

RECUPERAÇÃO DE FINOS DE MINÉRIO DE FERRO EM COLUNA DE FLOTAÇÃO

H.J.B. Couto^{1,2}, P.C.M. Oliveira¹, P.F.A. Braga¹

¹CETEM – Centro de Tecnologia Mineral/COPM - Coordenação de Processos Mineraiis
Av. Pedro Calmon, 900. Cidade Universitária. Rio de Janeiro/RJ. CEP 21.941-908

Tel. (21) 3865-7273, e-mail: hcouto@cetem.gov.br

²IFRJ – Instituto Federal do Rio de Janeiro

Av. República do Paraguai, 120 – Sarapuú – Duque de Caxias/RJ – CEP 25.050-100

Tel. (21) 3774-6616, e-mail: HUDSON.COUTO@IFRJ.EDU.BR

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi aplicar o processo de flotação em coluna na recuperação de finos de minério de ferro, visando recuperar o ferro contido nas frações finas deste minério, usualmente descartado no rejeito da flotação convencional.

O minério de ferro (ROM) utilizado no presente trabalho provém da região norte de Minas Gerais com cerca de 20% em Fe, sendo a hematita o principal mineral portador de ferro. As amostras de minério foram previamente homogeneizadas e preparadas antes de serem alimentadas ao circuito de flotação, por meio de moagem/peneiramento e deslamagem até se atingir um produto com P₉₅ de 105 μ m. O aparato experimental foi composto basicamente por uma coluna piloto de flotação de 2” de diâmetro por 6 m de altura, painel de controle de vazão de água de lavagem e de ar, bombas peristálticas para alimentação e retirada de produtos e um sistema de controle automático de nível. Foram utilizadas condições operacionais recomendadas na literatura especializada no tema e pelo fabricante das colunas. Uma estimativa do teor de Fe por meio de balanço de massa e medida da massa específica média das amostras (obtido por picnometria a gás hélio), será apresentada, confrontando com dados obtidos com as análises químicas realizadas por fluorescência de raios-X.

Os ensaios conduzidos levaram a um produto com 50% de Fe no concentrado, mais que o dobro do teor de Fe do minério ROM, obtendo-se uma recuperação metalúrgica próxima de 90%, utilizando-se apenas uma etapa de flotação *rougher*. Pode-se concluir que o processo de flotação em coluna mostrou-se bastante efetivo para recuperação de partículas finas de minério de ferro contidas nos rejeitos da flotação convencional.

PALAVRAS-CHAVE: flotação em coluna, minério de ferro, recuperação de finos.

1. INTRODUÇÃO

O processo de flotação consiste na adesão de bolhas de ar introduzidas no sistema à fase dispersa (partículas), sendo o conjunto formado bolha-partícula carreado para a superfície da célula de flotação onde ocorre a recuperação das mesmas. As colunas de flotação surgiram da necessidade de resolver os problemas de grandes perdas de partículas finas, perdidas na corrente de descarte de circuitos de flotação convencional. O principal motivo para essas perdas é que os equipamentos de flotação convencional geram bolhas com diâmetros entre 600-3000 micrômetros, consideradas relativamente grandes para separação de partículas finas, inconveniente do processo, que foi amenizado com a criação das colunas de flotação.

Dentre as vantagens da coluna de flotação em relação à flotação mecânica, podemos citar: uma maior relação H/D, aumentando a probabilidade de contato bolha-partícula; capacidade de flotar partículas menores que as células convencionais, em função do sistema de geração de bolhas por meio de um aerador poroso; e maior seletividade pela aplicação de água de lavagem diminuindo o arraste hidrodinâmico de partículas hidrofílicas para a espuma.

