



Matheus Willian Pereira da Silva

**Estudos fundamentais da utilização de um novo
biosurfactante a base de poliamina na flotação de quartzo.**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, de Materiais e Processos Ambientais do Departamento de Engenharia Química e de Materiais da PUC-Rio.

Orientadores: Prof. Rodrigo Fernandes Magalhães de Souza

Co-Orientador: Prof. Maurício Leonardo Torem

Rio de Janeiro
Outubro de 2024



Matheus Willian Pereira da Silva

Estudos fundamentais da utilização de um novo biosurfactante a base de poliamina na flotação de quartzo.

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, de Materiais e de Processos Ambientais da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo.

Prof. Rodrigo Fernandes Magalhães de Souza

Orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Prof. Maurício Leonardo Torem

Co-orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Dra. Flávia Paulucci Cianga Silvas

Instituto Tecnológico Vale – ITV

Dr. Ronald Rojas Hacha

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 03 de outubro de 2024

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Matheus Willian Pereira da Silva

Graduou-se em Engenharia Química na Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO) em 2020. Obteve o título de Engenheiro Químico pela Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO) em 2020.

Ficha Catalográfica

Silva, Matheus Willian Pereira da

Estudos fundamentais da utilização de um novo biosurfactante a base de poliamina na flotação de quartzo / Matheus Willian Pereira da Silva ; orientador: Rodrigo Fernandes Magalhães de Souza ; coorientador: Maurício Leonardo Torem. – 2024.

131 f. ; 30 cm

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, 2024.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Química e de Materiais – Teses. 2. Biosurfactante. 3. Bioflotação. 4. Quartzo. 5. Miristoil Putrescina. 6. Minério de ferro. I. Souza, Rodrigo Fernandes Magalhães de. II. Torem, Maurício Leonardo. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Química e de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

A minha esposa, Ingrid e meus pais, Alessandro e Cristiane
Pelo apoio, amor e carinho; e a minha
família pelo amor e amizade.

Agradecimentos

Primeiro agradeço a Deus, pelo dom da vida, por me ajudar nos dias difíceis, sem ele nada disso seria possível.

Agradeço ao meu orientador, o Professor Dr. Rodrigo Fernandes Magalhães de Souza, pela confiança, paciência e ensinamentos.

Ao meu coorientador, o Professor Dr. Maurício Leonardo Torem, pela paciência, compreensão e ensinamentos.

Ao Departamento de Engenharia Química e Materiais (DEQM) da PUC – Rio, seus professores, pesquisadores e funcionários, pela oportunidade de realização do curso, experiências trocadas, conhecimento transmitido, colaboração e incentivo.

A minha esposa Ingrid e a minha família, principalmente meus pais, Alessandro e Cristiane por todo amor, carinho, compreensão e auxílio, sem eles também nada disso teria acontecido.

Aos meus amigos de grupo e projeto, Dr. Ronald Rojas Hacha e Msc. Carolina Rossini Simões, pelos ensinamentos científicos e de vida e por toda solicitude.

Agradeço aos meus colegas de curso e laboratório, em especial Henrique Meira, Lucas Tonetti, Adriel Silva, Felipe Nagib, Mykhailo Nazarkovskyi e todos os amigos da casa XXI que foram meus companheiros do dia-a-dia e que muito me ajudaram.

Ao CNPq, à FAPERJ e à PUC-Rio, pelos auxílios com equipamentos.

Ao Instituto Tecnológico Vale (ITV), pela concessão dos auxílios financeiros.

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

A todos esses, minha eterna gratidão.

Resumo

Silva, Matheus Willian Pereira; Souza, Rodrigo Fernandes Magalhães. **Estudos fundamentais da utilização de um novo biosurfactante a base de poliamina na flotação de quartzo.** Rio de Janeiro, 2024, 131p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O presente trabalho visou avaliar o uso de um biosurfactante à base de poliamina para a flotação de quartzo. Para esse trabalho, foram realizados estudos de caracterização dos minerais quartzo e hematita por difração de raio-X (DRX) e espectroscopia no infravermelho (FTIR). Após a interação entre o biosurfactante e os minerais, foi possível identificar uma forte interação entre o biosurfactante e o quartzo e uma menor interação entre o biosurfactante e a hematita. O espectro FTIR após a interação apresentou grupos funcionais característicos do biosurfactante (NH_2 , CH_2 , C=O e NH), que mostram picos mais intensos após a interação com o quartzo, indicando uma maior adsorção com o quartzo do que com a hematita. As medidas de potencial zeta mostraram uma possível interação eletrostática entre o biosurfactante e o quartzo, passando a apresentar uma reversão de carga em pH 2,4 após a interação. Já em relação a hematita, houve um pequeno deslocamento na reversão de carga, de 4 para 4,2, indicando uma pequena interação, o que sugere uma seletividade pelo quartzo. As medidas de ângulo de contato mostraram uma maior hidrofobização do quartzo em comparação a hematita, o ângulo de contato do quartzo após a hidrofobização mudou de 33° para 90° enquanto que o ângulo da hematita após a hidrofobização mudou de 45° para 62° . De acordo com as medições de tensão superficial, o biosurfactante apresentou características tensoativas, reduzindo a tensão superficial de 70 para 40 mN/m com 40 mg/L de biosurfactante. Após os estudos de caracterização e interação foram realizados os estudos de microflotação de quartzo e hematita com a fração $-106 +44 \mu\text{m}$, nos testes foram avaliados o efeito do pH (2-11) e da concentração de biosurfactante (5-100mg/L) na flotação mineral. No caso do quartzo o aumento do pH e da concentração do biosurfactante favoreceram a flotabilidade atingindo 98% de quartzo flotado em pH 11 e com uma concentração de biosurfactante de 30 mg/L. Em relação a hematita o comportamento foi semelhante ao do quartzo com a diferença de menor flotabilidade atingindo 80% de hematita flotada em pH 10 e com uma concentração

de biosurfactante de 100 mg/L, dois pontos foram observados, acima de pH 10 a hematita diminuiu a sua flotabilidade, e foi preciso usar maiores concentrações de biosurfactante para flotar hematita, estes fatos abriram uma importante janela de seletividade na flotação de sistemas minerais. Finalmente foram realizados os estudos de flotação de sistemas minerais (60% de hematita e 40% de quartzo) foram realizados para avaliar o pH (2-11), a concentração do biosurfactante (5-100 mg/L) e a concentração do depressor (5-100 mg/L). Os resultados indicaram que o aumento do pH favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo, confirmando a hipótese da flotação individual. Já o aumento da concentração do biosurfactante favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo até determinada concentração. O aumento da concentração do depressor também favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo até determinada concentração. Atingiu-se a melhor recuperação metalúrgica e teor de quartzo em pH 11, com concentração de biosurfactante de 40 mg/L e concentração de depressor de 50 mg/L.

Palavras-chave

Biosurfactante; Bioflotação; Quartzo; Miristoil Putrescina; Minério de ferro.

Abstract

Silva, Matheus Willian Pereira; Souza, Rodrigo Fernandes Magalhães (Advisor). **Fundamental studies on the use of a new polyamine-based biosurfactant in quartz flotation.** Rio de Janeiro, 2024, 131p. Masters Dissertation - Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The present work aimed to evaluate the use of a polyamine-based biosurfactant for quartz flotation. For this work, characterization studies of the quartz and hematite minerals were conducted using X-ray diffraction (XRD) and infrared spectroscopy (FTIR). After the interaction between the biosurfactant and the minerals, a strong interaction between the biosurfactant and quartz and a weaker interaction between the biosurfactant and hematite were identified. The FTIR spectrum after interaction presented functional groups characteristic of the biosurfactant (NH_2 , CH_2 , C=O , and NH), which showed more intense peaks after interaction with quartz, indicating greater adsorption with quartz than with hematite. Zeta potential measurements indicated a possible electrostatic interaction between the biosurfactant and quartz, showing a charge reversal at pH 2.4 after the interaction. For hematite, there was a small shift in charge reversal, from pH 4 to pH 4.2, indicating a minor interaction, which suggests selectivity for quartz. Contact angle measurements showed greater hydrophobization of quartz compared to hematite, with the contact angle of quartz after hidrofobization changing from 33° to 90° , while the angle for hematite after hidrofobization changed from 45° to 62° . According to the results, the biosurfactant exhibited surfactant properties, reducing the surface tension from 70 to 40 mN/m with 40 mg/L of biosurfactant. After the characterization and interaction studies, microflotation studies of quartz and hematite with the -106 +44 μm fraction were conducted. The effects of pH (2-11) and biosurfactant concentration (5-100 mg/L) on mineral floatability were evaluated. In the case of quartz, an increase in pH and biosurfactant concentration favoured floatability, achieving 98% quartz flotation at pH 11 with a biosurfactant concentration of 30 mg/L. In relation to hematite, the behaviour was similar to that of quartz, with lower floatability, reaching 80% hematite flotation at pH 10 with a concentration of 100 mg/L. Two points were observed: above pH 10, hematite floatability decreased, and higher concentrations of BS were needed to float

hematite, opening an important window for selectivity in mineral flotation systems. Finally, flotation studies of mineral systems (60% hematite and 40% quartz) were conducted to evaluate pH (2-11), biosurfactant concentration (5-100 mg/L), and depressant concentration (5-100 mg/L). The results indicated that an increase in pH favoured metallurgical recovery and quartz content, confirming the hypothesis of individual flotation. The increase in biosurfactant concentration also favoured metallurgical recovery and quartz content up to a certain concentration. The increase in depressant concentration also favoured metallurgical recovery and quartz content up to a certain concentration. The best metallurgical recovery and quartz content were achieved at pH 11, with a biosurfactant concentration of 40 mg/L and a depressant concentration of 50 mg/L.

Keywords

Biosurfactants; Bioflotation; Quartz; Miristoyl Putrescine; Iron ore.

Sumário

1 Introdução	18
2 Justificativa e relevância do trabalho	20
3 Objetivos	21
3.1. Objetivo geral	21
3.2. Objetivos específicos	21
4 Revisão bibliográfica	22
4.1. Minério de Ferro	22
4.2. Fundamentos da Flotação	25
4.3. Reagentes de flotação	34
4.3.1. Aminas	36
4.3.2. Amido	40
5 . Materiais e métodos	42
5.1. Preparação e caracterização da amostra	42
5.2. Preparo dos Reagentes utilizados	43
5.3. Espectroscopia de Infravermelho – FTIR	44
5.4. Medidas de Tensão Superficial	45
5.5. Medidas de ângulo de contato	46
5.6. Medidas de Potencial Zeta	47
5.7. Ensaios de microflotação	48
5.8. Sistemas na célula Patridge-Smith	50
6 . Resultados e discussões	53
6.1. Caracterização mineralógica	53
6.2. Espectroscopia de Infravermelho – FTIR	55
6.2.1. FTIR - FlotinorTM 5530	55

6.2.2. FTIR – Miristoil Putrescina	56
6.2.3. FTIR - Hematita	57
6.2.4. FTIR - Quartzo	58
6.2.5. FTIR- Interação FlotinorTM 5530 com o Quartzo e Hematita	59
6.2.6. FTIR- Interação Miristoil Putrescina com o Quartzo e Hematita	61
6.3. Medidas de tensão superficial	64
6.3.1. FlotinorTM 5530	64
6.3.2. Miristoil Putrescina	67
6.4. Medidas de Ângulo de contato	70
6.4.1. Ângulo de contato com o coletor FlotinorTM 5530	70
6.4.2. Ângulo de contato com o coletor Miristoil Putrescina	74
6.5. Medidas de Potencial Zeta	79
6.5.1. Medidas de Potencial Zeta dos minerais	79
6.5.2. Medidas de Potencial Zeta dos reagentes	81
6.5.3. Medidas de Potencial Zeta das interações entre os surfactantes e minerais	84
6.6. Ensaios de Microflotação	90
6.6.1. Ensaios de arraste	90
6.6.2. Ensaios de microflotação com FlotinorTM 5530.	91
6.6.3. Ensaios de microflotação com Miristoil Putrescina	95
6.7. Ensaios de flotação em Sistema (Patridge-Smith)	100
6.7.1. Ensaio de arraste	100
6.7.2. Ensaios de flotação em sistema com FlotinorTM 5530.	101
6.7.3. Ensaios de flotação em sistema com Miristoil – Putrescina	104
7 . Conclusões	109
8 . Referências bibliográficas	111
9 Anexos	124

9.1. Metodologia utilizada para determinação do ferro total	124
9.2. Resultado dos sistemas utilizando Flotinor™ 5530.	125
9.3. Resultado dos sistemas utilizando Miristoil Putrescina	128

Lista de figuras

Figura 1. Ilustração simplificada da estrutura de formação da dupla camada elétrica (adaptado Zetasizer Nano, 2013).	27
Figura 2. Representação do ângulo de contato entre a fase líquida, sólida e gasosa. (adaptado de Wills et al., 2016).	33
Figura 3. Estrutura química de aminas (Adaptado de Bulatovic, 2007).	37
Figura 4. Estrutura química da Miristoil Putrescina.	38
Figura 5. Fluxograma da preparação das amostras minerais.	43
Figura 6. Equipamento de espectroscopia de infravermelho (Bruker - Vertez 70V) com destaque o sensor ATR.	45
Figura 7. Equipamento para as medidas de tensão superficial (tensiômetro DC 200S), em destaque o anel de Nöuy.	46
Figura 8. Equipamento para a medição do ângulo de contato (DC 200 Surface Optics).	47
Figura 9. Equipamento de Potencial Zeta (Malvern Zetasizer).	48
Figura 10. Microflotação em tubo Hallimond utilizado para execução dos experimentos.	49
Figura 11. Microflotação em Patridge-Smith.	51
Figura 12. Difratograma de raios-x da amostra do quartzo.	53
Figura 13. Difratograma de raios-x da amostra da hematita.	54
Figura 14. Espectro FTIR do coletor FlotinorTM 5530.	56
Figura 15. Espectro de FTIR do coletor Miristoil Putrescina.	57
Figura 16. Espectro de FTIR do mineral Hematita.	58
Figura 17. Espectro de FTIR do mineral quartzo.	59
Figura 18. Espectro FTIR da hematita antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530.	60
Figura 19. Espectro FTIR do quartzo antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530.	61

Figura 20. Espectro FTIR da hematita antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina.	62
Figura 21. Espectro FTIR do quartzo antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina.	64
Figura 22. Efeito do pH da solução na tensão superficial. Concentração do FlotinorTM 5530: 30mg/L.	65
Figura 23. Efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na tensão superficial. pH 11.	66
Figura 24. Efeito do pH da solução na tensão superficial. Concentração do Miristoil Putrescina: 40mg/L.	68
Figura 25. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na tensão superficial. pH 11.	69
Figura 26. Efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530. Concentração 30mg/L.	71
Figura 27. Efeito da concentração no ângulo de contato da hematita com o coletor FlotinorTM 5530. pH 11.	72
Figura 28. Efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530. Concentração 30mg/L.	73
Figura 29. Efeito da concentração no ângulo de contato do quartzo com o coletor FlotinorTM 5530. pH 11.	74
Figura 30. Efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. Concentração 40mg/L.	75
Figura 31. Efeito da concentração no ângulo de contato da hematita com o coletor Miristoil Putrescina. pH 11	76
Figura 32. Efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor Putrescina. Concentração do coletor 40mg/L.	77
Figura 33. Efeito da concentração no ângulo de contato do quartzo com o coletor Miristoil Putrescina. pH 11.	78
Figura 34. Perfis de potencial zeta da hematita em diferentes concentrações de eletrólito (NaCl).	80
Figura 35. Perfis de potencial zeta do quartzo em diferentes concentrações de eletrólito (NaCl).	81

Figura 36. Perfil de potencial zeta do FlotinorTM 5530.	82
Figura 37. Perfil de potencial zeta do Miristoil Putrescina.	83
Figura 38. Perfil de potencial zeta do depressor Amido.	84
Figura 39. Perfis de potencial zeta da hematita antes e depois da interação com o reagente FlotinorTM 5530.	85
Figura 40. Perfis de potencial zeta do quartzo antes e depois da interação com o reagente FlotinorTM 5530.	86
Figura 41. Perfis de potencial zeta da hematita antes e depois da interação com o coletor Miristoil Putrescina.	88
Figura 42. Perfis de potencial zeta do quartzo antes e depois da interação com o Miristoil Putrescina.	89
Figura 43. Efeito do pH do sistema no arraste mecânico da hematita e do quartzo. Tamanho de partícula -106+44 µm.	90
Figura 44. Efeito do pH na flotabilidade de hematita. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L.	91
Figura 45. Efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na flotabilidade de hematita. pH 11.	92
Figura 46. Efeito do pH na flotabilidade de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L.	94
Figura 47. Efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na flotabilidade de quartzo. pH 11.	95
Figura 48. Efeito do pH na flotabilidade de hematita. Concentração do Miristoil Putrescina 40mg/L.	96
Figura 49. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na flotabilidade de hematita. pH 11.	97
Figura 50. Efeito do pH na flotabilidade de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina 40mg/L.	98
Figura 51. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na flotabilidade de quartzo. pH 11.	99
Figura 52. Efeito do pH do sistema no arraste mecânico do sistema mineral. Tamanho de partícula -106+44 µm.	100

Figura 53. Efeito do pH na recuperação metalúrgica no sistema. Concentração 40mg/L.	101
Figura 54. Efeito da concentração do coletor FlotinorTM 5530 na recuperação metalúrgica no sistema. pH 11.	102
Figura 55. Efeito da concentração do depressor Amido na recuperação metalúrgica. Concentração do FlotinorTM 5530 20mg/L e pH 11.	104
Figura 56. Efeito do pH na recuperação metalúrgica no sistema. Concentração do coletor: 40mg/L.	105
Figura 57. Efeito da concentração de putrescina na recuperação metalúrgica. pH 11.	106
Figura 58. Efeito da concentração do depressor Amido na recuperação metalúrgica. pH 11. Concentração Miristoil Putrescina 40mg/L.	108

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Composição mineralógica dos itabiríticos. (Adaptado de Ortiz, 2014; Ferreira, 2013).	23
Tabela 2 - Principais minerais ferrosos (Mineralogy Database, 2024).	23
Tabela 3 - Classificação de tamanho de partícula (adaptado de Sivamohan et al (1985)).	25
Tabela 4 - Valores de PIE para a hematita e quartzo.	30
Tabela 5 – CMC de alguns coletores utilizados na flotação de hematita e quartzo.	32
Tabela 6 - Coletores aniônicos e catiônicos utilizados na flotação mineral.	36
Tabela 7 - Coletores e suas respectivas estruturas químicas (Adaptado de Lelis, 2014; Neder, 2005; NIST, 2024).	37
Tabela 8 - Condições e parâmetros utilizados no teste de microflotação.	49
Tabela 9 – Condições e parâmetros utilizados nos testes na célula Patridge-Smith.	51

Introdução

Com o crescimento mundial, o minério de ferro se tornou uma *commodity* indispensável para o desenvolvimento econômico mundial. A produção de aço é essencial para diversas indústrias, utilizando concentrados de minério de ferro com teores de ferro acima de 65% como matéria-prima. Este processo envolve uma série de técnicas avançadas em engenharia de materiais e química, contribuindo significativamente para a inovação tecnológica e o desenvolvimento industrial, como a fabricação de máquinas, o transporte ferroviário, a construção civil, o transporte de energia e diversas outras aplicações fundamentais para o bem-estar da sociedade (Fan et al., 2020).

Os minérios de ferro têm na hematita um dos principais minerais ferrosos, sendo um dos mais abundantes e economicamente viáveis para a produção do aço (Beukes et al., 2002). Entretanto, com o crescimento mundial, a extração dos minérios de ferro tem sido mais intensa, levando à exaustão das jazidas de alto teor de ferro. Isso levanta a necessidade de novas tecnologias, capazes de processar jazidas com teores mais baixos e maior complexidade mineralógica (Filippov et al., 2022).

Os principais minerais de ganga presente na composição mineralógica do minério de ferro são os minerais silicosos, como quartzo e silicatos. Para concentrar os minerais portadores de ferro, geralmente é utilizado a flotação catiônica reversa, com o objetivo de aumentar o teor de ferro para valores superiores a 65% e reduzir o teor de quartzo para menos de 3%, adequando o minério para a indústria siderúrgica (Filippov et al., 2010). A flotação catiônica reversa é uma técnica consolidada para os minérios de ferro, onde o quartzo é coletado na espuma e os óxidos de ferro são recuperados na polpa da célula de flotação.

Para a realização do processo de flotação é necessário a utilização de determinados reagentes, como coletores, espumantes, depressores, ativadores e reguladores de pH. Os surfactantes à base de amina, utilizados como coletores catiônicos, desempenham um papel importante na flotação catiônica reversa. Eles possuem seletividade pela superfície do quartzo, devido à atração eletrostática (Smith, 1987). Estudos com novos coletores catiônicos têm sido conduzidos afim de encontrar um reagente. Alguns estudos apresentaram que a adição de grupos funcionais de amina na composição, como a diamina, apresenta maior seletividade e capacidade de coletar

quartzo (Duan et al., 2019; Smith, 1987), entre outros autores que estudaram novos reagentes para a flotação de quartzo (Liu et al., 2020; Liu et al., 2022; Silva et al., 2022).

As poliaminas também apresentam um promissor desempenho na flotação de quartzo e silicatos, devido à sua capacidade de diminuir a tensão superficial em baixa concentração micelar crítica (Liu et al., 2019). Além disso, a introdução do grupo hidroxila é considerada uma estratégia para aumentar a solubilidade do reagente (Liu et al., 2018). A Putrescina é uma poliamina com baixo peso molecular e carga positiva com os dois ou mais grupos aminos primários, comumente encontrada em plantas (Alcázar et al., 2020; Gohari et al., 2021).

Embora a Putrescina apresente característica de um bom coletor para flotação mineral de quartzo, não foram encontrados estudos utilizando a Putrescina para flotação mineral. Trata-se de um reagente com características ecológicas, devido a sua biodegradabilidade. A biodegradação da putrescina é um processo natural que ocorre em solos, água e outros ambientes onde microorganismos estão presentes. A Putrescina é amplamente utilizada na produção industrial de bioplásticos, fungicidas e surfactantes (Li et al., 2021).

Dessa forma, este trabalho visou avaliar um novo reagente a base de poliamina, Miristoil Putrescina. Esse reagente apresenta cadeia de hidrocarbonetos com cabeça polar poliamina. As propriedades do coletor foram estudadas por medições de tensão superficial e FTIR, e os comportamentos de flotação seletiva foram estimados por estudos de interação através de potencial zeta, medições de ângulo de contato e FTIR. Foram realizados estudos fundamentais em tubo *hallimond* dos minerais quartzo e hematita separadamente. Também foi avaliado a flotação de uma mistura de quartzo e hematita (40% de quartzo e 60% de hematita) na célula *Patridge-Smith*.

2

Justificativa e relevância do trabalho

A flotação catiônica reversa é um método consolidado no beneficiamento de minérios de ferro oxidado (Correa et al., 2023). O desenvolvimento de novos reagentes mais seletivos deve ser estudado para atender à demanda global do setor por novas tecnologias seletivas e com características ambientalmente corretas. Nesse sentido, novos reagentes com características ecológicas têm despertado grande interesse e são cada vez mais estudados. A substituição desses reagentes sintéticos por reagentes ambientalmente corretos visa vantagens econômicas e socioambientais. Com isso, a busca por novos reagentes para flotação de quartzo e silicatos tem sido exaustivamente estudada, visando um processo mais sustentável, aumento da recuperação metalúrgica e a qualidade do produto final (Liu et al., 2020; Matiolo et al., 2020; Liu et al., 2023; Silva et al., 2021).

Na literatura são reportados estudos relacionados a adição de grupos funcionais aminas serem positivos para flotação de quartzo, que também é relatado sobre a adição da hidroxila na composição química do coletor aumenta a solubilidade do mesmo em água (Duan et al., 2019; Smith, 1987; Liu et al., 2020; Liu et al., 2022; Silva et al., 2022). Entretanto, ainda há poucos estudos de reagentes que visam diminuir o impacto ambiental. Nesse aspecto, o grupo de tecnologia mineral da PUC-Rio tem como objetivo utilizar reagentes ecologicamente adequados e capazes de hidrofobizar os minerais para aumentar sua recuperação (Simões et al., 2020; Hacha et al., 2018; Merma et al., 2013).

Embora a literatura apresente evidências positivas sobre os benefícios de coletores contendo mais de um grupo funcional amina, ainda são escassos os estudos que utilizam reagentes ecologicamente sustentáveis (Alcázar et al., 2020; Gohari et al., 2021). Nesse contexto, a Miristoil Putrescina se destaca como um coletor promissor, representando uma alternativa inovadora e socioambientalmente responsável. Isso é particularmente relevante, considerando a escassez de pesquisas sobre a aplicação da Putrescina como reagente de flotação e seus efeitos nas interações com as superfícies de quartzo e hematita. Assim, a introdução deste novo coletor poliamina para a flotação catiônica reversa de minérios de ferro, desenvolvida neste estudo, possui grande relevância para a indústria mineral, contribuindo não apenas para o aumento da eficiência de recuperação metalúrgica, mas também para a redução dos impactos ambientais nas atividades de beneficiamento dos minérios de ferro.

3

Objetivos

3.1.

Objetivo geral

O objetivo principal dessa pesquisa é estudar a seletividade de um biosurfactante a base de poliamina, Miristoil Putrescina, na flotação mineral de quartzo.

3.2.

Objetivos específicos

- Analisar as propriedades relacionadas aos grupos funcionais do surfactante Miristoil Putrescina e FlotinorTM 5530 e dos minerais quartzo e hematita antes e após a interação com os respectivos reagentes. (espectrometria no infravermelho – FTIR);
- Analisar as propriedades eletroforéticas dos minerais quartzo e hematita antes e após a interação com os surfactantes (Potencial zeta);
- Analisar as propriedades superficiais dos surfactantes relacionadas à tensão superficial;
- Analisar a hidrofobização dos minerais (Quartzo e Hematita) após a interação com os reagentes (Miristoil Putrescina e FlotinorTM 5530) através do ângulo de contato;
- Estudar os efeitos das variáveis que influenciam na flotação de quartzo: concentração do reagente, pH e concentração do depressor em tubo *Hallimond* e na célula *Patridge-Smith*.

4

Revisão bibliográfica

4.1.

Minério de Ferro

Os minérios de ferro são uma das principais *commodities* do mundo, sendo predominantemente destinados à indústria siderúrgica para a produção aço. De acordo com um relatório do *United States Geological Survey* em 2023, as reservas globais de minério de ferro totalizam aproximadamente 79 milhões de toneladas. Países como Brasil, China e Austrália lideram a produção mundial de minério de ferro, sendo responsáveis por cerca de 75% da produção global em 2023 (USGS, 2024). No Brasil, as reservas estão concentradas nos estados de Minas Gerais, Pará e Mato Grosso do Sul, conforme informações da Agência Nacional de Mineração (ANM, 2022).

As reservas de minério de ferro em Minas Gerais estão concentradas na região do Quadrilátero Ferrífero, enquanto no Pará estão localizadas na Serra de Carajás, e em Mato Grosso do Sul, especificamente em Corumbá e Ladário (Andrade, 2018). O Quadrilátero Ferrífero é uma das áreas mais significativas do mundo em termos de minério de ferro bruto, o que a torna objeto de extensas pesquisas. Nessa região, existem dois tipos distintos de minérios: os itabiríticos e os hematíticos. Esses tipos diferem em sua composição mineralógica e textural (Carvalho et al., 2014).

Os minérios hematíticos são notavelmente homogêneos, predominantemente compostos de hematita, e exibem teores de ferro consideravelmente elevados, acima de 64%. Esses minérios podem ser encontrados em diferentes proporções na forma de lentes imersas em itabiritos. Quanto à sua estrutura, os hematíticos podem variar, apresentando texturas compactas e semi-compactas (Ortiz, 2014).

Os minérios itabiríticos são caracterizados por faixas escuras compostas principalmente de óxido de ferro, intercaladas com faixas claras contendo silicatos, principalmente quartzo. Os teores de ferro desses minérios variam de 20% a 70%. A textura dos minérios itabiríticos pode variar de compacta a friável ou semi-compacta, dependendo da intensidade dos processos geológicos ao longo do tempo (Ferreira, 2013). A Tabela 1 apresenta os minerais predominantes em cada tipo de itabirito.

Tabela 1 - Composição mineralógica dos itabiríticos. (Adaptado de Ortiz, 2014; Ferreira, 2013).

Classificação dos minérios itabiríticos	Composição mineralógica
Itabiríticos friáveis	Predominância de hematita e martita, pequenas proporções de limonita/goethita.
Itabiríticos compactos	Bandas alternadas de magnetita/hematita e quartzo.
Itabiríticos semi-compactos	Magnetita, martita e hematita, com bandas de sílica e minerais silicáticos.

Atualmente na natureza existe uma ampla diversidade de minerais ferrosos, porém poucos são exploráveis devido a questões de viabilidade econômica. Dentre esses minerais são conhecidos de acordo com a sua composição química, nas classes: óxidos, carbonatos e sulfetos. Todos esses minerais são compostos por ferro com variações na composição na camada de valência do ferro e principalmente na sua estrutura cristalina. Na Tabela 2 são listados alguns minerais representantes de cada classe de minerais ferrosos.

Tabela 2 - Principais minerais ferrosos (Mineralogy Database, 2024).

Classe	Mineral	Fórmula	Teor de Fe (%)	Densidade (g/cm³)
Óxidos	Magnetita	Fe_3O_4	72,4	5,18
	Hematita	Fe_2O_3	69,9	5,26
	Goethita	$FeO(OH)$	62,8	4,27
	Lepidocrocita	$FeO(OH)$	62,85	4,0
Carbonato	Siderita	$FeCO_3$	48,2	3,87
Sulfetos	Pirita	FeS_2	46,5	5,01
	Pirrotita	FeS	63,6	3,95

No Brasil as principais jazidas conhecidas possuem como minerais presente nos minérios de ferro a hematita, magnetita e a goethita, sendo a hematita e magnetita óxidos e a goethita hidróxido. Elas podem apresentar quartzo (principal mineral da ganga), caulinita e gibbsita, silicatos, aluinossilicatos e entre outros como minerais da ganga (Sales, 2012).

Minérios itabiríticos com teores acima de 45% podem ser aproveitados economicamente. De acordo com Guimarães et al. (2011), o teor de ferro em amostras de minério de ferro itabirítico é de aproximadamente 44%. Já Lima et al. (2020) relataram um teor de ferro de aproximadamente 45%. Trzaskos et al. (2011), minérios de ferro com teores de ferro inferiores a 64% são classificados como itabiríticos, sendo principalmente compostos por hematita e quartzo, com possíveis presenças de goethita, limonita e magnetita. A variação nos teores de ferro e na composição mineralógica destes minérios é um fator importante a ser considerado na exploração e beneficiamento do minério de ferro.

O beneficiamento mineral se divide em várias etapas que envolvem a etapa de cominuição (britagem e moagem) para reduzir o tamanho das partículas, seguido pela etapa de classificação, e, posteriormente, a etapa de concentração (Bezerra, 2017).

A britagem é uma etapa que utiliza, sucessivas etapas, com diversos equipamentos, para a redução do tamanho de partícula para atender a necessidade do processo subsequente, que geralmente é a moagem. A moagem é o último estágio da cominuição, é da moagem que irá ser retirado as partículas para as etapas consecutivas, como a etapa de concentração e entre outras do processo industrial. A moagem é considerada uma etapa fundamental para os processos seguintes, além de ser uma das etapas que mais consomem energia no processo, uma moagem não adequada pode trazer prejuízos inestimados para o processo (Wills, 1988; Luz et al., 2018).

Após a etapa de cominuição tem-se a etapa de classificação, essa classificação consiste em uma separação em outras amostras que diferem entre si pela distribuição de tamanho de partículas, no âmbito industrial os equipamentos mais utilizados são os classificadores por peneiras, tipo espiral e hidrocyclones (Chaves et al., 2003).

O tamanho das partículas irá influenciar nos resultados do processo, visto que está diretamente relacionado a cinética e ao grau de liberação das partículas. As partículas finas apresentam maior área superficial, sendo necessário maiores dosagens de coletor para modificar toda a superfície mineral. Outro fator é que as partículas finas são mais afetadas pelo arraste mecânico, prejudicando a seletividade do processo de flotação. (Santos, 2018). Entretanto, não há um padrão para definir os tamanhos de partículas, alguns estudos adotam critérios variados. Por exemplo, Trahar (1981) definiu partículas finas na faixa de 5 a 10 μm e partículas grosseiras acima de 70 μm , enquanto

Bazin et al. (2021) consideraram partículas menores que 37 µm como finas e acima disso como grosseiras. Neste estudo, foi adotada a definição de Sivamohan et al. (1985), que classifica partículas menores que 100 µm como finas e abaixo de 10 µm como ultrafinas, conforme mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Classificação de tamanho de partícula (adaptado de Sivamohan et al (1985).

Nome	Tamanho (µm)
Supercolóide	<0,2
Colóide	<1
Ultrafinas	<10
Finas	<100
Médio	<500
Grosso	>500

4.2.

Fundamentos da Flotação

A flotação mineral é um método utilizado para concentrar partículas sólidas em suspensão aquosa, fundamentado na hidrofobicidade natural ou induzida dos minerais. Esse processo envolve a aplicação de reagentes químicos capazes de modificar as características superficiais dos minerais, atribuindo a eles propriedades anfipáticas. Essa propriedade pode conferir propriedades hidrofóbicas a partícula o que permite a aderência as bolhas de ar, formando uma interface sólido-gás, promovendo a flotação para a superfície da suspensão, enquanto as partículas hidrofílicas permanecem na solução, na fase líquida. Este método é eficaz na separação e concentração de minerais diversos e tem sido amplamente explorado na indústria mineral (Baltar, 2021; Rao, 2004; Somasundaran et al., 1988).

A flotação de minério de ferro tem como possíveis rotas a flotação direta e reversa. Na flotação direta, após o acondicionamento dos minerais, promovidas pelos reagentes químicos, ocorre a separação por meio de bolhas de ar no sistema, onde os minerais de interesse estão no agregado bolha-partícula. As bolhas possuem um papel importante, ao facilitar a adesão das partículas hidrofóbicas, as partículas assim unidas às bolhas são transportadas até a superfície da solução aquosa, onde se acumulam formando uma espuma mineralizada. Essa espuma é posteriormente removida, carregando consigo os minerais de interesse, que possuem características hidrofóbicas, enquanto os minerais ganga, que possuem características hidrofílicas, permanecem na

fase líquida (Wills et al., 2016). Nesta rota, coletores como ácidos graxos e óleos vegetais são frequentemente utilizados para tornar os minerais de ferro hidrofóbicos, promovendo sua adesão às bolhas de ar.

Na flotação reversa, após o acondicionamento dos minerais, o agregado bolha partícula é formado pela ganga, que possuem as características hidrofóbicas, e são transportadas até a superfície da solução aquosa. Enquanto os minerais de interesse, que possuem características hidrofílicas, permanecem na fase líquida (Luz et al., 2018). Nesta rota, o quartzo é frequentemente flotado usando reagentes à base de amina, com a utilização de amido como depressor para a hematita. Diversos estudos e pesquisas, como os realizados por Rocha et al. (2021), Filippov et al. (2014), Silva et al. (2021), Iwasaki et al. (1960), Ma (2012) e Nakhaei et al. (2018), têm contribuído significativamente para o desenvolvimento e aprimoramento dessa técnica na indústria de mineração. É importante ressaltar que o processo de flotação envolve as fases sólido, líquido e gasoso, e mantém uma ligação com as: líquido-gás, sólido-líquido e sólido-gás, desempenhando um papel importante na concentração. Além disso, compreender as propriedades superficiais dos minerais e o efeito das espécies em meio aquoso e de reagentes sobre elas (Baltar, 2021).

A interface sólido-líquido pode ser descrita através do modelo da dupla camada elétrica (DCE), apresentada na Figura 1. Os minerais são constituídos por átomos unidos por ligações químicas, sejam elas iônicas ou covalentes. Quando esses minerais são fragmentados, ocorre a quebra dessas ligações, resultando em uma nova superfície com uma nova carga superficial, devido ao desbalanceamento das cargas superficiais. Essas cargas superficiais desempenham um papel importante no processo de flotação. As cargas superficiais surgem ao adicionar o sólido em uma solução aquosa, podendo ser negativas ou positivas, se acumulando na superfície da partícula sólida. Por essa razão, em meio aquoso, há a atração de cargas com sinal oposto, visando a neutralização elétrica, dando origem à camada difusa. Os íons com a mesma carga que a superfície da partícula em solução aquosa são repelidos para mais longe (Fuerstenau et al., 2005; Rao, 2004). Outras formas de gerar cargas elétricas nas superfícies das partículas minerais envolvem adsorção e dessorção de íons na rede cristalina, dissolução não estequiométrica ou defeitos na rede cristalina (Parks, 1975).

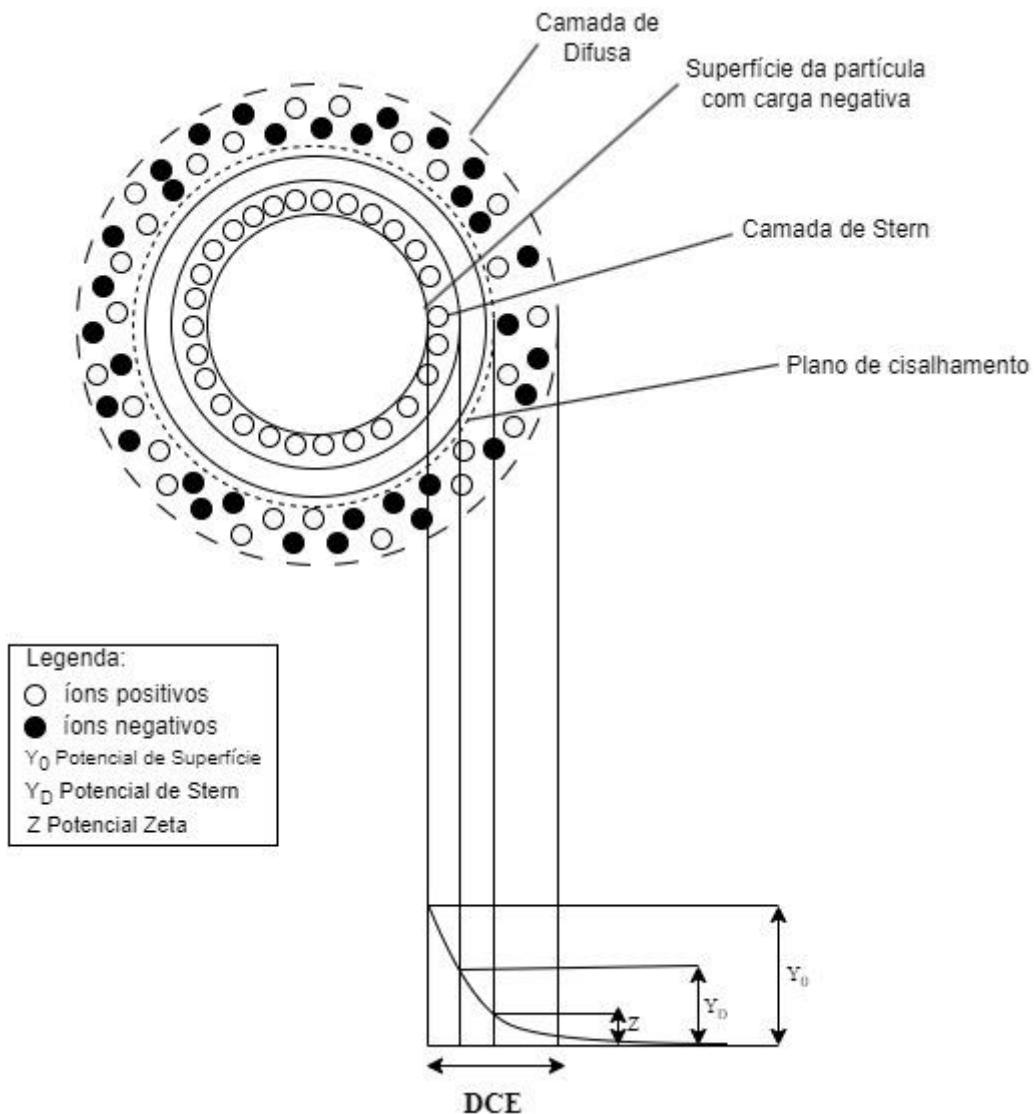


Figura 1. Ilustração simplificada da estrutura de formação da dupla camada elétrica (adaptado Zetasizer Nano, 2013).

A adsorção de coletores na interface sólido-líquido pode ser controlada pela DCE. Deste modo, os fatores responsáveis pela carga superficial da partícula mineral estão relacionados, entre outros, com o tipo de mineral e a sua estrutura cristalina, com o comportamento de íons que são adsorvidos na superfície. A adsorção dos reagentes no processo de flotação é importante, pois compreender os fenômenos relacionados à adsorção pode melhorar a eficiência do processo, aumentando sua seletividade e, por consequência, sua recuperação (Fuerstenau et al., 2002). A DCE geralmente refere-se ao perfil de concentração de íons presente em torno de uma partícula mineral carregada em uma solução de eletrólito. A adsorção desses íons presentes no meio aquoso na superfície da partícula sólida é classificada em específica ou não específica (Sposito, 1998). A interação entre íons no meio aquoso na superfície da partícula pode ser

classificada em específica, envolvendo interações estáveis governadas por ligações químicas de alta energia entre os grupos funcionais da superfície da partícula e a solução, e não específica, quando as forças de ligação entre as moléculas são de baixa intensidade, como as de natureza eletrostática (Sposito, 1998; Rao, 2004).

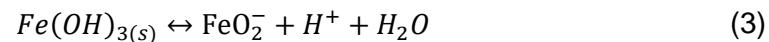
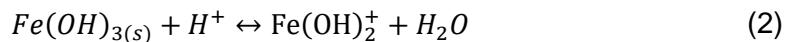
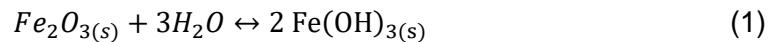
De acordo com a teoria da Dupla Camada Elétrica (DCE) ocorre estabilização por espécies iônicas conhecidas como íons determinadores de potencial (IDP) que não alteram valor da carga de superfície nem o ponto isoelétrico. Na ação de um campo elétrico as partículas e íons associado a ela se movem em relação a solução, ocasionando em uma quebra da interface sólido-líquido na região do plano de cisalhamento, local onde ocorre a medidas do Potencial Zeta (Hunter, 1981). Portanto, o potencial zeta é o potencial elétrico, medido no plano de cisalhamento da DCE, entre a superfície externa da camada compacta (contra-íons) e o meio líquido. As técnicas mais comuns para medir o potencial zeta são a eletroforese e o potencial de escoamento. A eletroforese envolve a medição da carga superficial de partículas movendo-se a uma velocidade fixa em um campo elétrico, quando estão suspensas em uma polpa eletricamente carregada (Hunter, 1993).

Além disso a DCE auxilia a compreensão de mecanismos como adsorção dos coletores por atração eletrostática. Diversos parâmetros são utilizados para caracterizar e quantificar a DCE, sendo essenciais para compreender o comportamento dos minerais e dos agentes modificadores de superfície. Alguns desses parâmetros incluem a magnitude da carga elétrica, o ponto de carga zero (PCZ), que pode ser definido como o local onde a igualdade de íons em sítios superficiais e corresponde à carga real de superfície nula, calculada no potencial de superfície, a espessura da DCE, adsorção específica de coletores e o fenômeno de troca iônica (Aguiar, 2014; Baltar, 2010; Fuerstenau et al., 2007).

Os íons H^+ e OH^- são os principais íons determinadores de potencial (IDP) no potencial zeta, geralmente, eles se adsorvem nos sítios carregados na superfície mineral, modificando sua carga superficial. Essa adsorção depende do pH da suspensão. Nesse caso, onde os IDPs são os íons H^+ e OH^- o ponto isoelétrico (PIE) é definido como o pH em que o potencial eletrocinético é nulo, indicando uma carga líquida nula na presença de eletrólitos indiferentes (Hunter, 1981). Em termos de pH, quando o pH é inferior ao PIE, existe uma elevada concentração de íons H^+ , que irão se adsorver na superfície tornando-a positiva, enquanto em pH superior ao PIE a adsorção do

excesso de íons OH⁻ da solução torna a carga superficial negativa. (Parks 1975; Rao, 2004)

No caso da hematita, a carga superficial se dá devido a hidratação do mesmo em solução aquosa, seguido pela dissociação do hidróxido é capaz de formar cargas positivas ou negativadas na superfície da partícula de acordo com o pH do meio, como exibido nas equações 1, 2 e 3 (Rao, 2004).



No caso do quartzo, o mecanismo de geração de carga superficial é a adsorção de íons H⁺ e OH⁻ nos sítios carregados na superfície do mineral, inicialmente o Si adquire carga positiva e o oxigênio carga negativa. Quando adicionados a solução aquosa, no PIE os íons H⁺ e OH⁻ adsorvem na superfície formada, e atingindo a eletroneutralidade. Em pH inferior ao PIE, o excesso de íons H⁺ em solução é adsorvido a superfície do quartzo, formando SiOH₂⁺, exibido na equação 4. Em pH superior ao ponto isoelétrico, a baixa concentração de H⁺ favorece a formação de SiO⁺, exibido na equação 5 (Pattanaik et al., 2018).



A Tabela 4 apresenta alguns resultados de PIE obtidos na literatura para óxidos de ferro e para quartzo. Nota-se que há uma variação de PIE nos resultados encontrados na literatura, essas variações podem ser relacionadas com as impurezas, variações de equipamento e metodologia, substituições isomórficas e outros (Carlson et al., 2013; Henriques, 2012).

