizados.

A RFe para os testes com substituição de 5% ficaram muito maiores do que os resultados dos testes com substituições de 10%, 20% e os testes sem espumante, ou seja, para um mesmo teor de SiO_2 no concentrado têm-se recuperações de ferro mais altas para os testes com 5% de substituição.

A ES e CS ficaram com valores próximos para todos os testes realizados, porém com valores um pouco maiores para os testes com 5% de substituição. O mesmo pode se dizer do IS.

Os valores de deleção de SiO_2 também ficaram próximos para os testes com substituições de 5% e sem espumante.

O tratamento estatístico dos resultados apresentados acima, mostrados nas Figuras 5.90 e 5.91 abaixo, analisa a SiO₂ na alimentação versus a média \pm o desvio padrão e a RFe versus a média \pm o desvio padrão, mostra uma diferença dos teores de SiO₂ na alimentação dos dados com 5% de substituição comparados com os dados sem espumante, com um deslocamento da faixa de variação e das médias para um valor maior e a RFe apresenta-se com um deslocamento da média e com a faixa de variação também deslocada. Portanto, o aumento de RFe é estatisticamente significativo.



Figura 5.90 – Teor de SiO₂ da alimentação versus média ± DV(Desvio padrão)



Figura 5.91 – RFe versus média \pm DV(Desvio padrão)

As Tabelas V.10 e V.11 apresentam os resultados médios dos testes, com algumas alterações, para que seja possível avaliá-los melhor. Na Tabela V.10 dos testes sem espumante selecionaram-se aqueles que apresentassem uma alimentação mais próxima dos testes com substituições de 5%. Na Tabela V.11 foram selecionados os testes com substituições de 5%, 10% e 20% que apresentassem teor de SiO2 no concentrado próximo aos valores dos testes sem espumante.

Descrição		sem espurnante	Espurnante 5%	Espurnante 10%	Espurnante 20%
Mé	dia		substituição	substituição	substituição
, og	%Fe	61,31	61,03	62,32	63,28
açê	%SiO ₂	9,96	9,90	8,48	7,23
nem	%Al ₂ O ₃	0,76	0,94	0,79	0,70
lim	% P	0,036	0,039	0,041	0,038
A	%Mn	0,091	0,060	0,089	0,070
do	%Fe	67,48	66,97	66,96	67,27
tra	%SiO ₂	1,40	1,71	1,92	1,69
cent	%Al ₂ O ₃	0,74	0,94	0,77	0,71
Ŭ Ŭ	% P	0,041	0,044	0,045	0,043
ပ	%Mn	0,088	0,057	0,086	0,070
	%Fe	54,90	50,13	56,70	58,95
to to	%SiO ₂	18,52	24,51	15,66	12,77
ejei	%Al ₂ O ₃	0,92	1,23	1,03	0,93
Ř	%P	0,035	0,038	0,041	0,042
	%M n	0,111	0,087	0,139	0,103
Decultoria	RFe	48,33%	66,75%	53,72%	51,96%
Resultados	RM	43,95%	61,11%	50,10%	48,91%
	DSiO ₂	93,42%	87,45%	86,74%	87,03%
Deleção		60,69%	44,19%	55,90%	56,66%
	ReFe	1,10	1,10	1,08	1,06
	ReSiO ₂	0,15	0,20	0,24	0,26
	ReAl ₂ O ₃	0,90	0,91	0,87	0,89
Re	ReP	1,09	1,06	1,05	1,04
	ISFe -SiO ₂	4,22	4,54	3,14	2,97
IS	ISFe - Al ₂ O ₃	1,24	1,34	1,28	1,26
E	S	35,66	44,61	33,32	31,58

Tabela V.10 – Média dos dados com alteração da SiO_2 da alimentação dos testes sem

espumante – ITMVGR 2ª etapa

Tabela V.11 – Média dos dados com alteração da SiO $_2$ do concentrado dos testes com

