

ESTUDO DO USO DA DEXTRINA E HIDRÓXIDO DE AMÔNIO NA FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO

Débora R. Nascimento & Carlos A. Pereira

Departamento de Engenharia de Minas / UFOP – Programa de Pós Graduação em Engenharia Mineral – Morro do Cruzeiro, s/ nº, Campus Universitário – Ouro Preto / MG – CEP 35400-000
E-mail: pereira@demin.ufop.br

RESUMO

O presente trabalho irá estudar três fatores que podem influenciar a flotação do minério de ferro: hidróxido de sódio, hidróxido de amônio (para variação do pH) e dextrina (reagente). O estudo será feito através de planejamento estatístico de experimentos, utilizando um software estatístico (MINITAB 15) como apoio na obtenção e interpretação de resultados. Os ensaios foram realizados em células CDC de bancada com controle de rotação e tempo de condicionamento, as quais foram consideradas variáveis fixas. Os objetivos são: analisar a viabilidade de substituição do hidróxido de sódio pelo hidróxido de amônio e a substituição do amido pela dextrina em busca de alternativas para o processo de flotação.

PALAVRAS-CHAVE: Flotação; minério de ferro; hidróxido de sódio; dextrina.

ABSTRACT

Thus, this paper will consider three factors that can influence the flotation of iron ore: sodium hydroxide, ammonium hydroxide (to change the pH) and dextrin (reagent). The study will be done through statistical design of experiments, using a statistical software (MINITAB 15) as support in obtaining and interpreting results. The tests were performed on cells from CDC bench with control of rotation and time of conditioning, which were considered fixed variables. The objectives are: to analyze the feasibility of replacing the sodium hydroxide by ammonium hydroxide and replacement of starch by dextrin in search of alternatives to the process of flotation.

KEY WORDS: Flotation; iron ore; sodium hydroxide; dextrin.

1. INTRODUÇÃO

Para o aproveitamento econômico de minérios de ferro e partículas ultrafinas geradas nas minas, o minério é concentrado de modo a elevar o teor de ferro. Um dos processos de concentração de minério de ferro é a flotação, neste processo usualmente se faz necessário o ajuste de pH com hidróxido de sódio (NaOH).

A variação do pH na flotação de minérios é um fator que influencia fortemente nas respostas dos minérios quanto ao teor do mineral no concentrado e quanto à recuperação metalúrgica, conforme estudos feitos por Castro e outros (2008). No processo de flotação uma das respostas desejáveis é a maior flotabilidade do mineral e para que isso ocorra é necessário que o meio tenha um pH ideal, ou seja, para que este meio seja propício à flotabilidade desejada existe uma faixa de pH ótima que irá depender do mineral e dos reagentes usados no processo (Rao, 2004).

Assim, um dos objetivos do experimento é analisar a influência da substituição do hidróxido de sódio por hidróxido de amônio na flotação reversa do minério de ferro, sendo os reagentes utilizados a amina e a dextrina. Outro objetivo do estudo é analisar a flotação reversa do minério de ferro utilizando a dextrina como depressor.

A dextrina (estrutura – Figura 1) é um polímero não-iônico de baixo peso molecular. Pode ser usada como depressor tanto na flotação de metais quanto não-metais (Bulatovic, 2007). Na produção industrial, pode ser obtido através da hidrólise ácida de amido. As dextrinas (amido modificado) são solúveis em água fria, comportamento contrário ao comportamento dos amidos não modificados, sendo brancas levemente amareladas. Estas são capazes de hidrofilar as superfícies dos minerais sobre os quais se adsorvem e capazes de obter um alto grau de dispersão da polpa (Monte e Peres, 2002). Existem alguns estudos sobre a utilização da dextrina como depressor e em alguns casos a dextrina apresentou melhores resultados, como por exemplo, a aplicação desta na flotação de sulfeto de cobre (Pereira e Peres, 1988). No entanto, poucos são os resultados apresentados para o uso da dextrina na flotação do minério de ferro.