O presente trabalho tem por objetivo avaliar a flotação aniônica direta, via flotação em coluna, de finos de um minério de ferro hematítico de baixo teor, visando simular a recuperação dos finos comumente perdidos na corrente de descarte de circuitos de flotação convencional.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

O minério utilizado no presente estudo foi um minério de ferro hematítico, proveniente da região Norte de Minas Gerais, obtido do rejeito de uma pré-concentração em espirais Humphreys e da flotação convencional mecânica. Os reagentes químicos utilizados no condicionamento foram: *tall oil* (mistura de ácidos graxos) e óleo de coco saponificado como coletor, silicato de sódio (VETEC) como depressor e ácido sulfúrico (VETEC) como regulador de pH.

2.2. Métodos

Preparação da amostra: O material alimentado na coluna de flotação, proveniente do rejeito da espiral concentradora ou da flotação convencional, foi homogeneizado e quarteadado para retirada de alíquotas de aproximadamente 45 kg, utilizadas em cada ensaio na coluna. A amostra foi encaminhada para moagem em moinho de bolas, quando necessário, para classificação em cerca de 95% das partículas passante em 105 μm , condição determinada pelo grau de liberação das partículas de hematita do minério e considerada adequada para a flotação em coluna.

Determinação da distribuição de tamanho das partículas: A análise granulométrica do minério foi realizada através do procedimento clássico de peneiramento a úmido utilizando uma série de peneiras *Tyler*, com aberturas variando de 150 a 400 *Mesh*.

Determinação da massa específica das amostras: A massa específica das amostras (ρ_p) foi determinada pela técnica de picnometria a gás hélio, utilizando-se o picnômetro Micromeritics, modelo AccuPyc 1330.

Determinação do teor de Fe: Devido à dificuldade de determinação do teor de ferro (% Fe) das amostras minerais por análise química, demandando muito tempo e um custo elevado,

os teores foram obtidos por meio de uma técnica gravimétrica. Esta técnica consiste em determinar a massa específica média das amostras minerais, por picnometria a gás hélio, e utilizá-la no sistema composto pelas Equações 1 e 2 abaixo, obtida por balanço de massa, para estimativa do teor de Fe das amostras. No balanço de massa realizado foi considerando que apenas hematita (Fe_2O_3) e sílica (SiO_2) estão presentes nas amostras, consideração esta plausível visto que análises químicas mostraram que os demais constituintes (principalmente Al_2O_3 , CaO , K_2O e MgO) representavam, na maioria dos casos, menos de 5% em massa das amostras de estudo.

$$\rho_p = \frac{1}{\frac{f_h}{\rho_h} + \frac{(1-f_h)}{\rho_s}} \quad (1)$$

$$\% Fe = 0,7 \cdot f_h \cdot 100 \quad (2)$$

onde ρ_p é a massa específica média da amostra; ρ_h é a massa específica da hematita pura ($5,2 \text{ g/cm}^3$), ρ_s é a massa específica da sílica pura ($2,65 \text{ g/cm}^3$) e f_h a fração de hematita na amostra.

Da Equação 1 obtém-se a fração de hematita e da Equação 2 obtém-se o teor de ferro (% Fe). O fator 0,7 da Equação 2 representa a fração de ferro contida na hematita.

Determinação da eficiência do processo (recuperação metalúrgica): A eficiência do processo é avaliada em função do teor de ferro obtido no concentrado e, principalmente, em relação à recuperação metalúrgica de ferro no concentrado (RM) dada pela Equação 3, relacionada com a recuperação mássica de Fe no concentrado em relação ao Fe contido na alimentação.

$$RM (\%) = \left(\frac{\% Fe_{conc} \cdot m_{conc}}{\% Fe_{alim} \cdot m_{alim}} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

onde $\%Fe_{conc}$ é o teor de ferro no concentrado, $\%Fe_{alim}$ é o teor de ferro na alimentação, m_{conc} é a massa coletada do concentrado e m_{alim} é a massa coletada da alimentação.

