

# INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DA ÁGUA NA GELATINIZAÇÃO DE AMIDO DE MILHO PARA O PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO POR FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO<sup>1</sup>

Adriana Baldessin Costa<sup>2</sup>  
Wellington Ribeiro Moreira<sup>2</sup>  
Michelle Cristina de Paula<sup>2</sup>  
Nayara de Sousa Assis<sup>2</sup>

## Resumo

O presente trabalho visou verificar a possibilidade de aperfeiçoar a preparação/gelatinização do amido de milho com o uso da água de processo aquecida através da variação de temperatura. A metodologia utilizada nos testes de bancada segue o procedimento operacional estabelecido no laboratório de processo de Casa de Pedra, somente variando a temperatura da água de gelatinização. Os testes exploratórios demonstraram que o aumento de temperatura da água na preparação/gelatinização não promoveu ganhos significativos nos índices de recuperação metalúrgica na amostra estudada em relação à preparação/gelatinização do amido com água à temperatura ambiente. Assim como as diferenças dos teores de sílica no concentrado e teores de ferro no rejeito em cada teste feito. Sendo assim, a princípio, o amido de milho, nesta condição avaliada de amostra, em temperatura ambiente se mostrou capaz de realizar ação depressora igualmente eficiente. A melhoria mais visível e observada foi a gelatinização do amido de maneira mais uniforme e homogênea – redução da presença de grumos. Efeitos secundários como redução de NaOH, pH e dosagem de amina serão verificados futuramente com o desenvolvimento do trabalho.

**Palavras-chave:** Gelatinização; Flotação; Minério de ferro.

## INFLUENCE OF WATER TEMPERATURE IN THE STARCH CORN GELATINIZATION FOR IRON ORE FLOTATION PROCESS

### Abstract

This study was used to verify the possibility to optimize the gelatinization process of corn starch using water heated in different temperatures. The methodology was bench tests established by the process laboratory in Casa de Pedra, only changing the water temperature of gelatinization. The exploratory tests demonstrated that the increases in water temperature did not promote significant gains in metallurgical recovery compared with the sample of starch corn prepared with water at normal temperature. As the differences of the silica content in the concentrate and iron content in the reject in each test that was done. This way, in principle, corn starch, in its normal condition of water temperature gelatinization using this iron ore sample, evaluated equally and efficient depressant action. The most improvement was observed that increases in water gelatinization of corn starch gelatinization is more uniform and homogeneous - reduction of lumps. Side effects such as reduction of NaOH, pH and amine dosage are future development work.

**Keywords:** Gelatinization; Flotation process; Iron ore.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 43º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas, 14º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro e 1º Simpósio Brasileiro de Aglomeração de Minério de Ferro, 1 a 4 de setembro de 2014, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira de Minas. Engenheira. Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), Unidade Congonhas, Casa de Pedra. Congonhas, Minas Gerais, Brasil.

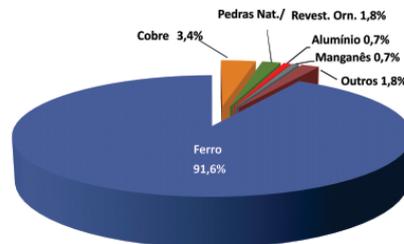
<sup>3</sup> Engenheiro de Minas. Gerente. Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), Unidade Congonhas, Casa de Pedra. Congonhas, Minas Gerais, Brasil.

<sup>4</sup> Técnica Metalúrgica. Técnica. Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), Unidade Congonhas, Casa de Pedra. Congonhas, Minas Gerais, Brasil.

<sup>5</sup> Técnica de Mineração. Técnica. Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), Unidade Congonhas, Casa de Pedra. Congonhas, Minas Gerais, Brasil.