Descrição Mé	dia	sem espumante	Espurnante 5% substituição	Espurnante 10% substituição	Espumante 20% substituição
0	%Fe	62,32	61,63	62,71	63,32
açã	%SiO ₂	8,55	9,28	7,95	7,21
ent	%Al ₂ O ₃	0,75	0,92	0,77	0,70
Ē	%P	0,036	0,038	0,041	0,039
A	%M n	0,090	0,059	0,086	0,071
ę	%Fe	67,53	67,28	67,43	67,54
trac	%SiO ₂	1,30	1,33	1,30	1,32
sent	%Al ₂ O ₃	0,74	0,91	0,74	0,70
ouc	%P	0,041	0,044	0,047	0,044
ŭ	%M n	0,088	0,055	0,083	0,071
	%Fe	55,83	50,29	58,39	59,20
to to	%SiO ₂	17,19	24,36	13,14	12,61
ejei	%Al ₂ O ₃	0,93	1,24	1,04	0,86
Å	%P	0,036	0,039	0,044	0,041
	%M n	0,118	0,098	0,150	0,097
Beaultadee	RFe	53,02%	67,28%	45,67%	49,97%
Resultados	RM	49,03%	61,92%	42,52%	46,94%
	DSiO ₂	91,60%	88,24%	91,58%	90,27%
Deleção		56,05%	43,73%	63,67%	57,62%
	ReFe	1,09	1,09	1,08	1,07
	ReSiO ₂	0,16	0,18	0,19	0,20
	ReAl ₂ O ₃	0,90	0,91	0,85	0,90
Re	ReP	1,06	1,06	1,05	1,04
	ISFe -SiO ₂	4,14	4,94	3,37	3,29
IS	ISFe - Al ₂ O ₃	1,24	1,37	1,32	1,19
E	S	36,83	45,66	30,43	31,96

espumante – ITMVGR 2ª etapa

Portanto, os testes com 5% de substituição foram os que apresentaram os melhores resultados com RFe muito mais altas para uma mesma SiO_2 no concentrado. Para os testes sem espumante tem-se para um mesmo teor de SiO_2 no concentrado em média uma RFe de 53,02% e para os testes com substituições de 5% tem-se, em média, RFe de 67,28%, representando assim um ganho absoluto de 14,26% na recuperação de ferro.

O tratamento estatístico dos resultados apresentados acima, mostrados nas Figuras 5.92, 5.93, 5. 94 e 5.95, analisa a SiO₂ na alimentação versus a média \pm o desvio padrão e a RFe versus a média \pm o desvio padrão.

Na primeira análise ajustaram-se os dados sem espumante para que os teores de SiO₂ da alimentação ficassem próximos dos valores de SiO₂ na alimentação dos testes com 5% de substituição, como pode ser visto na Figura 5.92. As médias aproximaram-se porém com uma variabilidade maior para os testes com 5% de espumante. A RFe manteve-se com o deslocamento da média se comparado com a média dos resultados sem espumante, confirmando então o aumento de RFe para os testes com 5% de espumante (Figura 5.93).

Na segunda análise foram tratados os dados dos testes com espumante para que os teores de SiO₂ no concentrado ficassem próximos da média dos testes sem espumante. Verifica-se através da figura 5.94 que a média dos teores de SiO₂ da alimentação dos testes sem espumante e dos testes com 5% de substituição ficaram próximos bem como a variabilidade. A média da RFe mantém o mesmo comportamento apresentado anteriormente, ou seja, houve o deslocamento da média dos testes com 5% de espumante com relação a média dos testes sem espumante (Figura 5.95).



Figura 5.92 – Teor de SiO₂ da alimentação versus média \pm DV(Desvio padrão)



Figura 5.93 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)



Figura 5.94 – Teor de SiO₂ da alimentação versus média ± DV(Desvio padrão)



Figura 5.95 – RFe versus média ± DV(Desvio padrão)

5.4.5.3 Análise Final dos Resultados

Os resultados dos testes da primeira etapa foram bons até com substituições de 10% e da segunda etapa com substituições de 5%. Esta diferença pode ser devida ao tipo de amina que foi utilizado em cada etapa, na primeira foi usada uma eteramina com 20% de neutralização, ou seja, com maior quantidade de amina ativa e na segunda etapa uma

eteramina com 30% de grau de neutralização, ou seja, com menor quantidade de amina ativa.

A aplicação industrial na instalação de tratamento de minérios de VGR mostra-se plenamente viável e de fácil aplicação. Na Tabela V.12 e na Figura 5.96, são apresentadas as possibilidades de ganhos para a ITMVGR. Os dados usados como referência foram obtidos no período de Janeiro a Setembro de 2006.