Tabela 4 - Valores de PIE para a hematita e quartzo.

Mineral	PIE	Referência
Hematita	4,8	Peçanha et al., 2019
Hematita	4,5	Moreira et al., 2017
Hematita	4,8	
Quartzo		Wang et al., 2023
	2,0	
Hematita	5,0	Wu et al., 2023
Hematita	5,8	Bai et al., 2023
Hematita	4,0	
Quartzo	1,8	Rocha, 2021
Hematita	4,0	
		Han et al., 2022
Quartzo	1,8	
Hematita	4,6	Liu et al., 2023
Quartzo	2,0	Huang et al., 2014
Quartzo	2,14	Weng et al., 2013
Quartzo	2	Aguiar, 2014
Quartzo	2	Liu et al., 2016
Quartzo	~2	Liu et al., 2017
Quartzo	2,1	
		Liu et al., 2023
Hematita	5,8	

Nota-se que mesmo com variações no PIE dos da hematita e quartzo respectivamente apresentam comportamento semelhante, onde os minerais ferrosos apresentam PIE próximo a pH neutro e o quartzo em pH ácidos, próximo ao 2.

Diversos fatores podem influenciar o valor do potencial zeta, como pH, força iônica, temperatura e concentração de biossurfactante. A mobilidade das partículas está relacionada tanto com a constante dielétrica quanto com a viscosidade do líquido, além do potencial elétrico entre a partícula e o líquido em movimento (Aguiar, 2014). Esses fatores também afetam a seletividade do processo de flotação, portanto as melhores condições devem ser analisadas para beneficiar o processo.

Além desses fatores, a seletividade do processo de flotação também se baseia nas características de hidrofobicidade dos minerais. Esta característica está associada aos parâmetros de energia e potencial de superfície que os minerais apresentam em diferentes interfaces. A tensão superficial é um fator importante no processo de flotação, relacionado com a interface líquido-gás. Pode ser definida como a energia necessária para aumentar a superfície por unidade de área (Schambil et al., 1987). Esse fenômeno surge devido ao desequilíbrio das forças atuantes nas moléculas da superfície em comparação com aquelas no interior de uma solução. Termodinamicamente, pode ser definida como o trabalho reversível necessário para criar uma unidade de área da superfície entre duas fases, medida em unidades de força por comprimento. Quimicamente, pode ser definida como a resistência à formação de uma ligação química (Peres et al., 2009; Luz et al., 2018).

A tensão superficial é afetada pela concentração de solutos no sistema, com a maioria dos surfactantes reduzindo essa tensão. Ao analisar as interações intermoleculares em um líquido, observa-se que a interface líquido-gás possui menos interações do que o interior do líquido. Esse fenômeno de superfície, influenciado pelas interações moleculares em uma solução, é sensível à temperatura e à concentração de surfactantes (Cho et al., 2002). Os surfactantes desempenham um papel importante na modificação das forças interfaciais, reduzindo a coesão entre as moléculas e, consequentemente, diminuindo a tensão superficial. Além das propriedades de adsorção, os surfactantes formam agregados, e a tensão superficial tende a diminuir até o ponto em que os surfactantes começam a formar micelas (Merma et al., 2018).

A concentração mínima de surfactante necessária para iniciar a formação de micelas é chamada de concentração micelar crítica (CMC), valor específico para cada surfactante. Diversos fatores, como a estrutura do surfactante (tamanho da cadeia de hidrocarbonetos), condições operacionais (força iônica, contra-íons, temperatura) e a presença de impurezas, podem influenciar a CMC. A CMC é usada como referência para avaliar a concentração de reagentes a serem empregados na flotação (Rosen, 1989; Rao, 2004; Pashley et al., 2004). A CMC pode ser avaliada pela curva de tensão superficial em função da concentração do sistema, onde o aumento da concentração diminui a tensão superficial até atingir um limite caracterizado como a CMC do surfactante. Cada surfactante tem seu valor de CMC específico devido aos fatores que podem modificá-lo. A Tabela 5 apresenta alguns valores de CMC reportados na literatura para coleteiros usados na flotação.

Tabela 5 – CMC de alguns coletores utilizados na flotação de hematita e quartzo.

Coletor	CMC	Autor
Polihidroxiamina	$1,12 \times 10^{-2}$ mol/L	Liu et al., 2023
Amida-amina	800 mg/L	Rocha, 2021
Eteramina	100 mg/L	
3 -dodeciloxipropanamina	550 mg/L	
3-tetradeciloxipropanamina	950 mg/L	Cheng et al., 2022
Dodecilamina etano-1,2-bis (brometo de dimetil-dodecil-amônio)	1070 mg/L $8,8 \times 10^{-4}$ mol/L	Huang et al., 2014
cloreto de dodecilamônio	$1,2 \times 10^{-2}$ mol/L	
Dodecilamina	$1,12 \times 10^{-2}$ mol/L	
N-(2,3-Propanodiol)-N- dodecilamina	$4,17 \times 10^{-4}$ mol/L	Liu et al., 2023

Após a formação da interface líquido-gás, quando ocorre a diminuição na tensão superficial, há a chance da formação da interface sólido-líquido, onde os surfactantes se adsorvem na superfície dos minerais, fazendo com que os minerais tenham menos afinidade pela água, sendo caracterizados como hidrofóbicos (Peres et al., 2009).

Após a hidrofobização dos minerais e a presença da fase gasosa na solução, promovendo a formação do agregado bolha-partícula é dada pela formação de uma nova interface sólido-gás. Esse fenômeno só ocorre se a termodinâmica for favorável; portanto, é necessário que haja uma diminuição na energia livre do sistema. Através da equação de Dupré (Equação 6), estima-se a energia do sistema.

$$\Delta G = \gamma_{LG} - (\gamma_{GS} - \gamma_{SL}) \quad (6)$$

Essa interface só irá surgir no caso de mudança da superfície mineral, que será hidrofobizada, essa mudança normalmente é feita por reagentes na flotação. O ângulo de contato é um fator importante a ser avaliado no processo de flotação mineral, pois é por meio dele que conseguimos determinar o caráter hidrofóbico de uma partícula (Lec et al., 2008). O conceito de ângulo de contato utilizado para medir o grau de hidrofobicidade das partículas é apresentado na Figura 2, onde o ângulo de contato

entre as três fases, medido na fase líquida, mostra que quanto maior o ângulo de contato, mais hidrofóbica é a partícula, ou seja, menor sua afinidade pela água. (Luz et al., 2018). Esse ângulo é formado na interseção entre a interface sólido-líquido a interface líquido-gás. Em outras palavras, ele representa o ângulo entre a linha tangente à interface líquido-gás e a linha paralela à superfície do sólido, expresso pela equação de Young (Equação 7).

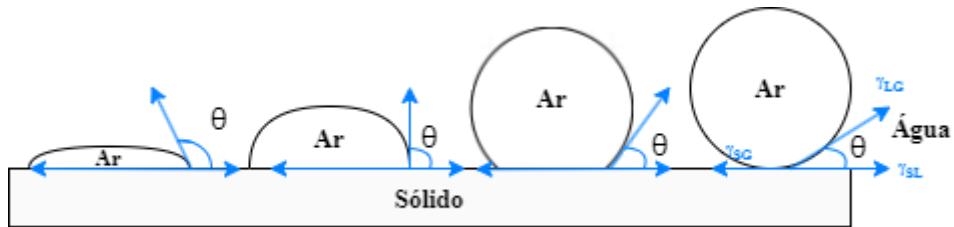


Figura 2. Representação do ângulo de contato entre a fase líquida, sólida e gasosa. (adaptado de Wills et al., 2016).

A equação de Young (Equação 7) estabelece as condições termodinâmicas de equilíbrio entre as interfaces líquido-gás, sólido-líquido e sólido-gás, em que o ângulo de contato (θ) depende da tensão superficial ou da energia livre superficial (γ) das três interfaces (Kelly et al., 1982)

$$\gamma_{GS} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cdot \cos \theta \quad (7)$$

Onde:

θ é o ângulo de contato, γ_{SG} é a tensão superficial sólido-gás, γ_{SL} é a tensão superficial sólido-líquido e γ_{LG} é a tensão superficial líquido-gás.

Substituindo a equação 7 na equação 6, obtém-se a equação de Young-Dupré (equação 8):

$$\Delta G = Y_{LG}(\cos \theta - 1) \quad (8)$$

Assim, minerais com um ângulo de contato elevado são classificados como hidrofóbicos, indicando sua propensão a aderir à superfície de uma bolha. Em contraste, minerais com baixo ângulo de contato são considerados hidrofílicos, evidenciando uma menor afinidade para aderir à bolha. A probabilidade de adesão entre a bolha e a partícula está, portanto, diretamente ligada ao ângulo de contato. Algumas pesquisas

sugerem que partículas com um ângulo de contato inferior a 60° podem ser classificadas como hidrofílicas, exigindo a intervenção de um coletor para serem recuperadas por meio do processo de flotação (Yuan et al., 2013; Marmur, 2009). É importante notar que o decréscimo da energia livre do sistema só irá ocorrer caso o ângulo seja maior que 0, portanto o requisito termodinâmico é que haja formação do ângulo de contato.

Além da condição termodinâmica favorável, outros critérios devem ocorrer para a separação entre os minerais, como a probabilidade de colisão partícula-bolha, probabilidade de adesão e probabilidade de transporte. Outro fator importante para a melhor seletividade na flotação é necessário utilizar agentes modificadores ou reguladores, a fim de ajustar o pH do sistema, pois facilitam a atuação do coletor (Peres et al., 2009).

4.3.

Reagentes de flotação

Os reagentes desempenham uma função importante nesse processo, impactando a afinidade das partículas pelas bolhas de ar e, por conseguinte, influenciando a eficácia da flotação. A escolha criteriosa dos reagentes é importante para otimizar a recuperação e a seletividade dos minerais desejados. Há uma variedade de reagentes, tanto orgânicos quanto inorgânicos, que são empregados na flotação com o intuito de interagir ou modificar a superfície mineral. Esses reagentes podem se adsorver nas interfaces sólido-líquido, desempenhando a função de coletores, e na interface líquido-gás, atuando como espumantes. Além dos espumantes e coletores existem ainda os ativadores, que tem como objetivo ativar a superfície do mineral, os reguladores de pH, que a finalidade de modificar o pH dos mesmos, e os depressores, que atuam na interface sólido-líquido com objetivo de deprimir o mineral. Os reagentes exercem sua influência sobre propriedades de superfície, como ângulo de contato e tensão superficial, além de interferir nas propriedades elétricas nas interfaces, alterando as interações entre as partículas (Monte et al., 2010).

Os coletores podem ser classificados de acordo com a carga do seu grupo característico, podendo ser catiônico e aniônicos. Os coletores aniônicos são derivados de gorduras e óleos minerais ou vegetais. Os ácidos graxos são exemplos de coletores aniônicos, no Brasil são amplamente utilizados na flotação de fosfatos e fluorita (Day, 2003). Industrialmente utiliza óleos naturais, como o *Tall oil*, onde seu principal constituinte é o ácido oléico (Luz et al., 2018). Esses coletores trabalham em meios

alcalinos ou saponificados, sendo necessário utilizar temperaturas elevadas para aumentar sua solubilidade (Luz et al., 2018). Outro exemplo de coletores aniônico são os sulfidrílicos, que são coletores utilizados na flotação de sulfetos, eles possuem o grupamento -SH associado a uma molécula orgânica. A grande maioria são derivados do ácido carbônico, ácido carbâmico, ácido fosfórico, ureia e álcoois. Os xantatos e tióis são exemplos de sulfidrílicos (Somasundaram et al., 1988).

Já os catiônicos têm se destacado devido a grande maioria das partículas sólidas apresentarem carga superficial negativa, facilitando a adsorção específica (Baltar, 2008). Eles são derivados de aminas e seus acetatos. Uma grande parte dos surfactantes catiônicos possuem um grupo funcional de amina quaternária como cabeça polar. Geralmente eles possuem uma ou duas cadeias alquil e o grupo funcional de amina quaternária. Sua aplicação típica é na flotação de não metálicos, como o quartzo no beneficiamento de itabiritos, silicatos, aluminosilicatos e vários óxidos. A variável operacional mais importante para esses coletores é o pH. Sua solubilidade está relacionada com o comprimento de cadeia carbônica, com o aumento da cadeia tende a reduzir a solubilidade e consequentemente aumentar a suas características coletoras (Luz et al., 2018). Na Tabela 6 são apresentados alguns coletores utilizados na flotação de óxidos de ferros.

Tabela 6 - Coletores aniônicos e catiônicos utilizados na flotação mineral.

Tipo	Coletor	Mineral Flotado	pH	Referência
Aniônico	Oleato de Sódio	Hematita	9	
		Quartzo	12	Yang et al., 2019
	Oleato de Sódio	Quartzo	11,5	Ma et al., 2011
	Ácido oleico	Apatita	7	Yehia et al., 2021
	Alginato de Sódio	Clorito	11,5	Fu et al., 2021
	Mistura 1:1 de Alke 742 Fl e Dirole	Quartzo Apatita	9,5	Tohry et al., 2016
Catiônico	TD-II	Quartzo	11,5	Sobhy et al., 2021
	TD-II	Quartzo	11,5	Tao et al., 2021
	Éter amina	Quartzo	9,5	Lima et al., 2013
	Éter amina	Quartzo	10,5	Ma et al., 2011
	Éter amina	Quartzo	11	Han et al., 2022b
	Dodecil Amina	Quartzo	8	Wang et al., 2021
	Dodecil Amina	Quartzo	10	Dong et al., 2022
	Dodecil Amina	Quartzo	10	Filippov et al., 2010
	EBAB	Quartzo	7	Huang et al., 2014
	Amida Amina	Quartzo	11	Rocha et al., 2022

Além disso, nota-se que a grande parte dos coletores cationico a base de amina são utilizados para a flotação de quartzo na rota flotação cationica reversa, onde também são utilizados depressores de hematita (Araujo et al., 2008)

4.3.1.

Aminas

As aminas são substâncias orgânicas, eletricamente carregadas ou neutras, que atuam na interface sólido-líquido, alterando a superfície mineral (Bulatovic, 2007). São derivadas da amônia (NH_3), alguns átomos de hidrogênio são substituídos por um número correspondente de cadeias hidrocarbonadas. Elas são classificadas em aminas primárias (I), secundárias (II), terciários (III) ou quaternárias (IV), dependendo dos radicais de hidrocarbonetos ligados ao átomo de hidrogênio, como na Figura 3.

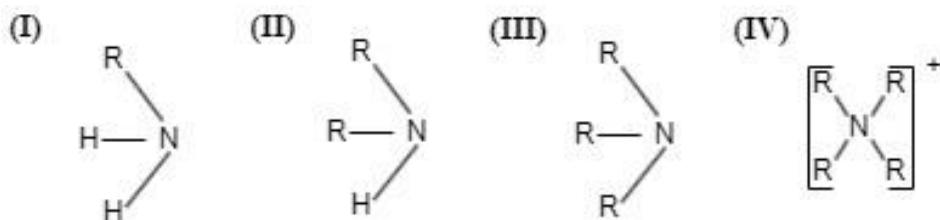


Figura 3. Estrutura química de aminas (Adaptado de Bulatovic, 2007).

As aminas quarternárias de cadeia longas são geralmente utilizadas como coletores catiônicos. Normalmente elas são sintetizadas a partir de alterações na estrutura básica das aminas, buscando melhoria nas suas propriedades como biodegradabilidade e solubilidade para otimização na flotação catiônica reversa de minério de ferro (Liu et al., 2020; Patra et al., 2018; Sahoo et al., 2015).

As aminas são sintetizadas a partir de matérias primas como óleos e gorduras, tanto de origem animal quanto vegetal. Nessas reações com ácidos e álcoois graxos são produzidos diferentes tipos de aminas e outros compostos nitrogenados, podendo ser classificadas pelo comprimento de cadeia carbônica, como eteraminas, aminas, graxas, diaminas graxas, poliaminas e entre outras. Esses derivados de aminas são apresentados na Tabela 7 (Dedes, 2018).

Tabela 7 - Coletores e suas respectivas estruturas químicas (Adaptado de Lelis, 2014; Neder, 2005; NIST, 2024).

Coletor	Fórmula Estrutural
Diamina Primária	R-NH-(CH ₂) ₃ -NH ₂
Éter amina	R-O-(CH ₂) ₃ -NH ₂
Éter diamina	R-O-(CH ₂) ₃ -NH-(CH ₂) ₃ -NH ₂
Amida-Aminas	R-C=O-NH-(CH ₂) ₂ -NH ₂
Poliamina	
Putrescina	R-NH ₂ -(CH ₂) ₄ -NH ₂

A busca por novos coletores para a flotação catiônica reversa produzidos por matérias primas naturais e/ou biodegradáveis, como a busca por novos grupos funcionais com o objetivo de reduzir o custo dos reagentes comerciais e a quantidade de reagentes utilizados, tem motivado a pesquisa por novos coletores. Esses coletores são importantes devido as propriedades físico-químicas e biológicas. Nesse aspecto pesquisas têm sido realizadas para encontrar novos coletores catiônicos à base de amida, com baixa toxicidade e alto grau de biodegradabilidade com atividade semelhante aos coletores catiônicos convencionais.

4.3.1.1. Miristoil Putrescina

Coletores catiônicos a base amina apresentam resultados promissores, em especial o Miristoil Putrescina, que possui cadeia com comprimento de 14 carbonos ligada ao grupamento amina, mostrado na Figura 4.

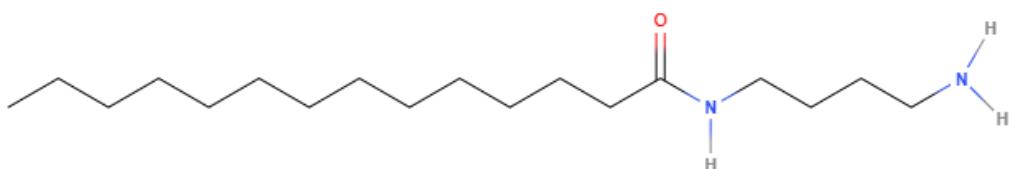


Figura 4. Estrutura química da Miristoil Putrescina.

A putrescina pode ser considerada uma poliamina composta de baixo peso molecular e carga positiva com dois ou mais grupos amino primário, comumente encontrada em plantas. Ela possui um papel importante para plantas, auxiliando na eficiência da fotossíntese, na proteção das membranas biológicas e estruturas celulares, na ativação de mecanismos antioxidantes e na regulação positiva de genes relacionados ao estresse (Alcázar et al., 2020; Gohari et al., 2021). Devido a essas características, a putrescina tem papel importante em várias indústrias.

Na indústria de fertilizantes, a putrescina é usada como agente quelante, ajudando a aumentar a disponibilidade de nutrientes para as plantas. Ela se liga a íons metálicos no solo, como ferro, zinco e manganês, tornando esses nutrientes mais facilmente absorvíveis pelas plantas, melhorando assim o crescimento e a saúde das plantas (Pál et al., 2018). Na indústria alimentícia, a putrescina é utilizada como aditivo em produtos como queijos e vinhos. Ela ajuda a controlar a acidez e o desenvolvimento de sabores, além de ter propriedades conservantes em certas condições, contribuindo para a qualidade e a longevidade dos produtos (Vasconcelos et al., 2021). Na indústria farmacêutica, a putrescina é usada na síntese de alguns medicamentos devido à sua capacidade de formar complexos com diferentes compostos. Esses complexos podem ter propriedades terapêuticas específicas, sendo utilizados em formulações farmacêuticas para melhorar a eficácia e a estabilidade dos medicamentos (Heibati-Goojani et al., 2021). Na indústria de cosméticos, a putrescina é utilizada em produtos de cuidados com a pele e cabelo. Ela atua como agente condicionador e umectante, ajudando a manter a hidratação e a maciez da pele e do cabelo, além de promover a saúde capilar e cutânea (Jensen et al., 2015). Na indústria de polímeros, a putrescina é

usada na síntese de alguns polímeros, onde atua como agente de ligação. Ela melhora as propriedades dos polímeros, como resistência e durabilidade, sendo essencial em aplicações que requerem materiais robustos e duradouros (Yang et al., 2022). Na pesquisa científica, a putrescina é utilizada como agente de ligação em diversas aplicações. Por exemplo, ela pode ser usada para ajudar na purificação de proteínas ou na formação de complexos em estudos bioquímicos e biológicos, sendo uma ferramenta valiosa para cientistas em várias áreas de estudo. A Putrescina é usada como matéria-prima para a produção de bioplástico poliamida nylon-4,6 por policondensação com ácido adípico, e a demanda por putrescina é de aproximadamente 10.000 toneladas por ano na Europa e espera-se que cresça (Wang et al., 2020).

A putrescina tem diversas aplicações e é comumente encontrada na sociedade, apresentando contribuições significativas para avanços tecnológicos e melhoria de produtos e processos. Seus benefícios incluem sua biodegradabilidade e não nocividade ao meio ambiente, tornando-a uma alternativa sustentável para várias aplicações industriais. A ampla gama de aplicações da putrescina, desde a agricultura até a indústria farmacêutica e de cosméticos, destaca sua versatilidade e importância. Devido às suas características de biossurfactante, a putrescina pode ser um potencial substituto para reagentes sintéticos na flotação mineral de quartzo, mantendo a eficiência do processo. Além disso, a possibilidade de obtenção biológica da putrescina aumenta sua sustentabilidade (Li et al., 2021). Assim contribuindo para práticas industriais mais ecológicas. Esses benefícios destacam a importância da putrescina e seu potencial para substituir reagentes sintéticos, oferecendo uma alternativa mais sustentável e eficiente para diversas aplicações industriais.

Nesse aspecto, o Miristoil Putrescina pode ser usado como um coletor, apresentando cadeias hidrofóbicas. Entretanto, estudos relacionados ao uso desse surfactante no processo de concentração mineral são muito escassos e difíceis de encontrar na literatura. Nesse sentido, é necessário o estudo da utilização desses coletores na flotação catiônica reversa na flotação de minério de ferro, visto que o Miristoil Putrescina é uma poliamina, com boa solubilidade e capaz de hidrofobizar partículas de quartzo.

Liu et al. (2020) relataram o aumento da seletividade na flotação está relacionado com a introdução de novos grupos funcionais na amina, como -OH, -NH₂, -CHOH, ocasionando o efeito de impedimento estérico. Eles estudaram o impedimento estérico causado pelos grupos alquil orgânicos mais volumosos. O impedimento estérico tende

a reduzir o grau de adsorção, mas não a interação eletrostática entre os sítios catiônicos portadores de -N e os silanóis ionizados (Si-O-) na superfície do quartzo. A maior densidade de carga negativa dos silicatos em comparação a óxidos de ferros, seriam mais afetados pelo efeito do impedimento estérico, e assim os coletores seriam mais seletivos.

Liu et al. (2020) estudaram um surfactante catiônico de poliamina contendo hidroxila, o N,N-dimetil-N'-(2-hidroxietil)-N'-dodecil-1,3-propanodiamina (DMPDA), foi projetado computacionalmente para otimizar a flotação reversa de hematita. O DMPDA foi projetado computacionalmente para otimizar a flotação reversa de hematita, mostrando eficácia comparável à NDEA e melhor seletividade que a DDA. Testes de flotação confirmaram sua superioridade, e análises indicaram adsorção por ligações eletrostáticas e de hidrogênio. O grupo hidroxila no DMPDA aumentou a atividade superficial, sugerindo uma abordagem promissora para desenvolver surfactantes catiônicos.

Com base nesses estudos, nota-se que o Miristoil Putrescina, um biocoletor catiônico apresenta potencial para a flotação de quartzo. Devido a suas propriedades e diversas aplicações industriais, o Miristoil Putrescina demonstra eficácia na concentração mineral, oferecendo uma alternativa sustentável aos reagentes sintéticos tradicionais, esse novo biosurfactante é o alvo de estudo dessa pesquisa, visando compreender sua utilização para flotação mineral através de estudos fundamentais de tensão superficial, ângulo de contato, potencial zeta, espectroscopia de infravermelho e microflotação.

4.3.2.

Amido

O amido é um polissacarídeo encontrado em sementes e raízes de vegetais, como milho, mandioca, batata, trigo, arroz e outros. Na industria mineral, o depressor mais utilizado é o amido de milho, que é historicamente o mais utilizado para flotação minério de ferro (Araujo et al., 2005). A matéria ativa do amido de milho, principal depressor de óxidos de ferro é formada por aproximadamente 25% de amilopectina e 75% amilose. (Turrer, 2004). A adsorção do amido nos minerais de ferro ocorre por meio de ligações de hidrogênio entre os átomos de hidrogênio presentes nas moléculas de amido e os átomos de oxigênio na superfície dos minerais e através de interações eletrostáticas entre a superfície mineral e as moléculas de amido (Guedes, 2012).

Liu et al. (2000) demonstraram que os polissacarídeos são capazes de atuar como inibidores durante o processo de flotação devido à presença de grandes quantidades de grupos hidroxila livres. Esses grupos formam ligações de hidrogênio com metais presentes na superfície mineral, formando assim complexos metal-polissacarídeos com uma estrutura em anel de cinco membros. Além disso, foi verificado uma diminuição no pH da polpa durante este processo.

Segundo Monte et al. (2010), o amido de milho desempenha um papel importante como depressor nos processos de flotação industrial no Brasil. É usado como inibidor de óxido de ferro em operações de flotação catiônica reversa, onde as aminas atuam como coletores, principalmente em minérios de ferro. Além disso, o amido de milho é utilizado como inibidor da ganga, composta por carbonatos e minerais contendo ferro, no processo de flotação direta de rocha fosfática com ácidos graxos, visando a produção de concentrado de apatita. Outra aplicação importante é a sua utilização como inibidor de ganga na flotação direta de minérios de sulfeto de cobre juntamente com coletores de enxofre, especificamente hiperstênio (um silicato de ferro e magnésio). Estas aplicações destacam a versatilidade do amido de milho nestas práticas industriais, sendo as duas primeiras consideradas clássicas.

De acordo com Peçanha et al. (2019) a adsorção de amido foi forte na hematita, enquanto no quartzo ocorreu apenas na superfície de silício. Análises AFM de quartzo revelaram áreas não adsorvidas ou com uma fina camada de amido, sem interferência na posterior adsorção pela eteramina. A energia de repulsão eletrostática entre quartzo e amido superou as interações entre hematita e amido. A energia total entre quartzo e amido excluiu a possibilidade de agregação, enquanto a teoria DLVO confirmou a adesão espontânea entre coloides e partículas de hematita.

Ao explorar a eficácia da flotação catiônica reversa em minérios de ferro, nota-se a importância da seleção cuidadosa dos reagentes, como amina como coletor de quartzo e amido como depressor dos minerais de ferro (Araujo et al., 2005; Iwasaki et al., 1960; Nakhaei et al., 2018).

5.

Materiais e métodos

Neste capítulo, é detalhada a metodologia experimental empregada no estudo do desenvolvimento de reagentes para a flotação mineral de quartzo e hematita. São apresentados os reagentes, materiais e equipamentos utilizados, começando pela preparação e caracterização das amostras minerais. O texto continua descrevendo os métodos experimentais e as condições aplicadas no estudo de tensão superficial, ângulo de contato, medidas de Potencial Zeta, espectroscopia de infravermelho, Microscopia de força atômica, bem como os procedimentos dos ensaios de microflotação em tubo de *Hallimond* e célula de *Padridge-Smith*.

5.1.

Preparação e caracterização da amostra

Neste estudo, foram utilizadas amostras minerais de quartzo e hematita provenientes de uma mineradora do Quadrilatero Ferrífero, que passaram por operações de britagem (com britador de mandíbulas) e moagem (com moinhos de barras) para redução do tamanho de partícula. Neste estudo, foram utilizadas diferentes faixas granulométricas. Para os estudos de flotação, foi utilizado o tamanho de partícula -106+44 µm; para os estudos de caracterização da amostra (DRX), foi utilizado o tamanho de partícula -38 µm; para os estudos de caracterização e interação (FTIR, Potencial Zeta e Ângulo de contato), foram utilizados o tamanho de partícula -20 µm. A preparação e caracterização das amostras seguiram o fluxograma apresentado na Figura 5.

Para caracterizar as fases mineralógicas foram realizadas análises de difratometria de raio -X (DRX) no equipamento Bruker Discover 8. Com os resultados obtidos foi realizado um estudo pelo método de rietveld no software Profex com a finalidade de identificar, de forma quantitativa, as fases presentes na composição mineralógica das amostras minerais utilizadas.

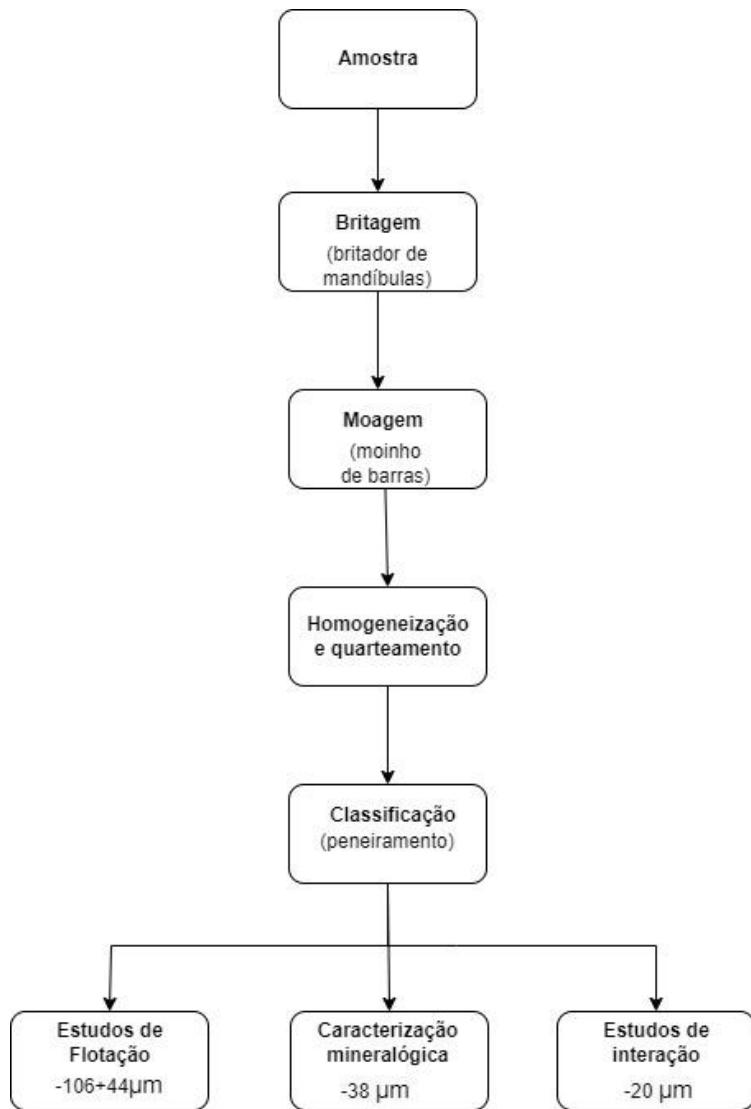


Figura 5. Fluxograma da preparação das amostras minerais.

5.2.

Preparo dos Reagentes utilizados

Os reagentes utilizados nos estudos de flotação foram, o biosurfactante Miristoil Putrescina e o surfactante comercial Flotinor™ 5530. O Miristoil Putrescina foi o principal alvo do estudo, fornecido pelo Instituto Tecnológico Vale (ITV) em sua forma pura e posteriormente solubilizado em água deionizada nas concentrações definidas conforme a necessidade dos ensaios de flotação. O Flotinor™ 5530, também disponibilizado pelo ITV, foi preparado e solubilizado nas mesmas condições experimentais dos estudos de flotação, este reagente foi usado para fins comparativos.

5.3.

Espectroscopia de Infravermelho – FTIR

As medições por espectroscopia no infravermelho foram realizadas utilizando o espectrômetro da marca Bruker, modelo Vertex 70V, conforme mostrado na Figura 6. Para obter os espectros foram realizadas 32 varreduras, com resolução espectral de 4 cm⁻¹, na faixa de número de onda de 400 a 4000 cm⁻¹, utilizando o software Opus versão 8.1 para aquisição dos espectros. As leituras foram realizadas pelo método de Refletância Total Atenuada (ATR) utilizando uma ponta de diamante, onde foi depositada a amostra, garantindo a cobertura completa do cristal.

O objetivo dessas análises foi identificar os grupos funcionais presentes nos coletores Flotinor™ 5530 e Miristoil Putrescina, assim como nos minerais hematita e quartzo, antes e depois da interação com o Miristoil Putrescina e com Flotinor™ 5530. Para isso, foram utilizadas amostras minerais com granulometria abaixo de 20 µm. Para analisar os minerais hematita e quartzo após a interação com os surfactantes, os minerais foram acondicionados em soluções de 100 mg/L de cada surfactante separadamente, seguido de agitação por 30 minutos. As amostras foram então submetidas à filtração a vácuo e o produto obtido foi seco na estufa a 50ºC por 24horas. Por fim, o material obtido foi submetido à análise de FTIR.

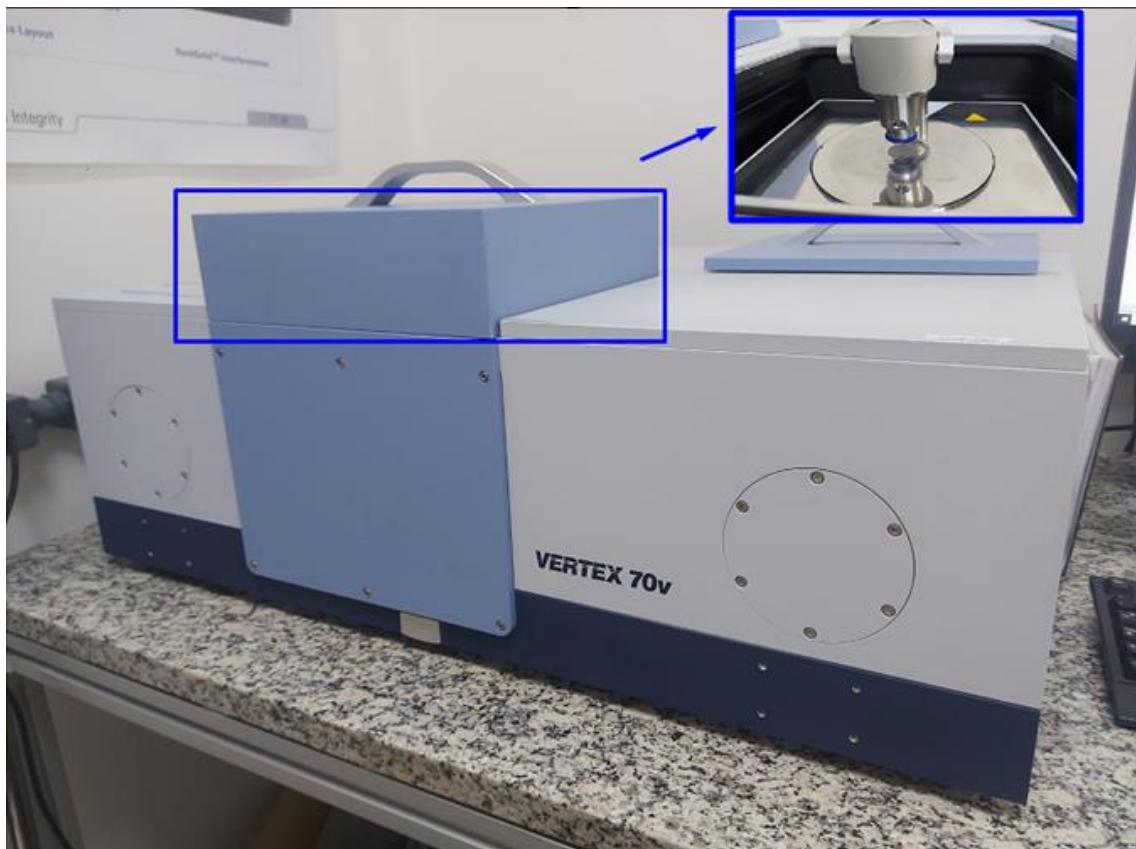


Figura 6. Equipamento de espectroscopia de infravermelho (Bruker - Vertez 70V) com destaque o sensor ATR.

5.4.

Medidas de Tensão Superficial

As medidas de tensão superficial dos reagentes foram conduzidas através do método do anel de Nöuy, utilizando o tensiômetro DC 200 Surface Optics (Figura 7). O objetivo principal foi determinar a concentração micelar crítica do reagente, ao mesmo tempo em que se avaliou a influência do pH e a variação da concentração do reagente na tensão superficial. Para ajuste de pH, foram empregadas soluções de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH) a 0,01 mol/L, e os dados foram registrados utilizando o software Quantum-S.

Inicialmente foi analisado a influência do pH na faixa de 2 a 11 na tensão superficial, na concentração de 30mg/L para o FlotinorTM 5530 e 40mg/L para o Miristoil Putrescina. Posteriormente, o foco foi direcionado para a avaliação do efeito da concentração dos reagentes de 5 a 1000mg/L na tensão superficial, em pH 11 para ambos os reagentes. As soluções para as medições de tensão superficial foram preparadas em um balão de 100 mL. O equipamento foi calibrado utilizando a

metodologia padrão do equipamento e validada medindo a tensão superficial da água desionizada antes do início dos ensaios, e o anel de Nöuy foi submetido à limpeza através da queima em um bico de Bunsen.

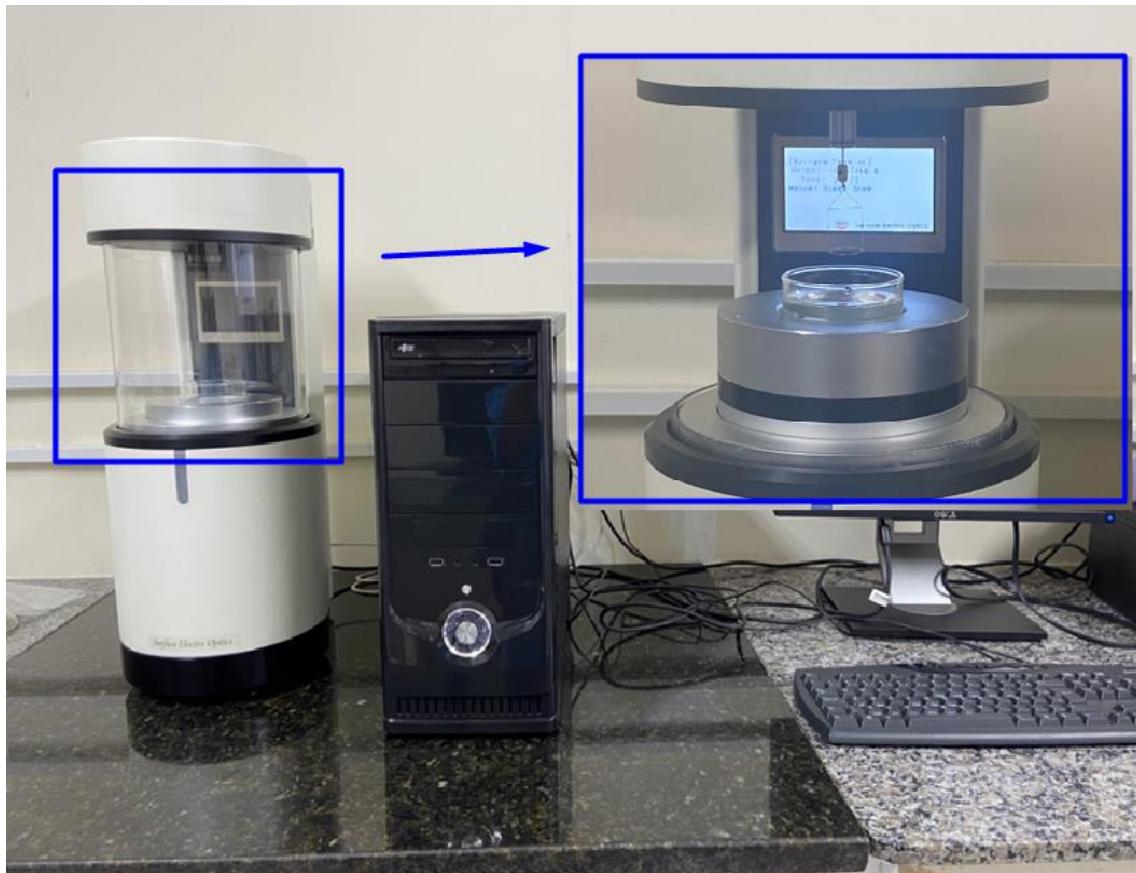


Figura 7. Equipamento para as medidas de tensão superficial (tensiômetro DC 200S), em destaque o anel de Nöuy.

5.5.

Medidas de ângulo de contato

As medidas de ângulo de contato foram realizadas utilizando o equipamento DC 200 Surface Optics, conforme ilustrado na Figura 8, empregando o método de Washburn, que investiga as propriedades de líquidos polares e não polares. O objetivo era avaliar a hidrofobicidade e analisar a influência do pH, além do efeito da concentração dos reagentes Flotinor™ 5530 e Miristoil Putrescina no ângulo de contato. As medições foram feitas em amostras de quartzo e hematita com granulometria inferior a -106+44 µm, tanto antes quanto após a interação com os reagentes. Para ajustar o pH, foram usadas soluções de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH) a 0,01 mol/L, e os dados foram obtidos com o software Quantum-S.

No primeiro experimento, a influência do pH no ângulo de contato foi avaliada mantendo a concentração dos reagentes fixa e variando o pH de 2 a 11. Em seguida, foram feitas medições para analisar o efeito da concentração dos reagentes no ângulo de contato, mantendo o pH constante e variando a concentração dos reagentes entre 5 e 50 mg/L. Antes das leituras, as amostras foram secas em estufa a 50°C por 24 horas, transferidas para o tubo cilíndrico do equipamento, pesadas e compactadas até preencherem aproximadamente 1/3 do tubo, utilizando 6g de quartzo e 7g de hematita. Nos extremos do tubo, foram colocados filtros de papel de 55 mm. A constante de calibração de cada amostra foi determinada utilizando tolueno (P.A.), enquanto as medições do ângulo de contato foram realizadas em água destilada.



Figura 8. Equipamento para a medição do ângulo de contato (DC 200 Surface Optics).

5.6.

Medidas de Potencial Zeta

As medidas do Potencial Zeta foram realizadas por meio de um equipamento de microeletroforese do tipo Malvern Zetasizer (Figura 9). O propósito dessa análise foi avaliar a interação do reagente com a superfície do mineral. As medições foram conduzidas em amostras de quartzo e hematita, ambas com granulometria inferior a

20µm, tanto antes quanto após a interação com o reagente. A faixa de pH utilizada foi de 2 a 12, com ajustes feitos por meio de soluções de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH) a 0,01 mol/L.

Para a preparação das amostras, foram preparadas soluções contendo 0,025 g do mineral quartzo e solução de cloreto de sódio (NaCl) como eletrólito indiferente, com concentrações de 10^{-2} , 10^{-3} e 10^{-4} mol/L. As mesmas condições foram aplicadas para a hematita. Para as medições de Potencial Zeta após a interação com os reagentes, Miristoil Putrescina e Flotinor™ 5530, foram utilizadas concentrações superiores à CMC, determinada em 40 mg/L para o Miristoil Putrescina e 30 mg/L para o Flotinor™ 5530. Em cada ensaio, 0,025 g do mineral quartzo foram condicionados com os reagentes por 3 minutos e, em seguida, secos em estufa a 50°C. Posteriormente, os minerais tratados foram adicionados a frascos de um litro contendo solução de NaCl com concentração de 10^{-3} mol/L. As mesmas condições foram aplicadas para as medições de Potencial Zeta da hematita após a interação com os reagentes.



Figura 9. Equipamento de Potencial Zeta (Malvern Zetasizer).

5.7.

Ensaios de microflotação

Nos ensaios de microflotação, foi utilizada uma célula de tubo *Hallimond* modificado, conforme ilustrado na Figura 10. Para esse estudo foi padronizado a vazão

de ar de 50mL/min e uma placa porosa importada da Schott, com 200mL de volume útil. Em seguida, foram conduzidos testes de arraste nessas condições operacionais, sem o uso de reagentes, com a finalidade de encontrar o arraste mecânico, garantindo que esteja menor que 5% e que tenha bolhas no sistema. A Tabela 8 detalha os parâmetros e condições adotados nos ensaios de microflotação. Todos os testes foram realizados em duplicata, e a agitação da solução durante o condicionamento e os testes de flotação foi mantida em torno de 250 rpm, uma velocidade suficiente para manter as partículas em suspensão e garantir uma agitação homogênea sem causar a quebra do agregado bolha-partícula.

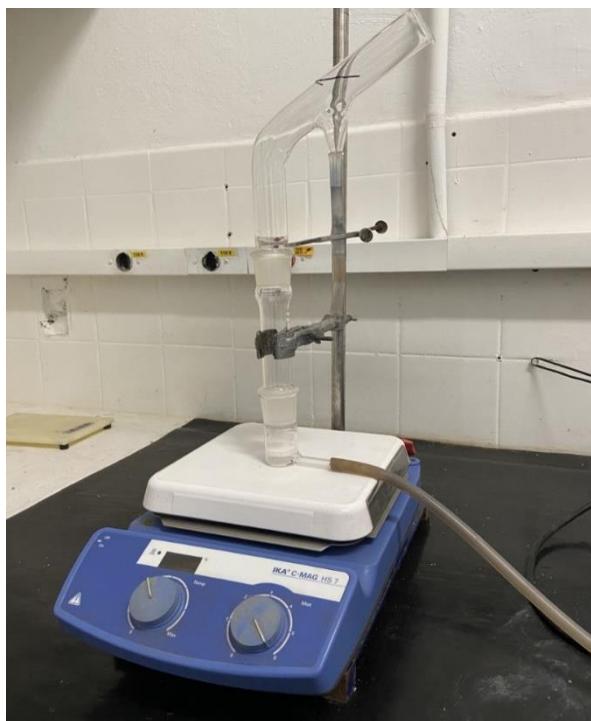


Figura 10. Microflotação em tubo Hallimond utilizado para execução dos experimentos.