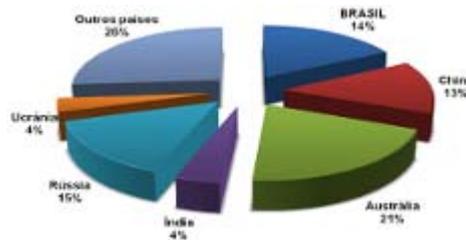
# 1 INTRODUÇÃO

No Brasil, atualmente, considera-se que a sua sustentação econômica está diretamente ligada à produção e exportação do minério de ferro. Sendo seu cliente com maior potencial a China, país com significativo crescimento industrial nos últimos anos. Tais fatos podem ser observados pelas Figuras 1,2 e 3, conforme sumário mineral 2012 da DNPM:<sup>(1)</sup>

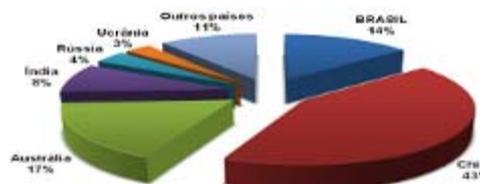


Fonte: MDIC/SECEX, DNPM/DIPLAM

**Figura 1:** Composição das exportações dos bens minerais primários no Brasil (2011)



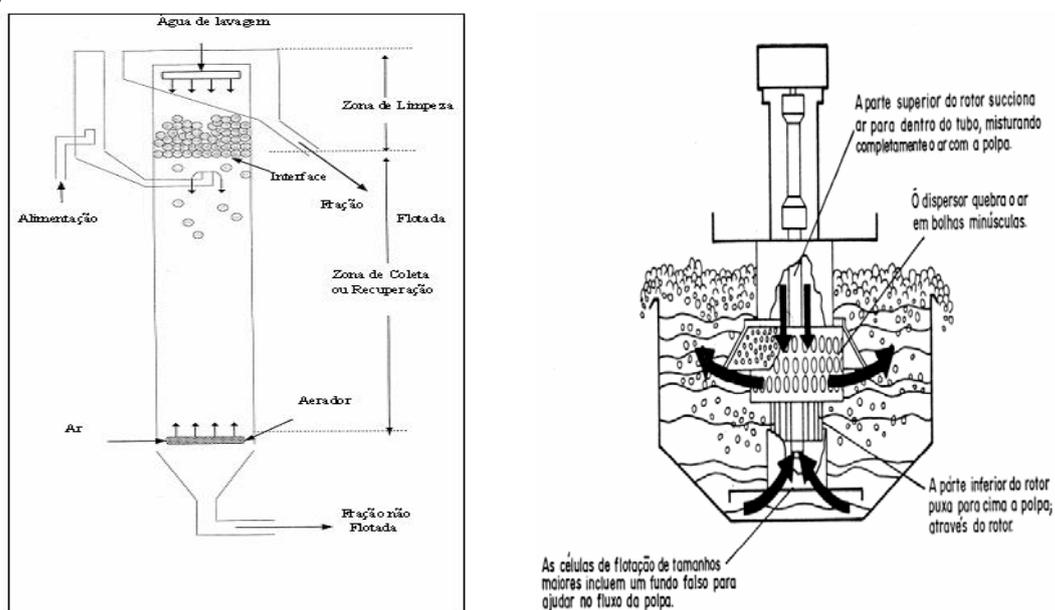
**Figura 2:** Principais reservas mundiais de minério de ferro (2011)



**Figura 3:** Principais produtores mundiais de minério de ferro (2011)

De acordo com Araújo e Peres,<sup>(2)</sup> os minérios de ferro extraídos no Brasil são divididos em duas categorias: minérios hematíticos e itabiríticos. Os minérios de ferro hematíticos são produzidos através de um enriquecimento supergênico promovendo a formação de minérios mais grosseiros como *lump* e *sinter feed* que exigem como tratamento mineral um simples peneiramento e classificação por densidade. Já os minérios de ferro itabiríticos possuem teores de ferro mais baixo, inferior a 50%, exigindo maior liberalidade dos minerais úteis através de uma moagem em granulometrias mais finas para concentração desses minerais. À medida que a equação de oferta e demanda por minerais muda e novas tecnologias se tornam comercialmente viáveis, os desafios vem à tona. No caso específico da mineração de ferro, o principal desafio é a proximidade de exaustão das reservas de altos teores de ferro.<sup>3</sup> Na indústria de tratamento do minério de ferro, o método mais consagrado de concentração para minérios abaixo de 0,150mm (material fino) é a flotação. Segundo Fagury Neto,<sup>(4)</sup> a flotação usa do princípio da hidrofobicidade na superfície das espécies minerais. Esta característica de hidrofobicidade das partículas está relacionada com o grau destas partículas terem afinidade com água. Ou seja, quanto mais hidrofóbica a partícula menor a sua afinidade. E na condição oposta, as partículas são denominadas hidrofílicas. A separação natural de