Descrição		sem espumante	com espumante	
Alimentação († × 1000)	Flotação	2.696	2.696	
RM Flotação		61,00%	71,00%	
PRODUÇÃO	PFF	1.644	1.914	
Consumo Específico (g/t)	Surfatante	59,4	59,4	
(%)Substituição de amina po	or espumante		10,00%	
Consumo Específico (g/t)	Amina	59,4	53,5	
Consumo de Reagentes (kg)	Amina	160.121	144.109	
Consumo Específico (g/t)	ESPUMANTE		5,9	
Consumo de Reagentes (kg)	ESPUMANTE		16.012	
PMU (R\$/kg)	Amina	7,59	7,59	
PMU (R\$/kg)	ESPUMANTE		3,79	
Custo de Reagentes (R\$)	Total	1.214.809	1.154.069	
Ganho utilização de espur	nante (R\$)	60.	740	
Valor venda PFF (R	\$/†)	43	,20	
PFF -(Diferença	+)	269	.566	
PFF - R\$ (Diferen	nça)	11.645.234		
Ganho TOTAL utilização de e	spumante (R\$)	11.705.974		

Tabela V.12 – Possibilidades de ganhos na ITMVGR

Considerando-se uma substituição de 10% de amina por espumantes pode-se observar uma economia direta de R\$ 60.740. Quando se considera o aumento de produção de PFF, refletido pelo aumento de recuperação na flotação tem-se uma receita a mais de R\$ 11.705.974. A Figura 5.96 mostra o ganho gerado considerando a economia com o espumante mais a receita gerada adicionalmente com o aumento de PFF para vários percentuais de RM. Utilizou-se a RM para quantificar o volume de massa produzido em cada situação.



Figura 5.96 - Possibilidade de ganhos na ITMVGR

Os estudos apresentados nos itens anteriores mostraram que a utilização de espumante pode promover um aumento na recuperação em massa maior que 10%, desta forma a Figura 5.96 mostra uma variação deste aumento de 0,1% até 10%, ou seja, a variação de ganho sem aumento de recuperação (0,1%) até uma recuperação significativa(10%).

6. CONCLUSÕES

Os resultados comprovaram mais uma vez a interação sinérgica da amina com surfatantes não-iônicos (espumante). Esta interação foi benéfica pela promoção de aumento de recuperação mássica e de recuperação metálica, mantendo-se ou melhorando-se o índice de seletividade do processo.

Quanto ao tipo de espumante pode-se concluir que os espumantes com melhor desempenho foram o C8 (álcool), M9837 (álcool C4-C18, aldeídos e ésteres) e 01 DU133 (informação não disponível), que apresentaram recuperações metálicas altas com boa seletividade, com o destaque maior para o M9837 (álcool C4-C18, aldeídos e ésteres) que apresentou as maiores recuperações. Os espumantes C8C10 (álcool), BD 029/05 (a base de alquil fenol etoxilado) e M537 (informação não disponível) mostraram maior seletividade, podendo-se destacar os espumantes C8C10 (álcool) e BD 029/05 (a base de alquil fenol etoxilado) que apresentaram os melhores resultados.

Os surfatantes que apresentaram os melhores resultados foram os que têm sua estrutura molecular compatível com a da amina testada, seja representado por um único composto como o C8 ou como parte de uma mistura como o M9837.

O tipo de coletor, quanto a estrutura e o grau de neutralização, parece ter uma influência significativa na interação da amina por espumante. Os testes com diamina mostraram uma interação muito significativa com o Montanol 800.

Quanto ao pH os melhores resultados para os parâmetros avaliados da flotação, foram com os valores de pH mais altos, ou seja, entre pH 10,5 e 11,0 a flotação apresenta-se com os melhores resultados.

É importante destacar que, os resultados dos testes com espumante em pH 8,5 apresentaram-se melhores do que os sem espumante para todos os parâmetros de avaliação da flotação (ES, IS, RM, RFe, %Fe no rejeito e Teor de SiO₂ concentrado), entretanto com resultados piores se comparados com os testes com pH 10,5.

Com relação à concentração da solução, verifica-se que concentrações mais diluídas apresentam resultados melhores.

Quanto à preparação da solução, verifica-se que os resultados dos testes cujos reagentes foram preparados em uma mesma solução foram os melhores.

Verifica-se que em temperaturas de preparação de soluções mais elevadas a ES, RM, RFe e %Fe no rejeito apresentam os melhores resultados e em temperaturas menores o IS e o teor de SiO2 no concentrado apresentam os melhores resultados, ou seja, em temperaturas de preparação mais elevadas os testes apresentam-se com recuperações maiores e em temperaturas de preparação mais baixas eles são mais seletivos.