Tabela 8 - Condições e parâmetros utilizados no teste de microflotação.

Condições e parâmetros	
pH	2-12
Concentração do eletrólito (NaCl)	0,1 mol/L
Concentração do coletor Flotinor™ 5530	5-100 mg/L
Concentração do Miristoil Putrescina	5-100 mg/L
Tempo de condicionamento	3 min
Tempo de flotação	3 min
rpm	250
Vazão de ar	50 mL/min

Ao final de cada ensaio foi determinado a porcentagem de flotabilidade de acordo com a Equação 10.

$$\text{Flotabilidade (\%)} = \frac{m_F}{m_F + m_{NF}} * 100 \quad (9)$$

Onde, m_F é a massa do mineral flotado e m_{NF} é a massa do mineral não flotado.

5.8.

Sistemas na célula *Patridge-Smith*

Nos ensaios utilizando a célula de flotação Patridge-Smith modificada, com um volume útil de 0,3L, conforme representado na Figura 11, foram investigados o efeito do pH da solução e o efeito da concentração dos reagentes na flotação mineral. Um sistema mineral composto por quartzo (40%) e hematita (60%) foi utilizado, abrangendo uma faixa granulométrica de -106 a +44 µm, com uma massa total de amostra de 2,5 g. O teor de ferro na alimentação foi de aproximadamente 41%.

No início do experimento, a amostra foi acondicionada com o reagente em um volume de 50 mL por 3 minutos, sob agitação próxima a 200 rpm. Após esse período, a célula foi preenchida com água (no pH do estudo) até atingir a capacidade total da célula. Em seguida, os testes de flotação foram conduzidos por 3 minutos, com uma vazão total de ar de 166 mL/min. Nesta etapa, além dos surfactantes, foram utilizados depressores. A Tabela 9 apresenta os parâmetros adotados nos experimentos.

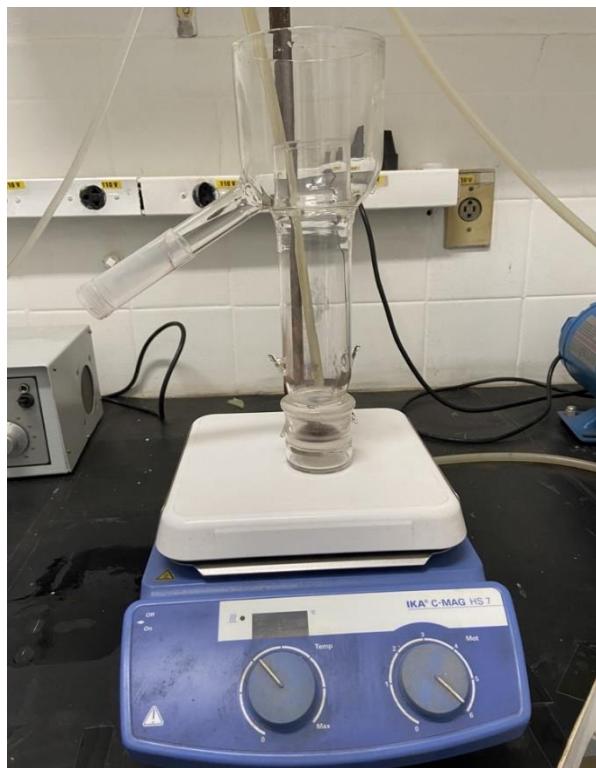


Figura 11. Microflotação em *Patridge-Smith*.

Tabela 9 – Condições e parâmetros utilizados nos testes na célula Patridge-Smith.

Condições e parâmetros	
pH	2-12
Concentração do eletrólito (NaCl)	0,1 mol/L
Concentração do coletor Flotinor™ 5530	5-50 mg/L
Concentração do Miristoil Putrescina	5-100 mg/L
Concentração do depressor Amido de milho	5-100 mg/L
Tempo de condicionamento (coletores e depressor)	3 min
Tempo de flotação	3 min
Velocidade	200 rpm
Vazão de ar	166 mL/min

Após os ensaios de microflotação com hematita (60%) e quartzo (40%), foi determinada a quantidade de ferro total por volumetria. Amostras de 0,25 g foram submetidas a digestão com ácido clorídrico, cloreto estanoso, e aquecidas a 80 °C para redução de Fe^{3+} para Fe^{2+} . Após essa etapa foi adicionado cloreto estanhoso para reduzir por completo o Fe^{3+} . Na sequência, adicionou-se cloreto de mercúrio para

eliminar o excesso de cloreto estanhoso, finalmente foi adicionado uma solução sulfofosfórica e indicador, e realizou-se a titulação com dicromato de potássio. O procedimento detalhado está em anexo. O teor de ferro foi calculado conforme a equação 9.

$$(\%)Fe_{total} = \left(\frac{VolumeK_2Cr_2O_7 * 0,1 * 0,055845 * 100}{Massa da amostra} \right) \quad (10)$$

Após os testes de microflotação, foram realizadas análises químicas para determinar os teores de ferro, com o resultado foi calculado o teor de hematita, utilizando a equação 11. Com esse resultado foi determinado o teor de quartzo (equação 12), visto que no sistema mineral contém apenas quartzo e hematita.

$$Fe_2O_3(\%) = (\%)Fe_{total} * \frac{100}{70} \quad (11)$$

$$SiO_2(\%) = 100 - Fe_2O_3(\%) \quad (12)$$

Conhecendo o percentual de quartzo presente na amostra, pode-se calcular a recuperação metalúrgica (equação 13) em função do quartzo.

$$R. Metalúrgica (\%) = \frac{M_F * SiO_2(\%)_F}{M_T * SiO_2(\%)_A} * 100 \quad (13)$$

Onde:

M_F é a massa do material flotado, $SiO_2(\%)_F$ é o percentual de quartzo presente no flotado, M_T é a massa total e $SiO_2(\%)_A$ é o percentual de quartzo presente na alimentação.

6.

Resultados e discussões

6.1.

Caracterização mineralógica

A Figura 12 apresenta os resultados obtidos por difração de raios X (DRX) do quartzo. A análise identificou apenas quartzo como a fase mineralógica predominante. O refinamento dos dados pelo método de Rietveld mostrou picos bem definidos para quartzo, indicando cerca de 99% de SiO₂. Portanto, pode-se considerar a amostra mineral utilizada neste estudo como pura. A pureza da amostra de quartzo é crucial para garantir a precisão dos resultados experimentais, especialmente nas análises que envolvem a interação de reagentes específicos com a superfície mineral. A alta pureza do quartzo minimiza a interferência de impurezas que poderiam afetar a adsorção dos coletores e a subsequente interpretação dos dados. Com uma amostra predominantemente composta por SiO₂, os resultados obtidos fornecem uma base confiável para avaliar a eficácia dos coletores estudados, como o Flotinor™ 5530 e o Miristoil Putrescina, na flotação catiônica reversa.

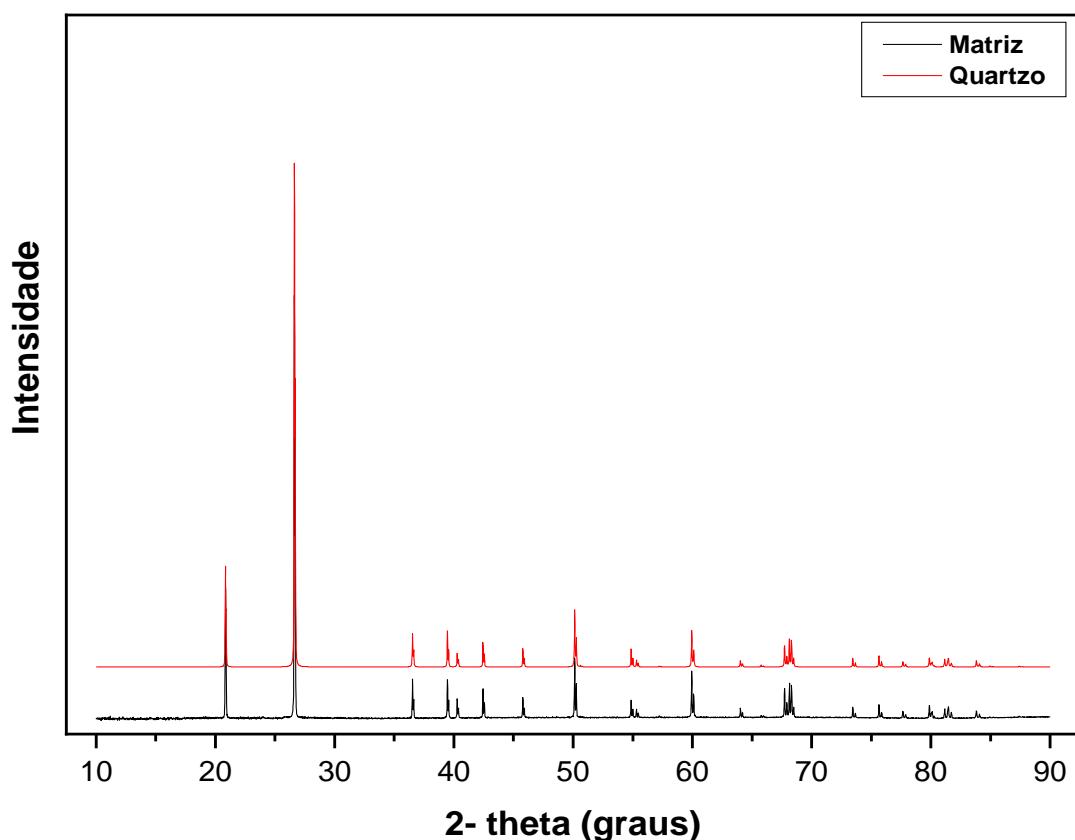


Figura 12. Difratograma de raios-x da amostra do quartzo.

A Figura 13 apresenta os resultados obtidos por difração de raios X (DRX) da hematita. A análise identificou a hematita como a fase mineralógica predominante. Através do refinamento de Rietveld, a amostra mostrou uma composição de 95,74% de hematita (Fe_2O_3), 2,21% de magnetita (Fe_3O_4) e 2,05% de goetita (FeO(OH)). É possível notar que a amostra contém apenas minerais portadores de ferro, que geralmente estão associados à hematita em minérios de ferro de origem itabirítica (Ortiz, 2014; Ferreira, 2013).

Essa composição mineral é relevante para os estudos de flotação, pois a presença de magnetita e goetita, embora em menores quantidades, pode influenciar a eficiência do processo de separação. A alta pureza da hematita na amostra, aliada à presença de minerais complementares comuns em depósitos de ferro itabiríticos, reflete uma amostra representativa e relevante para a avaliação da eficácia dos coletores Flotinor™ 5530 e Miristoil Putrescina. A caracterização detalhada por DRX e o refinamento de Rietveld fornecem uma base sólida para interpretar os resultados experimentais e otimizar as condições de flotação para a separação eficiente desses minerais.

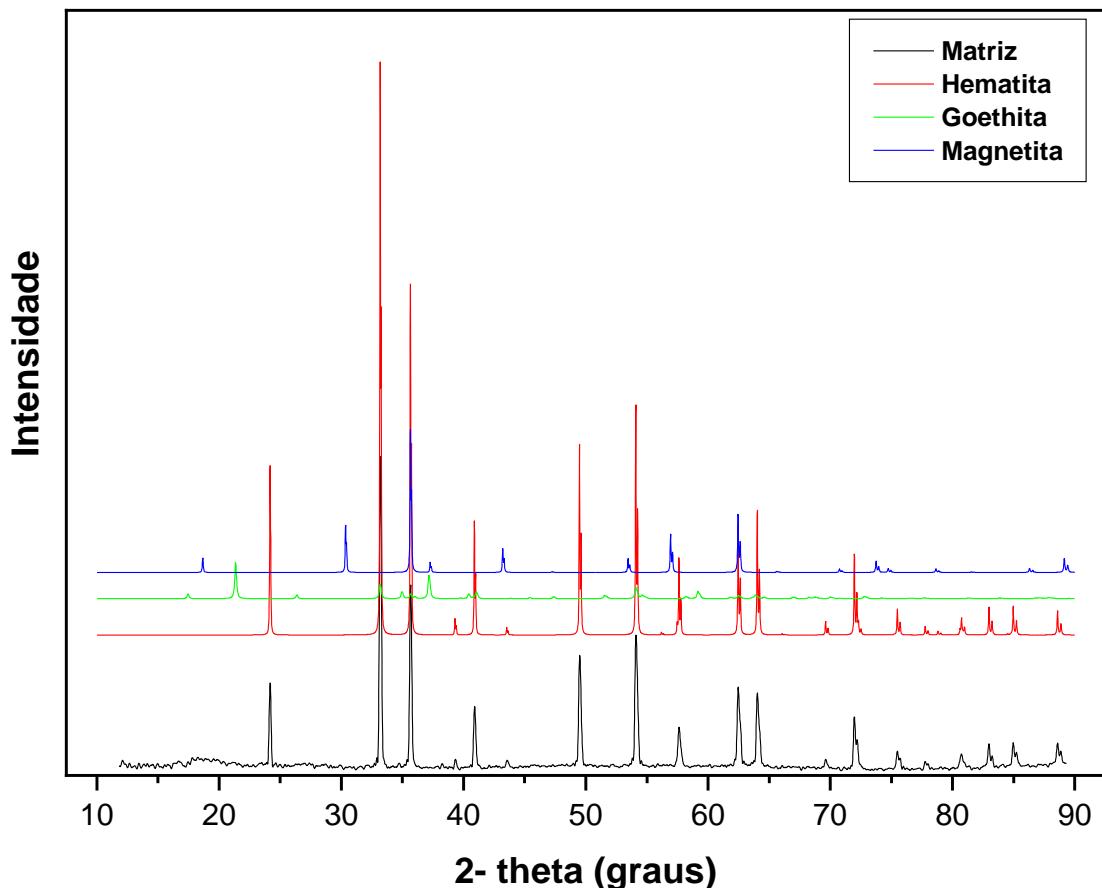


Figura 13. Difratograma de raios-x da amostra da hematita.

6.2.

Espectroscopia de Infravermelho – FTIR

6.2.1.

FTIR - FlotinorTM 5530

O FlotinorTM 5530 é um surfactante composto por grupos amina e amida que podem ser observados na Figura 14, que apresenta o espectro obtido no infravermelho do coletor FlotinorTM 5530. Os grupos funcionais identificados estão de acordo com os espectros de FlotinorTM 5530 encontrados na literatura. A banda em 723 cm⁻¹ está relacionada às deformações angulares NH fora do plano de amidas secundárias, que geralmente estão entre 820-620 cm⁻¹ (Rocha, 2021). A banda em 1042 cm⁻¹ pode ser atribuída à deformação axial da ligação C-N, característica de aminas no intervalo 1020-1250 cm⁻¹. A banda em 1264 cm⁻¹ está associada com as vibrações de estiramento da ligação C-C, geralmente entre 1200 e 800 cm⁻¹ (Silverstein, 2012). A banda em 1377 cm⁻¹ corresponde às deformações angulares da ligação C-H (Rocha, 2021). Já a banda em 1462 cm⁻¹ pode ser relacionada às vibrações de torção e balanço dos grupos CH₂ (Kemp, 1991). A banda em 1550 cm⁻¹ está atribuída às flexões tesoura da ligação N-H da amina (Silva et al., 2021). Já a banda em 1640 cm⁻¹ está associada à ligação C=O (Pretorius, 2024), proveniente da amida presente na composição química do coletor. A banda em 2814 cm⁻¹ está associada à ligação N-C-H presente em aminas, geralmente entre 2810-2820 cm⁻¹ (Rocha, 2021). A banda em 2850 cm⁻¹ e 2914 cm⁻¹ estão relacionadas com as vibrações de estiramento das ligações C-H nas cadeias hidrocarbonílicas (Saha et al., 2016). Já as bandas 3084 cm⁻¹ e 3305 cm⁻¹ são picos característicos de aminas, correspondendo à vibração de estiramento da ligação NH₂ das aminas presente na cabeça polar do FlotinorTM 5530. Rocha (2021) relatou que o grupo amina presente na amida-amina trata-se de uma amida substituída em N ou amida secundária (RCONHR').

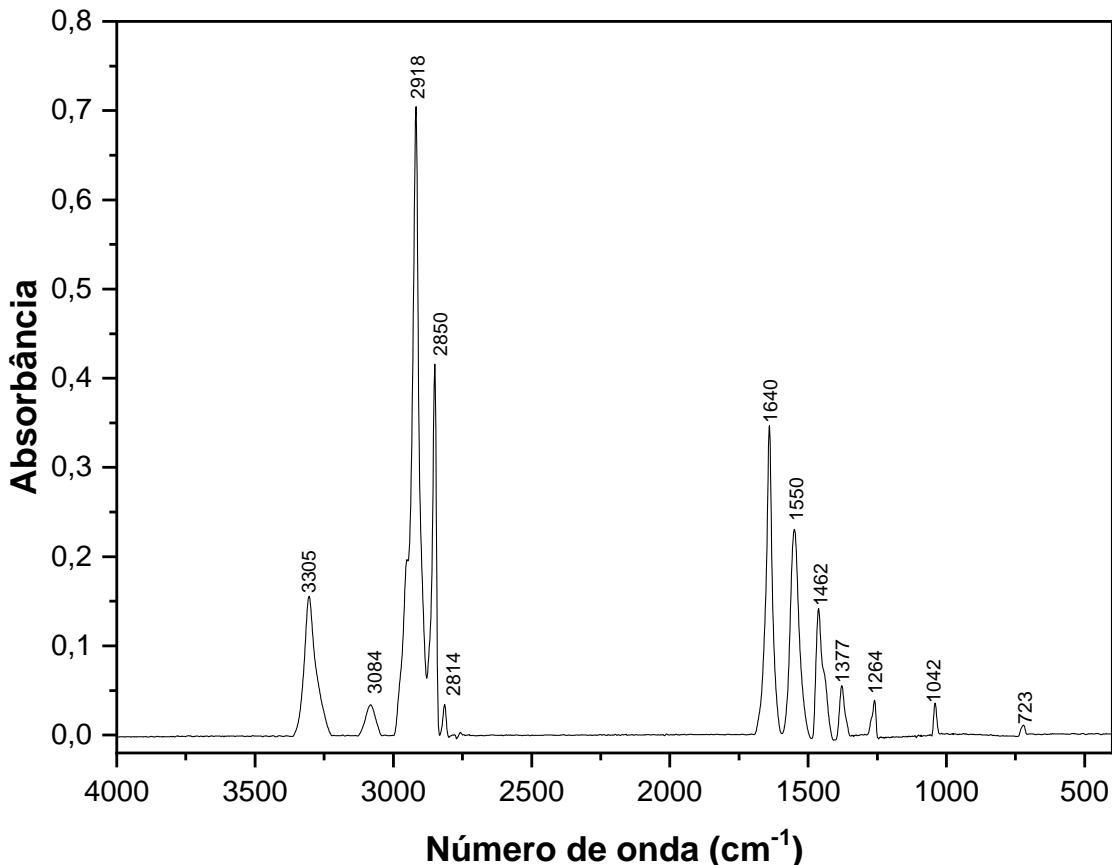


Figura 14. Espectro FTIR do coletor Flotinor™ 5530.

6.2.2.

FTIR – Miristoil Putrescina

O Miristoil Putrescina é um biosurfactante composto por grupos amina e que podem ser observados na Figura 15 apresenta o espectro obtido no infravermelho do coletor Miristoil Putrescina. Os grupos funcionais identificados estão de acordo com as Putrescinas reportadas na literatura. A banda em 687 cm^{-1} está relacionada com as vibrações de balanço do CH_2 . As bandas entre 1200 e 800 cm^{-1} estão relacionadas com as vibrações de estiramento da ligação C-C (Silverstein, 2012), provenientes das ligações da cadeia carbônica de 14 carbonos do Miristoil, presentes na composição química do coletor. A banda em 1473 cm^{-1} está relacionada a vibrações de torção e balanço de grupos CH_2 (Kemp, 1991). De acordo com Saha et al. (2016), a banda forte em 1537 cm^{-1} está relacionada às flexões tesoura N-H da putrescina. Já a alta intensidade em 1638 cm^{-1} é atribuída à ligação C=O (Pretorius, 2024) presente na molécula da Putrescina. As altas intensidades em 2850 e 2917 cm^{-1} podem corresponder às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico dos grupos CH_2 (Panahirad, 2023). De acordo com Pretorius (2024), a banda de absorção em 3300 cm^{-1}

¹ é um pico característico do estiramento NH₂ das aminas presente na cabeça polar do Miristoil Putrescina.

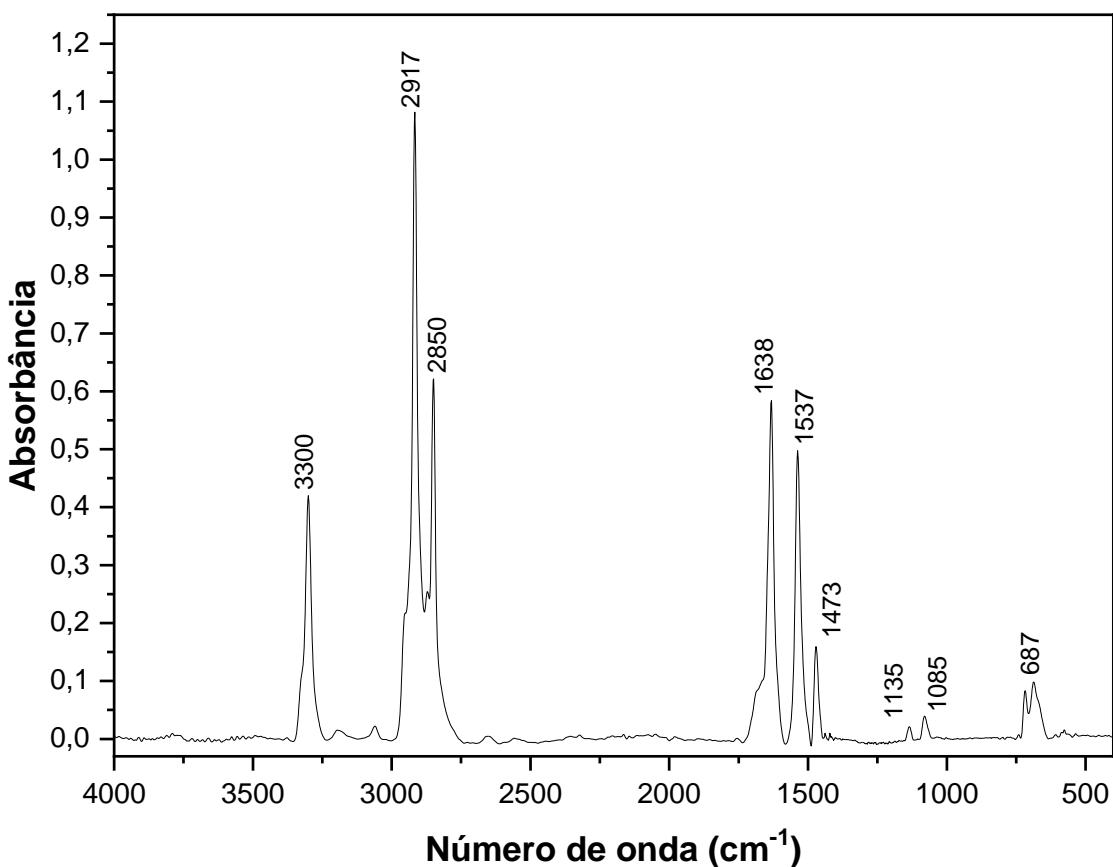


Figura 15. Espectro de FTIR do coletor Miristoil Putrescina.

6.2.3.

FTIR - Hematita

A Figura 16 apresenta o espectro obtido no infravermelho do mineral hematita. A banda de adsorção 548 e 455 cm⁻¹ podem ser atribuídas as vibrações da ligação Fe-O típicos da hematita. Na literatura são reportados alguns estudos relacionados aos picos da hematita. Segundo Hao et al. (2019) os picos 548 e 465 cm⁻¹ são picos típicos da hematita. Lu et al. (2012) relataram que os picos em 544 e 467 cm⁻¹ representam a vibração do estiramento da ligação Fe-O e a vibração de Fe-OH respectivamente. Prakash et al. (1999) relatou que bandas entre 450 e 470 cm⁻¹ estão relacionadas as ligações de Fe-O relacionado com a hematita.

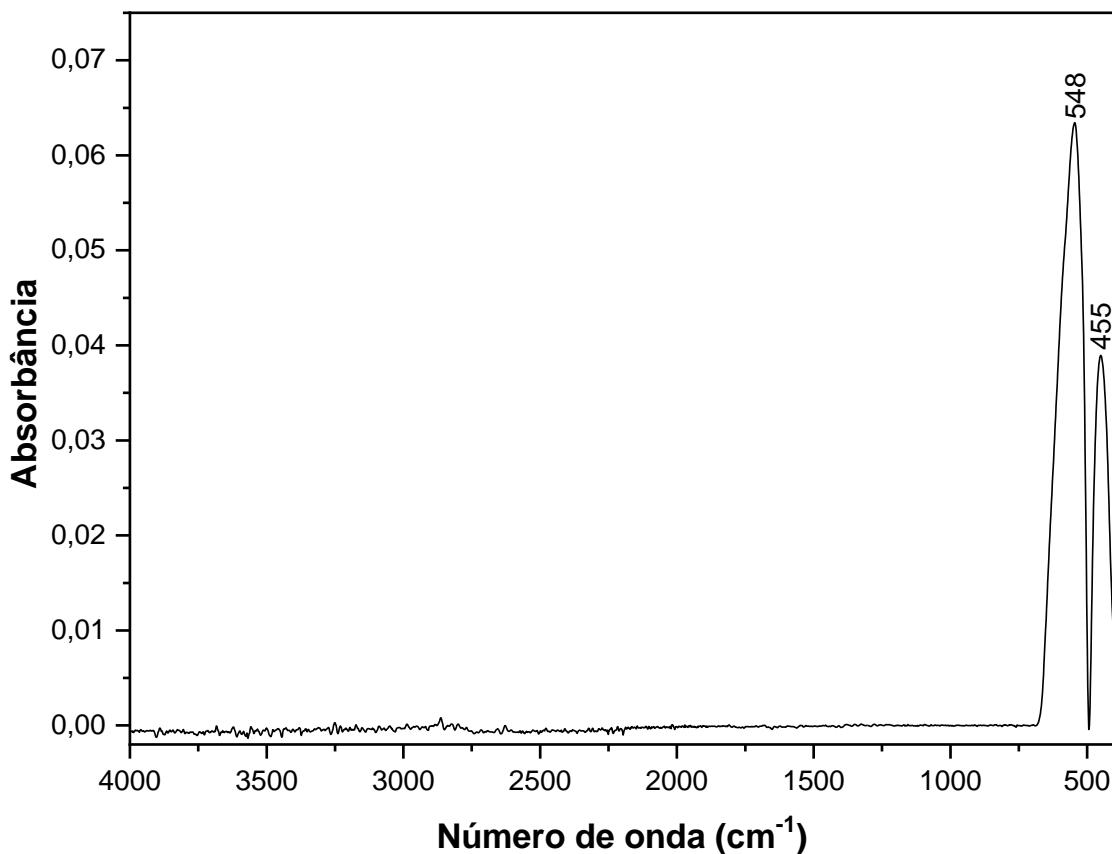


Figura 16. Espectro de FTIR do mineral Hematita.

6.2.4.

FTIR - Quartzo

A Figura 17 apresenta o espectro obtido no infravermelho do mineral quartzo, as bandas obtidas são de quartzo reportados na literatura. Segundo Liang et al. (2023) as bandas características do quartzo variam entre 400 e 1200 cm^{-1} , onde o 455 cm^{-1} corresponde a vibração de flexão assimétrica Si-O-Si. A banda 692 cm^{-1} corresponde a vibração simétrica de Si-O. O 778 cm^{-1} corresponde a vibração simétrica de estiramento simétrico de Si-O e o pico de 1056 cm^{-1} está relacionado a vibração de estiramento assimétrico de Si-O. Hernández Simón et al. (2020) esses picos estão relacionados aos modos de balanço Si-O-Si (R) em 458 cm^{-1} , em 812 cm^{-1} indicando uma flexão Si-O-Si (B) e um alongamento Si-O-Si (S) em 1082 cm^{-1} .

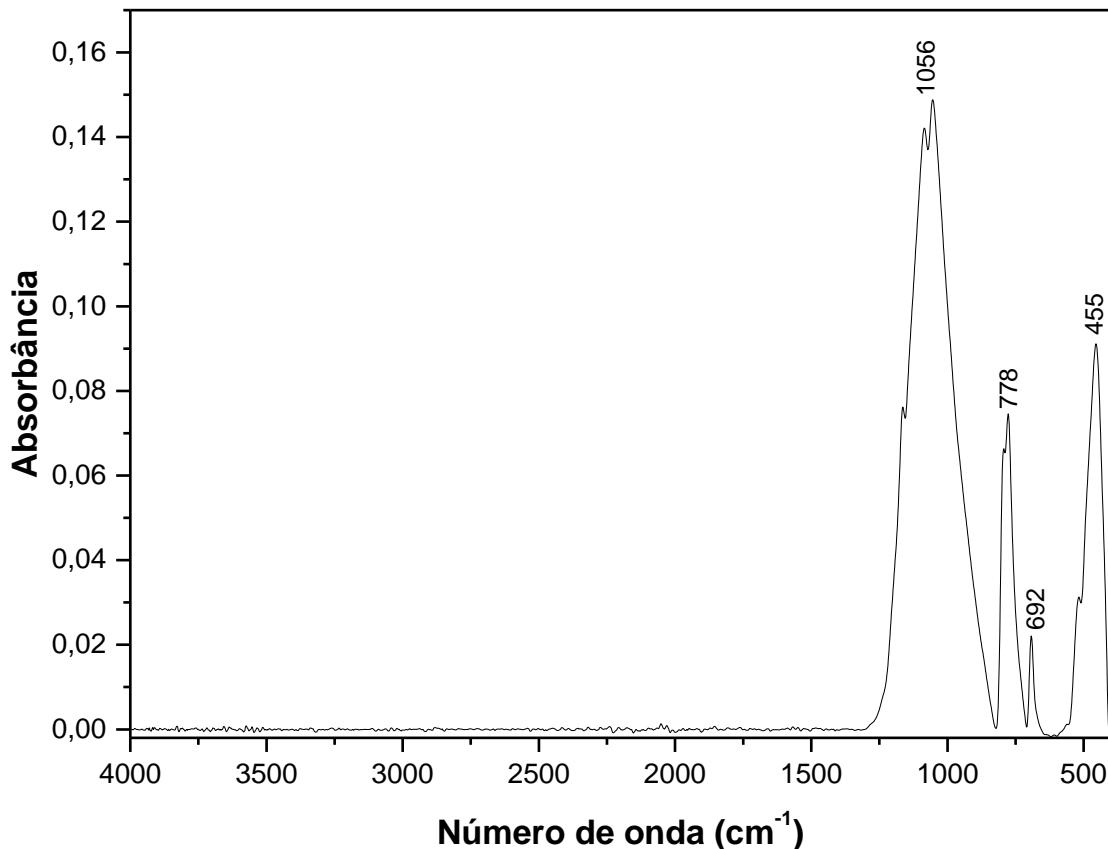


Figura 17. Espectro de FTIR do mineral quartzo.

6.2.5.

FTIR- Interação Flotinor™ 5530 com o Quartzo e Hematita

A Figura 18 apresenta o espectro obtido no infravermelho antes e após a interação entre o coletor Flotinor™ 5530 e o mineral hematita. As bandas fortes de adsorção 548 e 455 cm⁻¹ podem ser atribuídas as vibrações da ligação Fe-O característico da fase da hematita (Hao et al., 2019; Lu et al., 2012). Uma banda é verificada em 1529 cm⁻¹ que pode estar relacionado a a flexões de NH 1570-1515 cm⁻¹ (Saha et al., 2016). As bandas em 2852 e 2921 cm⁻¹ estão associadas as ligações de hidrocarbonetos (-CH₂, -CH₃) da amido-amina (Silva et al., 2021). As bandas 1529, 2852 e 2921 cm⁻¹ são bandas do coletor Flotinor™ 5530 o que indica que há adsorção do coletor na superfície da hematita. Na literatura são encontrados resultados relacionados para a interação da hematita com o coletores amido-amina. Silva et al. (2021) relataram que após a interação da hematita com amido-amina novas bandas de adsorção entre 2923 e 2852 cm⁻¹ surgiram e estão relacionadas aos estiramentos -CH₃ e -CH₂ da amido-amina. Bicalho (2019) estudou o uso do Flotinor™ 5530 na flotação de minério de ferro

dolomítico e verificou que as bandas em 2921 e 2852 cm^{-1} são devidos a cadeia hidrocarbonêica e correspondem ao coletor FlotinorTM 5530.

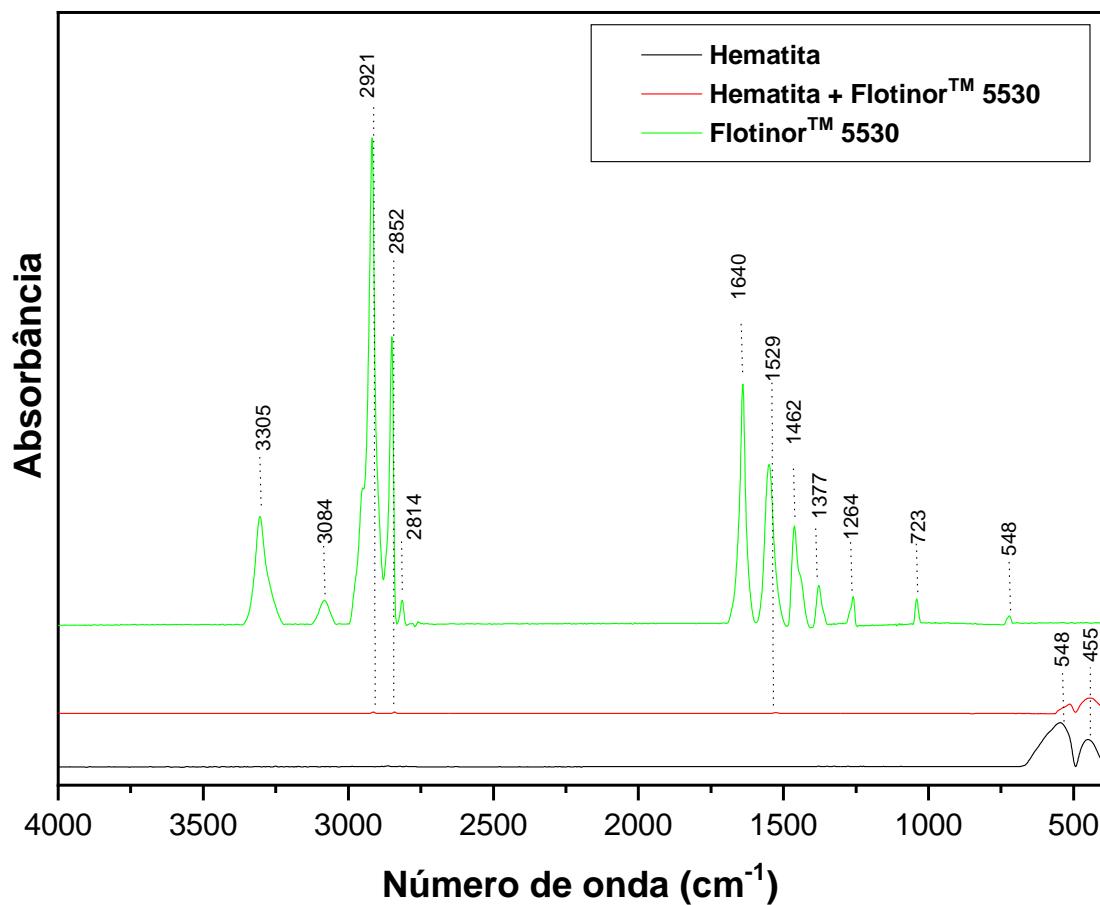


Figura 18. Espectro FTIR da hematita antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530.

A Figura 19 apresenta o espectro obtido no infravermelho antes e após a interação entre o coletor FlotinorTM 5530 e o mineral quartzo. O espectro obtido apresentou bandas de adsorção entre 455 e 1056 cm^{-1} que representam bandas característicos do quartzo (Liang et al., 2023; Hernández Simón et al., 2020). Uma banda pode ser verificada em 1473 cm^{-1} , essa banda pode estar associada a um deslocamento associado a vibração angular do CH_2 , normalmente encontrado em amida-aminas (Coates, 2000). A banda 1533 cm^{-1} que pode estar relacionado a a flexões de NH 1570-1515 cm^{-1} (Saha et al., 2016). As bandas observadas em 2950 e 2919 cm^{-1} podem ser associadas a vibrações da ligação C-H dos alcanos em cadeias de hidrocarbonetos da amida-amina (Silva et al., 2021). Esses resultados sugerem que há adsorção do FlotinorTM 5530 na superfície do quartzo. Resultados encontrados na literatura estão de acordo com os obtidos no estudo. Silva et al. (2021) relataram que após a interação do quartzo com amido-amina novas bandas de adsorção entre 2923 e 2952 cm^{-1} surgiram e estão relacionadas aos estiramentos de -CH₃ e -CH₂ da amido-amina e a vibração 1466 cm^{-1} com a vibração e

alugamento das ligações N-C. Rocha et al. (2021) verificaram que essa adsorção pode estar relacionada a uma interação eletrostática entre o Flotinor e o quartzo.

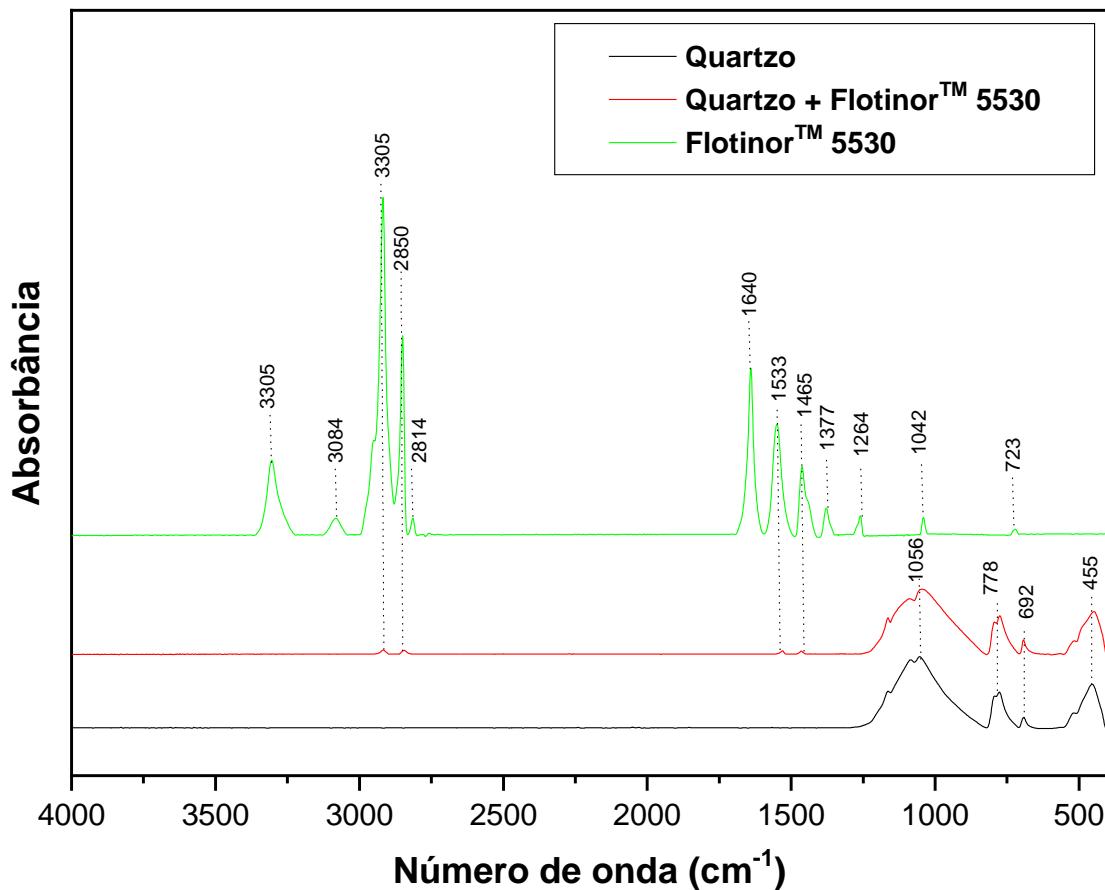


Figura 19. Espectro FTIR do quartzo antes e após a interação com o coletor Flotinor™ 5530.

Os espectros dos minerais quartzo e hematita após a interação com o coletor Flotinor™ 5530 apresentam picos característicos do coletor. No entanto, é possível notar picos mais evidentes no espectro do quartzo após a interação, o que sugere que o Flotinor™ 5530 pode ser seletivo para a superfície do quartzo. Este estudo está de acordo com as conclusões de Rocha et al. (2021) e Silva et al. (2021), que verificaram maior seletividade pela superfície do quartzo ao utilizar um coletor amida-amina.

6.2.6.

FTIR- Interação Miristoil Putrescina com o Quartzo e Hematita

A Figura 20 apresenta o espectro obtido no infravermelho antes e após a interação entre o coletor Miristoil Putrescina e o mineral hematita. As bandas de adsorção 548 e 455 cm⁻¹ podem ser atribuídas as vibrações da ligação Fe-O e típico da fase da hematita (Hao et al., 2019; Lu et al., 2012). Após a interação é possível verificar bandas

características do coletor Miristoil Putrescina. A banda de adsorção em 1473 cm^{-1} está associada a vibrações do grupo CH_2 (Coates, 2000). Já a banda de adsorção de 1537 cm^{-1} está relacionada aos -NH presentes na Miristoil Putrescina (Saha et al., 2016). A banda de adsorção próximo a 1638 cm^{-1} está relacionada com a ligação C=O dos grupos funcionais de ácido carboxílico, presente no coletor Miristoil Putrescina (Pretorius, 2024). As bandas presentes após a interação em 2850 e 2917 cm^{-1} estão associadas as vibrações de estiramento assimétricos e simétricos dos grupos CH_2 (Saha et al., 2016). Já o pico em 3300 cm^{-1} é um pico característico de estiramento de NH₂ das aminas presente na Miristoil Putrescina (Pretorius, 2024). O espectro obtido após a interação entre o coletor Miristoil Putrescina e o mineral hematita indica que houve adsorção do coletor na superfície mineral, devido aos picos 3300 , 2917 , 2850 e 1638 , 1537 e 1473 cm^{-1} que são picos característicos encontrados da molécula do Miristoil Putrescina, entretanto não há estudos na literatura que possam corroborar essa afirmação.

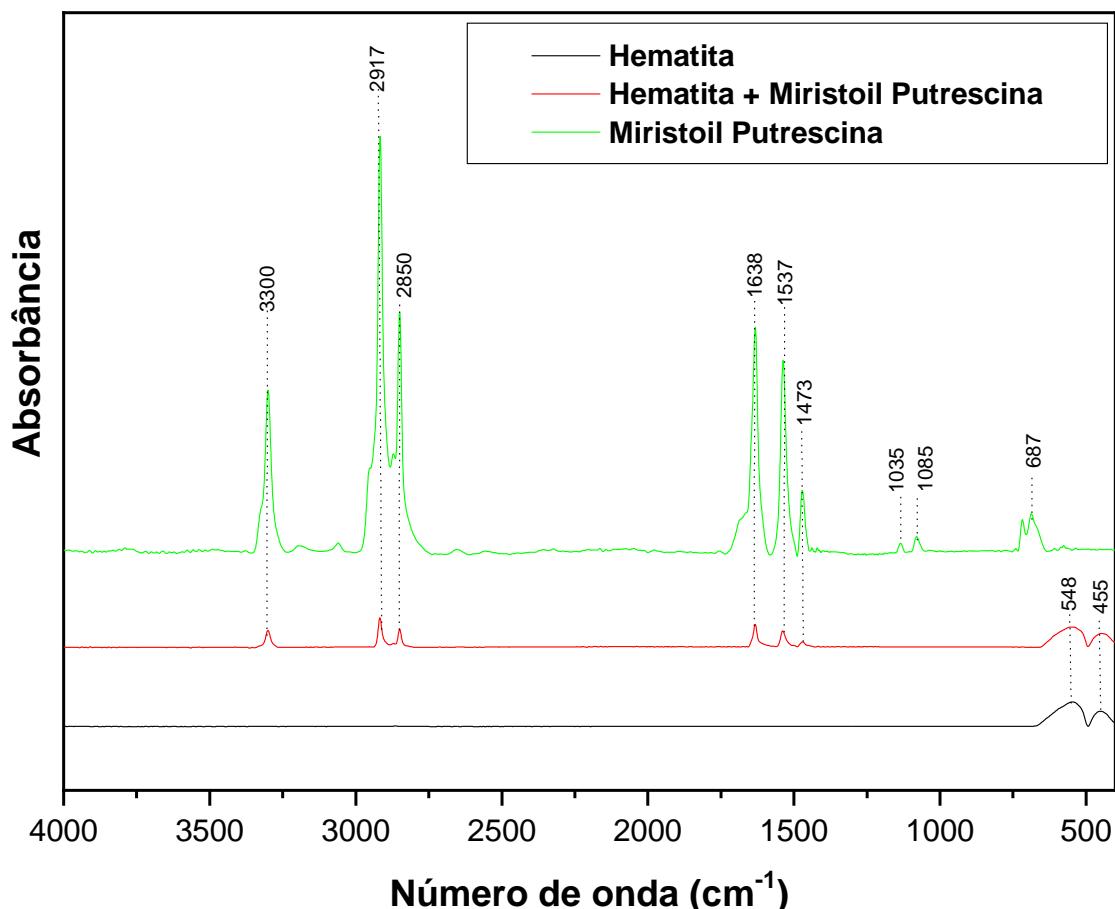


Figura 20. Espectro FTIR da hematita antes e após a interação com o Miristoil Putrescina.