partículas hidrofóbicas das hidrofílicas é possível ao passar um fluxo de ar ascendente na suspensão de polpa com estas espécies minerais. Entretanto, a maioria dos minerais na natureza é hidrofóbica não permitindo esta simples separação com ar, exigindo assim uma tecnologia mais robusta definida pela flotação. Os minérios de ferro itabiríticos, principal característica das reservas de ferro, são compostos em sua maioria pelos minerais quartzo e hematita, minerais que são naturalmente hidrofóbicos. O tratamento mineral mais adequado nesta condição é reforçar o grau de hidrofobicidade das partículas de quartzo e hidrofilicidade das partículas de hematita.<sup>(5)</sup> O processo de flotação é composto por um sistema alimentado por uma polpa com diferentes espécies minerais condicionada previamente por insumos químicos e com um fluxo de ar ascendente. As partículas hidrofóbicas são carregadas juntamente com as bolhas de ar para fora do sistema e as partículas hidrofílicas ficam em suspensão sedimentando no fundo. Os equipamentos industriais usados para flotação são as colunas e células de flotação conforme ilustradas:

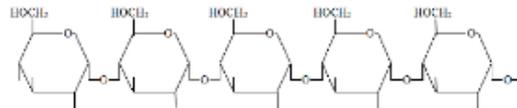


**Figura 4:** Ilustração industrial de uma coluna<sup>(6)</sup> e célula de flotação,<sup>(7)</sup> respectivamente.

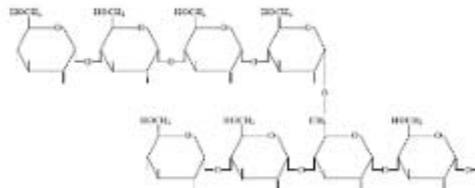
Os insumos químicos, denominados reagentes da flotação, possuem a função de se adsorverem nas superfícies das partículas minerais modificando sua característica de hidrofobicidade e/ou hidrofilicidade.<sup>(8)</sup> Os reagentes podem ser de natureza orgânica, inorgânica e sintética. Os agentes modificadores que acentuam a hidrofilicidade são denominados depressores sendo o mais usado amido de milho (composto natural orgânico). Para tornar a partícula avessa à água usam-se os coletores, mais comumente aminas sintéticas. Os depressores são importantes na flotação de minérios de ferro, pois melhoram a interação das partículas de hematita com água, evitando que os coletores adsorvam em suas superfícies carregando – os juntamente com as demais partículas não – úteis para o rejeito. O amido de milho é usado como um reagente depressor na flotação de minério de ferro no Brasil desde 1978. O nome comercial do produto era Collamil, consistindo de um pó muito fino e de elevada pureza. Era o chamado amido convencional. Como este amido é de destino alimentar a sua composição tradicional no que se refere teor de proteínas (98%), umidade (13%), óleo (4%) e fibras (2 a 2,5%) começou a ser prejudicial para a flotação. Diante desta dificuldade técnica, as empresas iniciaram em 1984 a busca

por amidos alternativos direcionados para a flotação, os chamados amidos não-convencionais.<sup>(9)</sup> A composição para indústria de mineração deve ser com teores 7% de proteínas, 8% de umidade, 1% de óleo e 1,5% de fibras. Os teores de proteínas e óleos são essenciais e devem ser mantidos nesta faixa para não prejudicar os efeitos de adsorção dos reagentes.

