

CONTRIBUIÇÃO NO ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO COLETOR AMIDA-AMINA NOS MINERAIS QUARTZO E HEMATITA ATRAVÉS DA TÉCNICA DE POTENCIAL ZETA

CONTRIBUTION TO STUDY OF THE AMIDE-AMINE COLLECTOR INFLUENCE ON QUARTZ AND HEMATITE MINERALS THROUGH ZETA POTENTIAL TECHNIQUE

Maria de Fátima Santos de Lima

Aluno de Graduação da Engenharia de Materiais 5º período
Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Período PIBIC CETEM: outubro 2021 a julho de 2022
fatima-lima2000@hotmail.com

Amanda Soares de Freitas

Orientadora, Engenheira de Minas, M.Sc.
amandaengmine@gmail.com

Elves Matiolo

Coorientador, Engenheiro de Minas, D.Sc.
ematiolo@cetem.gov.br

RESUMO

Éter-aminas primárias e eter-diaminas são os coletores comumente utilizados na flotação catiônica reversa de silicatos/quartzo. De acordo com os estudos recentes, coletores alternativos têm apresentado resultados promissores, aumentando a seletividade de silicatos com a hematita, podendo ser uma alternativa de implementação em escala industrial para ganhos metalúrgicos de teor e recuperação de Fe. Este trabalho tem como objetivo contribuir para a compreensão dos fenômenos de interação-adsorção do coletor catiônico amida amina na superfície dos minerais quartzo e hematita através da técnica de potencial zeta. As medidas de potencial zeta indicaram que a adsorção da amida amina sobre o quartzo ocorre principalmente por atração eletrostática. Já com relação à hematita a adição do coletor não apresentou alterações significativas em sua superfície. Estes resultados reforçam a eficiência de separação do quartzo e hematita por flotação utilizando apenas amida amina como coletor sem adição de depressor.

Palavras-chave: Flotação, potencial zeta, hematita, quartzo, amida amina.

ABSTRACT

Primary ether amines and ether diamines are the collectors commonly used in the reverse cationic flotation of silicates/quartz. According to recent studies, alternative collectors have shown promising results, increasing the selectivity of silicates with hematite, which could be an alternative for implementation on an industrial scale for metallurgical gains in Fe content and recovery. This work aims to contribute to the understanding of the interaction-adsorption phenomena of the amide amine as cationic collector on the surface of quartz and hematite minerals through the zeta potential technique. The zeta potential measurements indicated that the adsorption of the amide amine on quartz occurs mainly by electrostatic attraction. With regard to hematite, the addition of the collector did not present significant changes on its surface. These results reinforce the efficiency of separation of quartz and hematite by flotation using only amide amine as collector without addition of depressant.

Keywords: Flotation, zeta potential, hematite, quartz, amide amine.

1. INTRODUÇÃO

A aplicação mais tradicional de concentração de minérios de ferro no Brasil é a flotação catiônica reversa de silicatos (principalmente quartzo) de minérios hematíticos. Éter-aminas primárias e éter-diaminas são os coletores dominantes desde a década de 1960. Para aumentar a seletividade normalmente é necessário um depressor de hematita, amido de milho e seus derivados, utilizados para aumentar a seletividade em pH alcalino (faixa de 9 a 11) (Araújo et al. 2005).

De acordo com os estudos recentes, coletores alternativos têm apresentado resultados promissores, aumentando a seletividade de quartzo/silicatos com a hematita, podendo ser uma alternativa de implementação em escala industrial para ganhos metalúrgicos de teor e recuperação de Fe (Araújo et al., 2021; Rocha et al. 2021). Por exemplo Matiolo et al. (2020), verificou que, aplicando o coletor amidoamina N-(3-(dimetilamino)propil)-dodecanamida - Flotisor 5530 desenvolvido pela *Clariant*, na flotação catiônica reversa, sem a utilização amido de milho como depressor, foi possível atingir altas recuperações de Fe (> 90%) com teores de Fe de 63%, 3,2% de SiO₂ e 2,5% de Al₂O₃.

Considerando que os coletores alternativos têm apresentado resultados promissores, aumentando a seletividade de quartzo/silicatos com a hematita, podendo ser uma alternativa de implementação em escala industrial, torna-se necessário entender os mecanismos de interação-adsorção deste coletor na superfície dos minerais quartzo e hematita. Com base nesse conhecimento, pode-se melhorar a recuperação e teor de Fe bem como reduzir o volume de rejeitos depositados nas barragens e propor novas abordagens de concentração de Fe em diferentes depósitos.