A Figura 21 apresenta o espectro obtido no infravermelho antes e após a interação entre o coletor Miristoil Putrescina e o mineral quartzo. O espectro obtido apresentou bandas de adsorção entre 455 e 1056 cm⁻¹ que representam picos característicos do quartzo (Liang et al., 2023; Hernández Simón et al., 2020). Após a interação, verifica-se bandas de adsorção específicos do coletor Miristoil Putrescina. A banda de adsorção em 1085 e 1135 cm⁻¹ estão relacionadas com as vibrações de estiramento da ligação C-C (Silverstein, 2012). Já a banda em 1473 cm⁻¹ é relacionada as vibrações do grupo CH₂ (Coates, 2000). Já a banda de adsorção em 1537 cm⁻¹ está associada aos -NH presentes no Miristoil Putrescina (Saha et al., 2016). A banda de adsorção próxima a 1638 cm⁻¹ está ligada à ligação C=O dos grupos funcionais de ácido carboxílico, presente no coletor Miristoil Putrescina (Pretorius, 2024). As bandas intensas presentes após a interação em 2850 e 2917 cm⁻¹ estão relacionadas às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico dos grupos CH₂ (Saha et al., 2016). O pico em 3300 cm⁻¹ é característico do estiramento de NH₂ das aminas presentes no Miristoil Putrescina (Pretorius, 2024). O espectro obtido após a interação entre o coletor Miristoil Putrescina e o mineral quartzo sugere a possibilidade de adsorção do coletor na superfície mineral, contudo, ainda não há estudos que confirmem isso na literatura, destacando a relevância do presente estudo para a contribuição acadêmica de um potencial coletor para a flotação.

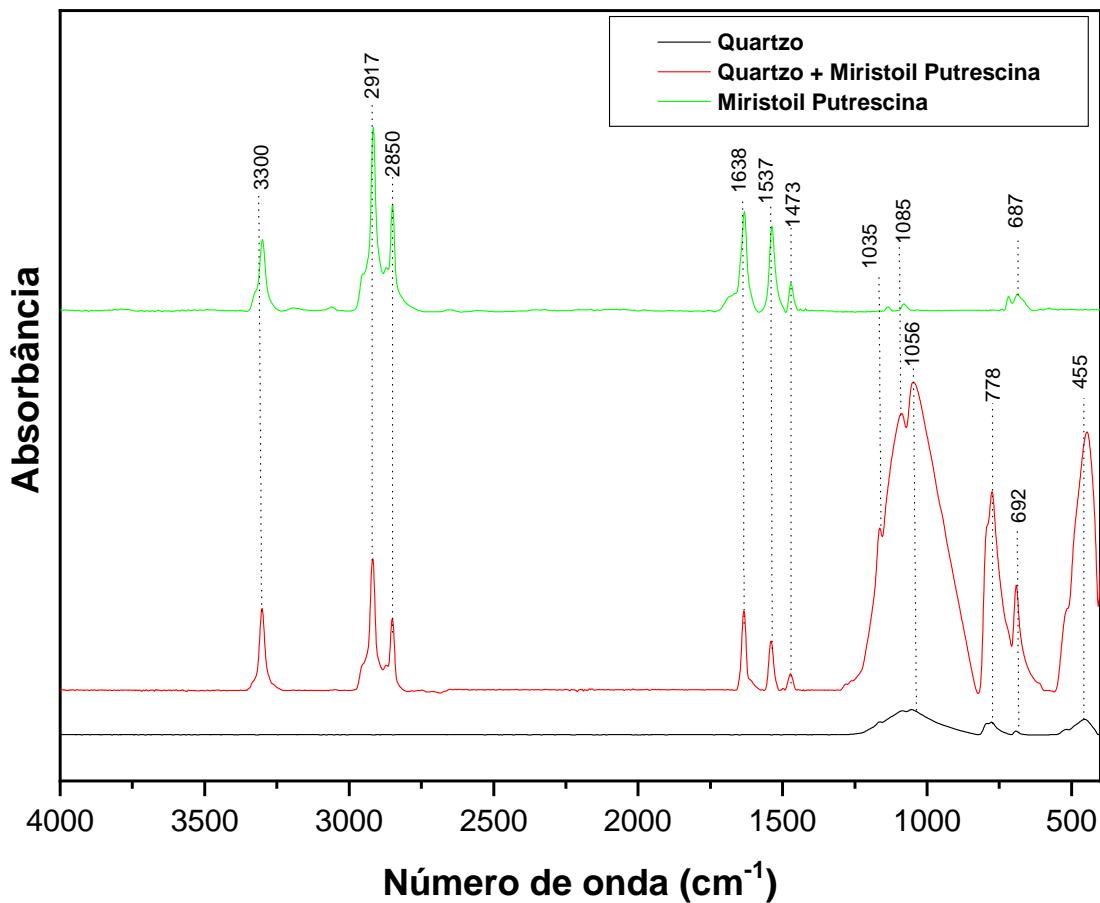


Figura 21. Espectro FTIR do quartzo antes e após a interação com o Miristoil Putrescina.

Os espectros dos minerais quartzo e hematita após a interação com o coletor Miristoil Putrescina apresentam picos característicos do coletor. No entanto, observa-se que a interação entre o quartzo e o coletores exibiu picos mais intensos e evidentes em comparação com a interação com a hematita. Esses resultados sugerem uma possível interação entre a Miristoil Putrescina e o quartzo. Além disso, o Flotinor™ 5530 apresentou picos mais sutis, enquanto a Miristoil Putrescina exibiu picos de adsorção mais evidentes. Nenhum dos coletores apresentou deslocamento de picos, indicando que não há quimiossorção.

6.3.

Medidas de tensão superficial

6.3.1.

Flotinor™ 5530

A Figura 22 apresenta a influência do pH da solução na tensão superficial utilizando 30mg/L do Flotinor™ 5530. O perfil mostra que o aumento do pH diminuiu a

tensão superficial. Em pH 2 a tensão superficial foi de 38,47 mN/m. Já em pH 6 foi de 32,77 mN/m. Em pH alcalino o FlotinorTM 5530 apresenta as menores tensões superficiais, com atingindo a menor tensão superficial em pH 11 de 28,43 mN/m. Esse fenômeno indica que no meio alcalino há maior possibilidade de ocorrer a adsorção no surfactante na interface líquido/gás, devido a redução da tensão superficial e com isso favorecendo a formação de espuma. Esse comportamento está em concordância com os estudos reportados na literatura, onde em pH alcalino é utilizado para a flotação catiônica reversa. Segundo Rocha (2021) esse fenômeno pode estar associado com o aumento da espécie molecular na solução, com o aumento do pH a hidrólise de RNH_3^+ para RNH_2 é promovida, eles também encontraram pH 10,5 as menores tensões superficiais. Castro et al. (1986) concluíram que a amina molecular possui maior atividade na interface gás/líquido do que os íons amina, levando a maior diminuição na tensão superficial.

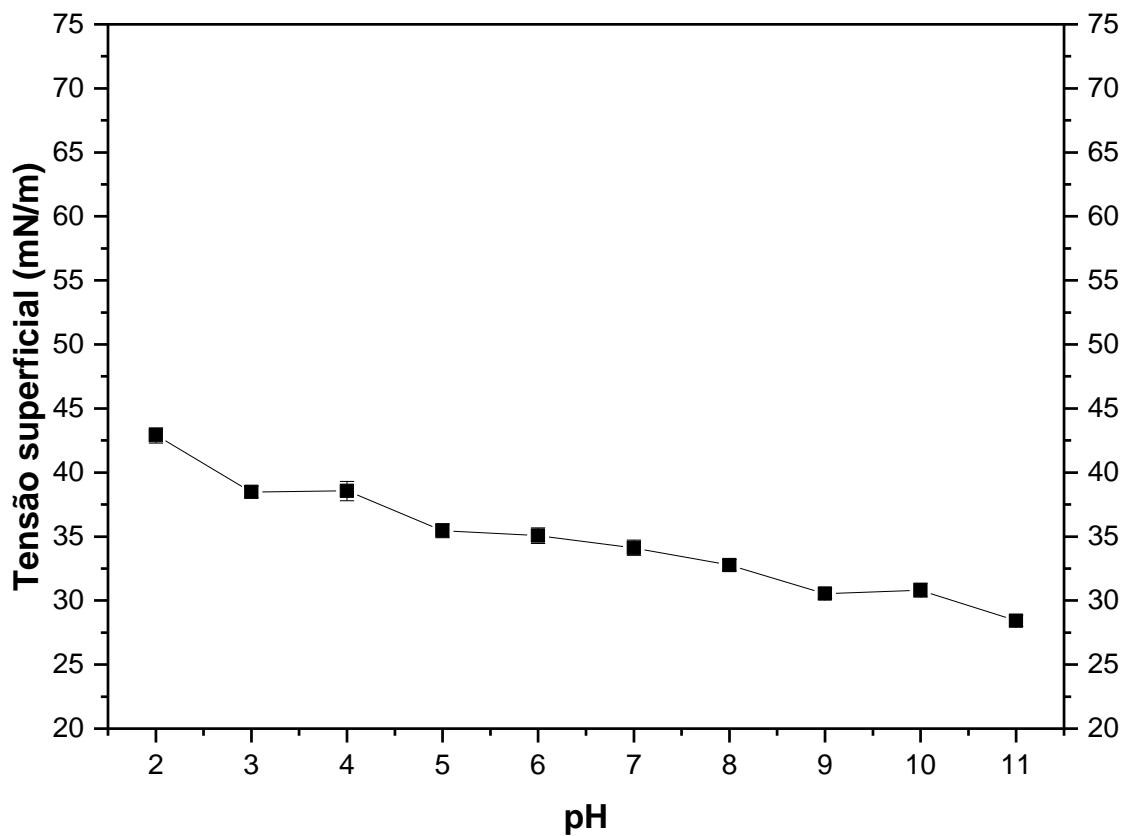


Figura 22. Efeito do pH da solução na tensão superficial. Concentração do FlotinorTM 5530: 30mg/L.

A Figura 23 apresenta o efeito da concentração do coletor FlotinorTM 5530 na tensão superficial. O perfil de concentração mostra que a tensão superficial da água diminui com o aumento da concentração. Com a adição de 30mg/L do FlotinorTM 5530

a tensão superficial da água foi de 70 para aproximadamente 30 mN/m a partir 30mg/L a tensão superficial se manteve constante, o que indica que a concentração micilar crítica (CMC) foi atingida. Dessa forma, a tensão superficial reduz quando aumentamos a concentração do Flotinor™ 5530 até atingir a CMC. A CMC menor da amida-amina em relação aos reagentes convencionais está associada ao comprimento da cadeia hidrocarboníca (Castro et al. 1986). Segundo Rocha et al. (2021) relataram que a alta atividade na interface líquido/gás e a menor CMC de coletores amida-amina, em comparação a outros reagentes convencionais, é promissor para a flotação, devido a necessidade de usar menores concentrações de coletores. Segundo Monteiro et al. (2022) em pH alcalino a concentração necessária de amida-amina para atingir a CMC foi de cerca de 80mg/L, atingindo a tensão superficial de cerca de 30 mN/m, sugerindo que o coletor amida-amina foi mais eficiente que reagentes convencionais por exigir uma menor quantidade de reagente para atingir uma maior atividade na interface líquido-gás devido ao segundo grupamento polar.

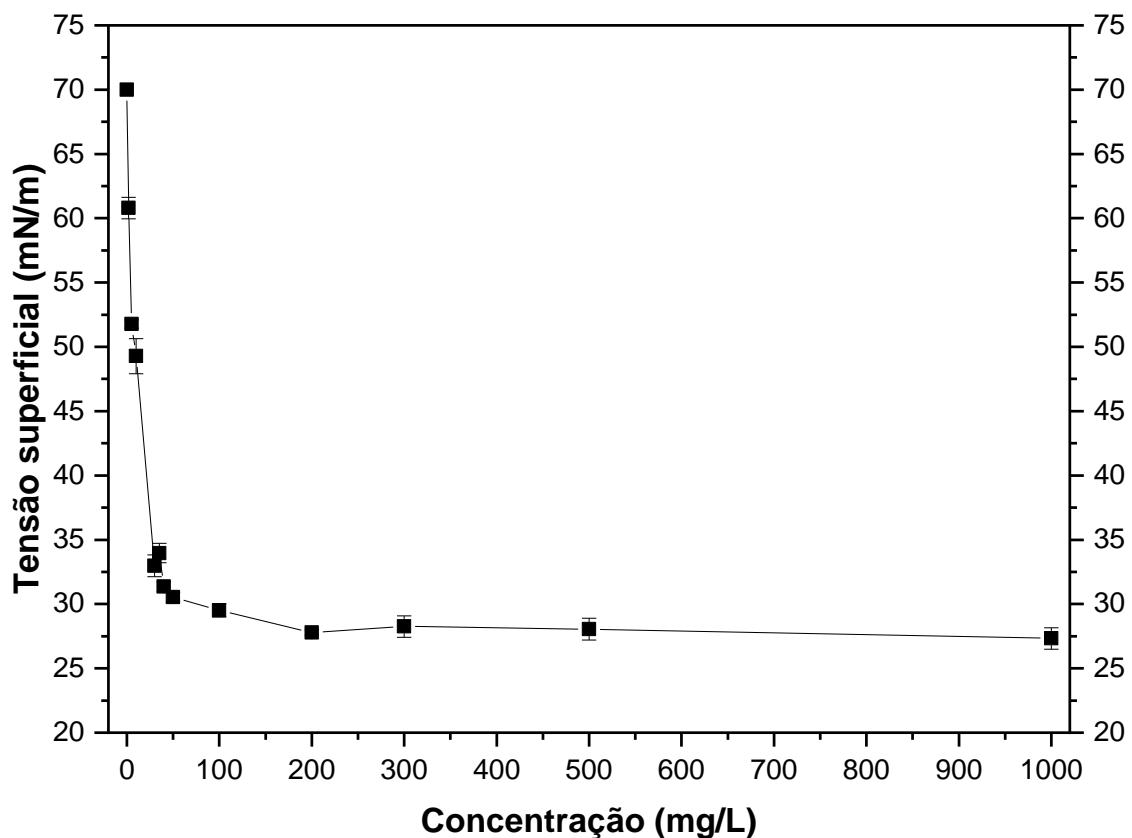


Figura 23. Efeito da concentração do Flotinor™ 5530 na tensão superficial. pH 11.

6.3.2. Miristoil Putrescina

A Figura 24 apresenta a influência do pH da solução na tensão superficial usando 40mg/L do Miristoil Putrescina. O perfil mostra que o aumento do pH não trouxe mudanças significativas. Em pH 2 a tensão superficial foi 46,13 mN/m. Já em pH 6 foi de 43,51 mN/m. Já em pH alcalino o Miristoil Putrescina, apresentou os melhores resultados, obtendo uma tensão superficial de 39,74 mN/m em pH 9. Nesse caso, há um indicativo que em meio alcalino há uma probabilidade maior de ocorrer adsorção na interface líquido-gás, favorecendo a formação de espuma e favorecendo a flotabilidade. O Miristoil Miristoil Putrescina apresenta resultados próximos ao coletor FlotinorTM 5530, apresentados anteriormente, onde em pH alcalino ambos apresentaram os melhores resultados. O que assim como o FlotinorTM 5530 pode estar relacionado a hidrólise de RNH_3^+ para RNH_2 proporcionado pelo aumento do pH da solução. Estudos relacionados ao efeito do pH na tensão superficial do coletor Miristoil Putrescina ainda são escassos na literatura. Segundo Araujo et al. (2005) a presença do grupo polar adicional $-\text{O}-(\text{CH}_2)_3$ promove a adsorção do coletor na interface líquido-gás, diminuindo a tensão superficial da interface e aumentando a elasticidade dos filmes finos ao redor das bolhas. Liu et al. (2020) observaram que a introdução de novos grupos funcionais na molécula de poliamina aumentou a atividade superficial do coletor e a adsorção seletiva na superfície mineral.

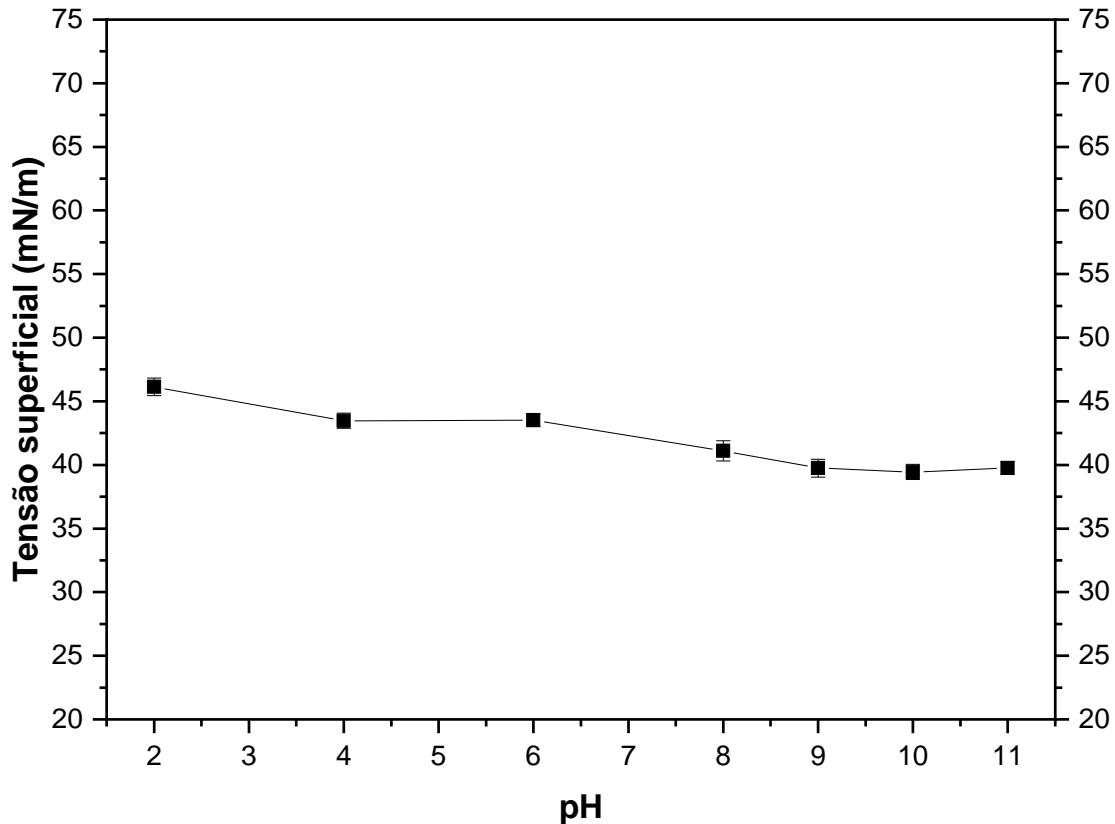


Figura 24. Efeito do pH da solução na tensão superficial. Concentração do Miristoil Putrescina: 40mg/L.

A Figura 25 a influência da concentração do coletor Miristoil Putrescina na tensão superficial no pH 11. O perfil de concentração mostra que a tensão superficial da água diminuiu com o aumento da concentração. Com 40mg/L de Miristoil Putrescina a tensão superficial da água foi de 70 para aproximadamente 40 mN/m, a partir desse ponto a tensão superficial se manteve constante, indicando que a concentração micilar crítica (CMC) foi atingida. Portanto, a tensão superficial do Miristoil Putrescina irá diminuir até atingir a CMC em cerca de 40mg/L.

Na literatura alguns estudos mostram que o Miristoil Putrescina é capaz de reduzir a tensão superficial em concentrações baixas. Patra et al. (2018) estudaram uma poliamina (Gemini) como surfactante na flotação reversa de caulinita, onde o surfactante consiste em duas aminas idênticas ligadas por uma longa cadeia alifática hidrofóbica. Sua característica distintiva inclui atividade superficial, baixa CMC e geometria molecular ajustável. Esses surfactantes são anfifílicos, possuindo uma cadeia hidrofóbica e dois grupos hidrofílicos por molécula. Comparados aos surfactantes monoméricos correspondentes, os surfactantes de amônio quaternário são muito mais eficientes na redução da tensão superficial da água. Liu et al. (2020) estudaram um novo

coletor de poliamina e notaram que os coletores poliamina possuem baixa concentração micelar critica e alta atividade superficial. Deng et al. (2017) estudaram um novo surfactante catiônico contendo duas aminas na composição química, o surfactante apresentou baixa tensão superficial, baixas concentrações micelares critica e excelente capacidade de espalhamento, tornando benéfico para a flotação. Esses estudos indicam que o Miristoil Putrescina tem potencial para ser utilizado como surfactante devido a suas capacidades de diminuir a tensão superficial em baixas concentrações, indicando que possui atividade na interface líquido-gás.

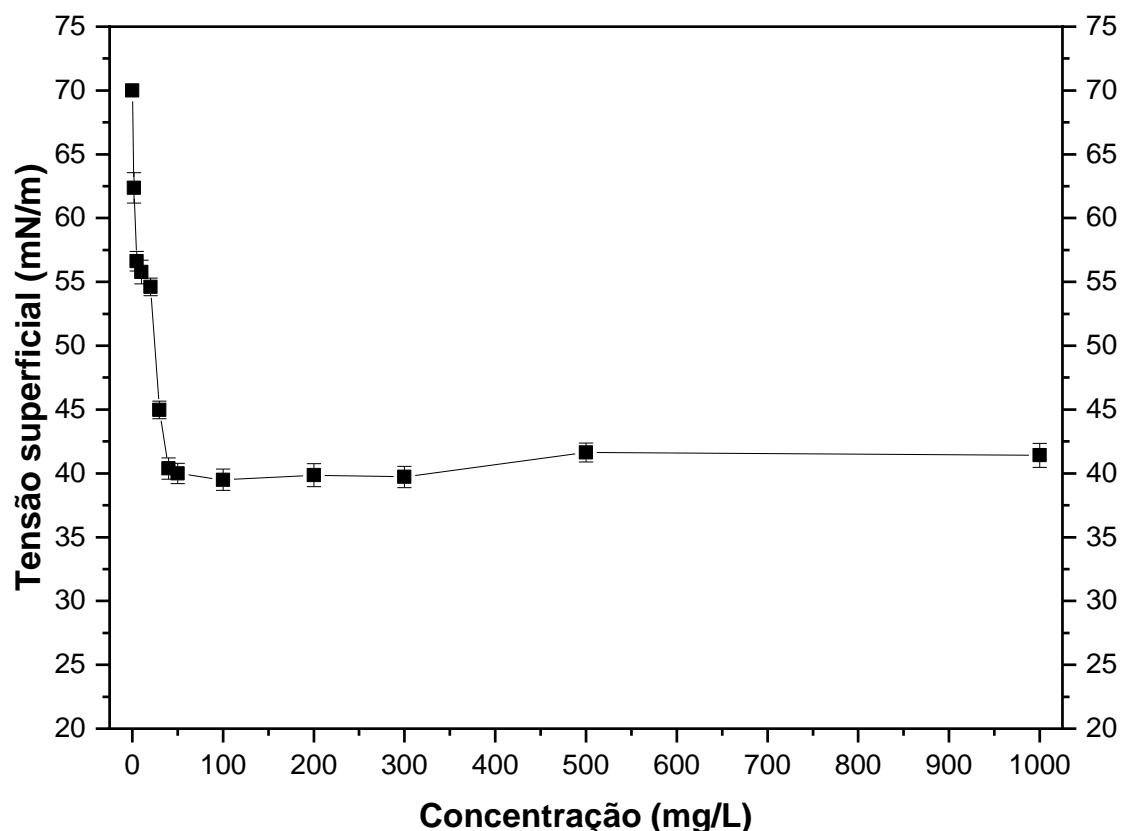


Figura 25. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na tensão superficial. pH 11.

Os resultados obtidos nos estudos de tensão superficial do coletor, Miristoil Putrescina mostram-se resultados promissores para a flotação, embora ainda não haja estudos relacionados a isso na literatura. O Miristoil Putrescina foi capaz de reduzir a tensão superficial em baixas concentrações e com pH alcalino.

6.4.

Medidas de Ângulo de contato

6.4.1.

Ângulo de contato com o coletor FlotinorTM 5530

A Figura 26 apresenta os resultados do efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530. As medições foram realizadas em uma faixa de pH entre 2 e 11, mantendo a concentração de 30 mg/L. Foi possível verificar que em pH ácido a hematita in natura apresentou seu maior ângulo de contato, atingindo 46º em pH 4. Com o aumento do pH o ângulo de contato diminui. De acordo com Miller (2016), a maioria dos óxidos minerais são hidrofílicos. Ele também verificou que a hematita perde hidrofobicidade em pH alcalino, e que esse fenômeno ocorre devido à hidroxilação da superfície da hematita. Também foi possível verificar um aumento do ângulo de contato da hematita após a interação com o coletor FlotinorTM 5530, indicando que pode ter acontecido a adsorção do coletor na superfície da hematita. Em pH 11, a hematita antes da interação teve um ângulo de contato de aproximadamente 44,07º, e após a interação o ângulo passou para 68,59º. Portanto, há um indicativo de que após a interação a hematita passou a ser mais hidrofóbica. Wu et al. (2023) estudaram a mudança do ângulo de contato da hematita antes e após a interação. Eles encontraram um ângulo de contato de 36,40º para 89,50º após a interação com um coletor a base de amina, aumentando consideravelmente a hidrofobicidade da hematita.

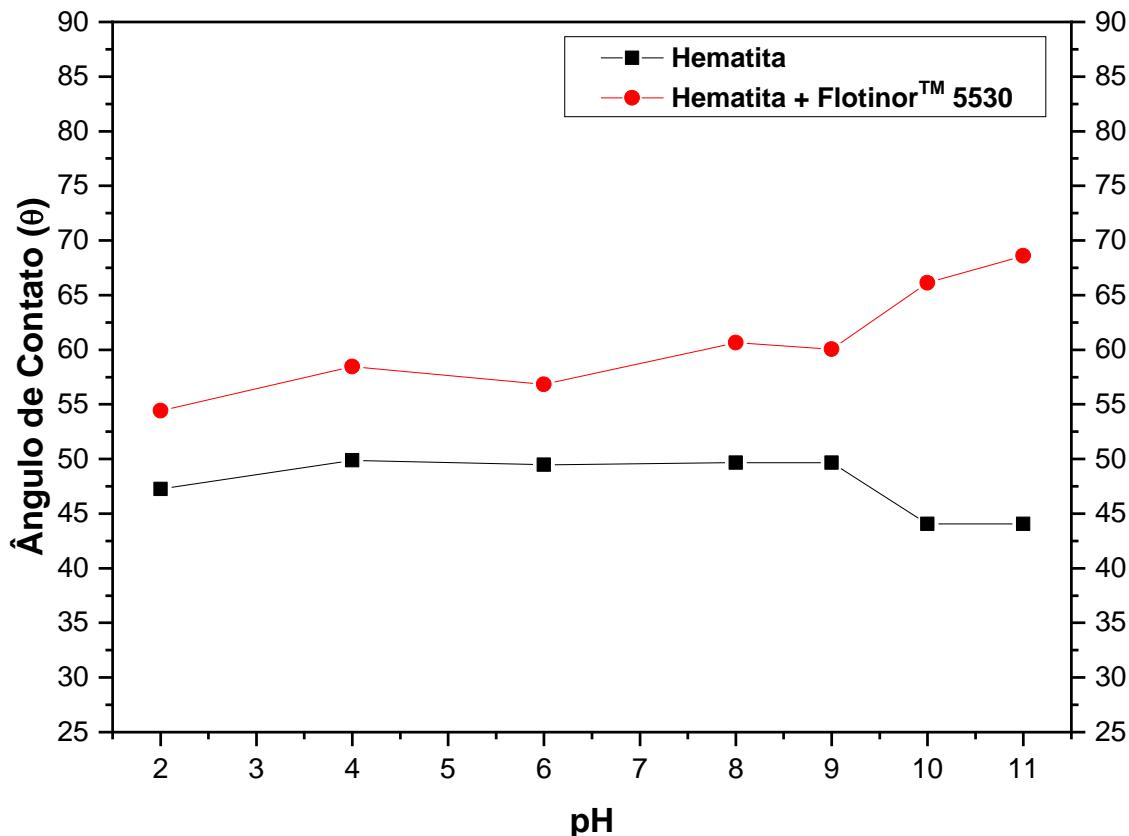


Figura 26. Efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor Flotinor™ 5530. Concentração 30mg/L.

Os resultados do efeito da concentração do coletor Flotinor™ 5530 no ângulo de contato da hematita são apresentados na Figura 27. As avaliações foram realizadas em pH 11, devido a ter encontrado o maior ângulo de contato em pH 11, e em uma faixa de concentração até 50 mg/L. Verifica-se que o aumento da concentração aumentou o ângulo de contato para $65,44^\circ$ em 5mg/L e teve uma pequena variação até atingir o seu maior ângulo de aproximadamente 69° em 30 mg/L e depois mantendo-se praticamente linear. Esses resultados estão de acordo com trabalhos encontrados na literatura. Vieira et al. (2021) encontraram um ângulo de $68,2^\circ$ utilizando pH 10,5 após a interação com o Flotinor™ 5530 com concentrações de 10 e 20 mg/L. Já Monteiro et al. (2022) encontraram valores próximos a 60° em pH 10,5 utilizando o coletor Flotinor™ 5530, e eles também notaram que o aumento da concentração do Flotinor™ 5530 não ocasionou grandes variações no ângulo de contato.

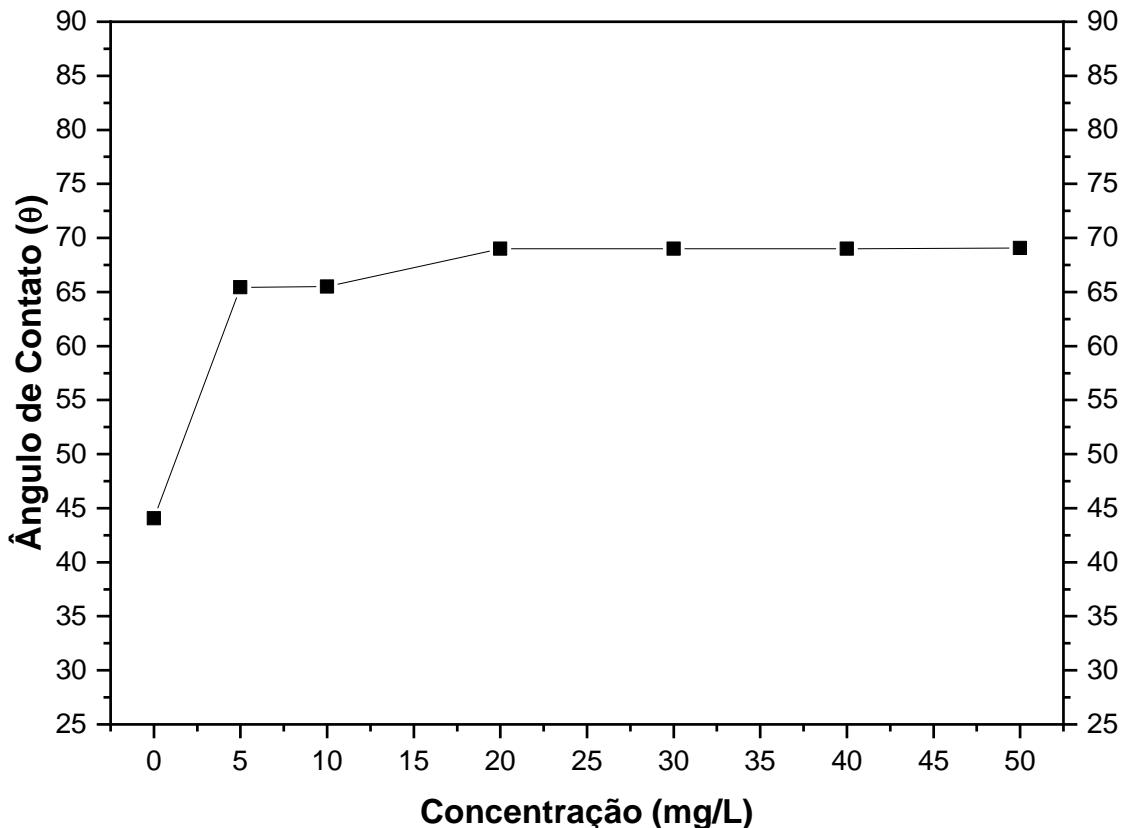


Figura 27. Efeito da concentração no ângulo de contato da hematita com o coletor Flotinor™ 5530. pH 11.

A Figura 28 apresenta os resultados do efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor Flotinor™ 5530. As medições foram realizadas em uma faixa de pH entre 2 e 11, mantendo a concentração de 30 mg/L. Os perfis mostram que o pH teve uma baixa influência no ângulo de contato do quartzo in natura. Sun et al. (2022) estudaram o efeito do pH no ângulo de contato e notaram que o pH não teve um efeito significativo no ângulo de contato do quartzo. Essas pequenas variações no ângulo de contato em diferentes pHs estão relacionadas às mudanças de carga superficial do mineral ao modificar o pH (Hoeiland et al., 2001). Também é possível notar que após a interação com o coletor Flotinor™ 5530, o ângulo de contato do quartzo aumentou em toda a faixa de pH estudada, atingindo os seus maiores ângulos de contato em pH alcalino. Em pH 11, houve um acentuado aumento no ângulo de contato do quartzo, passando de 33,96° para 87,29°. Esse aumento no ângulo de contato do quartzo após a interação é um forte indicativo de que houve adsorção do coletor na superfície do quartzo. Yang et al. (2022) estudaram o ângulo de contato de quartzo e malaquita. Os autores verificaram que os minerais puros apresentavam baixa hidrofobicidade. Após a interação com um coletor amina, o ângulo de contato do quartzo teve um aumento de 24° para 97°, indicando uma forte adsorção pela superfície do

quartzo. O ângulo de contato do quartzo após a interação com o coletor FlotinorTM 5530, nas mesmas condições que a hematita, apresentou ângulos superiores. Yang et al. (2021) estudaram o ângulo de contato para o quartzo e a hematita, utilizando um coletor à base de amina, e obtiveram maiores ângulos de contato para o quartzo do que para a hematita. Esses resultados indicam que o coletor adsorveu preferencialmente na superfície do quartzo, indicando que pode ser mais seletivo para a flotação do quartzo.

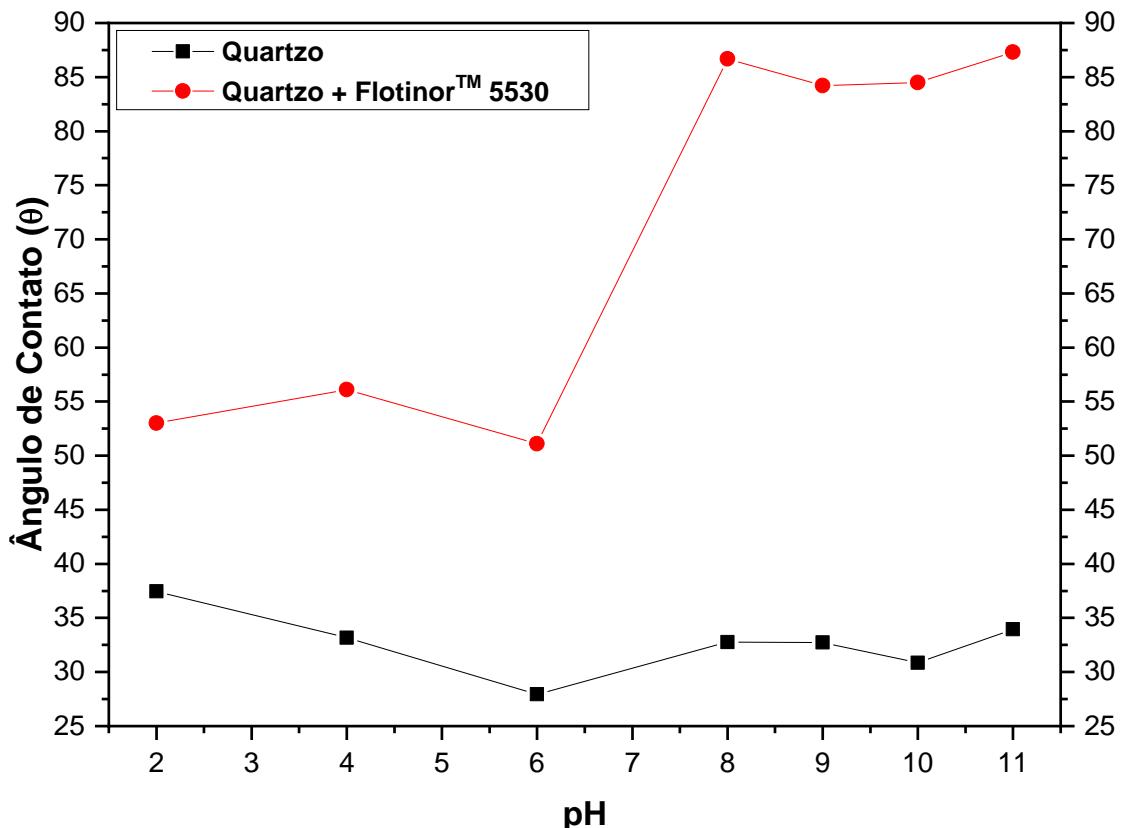


Figura 28. Efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor FlotinorTM 5530. Concentração 30mg/L.

Os resultados do efeito da concentração do coletor FlotinorTM 5530 no ângulo de contato do quartzo são apresentados na Figura 29. As análises foram realizadas em pH 11, variando a concentração até 50 mg/L. Verifica-se que o aumento da concentração não provocou uma alteração significativa, atingindo o maior ângulo de contato de 87,29° na concentração de 30 mg/L e mantendo-se praticamente linear nas concentrações seguintes. Outros autores estudaram o efeito da concentração do coletor FlotinorTM 5530 no ângulo de contato do quartzo e obtiveram resultados muito próximos. Monteiro et al. (2022) encontraram um ângulo de contato de aproximadamente 87° em pH 10,5 utilizando 75 mg/L do FlotinorTM 5530. Vieira et al. (2021) encontraram um ângulo de

contato de aproximadamente 83° nas mesmas condições, utilizando 20 mg/L do coletor FlotinorTM 5530.

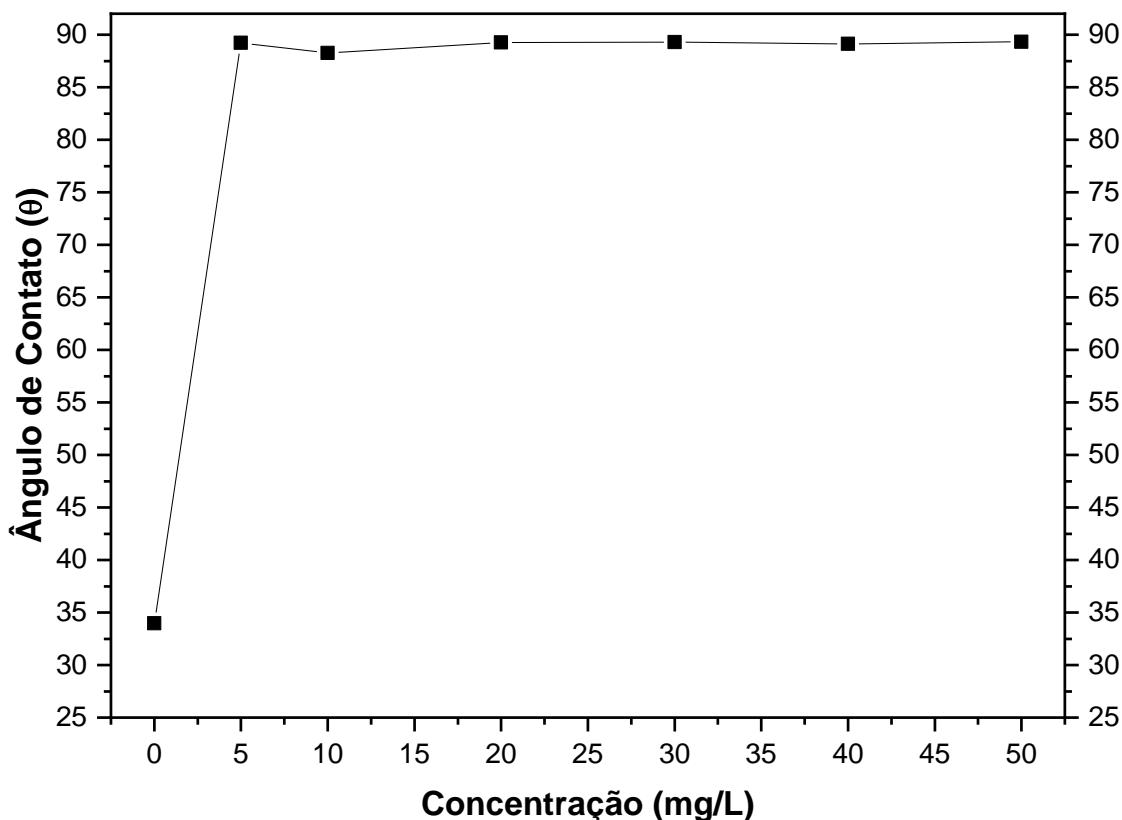


Figura 29. Efeito da concentração no ângulo de contato do quartzo com o coletor FlotinorTM 5530. pH 11.

6.4.2.

Ângulo de contato com o coletor Miristoil Putrescina

A Figura 30 apresenta os resultados do efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. As medições foram realizadas em uma faixa de pH entre 2 e 11, mantendo a concentração de 40 mg/L. Pode-se verificar que o ângulo de contato da hematita aumentou após a interação com o coletor Miristoil Putrescina, indicando que o Miristoil Putrescina foi capaz de hidrofobizar a superfície da hematita. Após a interação, é possível notar que o ângulo de contato praticamente linear em toda a faixa de pH, com destaque para o pH 10, que foi capaz de aumentar o ângulo de contato da hematita de $49,48^\circ$ para $61,73^\circ$.

O Miristoil Putrescina apresentou um comportamento semelhante ao FlotinorTM 5530, embora o FlotinorTM 5530 tenha atingido um ângulo de contato de $68,59^\circ$ e a

Miristoil Putrescina 61,73° no seu melhor pH. Para a flotação catiônica reversa, esse resultado é um bom indicativo, pois sugere que o Miristoil Putrescina hidrofobizou menos a hematita do que o Flotinor™ 5530, indicando que ela pode ser mais seletiva para a flotação de quartzo. Segundo Shrimali et al. (2018), na presença de soluções de monoéster amina em pH 10,5, a hematita foi hidrofobizada, obtendo um ângulo de contato de aproximadamente 62°. Além disso, outros estudos na literatura mostram um aumento no ângulo de contato da hematita após a interação com um coletor (Wu et al., 2023; Liu et al., 2023; Abaka-Wood et al., 2017).

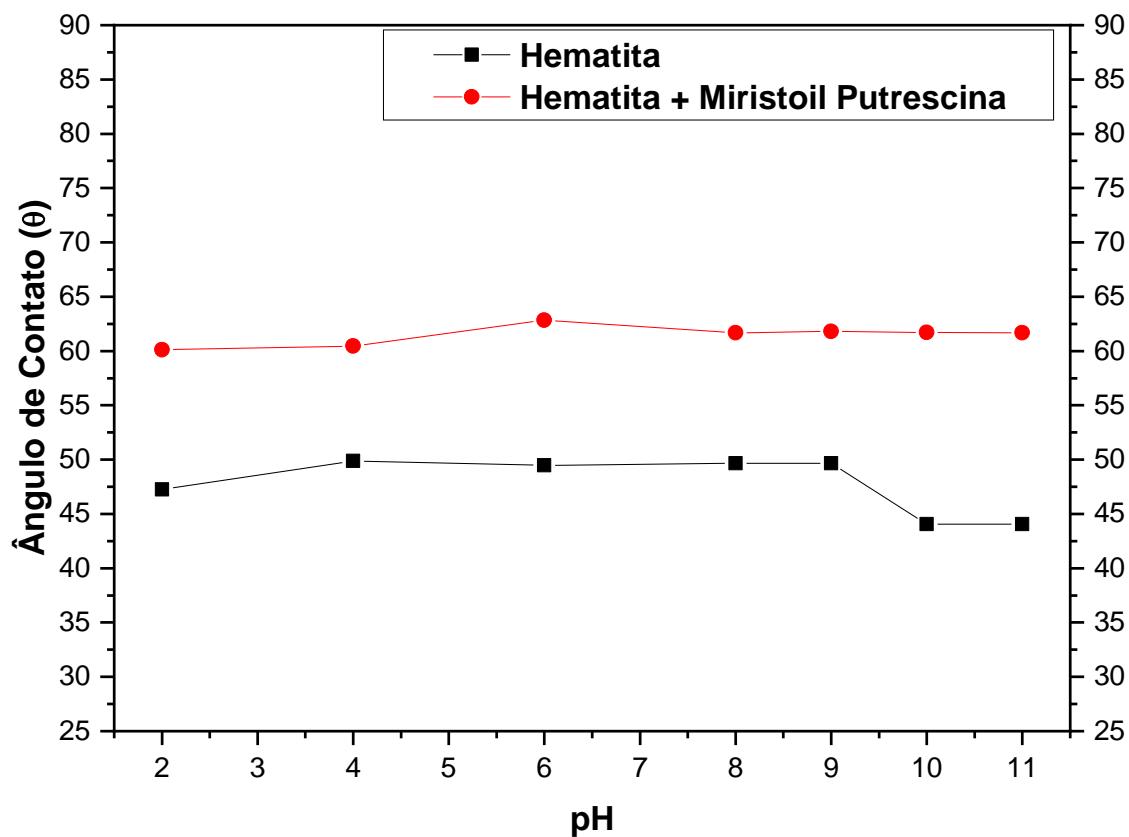


Figura 30. Efeito do pH no ângulo de contato da hematita antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. Concentração 40mg/L.