O amido de milho é composto basicamente por duas proteínas com cadeias distintas a amilose e amilopectina conforme ilustradas nas Figuras 5 e 6:

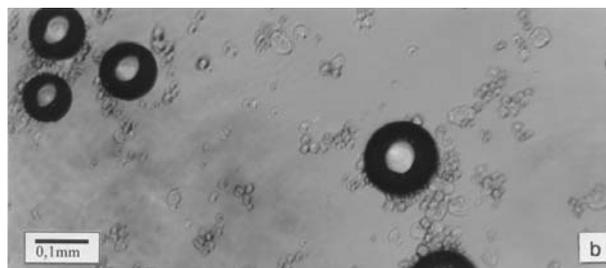


**Figura 5** - Estrutura da molécula de amilose.<sup>(10)</sup>

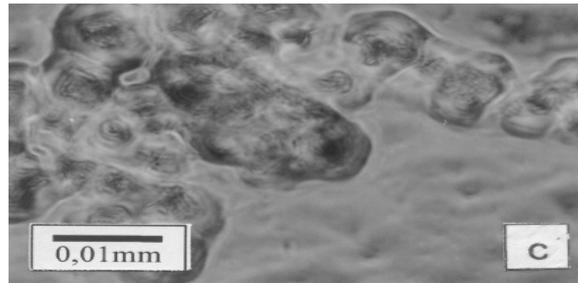


**Figura 6** - Estrutura da molécula de amilopectina.<sup>(10)</sup>

Para ser usado como reagente, o amido precisa ser fisicamente modificado. Estes amidos não modificados são praticamente insolúveis em soluções de água fria e seu emprego como reagente de flotação depende da utilização de um processo de gelatinização que permite aos grânulos de amido a capacidade de absorverem água quando molhados ou expostos à umidade. O amido de milho pode ser gelatinizado por efeito térmico ou por adição de soda cáustica, sendo este último método aplicado industrialmente somente no Brasil.<sup>(11)</sup> A gelatinização do amido de milho ocorre através dos rompimentos das suas ligações intragranulares e expansão de suas cadeias. Quando por efeito térmico, a gelatinização é feita com aquecimento da suspensão de amido em água a uma temperatura variando de 56°C ou temperaturas superiores promovendo enfraquecimento das pontes de hidrogênio intergranulares. O processo de gelatinização usando soda cáustica consiste na absorção do álcali da solução diluída de hidróxido de sódio pelas moléculas da suspensão do amido.<sup>(11)</sup> As principais variáveis deste tipo de processo são o nível de adição de soda cáustica e o tempo de gelatinização. Na expansão da cadeia ocorre o inchamento dos grânulos, tornando-o solúvel. Nesta condição, os grânulos atingem a sua máxima hidratação, reduzem a viscosidade da suspensão até sua estabilização e formam compostos de fragmentos de grânulos dispersos. Observar Figuras 7 e 8.



**Figura 7** – Micrografias de dispersões de amido aumentada 10x.<sup>(12)</sup>



**Figura 8** - Micrografias de dispersões de amido aumentada 100x com luz natural.<sup>(12)</sup>

Entretanto, mesmo havendo uma mudança em nível de cadeia ainda existem grânulos que não conseguem se gelatinizar ao mesmo tempo e mesma temperatura devido sua alta resistência. Fisicamente, é observada esta condição quando há presença de grumos suspensos na preparação de amido gelatinizado.<sup>(9)</sup>

Uma das técnicas no aperfeiçoamento de adsorção do amido (objeto de estudo deste projeto) é alterar a faixa de temperatura de gelatinização com soda. A idéia é aumentar fortemente a expansão das cadeias dos polissacarídeos do amido de milho gerando como resultado direto aumento do tamanho dos grânulos (maior absorção de água), do grau de solubilidade, de transparência e viscosidade da suspensão de amido de milho.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta etapa se dedicou aos estudos técnicos do que se trata sobre amidos e como pode ser feita a sua gelatinização de maneira eficiente para aproveitar praticamente todos os grãos disponíveis em uma solução preparada para atuar como agente depressor de minério de ferro em flotação. Os estudos levantados serviram de base para ensaios exploratórios de flotação em bancada para um direcionamento de quais condições devem ser trabalhadas.

