

CARACTERIZAÇÃO DO COLETOR FLOTINOR-5530 E AVALIAÇÃO ÂNGULO DE CONTATO DE HEMATITA E QUARTZO PURO

CHARACTERIZATION OF COLLECTOR FLOTINOR-5530 AND EVALUATION HEMATITE CONTACT ANGLE AND PURE QUARTZ

Igor Morales Vieira

Aluno de Graduação da Engenharia de Materiais 9º período, Universidade
Federal Rural do Rio de Janeiro
Período PIBIC CETEM : outubro de 2020 a julho de 2021
igormovieira@gmail.com

Elves Matiolo

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

Amanda Soares de Freitas

Co-orientadora, Engenheira de Minas, M.Sc.
amandaengmine@gmail.com

RESUMO

Os rejeitos de lama oriundos da extração e beneficiamento do minério de ferro tornaram-se problemas sociais e ambientais em virtude de serem armazenados em barragens de rejeitos. Logo é de interesse econômico, social e ambiental desenvolver novas rotas de processo para a recuperação do ferro ainda presente nessas lamas. A flotação tem sido o método de concentração mais eficiente para a remoção destas impurezas. Visando o aproveitamento de lama de Fe, um estudo utilizou o Flotador 5530 como coletor de quartzo e apresentou excelentes resultados de processo. Por esta razão, este trabalho teve como objetivo geral entender os mecanismos de adsorção envolvidos entre este reagente em minerais de hematita e quartzo. Foi realizada a caracterização do coletor Flotador 5530 através das técnicas FTIR e RMN e a estrutura encontrada foi N-[3-(Dimetilamina)propil]dodecanamida. Também foram determinados ângulos de contato da hematita e quartzo puros em pH 10,5 e em contato com o coletor. O ângulo de contato para ambos os minerais puros foi de zero graus quando limpos com feixe de plasma. Análises preliminares de ângulo de contato do quartzo com o coletor, demonstraram uma diminuição do caráter hidrofílico do mineral, aumentando seu ângulo, evidenciando a ocorrência de um tipo de adsorção do coletor na superfície do quartzo.

Palavras chave: Hematita, Quartzo, Ângulo de Contato, Flotador-5530, amida-amina.

ABSTRACT

The slum tailings from the extraction and processing of iron ore have become social and environmental problems due to being stored in tailings dams. It is therefore of economic, social and environmental interest to develop ways to separate the Iron still present in these slats. The flotation has been the most efficient concentration method for the removal of these impurities. Aiming at the use of Fe mud, a study used Flotador 5530 as quartz collector and presented excellent process results. For this reason, this study aimed to understand the adsorption mechanisms involved between this reagent in hematite and quartz minerals. The collector Flotador 5530 was characterized using the FTIR and NMR techniques and the structure found was N-[3-(Dimethylamine)propyl]dodecanamide. Pure hematite and quartz contact angles were also determined at pH 10.5 and in contact with the collector. The contact angle for both pure minerals was zero degrees when cleaned with plasma beam. Preliminary analysis of quartz's contact angle with the collector demonstrated a decrease in the hydrophilic character of the mineral, increasing its angle, evidencing the occurrence of a type of adsorption of the collector on the quartz surface.

Keywords: Hematite, Quartz, Contact Angle, Flotador-5530, amida-amine.

1. INTRODUÇÃO

O principal mineral portador de ferro é a hematita, que se trata de sua forma oxidada (Fe_2O_3). O Brasil apresenta grandes reservas de minério de ferro, sendo as principais em Carajás (PA) e no Quadrilátero Ferrífero (MG). Além disso, nosso país é reconhecido pelo seu minério com alto teor de ferro (acima de 62%).

O processo de beneficiamento do minério de ferro, gera uma lama rica em ferro, que em muitos casos é armazenada em barragens de rejeitos. Tragédias já ocorreram devido ao rompimento dessas barragens, e devido a isso há uma crescente pressão ambiental e social para a utilização e minimização desta lama. Em estudos de flotação realizados por Matiolo (2020), o coletor Flotisor-5530 apresentou 87% de recuperação de ferro a partir de sua lama quando utilizado em uma concentração de 152g/t, equivalentes a 152mg/L.

A flotação utiliza reagentes com a finalidade de modificar a hidrofobicidade de espécies minerais, e assim separa-las. Para certificar-se sobre o umedecimento de uma superfície mineral por certo reagente, utiliza-se a técnica de medição do ângulo de contato, onde medimos a adesão de um líquido sobre uma superfície sólida. Com base no trabalho realizado por Matiolo (2020), torna-se necessário evidenciar os efeitos causados pelo coletor Flotisor 5530 nas superfícies de quartzo e hematita a fim de entender os mecanismos envolvidos na adsorção do coletor nos minerais.

