

ESTUDO DAS CONDIÇÕES PARA DESSORÇÃO E REUTILIZAÇÃO DE COLETOR NA FLOTAÇÃO DE QUARTZO

Baltar, C.A.M. ⁽¹⁾, Araújo, J.M.M. de ⁽²⁾ e Cunha, A.S.F. da ⁽³⁾

1- Professor Adjunto IV, Departamento de Engenharia de Minas – Universidade Federal de Pernambuco. Rua Acadêmico Hélio Ramos, s/n. Cidade Universitária. CEP 50.440-530. Recife-PE
E-mail: camb@npd.ufpe.br

2 - Técnica Química, bolsista – Grupo de Tecnologia Mineral – Universidade Federal de Pernambuco
E-mail: jmma@npd.ufpe.br

3 - Estudante, bolsista, Curso de Engenharia de Minas – Universidade Federal de Pernambuco
E-mail: alinesfc@npd.ufpe.br

RESUMO

As aminas primárias têm sido amplamente utilizadas, como reagente coletor, na flotação de minérios. As aminas ionizam por protonação e adsorvem-se na superfície de minerais com excesso de carga negativa por meio de interação eletrostática. A natureza da interação envolve baixo calor de adsorção, o que torna o processo reversível.

O trabalho teve por objetivo verificar as condições favoráveis para a dessorção da amina e a possibilidade de sua reutilização como coletor em flotação. O estudo foi desenvolvido para um sistema de flotação formado por uma eterdodecilamina comercial e uma amostra de quartzo, de alta pureza, com granulometria 100% abaixo de 325 malhas. Os testes de flotação foram realizados em célula mecânica, Denver, sub-aerada.

Nos testes de dessorção variou-se a percentagem de sólidos, o tempo de agitação e o pH. A concentração de amina, removida, presente no filtrado foi avaliada, indiretamente, por meio da determinação da tensão superficial e comparação com uma curva de referência. Usou-se um tensiômetro Sigma-70, da KSV, inteiramente controlado por computador. A amina recuperada foi reutilizada para flotação de uma nova amostra.

Em meio ácido (pH=3) removeu-se 80% da amina adsorvida na superfície do quartzo. No 6º estágio de reciclagem da amina, a concentração do coletor é 31% da inicial. Nessas condições, ainda é possível recuperar 40% do quartzo.

PALAVRAS-CHAVES: amina, dessorção, reutilização de reagente, flotação de quartzo, coletor catiônico.

1. INTRODUÇÃO

A unidade estrutural da sílica é um tetraedro regular formado por quatro átomos de oxigênio localizados nos vértices e um de silício no centro. Dois tetraedros podem compartilhar entre si apenas um átomo de oxigênio. No entanto, todos os quatro átomos de oxigênio de um tetraedro podem ser compartilhados com tetraedros vizinhos. O número de átomos de oxigênio compartilhados e a ligação entre as unidades estruturais são responsáveis pelo polimorfismo dos silicatos.

Na superfície do quartzo predominam os grupos silanóis ($\equiv \text{Si} - \text{OH}$), as ligações siloxanas ($\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$) e moléculas de água adsorvidas fisicamente. Os grupos OH da superfície do quartzo são os principais responsáveis pela adsorção de moléculas de água, através de pontes de hidrogênio. As superfícies com predominância dos grupos silanóis são hidrofílicas (Bergna, 1994). A hidrofobização da superfície do quartzo e, conseqüente flotação, pode ser conseguida pela adsorção de uma amina.

A alternativa da flotação reversa do quartzo, com coletor catiônico, tem sido cada vez mais considerada para concentração de minérios de ferro (Monte, et. al., 2001). As aminas também são utilizadas na flotação de minerais oxidados (Baltar, 1980), feldspato (El-Salmamy et. Al., 1993) e silvita (Baltar et. al., 2001), entre outros. A possibilidade de reutilização de aminas em circuitos de flotação é interessante sob o ponto de vista econômico e ambiental.