A primeira etapa laboratorial deste projeto foi a preparação da amostra a alimentar os ensaios. A amostra global é a composição de amostras coletadas na planta industrial durante o processamento de duas pilhas – Pilha 10 e 15 do ano de 2013. Segue a caracterização industrial das pilhas conforme a Tabela 1:

**Tabela 1** – Avaliação industrial de teores e índices operacionais na amostra global

	TIPO	Fe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	RM (%)	RFe (%)	IS - Gaudin (%)
Dados industriais - P. 10 e 15	Alimentação	47,04	31,37	0,63	0,22	50,32	70,75	6,45
	Concentrado	66,13	3,40	0,51	0,22			
	Rejeito	27,70	59,18	0,63	0,18			

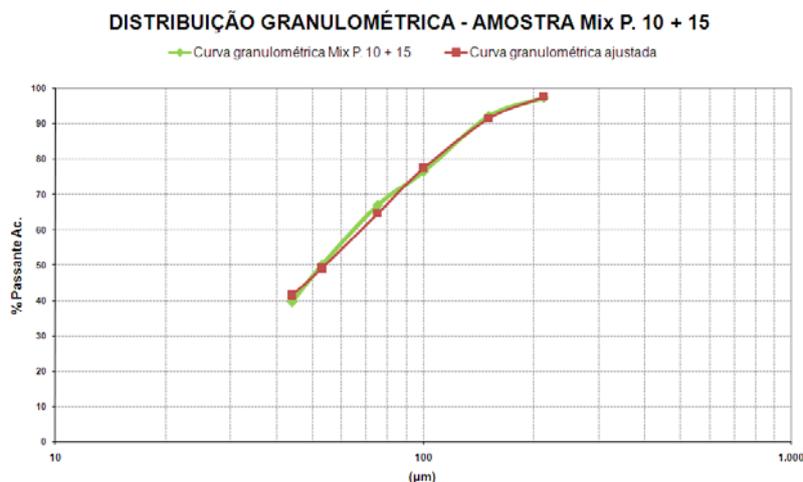
As amostras de pilhas homogeneizadas e compostas em laboratório apresentaram-se conforme abaixo:

**Tabela 2** – Avaliação de características da amostra global composta em laboratório

Análise granulométrica										
Identificação: Mix P. 15 + 10					Teores					
Malha (mm)	Peso retido (g)	% retida	% retida acumulada	% passante	Fe (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Mn (%)	P (%)	PPC (%)
0, 212	15,05	2,50	2,50	97,50	48,69	25,29	1,57	0,82	0,048	1,39
0, 150	32,49	5,39	7,89	92,11	40,77	38,76	0,77	0,33	0,027	0,85
0, 106	94,66	15,71	23,59	76,41	34,21	48,94	0,53	0,20	0,020	0,54
0, 075	56,72	9,41	33,00	67,00	33,62	50,04	0,44	0,17	0,018	0,46
0, 053	102,31	16,97	49,98	50,02	36,91	45,35	0,43	0,17	0,018	0,44
0, 044	62,07	10,30	60,28	39,72	43,96	35,2	0,47	0,18	0,020	0,43
< 0, 044	239,42	39,72	100,00	0,00	59,78	11,97	0,72	0,26	0,028	0,68

**Tabela 3** – Química global da amostra global composta em laboratório

Química Global – Mix P. 10 + 15					
Fe (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Mn (%)	P (%)	PPC (%)
46,53	32,27	0,61	0,26	0,023	0,7



**Figura 9** – Distribuição granulométrica da amostra global composta em laboratório.

Os ensaios de flotação foram estabelecidos da seguinte forma:

- pH com valor de 10.7;
- amido com dosagem de 800 g/t;
- amido na concentração de 10%;
- amina com dosagem de 70 g/t;
- soda a 50% de concentração;
- tempo de flotação: 150 segundos;
- relação Ao/soda igual a 5/1;
- massa de flotação: 690g – polpa com 50% de sólidos;
- temperaturas trabalhadas: 24°C, 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C e 75°C;
- réplicas dos ensaios com Amido a 10% - 30°C, 70°C e 75°C.