Ensaio na coluna piloto de flotação: Toda a parte experimental do presente trabalho, incluindo os ensaios de flotação em coluna, foi realizada na Usina Piloto do Centro de Tecnologia Mineral – CETEM, Rio de Janeiro – RJ. O aparato experimental da coluna de flotação é composto basicamente pelos seguintes equipamentos: a coluna piloto de flotação propriamente dita de 2” de diâmetro interno por 6 m de altura (50,8 mm Ø x 6000 mm H) construída em acrílico com volume total de aproximadamente 13 L, painel de controle de vazão de água de lavagem e de ar através de rotâmetros (Cole-Parmer®, Modelo 102-05-N para ar e 044-40-N para água), regulador de pressão do ar, bombas peristálticas para alimentação e retirada de produtos (Cole-Parmer®, Modelo 7553-75), painel de controle elétrico de velocidade de bombas, sistema de controle automático de nível, sistema de

dispersão do ar (dispersor poroso), tanque de condicionamento da polpa de alimentação, bomba peristáltica dosadora de reagentes (M. S. Mistura, Modelo 202), além de mangueiras e conexões acessórias.

Os ensaios experimentais na coluna de flotação foram realizadas com condições operacionais recomendadas na literatura especializada no tema (Aquino *et al.*, 2004; Finch e Dobby, 1990) e pelo fabricante das colunas (Canadian Process Technologies Inc., 2007), de acordo com a Tabela I. No processo de flotação em coluna é comum utilizar um parâmetro operacional conhecido por *bias* para descrever a fração residual de água de lavagem que desce na camada de espuma (seção de limpeza). O *bias* é quantificado pela diferença entre a vazão de rejeito e vazão da polpa de alimentação, expressa em termos de velocidade superficial, definida pela razão entre a vazão volumétrica e a área da seção transversal de escoamento (Finch e Dobby, 1990).

O condicionamento dos reagentes foi feito com dosagens de 125 e 500 g/t de coletor para minerais de ferro (*tall oil* e óleo de coco saponificado), dosado com o auxílio de uma bomba peristáltica de precisão, e de 800 g/t (para todos os ensaios) de silicato de sódio como depressor da ganga silicatada, dosado diretamente no tanque de armazenamento da polpa de alimentação sob agitação mecânica, conforme condições de alimentação apresentadas na Tabela II. O pH foi mantido em torno de 5,8 para todos os ensaios. Os ensaios 1 e 2 foram realizados com amostras de rejeito da flotação convencional, após uma etapa de lavagem ácida para remoção de reagentes residuais, e os ensaios 3 e 4 foram realizados com amostras de rejeito da concentração em espirais, após deslamagem por decantação para remoção dos ultra-finos.

Tabela I. Condições operacionais utilizadas nos ensaios de flotação em coluna

Variáveis	Nomeclatura	Valor	Unidade
Tempo de residência médio	t_{rm}	15	min
Bias	J_b	0,10	cm/s
Vazão da água de lavagem	$Q_{\text{água}}$	245	mL/min
Vazão de ar	Q_g	1838	mL/min
Velocidade superficial de ar	J_g	1,5	cm/s
Altura da camada de espuma	h_e	40	cm

Tabela II. Condições de alimentação utilizadas na coluna de flotação

Alimentação	% solidos	teor Fe (%)	Q_{polpa} (L/min)	$W_{sól.}$ (kg/h)	Coletor	Dosagem (g/t)
Ensaio 1	20	13	0,6	8,3	<i>tall oil</i>	125
Ensaio 2	20	22	0,6	8,3	<i>tall oil</i>	250
Ensaio 3	20	18	0,6	8,3	óleo de coco	500
Ensaio 4	19	18	0,85	11,1	óleo de coco	500

Procedimento experimental: Os ensaios de flotação em coluna foram realizados conforme a sequência experimental a seguir:

- Inicialmente foram preparados cerca de 200 L de polpa mineral com 20% de sólidos em um tanque agitado com capacidade total de 300 L. Procedeu-se uma deslamagem por decantação da polpa para remoção das partículas muito finas, que prejudicam o processo de flotação, e ajuste do pH da polpa para 5,8.

- A coluna foi preenchida com água até a metade da altura total da coluna e, na sequência, o ar foi alimentado na base da coluna ajustado-se a vazão desejada através de um rotâmetro no painel de controle de vazões de ar e água de lavagem. A pressão na linha de alimentação de ar foi mantida em torno de 300 kPa (3 bar).