As aminas primárias são originadas da amônia (NH_3) pela substituição de um hidrogênio por uma cadeia hidrocarbônica. Em solução aquosa, as aminas ionizam por protonação segundo a reação:



A espécie RNH_3^+ adsorve-se fisicamente em superfícies com excesso de carga negativa. Trata-se um uma adsorção que envolve pouca energia, o que significa que é de natureza reversível (Smith e Akhtar, 1976). A quebra do equilíbrio eletroquímico do sistema pode provocar a dessorção da amina da superfície mineral.

As espécies H^+ e OH^- são íons determinantes de potencial para os silicatos. Portanto, a carga elétrica na superfície do quartzo e, conseqüentemente, a densidade de adsorção da amina, depende do pH do sistema (Bleier et. al., 1976). Em meio ácido, a espécie H^+ é responsável pela redução dos sítios negativos na superfície do quartzo, que resulta na dessorção da amina.

Oliveira et al. (1996) observaram a possibilidade de reutilizar na flotação de quartzo cerca de 61% da amina. Desse total, 19% equivale à quantidade residual de amina não adsorvida e 42% foi recuperada na dessorção. No presente trabalho, procurou-se verificar as condições favoráveis à dessorção da amina e o desempenho do coletor após cada ciclo de uso na flotação de quartzo.

Utilizou-se um sistema constituído por uma amostra de quartzo de elevada pureza e uma éterdodecilamina. Os testes de flotação foram realizados em célula mecânica, a fração da amostra coletada na espuma foi filtrada a vácuo e, em seguida, passou por uma etapa de lavagem, sob agitação, para dessorção do coletor. Variou-se o pH, a percentagem de sólidos e o tempo de agitação da lavagem. Após a lavagem, a amostra foi filtrada. O filtrado foi colocado na célula de flotação juntamente com uma nova amostra. A concentração de amina residual foi avaliada, indiretamente, por meio da determinação da tensão superficial.

2. EXPERIMENTAL

2.1) Material

a) Amostras

Utilizou-se uma amostra de quartzo de elevada pureza, fornecida pela CAULIM DO NORDESTE S/A, com granulometria média de 16,4 μm . A distribuição granulométrica da amostra é apresentada na Figura 1.

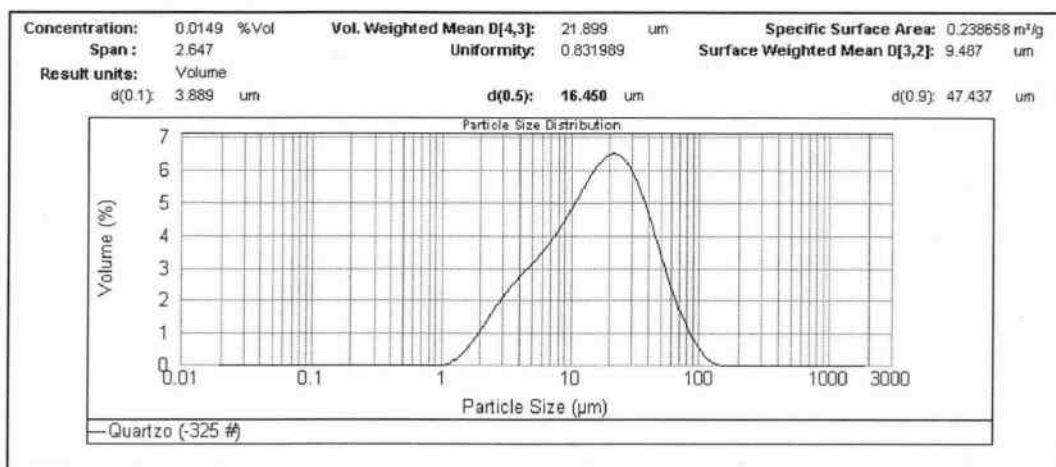


Figura 1 – Distribuição granulométrica da amostra obtida em equipamento a laser, usando-se o módulo Hidro 2000 MU.

b) Reagentes

Como coletor, utilizou-se uma eteramina comercial, fornecida pela PIETSCH. O pH tanto na etapa de lavagem como na flotação foi regulado com hidróxido de sódio e ácido clorídrico produzidos pela MERCK.

c) Equipamentos

Os principais equipamentos utilizados foram:

- Célula de Flotação, mecânica, sub-aerada, fabricada pela DENVER.