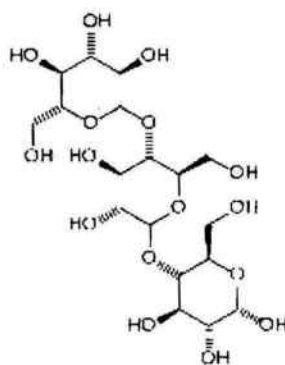


Figura 1: Estrutura da Dextrina.

A fim de alcançar os objetivos supracitados, optou-se pela realização de experimentos em laboratório e como apoio na análise de resultados optou-se pela técnica estatística de Planejamento de Experimentos.

Um experimento é um procedimento no qual as alterações proposicionais são feitas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, de modo que se possam avaliar as possíveis alterações sofridas pelas variáveis respostas, como também as razões de suas alterações (Montgomery, 2003). E o Planejamento de Experimentos Fatorial, ainda segundo Montgomery (2003) significa que a cada rodada completa de experimentos ou réplica, todas as combinações possíveis dos níveis dos fatores são analisadas. Determinam-se, então, os fatores que irão influenciar o objetivo do estudo. Ou seja, os fatores serão as variáveis explicativas e o objetivo a variável resposta. Estes conceitos estão coerentes com a proposta deste estudo, o qual apresenta três fatores (hidróxido de sódio, hidróxido de amônio e dextrina), com dois níveis cada (mínimo e máximo) e como variável resposta apresenta o teor de ferro no concentrado.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Amostras

A amostra utilizada nos ensaios de flotação foi composta artificialmente com finos de minério de ferro e quartzo. Foram calculadas as densidades da amostra e o teor de mineral minério (%Fe), através do picnômetro. A densidade obtida para a amostra foi de 3,92 g/l e o teor encontrado foi de 56,45% de ferro.

2.2 Procedimentos analíticos

O primeiro passo foi preparar todos os reagentes necessários para a flotação do minério de ferro. Logo, prepararam-se as soluções de hidróxido de sódio e de hidróxido de amônio a 5%. A amina fixou-se em uma solução a 5%, com uma concentração aplicada à flotação de 200 g/t. A dextrina fixou-se em uma solução a 5%, porém com duas concentrações para aplicação na flotação, uma de 1000 g/t e outra de 3000g/t.

As variáveis que foram fixadas durante o procedimento de flotação foram: porcentagem de sólidos em 30 %; volume da polpa em 1000 ml, rotação em 900 rpm, tempo de condicionamento do depressor em 5 minutos e tempo de condicionamento do coletor em 3 minutos. O ar é gerado pelo próprio rotor da célula, tornando este uma variável inerente ao processo, ou seja, não é possível fixar valores para a quantidade de ar devido ao tipo de célula usada neste estudo.

O procedimento para realização da flotação em bancada, pode ser descrito conforme se segue:

- Colocar a célula de flotação e descer o rotor;
- Adicionar o minério;
- Adicionar água;
- Adicionar o depressor;
- Ajustar o pH (quando o experimento exigia que alterasse o pH para 10);
- Abrir o ar;
- Proceder a agitação por 5 minutos a 900 rpm;
- Adicionar o coletor;
- Condicionar por 3 minutos 900 rpm.
- Completar a água da célula;
- Proceder o processo de flotação com auxílio de uma espátula e raspar o material flutuado para uma bandeja;
- Finalizado o processo filtrar o flutuado e o afundado;
- Secar o material;
- Após secagem, separar o material em sacos plásticos identificando-os, através de etiquetas e
- Pesas o material.

3. TESTES E ANÁLISES

Os fatores que foram analisados nos ensaios de flotação podem ser visualizados na tabela 1.

Tabela 1: Variáveis do planejamento e seus respectivos níveis.

VARIÁVEIS	Níveis	
	- (mínimo)	+ (máximo)
Ajuste do pH com NaOH (hidróxido de sódio)	pH 7	pH 10
Ajuste do pH com NH ₄ OH (hidróxido de amônio)	pH 7	pH 10
Dextrina	concentração 1000 g/t	concentração 3000 g/t

A tabela 2 ilustra o planejamento fatorial estatístico, utilizando o software de estatística MINITAB (versão 15). A primeira coluna mostra a ordem padrão em que ocorrem os experimentos. Como exemplo, observa-se a primeira linha a qual ilustra o experimento “tampão”, todas as variáveis explicativas (apresentadas nas três últimas colunas) estão no nível mínimo. E a segunda coluna representa a ordem em que os experimentos devem ser realizados, a aleatoriedade é importante para o planejamento de experimentos. A quantidade de experimentos, observada na tabela 2, foi obtida através da seguinte definição, usada neste tipo de planejamento: o número de experimento é igual ao número de níveis elevado ao número de fatores. Para este estudo, tem-se que o número de níveis é igual a 2 e o número de fatores é igual a 3. Portanto, $2^3 = 8$ considerando réplicas para cada experimentos tem-se um total de 16 experimentos.

