

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO PARA A FLOTAÇÃO REVERSA DE PELLETT FEED NA MINERAÇÃO CASA DE PEDRA ATRAVÉS DA APLICAÇÃO DE NOVOS REAGENTES, COLETORES E DEPRESSORES¹

E. C. Souza²
P. S. de Oliveira²
M. C Segato²
T. O. Moreira²
D. Magalhães³
J. A. Aquino⁴
R. O. Albuquerque⁴
W. E. Junior⁴

Resumo

Com objetivo de promover maiores níveis de recuperação metalúrgica e qualidade no processo de concentração de *pellet feed* a Gerência de Tratamentos de Minérios (CSN) realizou o presente trabalho em parceria com o Serviço de Tecnologia Mineral do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), para avaliar novos reagentes coletores e depressores. O trabalho foi desenvolvido com a instalação de uma unidade piloto de flotação com capacidade de 400kg/h alimentada pelo mesmo fluxo de alimentação do circuito industrial para garantir a representatividade dos ensaios. Foram testados na linha dos coletores: éter-monoaminas com diferentes percentuais de neutralização e fórmulas químicas da cadeia; éterdiaminas com diferentes percentuais de neutralização e blends com étermonoaminas. Na linha dos depressores testou-se: os tradicionais depressores a base de amido de milho, a base de amido de mandioca e outros a base de celulose recém-utilizados em sistemas de flotação (Carboxi-Metil-Celulose). O trabalho tecnológico tornou possível a avaliação quanto ao desempenho de novos reagentes, quando comparados aos insumos atualmente em uso. Na linha das étermonoaminas concluiu-se que alguns reagentes apresentaram desempenhos similares. As éterdiaminas não propiciaram uma melhora no desempenho do processo de concentração. Com relação aos depressores, o insumo atualmente em uso apresentou bom desempenho frente aos insumos tradicionais à base de amido de milho e mandioca sendo identificado uma alternativa de possível substituição. Dentre as Carboxi-Metil-Celulose testadas somente o insumo do fabricante "F2" mostrou-se promissora possibilitando uma elevação na recuperação metalúrgica de Fe da ordem de 6,0% e um índice de seletividade no processo 5,5% superior.

Palavras-chave: Flotação reversa de *pellet feed*; Minério de ferro; Reagentes; Otimização de processos.

Abstract

With objective of promoting larger levels of metallurgical recovering and quality in the process of concentration of pellet feed the Management of Treatments of Ores (CSN) it accomplished the present work in partnership with the Service of Mineral Technology of the Center of Development of the Nuclear Technology (CDTN), to evaluate new collectors and depressant reagents. The work was developed with the installation of a flotation pilot unit with capacity of 400kg/h fed by the same flow of feeding of the industrial circuit to guarantee the quality of the tests. They were tested in the line of the collectors: etheramine with different percentile of neutralization and chemical formulas of the chain; etherdiamines with different percentile of neutralization and blends with etheramines. In the line of the depressant it was tested: the traditional ones depressant the base of corn starch, the base of cassava starch and other the cellulose base recently-used in flotation systems (Carboxi-methyl-cellulose). The technological work turned possible to the evaluation with relationship to the acting of new reagents, when compared now to the inputs in use. In the line of the etheramines it was ended that some reagents presented similar actings. The etherdiamines didn't propitiate an improvement in the acting of the concentration process. With relationship to the depressant, the input now in use it presented good carry out front to the traditional inputs to the base of corn starch and cassava being identified an alternative of possible substitution. Among them Carboxi-methyl-cellulose tested only the input of the manufacturer "F2" it was shown promising making possible an elevation in the recovery metallurgical recovering of Fe of the order of 6,0% and a seletivity index in the process 5,5% superior.

Key words: Iron ore reverse flotation; Iron ore; Reagents; Process optimization.

¹ Contribuição técnica ao VIII Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 18 a 21 de setembro de 2007, Salvador - BA, Brasil.

² Engenheiros da Mineração Casa de Pedra (CSN)

³ Técnico de Desenvolvimento da Mineração Casa de Pedra (CSN)

⁴ Pesquisadores do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN

INTRODUÇÃO

O ferro é uma das matérias primas básicas que sustentam o progresso tecnológico da humanidade, componente fundamental no processo de industrialização de qualquer país. Por ser a matéria prima básica na composição do aço, está presente na fabricação de máquinas e equipamentos, na construção civil e na indústria de bens de consumo. Trata-se de um dos recursos minerais mais baratos e com amplo espectro de aplicação em praticamente todas as áreas da indústria.

Graças à combinação de minas próprias, usina, ferrovias e portos em suas operações, a Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) é o mais abrangente complexo siderúrgico integrado da América Latina. Líder no setor siderúrgico brasileiro, a empresa tem capacidade de produção de 5 milhões de toneladas anuais de aço bruto.