- Filtro à vácuo de laboratório marca DENVER.
- Agitador mecânico, modelo TE 259, da MARCONI.
- Aparelho Analisador de Tamanho de Partículas, a laser, modelo Mastersizer 2000, da MALVERN, controlado por computador.
- Sistema ESA 9800, da MATEC INSTRUMENTS, inteiramente controlado por computador.
- Tensiômetro Eletrônico, modelo Sigma-70, da KSV, com operação controlada por computador.

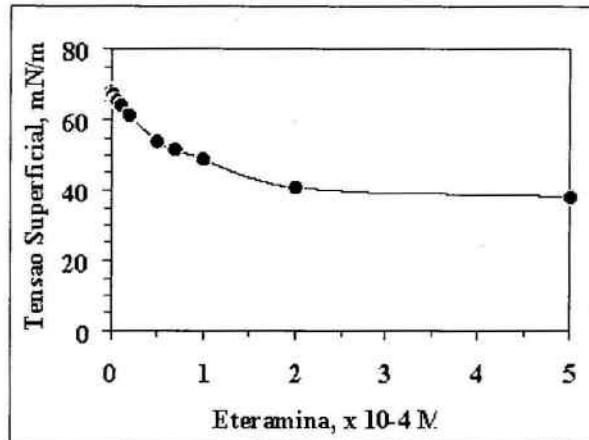


Figura 2 – Curva de referência para estimativa da concentração residual do surfatante com base na tensão superficial.

2.2) Procedimento

O procedimento experimental envolveu as seguintes etapas: (a) flotação inicial, (b) filtragem do material recolhido na espuma, (c) lavagem da torta e (d) nova flotação. O ciclo era repetido de forma sucessiva.

(a) Flotação I – Os testes de flotação foram feitos em uma cuba de 3 litros, usando-se com uma percentagem de sólidos de 10 %, uma agitação de 1300 rpm e um tempo de operação de 10 minutos, com remoção de espuma a cada 15 segundos. O condicionamento da amostra com o coletor foi feito na própria célula durante 5 minutos. O volume de água removido na espuma foi medido para possibilitar o monitoramento da padronização de cada teste.

(b) Filtragem – O material recolhido na espuma era filtrado à vácuo. O material retido era encaminhado para a etapa seguinte de lavagem.

(c) Lavagem – A torta resultante da filtragem era colocada em béquero com 3 litros de água destilada e submetida a uma agitação de 230 rpm por um período de 1 minuto. Durante a operação de lavagem ocorre a dessorção da amina. Em seguida, fez-se nova filtragem. Utilizou-se o filtrado obtido para flotação de uma nova amostra. A concentração do coletor no filtrado foi estimada a partir da determinação da tensão superficial e comparação com a curva de referência mostrada na Figura 2.

(d) Flotação II – O filtrado foi condicionado com uma nova amostra de quartzo durante 5 minutos. Em seguida, iniciou-se a nova flotação nas mesmas condições da anterior.

O ciclo prosseguiu até atingir uma concentração de amina no filtrado insuficiente para flotação do quartzo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A concentração inicial do coletor, $2,25 \times 10^{-4}$ M, foi escolhida com base em testes preliminares que mostraram uma recuperação de quase 100% do quartzo com essa concentração de amina. A Figura 3 mostra a concentração de amina no filtrado, após cada lavagem, e a respectiva recuperação do quartzo em cada ciclo de reutilização do coletor. Observa-se, na Tabela I, que é possível remover 80% da amina na primeira lavagem, possibilitando recuperar 87% do quartzo. Como era de se esperar, há uma queda na recuperação do quartzo à medida que diminui a concentração de amina nos sucessivos ciclos de utilização. No entanto, no 6º ciclo, quando a concentração do coletor cai para aproximadamente 5×10^{-5} , ou cerca de 31% da concentração inicial, ainda é possível recuperar 40% do quartzo.