Tabela 2: Planejamento fatorial dos experimentos.

Ordem Padrão	Ordem dos experimentos	NaOH	NH ₄ OH	Dextrina
1	1	-1	-1	-1
2	14	1	-1	-1
3	15	-1	1	-1
4	13	1	1	-1
5	12	-1	-1	1
6	4	1	-1	1
7	2	-1	1	1
8	9	1	1	1
9	16	-1	-1	-1
10	3	1	-1	-1
11	7	-1	1	-1
12	6	1	1	-1
13	8	-1	-1	1
14	5	1	-1	1
15	10	-1	1	1
16	11	1	1	1

Após cada ensaio, determinou-se a densidade do afundado e o teor de Ferro total em duplicata para cada teste. Os teores calculados estão apresentados nas duas últimas colunas da tabela 3, onde a coluna "teor 2" representa a réplica.

Tabela 3: Planejamento estatístico com variável resposta.

Ordem Padrão	NaOH	NH ₄ OH	Dextrina	teor 1	teor 2
1	-1	-1	-1	56,80	56,74
2	1	-1	-1	57,09	56,60
3	-1	1	-1	56,86	56,20
4	1	1	-1	56,94	57,70
5	-1	-1	1	56,75	57,25
6	1	-1	1	61,13	61,15
7	-1	1	1	59,39	59,21
8	1	1	1	60,34	60,89

Os resultados obtidos através desta ferramenta estatística estão apresentados nas figuras que se seguem e representam as saídas que o MINITAB apresenta através de relatórios ou gráficos.

Os resultados mostrados na tabela 4 apresentam os p-valores para o teste "*T-Student*". Para cada combinação possível (termo) há um p-valor que deve ser menor que o α fixado para ser significativo. Adotando um nível de 90% de confiança o α fixado será de 10% (ou 0,1).

Tabela 4: Resultados de significância utilizando o teste "*T-Student*"

Termo	Efeito	Coef.	T	P
Constante		58,1900	685,96	0,000
NaOH	1,5800	0,7900	9,31	0,000
NH ₄ OH	0,5025	0,2513	2,96	0,018
Dextrina	2,6475	1,3237	15,60	0,000
NaOH*NH ₄ OH	-0,5275	-0,2638	-3,11	0,014
NaOH*Dextrina	1,1475	0,5737	6,76	0,000
NH₄OH*Dextrina	0,3850	0,1925	2,27	0,053
NaOH*NH ₄ OH*Dextrina	-0,8850	-0,4425	-5,22	0,001

Observando o tabela 4, todos os termos são significantes, exceto o termo que representa a interação do hidróxido de amônio com a dextrina.

A figura 2 apresenta o Gráfico de Pareto para os efeitos padronizados, ou seja, todos os termos que ultrapassaram a linha vertical, cujo valor é de 1,86, são significantes.