Visando elevar o rendimento do processo e otimizar o circuito industrial de flotação da Mineração Casa de Pedra, a CSN contratou o Serviço de Tecnologia Mineral do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN) para realizar o presente trabalho de desenvolvimento tecnológico, envolvendo um estudo de flotação em coluna. Para isto foi instalada uma unidade piloto com capacidade de aproximadamente 400 kg/h junto à planta industrial da Mineração Casa de Pedra, em Congonhas –MG. A alimentação da unidade piloto, constituída de duas colunas de flotação, era realizada continuamente com parte do fluxo de material proveniente do *underflow* do último ciclone da deslamagem, ou seja, a alimentação das colunas industriais, com granulometria abaixo de 0,150 mm e sem adição de reagentes.

Nesse estudo foram realizados 118 testes piloto de flotação durante 21 dias de operação no período de 01 de novembro de 2006 a 05 de janeiro de 2007, utilizando as frações finas provenientes de 16 pilhas de alimentação do circuito industrial da CSN. Em cada teste foram amostrados os fluxos de alimentação, concentrado e rejeito para determinação das massas de sólidos e de polpa e dos teores dos elementos Fe, SiO₂, Mn e P, totalizando aproximadamente 1500 determinações.

Atualmente, a Cia. Siderúrgica Nacional utiliza para concentração dos finos de minério de ferro na sua unidade industrial Casa de Pedra em, Congonhas (MG), quatro colunas *rougher* e duas *cleaner*. Todas as colunas possuem as mesmas dimensões, ou seja, seção circular de 4,0m de diâmetro e altura total de 10,0 metros.

MATERIAL E MÉTODOS

O fluxograma da unidade piloto utilizado para realização dos testes de flotação reversa está apresentado na Figura 1. Parte do fluxo da polpa de alimentação da planta industrial de flotação da CSN, com uma concentração de sólidos usualmente superior a 70%, era desviada para um tanque pulmão (TQ-1) de onde era alimentada a uma taxa constante no condicionador CN-1, enquanto o excesso era descartado. No condicionador CN-1 era adicionada uma pequena quantidade de água de diluição, para ajuste da concentração de sólidos para 60% aproximadamente, e o reagente depressor de hematita. A seguir, a polpa fluía por gravidade para o condicionador CN-2, onde era adicionado o reagente coletor. Após a adição de água de concentração de sólidos para um valor médio de 50%, diluição para adequação da a polpa condicionada era então alimentada na coluna

CO-1, obtendo-se na fração não-flotada o concentrado - contendo principalmente os minerais de ferro, e na fração flotada os minerais silicatados. As informações sobre os coletores e depressores utilizados nos ensaios encontram-se nas Tabelas 1 e 2.

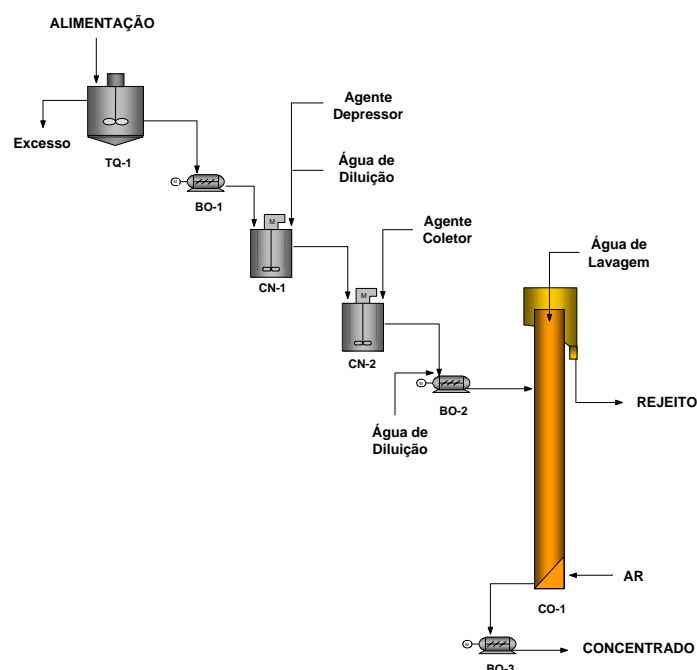


Figura 1 - Fluxograma do circuito *rougher* de flotação

Tabela 1: Nomenclatura e tipo dos depressores utilizados

Depressor	Tipo	Fabricante
D1	Amido de milho	F1
D2	Carboximetilcelulose	F2
D3	Amido de mandioca	F3
D4	Amido de milho	F4
D5	Carboximetilcelulose	F5
D6	Carboximetilcelulose	F5
D7	Carboximetilcelulose	F5

Tabela 2: Nomenclatura e tipo dos coletores utilizados durante os ensaios

Coletor	Tipo	Neutralização	Fabricante
C1	Etermonoamina	30%	F6
C2	Etermonoamina	30%	F6
C3	Eterdiamina	20%	F6
C4	Eterdiamina	20%	F6
C5	Alcoxipropanoamina	30%	F5
C6	Mescla de aminas primárias	30%	F7
C7	Etermonoamina	20%	F7
C8	Eterdiamina	30%	F7