- Os reagentes químicos foram então adicionados, de acordo com as dosagens estabelecidas anteriormente em ensaios de bancada. Primeiramente foi adicionado o depressor silicato de sódio (800 g/t) no tanque de condicionamento da polpa e posteriormente foi dosado o coletor em linha, com dosagem estabelecida para cada ensaio, através de uma bomba dosadora. O pH da polpa ajustado e mantido em cerca de 5,8.

- Após a adição dos reagentes a polpa foi alimentada na coluna, na vazão pré-estabelecida, mantendo-se o seletor do painel de controle de nível no modo manual até que a altura do transdutor de pressão da coluna fosse alcançada pela polpa, quando o seletor era então ajustado para automático. O controle de nível da interface polpa-espuma foi realizado de forma indireta controlando-se a pressão em centímetros de coluna de água (cm H₂O) no controlador PID do painel. Para manter uma altura de camada de espuma de 40 cm na coluna o *Set Point* (SV – *Set Variable*) era pré-ajustado no controlador em cerca de 50 cm H₂O.

- Em seguida a água de lavagem era alimentada no topo da coluna, ajustando-se a vazão de trabalho no rotâmetro de água do painel.

- Após cerca de 1 hora de operação, tempo para a coluna entrar em regime permanente, a vazão de alimentação era checada e amostras de concentrado e de rejeito eram coletadas durante 1 min, com intervalos de tempos pré-definidos entre uma coleta e outra (geralmente 15 ou 30 min).

As amostras coletadas eram colocadas em estufa para secagem, depois pesadas e analisadas quanto ao teor de Fe, para posterior cálculo da eficiência do processo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização química e mineralógica da amostra ROM

A composição química da amostra ROM do minério de ferro utilizado está indicada na Tabela III, obtida por fluorescência de raios-X (Braga *et al.*, 2010). A amostra contém teor total de ferro de 20,7%, com elevado teor de SiO₂, equivalente a 61%.

Tabela III – Análise química da amostra ROM.

Teores (%)											
FeO	Al ₂ O ₃	CaO	Fe	K ₂ O	MgO	Mn	Na ₂ O	P	SiO ₂	TiO ₂	P.F.
1,07	4,2	1,0	20,4	1,0	0,56	0,07	<0,1	0,19	62,2	0,31	1,18

A análise mineralógica da amostra, realizada com auxílio de um microscópio óptico de luz refletida e análise por difração de raios-X, mostrou que as principais espécies minerais presentes na amostra estudada (minério ROM) foi predominantemente quartzo e hematita, sendo o minério de ferro classificado como quartzoso hematítico lamelar. O grau de liberação do quartzo, baseada na contagem de grãos ao microscópio em faixas granulométricas estreitas e posterior tratamento estatístico, mostrou que se encontra 80% liberado em relação à hematita em granulometrias inferiores a 0,105 mm (Braga et al., 2010).

3.2. Distribuição de Tamanho de Partículas

Na Figura 1 é apresentada a distribuição de tamanho das partículas das amostras utilizadas nos ensaios 1 a 4, após etapa de preparação. Observa-se que cerca de 15% a 25% das partículas das amostras encontram-se com tamanho abaixo de 37 μm e cerca de 92% abaixo de 105 μm , caracterizando-se como amostras de granulometria fina com estreita faixa de tamanhos.