A água aquecida para a gelatinização foi usada somente na primeira preparação do amido – diluição do amido a 10%. Após esta diluição, manteve – se as condições ambientais e naturais para a preparação final do amido – diluição do amido a 1%.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Análises das Temperaturas de Gelatinização

Observou – se que o aquecimento da água na preparação de gelatinização do amido de milho favoreceu um aumento dos grânulos que sofrem inchamento tornando a solução suspensa com baixa presença de grumos (grânulos resistentes e insolúveis). As soluções gelatinizadas ficam mais uniformes nas faixas de temperatura de 50 a 70°C como mostrado nas figuras abaixo:



Figura 10 – Presença de grumos na solução gelatinizada em temperatura ambiente e a 50°C.

#### 3.2 Análises dos Resultados Laboratoriais

Os resultados apresentados demonstraram pouca ou nenhuma interferência nos indicadores de qualidade e operacionais importantes para a planta industrial de concentração dos finos. Os resultados demonstraram maiores diferenças nos teores de sílica e perda de ferro no rejeito.

Tabela 4 – Ensaio de flotação com cada temperatura

Tipo	Dosagem Ao	Temp. °C	SiO <sub>2</sub> conc.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> conc.	(SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )conc.	Fe <sub>rej.</sub>	Mn <sub>conc.</sub>	RFe (%)	RM (%)	IS - Gaudin (%)
Ao 10% - 800g/t	800	24	1,7	0,55	2,2	18	0,3	84	57,5	12,9
	800	30	1,7	0,56	2,3	17	0,3	85	58,3	13,2
	800	30	1,5	0,62	2,1	16	0,3	86	58,7	14,4
	800	40	1,7	0,56	2,2	18	0,3	83	56,8	12,6
	800	50	1,7	0,59	2,3	17	0,3	85	58,5	13,4
	800	60	1,7	0,57	2,2	17	0,3	85	58,7	13,5
	800	70	1,7	0,59	2,3	16	0,3	86	59,0	13,7
	800	70	1,8	0,59	2,4	16	0,3	86	59,4	13,5
	800	75	1,9	0,59	2,5	17	0,3	85	58,9	12,6
	800	75	1,9	0,59	2,5	17	0,3	86	58,7	12,6

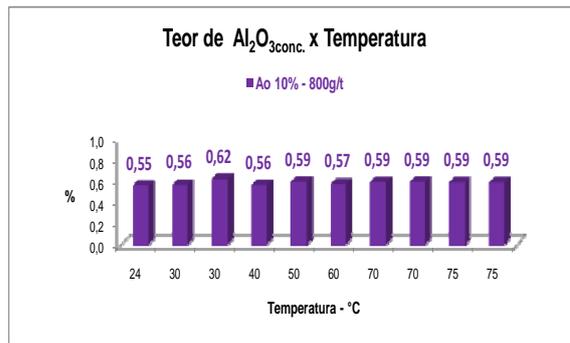


Figura 11: Teores de alumina no concentrado de acordo com cada temperatura.

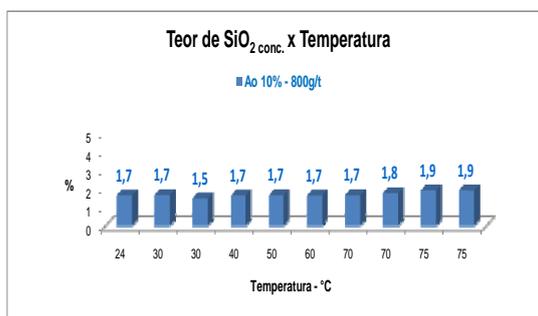


Figura 12: Teores de sílica no concentrado de acordo com cada temperatura.

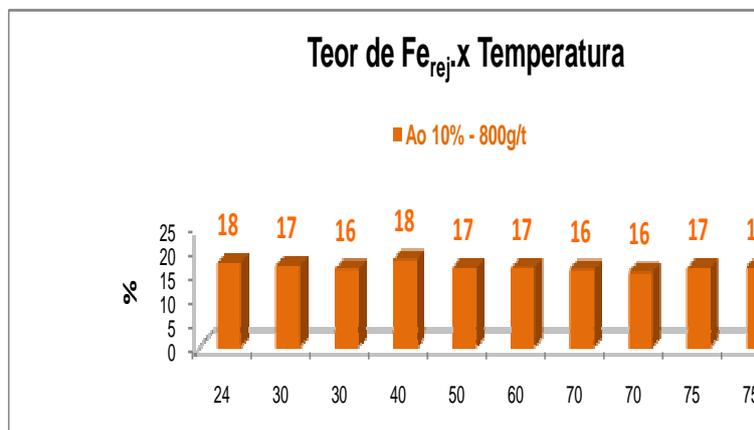


Figura 13: Perda do metal de interesse no rejeito em cada temperatura.