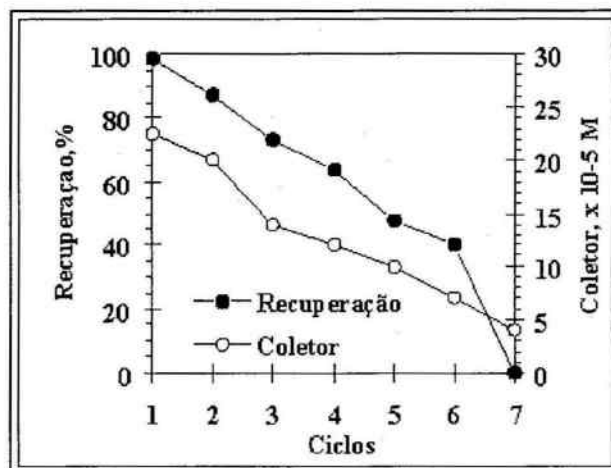


Figura 3 – Concentração residual de coletor e recuperação de quartzo obtida para cada ciclo de reutilização.

Tabela I – Valores obtidos na tensão superficial do filtrado, após cada ciclo de lavagem do concentrado, percentagem de remoção do coletor e recuperação obtida na flotação seguinte.

CICLO	FILTRADO Γ , mN/m	CONCENTRAÇÃO DE AMINA, x 10 ⁻⁵ M	AMINA REMOVIDA, %	QUARTZO FLOTADO, %
1	-	22,5	-	99,0
2	42,0	20,0	80	87,0
3	46,7	14,0	53	73,0
4	47,6	12,0	49	63,5
5	48,0	10,0	44	48,0
6	51,6	7,0	31	40,0
7	55,7	4,0	18	não flota

Obs: Lavagem de 1 minuto, com 6% de sólido.

Tabela II – Influência do pH durante a lavagem na dessorção da amina.

pH	TENSÃO SUPERFICIAL DO FILTRADO (m N/m)	CONCENTRAÇÃO DO COLETOR (M)
3	42,0	$2,1 \times 10^{-4}$
4	46,0	$9,5 \times 10^{-5}$
6	48,0	$9,9 \times 10^{-5}$
8	49,5	$6,7 \times 10^{-5}$
10	52,5	$7,1 \times 10^{-5}$

Estudou-se a influência na lavagem das variáveis: (1) tempo de agitação; (2) concentração de sólidos e (3) pH da polpa, a fim de definir as melhores condições para a remoção do coletor. Não se observou alteração significativa com a variação da concentração de sólidos na polpa, nem com a variação do tempo de lavagem, já que a dessorção ocorre no primeiro minuto da agitação. No entanto, observou-se que o pH do sistema exerce importante influência, com a acidez do meio favorecendo a dessorção do surfatante. Em meio ácido (pH=3) removeu-se 80% da amina adsorvida na superfície do quartzo. A dessorção cai para menos da metade quando a lavagem é feita em pH natural (Tabela III). A maior dessorção do coletor em meio ácido, naturalmente, favorece a recuperação do quartzo, conforme mostra a Figura 4.

A Figura 5 mostra a variação do potencial zeta, em função do pH, para a amostra de quartzo. O ponto isoelétrico encontra-se em pH em torno de 2,6. Isso explica a facilidade para remoção da amina em pH 3,0. Nesse ponto, a presença de uma elevada concentração de H⁺ no sistema provoca o deslocamento do íon RNH₃⁺ da superfície mineral.

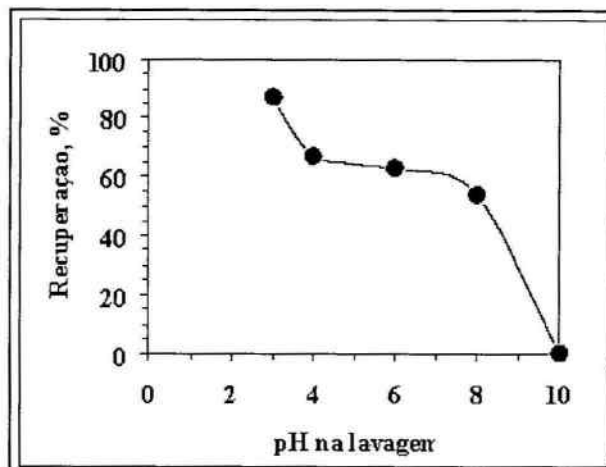


Figura 4 – Recuperação do quartzo em função do pH usado na lavagem do concentrado anterior.