Para a realização dos testes de flotação, utilizou-se uma coluna de 15,2cm de diâmetro e altura total de 530,0cm, com um sistema interno de geração de bolhas. O controle de nível da interface polpa-espuma era feito através de sinais provenientes

de dois sensores de pressão instalados na coluna, processados no controlador digital CD-600, atuando sobre a vazão de polpa na fração não-flotada, ajustada na bomba de parafuso BO-3. As vazões de ar e de água de lavagem eram medidas e ajustadas através de rotâmetros.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir estão apresentadas as condições e os resultados dos testes de flotação assim como os comentários sobre o efeito de cada variável estudada. Em cada uma das séries de testes foi estudado o efeito de uma variável sobre o teor e a recuperação de Fe e SiO₂ no concentrado e no rejeito da flotação.

Tipo e Dosagem de Reagente Depressor

No sistema de reagentes utilizado na flotação de minério de ferro é de fundamental importância a adição de um reagente depressor para os minerais de ferro. Neste caso, o reagente depressor tem a função de inibir a adsorção da amina sobre a superfície dos minerais de ferro, mantendo a hidrofobicidade necessária para que as partículas de ferro permaneçam em contato com a fase aquosa, sendo assim separadas dos minerais silicatados. Reagentes depressores tais como amido de diferentes origens (milho, mandioca, etc.), carboximetilcelulose (natural e sintético) têm sido testados e utilizados em diversas plantas industriais de concentração de minério de ferro.

a) D1 (Amido de milho)

Inicialmente, foram realizados testes variando a dosagem do depressor D1, atualmente utilizado na indústria, de 618,1 a 1045,4g/t. Os resultados apresentados na Figura 2 mostram que o aumento da dosagem deste depressor acarretou uma redução significativa no teor de ferro do rejeito e, conseqüentemente, um aumento no índice de seletividade (IS). Utilizando uma dosagem média de 985g/t foram obtidos concentrados com recuperação de ferro da ordem de 90% e baixos teores de SiO₂ ($\leq 1,60\%$).

b) D2 (Carboximetilcelulose)

Para preparação desse reagente a uma concentração de 1% foi necessária sua adição lenta em água e grande agitação, seguida da gelatinização com hidróxido de sódio. Os resultados estão apresentados na figura 3 e mostram que, de maneira similar ao depressor D1, o aumento da dosagem do D2 acarretou uma redução significativa no teor de ferro do rejeito. Com dosagens mais elevadas (~ 900g/t) verifica-se um aumento no teor de SiO₂ do concentrado de Fe. Utilizando uma dosagem de 864,2g/t (Pilha 91) obteve-se um elevado índice de seletividade (28,2) e um concentrado com teor de 1,02% de SiO₂ e recuperação de 95,8% de Fe.

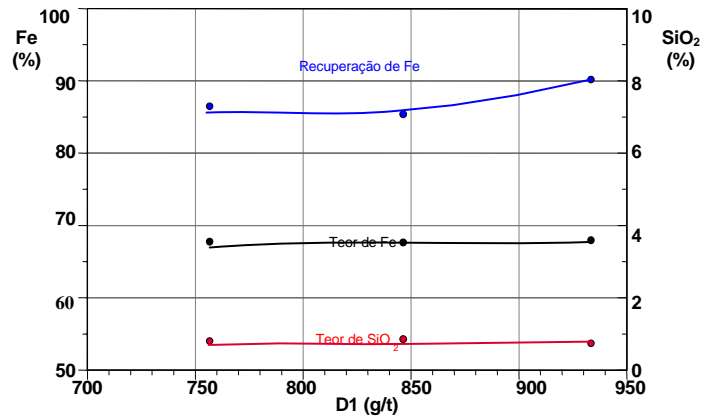


Figura 2 – Efeito da dosagem do depressor D1 (Pilha 91)

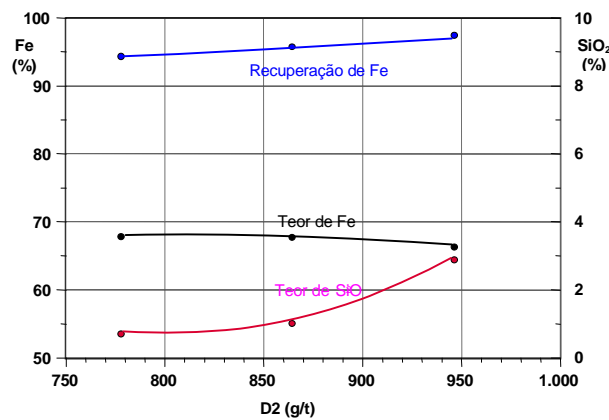


Figura 3 - Efeito da dosagem do depressor D2 (Pilha 91)

c) D1 e D2 (Amido de milho e CMC)