A Figura 31 mostra os resultados do efeito da concentração do coletor Miristoil Putrescina no ângulo de contato da hematita. O estudo foi realizado em pH 11, devido a ter sido encontrado os maiores ângulos de contatos no pH 11, e em uma faixa de concentração até 50 mg/L. Verifica-se que não houve um aumento significativo com o aumento da concentração, pois há um perfil de concentração quase linear, onde o maior ângulo de contato obtido foi de 61,46° com a concentração de 30 mg/L. Li et al. (2023) estudaram o uso de um coletor à base de amina para a flotação e avaliaram o ângulo de contato da hematita antes e após a interação. Os autores concluíram que o ângulo

de contato da hematita aumentou e depois se manteve estável com o aumento da concentração, variando entre 45° até 60° utilizando entre 2-20 mg/L. O resultado dos autores corroboraram com os resultados encontrado utilizando o Miristoil Putrescina, onde os coletores a base de amina podem hidrofobizar a superfície da hematita, indicando uma possível adsorção na hematita.

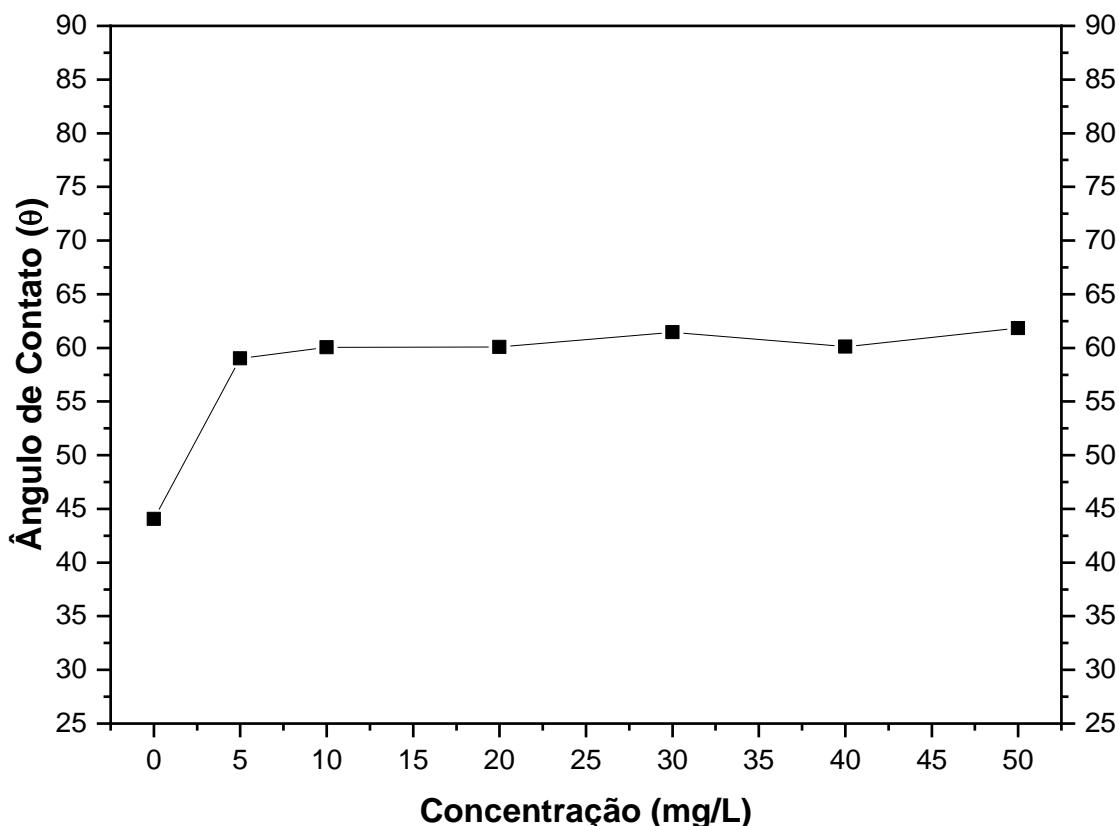


Figura 31. Efeito da concentração no ângulo de contato da hematita com o coletor Miristoil Putrescina. pH 11

A Figura 32 apresenta os resultados do efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. O estudo foi realizado na faixa de pH entre 2 e 11, mantendo a concentração de 40 mg/L. O quartzo puro seguiu o mesmo comportamento apresentado anteriormente na Figura 30, onde o pH não teve grande impacto no ângulo de contato do quartzo. Também é possível notar que após a interação com o coletor Miristoil Putrescina, o ângulo de contato do quartzo aumentou em toda a faixa de pH analisada, mantendo um comportamento linear, tendo seu maior ângulo de contato em pH 11, passando de $33,96^\circ$ para $89,66^\circ$. Esse notório aumento no ângulo de contato do quartzo após a interação é um forte indicativo de que houve adsorção da Miristoil Putrescina na superfície do quartzo.

O Miristoil Putrescina obteve ângulos de contato do quartzo maiores do que o FlotinorTM 5530, onde o FlotinorTM 5530 no seu melhor pH alcançou 87,29º e o Miristoil Putrescina 89,66º, o que indica que o Miristoil Putrescina é um coletor promissor para a flotação seletiva de quartzo, podendo ser utilizado para concentração de minério de ferro pela rota de flotação catiônica reversa. Embora ainda não haja estudos relacionados ao ângulo de contato do quartzo com o Miristoil Putrescina, existem diversos estudos relacionados à utilização de coletores à base de amina para a flotação de quartzo, onde os coletores foram capazes de atingir ângulos de contato com o quartzo em aproximadamente 90º (Yang et al., 2022; Yang et al., 2021; Li et al., 2017). Esse comportamento em toda faixa de pH pode estar relacionado com a interação eletrostática entre o coletor e a superfície do quartzo, comportamento característico de aminas com a superfície do quartzo (Lima et al., 2005).

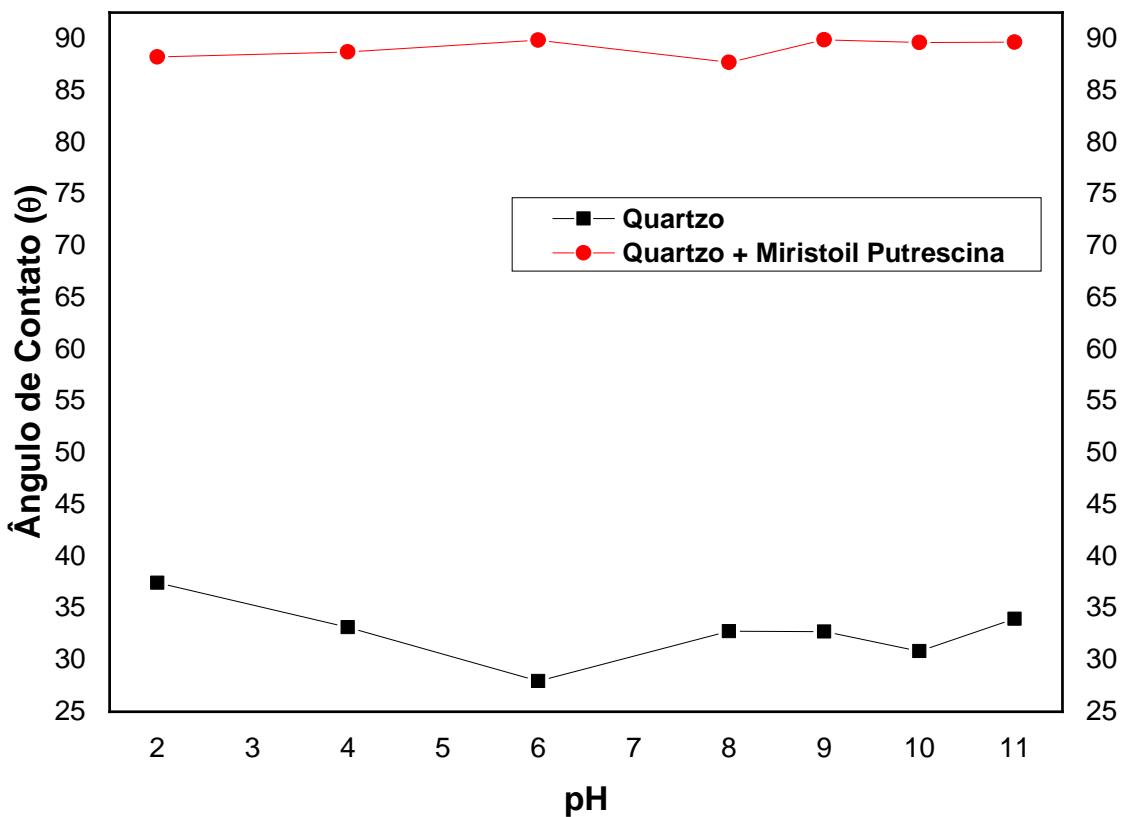


Figura 32. Efeito do pH no ângulo de contato do quartzo antes e após a interação com o coletor Putrescina. Concentração do coletor 40mg/L.

A Figura 33 apresenta os resultados do efeito da concentração do coletor Putrescina no ângulo de contato do quartzo. O estudo foi realizado em pH 11 e em uma faixa de concentração até 50 mg/L. É possível verificar que o aumento da concentração não exerceu um impacto significativo no ângulo de contato do quartzo. Em todo o perfil

estudado, o quartzo apresentou ângulo de contato superior a 89° , atingindo seu maior ângulo de contato em $89,66^\circ$ em 40 mg/L. A hidrofobicidade do mineral tende a sofrer pouca alteração ao atingir a concentração micelar crítica (CMC) do surfactante, devido à formação de micelas (Martins, 2009).

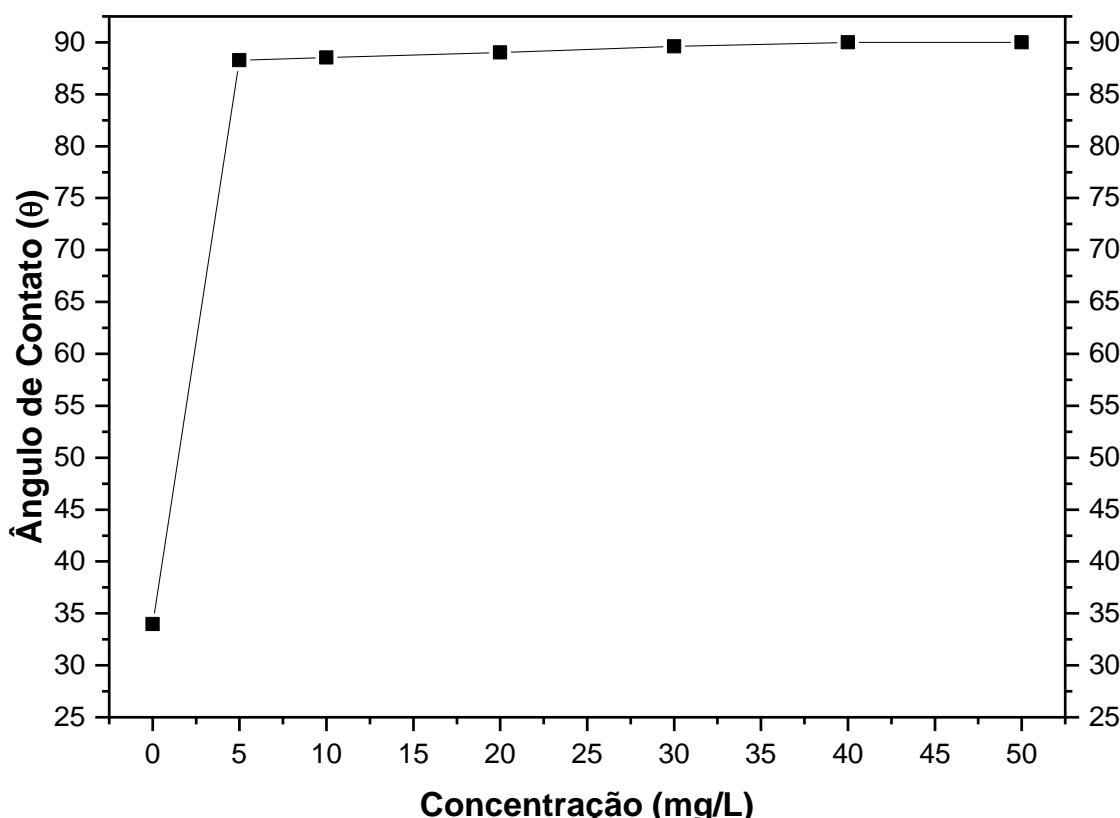


Figura 33. Efeito da concentração no ângulo de contato do quartzo com o coletor Miristoil Putrescina. pH 11.

Considerando os resultados mencionados, observa-se que o Miristoil Putrescina apresentou ângulos de contato com o quartzo de $89,66^\circ$ e com a hematita de $61,73^\circ$, na mesma concentração de biocoletor (40 mg/L) e pH (10). Esses resultados sugerem que o Miristoil Putrescina foi capaz de hidrofobizar a superfície do quartzo e da hematita, porém, para o quartzo, após a interação com o Miristoil Putrescina, os ângulos de contato foram elevados em toda a faixa de pH analisada e em baixas concentrações. No entanto, ele também foi capaz de hidrofobizar a superfície da hematita em todos os pHs analisados e em baixas concentrações, mas com ângulos inferiores aos do quartzo. A literatura relata o uso eficaz de coletores à base de amina para atingir ângulos de contato próximos de 90° na flotação de quartzo (Yang et al., 2022; Yang et al., 2021; Li et al., 2017). Esse comportamento observado ao longo da faixa de pH pode estar associado à interação eletrostática entre o coletor e a superfície do quartzo, um

comportamento característico das interações entre aminas e a superfície do quartzo (Lima et al., 2005). Os resultados obtidos com o Miristoil Putrescina reforçam o potencial desse coletor para aplicações em flotação catiônica reversa. O Miristoil Putrescina apresentou ângulos de contato mais altos nas interações com o quartzo e mais baixos com a hematita, indicando maior hidrofobicidade do quartzo. A hidrofobicidade é um indicador crucial da eficácia de um coletor na flotação mineral, pois quanto maior o ângulo de contato, mais hidrofóbica é a superfície mineral, e maior a probabilidade de formar o agregado bolha-partícula essencial para o sucesso do processo de flotação (Han et al., 2022).

6.5.

Medidas de Potencial Zeta

6.5.1.

Medidas de Potencial Zeta dos minerais

A Figura 34 apresenta os resultados do efeito do pH em função do potencial zeta da hematita em diferentes concentrações de eletrólitos. É possível verificar que ao diminuir a concentração do eletrólito (NaCl), a magnitude do potencial zeta também diminui, sendo 10^{-4} mol/L o potencial zeta mais negativo. Segundo Hunter (1981), essa diminuição de magnitude está relacionada ao efeito da compressão da dupla camada elétrica e ao acúmulo de contra-íons, causado pelo aumento da força iônica do sistema. Também é possível verificar que não houve alteração no ponto isoelétrico (PIE), que se manteve próximo ao pH 4 em todas as concentrações de NaCl . As partículas de hematita estão com cargas positivas em pH abaixo de 4 e negativas em pH acima de 4. Alguns estudos na literatura encontraram valores de PIE entre o pH 4 e 5 para a hematita. Albuquerque et al. (2021) estudaram o potencial zeta da hematita utilizando NaCl com a concentração de 10^{-3} mol/L e encontraram PIE entre o pH 4,8. Já Peçanha et al. (2015) encontraram PIE da hematita em torno do pH 4,8 utilizando 10^{-3} mol/L de NaCl como eletrólito indiferente. Wu et al. (2023) estudaram o potencial zeta da hematita utilizando KCl como eletrólito indiferente na concentração de 10^{-3} mol/L e encontraram PIE em torno do pH 5. Essas pequenas variações de PIE podem ser consequência da composição elemental diferente do mineral (Leja et al., 2004).

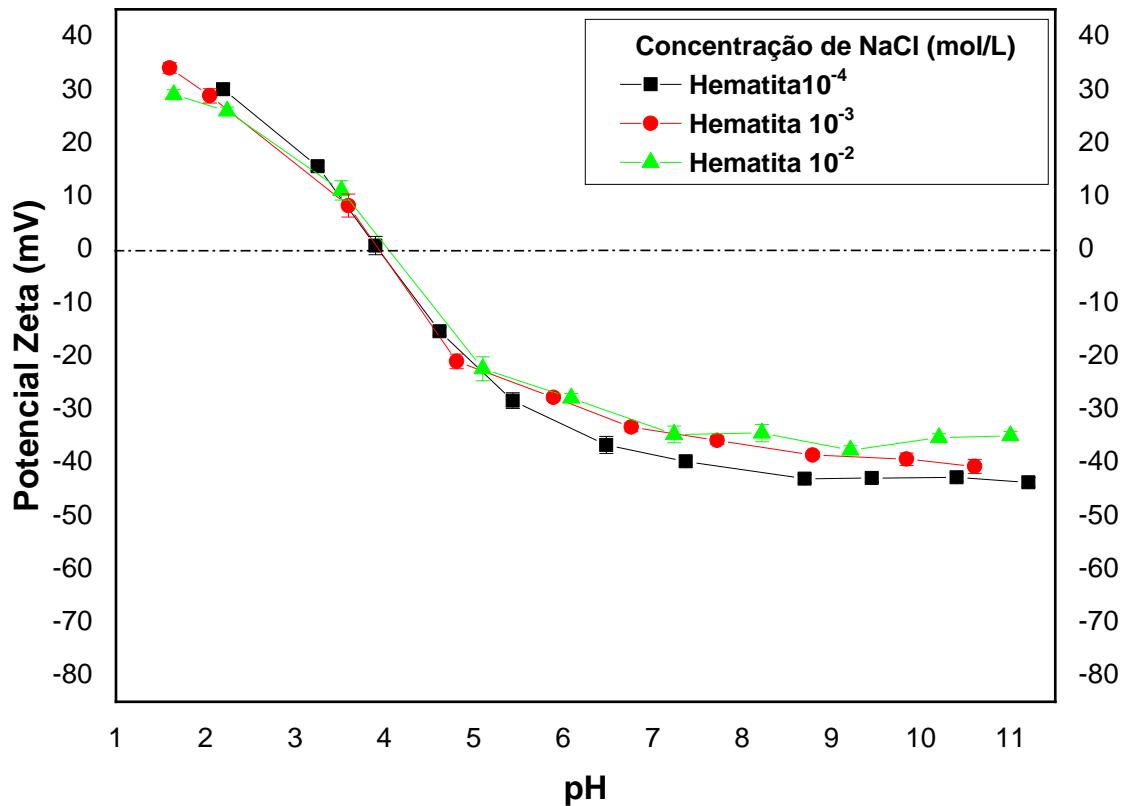


Figura 34. Perfis de potencial zeta da hematita em diferentes concentrações de eletrólito (NaCl).

A Figura 35 apresenta os resultados do efeito do pH em função do potencial zeta do quartzo em diferentes concentrações de eletrólitos. É possível verificar que houve uma diminuição na magnitude do potencial zeta ao aumentar a concentração do eletrólito (NaCl), sendo que na concentração de 10^{-2} mol/L, observa-se um perfil mais negativo do que nas demais concentrações (10^{-3} e 10^{-4} mol/L). Essas variações na magnitude do potencial zeta em função da concentração do eletrólito podem estar relacionadas com o aumento da força iônica na solução ocasionada pelo aumento da concentração (Fuerstenau et al., 2005). Também é possível verificar que em toda a faixa de pH analisada, o quartzo apresentou carga negativa, não apresentando ponto isoelétrico (PIE). Esses resultados estão de acordo com a literatura. Wang et al. (2022) estudaram o potencial zeta do quartzo e notaram que o quartzo apresentou carga negativa em toda a faixa de pH testada (3-11) e não obtiveram PIE. Shen et al. (2023) encontraram o mesmo resultado, onde o quartzo apresentou carga negativa em toda a faixa de pH estudada e não encontraram PIE para o quartzo.

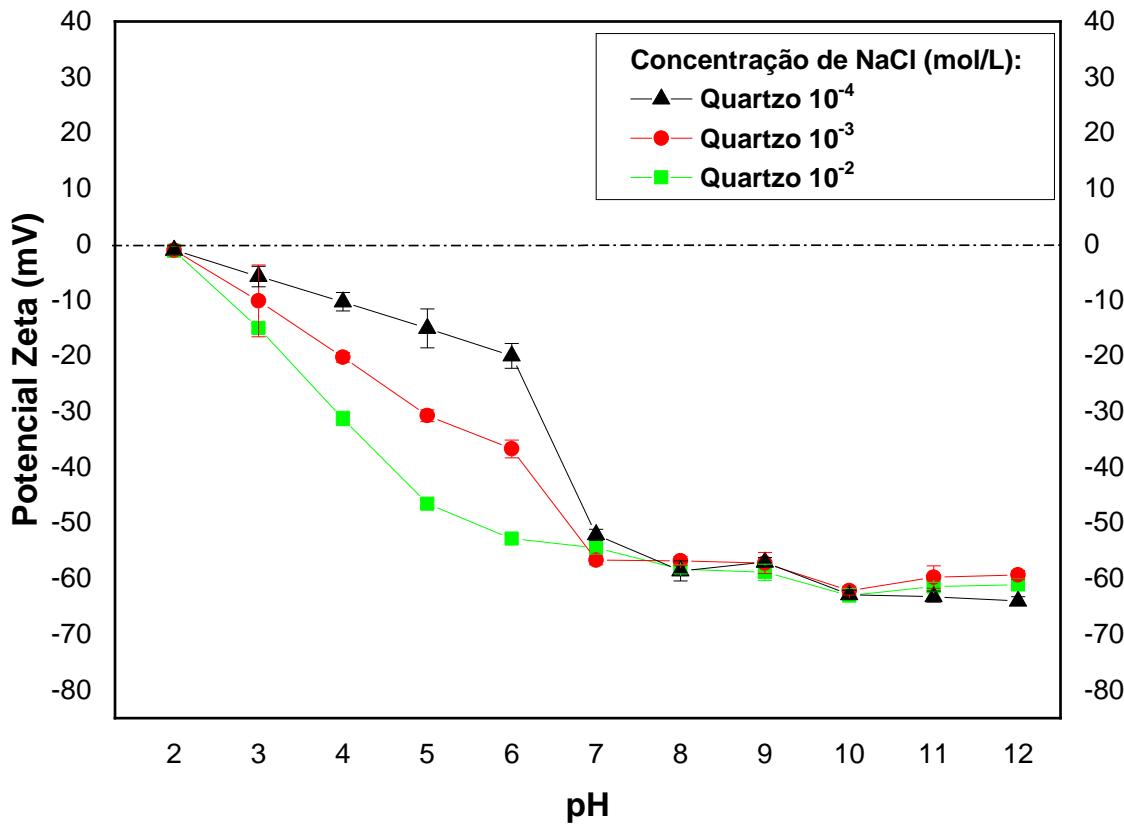


Figura 35. Perfis de potencial zeta do quartzo em diferentes concentrações de eletrólito (NaCl).

6.5.2.

Medidas de Potencial Zeta dos reagentes

A Figura 36 apresenta o efeito do pH no potencial zeta do coletor Flotinor™ 5530. O Flotinor™ 5530 apresentou seu ponto isoelétrico (PIE) em pH 7,5 aproximadamente. Em pH ácido, o Flotinor™ 5530 apresentou cargas positivas e em pH alcalino, cargas negativas. Essa característica possibilita o uso do Flotinor™ 5530 na flotação mineral, dependendo da faixa de pH utilizada de acordo com a característica do mineral alvo. Na literatura, há estudos do Flotinor™ 5530 como coletor para flotação catiônica reversa (Matiolo et al., 2020; Silva et al., 2021). Devido a essas características catiônicas do Flotinor™ 5530, ele é utilizado como um potencial coletor para o quartzo, que possui carga negativa em ampla faixa de pH, devido a isso existe possibilidade de que haja interação entre eles devido à compensação de cargas do Flotinor™ 5530 e a superfície mineral, sendo adsorvido preferencialmente na superfície do quartzo, quando há presença de outros minerais, e com isso aumentando a seletividade e por consequência a eficiência do processo.

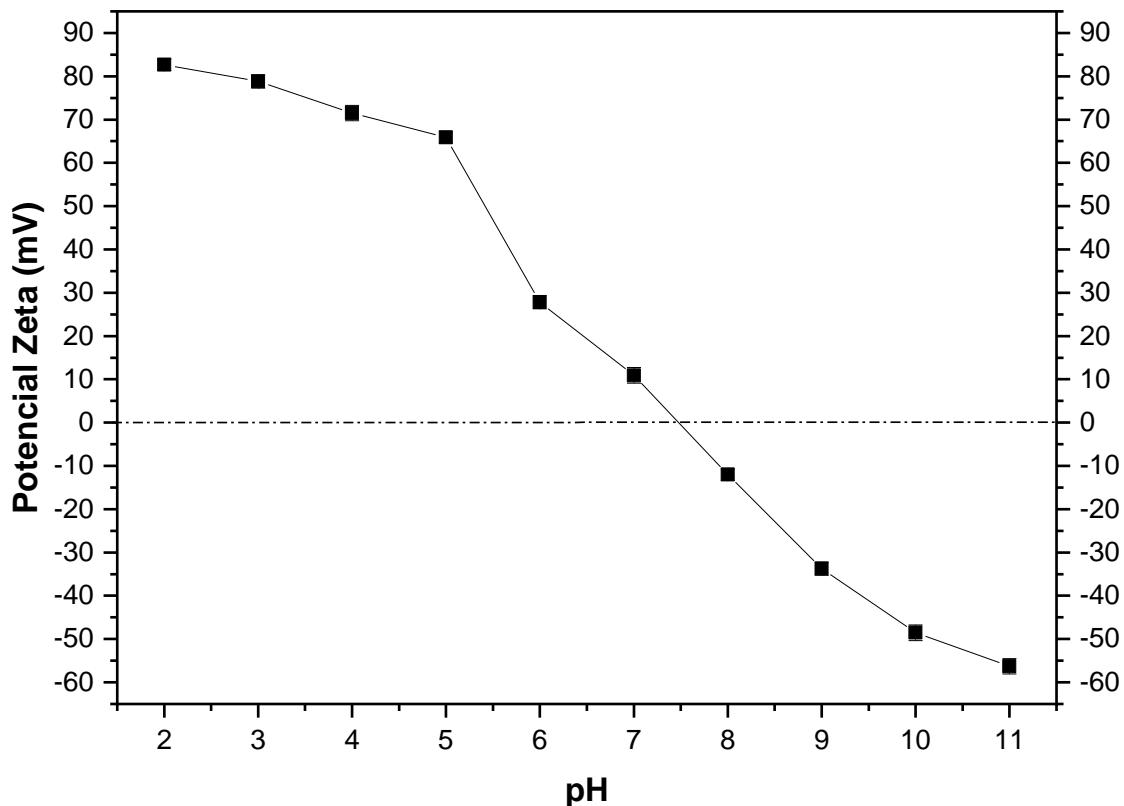


Figura 36. Perfil de potencial zeta do Flotinor™ 5530.

A Figura 37 apresenta o efeito do pH no potencial zeta do coletor Miristoil Putrescina. O Miristoil Putrescina apresentou ponto isoelétrico (PIE) em pH 4,5 aproximadamente. Em pH ácido até 4,5, o Miristoil Putrescina apresenta carga positiva; após 4,5, apresenta carga negativa em uma ampla faixa de pH, incluindo todos os pHs alcalinos. Nota-se um comportamento muito parecido com o Flotinor™ 5530, com uma certa flexibilidade dependendo da faixa de pH utilizada. Ainda não há estudos na literatura utilizando o coletor Miristoil Putrescina, mas devido ao seu comportamento semelhante ao do Flotinor™ 5530, que é reportado como um coletor catiônico, entende-se que o Miristoil Putrescina pode ser utilizado para a flotação. Além disso, na literatura, há diversos estudos relatando o uso de coletores catiônicos (aminas) para a flotação (Liu et al., 2020; Han et al., 2022; Rocha et al., 2022).

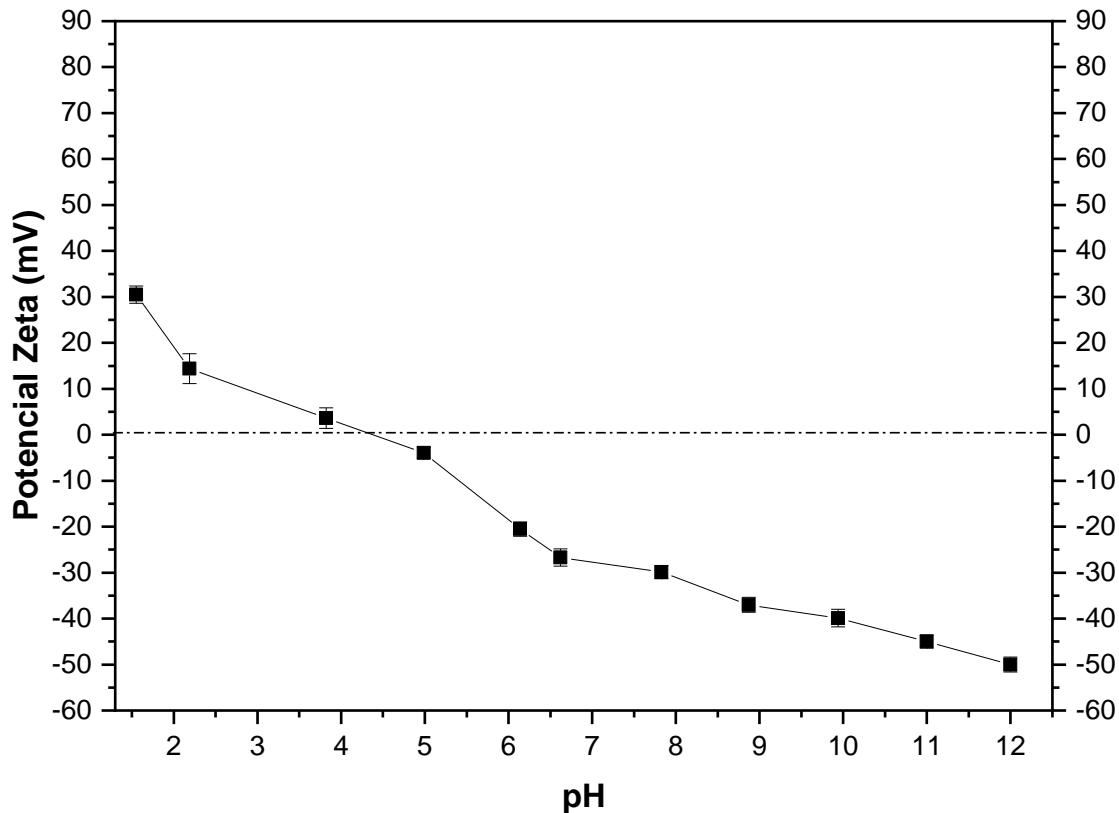


Figura 37. Perfil de potencial zeta do Miristoil Putrescina.

A Figura 38 apresenta o efeito do pH no potencial zeta do depressor Amido de Milho. O amido apresentou ponto isoelétrico (PIE) próximo ao pH 2, com carga negativa em quase toda a faixa de pH. Na literatura, são reportados comportamentos semelhantes para o amido de milho. Peçana et al. (2017) estudaram o amido de milho e obtiveram o PIE do amido em pH 2,5. Os autores relataram que a carga superficial negativa do amido de milho está relacionada aos grupos funcionais de hidroxila (-OH) e aldeídos (HC=O). O amido de milho é utilizado como depressor de óxidos de ferro, devido a seletividade entre o amido e os óxidos de ferro (Wang et al., 2023; Yang et al., 2023; Zhang et al., 2023).

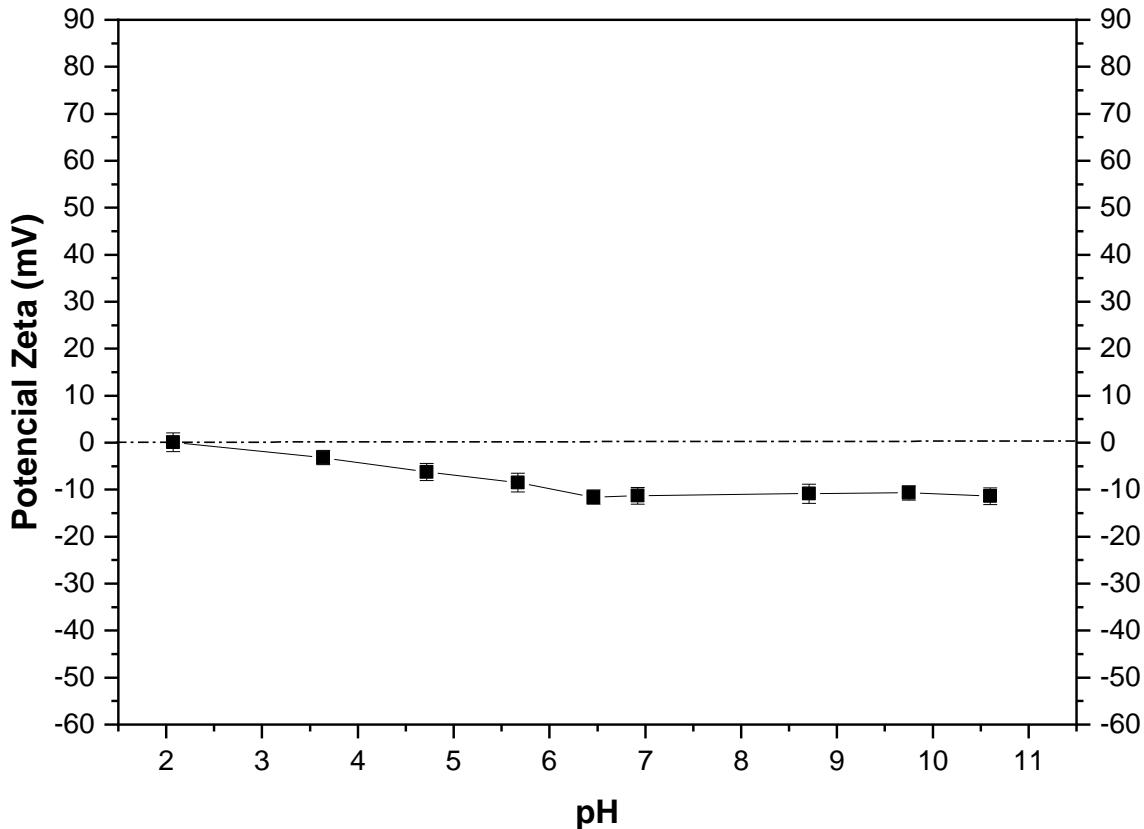


Figura 38. Perfil de potencial zeta do depressor Amido.

6.5.3.

Medidas de Potencial Zeta das interações entre os surfactantes e minerais

A Figura 39 apresenta os perfis de potencial zeta da hematita antes e após a interação com o coletor Flotinor™ 5530. É possível verificar que a curva de zeta da hematita antes da interação em pH 2 foi de aproximadamente 35mV e em pH 11 foi de cerca de -40mV, com ponto isoelétrico (PIE) próximo ao pH 4. Após a interação com o Flotinor™ 5530, houve um pequeno deslocamento no perfil do potencial zeta, com a reversão de carga alterando de pH 4 para pH 4,5. Em pH 2, houve um pequeno aumento de 35mV para aproximadamente 37mV, e em pH 11, o potencial zeta se manteve próximo ao -40mV.

Analizando o perfil de potencial zeta após a interação, há um indicativo de que houve a adsorção do coletor na superfície da hematita. Esse pequeno deslocamento do perfil do potencial zeta, em comparação com a hematita pura, pode estar relacionado à compensação de carga de sítios negativos da hematita com o do coletor Flotinor™ 5530. Silva et al. (2021) relataram que houve adsorção da amida-amina na superfície da hematita. Eles também verificaram que houve uma maior mudança de magnitude no pH

8, com pouca variação nos demais pHs. Essa pequena variação após o pH 8 pode estar relacionada ao pKa da amida-amina em 8,3 (Rocha et al., 2021), diminuindo as forças iônicas, e por consequência diminuindo a adsorção na superfície do mineral.

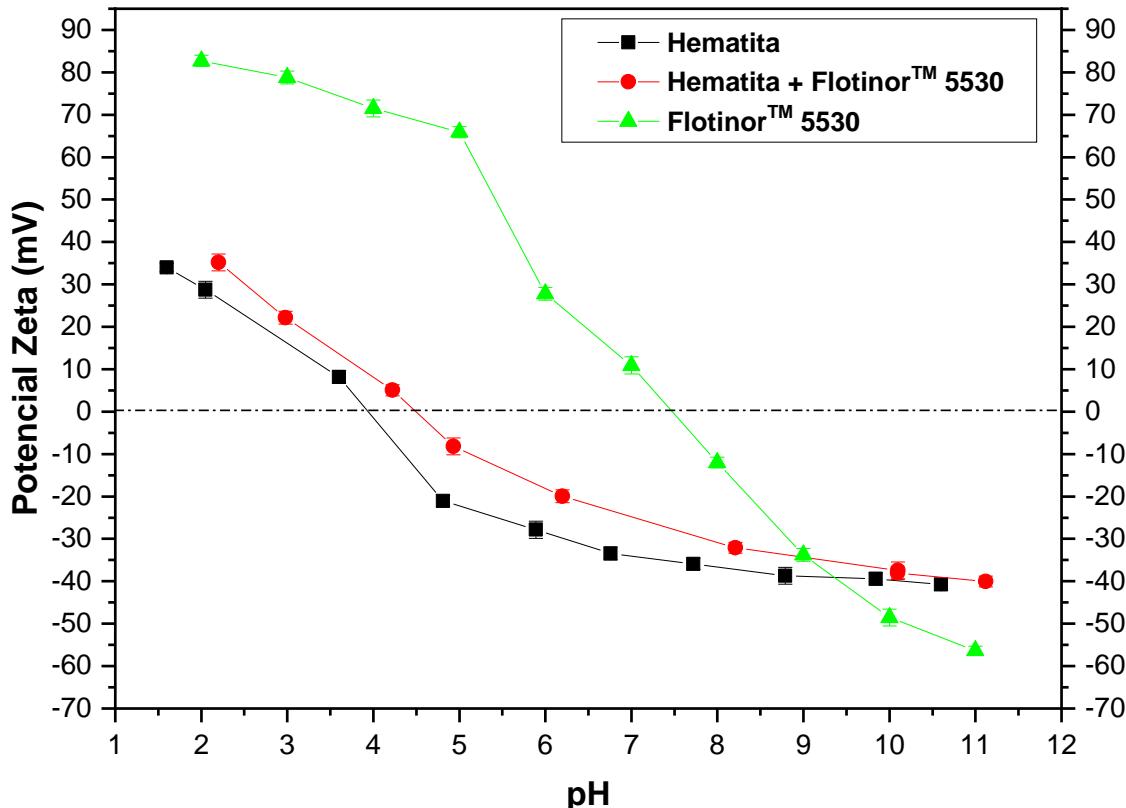


Figura 39. Perfis de potencial zeta da hematita antes e depois da interação com o reagente Flotinor™ 5530.

A Figura 40 apresenta os perfis de potencial zeta do quartzo antes e após a interação com o coletor Flotinor™ 5530. Antes da interação, o quartzo tinha um potencial zeta de aproximadamente -1mV em pH 2 e -60mV em pH 11, sem apresentar ponto isoelétrico (PIE). Após a interação com o Flotinor™ 5530, houve uma mudança no perfil do quartzo. Em pH 2, houve um grande deslocamento no perfil, passando a apresentar uma carga superficial de aproximadamente 60mV. Em pH 11, não houve grande alteração na carga superficial. Além disso, o quartzo após a interação apresentou uma reversão de carga próximo ao pH 5,5.

Essa mudança no perfil do potencial zeta do quartzo, passando a ser positiva até o pH 5,5, pode estar relacionada à adsorção não específica por atração eletrostática dos cátions da amida-amina. A partir do pH 5,5, houve uma diminuição da magnitude do potencial zeta até o pH 11. Após o pH 7, não houve grande mudança na superfície do quartzo comparado ao quartzo antes da interação.

Rocha et al. (2021) encontraram uma mudança no perfil do quartzo após a interação com uma amida-amina, onde o quartzo passou a apresentar carga positiva até o pH 8. Os autores também relacionaram esse comportamento à ligação eletrostática dos cátions amida-amina, além da ligação de hidrogênio e da coadsorção e precipitação da amida-amina molecular na interface sólido-líquido, comportamento característico de aminas. Silva et al. (2021) relataram um aumento na carga superficial do quartzo após a interação com um coletor amida-amina, sugerindo uma adsorção do coletor na superfície do mineral. Assim como na hematita, os autores relataram que esse fenômeno pode estar relacionado à compensação de cargas negativas pelo coletor através dos grupos aminas, e que a baixa mudança na magnitude em pH alcalino está relacionada ao pKa da amina, diminuindo a espécie iônica na solução e consequentemente a adsorção na superfície mineral.

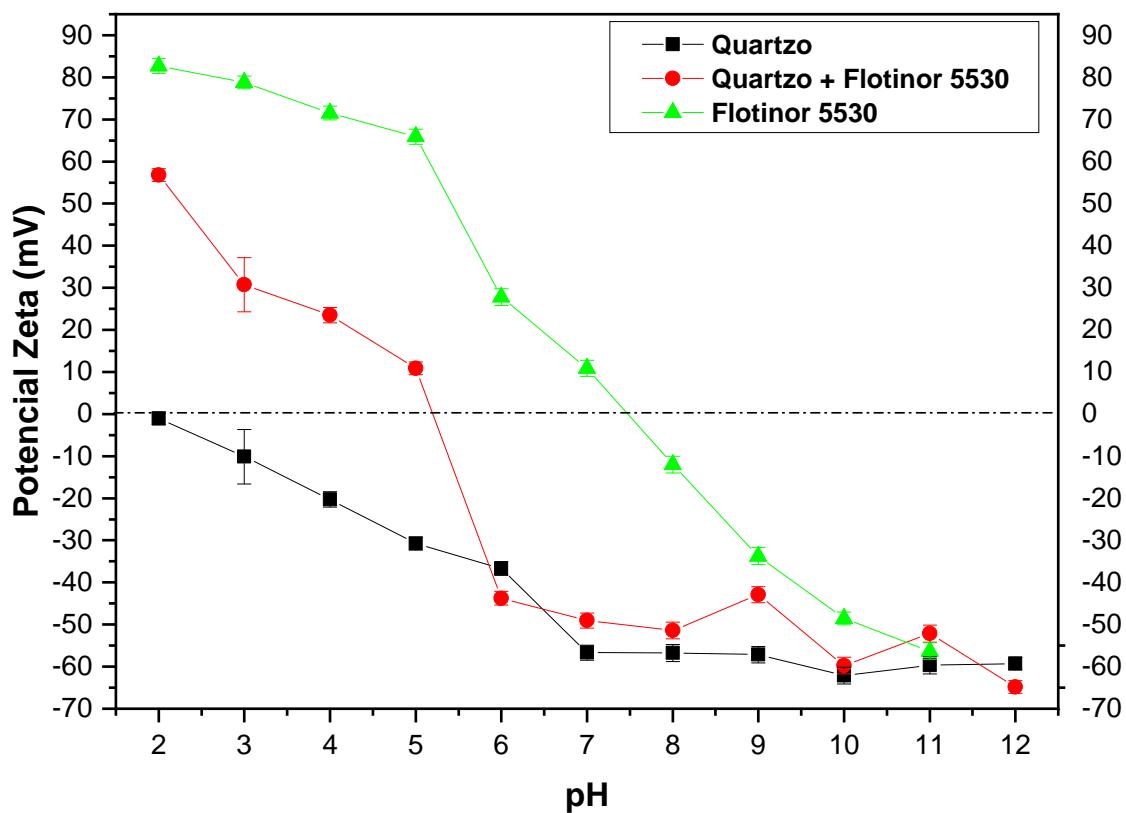


Figura 40. Perfis de potencial zeta do quartzo antes e depois da interação com o reagente FlotinorTM 5530.

A Figura 41 apresenta os perfis de potencial zeta da hematita antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. Antes da interação, o potencial zeta da hematita em pH 2 era de aproximadamente 35mV e em pH 11 era de cerca de -40mV, com ponto isoelétrico (PIE) próximo ao pH 4. Após a interação com o Miristoil Putrescina,

houve uma baixa alteração no perfil da hematita em pH 2, com o potencial zeta mantendo-se em cerca de 35mV e um deslocamento do perfil, ocorrendo uma reversão de carga em pH 4,2. A partir do pH 5, houve uma mudança maior no perfil, tornando a hematita cerca de 10mV menos negativa em toda a faixa de pH alcalino, quando comparada à hematita antes da interação.