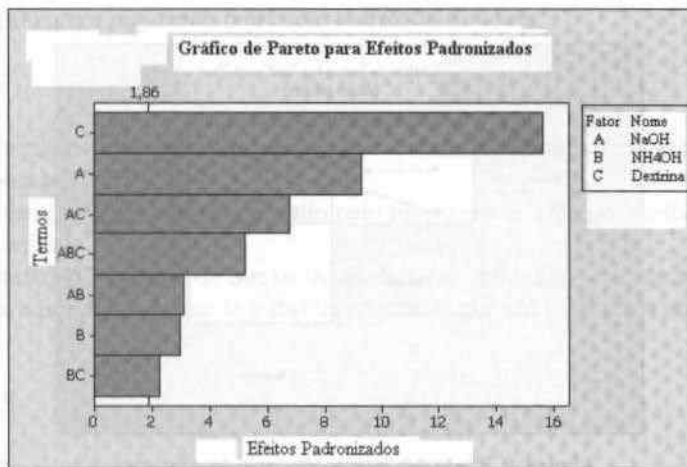


Figura 2: Gráfico de Pareto para o planejamento fatorial de experimentos

Todos os termos, apresentados na figura 2, são significantes, mesmo o que representa a interação entre hidróxido de amônio e dextrina. Tanto no quadro 1 quanto na figura 2 os valores para a interação hidróxido de amônio e dextrina estão próximos dos limites estabelecidos.

Os resultados da tabela 5 apresenta a tabela ANOVA, que utiliza o teste "*F-Snedecor*". Os p-valores são analisados analogamente ao teste "*T-Student*", porém a ANOVA analisa somente as interações entre os fatores.

Tabela 5: Resultado da técnica ANOVA para a interação entre os fatores.

Recursos	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Efeitos Principais	3	39,0327	39,0327	13,0109	113,00	0,000
Interações "2a2"	3	6,9730	6,9730	2,3243	20,19	0,000
Interações "3a3"	1	3,1329	3,1329	3,1329	27,21	0,001
Erro Residual	8	0,9211	0,9211	0,1151		
Erro Puro	8	0,9211	0,9211	0,1151		
Total	15	50,0596				

Analisando a tabela 5, observa que todas as interações são significantes, pois todos os p-valores estão abaixo de α (0,10). O efeito dos termos principais, isto é, os fatores analisados de forma isolados, pode ser representado nos gráficos da figura 3.

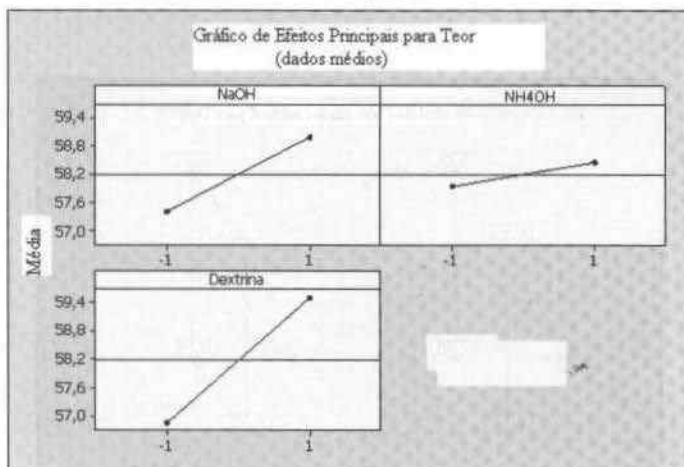


Figura 3: Efeito dos termos principais

A figura 3, então, mostra que a dextrina possui maior efeito entre os fatores, pois a inclinação da reta entre o mínimo e o máximo é maior. Porém, entre os reguladores de pH o hidróxido de sódio apresenta maior efeito na variável resposta (teor de Ferro).

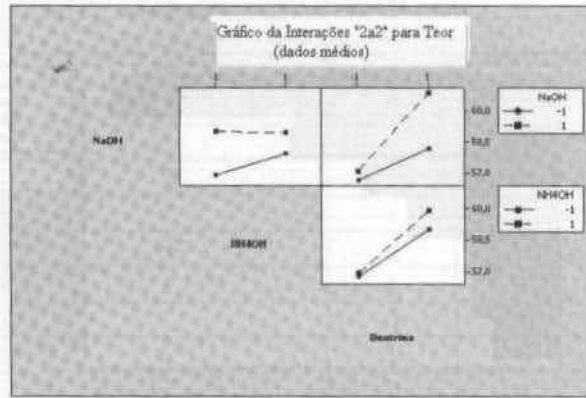


Figura 4: Efeito das interações entre dois fatores.

Na figura 4, observa-se que a dextrina com NaOH ou dextrina com NH₄OH, independente do nível da dextrina, o teor de Fe será maior se os reguladores de pH estiverem no máximo, ou seja, quando a flotação ocorre no meio cujo valor de pH é próximo a 10.