2. OBJETIVOS

Devido aos bons resultados de processo obtido em escala piloto desenvolvido no CETEM este estudo tem como objetivo contribuir para a compreensão dos fenômenos de interação-adsorção do coletor catiônico amida-amina (Flotisor 5530) na superfície dos minerais quartzo e na hematita através da técnica de potencial zeta.

3. METODOLOGIA

3.1. Caracterização e Preparação das Amostras

As amostras de quartzo e hematita foram extraídas do Quadrilátero Ferrífero e caracterizadas através da análise de Difrátômetro de Raios X (DRX) utilizando o Bruker-AXS D4Endeavor. Ambas amostras apresentaram grau de pureza acima de 99%. A amostra de hematita que se encontrava em forma de lasca foi cominuída em um moinho de bolas planetário *Pulverisette 6 da Fritsch*. Depois foi classificada em uma peneira de 38 µm, e o retido foi moído à mão em um gral de ágata, para adequação da granulometria. A amostra de quartzo já estava cominuída, com P₉₀ 40 µm, granulometria já adequada para a leitura do potencial zeta. No total foi obtido cerca de 10g de cada amostra. Para análise de potencial zeta, as amostras passaram por um processo de limpeza de superfície com plasma utilizando o equipamento *Plasma Pen da empresa PVA TePla America Inc*. Barbosa (2018). A limpeza foi realizada à úmido em um becker, com aplicação de um feixe de plasma concentrado.

3.2. Preparação do Coletor

O coletor utilizado neste estudo Flotisor-5530 foi fornecido pela Clariant™. A composição química deste coletor é N-[3-(Dimetilamina)propil]dodecanamida, foi encontrada no estudo de Vieira (2020) através das análises de FTIR e RMN. Para a análise do efeito de potencial zeta na superfície dos minerais foram preparadas soluções de coletor nas concentrações de 50, 100 e 200 mg/L. Estas foram condicionadas com 0,5g de cada mineral, por 20 min na *Incubadora MA-420 Marconi*, com agitação de 220 rpm a 25°C. Depois a amostra foi filtrada a vácuo e seca em dessecadores à vácuo com sílica gel.

3.3. Potencial Zeta

Para as análises de potencial zeta, foram utilizadas 0,001g das amostras de quartzo e hematita e KNO_3 10^{-3} M e NaCl 10^{-3} M como eletrólitos indiferentes. O equipamento aplica a equação de Henry com a aproximação de Smoluchowski para realizar o cálculo do potencial zeta através do Zetasizer Software v. 6.20. As leituras foram realizadas em triplicata para cada amostra, variando do pH de 2 a 12, com tempo de leitura de cerca de 120 segundos. Foram realizadas leituras com o mineral puro e depois condicionado com diferentes soluções de coletor para avaliar como o coletor interage com a superfície dos minerais.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Potencial Zeta do Mineral Quartzo

As Fig. 1 e 2 apresentam as curvas de potencial zeta (PZ) em função do pH do quartzo e hematita puros e condicionados com o coletor amida amina nas concentrações de 50, 100 e 200 mg/L. A Fig. 1 mostra o ponto isoelétrico (IEP) do quartzo próximo ao pH 1,7. Isso é consistente com os valores em torno de pH 2 relatados por outros pesquisadores (Yuhua e Jianwei, 2005; Weng, et al., 2013). A Fig. 2 mostra que o IEP da hematita é em pH 3,3. Resultado quase semelhante ao obtido por Moreira et al. (2017) (pH 4,5) e inferiores aos de outros estudos Yuhua e Jianwei (2005). Comparando os minerais, o potencial zeta do quartzo é mais negativo (máx. 80 mV) que o da hematita (máx. 47 mV). Valores que são consistentes com os resultados dos estudos mencionados anteriormente.

A Fig. 1 mostra a diminuição do módulo negativo dos valores de PZ do quartzo após condicionamento com o coletor amida amina em todas as concentrações de coletor estudada. Quando condicionado com o coletor na concentração de 200 mg/L o potencial zeta fica próximo a 0 mV, com valores entre -1 a -10 mV para toda a faixa de pH (2 a 12). Esse comportamento pode estar relacionado à atração eletrostática dos cátions amida-aminium, além da ligação de hidrogênio na interface sólido-líquido, conforme relatado na literatura para aminas (Castro, et al., 1986; Lima, et al. 2005).