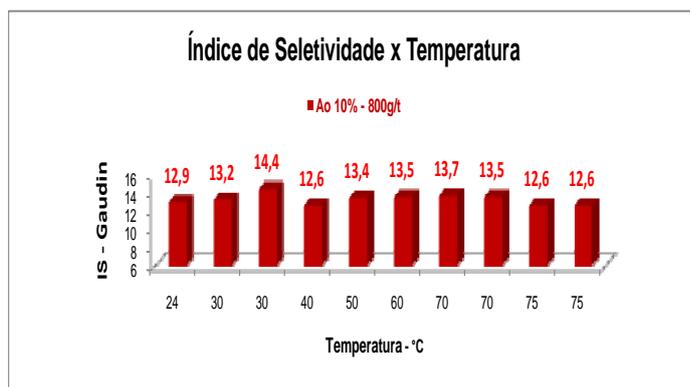


Figura 14: Índice de seletividade em cada temperatura.

### 3.3 Recuperações Metalúrgicas e Mássicas

As recuperações metalúrgicas apresentaram um valor médio de 85%, sendo assim os valores nas temperaturas variaram em torno desta média, sendo o valor mais inferior de 83% - cerca de 2%. Já na recuperação mássica o valor médio é de 58,4%, o valor mais baixo foi 2,8% em relação ao valor médio.

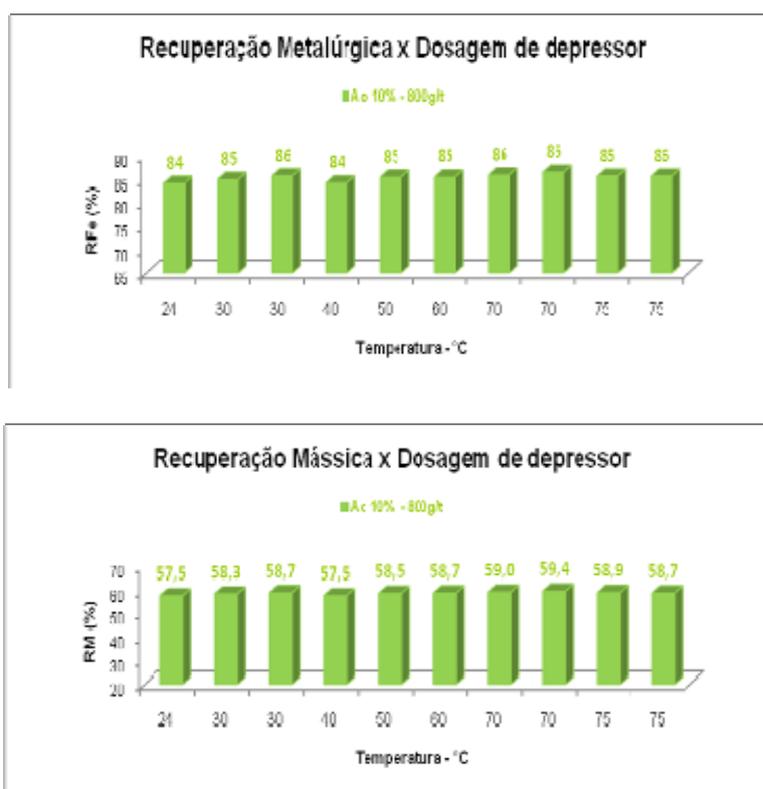
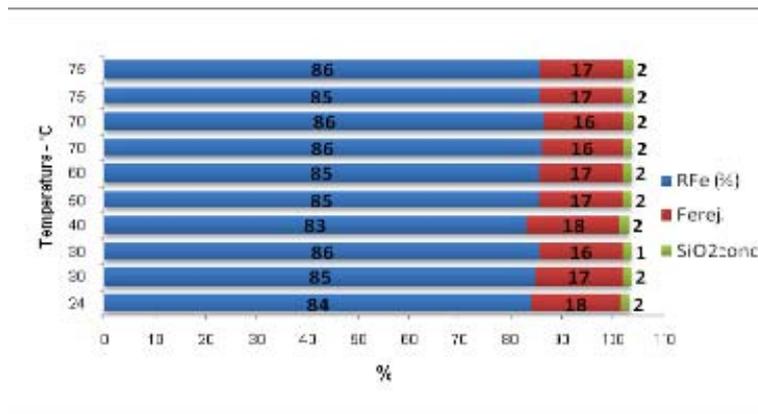