Considerando os resultados obtidos nas séries anteriores de testes optou-se por avaliar o efeito da ação conjunta dos depressores D2 e D1. Para isso foram realizados testes utilizando diferentes proporções destes depressores, cujos resultados estão apresentados na Tabela 3. Verifica-se que a recuperação de Fe no concentrado foi crescente com o aumento da participação do D2. O índice de seletividade atingiu o máximo e o teor de SiO₂ no concentrado ficou abaixo da especificação ($\leq 1,50\%$) utilizando uma dosagem de 377,0g/t (42%) de D2 e 521,2 g/t (58%) de D1. Utilizando essas dosagens (Teste FE- 80) foi obtido um concentrado com baixo teor de SiO₂, apenas 1,34%, e recuperação de Fe de 92,9%. Comparando esses resultados com os obtidos no Teste FE-81 verifica-se que a mistura propiciou um aumento de 4,7% e 5,9% nas recuperações de massa e de Fe no concentrado, respectivamente.

Tabela 3 - Efeito da dosagem de D1 e D2 na flotação *rougher* (Pilha 88)

Teste	Depressor			IS	Teor de Fe (%)		Teor de SiO ₂ (%)		Recuperação (%)	
	D2 (g/t)	D1 (g/t)	Relação		Conc.	Rej.	Conc.	Rej.	Massa	Fe
FE-81	0,0	830,6	1,00	16,4	67,71	14,72	1,32	77,02	59,3	87,0
FE-79	195,0	710,5	0,78	16,7	67,20	12,43	1,56	80,3	66,5	91,5
FE-80	377,0	521,2	0,58	21,8	68,10	9,22	1,34	86,14	64,0	92,9
FE-78	902,3	0,0	0,0	12,2	64,93	7,45	5,15	87,99	72,2	95,8

d) D3 (Amido de mandioca)

Os resultados dos testes variando a dosagem do reagente depressor D3, de 642,0 a 992,2g/t estão apresentados na Figura 4 e mostram que com esse reagentes foram obtidos baixos índices de seletividade e elevados teores de SiO_2 no concentrado, para níveis de recuperação de Fe satisfatórios. Ressalta-se que a solução deste depressor apresentou-se muito gelatinosa na concentração testada (2,0%), dificultando seu bombeamento. Ressalta-se também que os produtos, concentrado e rejeito obtidos na flotação utilizando este depressor apresentaram grande dificuldade de filtração.

e) D4 (Amido de milho)

Foram realizados testes variando a dosagem do reagente depressor D4, de 697,9 a 1.001,3g/t. Os resultados apresentados na Figura 5 mostram que nas condições estudadas, o aumento da dosagem do depressor acarretou uma elevação no índice de seletividade através de uma redução no teor de Fe do rejeito. Para a dosagem de 1.001,3g/t de D4 foi obtido um concentrado com teor de 67,1% e recuperação de 90,7% de Fe. O teor de SiO_2 no concentrado foi de 1,76%. Esses resultados são semelhantes aos obtidos utilizando uma dosagem similar de D1 para depressão dos minerais de ferro.

f) D5 (Carboximetilcelulose)

Os resultados dos testes variando a dosagem do reagente depressor D5, de 610,9 a 857,8g/t, estão apresentados na Figura 6. Esses resultados mostram que, em todas as dosagens estudadas o D5 apresentou um baixo desempenho na depressão dos minerais de ferro. Foram obtidos baixos índices de seletividade, em consequência dos elevados teores de Fe no rejeito, sempre superiores a 37%, e teores de sílica no concentrado superiores a 7,0%.

g) D6 e D7 (CMC)

Foram realizados testes variando a dosagem do depressor D6, de 619,6 a 909,7g/t. Os resultados apresentados na Figura 7 mostram que nas condições estudadas o desempenho do D6 foi similar ao D5, ou seja, foram obtidos concentrados com altos teores de sílica e rejeitos com elevados teores de ferro. Além desses depressores, foi também avaliado o efeito do reagente depressor D7 numa dosagem de 902,3g/t. O resultado deste teste mostra que, assim como os depressores D5 e D6, o D7 apresentou também um baixo desempenho.

