

**AVALIAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS MINERALÓGICA, QUÍMICA E
FÍSICA NA FORMAÇÃO DE PASTA DE MINÉRIO DE FERRO**

Dissertação de Mestrado

Autor: Eduardo Perdigão Cerqueira
Orientadores: Otávia Martins Silva Rodrigues e Carlos Alberto Pereira.
Área de concentração: Tratamento de Minérios

**Ouro Preto
Fevereiro/2023**

EDUARDO PERDIGÃO CERQUEIRA

AVALIAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS MINERALÓGICA, QUÍMICA E FÍSICA NA FORMAÇÃO DE PASTA DE MINÉRIO DE FERRO

Dissertação apresentada ao curso de Pós-graduação em Engenharia Mineral da Universidade Federal de Ouro Preto, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mineral.

Área de concentração: Tratamento de Minérios

Orientadores: Otávia Martins Silva Rodrigues e Carlos Alberto Pereira

**Ouro Preto
Fevereiro/2023**

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

S586a Cerqueira, Eduardo Perdigão.

Avaliação de características mineralógica, química e física na formação de pasta de minério de ferro. [manuscrito]: /Eduardo Perdigão Cerqueira. - 2023.
87 f.

Orientadora: Profa. Dra. Otávia Martins Silva Rodrigues e Carlos Alberto Pereira. Dissertação (Mestrado Acadêmico). Universidade Federal de Ouro Preto. Departamento de Engenharia de Minas. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral.

Área de Concentração: Tratamento de minério.

1. Minério de ferro. 2. Lama. 3. Reologia. 4. Morfologia. Rodrigues, Otávia Martins Silva. II. Pereira, Carlos Alberto. IV. Universidade Federal de Ouro Preto.
III. Título.

CDU 622.767

Bibliotecário(a) Responsável: Sione Galvão Rodrigues - CRB6 / 2526



FOLHA DE APROVAÇÃO

Eduardo Perdigão Cerqueira

Avaliação de Características Mineralógica, Química e Física na Formação de Pasta de Minério de Ferro

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mineral da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de mestre

Aprovada em 28 de fevereiro de 2023

Membros da banca

Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira - Universidade Federal de Ouro Preto
Profa. Dra. Júnia Soares Alexandrino - Universidade Estadual de Minas Gerais
Prof. Dr. Fábio de São José - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

Prof. Carlos Alberto Pereira, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito no Repositório Institucional da UFOP em 30/03/2023



Documento assinado eletronicamente por **Carlos Alberto Pereira, VICE-COORDENADOR(A) DE CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MINERAL**, em 30/03/2023, às 15:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0501602** e o código CRC **A1DC186E**.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Universidade Federal de Ouro Preto e ao Departamento de Engenharia de Minas pela oportunidade concedida e pelos recursos despendidos durante a elaboração desse trabalho.

Aos orientadores, Otávia Martins Silva Rodrigues e Carlos Alberto Pereira, pela paciência, dedicação e por todo conhecimento compartilhado.

À Helô, por ser uma das maiores incentivadoras e, por nunca deixar com que as dificuldades sejam obstáculos grandes o suficientes para interromper a caminhada. Aos meus pais, Renato e Carmen e à minha irmã Flávia, pelo exemplo e pelo apoio incondicional.

À toda equipe dos laboratórios do DEMIN, em especial ao Flávio e à Mariana, pela preparação das amostras e realização das análises necessárias a esse trabalho.

Ao Renner e à Kelly por botarem a mão na massa e ajudarem com tudo que foi possível para a conclusão deste trabalho. Desejo a vocês todo sucesso na carreira de engenheiros.

Aos amigos que ajudaram compartilhando conhecimento técnico e puderam auxiliar na construção das bases teóricas desse trabalho, a engenheira Débora e os engenheiros Eduardo e Leônidas.

À Vale, Samarco e à Quartzito Brasil pelo fornecimento das amostras, em especial ao Ronaldo e ao Fernando.

Aos professores Flávia e Alan, da UEMG pela disponibilidade e por abrir as portas do laboratório de Engenharia de Análise Instrumental.

RESUMO

O desenvolvimento das minas de minério de ferro no quadrilátero ferrífero, no estado de Minas Gerais, a partir do século XX, tem como característica a lavra de corpos minerais com teores cada vez mais baixos e menor grau de liberação. Para beneficiar esses minérios, rotas de processo são projetadas considerando uma maior necessidade de cominuição, tendo como efeito colateral, a geração de um volume maior de lama nos circuitos das usinas de beneficiamento. Devido às limitações técnicas para concentrar lamas, esses resíduos são destinados às barragens de rejeito. Apesar dessa prática tradicional e consolidada, acredita-se que o conhecimento dos aspectos reológicos envolvidos no processo de adensamento (resultando em pastas minerais ou polpas de alta densidade) abre horizontes para opções de disposição mais seguras e inovadoras. Adicionalmente, o domínio dos aspectos reológicos contribui para compreensão de comportamentos observados em tubulações de bombeamento. Sabe-se que o tamanho e formato das partículas influenciam no arranjo das moléculas de água ao redor delas, conseqüentemente, na maneira como elas se sedimentam e escoam. Sendo assim, o principal objeto desse trabalho foi avaliar a influência da morfologia e granulometria de partículas minerais, comuns em lamas de minério de ferro e nas características reológicas das pastas e/ou polpas de alta densidade obtidas a partir de ensaios de espessamento. Além disso, tem-se em vista compreender como os flocculantes e os coagulantes, bem como o pH podem alterar as características reológicas desses minerais, para isso, testes de sedimentação foram realizados em diferentes condições; os produtos desses ensaios foram submetidos a ensaios reológicos. Os resultados apontaram para o seguinte: a obtenção de pastas minerais em escala laboratorial é consoante a metodologia dos ensaios de sedimentação e da dosagem de reagentes, ademais, foi possível caracterizar amostras, como fluidos pseudoplásticos.

Palavras-chave: minério de ferro; lama;; reologia; morfologia.

ABSTRACT

The development of iron ore mines in the "quadrilátero ferrífero", in the state of Minas Gerais, from the 20th century onwards, is characterized by the mining of mineral bodies with increasingly lower grades and a lower degree of liberation. In order to benefit these ores, process routes are designed considering a greater need for comminuting, having as a side effect, the generation of a greater volume of slime in the circuits of the processing plants. Due to technical limitations for concentrating slimes, these residues are destined for tailings dams. Despite this traditional and consolidated practice, it is believed that knowledge of the rheological aspects involved in the consolidation process (resulting in high density mineral pastes or pulps) opens horizons for more secure and innovative disposal options. Additionally, the mastery of rheological aspects contributes to the understanding of observed behaviors in pumping pipes. It is known that the size and shape of particles influence the arrangement of water molecules around them, consequently, in the way in which they settle and flow. Therefore, the main objective of this work is to evaluate the influence of morphology and granulometry of mineral particles, on the rheological characteristics of high-density pastes and/or pulps obtained from thickening tests. It has the aim of understanding how flocculants, coagulants, and pH can change the rheological characteristics of these minerals, for this purpose, sedimentation tests were performed under different conditions; the products of these assays were submitted to rheological assays. The results pointed to the following: obtaining mineral pastes on a laboratory scale depends on the methodology of the sedimentation tests and the dosage of reagents, moreover, it was possible to characterize samples, such as pseudoplastic fluids.

Keywords: iron ore; mud; rheology; morphology.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Etapas do ensaio de proveta (a) e curva de sedimentação resultante do ensaio (b)	23
Figura 2: Curvas de sedimentação de rejeitos de minério de ferro em função de diferentes tipos de flocculantes	24
Figura 3: Definição teórica dos conceitos básicos tais como: polpa, polpa de alta densidade, pasta e torta	25
Figura 4: Espessadores de cone profundo	26
Figura 5: Modelo de placas paralelas utilizadas por Newton para explicar a viscosidade de um líquido	28
Figura 6: Esquema de execução do "Slump Test".	30
Figura 7: Plano inclinado e diagrama esquemático do fluido estacionário na calha	31
Figura 8: Reômetro durante ensaio reológico	32
Figura 9: Curvas de fluxo do rejeito com 55% e 59% de sólidos	33
Figura 10: Classificação reológica das diversas categorias de suspensões	34
Figura 11: Análises granulométricas de lamas fosfáticas	37
Figura 12: Representação esquemática do princípio de funcionamento de um difratômetro de raios X	38
Figura 13: Fotomicrografia da amostra da lama usina	39
Figura 14: Sequência das atividades a serem realizadas ao longo do estudo proposto	40
Figura 15: Análise granulométrica da amostra de hematita especular	45
Figura 16: Análise granulométrica da amostra de hematita granular	45
Figura 17: Análise granulométrica da amostra de quartzo	46
Figura 18: Análise granulométrica da amostra de caulinita	46
Figura 19: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita especular global	47
Figura 20: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita especular fração fina	47

Figura 21: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita granular global	48
Figura 22: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita granular fração fina	48
Figura 23: Difratoograma da amostra de hematita especular com as fases presentes identificadas	50
Figura 24: Difratoograma da amostra de hematita granular com as fases presentes identificadas	51
Figura 25: Difratoograma da amostra de quartzo com as fases presentes identificadas	51
Figura 26: Difratoograma da amostra de caulinita com as fases presentes identificadas.	52
Figura 27: Difratoograma da amostra de lama de hematita especular fração global com as fases presentes identificadas	53
Figura 28: Difratoograma da amostra de lama de hematita granular fração global, com as fases presentes identificadas	53
Figura 29: Fotomicrografia da amostra de hematita especular	54
Figura 30: Fotomicrografia da amostra de hematita granular	55
Figura 31: Fotomicrografia da amostra de quartzo	55
Figura 32: Fotomicrografia da amostra de caulinita	56
Figura 33: Fotomicrografia da amostra de lama de hematita especular fração global	57
Figura 34: Fotomicrografia da amostra de lama de hematita granular fração global	57
Figura 35: Ensaio de sedimentação em béquer nos laboratórios de tratamento de resíduos do DEMIN/UFOP	58
Figura 36: Ensaio de sedimentação em coluna nos laboratórios de tratamento de resíduos do DEMIN/UFOP	66
Figura 37: Teste de sedimentação de caulinita com 48 horas de duração	70
Figura 38: Curva de viscosidade: Hematita Especular	75
Figura 39: Curva de Viscosidade Granular	75
Figura 40: Curva de viscosidade: Quartzo	75