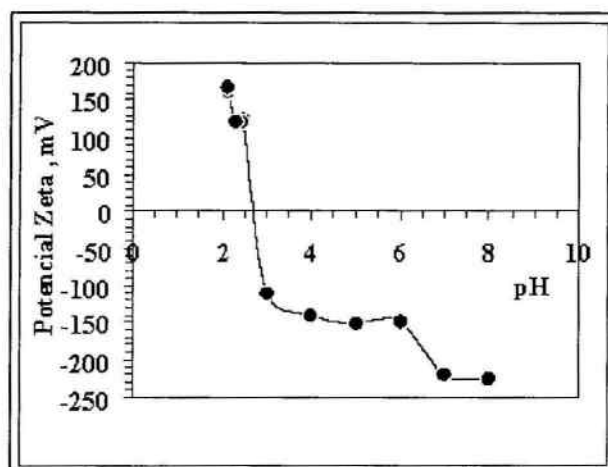


Figura 5 – Variação do potencial zeta do quartzo em função do pH para a amostra de quartzo de alta pureza.

4. CONCLUSÕES

Investigou-se as melhores condições para a remoção de amina da superfície do quartzo e a possibilidade de sua reutilização. Os resultados mostraram que a dessorção ocorre no primeiro minuto de agitação e é favorecido pela acidez do meio.

O coletor pode ser reutilizado várias vezes. No 6º ciclo de uso, quando a concentração de amina é 31% da concentração inicial, ainda é possível uma recuperação de 40% do quartzo.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CAULIM DO NORDESTE S/A, na pessoa do gerente Marcondes Romero, pelo fornecimento da amostra de quartzo; ao CNPq/CTPetro pela concessão das bolsas DTI e IC que possibilitaram a participação das autoras Jacqueline e Alline na pesquisa e ao técnico de laboratório Marcelo Francisco Gomes, pelo apoio na caracterização granulométrica da amostra.

6. BIBLIOGRAFIA REFERENCIADA

- Baltar, C.A.M. Aproveitamento de minério oxidado de zinco com baixo teor por flotação. Tese de Mestrado, COPPE/UFRJ, 226 p. (1980).
- Baltar, C.A.M.; Monte, M.B de M.; Andrade, M.C.; Moura, R.L. Cloreto de Potássio – CVRD/Mina de Taquari. In.: Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil, Sampaio, J. A.; Luz, A.B. da e Lins, F.F. (editores), Cetem. p. 61-73, 2001.

- Bergna, H.E. "Colloid Chemistry of Silica. An Overview". In: Bergna, H.E. (ed), *The Colloid Chemistry of Silica, Advances in Chemistry Series*, v. 234, American Chemical Society, 1994.
- Bleier, A.; Goddard, E.D.; Kulkarni, R.D. The structural effects on amine collectors on the flotation of quartz. In.: *Flotation*. Fuerstenau, M.C. (editor), Society of Mining Engineers, chapter 6, 117-147, 1976.
- El-Salmamy, M.S.; Nakahiro, Y.; Wakamatsu, T. The role of alkaline earth cations in flotation separation of quartz from feldspar. *Minerals Engineering*, 6, 12, 1231-1243, 1993.
- Monte, M.B. de M.; Sampaio, J.A.; Schnellrath, J.; Ladeira, W.; Galinari, C. Ferro – Samarco. In.: *Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil*, Sampaio, J. A.; Luz, A.B. da e Lins, F.F. (editores), Cetem. p. 326-341, 2001.
- Oliveira, J.F. de; Wilberg, K. Q.; Baltar, C.A.M.; Souza, C.C. de; Araújo, A.C. de. Recuperação de amina adsorvida em quartzo ou contida na água flotada visando sua reutilização na flotação reversa de minério de ferro. *I Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro, Anais. Ouro Preto*, 375-382, 1996.
- Smith, R.W.; Akhtar, S. Cationic flotation of oxides and silicates. In.: *Flotation*. Fuerstenau, M.C. (editor), Society of Mining Engineers, chapter 5, 87-113, 1976.