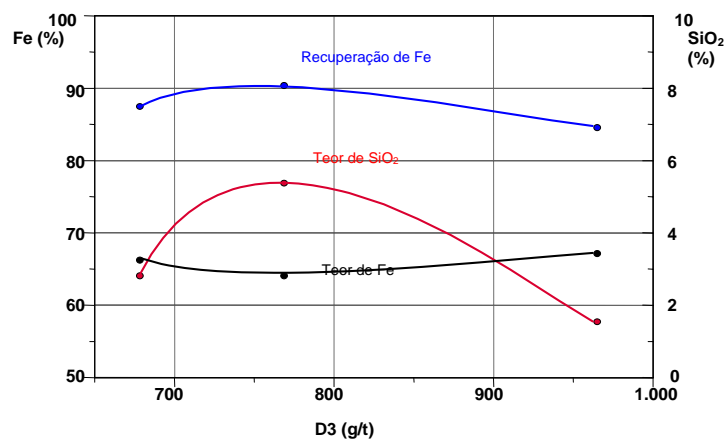


Figura 4 - Efeito da dosagem depressor D3

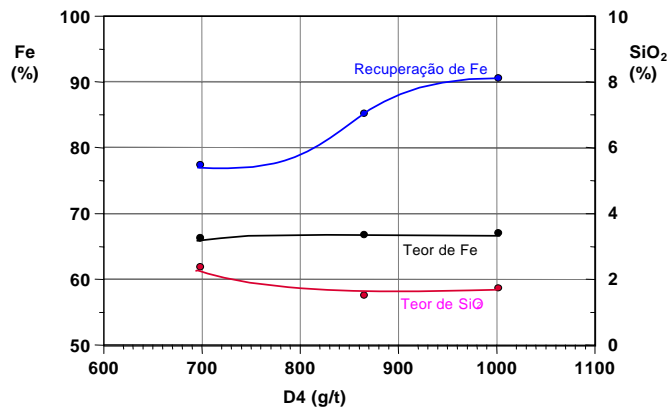


Figura 5 - Efeito da dosagem do depressor D4

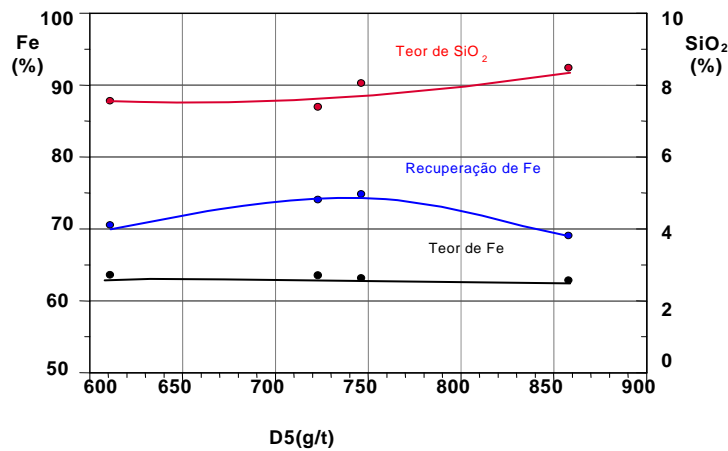


Figura 6 - Efeito da dosagem do depressor D5

Finalmente, foram realizados os testes utilizando uma dosagem média do depressor D6 de 720,0g/t, procurando avaliar o efeito do valor de pH na presença desse depressor. Não obtendo nenhuma melhoria dentro da faixa de pH analisado (9,05 a 11,20). Ressalta-se que esses reagentes não foram gelatinizados, conforme orientação dos fabricantes, ou seja, na sua preparação não foi adicionado hidróxido de sódio. Em função disso, foi necessário ajustar o valor do pH da polpa utilizando hidróxido de sódio.

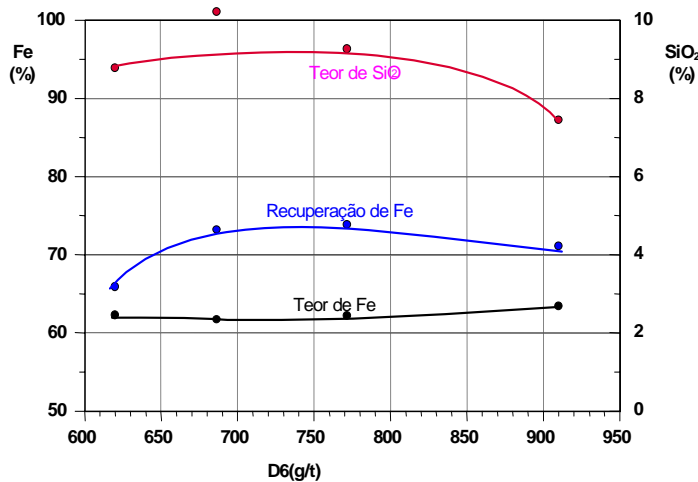


Figura 7 - Efeito da dosagem do depressor D6

Tipo e Dosagem de Reagente Coletor

Em um sistema de flotação, o reagente coletor tem a função de tornar a superfície de uma ou mais espécies minerais hidrofóbicas, tornando possível sua separação seletiva das demais espécies minerais hidrofílicas presentes em um dado minério. A flotação reversa utilizando coletores catiônicos é um dos métodos de processamento mais utilizados nas indústrias mineradoras para promover a separação entre os minerais de ferro e silicatados.

a) C1 (Etermonoamina)