Figura 41: Curva de Viscosidade: Caulinita	75
Figura 42: Curva de viscosidade: Lama Hematita Granular Global	75
Figura 43: Lama Hem. Gran. Fração Fina	75
Figura 44: Curva de viscosidade: Lama Hematita Especular Global	76
Figura 45: Lama Hem. Especular Fração Fina	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Textura de óxidos e hidróxidos de ferro e suas características principais	17
Tabela 2: Minerais identificados nos rejeitos de mineração de ferro por meio de difração de raio X	18
Tabela 3: Composição mineralógica da lama proveniente da usina de Conceição, em Itabira, MG - % estimada em massa	19
Tabela 4: Elementos identificados nas microanálises	39
Tabela 5: Dosagem dos reagentes utilizados nos testes de sedimentação em béquer	43
Tabela 6: Resultado das análises granulométricas em relação ao d_{50} e d_{90}	49
Tabela 7: Percentual de sólidos calculados após os ensaios de sedimentação	59
Tabela 8: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita especular	60
Tabela 9: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita granular	60
Tabela 10: Tensão de escoamento medida na amostra de quartzo	61
Tabela 11: Tensão de escoamento medida na amostra de caulinita	61
Tabela 12: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração global	61
Tabela 13: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração fina	61
Tabela 14: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração global	63
Tabela 15: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração fina	64
Tabela 16: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita especular	67
Tabela 17: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita granular	68
Tabela 18: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita quartzo	68
Tabela 19: Tensão de escoamento medida na amostra de caulinita	69
Tabela 20: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular global	70
Tabela 21: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração fina	71

Tabela 22: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular global	72
Tabela 23: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração fina	72
Tabela 24: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de quartzo alterando o pH	74
Tabela 25: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de caulinita alterando o pH	74
Tabela 26: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de caulinita alterando o pH	76
Tabela 27: Comparação entre as medidas de tensão de cisalhamento em amostras sem floculante	78
Tabela 28: Comparação entre as medidas de tensão de cisalhamento em amostras com 60g/t de floculante	79

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. JUSTIFICATIVA	14
3. OBJETIVOS	14
3.1. Objetivo Geral	14
3.2. Objetivos Específicos	14
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
4.1. Morfologia e composição mineralógica de lamais de minério de ferro	15
4.2. Lama no beneficiamento de minérios	20
4.3. Ensaio de Sedimentação	22
4.4. Pastas minerais	24
4.5. Reologia	27
4.5.1. Ensaio Reológico	29
4.5.2. Tipos de fluidos	33
4.6. Parâmetros para caracterização de pastas minerais	35
4.6.1. Distribuição Granulométrica	35
4.6.2. Mineralogia e Morfologia	37
5. MATERIAIS E MÉTODOS	39
5.1. Obtenção e preparação de amostras	41
5.2. Análise Granulométrica	41
5.3. Análise Mineralógica	42
5.4. Caracterização Morfológica	42
5.5. Testes de Sedimentação em béquer	42
5.6. Testes de Sedimentação em espessador de pasta	43
5.7. Ensaio Reológico	43
6. RESULTADOS DOS ENSAIOS DE LABORATÓRIO	44
6.1. Análise Granulométrica	44
6.2. Análise Mineralógica	49
6.3. Caracterização Morfológica	54
6.4. Testes de Sedimentação em béquer	58

6.5	Caracterização reológica.....	59
6.5.1	Hematita Especular.....	59
6.5.2	Hematita Granular.....	60
6.5.3	Quartzo.....	61
6.5.4	Caulinita.....	61
6.5.5	Lama Hematita Especular Global.....	62
6.5.6	Lama Hematita Especular Fração Fina.....	62
6.5.7	Lama Hematita Granular Global.....	63
6.5.8	Lama Hematita Granular Fração Fina.....	64
6.6	Ensaio na Coluna de Sedimentação.....	65
6.6.1	Hematita Especular.....	67
6.6.2	Hematita Granular.....	67
6.6.3	Quartzo.....	68
6.6.4	Caulinita.....	69
6.6.5	Lama de Hematita Especular Global.....	70
6.6.6	Lama de Hematita Especular Fração Fina.....	71
6.6.7	Lama de Hematita Granular Global.....	71
6.6.8	Lama de Hematita Granular Fração Fina.....	72
6.6.9	Influência do pH.....	73
6.6.9.1	Quartzo.....	73
6.6.9.2	Caulinita.....	74
6.6.10	Curvas de Viscosidade.....	74
6.7	Comparação entre as metodologias de medição.....	77
7	CONCLUSÃO.....	81
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	83

1. INTRODUÇÃO

A valorização do minério de ferro, aliada à maior demanda por esse bem mineral e à exaustão dos depósitos de hematita com alto teor de ferro, tem levado à lavra e ao beneficiamento de minério com teores decrescentes.

Segundo Carvalho (2012), os atuais métodos de tratamento de minérios de ferro têm sido objeto de estudos e desenvolvimento de novas tecnologias para adequar os processos de concentração a minérios pobres em conteúdo metálico, e com a presença crescente de contaminantes. Para o tratamento de minérios de baixo teor, há necessidade do emprego das etapas de cominuição e concentração em circuitos de beneficiamento e uma das consequências é o aumento no volume do rejeito gerado, seja ele arenoso, proveniente das etapas de concentração, ou material ultrafino, proveniente das etapas de deslamagem.

Assim sendo, a rota de processo mais utilizada para a destinação da lama gerada nas etapas de deslamagem é o direcionamento desses rejeitos para espessadores de lama. O principal objetivo dessa operação é a recuperação da água, para utilização nas etapas de tratamento de minério a úmido. Estudos recentes propõem o espessamento desses rejeitos na forma de pastas, obtendo assim rejeitos espessados com menores teores de umidade e grau de saturação. A disposição de rejeitos em forma de pastas é uma alternativa relativamente nova, cuja aplicação vem sendo defendida em função da sua maior segurança operacional. No entanto, essa técnica carece de estudos mais aprofundados de reologia e de modelos matemáticos que prevejam o comportamento dessas pastas nas etapas de bombeamento e de empilhamento desses materiais.

Em vista disso, o transporte e a disposição desses rejeitos são dimensionados, considera-se também as características mineralógicas e reológicas das pastas, além de outros fatores, como a topografia local. Por conseguinte, a caracterização desses rejeitos é uma etapa fundamental e necessária para elaborar as rotas de processo para destinação destes resíduos.

Diante disso, em escala laboratorial, propõe-se neste trabalho a formação de pastas e polpas (adensadas) compostas por diferentes fases minerais, do mesmo modo, busca-se avaliar o impacto da morfologia, granulometria e das condições químicas nas características reológicas das pastas ou polpas densadas formadas.

2. JUSTIFICATIVA

Acredita-se nos últimos anos haver uma demanda pelos estudos que tem em vista o correto dimensionamento de sistemas para a disposição dos rejeitos gerados nas operações de beneficiamento. Com a redução nos teores médios nas minas de minério de ferro, maior volume de rejeito é gerado. Neste caso, ter-se-ia de considerar importante, a compreensão do comportamento desses rejeitos nas etapas que envolvem o seu processo de disposição, a fim de garantir a estabilidade operacional e a segurança para essas operações.

Saliente-se ainda que a disposição de rejeitos em pasta é uma técnica que contribui para reduzir áreas de disposição deste material, sendo assim, faz-se necessário facilitar o seu manuseio por meio da formação de pastas minerais com alta densidade. Para aplicação dessa técnica com êxito, far-se-á necessário a compreensão das diversas variáveis em que são envolvidas a fim de dimensionar sistemas eficazes e seguros.

Neste ponto, conclui-se que, o presente trabalho tem em vista entender como as variáveis mineralógicas e físicas, como a granulometria e a morfologia, e também, as variáveis químicas, como a dosagem de floculantes e coagulantes, podem influenciar parâmetros reológicos que são considerados fundamentais na formação de pastas minerais e de polpas adensadas.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo Geral

Avaliar a influência da morfologia e granulometria das partículas, comuns em lamas de minério de ferro, e a presença de floculante, em características reológicas de pastas e polpas de alta densidade obtidas por meio de espessamento em laboratório.

3.2 Objetivos Específicos

i. Obter e preparar amostras com alta concentração de caulinita, quartzo, hematita especular e hematita granular para preparação de lamas contendo predominantemente uma fase mineral (“amostras puras”) e caracterizar estas amostras adquiridas.

- ii. Obter e preparar amostras de lamas industriais de minério de ferro que contenham partículas minerais com características morfológicas distintas: (i) com presença de partículas lamelares, (ii) sem partículas lamelares.
- iii. Realizar testes de sedimentação descontínua em bancada com as diferentes amostras na presença/ausência de reagentes de modo a obter pasta.
- iv. Realizar ensaios de reometria para determinar a tensão de escoamento, viscosidade e para caracterizar as pastas obtidas.
- v. Gerar curvas de fluxo e de viscosidade para caracterização das pastas quanto ao comportamento do tipo de fluido.
- vi. Verificar se as características reológicas das amostras “puras” se relacionam com as características reológicas das lamas industriais.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

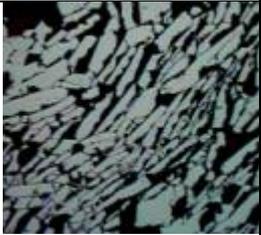
4.1 Morfologia e composição mineralógica de lamas de minério de ferro

As lamas são constituídas por partículas ultrafinas geradas ao longo das etapas de beneficiamento e/ou, também, são constituídas por finos naturais provenientes dos depósitos minerais, dessa maneira, na sua constituição estão presentes os mesmos minerais corriqueiros nos depósitos de minério de ferro.