Analizando o perfil de potencial zeta após a interação, verifica-se um comportamento semelhante ao reagente anterior (FlotinorTM 5530), com uma pequena mudança no perfil do potencial zeta, em relação à hematita pura. Esse deslocamento no perfil da hematita é um indicativo de que houve adsorção do Miristoil Putrescina na hematita. No entanto, nota-se uma diferença em pH alcalino, onde no FlotinorTM 5530, o deslocamento em pH alcalino foi menor do que o do Miristoil Putrescina. Essa diferença pode estar relacionada aos diferentes pKa dos coletores, visto que o pKa da amida-amina é 8,3 (Rocha et al., 2021) e o da Putrescina é 10,8 (Perrin, 1965). Com isso, a diminuição das forças iônicas do FlotinorTM 5530 é atingida antes do Miristoil Putrescina, o que explica a maior mudança na magnitude do potencial zeta da hematita em pH alcalino observada com o Miristoil Putrescina. Esta mudança sutil no perfil do potencial zeta após a interação sugere adsorção do Miristoil Putrescina na hematita, especialmente notável após o PIE, que passa a apresentar um comportamento semelhante ao do biocoletor, corroborando com a hipótese da adsorção do Miristoil Putrescina na superfície da hematita. Além disso, mesmo próximo ao pKa do Miristoil Putrescina, reportado na literatura para aminas próximo de 10,5 (Smith e Scott, 1990). O perfil continua apresentando um perfil semelhante ao perfil do Miristoil Putrescina estudado, o que pode estar relacionado a característica poliamina do biocollector.

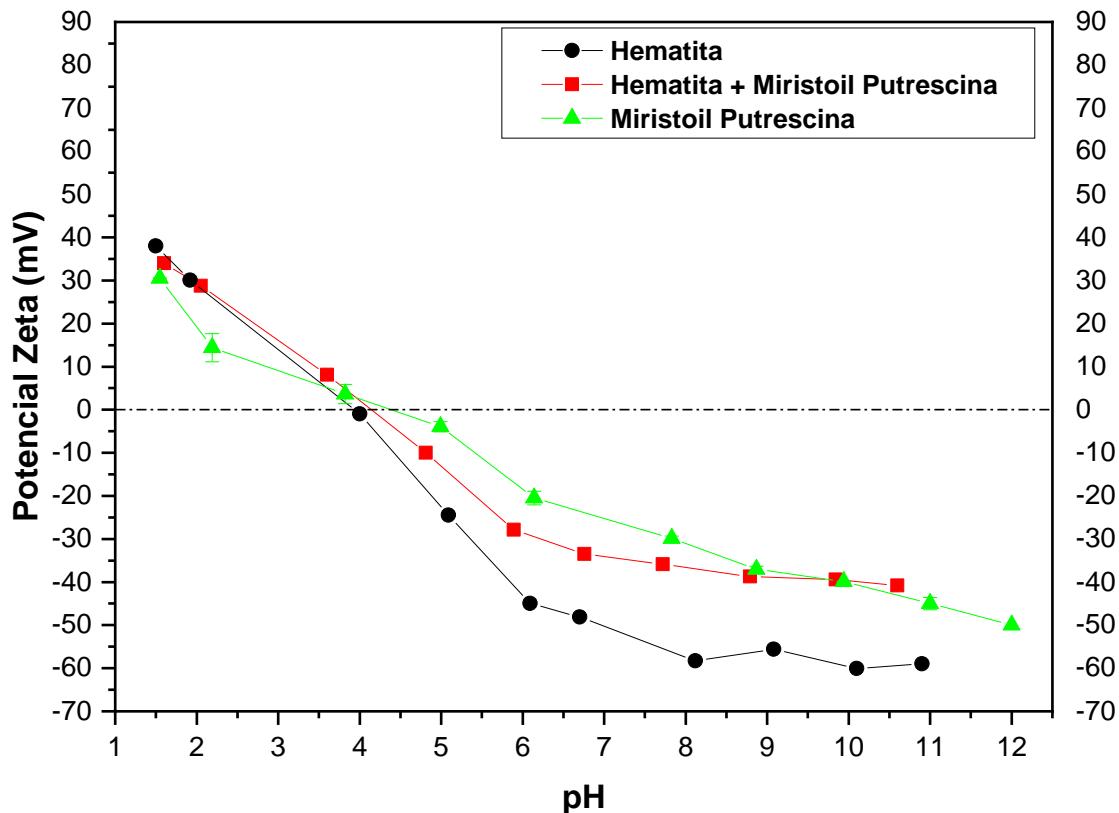


Figura 41. Perfis de potencial zeta da hematita antes e depois da interação com o coletor Miristoil Putrescina.

A Figura 42 apresenta os perfis de potencial zeta do quartzo antes e após a interação com o coletor Miristoil Putrescina. Antes da interação, o quartzo tinha um potencial zeta de aproximadamente -1mV em pH 2 e -60mV em pH 11, sem apresentar ponto isoelétrico (PIE). Após a interação com o Miristoil Putrescina, em pH 2, houve um deslocamento de carga para aproximadamente 5mV, e em pH 11 não houve grandes variações, mantendo-se próximo ao quartzo puro. Após a interação, também é possível notar uma versão de carga em pH 2,4.

Analizando o perfil do quartzo após a interação, esse aumento é um indicativo de que houve interação eletrostática. Comparando com o Flotinor™ 5530, em pHs ácidos, ocorreu uma grande compensação de carga, assim como no Flotinor™ 5530, mas o aumento de magnitude do potencial zeta do quartzo com o Miristoil Putrescina pode estar relacionado aos íons de R-NH e -OH presentes na molécula do Miristoil Putrescina, que podem estar formando uma ligação de hidrogênio com -O na superfície do quartzo, aumentando a adsorção do reagente na superfície do quartzo. Liu et al. (2023) estudaram um coletor à base de amina para flotação de quartzo e hematita e obtiveram um comportamento semelhante: em pH superior a 2, o potencial zeta do quartzo

aumentou, indicando atração eletrostática. Eles verificaram que os íons de R-NH e -OH do seu reagente à base de amina poderiam estar formando ligação de hidrogênio com os oxigênios na superfície do quartzo, aumentando a adsorção do coletor à amina.

Já em pHs neutros (6,7 e 8), nota-se que não houve mudança no potencial zeta do quartzo, e em pHs alcalinos, o potencial zeta do quartzo passou a ficar mais negativo, o que pode estar associado à hidratação das ligações Si-O quebradas e à formação de -Si-OH na superfície do quartzo. Com o aumento do pH, o quartzo adquire cargas negativas devido à dissociação de -Si-OH em -Si-O (Ding et al., 2023).

Os resultados de potencial zeta corroboram com os resultados de tensão superficial e ângulo de contato, onde o Miristoil Putrescina é capaz de adsorver na superfície dos minerais, podendo ser um potencial coletor catiônico para flotação. De acordo com Matiolo et al. (2020), reagentes como o Miristoil Putrescina, por serem coletores catiônicos, podem ser utilizados para flotação de óxidos.

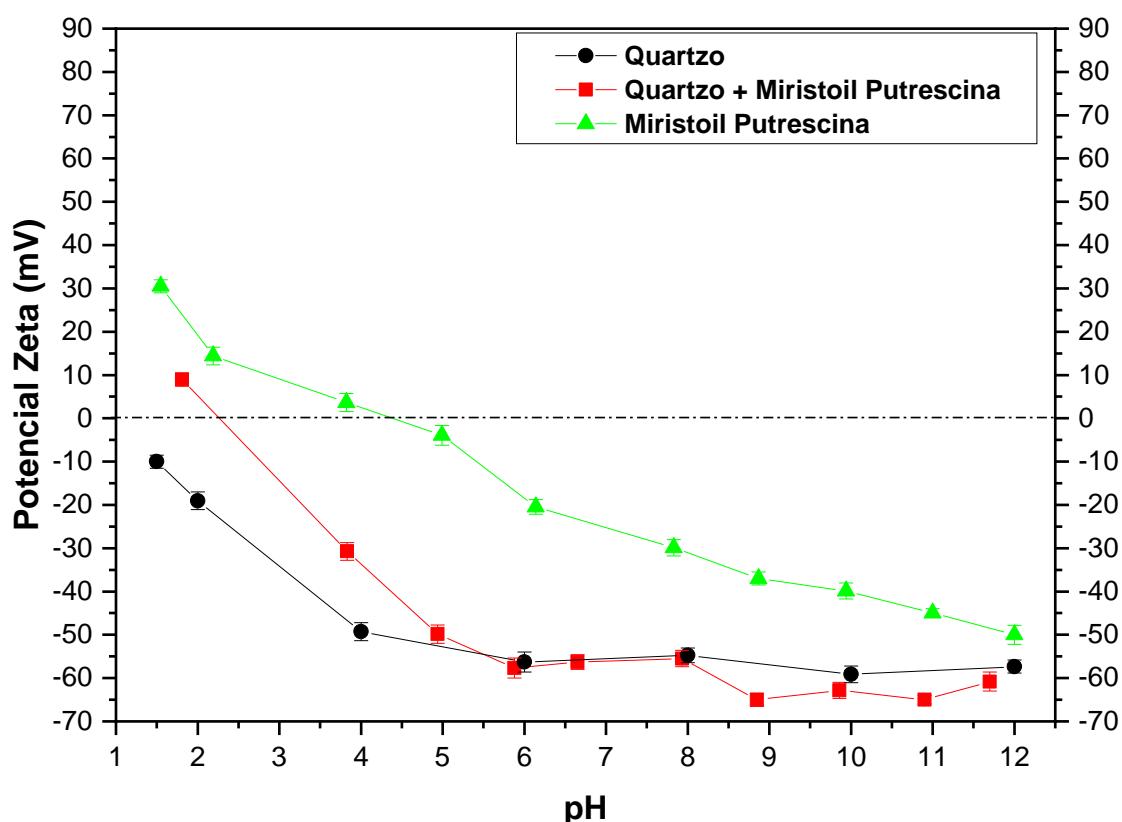


Figura 42. Perfis de potencial zeta do quartzo antes e depois da interação com o Miristoil Putrescina.

6.6.

Ensaios de Microflotação

6.6.1.

Ensaios de arraste

A Figura 43 apresenta o efeito do pH no arraste mecânico para os minerais quartzo e hematita na fração granulométrica -106+44 µm. O quartzo apresentou maior arraste do que a hematita em quase toda a faixa de pH estudada. Esse comportamento provavelmente está relacionado com a massa específica dos minerais, sendo 2,65 g/cm³ para o quartzo e 5,23 g/cm³ para a hematita.

É importante notar que em todos os valores de pH analisados, o arraste mecânico foi menor que 5% em massa, o que, de acordo com a literatura, pode ser considerado baixo (Borges, 1993; Savassi, 1999; Simões, 2020). O arraste mecânico é um parâmetro importante para a flotação, pois representa o transporte das partículas que não foram hidrofobizadas, o que pode diminuir a seletividade do processo (Lima, 2009).

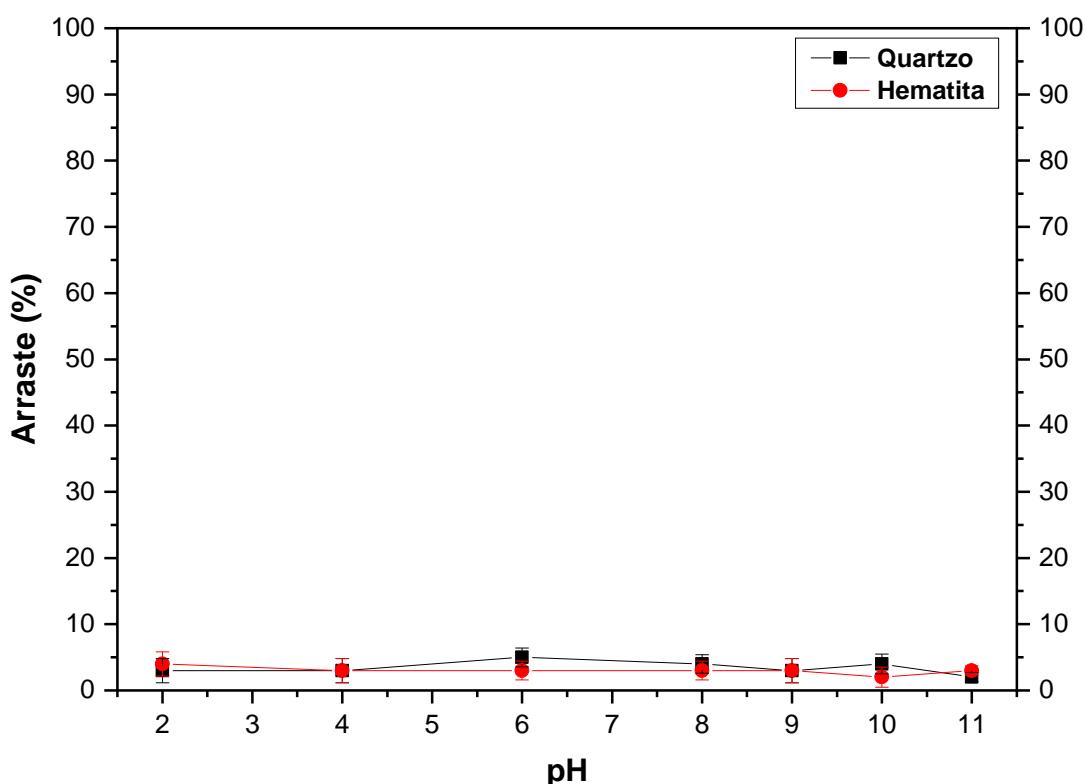


Figura 43. Efeito do pH do sistema no arraste mecânico da hematita e do quartzo. Tamanho de partícula -106+44 µm.

6.6.2.

Ensaios de microflotação com FlotinorTM 5530.

A Figura 44 apresenta o efeito do pH na flotabilidade da hematita utilizando 40 mg/L do coletor FlotinorTM 5530. Com base nos resultados obtidos, nota-se que a flotabilidade da hematita aumentou até o pH 6, alcançando sua maior flotabilidade (aproximadamente 75%) e foi diminuindo gradativamente em toda a faixa de pH alcalino, até o pH 11, atingindo aproximadamente 30% de flotabilidade.

Rocha (2021) obteve resultados semelhantes, onde a maior flotabilidade foi em pH 8 com a amida-amina estudada, no qual a flotabilidade foi de aproximadamente 40%. No entanto, em pH 12, eles também encontraram uma queda brusca da flotabilidade. O autor também relatou que esse fenômeno está relacionado ao pKa da amida-amina, reportado pelo autor como 8,3, acarretando baixas concentrações da espécie iônica do coletor. Esse resultado corrobora com os resultados de Potencial Zeta e ângulo de contato, onde no potencial zeta em pH 6 houve um deslocamento no perfil da hematita após a interação, indicando uma interação entre o FlotinorTM 5530 e a hematita, e no ângulo de contato houve um aumento em pH 6, indicando que houve a hidrofobização da partícula de hematita após a interação.

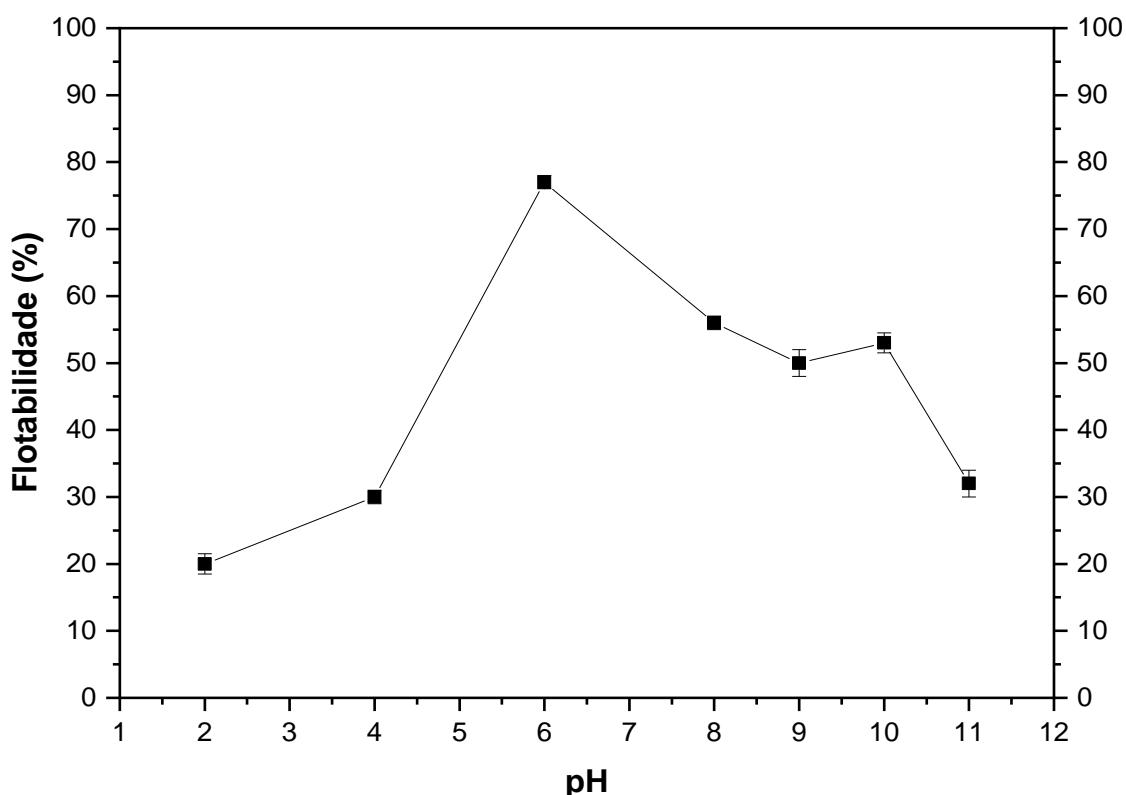


Figura 44. Efeito do pH na flotabilidade de hematita. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L.

A Figura 45 apresenta o efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na flotabilidade da hematita no pH 11. Com a finalidade de entender o comportamento do Flotinor, a concentração foi variada no pH que apresentou uma possível janela de seletividade, devido a isso o pH utilizado no perfil da concentração foi o pH 11. Finalmente, analisando os resultados obtidos, pode-se notar que a flotabilidade aumentou com o aumento da concentração entre 5 e 100 mg/L do coletor, atingindo aproximadamente 45% de flotabilidade, entretanto nota-se um perfil quase linear, indicando que o aumento da concentração não trouxe grande impacto na flotabilidade da hematita. Esses resultados estão em concordância com os ensaios realizados anteriormente de ângulo de contato e tensão superficial, nos quais o aumento da concentração do coletor aumentou o ângulo de contato hidrofobizando a hematita, e na tensão superficial, onde o FlotinorTM 5530 foi capaz de diminuir a tensão superficial da água com o aumento da concentração, até atingir sua CMC e com isso linearizando o perfil de tensão superficial em função da concentração. Essa linearização no perfil de flotabilidade em função da concentração pode estar relacionada à CMC do coletor que foi em 30 mg/L. Após essa concentração, podem estar formando micelas, que saturam a solução e podem afetar a flotabilidade da partícula (Merma et al., 2018).

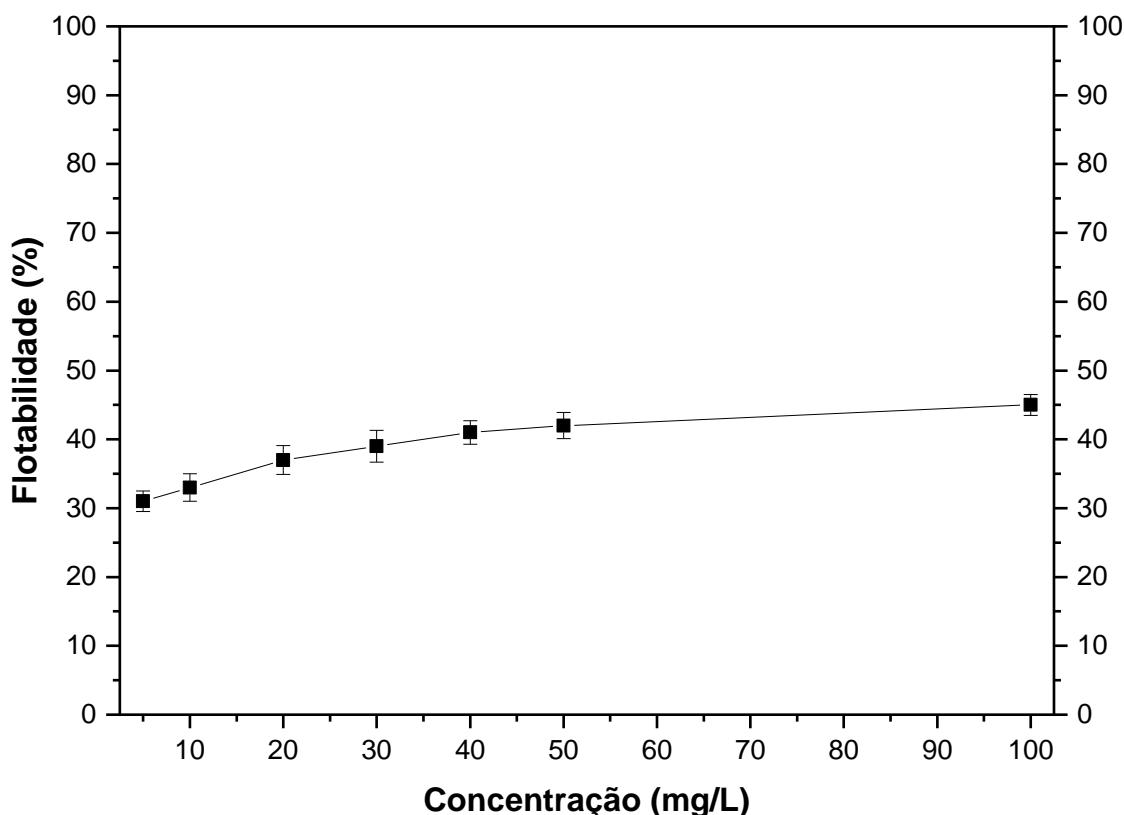


Figura 45. Efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na flotabilidade de hematita. pH 11.

A Figura 46 apresenta o efeito do pH na flotabilidade do quartzo utilizando 40 mg/L do coletor FlotinorTM 5530. Analisando os resultados, verifica-se que o aumento do pH favoreceu a flotabilidade do quartzo, sendo observada uma maior flotabilidade em pHs alcalinos. Em pH 8, nota-se o pico de flotabilidade de 98%, após o qual os demais pHs permaneceram constantes. Esses resultados estão em concordância com os encontrados na literatura utilizando o FlotinorTM 5530. Rocha (2021) estudou a microflotação do quartzo e observou um comportamento semelhante, reportando uma alta flotabilidade do quartzo entre os pHs 6 e 10,5.

Os resultados obtidos anteriormente nas análises de potencial zeta, ângulo de contato e tensão superficial corroboram com os obtidos na microflotação em tubo *Hallimond*. Na tensão superficial, os pHs alcalinos apresentaram as menores tensões superficiais, sendo que em pH 11 foi a menor entre elas. Já o ângulo de contato apresentou um grande aumento em pHs alcalinos, indicando uma forte hidrofobização das partículas, e o potencial zeta apresentou uma mudança no perfil do potencial zeta do quartzo, apresentando um deslocamento para a direita. O pH 11 apresentou uma boa janela de flotação para o sistema de flotação catiônica reversa, onde em pH 11 a flotabilidade foi de aproximadamente 98% para o quartzo e aproximadamente 30% para a hematita. Essa grande diferença na flotabilidade dos minerais é uma boa janela de seletividade para flotar o quartzo, indicando a necessidade de baixas dosagens de depressor para a flotação catiônica reversa.

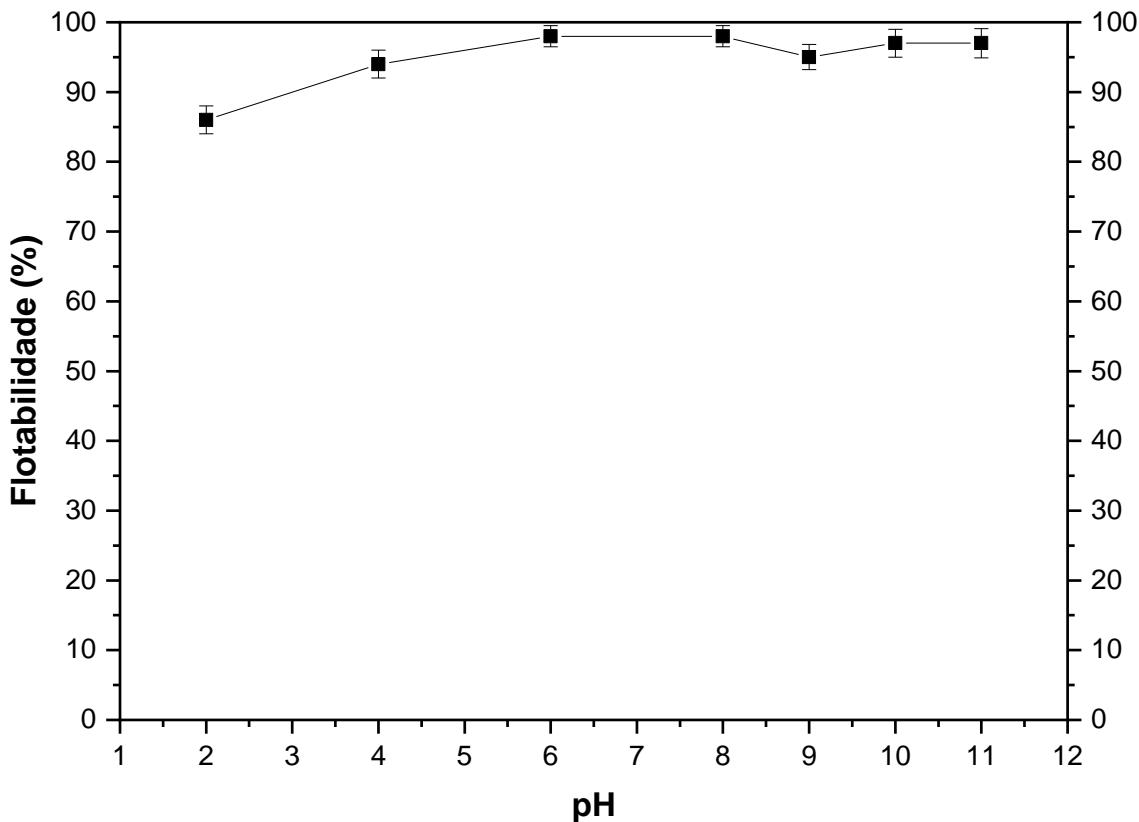


Figura 46. Efeito do pH na flotabilidade de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L.

A Figura 47 apresenta o efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na flotabilidade do quartzo no pH 11. Para compreender o efeito da concentração foi utilizado o melhor pH encontrado anteriormente. Portanto, com base nos resultados obtidos, nota-se que a flotabilidade aumentou com o aumento da concentração até a concentração de 30mg/L, atingindo aproximadamente 98% de flotabilidade. Apartir de 30mg/L a flotabilidade permaneceu constante nas demais concentrações analisadas (40, 50 e 100mg/L). O perfil de concentração do quartzo com FlotinorTM 5530 apresentou um resultado semelhante ao da hematita com FlotinorTM 5530, onde ao atingir a CMC, a flotabilidade permaneceu constante, o que é um indicativo de que após 30mg/L há a formação de micelas na solução. O resultado também está em concordâncias com os estudos de ângulo de contato, onde apartir de 30mg/L permaneceu constante. Segundo Viana (2006), espera-se que a hidrofobicidade do mineral sofra pouca alteração a partir de certa concentração de surfactante devido a formação de micelas.

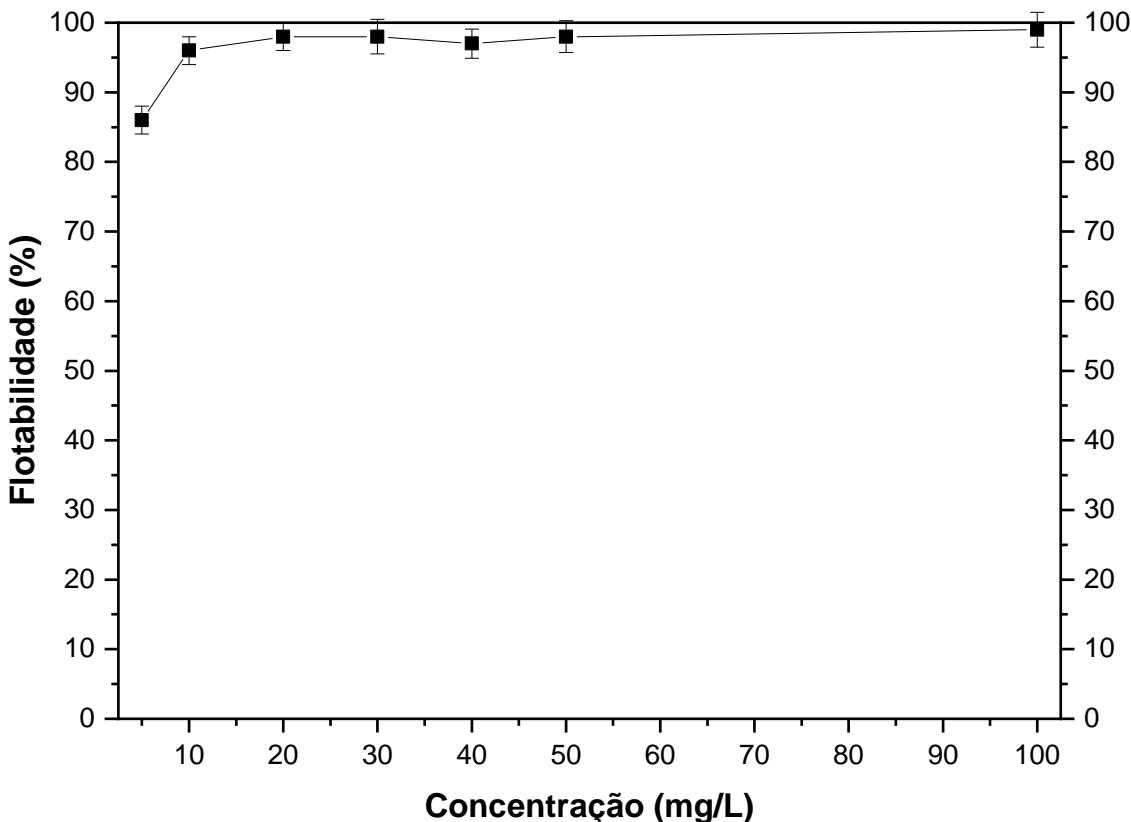


Figura 47. Efeito da concentração do Flotinor™ 5530 na flotabilidade de quartzo. pH 11.

6.6.3.

Ensaios de microflotação com Miristoil Putrescina

A Figura 48 apresenta o efeito do pH na flotabilidade da hematita utilizando 40 mg/L do coletor Miristoil Putrescina. Com base nos resultados obtidos, nota-se que a flotabilidade da hematita aumentou até o pH 10, alcançando sua maior flotabilidade em aproximadamente 41% e diminuindo em pH 11 para aproximadamente 36%. Esse comportamento pode estar relacionado ao pKa do coletor, visto que na literatura são reportados estudos que relataram o pKa de aminas em pH próximos a 10,5 (Monte et al., 2023). Esse pKa está de acordo com o pKa reportado para a Putrescina na literatura, onde é relatado um pKa em pH 10,8 (Perrin, 1965). Portanto, essa queda de flotabilidade pode estar relacionada ao pKa do coletor, que irá diminuir as espécies iônicas do coletor, diminuindo, por consequência, a concentração do mesmo em solução.

Esses resultados estão em concordância com os resultados de Potencial Zeta, ângulo de contato e tensão superficial, onde em pHs alcalinos atingiu a menor tensão superficial. Já no potencial Zeta em pH 10, indicava um deslocamento no perfil da hematita após a interação. No ângulo de contato em pH 10, o Miristoil Putrescina

aumentou o ângulo de contato da hematita, indicando que houve a adsorção do Miristoil Putrescina na superfície da hematita, sendo assim capaz de flotar o mineral. Esses resultados também estão em concordância com trabalhos reportados na literatura utilizando coletores à base de amina que apresentam comportamento semelhante para flotação de hematita (Liu et al., 2023; Rocha et al., 2022).

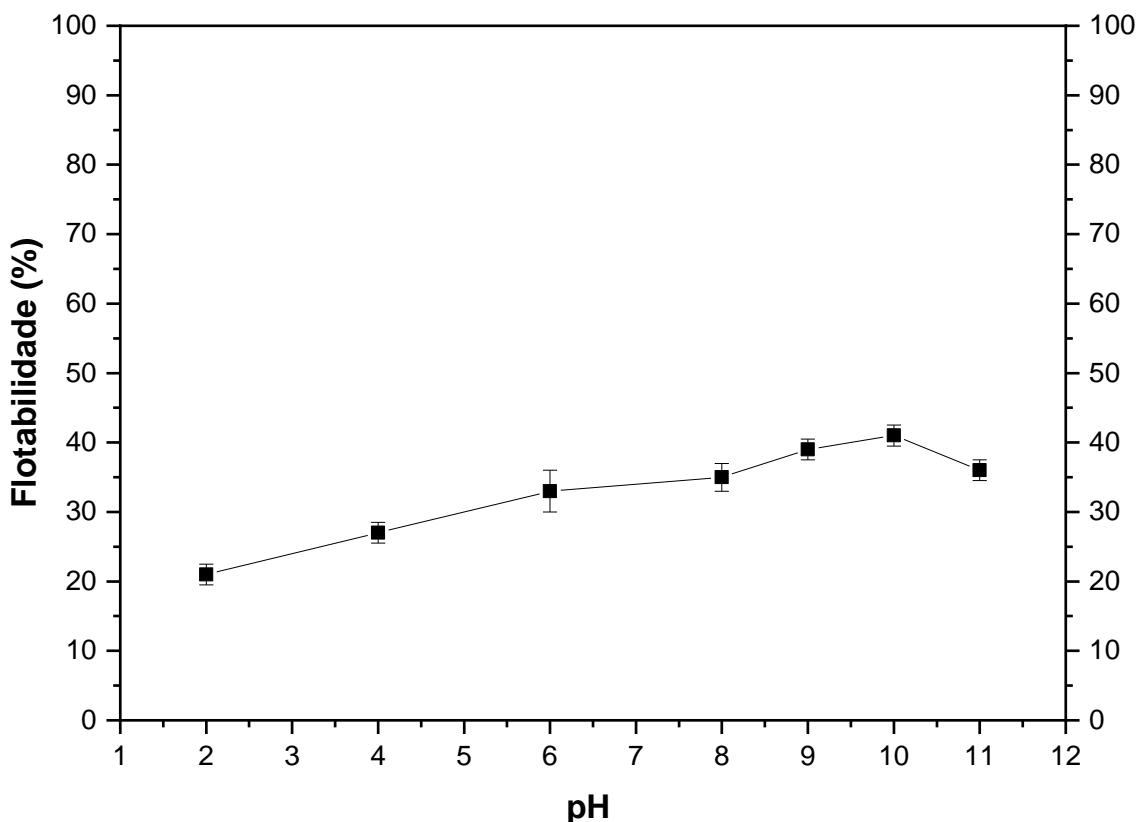


Figura 48. Efeito do pH na flotabilidade de hematita. Concentração do Miristoil Putrescina 40mg/L.

A Figura 49 apresenta o efeito da concentração do Miristoil Putrescina na flotabilidade da hematita no pH 11. O pH 11 foi onde ocorreu a maior janela de seletividade, portanto para entender o efeito da concentração nesse estudo visando compreender o comportamento da Miristoil Putrescina com relação a Hematita. Onde nota-se que os resultados obtidos, com o aumento da concentração, a flotabilidade aumentou em todo o perfil de concentração analisado, tendo um aumento em 100mg/L, onde atingiu cerca de 50% de flotabilidade, o que indica que o aumento da concentração pode prejudicar a seletividade do processo de flotação reversa. Estudos anteriores de ângulo de contato apoiam esses resultados, portanto mesmo com o decréscimo de flotabilidade ocorrido em pH 11, o aumento da concentração do Miristoil Putrescina beneficiou a flotabilidade da hematita, ao contrário do que ocorreu com o Flotinor™.

5530, após saturar a solução e formar as micelas, não houve prejuízo para a flotação. O coletor Miristoil Putrescina aumentou, o que pode ter ocorrido devido ao aumento de reagente na solução, comprimindo o reagente e, portanto, gerando mais espumas com bolhas menores e mais estabilidade, arrastando as partículas de hematita presentes na microcélula de flotação (Zhang, 2016; Melo et al., 2007).

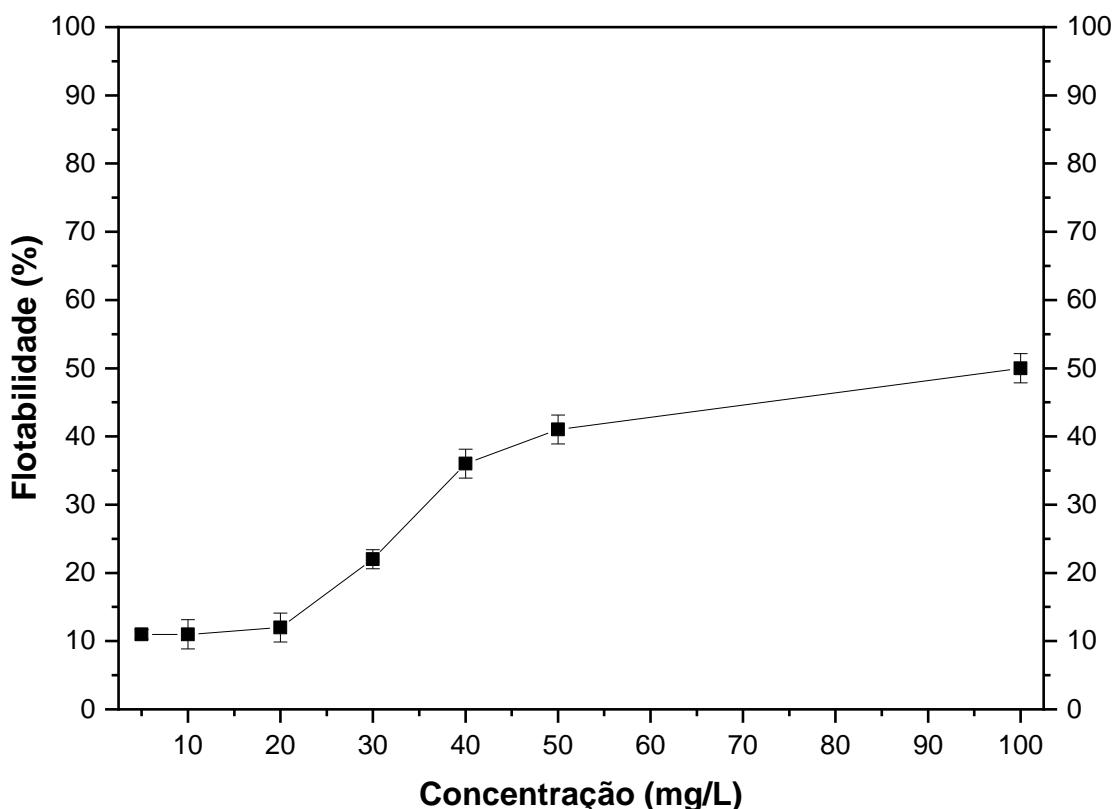


Figura 49. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na flotabilidade de hematita. pH 11.

A Figura 50 apresenta o efeito do pH na flotabilidade do quartzo utilizando 40 mg/L do coletor Miristoil Putrescina. Analisando os resultados, verifica-se que o aumento do pH favoreceu a flotabilidade do quartzo, resultando em maiores flotabilidades em pHs alcalinos. Em pH 10, foi observado o maior pico de flotabilidade, de aproximadamente 97%, e em pH 11 a flotabilidade permaneceu constante. Mesmo em pH próximo ao pKa da Putrescina, a flotabilidade do quartzo permaneceu alta. Esse fenômeno pode estar relacionado aos grupos aminos presentes na composição química do coletor.

Monte et al. (2023) estudaram as diferenças de pKa para mono e diaminas e observaram que a protonação no grupo secundário da diamina, em torno do pH 10,5, leva a menos grupos aminos ionizados na solução com dois tipos de amina. Os autores também relataram que esse fenômeno causa um efeito positivo, pois minimiza a

repulsão eletrostática entre os coletores catiônicos na camada de adsorção, o que pode explicar o melhor desempenho na flotação. Portanto, a escolha do pH de flotação próximo ao pKa do coletor leva à minimização da repulsão eletrostática.

Os estudos fundamentais realizados em etapas anteriores, como potencial zeta, ângulo de contato e tensão superficial, corroboram com os resultados obtidos na microflotação em tubo *Hallimond*. A tensão superficial foi menor em pHs alcalinos, e os maiores ângulos de contato foram alcançados em pHs alcalinos. Já o potencial zeta após a interação mostrou um deslocamento no perfil do quartzo. Todos os resultados anteriores indicavam a possibilidade de adsorção na superfície do quartzo e que poderiam ser utilizados para a sua flotação, o que foi confirmado com os resultados de flotação. Destaca-se o pH devido à sua alta flotabilidade de quartzo e baixa flotabilidade de hematita. Em pH 11, a flotabilidade de quartzo foi de cerca de 97% e de hematita de 35%, resultando em uma grande diferença. Essa diferença na flotabilidade dos minerais puros pode ser considerada uma janela de seletividade para flotar o quartzo em sistemas minerais ou em minérios de ferro, visto que o quartzo é o principal mineral de ganga.

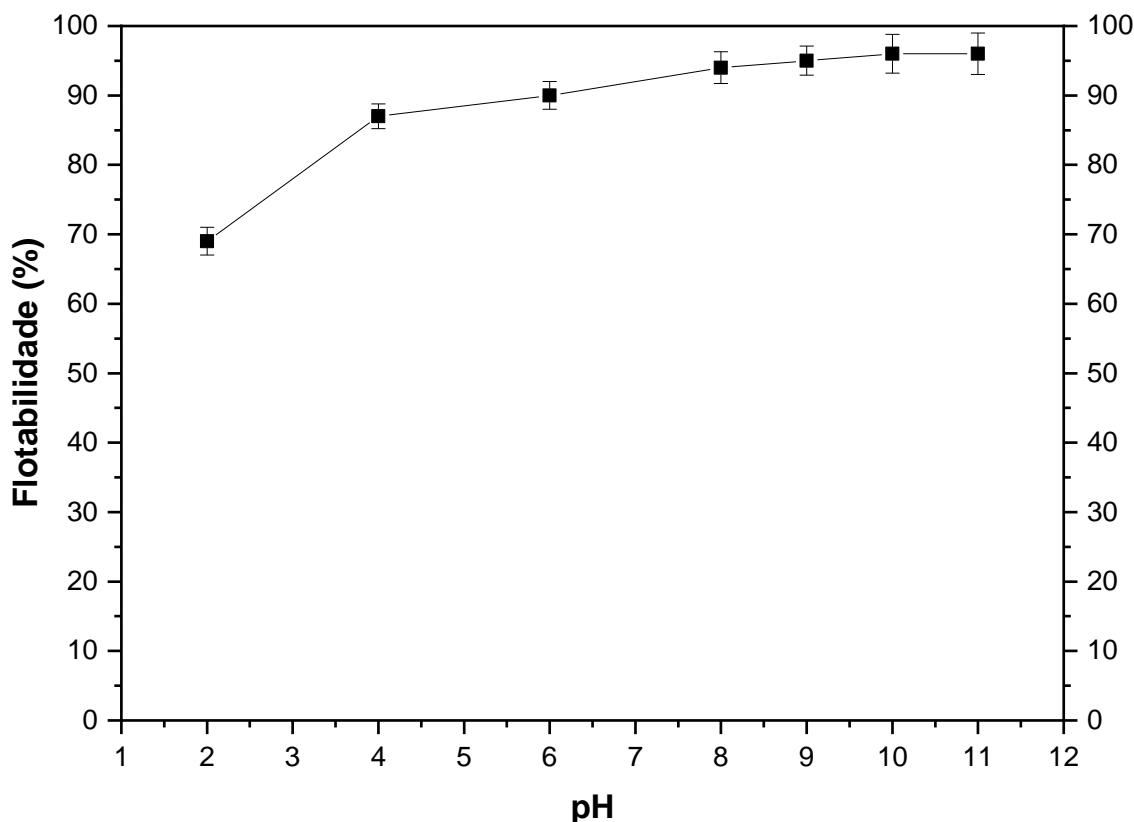


Figura 50. Efeito do pH na flotabilidade de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina 40mg/L.

A Figura 51 apresenta o efeito da concentração do coletor Miristoil Putrescina na flotabilidade de quartzo em pH 11. O pH 11 foi onde ocorreu maior flotabilidade, portanto para entender o efeito da concentração nesse estudo visando compreender o comportamento da Miristoil Putrescina com relação o Quartz. Com base nos resultados obtidos, verifica-se que a flotabilidade de quartzo aumentou com o aumento da concentração até 30mg/L, atingindo cerca de 98% de flotabilidade. A partir dessa concentração a flotabilidade permaneceu constante nas demais concentrações analisadas (40,50 e 100 mg/L). Os estudos fundamentais realizados anteriormente de tensão superficial e ângulo de contato corroboram com os resultados de microflotação em tudo hallimond, onde o aumento da concentração foi capaz de diminuir a tensão superficial até 40mg/L atingindo sua CMC e permanecendo constante nas demais concentrações, nos estudos de ângulo de contato o Miristoil Putrescina foi capaz de hidrofobizar o quartzo em todas as concentrações estudadas (5-50mg/L), mantendo um perfil linear. A hidrofobicidade do mineral tende a sofrer pouca alteração ao atingir a concentração micelar crítica (CMC) do surfactante, devido à formação de micelas (Martins, 2009).