Quanto à mistura "in natura" pode-se concluir que os espumantes Benemax e Montanol 800 podem ser misturados com EDA 3B, tal como fornecidos, sem que haja prejuízo ao desempenho da flotação.

Os testes industriais mostraram que podem ser feitas substituições de até 10% quando a ITMVGR estiver operando com uma eteramina com 20% de neutralização e substituições de até 5% quando a ITMVGR estiver operando com uma eteramina com 30% de neutralização.

A aplicação industrial do uso de espumantes na instalação de tratamentos de minérios de VGR mostra-se plenamente viável e de fácil implantação.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAUJO, A.C.; COELHO, E.M.; SANTANA, A.N. - Ação de Íons de Alumínio na Flotação Catiônica de Quartzo e Hematita. In: ANAIS DO ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA – ABM, Belo Horizonte, MG - 1984. pags. 557-563.

ARAUJO, A.C.; PERES, A.E.C. – Froth Flotation: Relevant Facts and The Brazilian Case - *Série Tecnologia Mineral* – Centro de TecnologiaMineral / CNPq, Rio de Janeiro, 1995.

ARAUJO, A.C.; SOUZA, C.C. – A Influência do Tamanho da Partícula de Lama na Flotação de Minérios de Ferro. In: ANAIS DO II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO – ABM, Ouro Preto, MG - 1999. pags. 73-88.

ARAUJO, A.C.; SOUZA, C.C.; CASTRO, E.B.; REIS, M.P. - Reagentes para a Inibição da Ação Deletéria de Portadores de Alumínio na Flotação Reversa de Minérios de Ferro. In: ANAIS DO II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO – ABM, Ouro Preto, MG - 1999. pags. 151-159.

BALTAR, C.A.M.; OLIVEIRA, J.F. – Interação Polímero-Surfactante e seu Efeito nas Características dos flocos. In: ANAIS DO ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA – ABM, Águas de São Pedro, SP - 1998. pags. 626-643.

CASTRO, E.B. - *Influência de finos na flotação de minérios de ferro: efeitos da granulometria e mineralogia*. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Abril de 2002, 190 pags. Tecnologia Mineral. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas).

CHO, Y.S.; LASKOWSKI, J.S. Effect of Flotation Frothers on Bubble Size and Foam Stability. *Int. J. Miner. Process.* 64(2002). p69–80
COELHO, E. M.; PERES, 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.

CROIZER, R. D; KLIMPEL, R. R. – Frothers: Plant Practice - *Mineral Processing and Extractive Review*, 1989, Vol. 5, 257-279p.

DRZYMAŁA, J.; - Atlas of Upgrading Curves Used in Separation and Mineral Science and Technology. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 40 (2006), 19-29.

FINCH, J. A.; GELINAS, S.; MOYO, P. - Frother-related research at McGill University. *International Journal of Mineral Processing*, 19 (2006) 726–733.

KLIMPEL, R.R. - Selection of Chemical Reagents for Flotation. MULAR, A. L.; BHAPPU, R.B. *Mineral Processing Plant Design*. 2nd Edition. New York, New York: Society of Mining Engineers, 1980. Chapter 25, pags 907-934.

KLIMPEL, R.R; HASEN, R. D.; Capítulo 04 – Chemistry of fines Coal Flotation. In: Mishra, S. e Kimplel, R. R. *Fine Coal Processing*. Noyes Publishing, Park Ridge, New Jersey, 1987, p76-106.

KLIMPEL, R.R; HASEN, R. D.; Capítulo 12 – Espumantes. In: Somasundaran, P. e Moudgil, B. *Reagents in the Mineral Industry*. Marcel Dekker, 1987, New York, p385-409.

KOOPAL, L. K; GOLOUB, T.; KEIZER, A; SIDOROVA, M. P. - The effect of cationic surfactants on wetting, colloid stability and flotation of silica. *Coloid and Surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects* 151, 1999, pags. 15-25.

LASKOWSKI, J. S. - Testing Flotation Frothers. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, V.38, pags13-22, (2004). LASKOWSKI J. S., VURDELA R. M., CASTRO S. H. The Surface Association and Precipitation of Surfactant Species in Alkaline Dodecylamine Hidrocloride Solutions. *Colloids and Surfaces*, Amsterdam, volume 21, páginas 87-100,1986.