Ademais, os depósitos de minério de ferro no Brasil apresentam uma composição química relativamente homogênea, porém seus minerais apresentam grande variedade na textura em função dos diferentes eventos geológicos que formaram as jazidas atualmente em fase de exploração. Segundo Morris (1980), os eventos geológicos que afetam os corpos minerais geraram depósitos com mineralogias e sequências de cristalização distintas, afetando assim a morfologia, tamanho, textura dos minerais, distribuição e/ou arranjos de cristais e poros das fases minerais presentes.

Além disso, a hematita é o principal minério de ferro explorado no Brasil, sendo um óxido de ferro com 70% de Fe e 30% de O na sua composição básica. Na natureza é encontrada isolada ou em agregados com partículas distintas, sendo o caso mais clássico com partículas de quartzo, ou em associação com a goethita e também com limonitas. A depender da região e dos eventos geológicos que contribuíram para a formação destes depósitos; sabe-se que no quadrilátero ferrífero, encontra-se desde cristais lamelares e bem orientados de hematita, quanto

cristais granulares de granulação média a fina. Acrescentando-se que a classificação dessas fases minerais é importante no contexto geometalúrgico, cujo objetivo principal é relacionar as características geológicas dos depósitos minerais ao seu comportamento em operações de tratamento de minérios e às suas propriedades metalúrgicas. Além do mais, existe uma infinidade de classificações e as empresas de mineração, devido a isso, buscam adaptar essas classificações com a realidade de seus depósitos. Em outras palavras, em seus estudos de modelagem de processos, Queiroz (2008) propôs uma classificação dos minérios de ferro conforme a morfologia das partículas minerais, separando as hematitas em hematita martítica, nos minérios porosos, e hematita especular, lamelar, granular e sinuosa ou lobular, nos minérios compactos, além de minérios goethíticos e magnéticos. Abaixo, a Tabela 1 apresenta um resumo das principais características dessas hematitas.

Classe	Características	Fotos
Hematita Especular	<ul style="list-style-type: none"> - Porosidade: sem poros (compactos). - Contatos: laterais retilíneos. - Dimensões: relação entre comprimento e largura maior que 5:1 (inequidimensional). - Granulometria: fina (de 0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 	
Hematita Lamelar	<ul style="list-style-type: none"> - Porosidade: sem poros (compactos). - Contatos: laterais retilíneos. - Dimensões: Relação entre comprimento e largura menor que 5:1 (inequidimensional). - Granulometria: fina (de 0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 	
Hematita Granular	<ul style="list-style-type: none"> - Porosidade: sem poros (compactos). - Contatos: retilíneos e junções tríplices. - Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais. - Granulometria: fina (de 0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 	

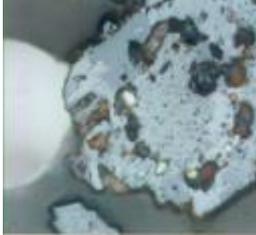
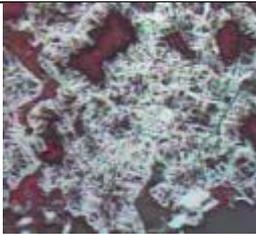
<p>Hematita Sinuosa ou Lobular</p>	<p>- Porosidade: sem poros (compactos). -Contatos: irregulares, entrelaçados, geralmente imbricados. - Dimensões: Aspecto granular com cristais inequidimensionais e irregulares. - Granulometria: fina (de 0,01 a 0,03 mm) a média (0,04 a 0,11 mm).</p>	
<p>Hematita Martítica</p>	<p>- Porosidade: poroso. - Contatos: laterais retilíneos quando preserva o ‘habitus’ da magnetita (forma euédrica). Irregulares (quando não preservam o ‘habitus’ da magnetita). - Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais. Às vezes totalmente irregulares. - Granulometria: fina (de 0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm).</p>	

Tabela 1: Textura de óxidos e hidróxidos de ferro e suas características principais (Adaptado de QUEIROZ, 2008).

Do ponto de vista de beneficiamento de minérios, é importante caracterizar e quantificar os minerais de ganga associados às formações ferríferas para avaliar o impacto desses minerais nos processos de concentração. Em outras palavras, em *Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para a aplicação como material de construção civil*, para Andrade (2014), os minerais associados aos rejeitos de mineração de ferro são: a caulinita, a gibbsita, a goethita, a hematita, a magnetita e o quartzo.

Em *Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale*, em outras palavras, Wolff (2009) apresentou os rejeitos de minerações de ferro em atividade e identificou, por difração de raios X, a presença de caulinita, quartzo, gibbsita, talco e muscovita, além de óxidos de ferro (hematita, goethita e magnetita).

A Tabela 2 apresenta os minerais identificados nesses estudos:

Amostra	Fases Mineralógicas
Mina de Brucutu (underflow do espessador de rejeitos).	Hematita, Goethita, Caulinita, Quartzo, Muscovita, Gibsita.
Mina do Córrego de Feijão (overflow da deslamagem; overflow do ciclone + rejeito de separação magnética).	Hematita, Goethita, Magnetita, Caulinita, Quartzo, Talco, Muscovita, Gibsita.
Mina de Conceição (underflow do espessador de rejeitos).	Hematita, Goethita, Caulinita, Quartzo, Talco, Muscovita, Gibsita.
Mina de Fábrica Nova (underflow do espessador de rejeitos).	Hematita, Goethita, Caulinita, Quartzo, Muscovita, Gibsita.
Mina de Alegria (underflow do espessador).	Hematita, Goethita, Caulinita, Quartzo, Muscovita, Gibsita.
Mina do Pico (lama) (overflow do ciclone - classificação em planta piloto) (Santos, 2010).	Hematita, Goethita, Caulinita, Quartzo, Gibsita.

Tabela 3: Composição mineralógica da lama proveniente da usina de Conceição, em Itabira, MG - % estimada em massa. (OLIVEIRA, 2006).

Acrescente-se que, Roberto (2010) avaliou as tipologias de minério de ferro na mina de Brucutu, identificando o quartzo como mineral de ganga mais abundante, porém, nas amostras de hematita especular, silicatos, como a caulinita foram encontrados em menor teor.

4.2 Lama no beneficiamento de minérios

A concentração das espécies minerais presentes nas lamas geradas em processos de beneficiamento de minério é um desafio do ponto de vista tecnológico. A presença de lamas, altera a rigidez da espuma, interfere no contato bolha–mineral e torna pouco efetiva a atuação dos reagentes, por suas interações com as lamas que possuem áreas superficiais enormes quando comparadas com as das partículas do minério (OLIVEIRA, 2006).

Para Somasundaran, em *Principles of Flocculation, Dispersion, and Selective Flocculation* (1980), as partículas, com base em seu tamanho e comportamento em meio aquoso, podem ser classificadas da seguinte forma: (i) finas: partículas que não são facilmente separáveis por processos físicos de concentração e cujo tamanho médio está compreendido entre 10 µm e 100 µm; (ii) ultrafinas: partículas que não são facilmente separadas por processos convencionais de concentração, inclusive a flotação, e cujo tamanho médio está compreendido entre 1 µm e 10 µm; (iii) colóides: partículas cujo tamanho médio é inferior a 1 µm; (iv) lamas: misturas de colóides e ultrafinos naturais e ultrafinos gerados em processos de cominuição. Uma característica das lamas é ter uma sedimentação bastante lenta.

Souza Jr (1994), em sua dissertação, *Caracterização mineralógica e tecnológica do minério de ferro itabirítico anfíbolítico da jazida de Alegria, Mariana, MG*, analisou a influência da presença de lamas na flotação de minérios de ferro, com isso, o autor verificou que, quanto maior a perda de minerais de ferro e argilominerais ultrafinos na deslamagem, maior o valor de recuperação metalúrgica na flotação e menor é o teor de sílica no concentrado. A partir disso, o autor evidencia a influência negativa da presença de finos e lamas na flotação.

Desse modo, em função dos impactos negativos da presença de lamas nas etapas de concentração, a maioria das mineradoras opta pela classificação e descarte desses materiais em barragens, recuperando parte da água presente por meio de operações de espessamento.

Além do mais, segundo Lara (2011), o espessamento é uma operação de separação sólido/líquido, baseada na velocidade de sedimentação das partículas. Sendo assim, esse processo é utilizado para recuperar água de polpa e/ou rejeitos espessados, elevar o percentual de sólidos nos materiais adensados para adequação às etapas posteriores do processo, ou para disposição de rejeitos, e para separar os constituídos dissolvidos em resíduos lixiviados em operações hidrometalúrgicas. Nesse sentido, o processo consiste na sedimentação de partículas suspensas em um meio aquoso em função da ação da força da gravidade, resultando em um processo relativamente simples, com baixo custo operacional.

Segundo França e Massarani (2004), em *Separação sólido-líquido*, diversos fatores podem afetar a sedimentação de partículas dispersas em soluções aquosas, sendo eles: as partículas (forma, tamanho, densidade específica, distribuição), percentual de sólidas na suspensão, pré-tratamento da suspensão através da adição de reagentes específicos, e a geometria dos tanques de sedimentação. Portanto, a lei de Stokes pode ser utilizada para demonstrar o efeito do tamanho das partículas coloidais no regime de sedimentação. A partir dela, inclusive, pode-se calcular a velocidade de sedimentação terminal, quando as forças de gravidade e de resistência do fluido se igualam e, a partir daí, a partícula, sedimenta a uma velocidade constante:

$$V_t = \frac{(\rho_s - \rho) g D_p^2}{18\mu_f} \quad (1)$$

Onde:

V_t = velocidade terminal da partícula, m/s;

ρ_s = densidade do sólido, kg/m³;

ρ = densidade do líquido, kg/m³;

g = aceleração da gravidade, m/s²;

D_p = diâmetro da partícula, m.