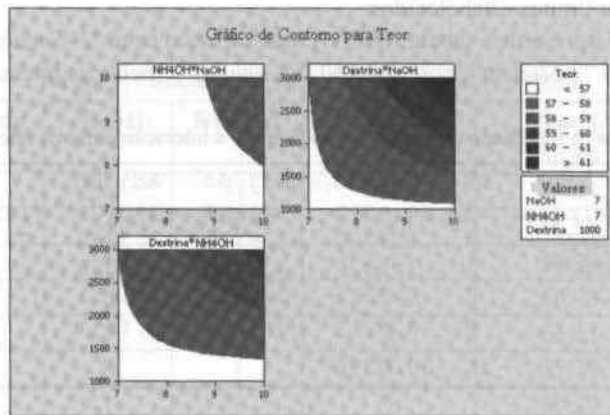


Figura 5: Curvas de contorno para o teor de ferro.

Através da figura 5, pode-se observar que para obter maiores teor o pH deverá ser acima de 9. A dextrina com o hidróxido de sódio terá mais efeito e maiores teores que a dextrina e o hidróxido de amônio.

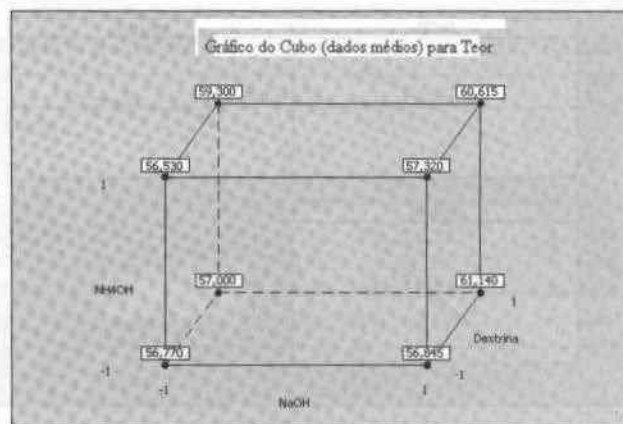


Figura 6: Interação entre todos os fatores, "Cubo".

Para obter um quadro de possíveis soluções para o teor ou obter a solução ótima para o maior teor, a figura 5 acima apresenta estas situações, análise do "Cubo". Ou seja, para obter o máximo de teor, independente de outros variáveis (como custos, etc.), é necessário realizar a flotação reversa do minério de ferro utilizando o máximo de dextrina (3000 g/t) e regulando o pH com hidróxido de sódio.

4. CONCLUSÕES

O planejamento fatorial de experimentos possibilitou analisar os ensaios de flotação de minério de ferro de forma estruturada e embasada.

Ao analisar a substituição do hidróxido de sódio pelo hidróxido de amônio, verificou-se que este fato reduz o teor de ferro no concentrado.

Quanto ao uso da dextrina, verificou-se que os teores de ferro obtidos no concentrado foram próximos ao que se encontra na literatura e próximos ao que se encontra na prática quando utilizado o amido não modificado como depressor.

5. REFERÊNCIAS

- Bulatovic, S. M. *Handbook of flotation reagentes*. Elsevier: 2007.
- Fuerstenau, M. C., LAMESON, G. e YOON, R. H. *Froth Flotation: a century of innovation*. 2007. SME. Littleton, Colorado, USA.
- Luz, A. B.; Possa, M. V.; Almeida, S. L. Tratamento de Minérios. Cap 1 e 10. Introdução ao Beneficiamento de Minérios. Flotação em Coluna. 2ª ed. CETEM – Centro de Tecnologia Mineral – 1988.
- Montgomery, Douglas C e Runger, George C. *Applied Statistics and Probability for Engineers*. Third Edition. John Wiley & Sons, Inc.: 2003.
- Rao, S. R. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. 2 ed. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2004.
- Castro, E. B., Cruz, M. R., Peres, A. E. C., Turrer H. D. G. Influência das concentrações de amina e de amido e do pH na flotação de minérios de ferro da Mina do Pico. Artigo publicado em 15/02/2008 no site BrasilMiningSite.
- Montes, M. B. M. e Peres, A. E. C. Química de superfície na flotação. Rio de Janeiro: CETEM, 2002.