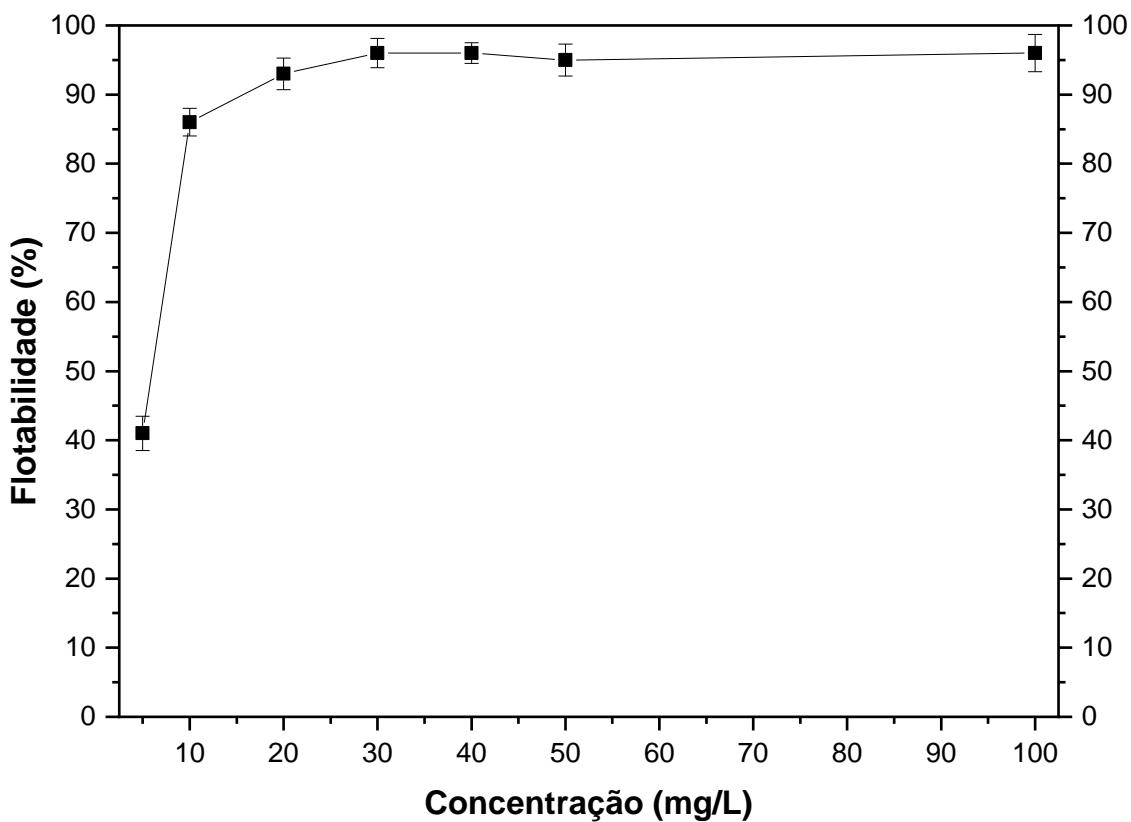


Figura 51. Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na flotabilidade de quartzo. pH 11.

6.7.

Ensaios de flotação em Sistema (Patridge-Smith)

6.7.1.

Ensaio de arraste

A Figura 52 apresenta o efeito do pH no arraste mecânico para o sistema mineral com 60% de hematita (Aproximadamente 42% de teor de ferro) e 40% de quartzo na fração granulométrica de -106+44 µm. Com base nos resultados obtidos, nota-se que em toda a faixa de pH analisada o arraste mecânico foi inferior a 5%, assim como para os ensaios de tubo hallimond, foi adotado arraste mecânico menor que 5% como baixo (Borges, 1993; Savassi, 1999; Simões, 2020). Com base nesse arraste mecânico é possível analisar de forma mais evidente a eficiência do processo de flotação.

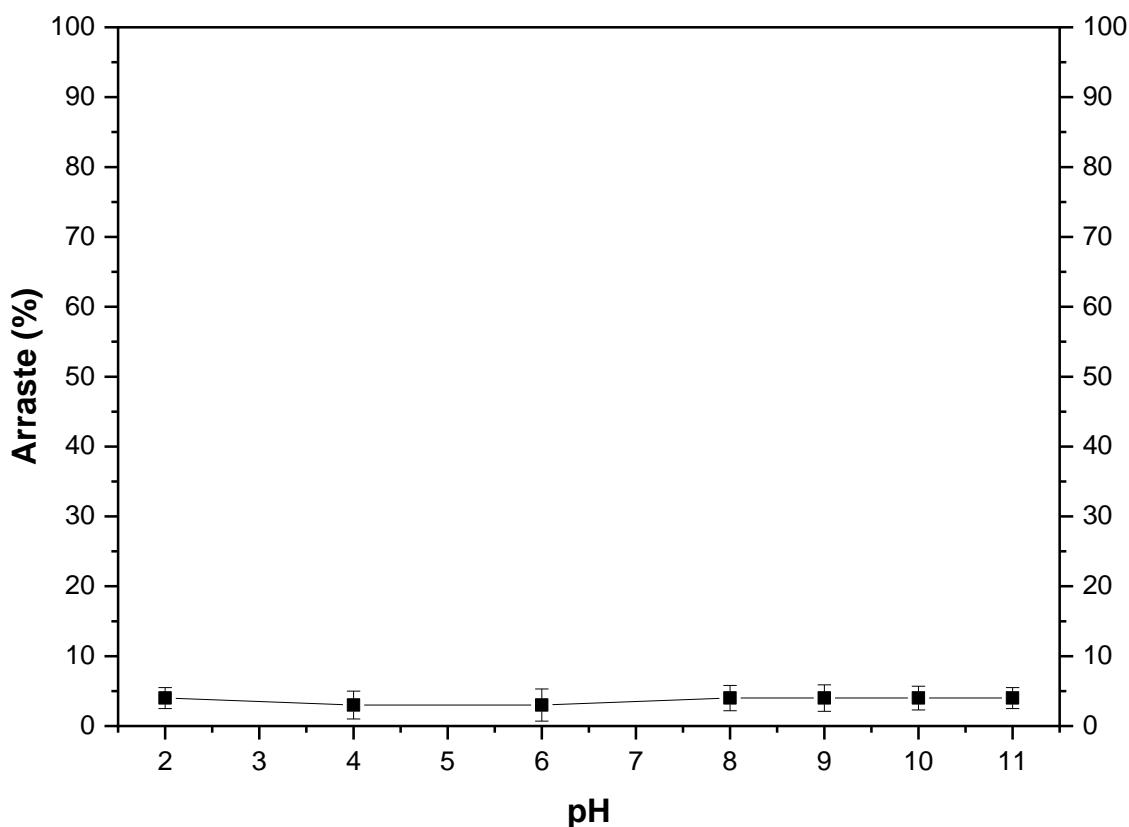


Figura 52. Efeito do pH do sistema no arraste mecânico do sistema mineral. Tamanho de partícula -106+44 µm.

6.7.2.

Ensaios de flotação em sistema com Flotinor™ 5530.

A Figura 53 apresenta o efeito do pH na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo no sistema mineral utilizando 40 mg/L de Flotinor™ 5530. Com base nos resultados obtidos, verifica-se que o aumento do pH favoreceu a Recuperação e teor de quartzo. Em pH 4, há um aumento significativo na recuperação metalúrgica, alcançando 96% e um teor de 47% de quartzo. A melhor condição foi alcançada em pH 11 com recuperação metalúrgica de 98% e um teor de quartzo de 80%, também foi possível observar que nessa condição o teor de ferro foi de cerca de 14,41, o que indica que houve uma boa recuperação de quartzo.

Esses resultados estão em concordância com os resultados de flotação individual em tubo Hallimond, onde em pH 11 a flotabilidade de quartzo foi de 98% e para a hematita de 30%, confirmando a janela de seletividade em pH 11. Matiolo et al. (2020) estudaram o Flotinor™ 5530 em flotação de coluna e relataram um aumento na flotação de quartzo em pH 10,5. Rocha et al. (2021) relataram a possibilidade de maior seletividade da amida-amina entre os dois minerais nos valores de pH 8 a 10,5, sem o uso do depressor.

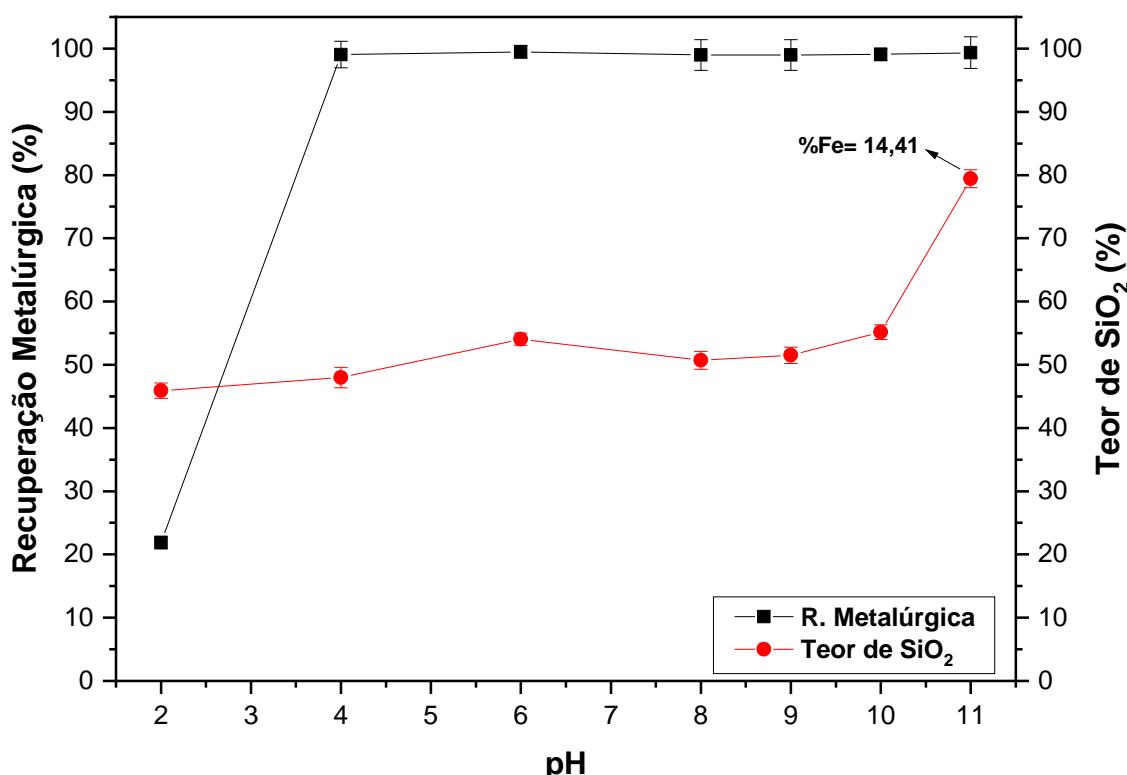


Figura 53. Efeito do pH na recuperação metalúrgica no sistema. Concentração 40mg/L.

A Figura 54 apresenta o efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo no sistema mineral em pH 11. Verifica-se que o aumento da concentração favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo até 20 mg/L, onde o teor de quartzo no flotado foi de aproximadamente 83% e a recuperação metalúrgica foi de 99%, com 12% de teor de ferro. Após essa concentração, a recuperação e o teor de quartzo diminuíram, enquanto o teor de ferro aumentou. Esse efeito mostra que, após 20mg/L, o aumento da concentração do FlotinorTM 5530 diminuiu a seletividade, flotando também a hematita.

Os testes individuais em tubo *Hallimond* corroboram com os resultados na *Patridge-Smith*, onde o aumento da concentração favoreceu a flotabilidade da hematita. Nesse aspecto, o aumento da concentração é negativo para a flotação catiônica reversa, onde ao aumentar a concentração diminuiu a seletividade do processo, pois o teor de ferro aumentou no concentrado. No entanto, não foi possível atingir um teor de ferro menor que 5% sem a presença de amido de milho, como reportado na literatura (Matiolo et al., 2020). Essa diferença pode estar relacionada ao tipo de flotação utilizada, onde os autores utilizaram flotação de coluna e obtiveram entre 3% e 38% de ferro no material flotado.

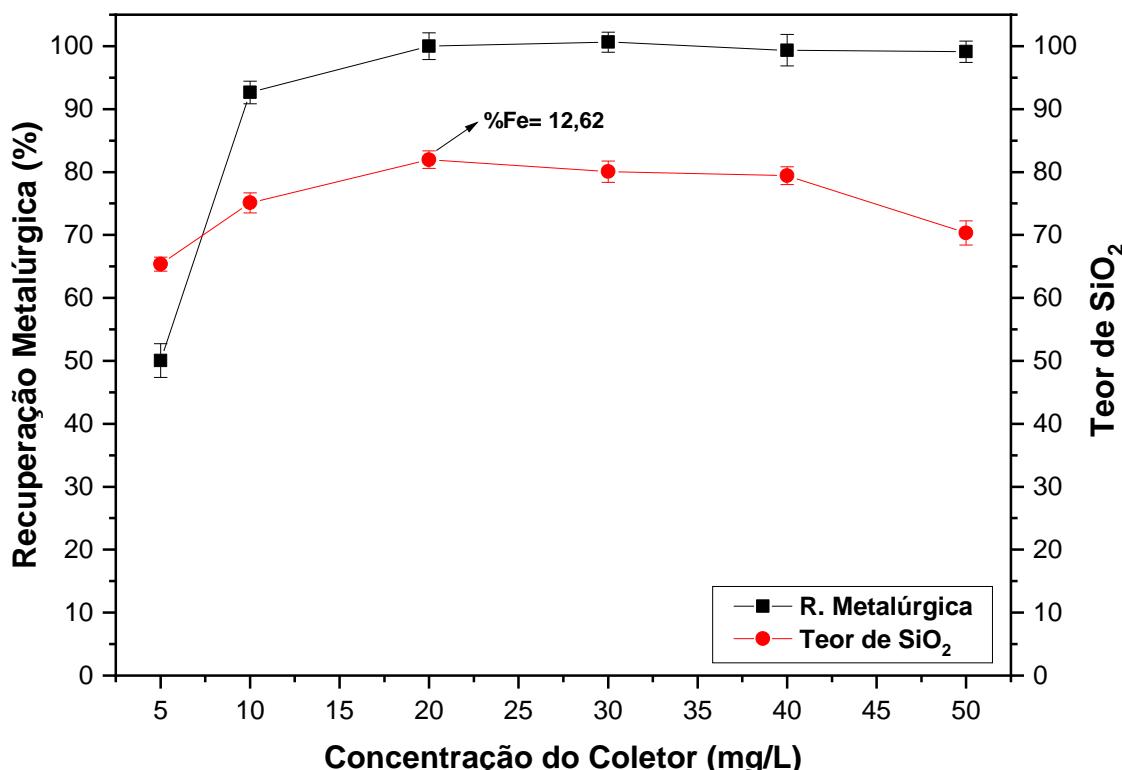


Figura 54. Efeito da concentração do coletor FlotinorTM 5530 na recuperação metalúrgica no sistema. pH 11.

A Figura 55 apresenta o efeito da concentração do depressor amido de milho na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo utilizando 20 mg/L de FlotinorTM 5530 e pH 11 no sistema mineral. Verifica-se que o aumento da concentração do amido de milho melhorou a seletividade do processo até a concentração de 30 mg/L, alcançando 99% de recuperação metalúrgica e 96% de teor de quartzo no flotado. Nesse ponto o teor de ferro no flotado foi de 3%. Após essa concentração, a recuperação e o teor de quartzo diminuíram, indicando que o aumento da concentração do depressor começou a prejudicar a flotação, deprimindo também o quartzo.

Esse fenômeno pode estar relacionado à interação entre as moléculas da amida-amina e do amido, dando origem ao efeito clatrato. Lima et al. (2013) relataram a formação de clatratos ocasionando a depressão do quartzo. Os autores também relataram que o efeito clatrato refere-se aos compostos moleculares de uma espécie que ocupam os espaços vazios na rede de outras espécies, formando um empacotamento do amido nos surfactantes e resultando na depressão de minerais hidrofóbicos.

Utilizando 20 mg/L de FlotinorTM 5530 em pH 11 e 30 mg/L de amido de milho, foi possível obter o melhor flotado com apenas 3% de teor de ferro. Já no não flotado, foi possível obter teor de ferro de 69% e 1,49% de quartzo, conseguindo uma alta qualidade para a recuperação da hematita. O amido melhorou a eficiência do processo de flotação, diminuindo o teor de hematita na espuma, minimizando a perda do mineral. Diferente do que foi relatado por Rocha (2021), que relatou que a dosagem do amido não teve efeito significativo na recuperação de massa e no teor de ferro e quartzo no concentrado.

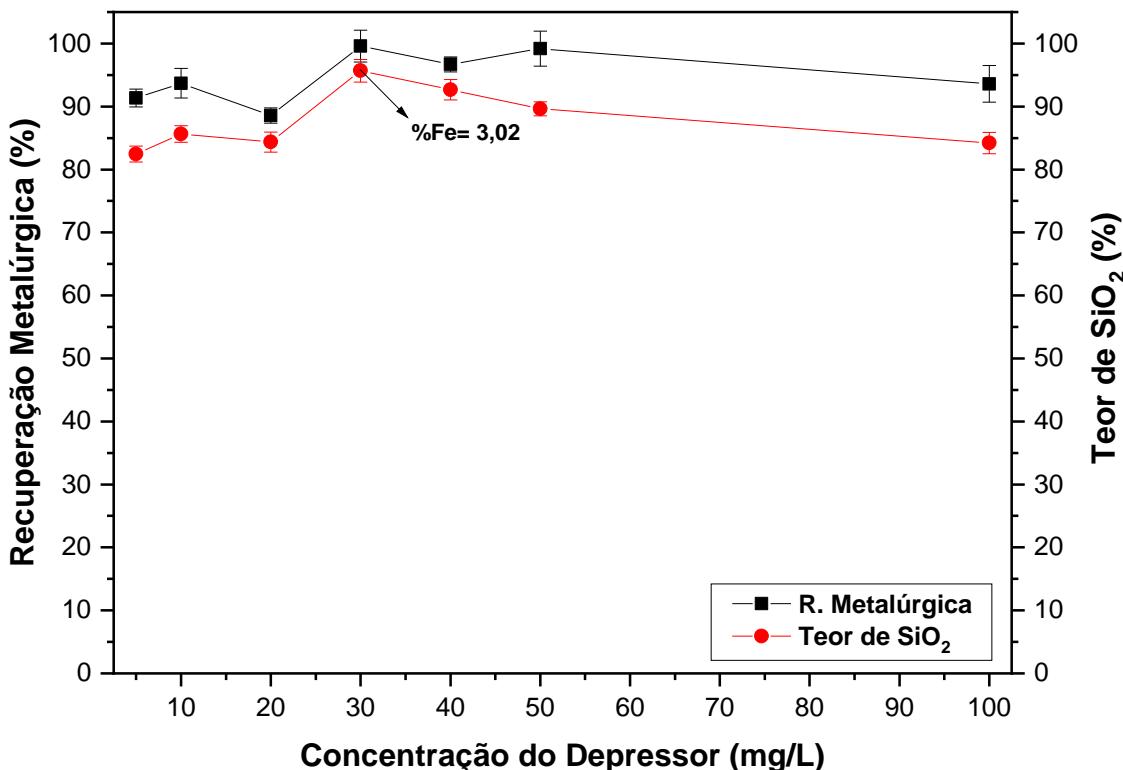


Figura 55. Efeito da concentração do depressor Amido na recuperação metalúrgica.

Concentração do Flotinor™ 5530 20mg/L e pH 11.

6.7.3.

Ensaios de flotação em sistema com Miristoil – Putrescina

A Figura 56 apresenta o efeito do pH na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo no sistema mineral utilizando 40 mg/L de Miristoil Putrescina. Com base nos resultados obtidos, verifica-se que o aumento do pH favoreceu a recuperação do quartzo, obtendo os melhores resultados em pH alcalino. Em pH 2 a recuperação metalúrgica foi de aproximadamente 10% com teor de quartzo de 20%. Já em pH 6 a recuperação metalúrgica teve um aumento para aproximadamente 30% e o teor de quartzo para aproximadamente 51%. Em pH 11 foi alcançando a maior recuperação de quartzo, com a recuperação metalúrgica de aproximadamente 95% e o teor de quartzo de 80%, com o de teor de ferro de aproximadamente 14%, entre os demais pHs, em pH 0 não flotado apresentou teor de ferro de aproximadamente 65% de teor de ferro e 7% de teor de quartzo. Esses resultados estão em concordâncias com os resultados de flotação individual em tudo *Hallimond*, onde em pH 11 a flotabilidade de quartzo foi de cerca 96% e para hematita de 36%, confirmado uma boa janela de seletividade em pH 11, apresentando um desempenho semelhante ao coletores comerciais Flotinor™ 5530. Liu et al. (2020) estudaram uma poliamina para flotação catiônica reversa, onde estudaram

uma mistura entre quartzo e hematita puras com teor de ferro de cerca de 41,27%. Os autores relataram a melhor recuperação mássica e teor de ferro em pH 10, atingindo cerca de 66% de teor de ferro no não flotado.

Conforme reportado na literatura, a introdução de novos grupos amino na molécula do Miristoil Putrescina favorece a formação de ligações de hidrogênios com os grupos silanol ionizados (Si-O) na superfície do quartzo, além da atração eletrostática dos íons positivos do surfactante (Araujo et al., 2020; Liu et al., 2020; Liu et al., 2019).

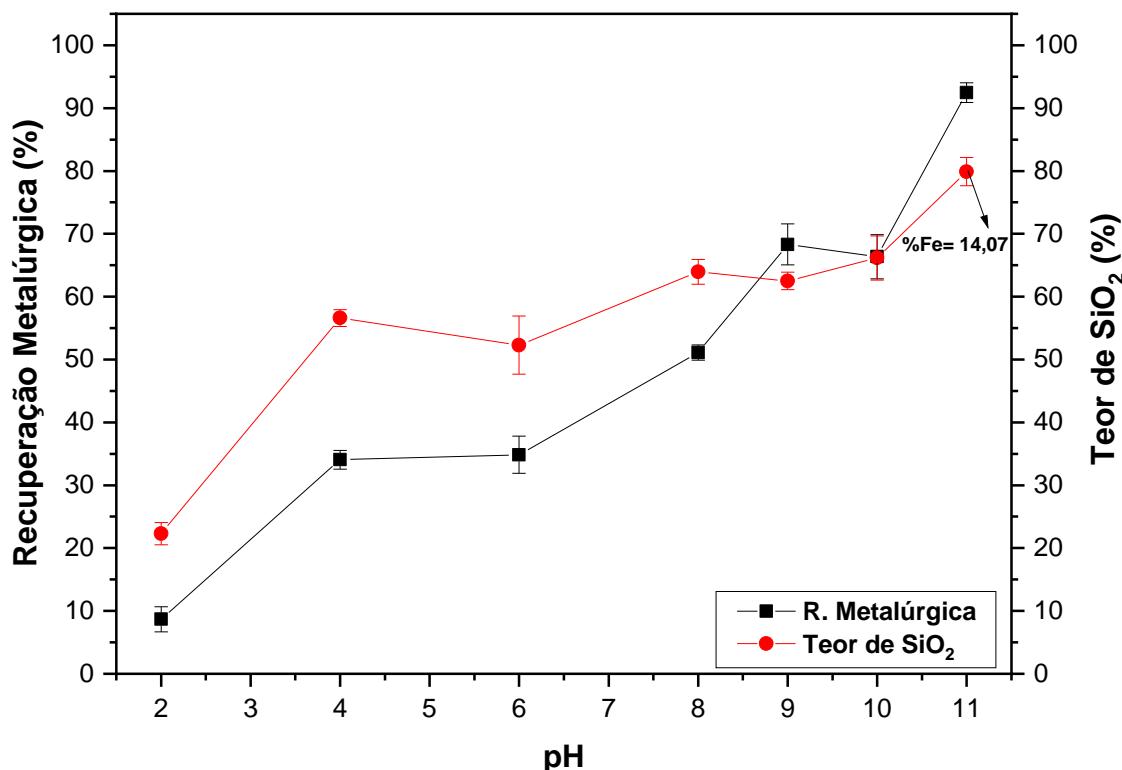


Figura 56. Efeito do pH na recuperação metalúrgica no sistema. Concentração do coletor: 40mg/L.

A Figura 57 apresenta o efeito da concentração do Miristoil Putrescina na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo no sistema mineral em pH 11. Verifica-se que o aumento da concentração favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo até atingir a melhor concentração, que foi 40 mg/L. Nessa concentração, a recuperação metalúrgica foi de aproximadamente 93% e o teor de quartzo aproximadamente 80%, com 14% de teor de ferro na espuma. Já no material não flotado, o teor de ferro foi de aproximadamente 65% e o teor de quartzo aproximadamente 7%. Após essa concentração, a recuperação e o teor de quartzo diminuíram, enquanto o teor de ferro aumentou, mostrando que a partir de 40 mg/L o Miristoil Putrescina diminuiu a seletividade, flotando também a hematita. Esse

comportamento é semelhante ao reagente comercial Flotinor™ 5530, que após uma determinada concentração diminui a seletividade, diminuindo a eficiência do processo com porcentagens de ferro na espuma de flotação e o aumento de quartzo no não flotado.

Os testes individuais em tubo *Hallimond* corroboram com os resultados na Patridge-Smith, onde os resultados mostram que o aumento da concentração favorece a flotabilidade de hematita, possivelmente relacionado com a quantidade de reagente em solução, promovendo uma espuma mais densa que pode acarretar um arraste mecânico dos minerais presentes na célula. Portanto, o aumento da concentração a partir de 40 mg/L para o Miristoil Putrescina é negativo, pois diminui a seletividade, aumentando a perda de hematita no flotado e o teor de quartzo no não flotado. No entanto, mesmo na melhor concentração, ainda há um teor considerável de ferro na espuma, sendo necessário o uso de depressor para minimizar a perda e aumentar o teor de ferro no não flotado, onde está o mineral de interesse do processo na flotação catiônica reversa. Liu et al (2020) estudaram o efeito da concentração de uma poliamina na flotação de quartzo e hematita e relataram que o aumento da concentração favoreceu a flotabilidade de quartzo e hematita, entretanto para a hematita apresentou um maior aumento, sendo negativo para a seletividade do processo.

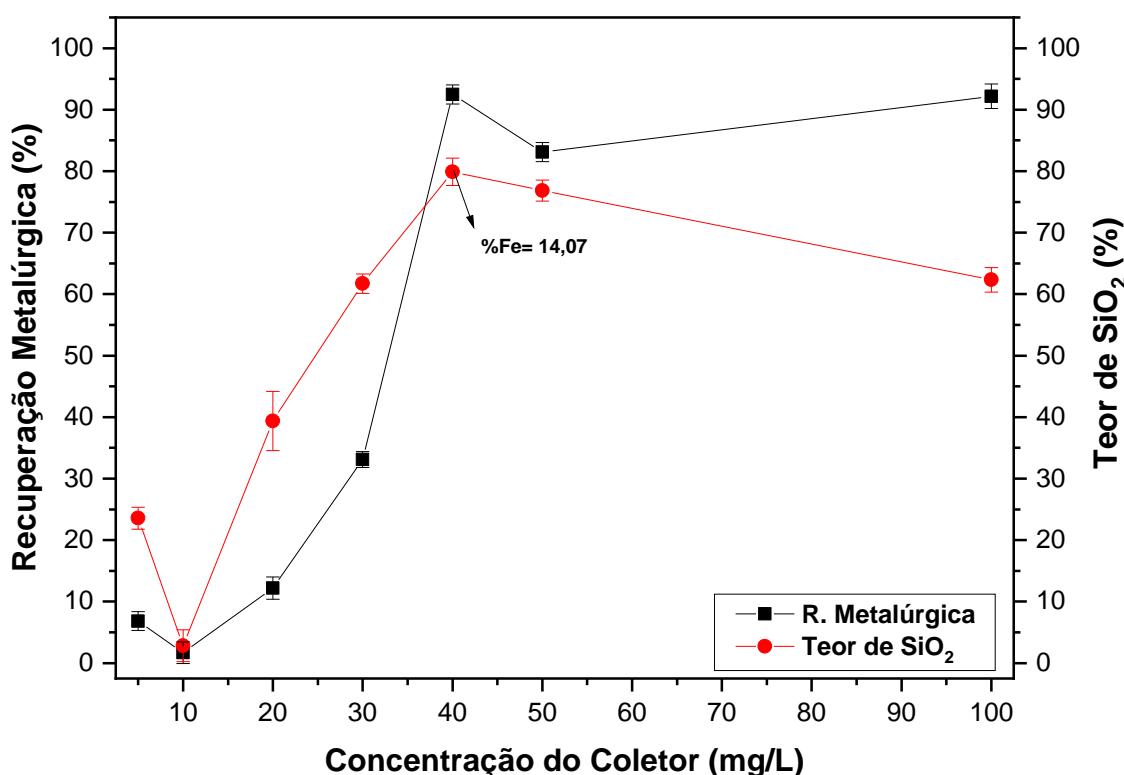


Figura 57. Efeito da concentração de putrescina na recuperação metalúrgica. pH 11.

A Figura 58 apresenta o efeito da concentração do depressor amido de milho na recuperação metalúrgica e no teor de quartzo no sistema mineral com 40 mg/L de Miristoil Putrescina e em pH 11. Verifica-se que o aumento da concentração do amido de milho melhorou a seletividade do processo até 50 mg/L, alcançando 95% de recuperação metalúrgica e aproximadamente 94% de teor de quartzo no material flotado, utilizando 40 mg/L de Miristoil Putrescina em pH 11 e 50 mg/L de amido de milho, foi possível obter o melhor flotado com apenas 4,47% de perda de teor de ferro na espuma. Já no material não flotado, o teor de ferro foi de 68% e o teor de quartzo de aproximadamente 3%. Após essa concentração, a recuperação e o teor de quartzo diminuíram, indicando que após 50 mg/L o aumento da concentração do depressor prejudicou a flotação, deprimindo também o quartzo. Esse fenômeno pode estar relacionado à interação entre as moléculas da poliamina e do amido, dando origem ao efeito clatrato. Lima et al. (2013) relataram a formação de clatratos ocasionando a depressão do quartzo, onde o efeito clatrato refere-se aos compostos moleculares de uma espécie que ocupam os espaços vazios na rede de outras espécies, formando um empacotamento do amido nos surfactantes e resultando na depressão de minerais hidrofóbicos.

Com isso, pode-se dizer que o amido melhorou a eficiência do processo, proporcionando maiores teores do mineral de interesse e menor teor de mineral de ganga. Liu et al. (2020) estudaram uma poliamina e o efeito da concentração do amido no desempenho de separação de minerais misturados artificialmente, os autores relataram que o aumento da concentração do amido não impactou significativamente no teor de ferro do não flotado, entretanto, após uma determinada concentração de depressor passou a diminuir o teor de ferro do não flotado, indicando que diminuiu a seletividade do processo.

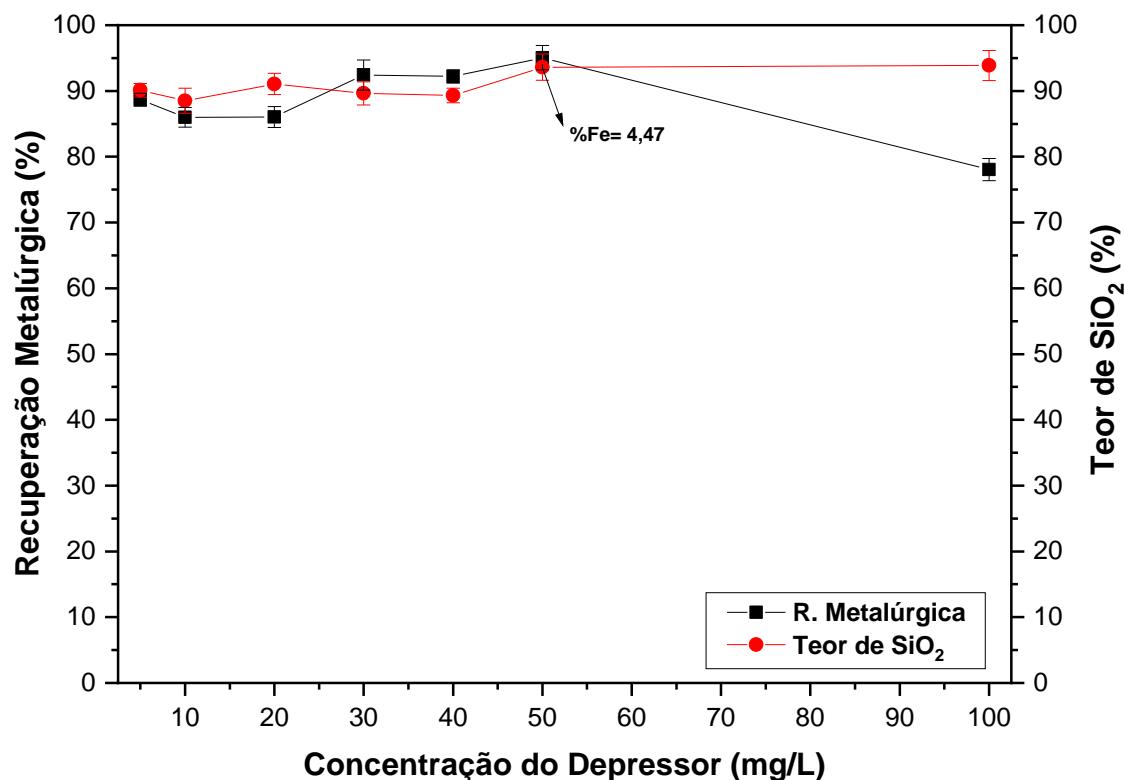


Figura 58. Efeito da concentração do depressor Amido na recuperação metalúrgica. pH 11. Concentração Miristoil Putrescina 40mg/L.

7.

Conclusões

O biocoletor estudado demonstrou ser potencialmente valioso, com baixa toxicidade, alta degradabilidade e eficiente para a flotação mineral. Sua adoção no processamento mineral é não apenas sustentável, mas também inovadora, contribuindo para práticas de mineração sustentáveis.

Os estudos de interação da Miristoil Putrescina com o quartzo e a hematita mostraram os primeiros indícios do potencial do coletor no estudo. Assim as análises de FTIR após a interação com o Miristoil Putrescina mostrou uma possível adsorção na superfície dos minerais quartzo e hematita, devido à presença dos grupos funcionais característicos da Miristoil Putrescina, como CH, NH, C=O, CH₂ e NH₂. A análise do potencial zeta sugeriu adsorção eletrostática, indicando uma interação eletrostática mais forte com a superfície do quartzo, que apresentou inversão de carga em pH 2,4, enquanto a hematita exibiu uma adsorção eletrostática fraca. O quartzo, que não apresentava PIE, passou a ter reversão de carga em pH 2,4 e uma alteração em todo o perfil do quartzo. Entretanto, a hematita não apresentou uma grande alteração na reversão de carga, indicando uma fraca adsorção eletrostática.

As medidas de tensão superficial demonstraram que o Miristoil Putrescina possui características tensoativas, reduzindo a tensão superficial da água de 70 mN/m para 39,74 mN/m em pH 11. A concentração micelar crítica (CMC) foi atingida em 40 mg/L de Miristoil Putrescina. As medidas de ângulo de contato mostraram que o Miristoil Putrescina foi capaz de hidrofobizar mais a superfície do quartzo em comparação a hematita, após a interação com o Miristoil Putrescina, que se tornaram mais hidrofóbicos, alterando o ângulo de contato de 34° para 89° e 44° para 61°, respectivamente.

Os estudos de microflotação individual do quartzo e hematita em tubo Hallimond mostraram resultados promissores devido à alta recuperação de quartzo utilizando baixas dosagens de coletor e baixa recuperação de hematita em condições específicas. Em pH 11, utilizando 30 mg/L de Miristoil Putrescina, a flotabilidade do quartzo foi de aproximadamente 98%, enquanto a flotabilidade da hematita foi de cerca de 36%. Esses resultados indicam uma excelente janela de seletividade para a flotação catiônica reversa.

Estes dados sugerem que o Miristoil Putrescina é altamente eficaz na separação seletiva de quartzo e hematita em diferentes condições de pH e concentração de coletor. Portanto, o Miristoil Putrescina apresenta um potencial significativo para aplicação na flotação catiônica reversa, oferecendo uma abordagem eficiente e seletiva para a separação de minerais em processos industriais.

Os resultados dos ensaios de flotação utilizando um sistema mineral confirmaram o potencial da Miristoil Putrescina como coletor seletivo do quartzo. O aumento do pH favoreceu a recuperação metalúrgica e o teor de quartzo, tendo o melhor resultado em pH 11, os testes em sistemas minerais confirmaram a flotação seletiva do quartzo, com os melhores resultados em pH 11, indicando alta seletividade para o quartzo. Esse comportamento pode estar relacionado à formação de ligações Si-OH na superfície do quartzo resultantes da ligação NH - O, além da interação eletrostática na superfície do quartzo. Além disso, o aumento da concentração do coletor até 40 mg/L foi benéfico e associado à CMC do biocoletor, após o qual a formação de micelas em solução aumentou a densidade da espuma e prejudicou a seletividade do processo. Os melhores resultados foram alcançados em pH 11, com 40 mg/L de Miristoil Putrescina e 50 mg/L de amido, obtendo uma espuma mineralizada com baixo teor de ferro (4%) e um concentrado com alto teor de ferro (68%) e baixo teor de quartzo (2,7%). Atingindo uma alta qualidade para a recuperação da hematita.

O coletor Miristoil Putrescina foi capaz de apresentar alta seletividade para ser utilizado na flotação catiônica reversa. Apesar de necessitar de dosagens maiores do que o coletor comercial FlotinorTM 5530, o Miristoil Putrescina foi capaz de atingir um produto final de qualidade assim como o FlotinorTM 5530, que na sua melhor condição, em pH 11, 20 mg/L de FlotinorTM 5530 e 30 mg/L de amido, obtendo um concentrado com teor de ferro de 69% e 1,5% de teor de quartzo. Entretanto, o Miristoil Putrescina apresenta características biodegradáveis por ser um composto encontrado na natureza e degradado por microorganismos, atrelado à possibilidade de obtenção por rota biológica, portanto o Miristoil Putrescina é um coletor com características ecologicamente corretas e que é capaz de alcançar produtos finais com alta qualidade, assim como os coletores comerciais.

8.

Referências bibliográficas

ABAKA-WOOD, G. B.; ADDAI-MENSAH, J.; SKINNER, W. A study of flotation characteristics of monazite, hematite, and quartz using anionic collectors. **International Journal of Mineral Processing**, v. 158, p. 55- 62, 2017.

Agência Nacional de Mineração (ANM), Anuário Mineral Brasileiro Principais Substâncias metálicas, 2022. Recuperado de <https://www.gov.br/anm/pt-br/assuntos/economia-mineral/publicacoes/anuario-mineral/anuario-mineral-brasileiro>. Acesso em 26/06/2024.

AGUIAR, M.A.M. Clatratos na flotação catiônica reversa de minério de ferro. 2014. 107 f. **Dissertação de mestrado** (Especialização em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2014.

ALBUQUERQUE, M. D. F., PEÇANHA, E. R., SIMÃO, R. A., FILHO, L. DE S. L., & MONTE, M. B. M., Curvas de forças entre hematita e quartzo por afm e seu efeito na seletividade do processo de flotação de minério de ferro / Force curves between hematite and quartz by afm and their effect on the selectivity of the iron ore flotation process. **Brazilian Journal of Development**, 2021., 7(4), 41357–41367. <https://doi.org/10.34117/bjdv7n4-547>

ALCÁZAR, R., BUENO, M., TIBURCIO, A.F., Polyamines: small amines with large effects on plant abiotic stress tolerance. **Cells** 9, 2373. 2020.

ARAUJO, A. C., VIANA, P. R. M., PERES, A.E.C. Reagents in iron ores flotation. **Minerals Engineering**, 18(2), 219–224, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.08.023>

ARAUJO, A. C.; PERES, A. E. C.; VIANA, P. R. M.; OLIVEIRA, J. F. Flotação de minérios de ferro. In: CHAVES, A. P. (Org.). Teoria e prática do tratamento de minérios: A flotação no Brasil. São Paulo: Signus, v. 4, 2^a edição, 484p, 2009.

ARAUJO, D.M.; YOSHIDA, M.I.; CARVALHO, C.F.; STAPELFELDET, F. Reciclagem de aminas na flotação de minério de ferro. Rem: **Revista Escola de Minas**, v. 61, 2008.

ARAUJO, V. A., Concentração Rougher de Lamas de minério de ferro por flotação catiônica reversa com uso de coletor do tipo amido-amina., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa pós graduação em engenharia de minas, metalúrgica e de materiais, 2022.

ARAUJO, V. A.; LIMA, N.; AZEVEDO, A.; BICALHO, L.; RUBIO, J. Column reverse rougher flotation of iron bearing fine tailings assisted by HIC and a new cationic collector. **Minerals Engineering**, 2020.

ASSEMI, S., NGUYEN, A.V., MILLER, J.D. Direct measurement of particle-bubble interaction forces using atomic force microscopy. **International Journal of Mineral Processing**, v. 89, n. 1-4, p. 65-70. 2008.

AVE, W.J. Projeto de Ferro Serra da Farofa. **MMX Mineração e Metálicos S.A.** 2009.

BAI, S., LI, J., BI, Y., YUAN, J., WEN, S., DING, Z., Adsorption of sodium oleate at the microfine hematite/aqueous solution interface and its consequences for flotation, **International Journal of Mining Science and Technology**, Volume 33, Issue 1, Pages 105-113, ISSN 2095-2686, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2022.09.012>.

BALTAR, C., Flotação em nova abordagem. Recife – Ed. UFPE. 537p., 2021.

- BALTAR, C. A. M. Flotação no tratamento de minérios. Departamento de Engenharia de Minas - UFPE, 9 capítulos, p. 213, 2010.
- BALTAR, C. A. M., Flotação no Tratamento de minérios. Recife: Departamento de Engenharia de Minas/UFPE, 2008.
- BEUKES, N.J., GUTZMER, J., MUKHOPADHYAY, J., The geology and genesis of high-grade hematite iron ore deposits, Australas Inst. Min. Metall, **Sage Journals**, Publ. Ser. 112 (7), 23–29, 2002.
- BEZERRA, C.G. Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento. 2017. 158 p. **Dissertação de mestrado** (Especialização em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.
- BICALHO, L.S., Flotação de minério de ferro dolomítico. 2019. 118p. **Dissertação de mestrado**. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais.
- BORGES, A. M. B. Arraste na flotação catiônica reversa de minérios de ferro, 91 f. **Dissertação de Mestrado** (Especialização em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, 1993.
- BUDEMBERG, G. Síntese de Coletores para flotação de minério de ferro. 130 f. - USP, [s. l.], 2016.
- BULATOVIC, S.M. Handbook of flotation reagents. United Kingdom, Ed. **Elsevier Science e Technology Books**, Netherlands, v. 1, 2007.
- BUTT, H., CAPPELLA, B., KAPPL, M., Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications. **Surface Science Reports**, v. 59, n. 1-6, p. 1-152, 2005.
- CARLSON, J. J., & KAWATRA, S. K., Factors affecting zeta potential of iron oxides. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, 34(5), 269–303, 2013. <https://doi.org/10.1080/08827508.2011.604697>
- CARVALHO, P. S. L; SILVA, M.M; ROCIO, M.A.R; Moszkowicz, J. (2014). Minério de ferro. **BNDES Setorial**, Rio de Janeiro, n. 39, p. 197-233, mar.
- CASTRO SH, VURDELA RM, LASKOWSKI J.S., The surface association and precipitation of surfactant species in alkaline dodecylamine hydrochloride solutions. **Colloids and Surfaces**, v. 21, p. 87-100, 1986.
- CHAVES, A.P., PERES, A.E.C., Teoria e Prática do Tratamento de Minérios: Britagem, Moagem e Peneiramento. São Paulo, ed. Signus, 2003.
- CHENG, Z., ZHU, Y., Froth stabilities and iron ore flotation of collectors 3-dodecyloxypropanamine and 3-tetradecyloxypropylamine: An experimental and molecular dynamics study, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Volume 652, 2022, 129903, ISSN 0927-7757, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129903>.
- CHO, Y.S.; LASKOWSKI, J.S., Effect of flotation frothers on bubble size and foam Stability. **Journal of Mineral Processing**, 64; p. 69-80, 2002.
- COATES, J. (2000). Interpretation of infrared spectra, a practical approach.
- CORREA, A.S., LIMA, R.M.F., Effect of dolomite on cationic reverse flotation of iron ore with amide-amine, **Minerals Engineering**, Volume 201, 2023, 108226, ISSN 0892-6875, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108226>.