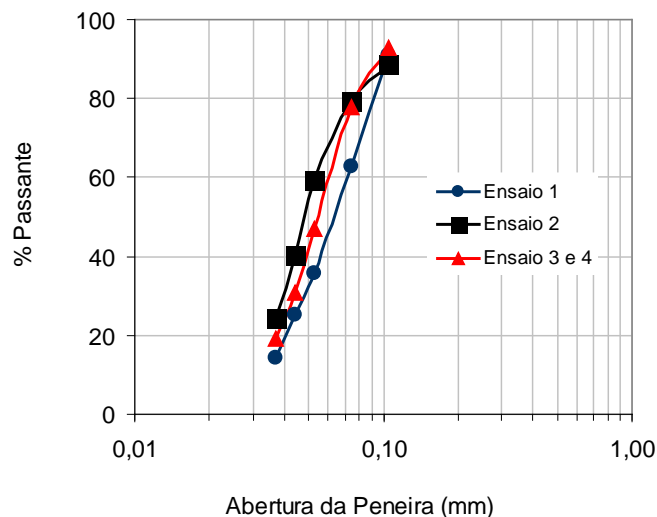


Figura 1. Distribuição de tamanho das amostras

3.3. Resultados da Flotação em Coluna

Foram conduzidos quatro ensaios experimentais na coluna de flotação do CETEM, descrita anteriormente, utilizando as condições operacionais da coluna encontradas na Tabela I e conforme condições de alimentação da Tabela II. Os resultados são mostrados na Tabela IV abaixo, onde m é a massa de amostra coletada durante um tempo fixo de 1 minuto, $R_{mássica}$ é a recuperação mássica de concentrado e RM é a recuperação metalúrgica de ferro no concentrado.

Pode-se observar que no ensaio 1 foram obtidos altos teores de ferro no concentrado (acima de 50%), mesmo partindo de um teor de 13% na alimentação, evidenciando a boa

seletividade da coluna de flotação. Porém, a recuperação metalúrgica de ferro foi baixa em função da baixa recuperação mássica no concentrado, provavelmente ocasionada pela baixa concentração de coletor (125 g/t) frente aos demais ensaios. No ensaio 2 os teores de ferro foram inferiores (em torno do dobro alimentado), mas com uma média de recuperação metalúrgica acima de 70%, em função da melhor recuperação mássica deste ensaio.

Para os ensaios 3 e 4 os teores de ferro obtidos no concentrado foram equivalentes, mas os teores de ferro no rejeito foram bem menores para o ensaio 4, mostrando que a condição de maior vazão favoreceu para a obtenção de um rejeito mais limpo, praticamente não necessitando de etapa *scavenger* para recuperação de ferro. Destaca-se ainda que no ensaio 4 foram obtidas as melhores recuperações metalúrgicas de ferro no concentrado, com média em torno de 87%, em que se tratando de apenas uma etapa de flotação (etapa *rougher*) o resultado pode ser considerado muito bom, além dos menores teores de ferro no rejeito (pouco acima de 4%). Por fim, das condições testadas, a utilização do óleo de coco saponificado com coletor de minerais de ferro na dosagem de 500 g/t (ensaio 4) mostrou ser a melhor opção, obtendo-se valores próximos de 50% de teor de ferro no concentrado e 90% de recuperação metalúrgica.

Tabela IV. Resultados de teor e recuperação metalúrgica de ferro no concentrado dos ensaios

Ensaio	Amostras	Tempo (min)	Rejeito		Concentrado		R _{mássica}	RM
			m (g)	% Fe	m (g)	% Fe		
1	1	15	88,48	5,5	13,5	52,1	13,2	39,1
	2	30	120,5	7,8	16,1	54,7	11,8	49,1
	3	45	133,23	7,8	14,8	50,6	10,0	41,8
2	1	15	64,36	6,1	49,3	45,8	43,4	74,0
	2	30	46,85	5,7	67,5	32,7	59,0	72,5
	3	45	76,85	6,9	49,6	46,9	39,2	76,4
3	1	15	31,71	6,37	42,4	41,27	57,2	70,4
	2	30	81,49	11,46	35,0	46,66	30,0	65,7
	3	45	88,5	8,07	36,1	47,37	29,0	68,8
	4	60	97,02	8,20	35,6	54,17	26,8	77,6
	5	75	100,99	11,1	28,3	52,5	21,9	59,9
4	1	10	128,82	4,3	60,1	53,8	31,8	87,0
	2	20	126,17	4,5	63,1	49,9	33,3	84,8
	3	30	113,5	4,8	93,4	37,9	45,1	95,3
	4	40	118,23	4,4	60,9	46,4	34,0	76,1
	5	50	247,66	3,9	61,0	56,2	19,8	92,3