μ_f = viscosidade do fluido, kg/m x s.

A equação de Stokes assume que as partículas se encontram em regime laminar, com formato esférico, cujo raio é menor que 50 μm . Dessa maneira, afere-se que a velocidade

terminal de uma partícula é diretamente proporcional ao quadrado do seu tamanho, logo, quanto menores as partículas, menor a sua velocidade de sedimentação.

Partículas muito finas, com dimensões inferiores a 0,010 mm, apresentam velocidade de sedimentação extremamente baixa, sob ação apenas do campo gravitacional, já que a massa de cada partícula é muito pequena, fazendo com que sofram atuação do movimento browniano. Outro fator a ser considerado no espessamento de partículas minerais desse tamanho, é a atuação de carga elétrica superficial das espécies minerais presentes na solução (PEREIRA, 2019).

Assim sendo, considera-se que para aumentar a velocidade de sedimentação de lamas, utiliza-se comumente flocculantes para aumentar o peso específico através da formação de flocos entre as partículas minerais; já os coagulantes tem como função a redução da repulsão causada por efeitos eletrostáticos superficiais.

4.3. Ensaio de Sedimentação

O estudo da sedimentação teve seu início no século XX com Mishler, mais precisamente, no ano de 1912. Esse autor calculava a seção transversal de um sedimentador partindo do pressuposto de que a velocidade de sedimentação era a mesma velocidade do líquido ascendente. Eventualmente, essa premissa serviu como base para vários estudos e para o desenvolvimento de procedimentos para melhor compreensão desse fenômeno (FRANÇA, 1996).

O processo descontínuo de sedimentação, ou sedimentação de bancada ilustrado na Figura 8, considera que partículas em movimento em um meio líquido estão sujeitas à força de empuxo, da gravidade e de resistência ao movimento. Dessa maneira, no tempo zero $t=0$, todas as partículas estão dispersas no meio líquido. No tempo $t= t_1$ as partículas com maior densidade começam a se movimentar em direção ao fundo da proveta e as partículas de menor densidade permanecem em equilíbrio em relação ao meio líquido. A partir daí, as partículas de menor densidade exercem uma força de peso maior do que a força exercida pelo movimento do líquido, iniciando sua trajetória em direção ao fundo da proveta no tempo $t=t_2$. Nesse momento, há uma interface com partículas de diferentes densidades com movimento descendente sendo observada, formando a zona de compactação. Enquanto essa interface desce, é observada uma região de líquido clarificado sendo formada na parte superior da proveta, cuja tendência é

aumentar, enquanto as partículas se sedimentam, enquanto há um aumento na região inferior formando o leito compactado ($t=t_3$).

Quando todas as partículas sólidas se sedimentam, ocorre a acomodação das partículas no leito compactado ($t=t_4$) sendo observada uma variação nesse leito formado no fundo da proveta. Paralelamente, durante o ensaio de sedimentação descontínua é registrado o deslocamento da interface superior da polpa, e os dados são utilizados para construção de um gráfico da altura da interface em relação ao tempo.

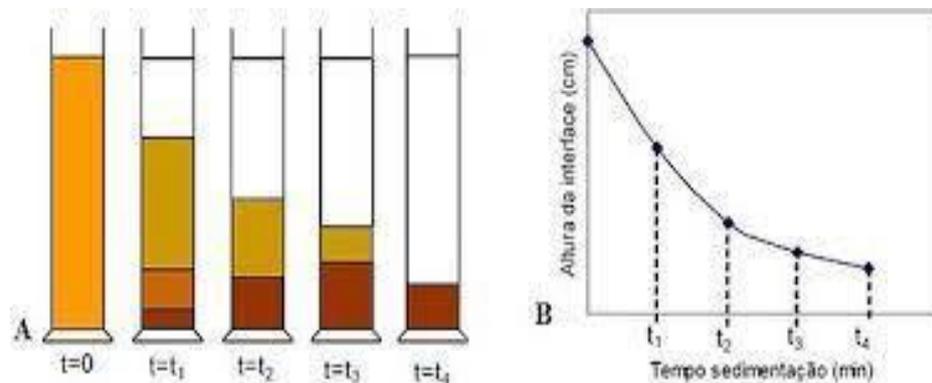


Figura 1: Etapas do ensaio de proveta (a) e curva de sedimentação resultante do ensaio (b). (FRANÇA, 1996).

Fernandez-Iglesias *et. al.*, 2013 *apud* Jewel, 2013 avaliaram diversos parâmetros para determinar a viabilidade do espessamento em pasta de rejeitos de minério de ferro. Segundo os autores, alguns parâmetros devem ser considerados para essa avaliação, tais quais: granulometria, caracterização da água, escolha dos reagentes, testes de sedimentação, testes de espessamento piloto e reologia do material adensado. Desse modo, os testes de sedimentação conduzidos neste estudo serviram para determinar os flocculantes com melhor desempenho em função do maior percentual de sólidos no material adensado.

Abaixo, na Figura 2 apresentar-se-á, em função de diferentes tipos de flocculantes, as curvas de sedimentação de rejeitos de minério de ferro

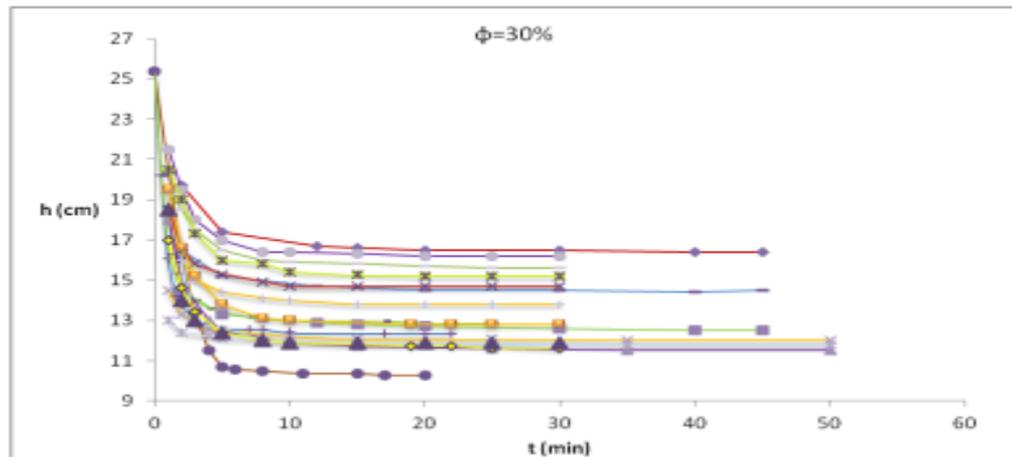


Figura 2: Curvas de sedimentação de rejeitos de minério de ferro em função de diferentes tipos de floculantes (FERNANDEZ-IGLESIAS, *et. al.*, 2013).

A partir da seleção dos floculantes, foram realizados testes de bancada com diferentes dosagens desse reagente, para determinação das faixas de dosagem a serem utilizadas nos testes de espessamento piloto.

4.4 Pastas minerais

A princípio, a pasta mineral pode ser definida como um sistema coloidal, que se apresenta como um fluido homogêneo, sem ocorrência de segregação granulométrica das partículas, e que ao ser disposta suavemente sobre superfícies estáveis, não mostra drenagem significativa de água (OSORIO *et al.*, 2008).

Segundo Brackebusch (1993), pasta é uma mistura de alta densidade formada de água com sólidos, que contém uma proporção significativa de partículas finas. A baixa proporção de água no sistema (10% a 25% em massa) faz com que a consistência da pasta seja espessa. As partículas finas que compõem a pasta podem ser advindas de rejeitos de minas ou de argilas naturais, limos e areias finas. A mineralogia das partículas pode assim ter uma grande variedade de quartzo e feldspato a argilas, micas e mesmo sais.

Em *A influência de floculantes poliméricos na formação de pastas minerais*, Falucci (2007) definiu que o percentual de sólidos necessário para caracterizar uma pasta não pode ser definido por um valor fixo, sendo essa uma característica intrínseca do material, dessa maneira

uma pasta deve conter uma quantidade de partículas finas suficiente para reter água no sistema. A área superficial das partículas é um dos fatores a serem observados, já que um aumento na área superficial dessas partículas implica em um maior volume de água necessário para o recobrimento das mesmas.

Portanto, as características do comportamento dessas pastas são devido ao adensamento dos sólidos, pois, a partir de uma determinada porcentagem de sólidos, faz com que não haja segregação de partículas sólidas na mistura (ARAÚJO, *et al.*, 2003).

Na sequência, verifica-se a representação gráfica de Laudriault (2002) na Figura 3. Denota-se as diferenças entre a polpa, a pasta e a torta em função do aumento na densidade da mistura de minério/líquido. Ademais, o autor indica as técnicas para o transporte desses materiais adensados. Laudriault (2002) também sugere técnicas para a separação entre sólidos e líquidos, bem como os possíveis tipos de fluxo encontrados nas diferentes fases dessa mistura. Percebe-se pela leitura do gráfico, que a tensão de ruptura, ou a tensão de escoamento, representa justamente o esforço, ou a força mínima para causar o deslocamento desse material.