2. OBJETIVO

Contribuir para a compreensão das propriedades superficiais dos minerais puros de quartzo e hematita utilizando o coletor amida-amina (Flotisor 5530), através da caracterização do reagente e de medidas de ângulo de contato.

3. METODOLOGIA

3.1. Preparação das amostras e coletor.

A amostras puras de hematita e quartzo utilizadas no estudo foram extraídas do Quadrilátero Ferrífero e o coletor Flotisor-5530 foi fornecido pela Clariant™. Para caracterização dos minerais puros foi realizado o Difractômetro de Raios X (DRX) utilizando o equipamento Bruker-AXS D4Endeavor. Como resultado, foi determinado que ambos os minerais possuíam um grau de pureza de acima de 99%. As amostras de quartzo se encontravam cominuídas, e através do equipamento Malvern Mastersizer™ 2000, determinou seu $P_{90} = 40 \mu\text{m}$. As amostras de hematita se encontravam em forma de lasca, sendo necessária sua cominuição para um $P_{90} = 106 \mu\text{m}$ utilizando o equipamento Pulverisette da Fritsch™.

Para as medidas de ângulo de contato, foi preparado soluções de coletor em concentrações 10 e 20 mg/L, para o condicionamento de 10g de quartzo. Esse preparo foi realizado utilizando uma Incubadora MA-420 Marconi, com agitação de 220 durante 15 minutos a 25°C.

3.2. Caracterização do coletor

A composição química do coletor Flotisor-5530 era desconhecida, desta forma, foram realizadas análises de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio e Carbono (RMN).

Ambas as análises foram realizadas pelo laboratório NanoBusiness Informação e Inovação Ltda. O equipamento utilizado para a análise de FTIR foi o Bruker Vertex 70 e para a RNM foi o Bruker Avance 400 e como solvente foi utilizado o Clorofórmio Deuterado. Para a leitura e análise dos dados obtidos, foi utilizado o software KnowItAll Informatics System 2020.

3.3. Análise de Ângulo de Contato

Para a análise de ângulo de contato, as amostras passaram por um processo de limpeza com Hidróxido de Potássio. 10 gramas de hematita e quartzo foram separados, e submetidos a uma limpeza com KOH 1 mol/L durante 4 horas com agitação. Após isso, foi dado um tempo para que ocorresse a decantação dos sistemas. O excesso de KOH foi retirado e, em seguida, a água MiliQ foi utilizada para lavar as amostras. Essa lavagem foi realizada acompanhada de filtragem a vácuo até que fosse alcançado pH = 7. Essas amostras foram levadas para medição do ângulo de contato através do tensiômetro Kruss K100. Esse equipamento opera em conjunto com um software para realizar o cálculo do ângulo de contato pelo Método de Washburn.

Após as análises com as amostras limpas com KOH, realizou-se outro protocolo de limpeza. Desta vez, 10 gramas de hematita e de quartzo foram submetidas a uma limpeza com plasma utilizando o equipamento Plasma Pen da empresa PVA TePla America Inc. A limpeza consistiu da transferência das amostras para um becker, com posterior aplicação de um feixe de plasma concentrado. A limpeza da amostra de quartzo foi realizada a úmido enquanto a amostra de hematita foi feita a seco. Após esse procedimento as amostras foram encaminhadas para realização da medição do ângulo de contato. Sendo leituras em triplicata para cada amostra, com tempo de leitura de cerca de 120 segundos.

4. RESULTADOS E DICUSSÃO

4.1. Caracterização do coletor

A partir dos espectros obtidos das análises em RMN e FT-IR e com o auxílio do software KnowItAll Informatics foi possível através de uma sobreposição de espectros de RMN H^1 e comparação de grupos funcionais determinar o nome do composto como N-[3-(Dimetilamina)propil]dodecanamida, tanto a sobreposição quanto a estrutura do coletor estão evidenciadas na figura 1.

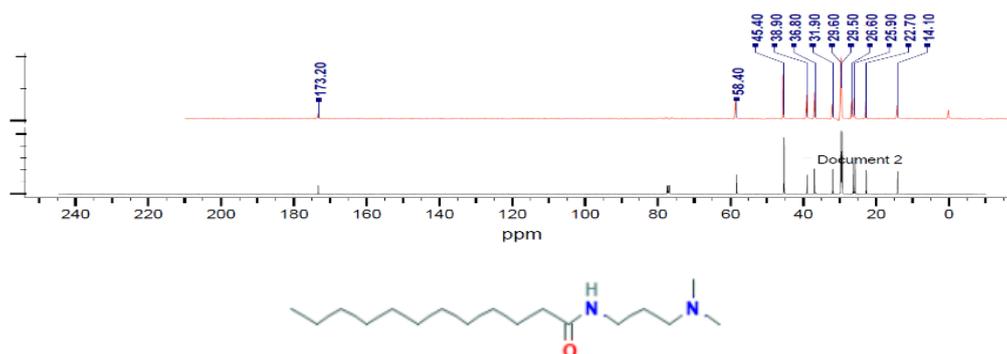


Figura 1. Espectro experimental sobreposto ao espectro encontrado e Estrutura do Coletor.