LEAL FILHO, L.S.; CHAVES, A.P. – Subsídios à Formulação de Coletores à Base de Eteraminas para a Flotação Catiônica Reversa do Quartzo. *Convênio Fundação Universidade de São Paulo / Hoescht do Brasil – Relatório Técnico 02/95*. São Paulo, Julho de 1995. 36pgs.

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

LEJA J., RAMACHANDRA S. R. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. 2nd ed. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2004. 743 páginas.

LIMA, R. M.F.; BRANDÃO, P. R. G. – Flotabilidade da Hematita e do Quartzo com Alquileteramina na ausência e na presença de Amido(1). In: ANAIS DO II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO – ABM, Ouro Preto, MG - 1999. pags. 172-184.

LIMA, R.M.F.; BRANDÃO, P.R.G. - Flotabilidade da Hematita e do Quartzo com Alquileteramina na Ausência e na Presença de Amido. In: ANAIS DO II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO – ABM, Ouro Preto, MG - 1999. pags. 172-185.

PAPINI, R. M. – *Caracterização e Estudos Fundamentais de Apatita e Minerais Associados em Minério Sílico-Carbonático*. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Abril de 2000, 248 pags. Tecnologia Mineral. (Tese, Doutorado em Engenharia de Minas)

MAPA, P.S.; FERREIRA, V.M.; ABREU, R.G. – Adição Estagiada de Amido na Flotação Mecânica da Samarco Mineração S.A. In: ANAIS DO VI SHMMT / XVII ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA – ABM, Rio de Janeiro, 2001. pags. 522-524;

MELO, F.; LASKOWSKI, J. S. – Fundamental Properties of Flotation Frothers and Their Effect on Flotation. In: CENTENARY OF FLOTATION SYMPOSIUM, BRISBANE, QLD, 6 – 9 June 2005. p 347 – 353.

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. E. O Uso de Aminas Graxas e Seus Derivados na Flotação de Minérios Brasileiros. Curso de Pós-Graduação da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2005, 81 pags. Engenharia de Minas e de Petróleo. (Dissertação, Mestrado em Engenharia)

NGUYEN, A. V.; PHAN, C. M; EVANS, G. M - Effect of the bubble size on the dynamic adsorption of frothers and collectors in flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 79 (2006) 18–2.

PARKS, G. A. Adsorption in the marine environment. *Chemical Oceonography*. 241-308, 1975.

PAVLOVIC, S. – Adsorção de Carboidratos na Superfície dos Minerais Hematita e Quartzo. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Junho de 2002, 224 pags. Tecnologia Mineral. (Tese, Doutorado em Engenharia de Minas).

PERES, A.E.C.; Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia. 16 ed. Recife, 1980.

PERES, A.E.C. Processamento Mineral – Métodos de Concentração. In: ARAUJO, A. C.; PERES, A.E.C.; GIRODO, A. C.; PINTO, C. L. L.; VALADÃO, G. E. S.; SANTOS, G. L. D.; CASTRO, F. L. A.; GALERY, R.; TAVARES, R. P.;ABM. *Minério de Ferro; Processos de Obtenção e sua Utilização na Siderurgia*. Belo Horizonte, 2003. Cap. 6, pags 196-251.

PHAN, C. M.; NGUYEN A. V.; MILLER, J. D.; EVANSA, G. M.; JAMESON, G. J. -Investigations of bubble–particle interactions. *International Journal of Mineral Processing*, 72 (2003) 239–254.

PUGH, R. J. – Experimental Techniques for studying the Structure of Foams and Froths. *Advances in Colloid and Interface Science*, p 239 – 251, 2005.

PUGH, R. J.; RUTLAND, M. W.; MANEV, E.; CLAESSON, P.M. - Dodecylamine collector - pH effect on mica flotation and correlation with thin aqueous foam film and surface force measurements. *Int. J. Miner. Process.* 46, 1996, pags. 245-262.

RAO, K. H.; CHERNYSHOA, I. V. - Mechanism of Coadsorption of long-Chain Alkylamines and Alcohols on silicates. Fourier Transform Spectroscopy and X-ray Photoelectron Spectroscopy Studies . *langmuir 2001*, 17, pags. 2711-2719.