O coletor C1, é o reagente coletor atualmente utilizado pela CSN em sua planta industrial de concentração dos finos por flotação. Foram realizados testes variando a dosagem deste coletor de 37,4 a 61,0g/t. Os resultados obtidos estão apresentados na Figura 8 mostram que, nas condições estudadas, o aumento da dosagem de C1 acarretou uma redução no teor de SiO₂ do concentrado. Em função destes resultados, a dosagem de 49,6g/t de C1 (Teste FE-11) foi selecionada como a mais adequada, obtendo-se um concentrado com teor de 67,3% e recuperação de 91,4% de Fe, e teor de SiO₂ de 1,33%.

b) C7 (Etermonoamina)

Foram realizados testes variando a dosagem do coletor C7 de 40,7 a 63,4g/t. Os resultados estão apresentados na Figuras 9 e mostram que foram obtidos elevados índices de seletividade e níveis de recuperação de ferro e baixos teores de sílica no concentrado de ferro para todas as dosagens testadas. Utilizando uma dosagem de 49,3g/t obteve-se um índice de seletividade de 16,3 e um concentrado *rougher* com teores de Fe e de SiO₂ de 67,6% e 1,49%, respectivamente, e recuperação de 93,3% de Fe.

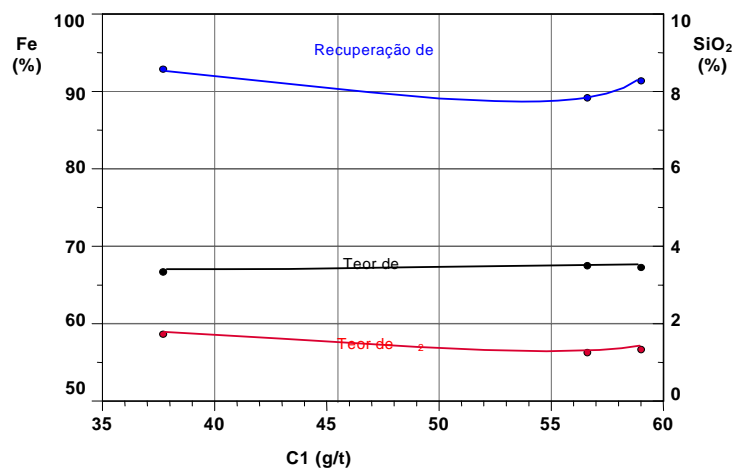


Figura 8 - Efeito da dosagem da amina C1 –Teste FE 11 (Pilha 78)

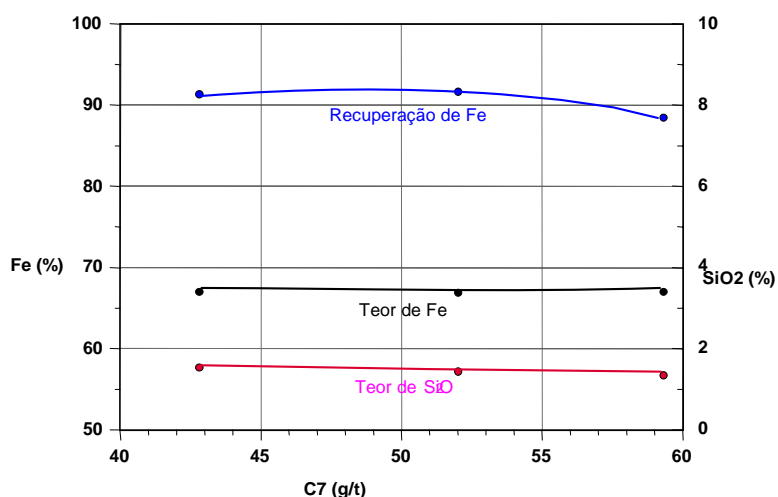


Figura 9 - Efeito da dosagem da amina C7 – Teste FE 14 (Pilha 78)

Comparando os resultados dos Testes FE-11 e FE-14, realizados com o material proveniente da mesma pilha (78) e com a mesma dosagem (~50g/t) das aminas C1 e C7, verifica-se que foram obtidos resultados semelhantes. Em função disso, a amina C7 poderá substituir à C1 dependendo do preço desses reagentes no mercado. Deve-se ressaltar que para obtenção de uma adequada solubilização deste coletor na etapa de preparação foi necessário o aquecimento da água a uma temperatura de 40°C.

c) C2 (Etermonoamina)

Os resultados dos testes realizados variando a dosagem do reagente C2, estão apresentados na Figura 10. Estes resultados mostram que, assim como os coletores anteriormente estudados, o aumento da dosagem de 38,4 para 61,6g/t acarretou uma redução no teor de SiO₂ e uma ligeira redução na recuperação de Fe do concentrado. Comparando os resultados desses testes com os obtidos com as etermonoaminas C1 e C7, verifica-se que para obtenção de resultados similares, principalmente com relação ao teor de sílica no concentrado, necessita-se de uma dosagem mais elevada da amina C2 (61,6g/t).

d) C5 (Alcoxipropanoamina)

Utilizando também o material proveniente da Pilha 80, foram realizados testes com o reagente coletor C5. Os resultados apresentados na Figura 11 mostram que este coletor apresentou um desempenho semelhante ao C1. Utilizando-se uma dosagem de 63,9g/t de C5 foi obtido um concentrado com teor e recuperação de Fe de 67,2 e 93,7%, respectivamente, e teor de SiO₂ de 1,46%.