3.4. Avaliação da Estimativa do Teor de Ferro por Medidas de Picnometria

Com intuito de avaliar a precisão da estimativa do teor de ferro obtido por medidas de picnometria, denominadas %Fe (Pic), amostras de rejeitos e concentrados de alguns ensaios foram encaminhadas para análise química por fluorescência de raios-X, para determinação do teor de ferro real, denominado %Fe (AQ). Na Tabela V abaixo são apresentados os resultados dos teores de ferro obtidos por picnometria e análise química, assim como os desvios absolutos encontrados.

Tabela V. Comparação entre dados de teor de ferro estimados e reais

Amostra	ρ_s (g/cm ³)	% Fe (Pic.)	% Fe (AQ)	Desvio Absoluto
1	3,9019	45,8	43,9	-1,9
2	3,4387	32,7	31	-1,7
3	3,7630	42,2	40,90	-1,3
4	3,9476	46,9	45,4	-1,5
5	2,7683	6,1	5,18	-0,9
6	2,7600	5,7	4,54	-1,2
7	2,7860	7,0	5,77	-1,2
8	2,7848	6,9	6,03	-0,9
9	2,7363	4,5	2,53	-2,0
10	2,7422	4,8	2,45	-2,4

De uma forma geral, existe uma boa aproximação dos dados estimados, com desvios negativos entre 1–3%, mostrando que a estimativa do teor de ferro por picnometria tende a superestimar os seus valores, provavelmente pelo fato do procedimento proposto não levar em consideração a presença dos demais constituintes minerais da amostra. Uma análise estatística mais elaborada, com a construção de um banco de dados maior, será realizada em trabalho futuro, com o objetivo de obter uma curva de calibração entre dados estimados e reais, melhorando a precisão da estimativa.

4. CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES FINAIS

A concentração de minério de ferro por meio de flotação em coluna mostrou-se eficaz, possibilitando a obtenção de um concentrado com teores de ferro próximos a 50% e recuperações metalúrgicas de Fe em torno de 90%, em apenas uma etapa de flotação *rougher*, dependendo das condições de alimentação do processo. A flotação em coluna comprovou ser um processo muito promissor de beneficiamento mineral para enriquecimento de partículas finas de minério de ferro de baixo teor, devendo ser realizando mais ensaios de flotação para avaliar outras variáveis operacionais da coluna.

O método proposto para determinação do teor de Fe por meio de picnometria a gás hélio mostrou útil e relativamente preciso, permitindo uma estimativa rápida e simples para otimização de novos ensaios, sem a tradicional espera por resultados de análise química. A estimativa pode contribuir também na redução de custos com a eliminação da análise química de amostras que não foram obtidos resultados satisfatórios no processo.

5. AGRADECIMENTOS

Ao CETEM por toda infra-estrutura disponibilizada para a realização das atividades experimentais (laboratórios e usina piloto) e pelo apoio de recursos humanos.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Aquino, J. A., Oliveira, M. L. M., Fernandes, M. D., Flotação em coluna. In: **Tratamento de Minérios** (Luz, A. B., Sampaio, J. A., Almeida, S. L. M., Editores), CETEM/MCT, 4ª Edição, Rio de Janeiro, Brasil, 2009.

Braga, P. F. A., Louzada, J.C. G., Borges, R. S., Pais, A. C., Concentração de Minério de Ferro de Baixo Teor, **X Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales**. Salta, Argentina, Octubre, 2010.

Canadian Process Technologies Inc., Column Flotation Test Cell – **Operating and Maintenance Manual**, 2007, 32p.

Couto, H. J. B., Recuperação de Finos na Indústria Mineral Utilizando os Processos de Flotação em Coluna e por Ar Dissolvido, CETEM, Relatório Técnico Interno, 2009, 38p.

Finch, J. A., Dobby G. S., Column Flotation, **Pergamon Press**, 1ª edição, 1990.