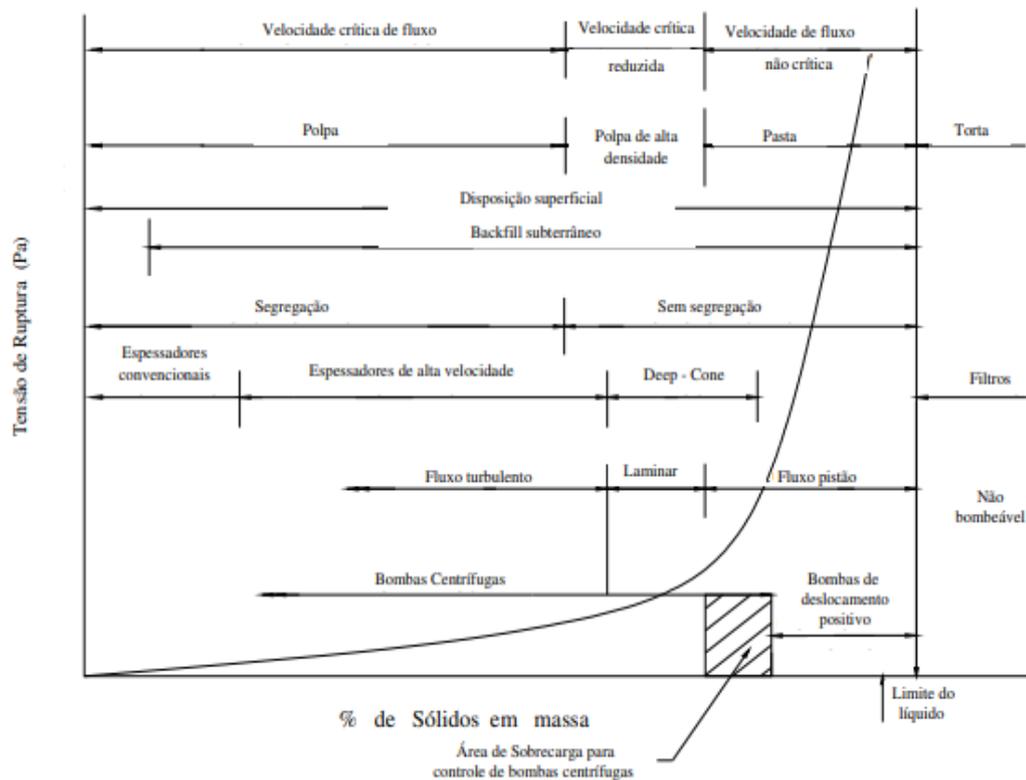


Figura 3: Definição teórica dos conceitos básicos tais como: polpa, polpa de alta densidade, pasta e torta (LAUDRIAULT, 2002).

Diante disso, as pastas podem ser caracterizadas conforme a sua tensão de escoamento, para isso são necessários ensaios reológicos para determinação dessa medida. Alguns estudos sugerem que a partir da tensão de escoamento de 200 Pa, polpas adensadas podem ser consideradas pastas minerais, porém esses valores são dificilmente encontrados sem a adição de flocculantes, dessa maneira diversos autores consideram como pasta, sistemas que apresentam tensão de escoamento mínima de 100 Pa (BOGER, 2013; FITTON e SEDDON, 2013). Ter-se-ia de dizer que é através da caracterização reológica que se torna possível definir as faixas de transição entre as polpas e as pastas minerais. Para esse estudo, utilizou-se da referência proposta por Boger (2013), na qual, o limite para transição entre a polpa e as pastas minerais situa-se na faixa de 200 Pa.

É válido supor que a formação de pastas se dá pela eliminação da água presente na mistura, até atingir a consistência desejada. Industrialmente, o espessamento é a técnica mais utilizada para esse fim. Seu princípio básico é a sedimentação de partículas em suspensão sob ação da força da gravidade. Espessadores *deep cone* foram projetados para trabalhar com alto percentual de sólidos no seu underflow e conseqüentemente formar pastas minerais. Esses espessadores apresentam uma geometria diferenciada em relação aos espessadores contínuos comumente utilizados nas operações de espessamento, apresentando uma altura maior do que seu diâmetro; além de uma geometria cônica na parte inferior, cujo ângulo varia de 10.º a 60.º, dependendo do percentual de sólidos desejado e do desenho dos *rakes*, dessa forma esse ângulo de inclinação permite o deslocamento do material sedimentado até o centro do cone, onde é feito a descarga desse material (REZENDE, 2016).



Figura 4: Espessadores de cone profundo (JEWELL, 2002).

Segundo Boger (2013), a técnica de disposição de rejeitos espessados na forma de pastas foi proposta pelo professor Eli Robinsky, colocada em prática em 1973, no Canadá. As principais vantagens dessa metodologia são:

1. reutilização da água no processo de mineração;
2. maximização da densidade dos rejeitos, facilitando seu armazenamento;
3. redução da área necessária para estoque da lama;
4. redução do risco de falhas nas barragens;
5. formação de resíduo adequado para o preenchimento, em inglês, backfill de minas;
6. redução da necessidade de drenagem;
7. menor probabilidade de contaminação das águas subterrâneas.

Dessa maneira, o desafio da disposição de rejeitos em pasta está na produção, manuseio e transporte desse material com alto percentual de sólidos para permitir uma boa descarga e o espalhamento sobre a superfície de disposição. Para isso faz-se necessário conhecer as características reológicas desses rejeitos. Devido aos desafios citados, muitas empresas preferem trabalhar com polpas de alta densidade, reforçando a importância de estudos reológicos, como o desenvolvido nesta dissertação, para melhor compreensão dos aspectos que, no que lhe concerne, determinam a formação das pastas minerais.

4.5 Reologia

A reologia é a ciência que estuda a deformação e o escoamento de materiais sob a ação de uma força. A reologia é, de comum acordo, um assunto difícil e alguns dos componentes teóricos são frequentemente vistos como de complexidade proibitiva por cientistas sem uma sólida base matemática. Também há dificuldades inerentes a qualquer ciência multidisciplinar, como a reologia para quem tem uma formação específica. Portanto, os recém-chegados ao campo às vezes são desencorajados e, para eles, os textos existentes sobre o assunto - alguns dos quais são excelentes - são de assistência limitada devido a sua profundidade de detalhes e natureza altamente matemática. Segundo Barnes *et al.* (1989) o estudo da deformação e fluxo da matéria, os quais envolvem fenômenos de elasticidade, plasticidade e viscosidade, constitui-se no principal objetivo da reologia (FERREIRA *et al.*, 2005). Dessa maneira, o estudo dessas características contribui, sobretudo, para entender melhor os chamados sistemas coloidais,

formados por partículas ultrafinas, denominadas colóides, cujas dimensões variam entre 1 a 10 nm (KITCHENER, 1978).

Assim, a viscosidade de um fluido pode ser definida como sua propriedade em oferecer maior ou menor resistência à deformação, quando sujeito a esforços de escorregamento. Os primeiros estudos sobre o tema foram realizados por Isaac Newton. Ele realizou experimentos utilizando duas lâminas paralelas com as mesmas dimensões, entre elas existia um fluido que era o objeto de estudo. A partir do deslocamento da lâmina superior, mantendo a inferior fixa, ele constatou que cada partícula do fluido percorre uma trajetória paralela às lâminas com velocidade constante, porém a velocidade dessas partículas variava a partir de um valor v próximo à lâmina superior, até a zero, na lâmina inferior.

Abaixo, tem-se o modelo de placas paralelas utilizadas por Newton para explicar a viscosidade de um líquido.

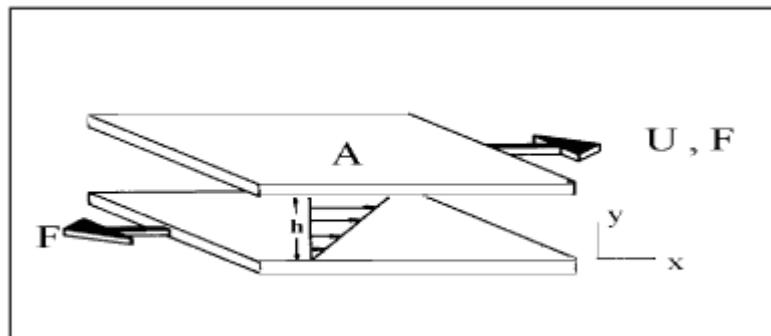


Figura 5: Modelo de placas paralelas utilizadas por Newton para explicar a viscosidade de um líquido (BARNES, 1989).

A partir dessas observações, Newton postulou que a força tangencial F é diretamente proporcional à área A da lâmina, e ao gradiente de velocidade, ou taxa de cisalhamento dv/dy . A relação F/A é denominada tensão de cisalhamento, e a viscosidade absoluta ou dinâmica μ é definida pela relação entre a tensão de cisalhamento pela taxa de cisalhamento (POSSA *et al.*, 2000).

$$\mu = \frac{F}{A} \frac{dy}{dv} = \frac{\tau}{\gamma} \quad (2)$$

Onde:

τ tensão de cisalhamento (Pa)

$\dot{\gamma}$ taxa de cisalhamento (1 / s)

Por conseguinte, a viscosidade de um líquido é diretamente afetada pela presença de partículas coloidais, - onde as partículas coloidais forem dispersas, maior será a viscosidade desse mesmo líquido puro: sendo essa correspondência, a saber, o objeto de vários estudos nessa área.

4.5.1 Ensaios Reológicos

O conjunto de técnicas aplicadas para determinar as propriedades reológicas de um meio é denominado reometria. A escolha do equipamento e método a ser utilizado, depende das propriedades do fluido a ser ensaiado (NASCIMENTO, 2008). Dessa maneira, objetiva-se com este estudo, a avaliação do impacto de aspectos morfológicos e da granulometria nas características reológicas de pastas minerais, para isso, realizaram-se ensaios reométricos, além de análise granulométrica e mineralogia.

O método mais simples para determinar a tensão de escoamento é o método de abatimento de cone. Esse método foi desenvolvido originalmente para determinação da consistência de misturas de concreto, normalizado pela ASTM a partir de 1998. Desde então esse teste tem sido utilizado também para avaliação da consistência de fluídos não newtonianos. Nesse teste, um tronco de cone com as dimensões conhecidas é preenchido com o material objeto do estudo. A seguir, esse tronco é levantado, permitindo que o material seja abatido e escorra lateralmente. A altura final desse material é medida e comparada com a altura inicial, medida do slump. Por uma equação, relaciona-se a tensão de escoamento com a medida do abatimento. Acrescente-se que, utiliza-se de uma superfície cilíndrica para realização desses testes, já que a mesma apresenta maior facilidade para enchimento por haver menor geração de bolhas ao inserir a amostra. A determinação da tensão de escoamento é mais precisa em função da simetria do cone, facilitando a geração de modelos matemáticos e simplificando a execução do teste.