REZENDE; F.E.O. – Método para Determinação da Dosagem de Coletor em Flotação. In: ANAIS DO ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA – ABM, Belo Horizonte, MG - 1984. pags. 89-92;

SAVASSI, O.N.; ALEXANDER, D.J.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E.V. AN Empirical Model For Entrainment In Industrial Flotation Plants. *Minerals Engineering*, Vol. 11, No. 3, pp. 243-256, 1998.

SCHLITT, W.J.; CALLOW, M.I.; KENYEN, V.P.; PIZARRO, R.S. – Mineral Processing. HARTMAN, H. L. SME mining engineering handbook on cd-ROM, Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton, Colorado. 1992, pag 2230-2240.

SHAW, D. J. Introdução à Química dos Colóides e de Superfícies. 1.ed. Tradução: Juergen Heinrich Maar. São Paulo, Edgard Blucher, Ed. Da Universidade de São Paulo, 1975. 185p.

SILVA, R. R. R. - Sistemas de Reagentes Surfatantes na Flotação Catiônica Reversa de Minérios de Ferro. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Outubro de 2004, 206 pags. Tecnologia Mineral. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas)

SILVA, R.V.G - *Efeito da alumina na flotação de um minério misto hematíticoitabirítico da mina do pico*. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Março de 1999, 174 pags. Tecnologia Mineral. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas).

SILVA, R.V.G.; AMARANTE, S.C. – Estudo Alternativo de Reagentes de Flotação – Mina d Pico – Relatório Interno / Minerações Brasileiras Reunidas S.A. Julho, 1996.

SOMASUNDARAN, P.; HUANG, L. - Adsorption/aggregation of surfactants and their mixtures at solid-liquid interfaces . *Advances in Colloid and Interface Science* 88, 2000, *PAGS*. 179-208.

STEVENSON, P. - Hydrodynamic theory of rising foam. International Journal of Mineral Processing, 20 (2007) 282–289.

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

VIDYADHAR, A.; RAO, K. H.; CHERNYSHOVA, I.V. - Mechanisms of aminefeldspar interaction in the absence and presence of alcohols studied by spectroscopic methods. Coloid and Surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects 00, 2002, pags. 1-16.

WILLS, B. A. Froth Flotation. In; WILLS, B. A. *Mineral Processing Technology*. Sixth Edition, Butterwortj-Heinemann, 1997, Oxford , p258-341.

8- DADOS BIOGRÁFICOS DO AUTOR:

RONNEY ROGÉRIO RODRIGUES SILVA nasceu em 4 de março de 1974 em São José do Rio Preto-SP, filho de José Braz da Silva e Romilda Maria Rodrigues Silva. Casado com Lílian Terezinha Camilo Silva, com um filho, Rafael, graduou-se em Engenharia de Minas pela UFMG em dezembro de 2000, onde foi agraciado com o prêmio "Álvaro da Silveira – Medalha de Ouro" por ter obtido o 1º lugar da sua turma, em 2004 foi agraciado com o título de Mestre pela UFMG. Trabalhou como engenheiro de processos, no Centro de Pesquisas da MBR – Minerações Brasileiras Reunidas S.A de 2000 a 2007, atualmente trabalhando como Engenheiro de Processos da Sandwell Engenharia.