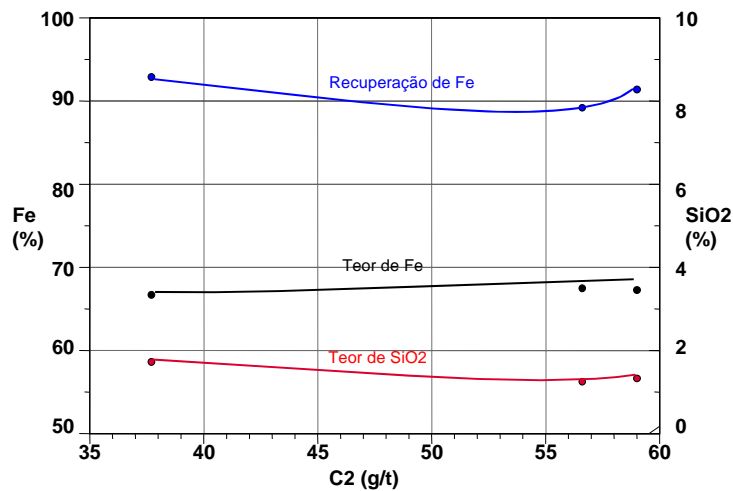


Figura 10 - Efeito da dosagem da amina C2 (Pilha 80)

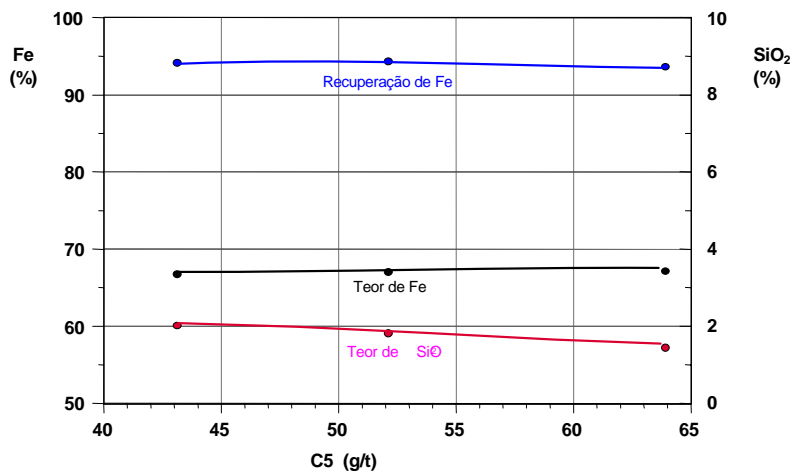


Figura 11 - Efeito da dosagem da amina C5 (Pilha 80)

e) C6(Mescla de aminas primárias)

Os testes realizados com o material proveniente da Pilha 87, variando a dosagem do coletor C6, em todas as dosagens estudadas foram obtidos índices de seletividade mais baixos e níveis de recuperação de Fe inferiores aos demais coletores testados.

f) C1 e C3 (Etermonoamina e eterdiamina)

O coletor C3 é uma eterdiamina comercial, indicada para flotação de sílica de finos de minério de ferro. Neste estudo foram realizados testes utilizando diferentes proporções de C1 e C3, mantendo-se uma dosagem total média de 52,0 g/t. Os resultados estão apresentados na Figura 12 e mostram que a adição da C3 em substituição parcial à C1 não acarretou uma melhora no desempenho da flotação.

g) C1 e C4 (Etermonoamina e eterdiamina)

De maneira similar à série anterior, foram realizados testes utilizando diferentes proporções da amina C1 e C4. Os resultados apresentados na Figura 13 mostram que a adição da amina C4, substituindo parcialmente a amina C1 prejudicou o desempenho da flotação, obtendo-se índices de seletividade mais baixos e maiores teores de SiO₂ no concentrado.

h) C1 e C8 (Etermonoamina e eterdiamina)

Finalmente foram realizados testes com o objetivo de avaliar a substituição parcial da amina C1 pela C8, uma eterdiamina comercial. Os resultados substituição parcial da etermonoamina C1 pela eterdiamina C8 não acarretou uma melhora significativa no desempenho da flotação.