Na Figura 6, tem-se uma adaptação, em que se apresenta o esquema de execução "Slump Test".

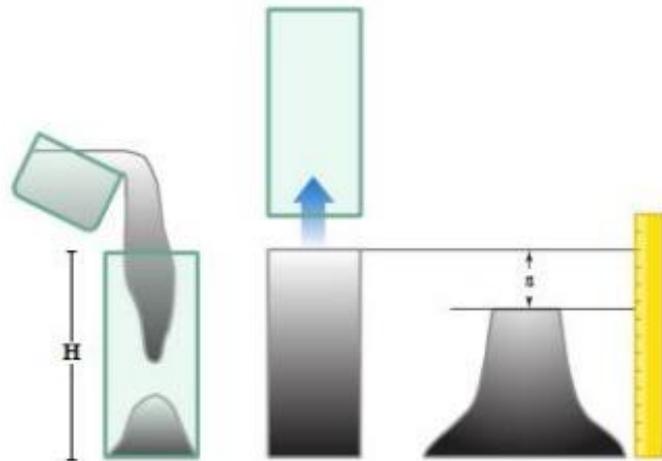


Figura 6: Esquema de execução do "Slump Test" (Adaptado de BOGER, 2013).

Jung *et al.*(2002), segundo a norma ASTM, utilizaram-se dos testes de *slump* para encontrar o vínculo entre a altura de abatimento *slump*, bem como o conteúdo de água em polpas adensadas ou pastas. Não foi especificado o material utilizado nesses estudos pelos autores.

Apresenta-se, abaixo, a altura de "slump" em função do conteúdo de água ou umidade da pasta.

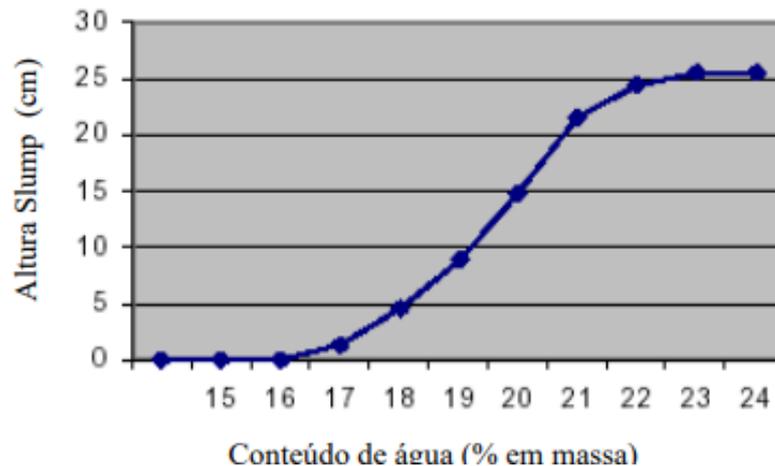


Figura 14: Altura de "slump" em função do conteúdo de água ou umidade da pasta (Jung *et al.*, 2002).

Os testes de calha servem para determinar outro parâmetro importante para a disposição de pastas, o ângulo de abatimento. Essa medida é realizada a partir da medida do ângulo de repouso de uma pasta, ou outro material, em função de sua inclinação. Estes testes são

realizados em calhas com dimensões pré-definidas, sendo o modelo proposto por Sofrá. *et. al.* (2002), em *Environmental rheology for waste minimisation in the minerals industry*, o mais utilizado para testes laboratoriais.

Segundo Osorio (2005) quanto mais adensada é a polpa ou a pasta, maiores ângulos de repouso podem ser obtidos, influenciando nas áreas utilizadas para disposição desses materiais.

Abaixo, pode-se verificar na Figura 7, o plano inclinado e diagrama esquemático do fluido estacionário na calha.

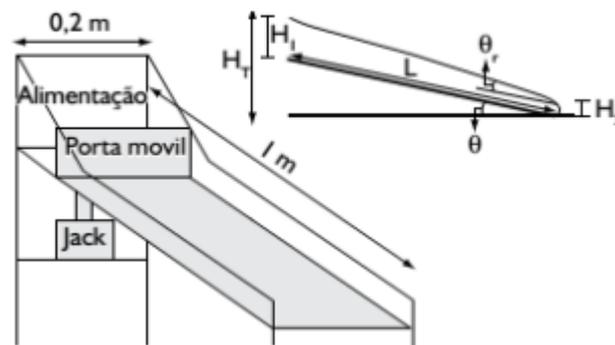


Figura 7: Plano inclinado e diagrama esquemático do fluido estacionário na calha. (SOFRÁ *et al.* 2002, p. 326).

Alguns ensaios reológicos são realizados utilizando viscosímetros e reômetros, sendo esse último, uma evolução tecnológica dos viscosímetros, tanto por possuírem maior sensibilidade, quanto pelos recursos disponíveis para realização de análises. Em líquidos, cuja viscosidade, varia em função do fluxo, a utilização dos reômetros é mais indicada, pois, é possível medir a viscosidade num grande intervalo de taxas de cisalhamento e assim determinar diversas propriedades do material (HACKLEY e FERRARIS, 2001 *apud* RIBEIRO, 2015). Inclusive, os principais reômetros são os rotacionais e oscilatórios.

Os reômetros rotacionais são constituídos por uma parte fixa e outra móvel, separados pela amostra a ser analisada, o cisalhamento da amostra ocorre a partir do movimento rotacional da parte móvel a uma velocidade fixa. A viscosidade é medida em função do torque que ocorre como resposta a esse movimento.

Os ensaios rotacionais são realizados segundo dois métodos: ensaio com taxa de cisalhamento controlada (CSR): onde o equipamento fixa a taxa de cisalhamento e, como resultado, tem-se o torque ou tensão de cisalhamento. Além disso, calcula-se a viscosidade a

partir dos parâmetros do método de tensão de cisalhamento controlada (CSS). Acrescente-se a isso que esse parâmetro é fixado pelo equipamento e, a partir disso, tem-se a taxa de cisalhamento.

A partir desses ensaios, determina-se as curvas de fluxo e de viscosidade do material estudado. Segundo Mezger (2006), o CSS é o método clássico para determinar a tensão de escoamento de uma dispersão, pasta ou gel, já que na natureza, todos os processos de fluxo são controlados por uma tensão de cisalhamento.

Na sequência, na Figura 8, apresenta-se o Reômetro durante ensaio reológico.



Figura 8: Reômetro durante ensaio reológico (CHÁCARA, 2020).

Chácara (2020) realizou caracterizações reológicas de rejeitos de mineração para avaliar as propriedades geotécnicas desses materiais e buscar ondas de propagação causadas por rupturas nas estruturas de contenção desses depósitos. Os ensaios reológicos, nesse caso, foram realizados com um reômetro rotacional, utilizando os métodos CRS e CSS para avaliar o efeito ao percentual de sólidos no comportamento reológico dos rejeitos. Esses dados serviram como base para sugerir o comportamento do fluido em diferentes cenários de ruptura das estruturas. Desse modo, os pontos em vermelho representam a tensão de escoamento, definida quando a amostra se deforma de maneira abrupta.

As curvas de fluxo do rejeito com 55% e 59% de sólidos estão representadas abaixo na Figura 9.

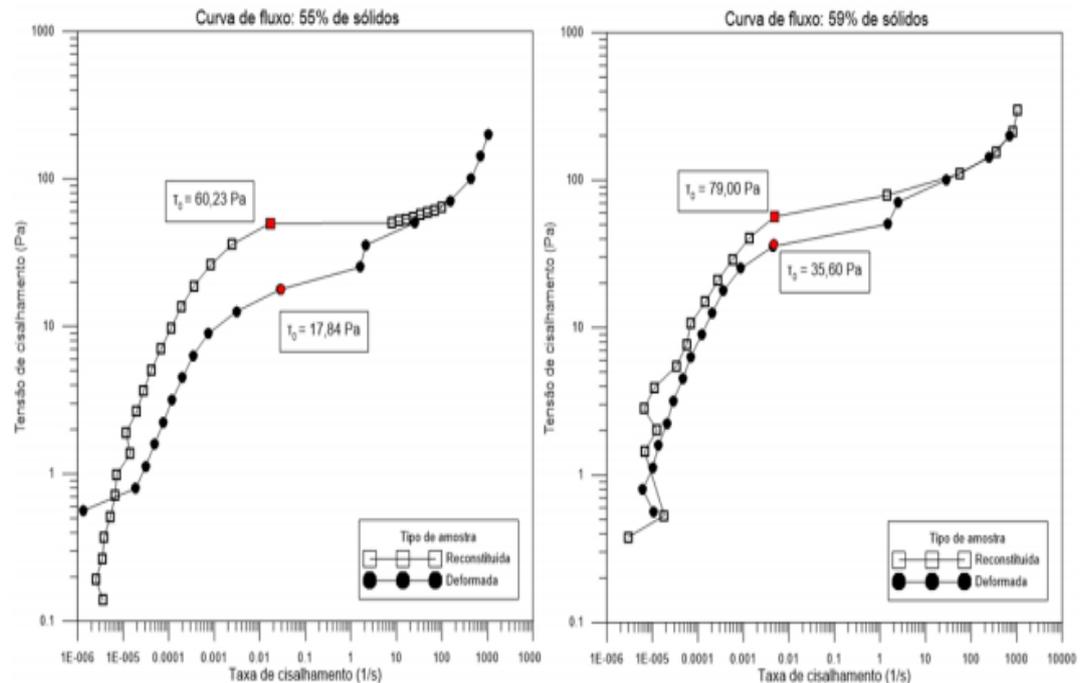


Figura 9: Curvas de fluxo do rejeito com 55% e 59% de sólidos (CHÁCARA, 2020).