Figura 15. Variação das recuperações metalúrgicas e mássicas ao longo dos testes.



**Figura 16:** Variação dos resultados devido efeitos das temperaturas de aquecimento.

Nesta Figura 16, verifica-se o efeito dos indicadores e teores nas temperaturas testadas. Pelos resultados demonstrados nesta figura as diferenças têm baixa variação mediante elevação das temperaturas.

#### 4 CONCLUSÃO

Diante dos resultados, verificou-se baixa interferência nos teores e índices operacionais mais significativos para a planta.

No que se referem os teores de sílica e alumina no concentrado e ferro no rejeito a variação se mostrou praticamente nula. Sendo a temperatura de 30°C a que apresentou melhor condição. Tal temperatura, inclusive, é a mais próxima do que é possível se atingir na prática com a planta industrial.

Uma nova etapa de testes deve ser feita exigindo análises com outras frentes minerais processadas para constatar se são observadas as mesmas respostas.

Outra sugestão deste estudo seria após o aquecimento da água alcalinizar a mesma antes de começar a gelatinização do amido de milho. É possível que esta alcalinização térmica possibilite um melhor processo de dispersão dos grânulos de amido de milho.

#### REFERÊNCIAS

- 1 DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral 2012. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/conteudo.asp?IDSecao=68&IDPagina=2263>
- 2 ARAUJO, A. C., PERES, A. E. C. Froth flotation: relevant facts and the Brazilian case, CETEM – Série tecnologia mineral, 1995;
- 3 MONTENEGRO, Ivan. Excelência Operacional: O desafio da melhoria continua. 1ed. São Paulo: Sobratema (2007);
- 4 FAGURY NETO, E. Apostilha de Flotação, Universidade Federal do Pará: Disciplina de Tecnologia Mineral, Engenharia de Materiais, UFPA, 2012;
- 5 BRANDÃO, P. R. G. A seletividade na flotação reversa de minério de ferro: adsorção dos reagentes. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 21. Natal: O2 Editora, 2005;
- 6 AQUINO, J. A.; OLIVEIRA, M. L. M.; FERNANDES, M. D. , Flotação em Coluna. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. eds., Tratamento de Minérios, 3ª edição, CETEM, Rio de Janeiro, 2002, p. 409-455;
- 7 CHAVES, A. P., LEAL FILHO, L. S. Tratamento de minérios. 3. ed. Rio de Janeiro: Luz, A.B., CETEM/MCT, 2002, cap. 10, p.411- 455;

- 8 RABELO, P. J. B. Estudos de caracterização e redução do teor de fósforo do minério de ferro da Mina de Alegria, Mariana MG. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1994. 266p, v.1. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG;
- 9 MONTE, M. B. de M., PERES, A. E. C. Química de superfície na flotação. In: LUZ, A.B., SAMPAIO, J. A., FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 3. ed. Rio de Janeiro:CETEM/MCT, 2002. Capítulo 9, p. 395-401.
- 10 TURRER, H. D. G. Utilização de poliacrilamidas de alto peso molecular na flotação catiônica reversa de minério de ferro. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2004. 79p. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG;
- 11 MONTE, M. B. de M., PERES, A. E. C. Química de superfície na flotação. In: LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A., FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Capítulo 10, p. 397-461;
- 12 SOUZA, R. C. R. ; ANDRADE, C. T. Gelatinização e extrusão do amido de milho. Rio de Janeiro: Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, Polímeros: Ciência e Tecnologia, UFRJ, 2000, vol. 10, p. 24-30;