9 - ANEXO 01

Peneira	%Retid a	Teores								
mm	Simp les	Fe	SiO 2	AI203	Р	Mn	CaO	MgO	TiO2	PF
Cabeça Analisada										
Cabeça Calculada		64,48	4,30	1,64	0,063	0,045	0,011	0,016	0,082	1,80
31,50	1,44%	68,00	0,85	0,47	0,054	0,010	0,026	0,010	0,016	1,40
19,00	3,56%	68,52	0,72	0,64	0,034	0,010	0,010	0,017	0,063	0,78
25,00	3,61%	65,70	3,04	1,62	0,034	0,010	0,010	0,010	0,014	1,45
12,50	8,34%	66,73	1,93	1,16	0,059	0,010	0,010	0,010	0,046	1,34
+12,50 mm	16,95%	66,99	1,82	1,09	0,048	0,010	0,011	0,011	0,040	1,25
9,50	5,85%	67,10	1,71	1,05	0,041	0,010	0,010	0,012	0,037	1,28
8,00	2,67%	67,41	1,17	1,15	0,046	0,010	0,010	0,016	0,041	1,39
6,35	3,28%	66,95	1,87	1,04	0,047	0,010	0,010	0,010	0,046	1,34
12,50 +6,35 mm	11,80%	67,13	1,63	1,07	0,04	0,01	0,01	0,01	0,04	1,32
4,75	5,15%	67,25	1,64	0,99	0,040	0,012	0,010	0,016	0,052	1,24
3,36	5,99%	67,12	1,67	1,06	0,046	0,011	0,010	0,010	0,043	1,38
2,35	4,67%	66,80	2,06	1,02	0,049	0,017	0,010	0,010	0,046	1,45
1,00	9,32%	66,19	2,70	1,10	0,057	0,028	0,010	0,010	0,052	1,55
-6,35 +1,00 mm	25,12%	66,74	2,12	1,05	0,049	0,02	0,010	0,011	0,049	1,43
0,600	2,90%	65,66	3,32	1,13	0,057	0,028	0,010	0,010	0,053	1,72
0,300	4,08%	65,07	3,97	1,18	0,062	0,037	0,010	0,010	0,069	1,83
0,150	3,82%	64,81	4,28	1,16	0,060	0,036	0,010	0,010	0,076	1,73
-1,00 +0,15 mm	10,79%	65,14	3,91	1,16	0,060	0,03	0,010	0,010	0,067	1,77
-6,35 +0,15 mm	35,91%	66,26	2,66	1,09	0,053	0,023	0,010	0,011	0,054	1,53
0,106	1,95%	63,52	6,53	0,98	0,053	0,030	0,010	0,010	0,066	1,24
0,075	1,70%	60,92	11,21	0,92	0,047	0,027	0,010	0,010	0,063	1,24
0,053	2,62%	56,07	18,00	0,95	0,047	0,027	0,010	0,016	0,063	1,24
0,045	1,36%	53,10	22,16	1,08	0,046	0,032	0,010	0,012	0,066	1,29
0,038	1,84%	55,03	19,91	1,07	0,043	0,029	0,010	0,010	0,065	1,24
+0,038 mm	9,49%	57,85	15,39	0,99	0,047	0,029	0,010	0,012	0,064	1,25
0,0299	1,82%	68,43	1,04	0,47	0,036	0,027	0,017	0,010	0,075	0,78
0,0217	3,48%	65,46	4,47	0,58	0,037	0,025	0,010	0,010	0,062	0,90
0,0164	б,12%	64,72	6,02	0,71	0,036	0,021	0,010	0,012	0,058	0,87
0,0113	5,78%	65,72	3,71	0,87	0,038	0,020	0,010	0,010	0,070	0,96
0,0090	1,86%	65,94	2,68	1,30	0,048	0,030	0,010	0,015	0,102	1,43
+0,009 mm	19,06%	65,63	4,23	0,77	0,038	0,023	0,011	0,011	0,068	0,95
0,15 +0,009 mm	28,54%	63,04	7,94	0,84	0,041	0,025	0,010	0,011	0,067	1,05
-0,009	6,79%	50,27	8,57	10,25	0,282	0,387	0,02	0,083	0,462	8,62

<u>SIGLAS</u>

- Re = Razão de enriquecimento;
- IS = Índice de Seletividade;
- CS = Coeficiente de Separação;
- ES = Eficiência de Separação (relação da quantidade ferro na alimentação e de ferro recuperado, supondo hematita).
- > RM = Recuperação Mássica
- > $RSiO_{2(Rejeito)} = Recuperação de SiO_2 para o Rejeito$
- > $DSiO_2 = Delação de SiO_2$
- DAl₂O₃ = Delação de Al₂O₃

Re = (Teor do elemento na Concentração / Teor do elemento na Alimentação)

IS = $((RFe \times RSiO_{2 (rejeito)})/((100-RFe) \times (100 - RSiO_{2 (rejeito)})))^{1/2}$

 $CS = [(RFe + ReSiO_{2 (rejeito)}) - 100]$

ES = [(RFe – RM) /(100 -teor Fe na Alimentação x 1,429) x100]

RFe= RM x (teor Fe no concentrado/teor de Fe na alimentação)

RM = (Massa do concentrado/massa da alimentação)x100

 $RSiO_2$ (rejeito) = Massa do flutuado x (Teor de SiO₂ no rejeito/Teor de SiO₂ no alimentação)

 $DSiO_2$ = Massa do flutuado x (Teor de SiO_2 no rejeito/Teor de SiO_2 no alimentação)

 DAl_2O_3 = Massa do flutuado x (Teor de Al_2O_3 no rejeito/Teor de Al_2O_3 no alimentação)