4.5.2 Tipos de fluidos

Para a maioria dos líquidos puros, soluções e dispersões, a viscosidade apresenta caráter newtoniano, ou seja, a viscosidade independe da taxa de cisalhamento, assim, desde que o fluxo seja laminar, em qualquer parte do circuito, a viscosidade será constante. Um fluido newtoniano em regime laminar escoar em um tubo como se fossem cilindros concêntricos, cada um com uma velocidade definida. Suspensões com baixo conteúdo de sólidos normalmente apresentam esse comportamento newtoniano (OSORIO, 2005).

Em alguns casos, onde há uma maior concentração de partículas e as mesmas são assimétricas, encontram-se desvios no comportamento newtoniano dessas soluções. Para esses sistemas, há uma dependência entre viscosidade e taxa de cisalhamento, nesse caso a viscosidade é modificada constantemente em função do grau de agitação da polpa. Esse comportamento é causado pela orientação de partículas assimétricas, por exemplo, partículas lamelares, causadas pelo gradiente de velocidade, e pela formação de estruturas através do sistema. Quando esse comportamento é observado em fluidos, denominamos esses fluidos

como não newtonianos. Além disso, fluídos não newtonianos podem ser classificados como pseudoplásticos com tensão de escoamento, plástico de Bingham, pseudoplástico e dilatante.

Nesse caso, existem fluidos cujo escoamento depende do tempo de aplicação e da taxa de cisalhamento, esses fluidos são classificados como tixotrópicos e reopéticos.

Abaixo, na Figura 10, apresenta-se a classificação reológica das diversas categorias de suspensões.

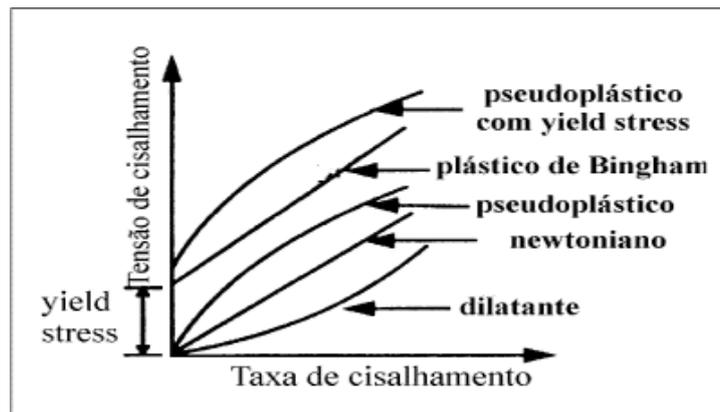


Figura 10: Classificação reológica das diversas categorias de suspensões (KAWATRA *et al.*, 1996).

Fluidos pseudoplásticos com tensão de escoamento e fluídos de *Bingham* se diferenciam dos demais fluidos por necessitarem de uma tensão inicial para iniciar o seu escoamento. Essa tensão inicial é denominada tensão limite de escoamento, em inglês, *yield stress*. Segundo Chaves (1996), a maioria das polpas de minério apresenta o comportamento de plásticos de Bingham, já que a concentração de sólidos em sistemas industriais é relativamente alta. Esses sistemas apresentam uma viscosidade aparente constante após a aplicação da tensão de limite de escoamento.

Em fluidos pseudoplásticos a viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, isso ocorre em sistemas coloidais, onde partículas assimétricas com orientação aleatória ficam inicialmente emaranhadas, dificultando o escoamento. Enquanto a taxa de cisalhamento aumenta, essa rede se rompe, facilitando o escoamento e reduzindo a viscosidade.

Em fluidos dilatantes, há um aumento na viscosidade aparente enquanto ocorre o aumento da taxa de cisalhamento, este comportamento é raramente encontrado. Observa-se esse comportamento em sistemas onde existem partículas em contato com líquidos a uma

quantidade suficiente para ocupar os espaços vazios entre as partículas. Em baixa velocidade de escoamento, haverá pouco atrito entre as partículas, já que o líquido no meio atua como um lubrificante, auxiliando a movimentação das partículas sólidas. Quando ocorre um aumento na velocidade de escoamento, as partículas se distanciam e o líquido deixa de preencher os espaços entre elas, aumentando o atrito entre as partículas, ou seja, a viscosidade.

Por um lado, em fluidos tixotrópicos, a viscosidade diminui com o tempo de atuação de uma taxa de cisalhamento, até encontrar o equilíbrio através de uma transformação isotermal reversível (tintas e algumas argilas). Segundo Osorio (2005), as polpas minerais podem apresentar um comportamento de viscosidade dependente do tempo, após a adição de polímeros, exibindo assim comportamento tixotrópico. Por outro lado, os fluidos reopéticos são raros e apresentam comportamento oposto aos fluidos tixotrópicos: nesse sentido, observa-se um aumento da viscosidade aparente com o tempo de atuação de uma taxa de cisalhamento constante.

Assim, Osório (2005) estudou a reologia de pastas formadas a partir de rejeito e lama de minério de ferro, encontrando regimes reológicos tixotrópicos e reotrópicos para pastas com diferentes percentuais de sólidos. Enquanto a pasta se apresenta como mais adensada, para o autor, o caráter tixotrópico cresce e o reotrópico diminui.

Em *Principais Características de Pastas Minerais Preparadas com Rejeito de Manganês*, Barreda *et. al.* (2011) avaliaram o comportamento reológico de pastas minerais preparadas por rejeitos de manganês. Em vista disso, todas as amostras avaliadas apresentaram uma característica reológica dupla: tixotrópica e reotrópica. Mediante o exposto, evidencia-se que, uma das formas de caracterização do comportamento reológico de suspensões, consiste na realização de ensaios de medidas da tensão de cisalhamento. Além disso, as curvas de fluxo são ensaios feitos para determinar esta tensão de cisalhamento. Neste caso, utiliza-se as curvas de fluxo para determinar a tensão de cisalhamento das amostras.

Contudo, a caracterização das pastas formuladas por meio de curvas de fluxo é uma etapa desse trabalho. É importante entender o comportamento reológico das pastas para avaliar se há algum impacto da morfologia das partículas nas características reológicas das pastas.

4.6 Parâmetros para caracterização de pastas minerais

4.6.1. Distribuição Granulométrica

A distribuição granulométrica dos sólidos é importante, é válido supor que ela influencia a porosidade e a resistência da pasta. Em *Paste and Thickened Tailings - A Guide*, de acordo com Boger (2006), caso as demais características minerais equivaler a iguais, um material mais fino terá uma maior tensão de escoamento e maior viscosidade a uma dada concentração de sólidos; uma vez que as suas partículas têm uma grande superfície específica, portanto, uma área maior para interações interpartículas. Nesse sentido, faz-se necessário a análise granulométrica das amostras para avaliar se há diferença na granulometria das amostras.

Segundo Carrisso (2004) o peneiramento a úmido é o método mais indicado para separação de partículas de até 0,4 mm, porém recentes desenvolvimentos indicam a possibilidade de peneirar a partículas mais finas, na ordem de 50 μm . As partículas ultrafinas abaixo de 400# devem ser analisadas por meio da técnica de granulometria a laser. Essa técnica consiste no bombardeamento das partículas com feixes de laser, a partir da interação da luz com as partículas minerais ocorre o espalhamento da mesma sendo captada por lentes equipadas com placas de detecção que conduzem a leitura e interpretação desses dados em *softwares* específicos.

Neto (2016), em *Estudos de pastas minerais a partir do espessamento de lamas de processamento fosfático*, realizou ensaios de sedimentação em lamas fosfáticas para investigar as melhores condições de floculação visando formar pastas minerais. Por se tratarem de partículas extremamente finas, as análises granulométricas foram realizadas utilizando os granulômetros *Sympatec* e *Cilas*, para avaliar diferenças nas medições entre os dois equipamentos.

Para cada análise granulométrica de lamas fosfáticas, na Figura 11, obtêm-se curvas granulométricas.

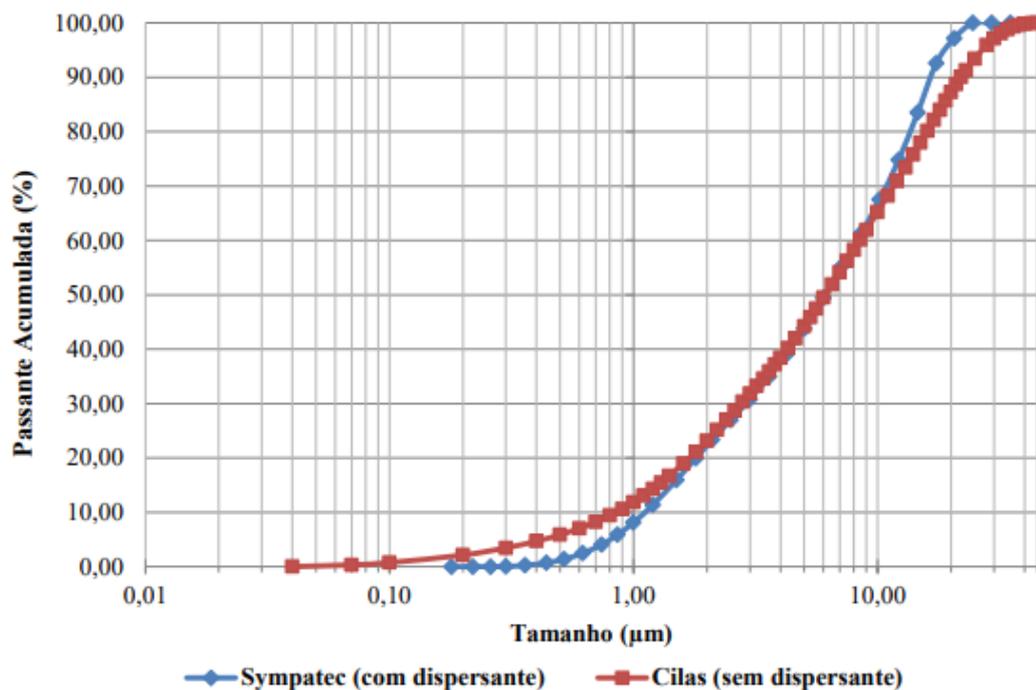


Figura 11: Análises granulométricas de lamas fosfáticas (NETO, 2016).