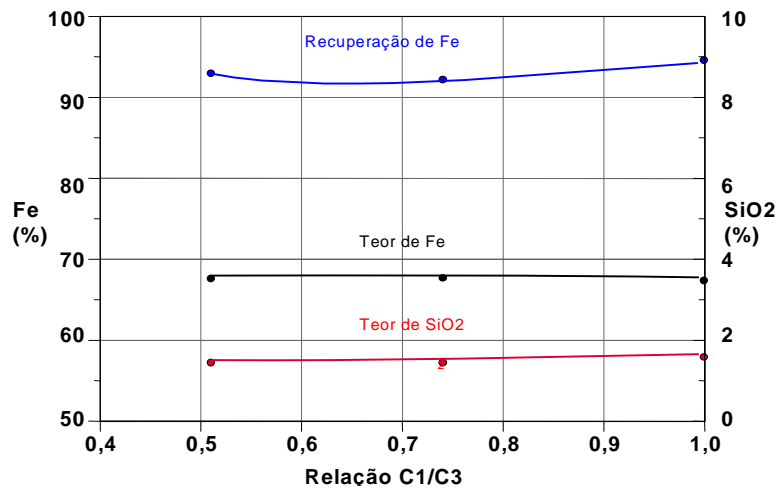


Figura 12 - Efeito da dosagem da amina C1 e C3 (Pilha 80)

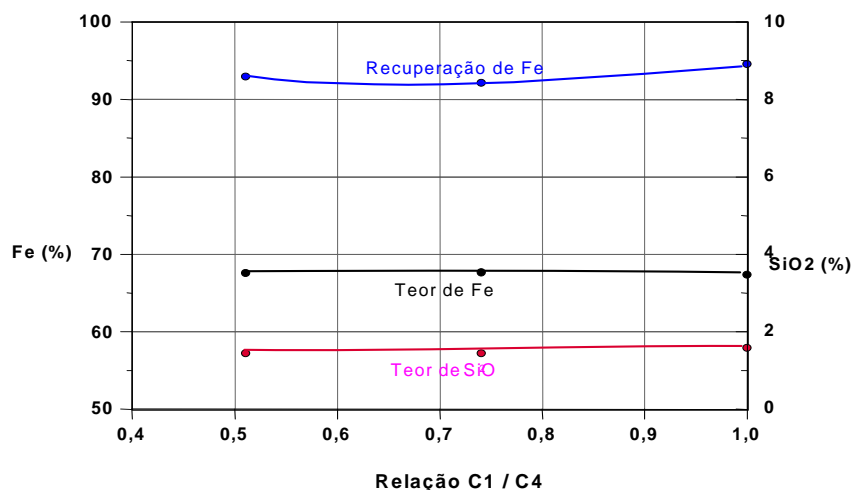


Figura 13 - Efeito da dosagem das aminas C1 e C4 (Pilha 80)

CONCLUSÃO

Os resultados do estudo piloto de flotação permitiram as seguintes conclusões:

- o depressor D1 a base de amido de milho, atualmente em uso satisfatório pela CSN em seu circuito industrial, apresenta uma boa seletividade na separação entre os minerais de ferro e silicatos;
- o depressor D2 a base de caboximetilcelulose apresentou uma maior seletividade e níveis de recuperação de Fe quando comparado com os demais depressores testados; a mistura dos depressores D1 e D2 na proporção de 58/42% foi favorável ao processo, possibilitando um aumento da ordem de 6% na recuperação de Fe no concentrado;
- o reagente depressor D4 a base de amido de milho poderá ser utilizado em substituição ao D1 uma vez que permite a obtenção de resultados similares nos mesmos níveis de dosagem;

- o depressor D3 a base de amido de mandioca apresentou índices de seletividade e níveis de recuperação de Fe inferiores aos do D1;
- os depressores D5, D6 e D7 a base de caboximetilcelulose apresentaram baixo desempenho, não sendo, portanto, indicados para a flotação do minério da CSN;
- dentre os coletores testados, C1, C2 e C7 a base de etermonoamina, e C5 a base de alcoxiopropanoamina, nos mesmos níveis de dosagem, apresentaram desempenhos similares na coleta dos minerais silicatados, podendo ser utilizadas em função do preço desses reagentes no mercado;
- o coletor C6 (mescla de aminas primárias) apresentou desempenho inferior aos demais coletores testados;
- a adição dos coletores C3 ou C4 (eterdiamina) em substituição parcial ao coletor C1 (etermonoamina) não propiciou uma melhora no desempenho da flotação *rougher*, tendo sido considerada desnecessária;

Agradecimentos

Agradecemos aos fornecedores dos reagentes pela gentileza e confiança, ao CDTN pela parceria e comprometimento e à toda equipe CSN pela disponibilidade.

BIBLIOGRAFIA

Aquino, J. A. de; Albuquerque, R. O. de; Junior, W. E. Relatório técnico: Estudo de concentração de finos de minério de ferro da Mineração Casa de Pedra (CSN). Belo Horizonte: CDTN/CNEM, 2007