- D, A., CYTEC – Manual de Productos Químicos para Minería – Edición Revisada., Cytec Industries Inc., Austrália, 2003.
- DANA, J.D., Manual de mineralogia. Rev. Cornelius S. Hurlbut, JR. Trad Rui Ribeiro Franco. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 667p, 1981.
- DEDES, V.E.L., Flotação catiônica reversa de minério de ferro usando soluções microemulsionadas e nanoemulsionadas. 2018. 38f. **Monografia** – Bacharelado em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, 2018.
- DEER, W.A., HOWIE, R.A., ZUSSMAN, J. Minerais Constituintes das Rochas-Uma Introdução. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1981. 558p.
- DEER. W.A., HOWIE, R.A., ZUSSMAN, J., An introduction to the rockforming minerals. London: Longman, 628p, 1977.
- DENG, R., ZUO, W., KU, J., YANG, Z., HU, Y., Synthesis of a cationic organic silicone surfactante and its application in the flotation of smithsonite. **International Journal of Mineral Processing**, 167, 113–121, 2017.
- DING, Z., LI, J., YUAN, J., YU, A., WEN, S., BAI, S., Insights into the influence of calcium ions on the adsorption behavior of sodium oleate and its response to flotation of quartz: FT-IR, XPS and AMF studies, **Minerals Engineering**, Volume 204, 108437, ISSN 0892-6875, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108437>.
- DONG, Z., ZHI, H., LI, W., MAN, X., YANG, X., FU, Y., Study on inhibition effect and mechanism of sodium humate in hematite reverse flotation. **Miner. Eng.** 189, 107883, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107883>.
- DUAN, H., LIU, W., WANG, X., LIU, W., ZHANG, X., Effect of secondary amino on the adsorption of N-Dodecylethylenediamine on quartz surface: A molecular dynamics study, **Powder Technol.** 351, 46–53, 2019.
- DUCKER, W.A., SENDEN, T.J., PASHLEY, R.M., Direct measurement of colloidal forces using an atomic force microscope. **Nature**, v. 353, p. 239-241, 1991.
- DUCKER, W.A., XU, Z., ISRAELACHVILI, J.N., Measurements of hydrophobic and DLVO forces in bubble-surface interactions in aqueous solutions. **Langmuir**, v.10, n. 9, p. 3279-3289, 1994.
- FAN, G., WANG, L., CAO, Y., LI, C., Collecting agent-mineral interactions in the reverse flotation of iron ore: a brief review, **Minerals** 10, 681, 2020.
- FERREIRA, R. F., Estudo de liberação das fases minerais em minérios de ferro. 2013. 228 f. **Dissertação de Mestrado** (Mestrado em Engenharia Mineral). Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto. 2013.
- FIELDEN, M.L., HAYES, R.A., RALSTON, J., Surface and capillary forces affecting air bubble-particle interactions in aqueous electrolyte. **Langmuir**, v.12, n. 15, p.3721-3727, 1996.
- FILIPPOV, L. O., SEVEROV, V. V., & FILIPPOVA, I. V., An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation. **International Journal of Mineral Processing**, 127, 62–69, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.01.002>
- FILIPPOV, L.O., FILIPPOVA, I.V., SEVEROV, V.V., The use of collectors mixture in the reverse cationic flotation of magnetite ore: The role of Fe-bearing silicates. **Miner. Eng.** 23, 91–98, 2010. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2009.10.007>.
- FILIPPOV, L.O., SILVA, L.A., PEREIRA, A.M., BASTOS, L.C., CORREIA, J.C.G., SILVA K., PIÇARRA, A., FOUCAUD, Y., Molecular models of hematite, goethite, kaolinite, and quartz: surface terminations, ionic interactions, nano topography, and water

- coordination, **Colloids Surfaces A Physicochem.** Eng. Asp. 129585, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129585>.
- FU, Y., HOU, Y., WANG, R., WANG, Y., YANG, X., DONG, Z., LIU, J., MAN, X., YIN, W., YANG, B., TANG, H., Detailed insights into improved chlorite removal during hematite reverse flotation by sodium alginate. **Miner. Eng.** 173, 107191, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107191>.
- FUERSTENAU, D. W.; Pradip. Zeta potentials in the flotation of oxide and silicate minerals. **Advances in colloid and interface science**, v. 114, p. 9-26, 2005.
- FUERSTENAU, M.C.; JAMESON, G.; YOON, R. ed. Froth Flotation: a century of innovation. **Society for Mining, Metallurgy an Exploration**, p.28-41, 2007.
- GOHARI, G., PANAHIRAD, S., SEPEHRI, N., AKBARI, A., JAFFARI, H., ZAHEDI, S.M., DADPOUR, M. R., Fotopoulos, V., Enhanced tolerance to salinity stress in grapevine plant through application of carbon quantum dots functionalized by proline. **Environ. Sci. Pollut. Res.** 28, 42877–42890, 2021b.
- GUEDES, T.S., Estudo sobre Coletores na Flotação Catônica reversa de Minérios de Ferro Itabiríticos. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 80 p. (**Monografia**, Especialização, Engenharia de Recursos Minerais), 2012.
- GUIMARÃES, N.C., Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas. 2011. 129 f. **Dissertação de mestrado** (Especialização em Engenharia metalúrgica e de minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.
- HACHA, R.R., TOREM, M.L., MERMA, A.G., COELHO, V.F.S., Electroflotation of fine hematite particles with Rhodococcus opacus as a biocollector in a modified Partridge-Smith cell. **Minerals Engineering**, [s.l.], v. 126, p.105-115, 2018.
- HAN, W., ZHU, Y., GE, W., LIU, J., LI, Y., Curdlan as a new depressant of hematite for quartz-hematite reverse flotation separation. **Miner. Eng.** 185, 107708, 2022a. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107708>.
- HAO, H., LI, L., YUAN, Z., PATRA, P., SOMASUNDARAN, P., Adsorption diferentes of sodium oleate on siderite and hematite. **Minerals Engineering**, 137, 10-18, 2019.
- HEIBATI-GOOJANI, F., FARHADIAN, S., SHAREGHI, B., SHAHRAKI, F.H., ZIAEE, E., Insights into the binding mechanism of Putrescine on α -amylase by multiple spectroscopic techniques and molecular docking, **Journal of Molecular Structure**, Volume 1242, 130702, ISSN 0022-2860, , 2021. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.130702>.
- HENRIQUES, A. B., Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: Hematita, Goethita e Magnetita. 206f. **Tese de Doutorado**, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.
- HERNÁNDEZ SIMÓN, Z.J., LUNA LÓPEZ, J.A., DE LA LUZ, A.D.H., PÉREZ GARCIA, S.A., BENÍTEZ LARA, A., GARCÍA SALGADO, G., MARTÍNEZ HERNÁNDEZ, H.P., Spectroscopic properties of Si-nc in SiOx films using HFCVD. **Nanomaterials**. 10(7), 1415, 2020.
- HOEILAND, S., BARTH, T., BLOKHUS, A. M., & SKAUGE, A., The effect of crude oil acid fractions on wettability as studied by interfacial tension and contact angles. **Journal Petroleum Science Engineering**, v.30, p.91-103, 2001.
- HOUOT, R., Beneficiation of iron ore by flotation - Review of industrial and potential applications. **International Journal of Mineral Processing**, 10(3), 183–204, 1983. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(83\)90010-8](https://doi.org/10.1016/0301-7516(83)90010-8)

- HUANG, Z., ZHONG, H., WANG, S., XIA, L., ZOU, W., LIU, G., Investigations on reverse cationic flotation of iron ore by using a Gemini surfactant : Ethane-1, 2-bis (dimethyl-dodecyl-ammonium bromide). **Chem. Eng. J.** 257, 218–228, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.07.057>.
- HUNTER, R. Foundations of Colloid Science. Oxford Science Publications, Vol. I, pág 316-391, 1993.
- HUNTER, R. J. Zeta potential in colloid science - Principles and applications. Academic Press, p. 59-175, 1981.
- ISRAELACHVILI, J.N., Intermolecular and Surface Forces. 3^a impressão. San Diego: Academic Press, 1989.
- IWASAKI, I., COOKE, S. R. B., CHOI, H. S., Flotation characteristics of hematite, goethite, and activated quartz with 18-carbon aliphatic acids and related compounds. **American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers**. Transactions, 217, 237-244, 1960.
- JENSEN, J.V.K., EBERHARTDT, D., WENDISCH, V.F., Modular pathway engineering of *Corynebacterium glutamicum* for production of the glutamate-derived compounds ornithine, proline, putrescine, citrulline, and arginine, **Journal of Biotechnology**, Volume 214, Pages 85-94, ISSN 0168-1656, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2015.09.017>.
- JIA, K., LU, Y., LIU, J., CHENG, S., LIU, S., CAO, Y., LI, G., Selective flotation separation of hemimorphite from quartz using the biosurfactant sodium N-lauroylsarcosinate as a novel collector, **Minerals Engineering**, Volume 198, 108073, ISSN 0892-6875, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108073>.
- KELLY, E.G.; SPOTTIWOOD, D.J., Introduction to mineral processing. Michigan University: Wiley, 491 p., 1982.
- KEMP, W., Espectroscopia orgânica. St Marin's Press Palgrave Pub Ltd, Nova York, 1991.
- KLEIN, C., HURLBUT, JR., C.S. Manual of Mineralogy. 20 ed new York: john Wiley & Sons, 596p, 1985.
- LEC, L.L.; VORONOV, R.S.; PAPAVASSILIOU, D.V., Review of Fluid Slip Over Superhydrophobic Surfaces and Dependence on Contact Angle. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 47, p. 2455-2477, 2008.
- LEJA, J.; RAO, R. Surface chemistry of froth flotation. 2nd ed. New York: Springer, 2004.
- LELIS, D.F.L., Influência de cátions Ca²⁺, Mg²⁺ E Mn²⁺ na flotação reversa de minério de ferro. **Dissertação de Mestrado**, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mineral. UFOP, 89, 2014.
- LÉVY, R., MAALOUM, M., Measuring the spring constant of atomic force microscope cantilevers: thermal fluctuations and other methods. **Nanotechnology**, v. 13, n.1., p 33-37, 2002.
- LI, G., HUANG, D., WANG, L., DENG, Y., Highly efficient whole-cell biosynthesis of putrescine by recombinant *Escherichia coli*, **Biochemical Engineering Journal**, Volume 166, 107859, ISSN 1369-703X, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2020.107859>.
- LI, R., LUO, X., WEN, S., LI, C., WEI, D., YANG, W., ZHANG, Y., ZHU, Y., WANG, Y., Three-phase froth stability in hematite flotation using DDA as a collector, **Minerals Engineering**, Volume 195, 108023, ISSN 0892-6875, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108023>.

- LI, X., ZHANG, Q., HOU, B., YE, J., MAO, S., LI, X., Flotation separation of quartz from collophane using an amine collector and its adsorption mechanisms, **Powder Technology**, Volume 318, Pages 224-229, ISSN 0032-5910, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.06.003>.
- LIANG, Q., XU, W., MEI, G., TIAN, Y., GUO, C., PAN, W., Synthesis of photosensitive quaternary ammonium collector and its flotation performance and mechanism for quartz, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Volume 661, 2023.
- LIMA, N. P.; SILVA, K.; SOUZA, T.; FILIPPOV, L., The Characteristics of Iron Ore Slimes and Their Influence on The Flotation Process. **Minerals**, v. 10, n. 8, p. 675-686, 30 jul. 2020.
- LIMA, N.P., VALADÃO, G.E.S., PERES, A.E.C., Effect of amine and starch dosages on the reverse cationic flotation of an iron ore. **Miner. Eng.** 45, 180–184, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.03.001>.
- LIMA, O. A., Suspensão de partículas grossas em células mecânicas de flotação. 2009. 231 f. **Tese de Doutorado** (Especialização em Engenharia metalúrgica) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2009.
- LIMA, R. M. F., BRANDÃO, P. R. G., & PERES, A. E. C., The infrared spectra of amine collectors used in the flotation of iron ores. **Minerals Engineering**, 18(2 SPEC. ISS.), 267–273, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.10.016>
- LINS, F.F., Uma Metodologia para Cálculo da Constante de Hamaker de Minerais e Aplicação da Teoria X-DLVO à Agregação e Flotação de Talco. **Tese de Doutorado**. COPPE/UFRJ; Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 1995.
- LIU W.G., LIU W.B., DAI S.J., WANG B.Y., Adsorption of bis(2-hydroxy-3-chloropropyl) dodecylamine on quartz surface and its implication on flotation. **Results Phys**; 9:1096–101, 2018.
- LIU, C., DENG, J., NI, C., WANG, D., XUE, K., XU, L., ZHANG, X., Reverse froth flotation separation of limonite and quartz with cationic Gemini surfactant, **Miner. Eng.** 177, 2022. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2022.107391>.
- LIU, W., LIU, W., WANG, X., WEI, D., & WANG, B., Utilization of novel surfactant N-dodecyl-isopropanolamine as collector for efficient separation of quartz from hematite. **Separation and Purification Technology**, 162, 188–194, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.02.033>
- LIU, W., LIU, W., WEI, D., LI, M., ZHAO, Q., & XU, S., Synthesis of N,N-Bis(2-hydroxypropyl)laurylamine and its flotation on quartz. **Chemical Engineering Journal**, 309, 63–69, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.10.036>
- LIU, W., LIU, W., ZHAO, Q., PENG, X., WANG, B., ZHOU, S., Investigating the performance of a novel polyamine derivative for separation of quartz and hematite based on theoretical prediction and experiment. **Sep Purif Technol**, 237, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.116370>.
- LIU, W., LIU, W., ZHAO, Q., PENG, X., WANG, B., ZHOU, S., ZHAO, L., Investigating the performance of a novel polyamine derivative for separation of quartz and hematite based on theoretical prediction and experiment, **Separation and Purification Technology**, Volume 237, 2020.
- LIU, W., PENG, X., LIU, W., TONG, K., SHEN, Y., ZHAO, Q., ZHAO, S., SUN, W., Novel polyhydroxy cationic collector N-(2,3-propanediol)-N-dodecylamine: Synthesis and flotation performance to hematite and quartz, **International Journal of Mining Science**

and Technology, Volume 33, Issue 1, Pages 115-122, ISSN 2095-2686, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2022.09.020>.

LIU, W., TONG, K., DING, R., LIU, W., ZHAO, P., SUN, W., ZHAO, Q., ZHAO, S., Synthesis of a novel hydroxyl quaternary ammonium collector and its selective flotation separation of quartz from hematite, **Minerals Engineering**, Volume 200, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108109>.

LIU, W., ZHAO, Q., SHEN, Y., WANG, X., WANG, B., PENG, X., Design and flotation performance of a novel hydroxy polyamine surfactant based on hematite reverse flotation desilication system, **Journal of Molecular Liquids**, Volume 301, 112428, ISSN 0167-7322, 2020.

LIU, W.; ZHANG, Y.; LASKOWSKI, J.S., The adsorption of polysaccharides onto mineral surfaces: an acid/base interaction. **International Journal of Mineral Process**, v.60, p. 229-245, 2000.

LIU, W.G., WEI, D.Z., CUI, B.Y., Collecting performances of N-dodecylethylene-diamine and its adsorption mechanism on mineral surface. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China** (English Edition), 21(5), 1155–1160, 2011. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)60836-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)60836-4)

LOPES, G. M., LIMA, R. M. F., Flotação direta de minério de ferro com oleato de sódio. Rem: **Revista Escola de Minas**, 62(3), 323–329, 2009. <https://doi.org/10.1590/s0370-44672009000300010>

LU, B., LI, P., LIU, H., ZHAO, L., WEI, Y., Synthesis of hexagonal pyramidal columnar hematite particles by a two-step solution route and their characterization. **Powder Technol.**, 215-216, 132-136, 2012.

LUZ, B. A., FRANÇA, A.S., BRAGA, P.F.A., Tratamento de minérios.In: CETEM/MCTI, 6° ed. 984 p, 2018.

MA, M., Froth Flotation of Iron Ores. **International Journal of Mining Engineering and Mineral Processing**, 1(2), 56–61, 2012. <https://doi.org/10.5923/j.mining.20120102.06>

MA, X., MARQUES, M., GONTIJO, C., Comparative studies of reverse cationic/anionic flotation of Vale iron ore. **Int. J. Miner. Process.** 100, 179–183, 2011. <https://doi.org/10.1016/J.MINPRO.2011.07.001>.

MARMUR, A., Solid-Surface Characterization by wetting. **Annual Review of Materials Research**, v. 39, p. 473-489, 2009.

MARTINS, M. Molhabilidade da apatita e sua influência na flotação, 120 f. **Tese de Doutorado** (Especialização em Engenharia Metalúrgica) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 2009.

MATIOLI, E., COUTO, H. J. B., LIMA, N., SILVA, K., FREITAS, A.S., Improving recovery of iron using column flotation of iron ore slimes, **Minerals Engineering**, Volume 158, 106608, 2020. ISSN 0892-6875, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106608>.

MAZZINGHY, D.B., Metodologia para Escalonamento e Simulação de Moinho Vertical. 162 f. **Tese de Doutorado** (Especialização em Engenharia metalúrgica, materiais e de minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2012.

MELO, F., LASKOWSKI, J.S., Effect of frothers and solid particles on the rate of water transfer to froth. **Int. J. Miner. Process.** 84 (1–4), 33–40, 2007.

Merma, A. G., Torem, M. L., Morán, J. J., & Monte, M. B., On the fundamental aspects of apatite and quartz flotation using a Gram-positive strain as a bioreagent. **Minerals Engineering**, v. 48, p. 6167, 2013.

MILLER, J.D., SHRIMALI, K., JIN, J., HASSAS, B.V., WANG, X., The surface state of hematite and its wetting characteristics, **Journal of Colloid and Interface Science**, Volume 477, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.05.030>.

Mineralogy Database, 2024. Recuperado de <https://www.webmineral.com>. Acesso em: 26/06/2024.

MONTE, M.B.M., PERES, A.E.C., Química de Superfície na Flotação. In: DA LUZ, A.B., SAMPAIO, J. A., FRANÇA, S.C.A.. Tratamento de Minérios. 5ª Edição. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral, CETEM, Volume Único, Capítulo10, páginas 397- 461, 2010.

MONTE, M.B.M.M., PIMENTAL, D.A., ALBUQUERQUE, M.D.F., NEUMANN, R., SILVA, L.A., CORRERIA, J.C.G., ULIANA, A., Synergism of mixed cationic collectors in the flotation of quartz unveiled by AFM, solution chemistry and quantum chemical calculations, **Journal of Molecular Liquids**, Volume 376, 121397, ISSN 0167-7322, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.121397>.

MONTEIRO, R.S., MATIOLO, E., FREITAS. A.S., Medidas de ângulo de contato com coletor tipo amido-amina no quartzo e hematita., Mineralis CETEM, XXX Jornada de Iniciação Científica e VI Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação. 2022.

MONTES-SOTOMAYOR, S., HOUOT, R., & KONGOLO, M., Flotation of silicate gangue iron ores: mechanism and effect of starch. **Minerals Engineering**, 11(1), 71–76, 1998.

MOREIRA, G. F., PEÇANHA, E. R., MONTE, M. B. M., LEAL FILHO, L. S., & STAVALE, F., XPS study on the mechanism of starch-hematite surface chemical complexation. **Minerals Engineering**, 110, 96–103, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.04.014>

National Institute of Standards and Technology (NIST), Security Requirements for Cryptographic Modules. (Departamento de Comércio, Washington, DC), Federal Information Processing Standards Publications (FIPS PUBS) 140-2, Acesso em 27/06/2024.

NAKHAEI, F., & IRANNAJAD, M., Reagents types in flotation of iron oxide minerals: A review. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, 39(2), 89–124, 2018. <https://doi.org/10.1080/08827508.2017.1391245>

NEDER, E. E., O uso de aminas graxas e seus derivados na flotação de minérios brasileiros. **Dissertação de Mestrado**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo USP, São Paulo. 108 p, 2005.

ORTIZ, C. E. A., Caracterização geometalúrgica e modelagem geoestatística da mina Brucutu - Quadrilátero Ferrífero (MG). 205 f. **Tese de Doutorado** em Ciências Naturais). Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2014.

PÁL, M., JANDA, T., SZALAI., Interactions between plant hormones and thiol-related heavy metal chelators. **Plant Growth Regul.** 85 (2), 2018.

PANAHIRAD, S., DADPOUR, M., GOHARI, G., AKBARI, A., MAHDavinia, G., JAFARI, H., KULAK, M., ALCÁZAR, R., FOTOPOULOS, V., Putrescine-functionalized carbon quantum dot (put-CQD) nanoparticle: A promising stress-protecting agent against cadmium stress in grapevine (*Vitis vinifera* cv. Sultana), **Plant Physiology and Biochemistry**, Volume 197, 2023.

PARKS, G., Adsorption in the Marine Enviroment. In: Riley, J. P., SKIRROW, G. Chemical Oceanography. Academic Press, ed. 2, v. 1, c. 4, p. 241-308, London, New York, San Francisco, 1975.

- PASHLEY, R.M., KARAM, M.E., *Applied Colloid and Surface Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd. Inglaterra, 2004.
- PATRA, A.S., NULAKANI, R.V.N., KUMAR, Y.P., SUBRAMANIAN, V., DASH, J., MUKHERJEE A.K., Design and synthesis of novel polyamine collector to recover iron values from iron ore slimes, **Powder Technology**, Volume 325, 2018.
- PATTANAIK, A., & VENUGOPAL, R., Investigation of Adsorption Mechanism of Reagents (Surfactants) System and its Applicability in Iron Ore Flotation – An Overview. **Colloids and Interface Science Communications**, 25, 41–65, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.colcom.2018.06.003>
- PEÇANHA, E.R., ALBUQUERQUE, M.D.F., SCHNEIDER, C.L., FILHO, L.S., MONTE, M.B.M., Estudos das forças que envolvem a interação de amido em quartzo e em hematita pela teoria DLVO. **XXVII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa**, Belém-PA, 2017.
- PEÇANHA, E.R., ALBUQUERQUE, M.D.F., SIMÃO, R.A., FILHO, L.S., MONTE, M.B.M., Interaction forces between colloidal starch and quartz and hematite particles in mineral flotation, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Volume 562, 2019, Pages 79-85, ISSN 0927-7757.
- PEÇANHA, E.R.; SCHNEIDER, C.L.; MONTE, M.B.M., Estudo de interação seletiva de hematita em relação ao quartzo. In: **JORNADA DO PROGRAMA DE CAPACITAÇÃO INTERNA DO CETEM**, 04. Rio de Janeiro. Anais. CETEM/MCTI, 2015.
- PEÇANHA, R. P., Sitemas Particulados: Operações Unitárias envolvendo partículas e fluidos. **Elsevier**. 424f. 2014.
- PERES, A.E.C, ARAÚJO, A.A., A flotação como operação unitária no tratamento de minérios. In: chaves, a.p. (org.) Teoria e prática do tratamento de minérios: a flotação no Brasil. **Signues**, V.4, 2º ed., 484p., São Paulo, 2009.
- PERRIN, D.D.; Dissociation constants of organic bases in aqueous solution. IUPAC Chem Data Ser, Buttersworth, London (1965)
- PRAKASH, S., DAS, B., MOHANTY, J.K., VENUGOPAL, R., The recovery of fine iron minerals from quartz and corundum mixtures using selective magnetic coating. **International Journal of Mineral Processing**, v.57, p.87-103, 1999.
- PRETORIUS, F., TOIT, E.L., WESTHUIZEN, I.V., ATANASOVA, M.T., FOCKE, W.W., Butyric acid, putrescine and their mixture as potential fly attractants: Complexation, thermal analysis and volatility characterisation, **Thermochimica Acta**, Volume 734, 2024.
- PRICE WATERHOUSE COOPERS. Mine 2023:20th edition. The era of reinvention. Junho de 2023. Recuperado de <https://www.pwc.com.br/pt/estudos/setores-atividade/mineracao-e-siderurgia/2023/mineracao-2023.html>
- QI, J., LIU, S., DONG, Y., LIU, G., Revealing the role of dithiocarbamate ester group in hydroxamic acid flotation of cassiterite with in situ AFM, DFT and XPS, **Applied Surface Science**, Volume 604, 154521, 2022.
- RALSTON, J., DUKHIN, S.S., MISHCHUK, N.A., Wetting film stability and flotation kinetics. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 95, n. 2-3, p. 145-236, 2002.
- RAMDORH, P., The ore minerals and their intergrowths. 2. ed. Oxford: Pergamon Press Ltd., 1202p, 1980.
- RAO, S. R., Surface chemistry of froth flotation – Fundamental (S. R. Rao (ed.); 2nd ed.). Kluwer Academic/Plenum, 2004.

ROCHA, G. M., SILVA, J. A., RAMOS, K. S., Flotação Seletiva de Quartzo de Hematita por Amida-Amina: Estudos Fundamentais. **Mineração, Metalurgia e Exploração**. 2195–2207, 2021. <https://doi.org/10.1007/s42461-021-00470-3>

ROCHA, G.M., Flotação catiônica reversa de minério de ferro com amida-amina. **Tese de doutorado**. PPGEM – UFOP. Minas Gerais. 2021.

ROCHA, G.M., CRUZ, M.V.M., LIMA, N.P., LIMA, R.M.F., Reverse cationic flotation of iron ore by amide-amine: bench studies, **Journal of Materials Research and Technology**, Volume 18, Pages 223-230, ISSN 2238-7854, 2022.

ROSEN, M. J., Surfactants and interfacial phenomena. 2º ed. Nova Iorque: Livro Técnico e Científico, p. 33-229, 1989.

SAHA, S., GUPTA, B., GUPTA, K., CHAUDHURI, M.G., Produção de nanopartículas de prata estáveis revestidas com putrescina: sua caracterização e atividade antibacteriana contra cepas bacterianas multirresistentes. **Appl Nanosci** 6, 1137–1147, 2016. <https://doi.org/10.1007/s13204-016-0528-9>

SAHOO, H.; RATH, S. S.; JENA, S. K.; MISHRA, B. K.; DAS, B. Aliquat-336 as a novel collector for quartz flotation. **Advanced Powder Technology**, 26(2), 511–518, 2015.

SALES, C.G., Rotas de beneficiamento para recuperação de minerais portadores de ferro do underflow do espessador de lamas da usina de Brucutu. 2012. 152 f. **Dissertação de Mestrado** em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

SANTOS, N.A., Modelamento de Flotação por Classes de Tamanho e Liberação. 1. ed. Belo Horizonte: [s.n.], 2018.

SAVASSI, O. N., Direct estimation of the degree of entrainment and the froth recovery of attached particles in industrial flotation cells. **Tese de doutorado**. University of Queensland, 1999.

SCHAMBIL, F.; SCHWUGER, M.J. Surfactants in consumer products. Springer-Verlag, Berlin, Cap. 4. **Interfacial and colloidal**, 1987.

SHEN, Z., TAO, J., WEN, S., WANG, H., ZHANG, Q., FENG, Q., Surface characteristics and flotation performance of quartz in the presence of dissolved components of malachite, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Volume 656, Part B, 130497, ISSN 0927-7757, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.130497>.

SHRIMALI, K., ATLURI, V., WANG, Y., BACCHUWAR, S., WANG, X., MILLER, J.D., The nature of hematite depression with corn starch in the reverse flotation of iron ore, **Journal of Colloid and Interface Science**, Volume 524, Pages 337-349, ISSN 0021-9797, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2018.04.002>.

SILVA, K., FILIPPOV, L.O., PIÇARRA, A., FLILIPPOVA, I.V., LIMA, N., SKLIAR, A., FAUSTINO, L., FILHO, L.L., Comparison between Etheramine and Amidoamine (N-[3-(Dimethylamino)Propyl]Dodecanamide) Collectors: Adsorption Mechanisms on Quartz and Hematite Unveiled by Molecular Simulations, **Miner. Mineng**, 2022.

SILVA, K., FILIPPOV, L.O., PIÇARRA, A., FLILIPPOVA, I.V., LIMA, N., SKLIAR, A., FAUSTINO, L., FILHO, L.L., New perspectives in iron ore flotation: Use of collector reagents without depressants in reverse cationic flotation of quartz, **Minerals Engineering**, Volume 170, 107004, ISSN 0892-6875, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107004>.

SILVERSTEIN, R.M., Espectroscopia química NMR FTIR MS. Pub Qurrota A'yun Thoyyibah, 2012.

SIMÕES, C. R., Eletroflotação de finos e ultrafinos de minério de ferro com o uso de um biossurfactante extraído da bactéria *Rhodococcus opacus*. 117 f. **Dissertação de Mestrado** (Especialização em Engenharia Química e de Materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2020.

SIMÕES, C.R.; HACHA, R.R.; MERMA, A.G.; TOREM, M.L. On the Recovery of Hematite from an Iron Ore Fine Fraction by Electroflotation Using a Biosurfactant. **Minerals**, 10, 1057, 2020. <https://doi.org/10.3390/min10121057>

SMITH, R.W., SCOTT, J.L., Mechanisms of dodecylamine flotation of quartz. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review** 7 (2), 81–94, 1990. <https://doi.org/10.1080/08827509008952667>.

SOBHY, A., WU, Z., TAO, D., Statistical analysis and optimization of reverse anionic hematite flotation integrated with nanobubbles. **Miner. Eng.** 163, 106799, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.106799>.

SOMASUNDARAN, P., MOUDGIL, B. M., Reagents in Mineral Technology, Surfactant Science Series, v. 27;; Marcel Dekker, New York, First edition, 1988.

SPOSITO, G., On points of zero charge. **Environmental Science & Technology**, v. 32, n. 19, p. 2815-2819, 1998.

SUN, H., WANG, S., FEI, L., CAO, Z., ZHONG, H., MA, X., The selective flotation separation of rhodochrosite against quartz and calcite with dicarboxylic amino acid-based surfactants as a novel collector, **Minerals Engineering**, Volume 182, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.1>

Tao, D., Wu, Z., Sobhy, A., Investigation of nanobubble enhanced reverse anionic flotation of hematite and associated mechanisms. **Powder Technol** 379, 12–25, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.10.040>.

Tohry, A., Dehghani, A., Effect of sodium silicate on the reverse anionic flotation of a siliceous – phosphorus iron ore. **Sep. Purif. Technol.** 164, 28–33, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.03.012>

TRZASKOS, B.; ALKMIN, F. F. E ZAVAGLIA, G. Arcabouço estrutural e microestruturas do minério de ferro da jazida Casa de Pedra, Quadrilátero Ferrífero, MG. **Revista Brasileira de Geociências**, v.41, n.3, p.486-497, 2011.

TURRER, H.D.G., Utilização de poliacrilamidas de alto peso molecular na flotação catiônica reversa de minério de ferro. **Dissertação de Mestrado**, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas. UFMG, 79p. 2004.

U.S. GEOLOGICAL SURVEY (USGS) National Minerals Information Center. (s.d.). Iron Ore Statistics and Information. 2024 Recuperado de <https://www.usgs.gov/centers/national-minerals-information-center/iron-ore-statistics-and-information>. Acesso em 26/06/2024.

VAN, O.S.S, C.J., GOOD, R.J., CHAUDHURY, M.K., The role of van der Waals forces and hydrogen bonds in “hydrophobic interactions” between biopolymers and low energy surfaces. **Journal of Colloid and Interface Science**. v.111, p. 378-390, 1986.

VASCONCELOS, H., DE ALMEIDA, J. M. M. M., MATIAS, A., SARAIVA, C., JORGE, P. A. S., COELHO, L. C. C., Detection of biogenic amines in several foods with different sample treatments: An overview. **Trends in Food Science & Technology**, 113, 86–96, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.04.043>

VIANA, P., Flotação de espodumênio, microclina, muscovita e quartzo com coletores aniónicos, catiônicos, anfotéricos e mistura de coletores. **Tese de Doutorado** (Especialização em Engenharia de materiais) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2006.

VIEIRA, I.M., MATIOLI, E., FREITAS, A.S., Caracterização do coletor Flotinor 5530 e avaliação ângulo de contato de hematita e quartzo puro., Mineralis CETEM, XXX Jornada de Iniciação Científica e VI Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação. 2021.

VILINSKA, A., Bacteria-Sulfide Mineral Interactions with Reference to Flotation and Flocculation. 2007. 97f. **Tese de Doutorado**. Departament of Chemical Engineering and GeoSciences. Lulea University of Technology, 2007.

WANG, H., WANG, L., YANG, S., LIU, C., XU, Y., Investigations on the reverse flotation of quartz from hematite using carboxymethyl chitosan as a depressant. **Powder Technol.** 393, 109–115, 2021a. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.07.073>.

WANG, L., LI, G., DENG, Y., Diamine biosynthesis: research progress and application prospects. **Appl. Environ. Microbiol.** 86 e01972-20, 2020.

WANG, L., WAN, G., GE, P., SUN, W., TANG, H., HU, W., Activation mechanisms of quartz flotation with calcium ions and cationic/anionic mixed collectors under alkalescent conditions, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Volume 632, 127771, ISSN 0927-7757, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127771>.

WANG, Q., ZHANG, H., XU, Y., BAO, S., LIU, C., YANG, S., The molecular structure effects of starches and starch phosphates in the reverse flotation of quartz from hematite, **Carbohydrate Polymers**, Volume 303, 120484, ISSN 0144-8617, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.120484>.

WENG, X., MEI, G., ZHAO, T., ZHU, Y., Utilization of novel ester-containing quaternary ammonium surfactant as cationic collector for iron ore flotation. **Separation and Purification Technology**, 103, 187–194, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2012.10.015>

WHELAN, P. F.; BROWN, D. J., Particle-bubble attachment in froth flotation. **Transactions of the Institute of Mining and Metallurgy**, v. 65, p. 181, 1956.

WILLS, B.A., Mineral processing technology, 4. ed. (s.l.): Pergamon Press, cap. 9, p. 335-375, 1988.

WILLS, B.A.; FINCH, J., Mineral Processing Technology: An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery. Elsevier Science & Technology Books, 512 p., 8º Ed., 2016.

WU, H., QIU, T., ZHAO, G., ZHU, D., LI, X., FENG, B., Investigations on the reverse cationic flotation separation of quartz from hematite using polyaspartic acid as depressant, **Applied Surface Science**, Volume 614, 156143, ISSN 0169-4332, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.156143>.

YANG, B., YIN, W., YAO, Y., ZHU, Z., SUN, H., CHEN, K., WANG, L., Differential adsorption of a high-performance collector at solid–liquid interface for the selective flotation of hematite from quartz, **Journal of Molecular Liquids**, Volume 339, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.116828>.

YANG, B., ZHU, Z., YIN, W., HE, J., Effective flotation separation of malachite from quartz with a selective collector: Collection ability, separation performance and adsorption mechanism, **Journal of Molecular Liquids**, Volume 368, Part A, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.120658>.

YANG, S., TING, W., NG, I., Effective whole cell biotransformation of arginine to a four-carbon diamine putrescine using engineered Escherichia coli, **Biochemical Engineering Journal**, Volume 185, 108502, ISSN 1369-703X, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2022.108502>.

- YANG, S., WANG, L., Measurement of froth zone and collection zone recoveries with various starch depressants in anionic flotation of hematite and quartz. **Miner. Eng.** 138, 31–42, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.04.027>.
- YANG, S., XU, Y., KANG, H., LI, C., Investigation into starch adsorption on hematite and quartz in flotation: Role of starch molecular structure, **Applied Surface Science**, Volume 623, 157064, ISSN 0169-4332, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2023.157064>.
- YEHIA, A., ABD EL-HALIM, S., SHARADA, H., FADEL, M., AMMAR, M., Application of a fungal cellulase as a green depressant of hematite in the reverse anionic flotation of a high-phosphorus iron ore. **Miner. Eng.** 167, 106903, 2021. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2021.106903>.
- YU, J., MEI, T., CHEN, W., LIU, S., LIU, G., Understanding the sequential flotation separation of fluorite, barite and calcite through the AFM adhesion force, **Chemical Engineering Science**, Volume 285, 119608, ISSN 0009-2509, 2024.
- YUAN, Y.; LEE, T.R., Contact angle and wetting properties. In: Bracco, G., Holst, B. (Eds.), **Surface Science Techniques**, Springer, p. 3–29, 2013.
- YUHUA, W., & JIANWEI, R., The flotation of quartz from iron minerals with a combined quaternary ammonium salt. **International Journal of Mineral Processing**, 77(2), 116–122, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2005.03.001>
- ZETASIZER NANO USER MANUAL (2013). MAN0485 Issue 1.1 April 2013.
- ZHANG, M., XU, Z., ZHANG, Q., DAN, Z., FU, H., YAO, W., Properties and potential application of ozone-oxidized starch for enhanced reverse flotation of fine hematite, **Minerals Engineering**, Volume 198, 108084, ISSN 0892-6875, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108084>.
- ZHANG, W., The effects of frothers and particles on the characteristics of pulp and froth properties in flotation – a critical review. **J. Miner. Mater. Characteriz. Eng.** 4 (4), 251–269, 2016. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2016.44023>.
- ZHANG, X.; HAN, Y.; GAO, P.; LI, Y.; SUN, Y., Effects of particle size and ferric hydroxo complex produced by different grinding media on the flotation kinetics of pyrite. **Powder Technology**, 360, 1028–1036, 2020.

9

Anexos

9.1.

Metodologia utilizada para determinação do ferro total

As análises químicas por volumetria foram conduzidas após os ensaios de microflotação - Patridge Smith, utilizando o sistema (hematita/quartzo - 60%/40%). Para determinação de ferro total, inicialmente 0,25 gramas da amostra de minério de ferro foram adicionadas a um Erlenmeyer de 500 mL, juntamente com 5 mL de água deionizada. Em uma capela, foram adicionados 20 mL de ácido clorídrico (P.A.) e três gotas de cloreto estanoso a 10%. A solução foi aquecida em uma placa agitadora a aproximadamente 80 °C até a decomposição total da amostra.

Após a decomposição, o Erlenmeyer foi removido da chapa aquecedora e, sob agitação manual, adicionou-se cloreto estanoso a 10% gota a gota até que a coloração amarelada desaparecesse (uma gota adicional foi adicionada). Em seguida, as paredes do Erlenmeyer foram lavadas com água deionizada até atingir o volume de 50 mL, e foram adicionados 10 mL da solução de cloreto de mercúrio 5%. A solução foi diluída com água deionizada até alcançar 200 mL, acrescentando-se 15 mL da solução sulfo-fosfórica e três gotas do indicador de difenilamino sulfonato de sódio. Finalmente, procedeu-se à titulação com a solução de dicromato de potássio, encerrando a titulação quando a solução atingiu uma coloração violeta.

O cálculo para a determinação do teor de ferro presente na solução segue conforme a Equação 1:

$$(\%)Fe_{total} = \left(\frac{VolumeK_2Cr_2O_7 * 0,1 * 0,055845 * 100}{Massa\ da\ amostra} \right) \quad (1)$$

A Tabela 1. mostra todos os reagentes utilizados para análise de ferro por volumetria, como também os seus procedimentos de preparo. Todas as soluções após o uso foram armazenadas em balões volumétricos.

Tabela 1 - Reagentes químicos e seus procedimentos de preparo para a determinação de ferro total por volumetria.

Reagentes químicos	Procedimento de preparo
Ácido Clorídrico (P.A.)	-
Cloreto estanoso 10%	Em um Becker, foi dissolvido 2,5 g de cloreto estanoso em 30 mL de ácido clorídrico (P.A.) e depois adicionado 20 mL de água deionizada.
Cloreto de mercúrio 5%	Foi dissolvido em um Becker, 5g de cloreto de mercúrio em 100 mL de água deionizada
Solução sulfo-fosfórica	Adicionou-se lentamente em um balão volumétrico 300 mL de água deionizada, 300 mL de ácido sulfúrico e 300 mL de ácido fosfórico.
Solução indicadora	Foi dissolvido em um Becker, 0,1 g de difenilamino sulfonato de sódio em 100 mL de água deionizada.
Solução de dicromato de potássio	Foi pesado 1,226 g de dicromato de potássio, e deixado secar por uma hora na estufa a 100°C. Em seguida, foi dissolvido em 250mL de água deionizada.

9.2.

Resultado dos sistemas utilizando Flotinor™ 5530.

Tabela 2- Efeito do pH na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L – Flotado

pH	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe₂O₃(%)	Teor de SiO₂(%)	R. Metalúrgica (%)
2	37,86	21,46	54,1	45,92	21,87
4	36,41	22,43	52,02	47,98	99,05
6	32,17	25,27	45,95	54,05	99,5
8	34,51	23,7	49,3	50,7	99,5
9	33,95	24,07	48,51	51,49	99,5
10	31,38	25,79	44,84	55,16	99,06
11	14,41	37,13	20,58	79,42	99,36

Tabela 3- Efeito do pH na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530 40mg/L – Não Flotado

pH	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
2	38,76	20,87	55,37	44,63	75,48
4	65,84	2,78	94,06	5,94	24,66
6	65,34	3,11	93,34	6,66	30,31
8	65,54	2,99	93,62	6,38	27,19
9	66,34	2,44	94,78	5,22	28,95
10	67,35	1,77	96,21	3,79	2,45
11	67,57	1,62	96,53	3,47	4,18

Tabela 4- Efeito da concentração do Flotinor™ 5530 na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. pH 11 – Flotado

Concentração do coletor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	24,24	30,56	34,62	65,38	50,04
10	17,42	35,11	24,89	75,11	92,64
20	12,62	38,32	18,03	81,97	99,5
30	13,96	37,43	19,94	80,06	99,5
40	14,41	37,13	20,58	79,42	99,36
50	20,77	32,88	29,68	70,32	99,12

Tabela 5. Efeito da concentração do FlotinorTM 5530 na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. pH 11 – Não Flotado

Concentração do coletor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	46,69	15,57	66,69	33,31	55,83
10	62,66	4,9	89,51	10,49	12,67
20	66,12	2,59	94,46	5,54	6,47
30	63,11	4,61	90,15	9,85	11,68
40	67,57	1,62	96,53	3,47	4,18
50	68,91	0,73	98,45	1,56	2,2

Tabela 6- Efeito da concentração do Amido de milho na recuperação metalúrgica e teor de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530: 20mg/L. pH 11. Flotado

Concentração do Depressor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	12,29	38,54	17,55	82,45	91,34
10	10,05	40,04	14,36	85,64	93,7
20	10,95	39,44	15,64	84,37	88,57
30	3,02	44,74	4,31	95,69	99,5
40	5,14	43,32	7,34	92,66	96,69
50	7,26	41,9	10,37	89,63	99,19
100	11,06	39,37	15,8	84,2	93,59

Tabela 7- Efeito da concentração do Amido de milho na recuperação metalúrgica e teor de quartzo. Concentração do FlotinorTM 5530: 20mg/L. pH 11. Não Flotado

Concentração do Depressor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	66,98	2,02	95,68	4,32	5,76
10	67,01	1,99	95,73	4,27	5,75
20	65,9	2,74	94,14	5,86	8,15
30	69,02	0,65	98,61	1,39	1,86
40	68,47	1,02	97,81	2,19	3,06
50	67,68	1,55	96,69	3,31	4,42
100	65,23	3,19	93,18	6,82	9,06

9.3.

Resultado dos sistemas utilizando Miristoil Putrescina

Tabela 8- Efeito do pH na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina – Flotado

pH	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
2	54,39	10,42	77,7	22,3	8,67
4	30,38	26,46	43,4	56,6	34,05
6	33,4	24,45	47,71	52,29	34,85
8	25,24	29,89	36,06	63,94	51,13
9	26,25	29,22	37,5	62,5	68,32
10	23,68	30,94	33,83	66,17	66,36
11	14,07	37,35	20,1	79,9	92,46

Tabela 9- Efeito do pH na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina – Não Flotado

pH	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
2	37,42	21,76	53,45	46,55	95,58
4	43,89	17,43	62,71	37,29	68,6
6	45,23	16,54	64,62	35,38	62,78
8	47,58	14,97	67,97	32,03	52,59
9	57,07	8,63	81,53	18,47	25,05
10	53,61	10,95	76,59	23,41	33,68
11	64,89	3,41	92,7	7,3	9,31

Tabela 10- Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. pH 11 – Flotado

Concentração(mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	53,51	11,02	76,44	23,56	6,83
10	68,03	1,32	97,18	2,82	0,69
20	42,44	18,4	60,63	39,37	12,19
30	26,81	28,85	38,29	61,71	33,12
40	14,07	37,35	20,1	79,9	92,46
50	16,2	35,93	23,14	76,86	83,12
100	26,36	29,15	37,66	62,34	92,18

Tabela 11- Efeito da concentração do Miristoil Putrescina na recuperação metalúrgica e o teor de quartzo. pH 11 – Não Flotado

Concentração(mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	44,68	16,91	63,82	36,18	78,01
10	43,34	17,81	61,91	38,09	84,29
20	47,24	15,2	67,49	32,51	69,32
30	46,8	15,5	66,85	33,15	63,1
40	64,89	3,41	92,7	7,3	9,31
50	64	4,01	91,43	8,57	12,39
100	62,55	4,98	89,35	10,65	10,25

Tabela 12- Efeito da concentração do Amido de milho na recuperação metalúrgica e teor de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina: 40mg/L. pH 11. Flotado

Concentração do Depressor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe ₂ O ₃ (%)	Teor de SiO ₂ (%)	R. Metalúrgica (%)
5	6,92	42,13	9,89	90,11	88,67
10	8,04	41,38	11,49	88,51	85,98
20	6,25	42,57	8,94	91,06	86,03
30	7,26	41,9	10,37	89,63	92,43
40	7,48	41,75	10,69	89,31	92,21
50	4,47	43,77	6,38	93,62	95,05
100	4,29	43,89	6,13	93,87	78,05

Tabela 13- Efeito da concentração do Amido de milho na recuperação metalúrgica e teor de quartzo. Concentração do Miristoil Putrescina: 40mg/L. pH 11. Não Flotado

Concentração do Depressor (mg/L)	Teor Fe (%)	Teor Si (%)	Teor de Fe_2O_3(%)	Teor de SiO_2(%)	R. Metalúrgica (%)
5	64,45	3,71	92,06	7,94	11,56
10	66,23	2,52	94,62	5,38	7,93
20	62,99	4,68	89,99	10,01	14,95
30	64,22	3,86	91,75	8,25	11,64
40	67,01	1,99	95,73	4,27	6,01
50	68,06	1,3	97,23	2,77	3,98
100	66,01	2,67	94,3	5,7	9,18