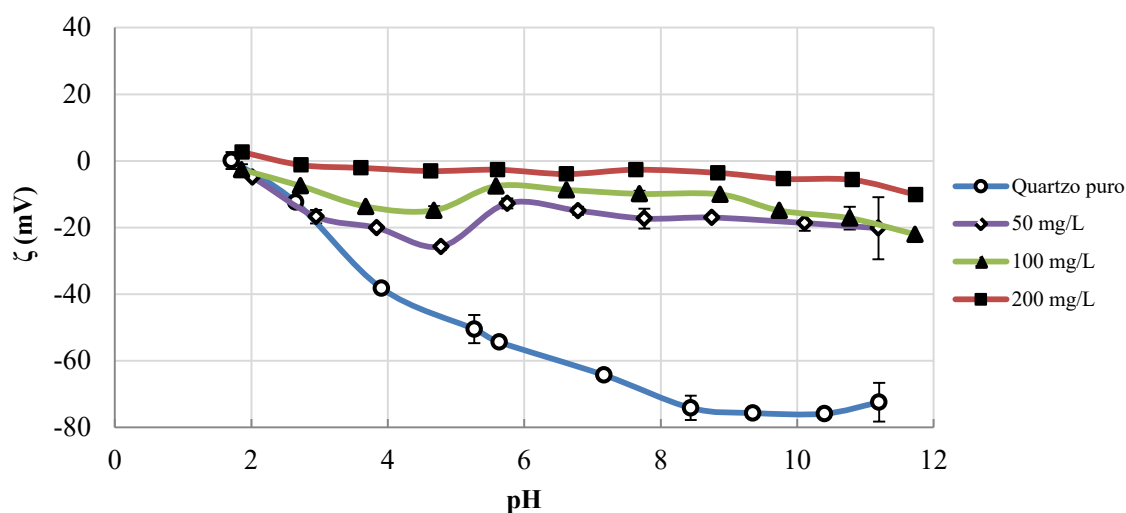


Figura 1: Resultados do potencial zeta para quartzo puro em concentrações do coletor amida amina 50, 100 e 200 mg/L.

Comportamento similar foi encontrado para o mineral hematita quando condicionado com o coletor na concentração de 50 mg/L até o valor de pH de 8, que é compatível com o valor de pK_a de 8,2 do coletor encontrado por Rocha et al. (2021). Neste valor de pH predominam as espécies iônicas então, como no quartzo, a adsorção do coletor provavelmente ocorreu por atração eletrostática. Acima do pH 10 os valores de PZ são parecidos com o obtido com a

hematita sem reagente. Já o PZ da hematita condicionada com as concentrações de 100 e 200 mg/L não apresentaram diferenças significativas quando comparadas à curva da hematita sem a adição de reagente, apenas uma pequena mudança acima do pH 8, com valores de PZ menos negativos.

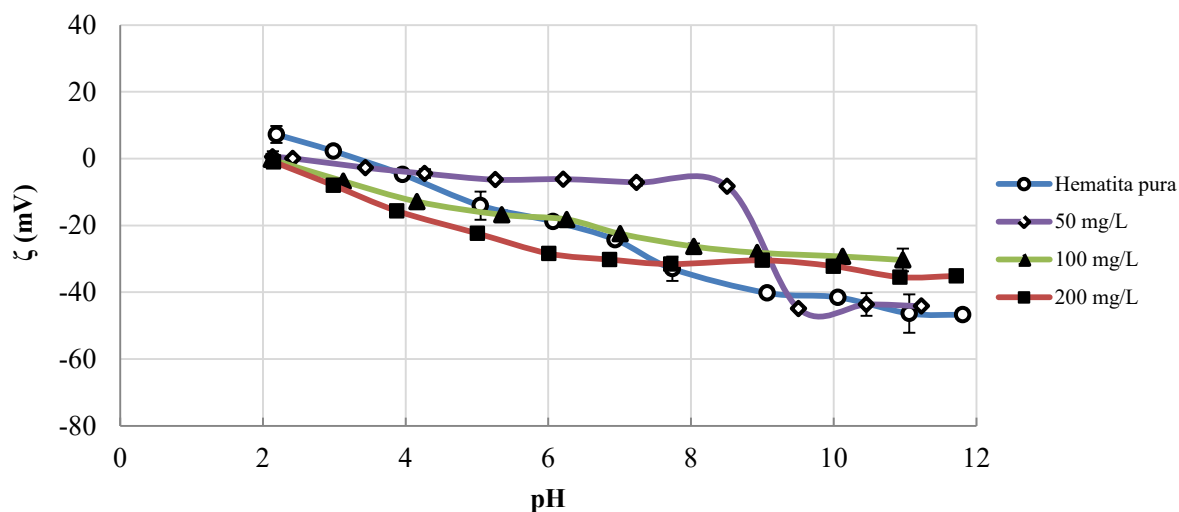


Figura 2: Resultados do potencial zeta para hematita com eletrólito indiferente KNO_3 em concentrações de coletor 50, 100 e 200 mg/L.