A partir da estrutura molecular podemos observar a natureza do coletor, assim como sua solubilidade em água apesar da grande cadeia carbônica, uma vez que essa estrutura realiza ligações de hidrogênio. Além disso, conhecer sua estrutura nos possibilita prever como o reagente irá se comportar nas etapas posteriores do trabalho, mais especificamente nos testes específicos de adsorção. O trabalho realizado por Filippov (2021) corrobora com a estrutura obtida.

4.2. Medição do ângulo de contato

A Tabela 1 apresenta os valores encontrados para o ângulo de contato para ambas as espécies minerais sem tratamento e sem coletor, após tratamento com KOH e plasma. A limpeza com KOH não se mostrou efetiva para o quartzo havendo pouca variação do ângulo de contato, porém para hematita foi observado melhores resultados. Ao tratar com plasma o quartzo e a

hematita alcançaram ângulo de contato zero graus, logo sua superfície foi completamente molhada, sendo extremamente hidrofílicos.

Tabela 1. Medidas de Ângulo de Contato em pH 10,5.

Amostra	Não tratado	KOH	Plasma
Quartzo	82,6	80,9	0
Hematita	68,4	43,8	0

O pH escolhido para as medições foi o pH 10,5 por este ser utilizado na flotação reversa do minério de ferro devido ao comportamento hidrofílico já comprovado na literatura por Miller (2016). Tanto a hematita pura quanto o quartzo puro possuem características extremamente hidrofílicas.

4.3. Testes preliminares de ângulo de contato com coletor

Dentre os testes com coletor, analisando para 10mg/L e 20mg/L, houve um aumento no ângulo de contato do quartzo em relação a análise sem coletor. O ângulo médio para essas concentrações foi, respectivamente, 68,2° e 83,8°. Com isso, é possível observar que houve interação entre a superfície do quartzo e o coletor de forma que este, tornou o quartzo mais hidrofóbico, permitindo assim sua flotação. É esperado que para a hematita, a interação com o coletor também cause um aumento do ângulo de contato, porém esse aumento não deve superar os ângulos de contatos encontrados no quartzo.

5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, podemos concluir que o tratamento da superfície com o Plasma mostrou-se mais eficiente frente à base. Reduzindo significativamente o ângulo de contato à medida que eliminou as impurezas superficiais.

A caracterização do coletor como N-[3-(DIMETILAMINA)PROPI]DODECANAMIDA, nos permite entender como esse reagente pode agir nas superfícies minerais. No caso do quartzo que possui carga altamente negativa em sua superfície, as análises preliminares demonstraram a ocorrência de adsorção do coletor em sua superfície. Para a determinação do tipo de adsorção que está ocorrendo, análises futuras serão necessárias.

As medidas ângulo de contato do quartzo com o coletor, indicam uma tendência de aumento do ângulo com o aumento da concentração. Desta forma, se faz necessário mais análises com concentrações maiores de coletor para a determinação da concentração mais eficiente. Além das medidas de ângulo de contato para a hematita com coletor.

6. AGRADECIMENTO

Deixo meus agradecimentos aos meus orientadores Amanda Soares de Freitas e Elves Matiolo pelo apoio, ao CETEM/MCTIC e seus servidores pela estrutura e suporte, e ao CNPq pela bolsa de Iniciação Científica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

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, 1 jun. 2021.

MATIOLO, Elves; COUTO, Hudson Jean Bianchini; LIMA, Neymayer; SILVA, Klaydison; FREITAS, Amanda Soares. Improving recovery of iron using column flotation of iron ore slimes. **Minerals Engineering**, [S. l.], v. 158, p. 1-14, 2020.

MILLER, J.D., SHRIMALI, K., JIAGI, J., VAZIRI, H.B., WANG, X. The surface state of hematite and its wetting characteristics. *Journal of Colloid and Interface Science*, 477, 2016.

PERES, A. E. C., COELHO, E. M., de ARAÚJO, A. C. (1980) Flotação, espessamento, deslamagem e floculação seletiva. In: COELHO, E.M. Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia; In Memoriam Prof. Paulo Abib Andery. Recife: ITEP-CNPq, p. 205-286.