As medidas de potencial eletrocinético indicaram que, nos valores de pH usualmente aplicado na indústria, de 9 a 11, para a etapa de concentração por flotação de minério de ferro, o coletor amida amina altera significativamente a carga superficial do quartzo para valores mais positivos enquanto que, para a hematita a mudança nos valores de PZ foram praticamente nulos neste intervalo de pH, mesmo sem a aplicação de amido de milho como depressor. Este resultado corrobora com os resultados de processo obtido por Matiolo (2021) que, utilizando coluna de flotação em escala piloto, em pH 10,5 alcançou um concentrado final de lama de Fe contendo um teor de Fe superior a 62%, 3,2% de SiO_2 e 2,5% Al_2O_3 com uma recuperação de Fe de 91%, utilizando 150g/t do coletor amida amina, sem a utilização de amido de milho como depressor.

5. CONCLUSÕES

As medidas de potencial zeta do quartzo na ausência e presença do coletor indicaram que a adsorção de amida-amina na superfície do quartzo é física e ocorre principalmente por atração eletrostática entre o coletor e a superfície mineral. Já para o mineral hematita, nos intervalos de pH de 9 a 11 o potencial zeta permaneceu inalterado, indicando que nesta faixa a superfície da hematita não foi alterada pela adição do coletor. Estes resultados reforçam a eficiência de separação do quartzo e hematita por flotação utilizando apenas amida amina como coletor sem adição de depressor, podendo ser uma alternativa de implementação em escala industrial para ganhos metalúrgicos de teor e recuperação de Fe.

6. AGRADECIMENTOS

Enfatizo meu agradecimento aos meus orientadores Amanda Soares de Freitas e Elves Matiolo por todo suporte, ao CETEM/MCTIC e seus servidores pela estrutura e assistência, e ao CNPq pela bolsa de Iniciação Científica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

ARAUJO, V.A., LIMA, N., AZEVEDO, A., BICALHO, L., RUBIO, J. Column reverse rougher flotation of iron bearing fine tailings assisted by HIC and a new cationic collector. *Minerals Engineering*, v. 156, 2020.

BARBOSA, A.A. Determinação de ângulo de contato de superfícies minerais quartzo e hematita. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) - UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE, [S. l.], 2018.

CASTRO SH, VURDELA RM, LASKOWSKI JS. The surface association and precipitation of surfactant species in alkaline dodecylamine hydrochloride solutions. *Colloids and Surfaces*, v. 21, p. 87-100, 1986.

FILIPPOV, Lev O.et al. New perspectives in iron ore flotation: Use of collector reagents without depressants in reverse cationic flotation of quartz. *Minerals Engineering*, [S. l.], n. 170, p. 1-21, 1jun.2021.

LIMA RMF, BRANDÃO PRG, PERES A.E.C. The infrared spectra of amine collectors used in flotation of iron ores. *Minerals Engineering*, v. 18, p.267-273, 2005.

LIMA, R.M.F, QUIRINO, N. Efeito da adsorção de amina no potencial zeta da hematita e do quartzo. *Revista Escola de Minas*, v. 56, p. 45-49, 2003.

MARINS, T.F. Avaliação de eletrólitos indiferentes na determinação do potencial zeta de minerais. Universidade Federal de Ouro Preto, Minas Gerais. Brasil, 2017.

MATIOLO, E; COUTO, H.J.B; LIMA, Neymayer; S.K; FREITAS, A.S. Improving recovery of iron using column flotation of iron ore slimes. *Minerals Engineering*, [S.l.], v. 158, p. 1-14, 2020.

MOREIRA GF, Pecanha ER, Monte MBM, Leal Filho LS. XPS study on the mechanism of starch-hematite surface chemical complexation. *Oxford*, v. 110, p. 96-103, 2017.

SANTOS, R.M. Estudos da influência de coletor amida-amina nas cargas superficiais dos minerais hematita e quartzo. Brasil, 2021.

VIEIRA, I.G. Caracterização do coletor Flotisor-5530 e avaliação do ângulo de contato do quartzo. Brasil, 2021.

WENG X, Mei G, Zhao T, Zhu Y. Utilization of novel estercontaining quaternary ammonium surfactant as cationic collector for iron ore flotation. *Separation and Purification Technology*, v 103, p. 187-194, 2013.

YUHUA W, Jianwei R. The flotation of quartz from iron minerals with a combined quaternary ammonium salt. *International Journal of Mineral Processing*, v. 77, p. 116-122, 2005.