Em síntese, é importante ressaltar, como observado, que as análises mostraram resultados bastante próximos, mesmo com uma pequena dispersão nas faixas situadas entre 10 e 35 μm , bem como na faixa inferior a 2 μm .

4.6.2. Mineralogia e Morfologia

Pesquisou-se neste trabalho as amostras de lama com diferentes concentrações de hematita especular, hematita granular, sílica e caulinita. Para isso, quantificou-se, por meio de análises, a presença desses minerais nestas amostras. Além de avaliar a composição química das lamas utilizadas nos ensaios, para avaliar a estrutura cristalina dos minerais, uma das técnicas utilizadas, é a difratometria de raios X. Conforme descrito por Calister (2008), uma amostra pulverizada é inserida em um recipiente no centro do equipamento. A seguir, segundo um ângulo pré-determinado, um feixe de raios X monocromático é gerado para incidir na amostra. Esse feixe difratado, é detectado em outro ponto do equipamento, com o mesmo ângulo em relação à amostra. Os pontos de incidência do feixe de raios X e de detecção do mesmo são móveis e posicionados de maneira circular em relação à amostra. Assim, em função

da variação do ângulo do feixe lançado e das leituras dos feixes refletidos, lê-se os planos cristalográficos de uma amostra mineral através de *softwares* específicos.

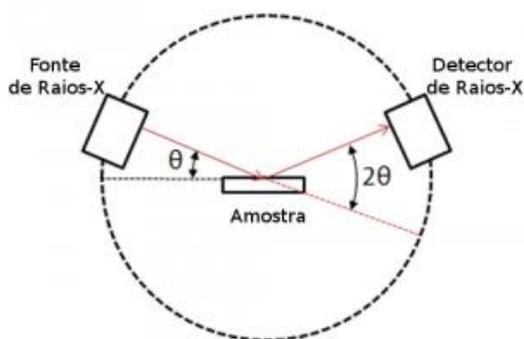


Figura 12: representação esquemática do princípio de funcionamento de um difratômetro de raios X (CHACARA, 2020).

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um equipamento que permite produzir imagens da superfície de uma amostra com alta resolução e ampliação de até 300.000x. São imagens obtidas a partir da emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (eletrodo negativo), devido à aplicação de uma diferença de potencial de 0,5 a 30KV, atraindo os elétrons na direção do eletrodo. Os sinais emitidos pela amostra são transcódificados e resultam em imagens virtuais tridimensionais das amostras. O espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS) é um acessório que pode ser acoplado ao MEV para realizar uma identificação pontual da amostra, permitindo o mapeamento da distribuição de elementos químicos por minerais presentes.

Castro, (2012), caracterizou a caulinita como portadora do elemento Al e Si na fração ultrafina em seus estudos de aproveitamento de lamas provenientes do espessamento para a geração de *pellet feed*; o autor, em *Produção de Pellet Feed a Partir de Lamas* realizou diversas análises de microscopia eletrônica e de varredura com o intuito de identificar os minerais que são portadores de ferro, alumina e de fósforo.

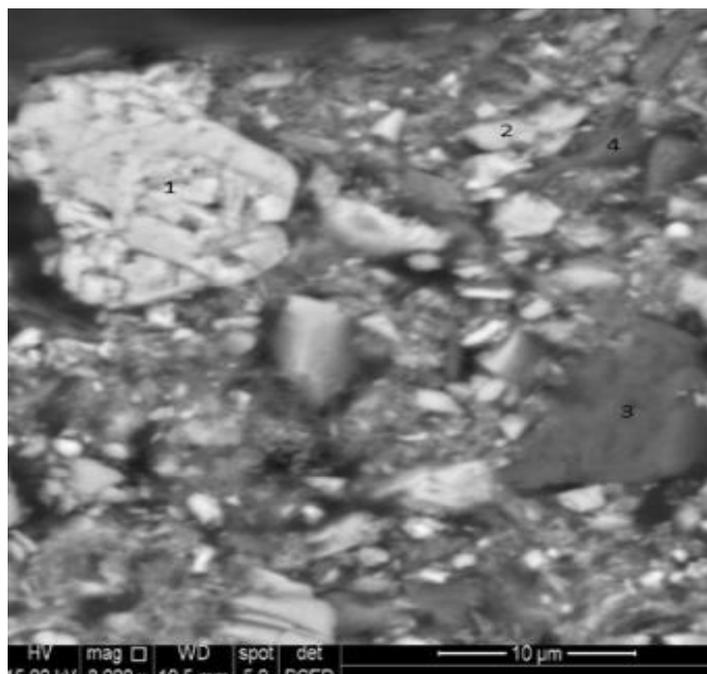


Figura 13: Fotomicrografia da amostra da lama usina (CASTRO, 2012).

Na sequência, a Tabela 4 apresenta os elementos identificados nas microanálises.

Partícula	%Fe	%Si	%O	%Al	%P
1	88,61	1,05	9,14	1,16	0,04
2	69,65	1,55	26,41	1,78	0,88
3	9,06	53,76	34,68	-	0,1
4	6,00	28,58	39,77	25,65	-

Tabela 4: Elementos identificados nas microanálises (CASTRO, 2012).

A partir dessas análises, conclui-se que as partículas 1 e 2, portadoras do elemento Fe em maior proporção, apresentam porosidade e textura granular. Outra observação, a partícula 4, portadora de Al em maior proporção e do elemento Si, indica ser caulinita o mineral portador de Al.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

O impacto da morfologia e granulometria na geração de pasta e de polpa de alta densidade, bem como seus aspectos reológicos, foram avaliados através da caracterização reológica de *underflows* provenientes de testes de sedimentação em béquer e testes de espessamento em escala de bancada.

Os testes foram realizados com 6 amostras. Duas amostras de lamas coletadas no *underflow* de espessadores industriais de lama de mineração de ferro, situadas no estado de Minas Gerais. E quatro amostras “puras” (caulinita, quartzo, hematita especular e hematita granular) preparadas previamente em laboratório. O espessador foi construído a partir de uma coluna com uma válvula esfera adaptada na parte inferior para coleta das amostras, elevando a relação altura/diâmetro em comparação aos béqueres utilizados nos primeiros ensaios.

Como se não bastasse, percebeu-se que a Figura 14 contempla, desde o recebimento das amostras, a preparação e a sequência das análises realizadas. Ressalta-se ainda que não se deve moer todas as amostras, neste caso, apenas as amostras puras. Acrescente-se que apenas as lamas foram separadas por tamanho e neste caso, recorreu-se ao uso de provetas. Além do que, as medidas de velocidade de sedimentação foram determinadas segundo a lei de Stokes.

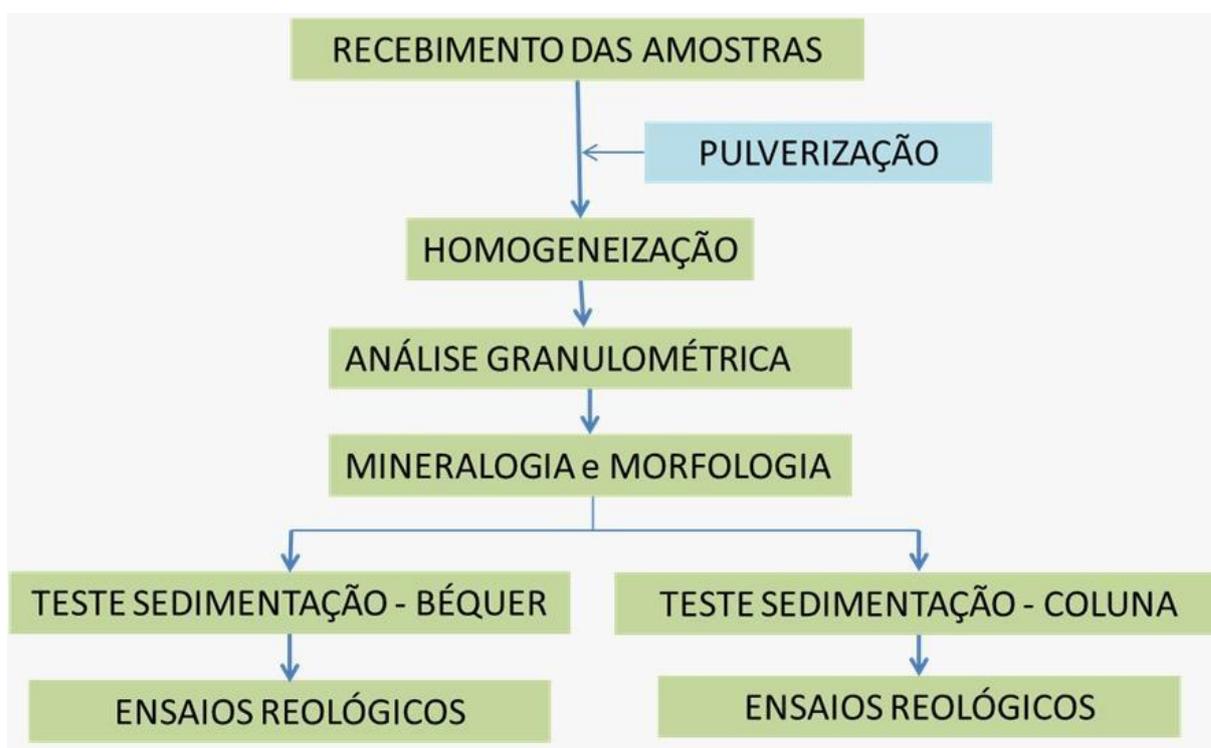


Figura 14: Sequência das atividades realizadas ao longo do estudo proposto.

5.1 Obtenção e preparação de amostras

Para isso, em princípio foram preparadas em laboratório as amostras “puras”. Elas são constituídas predominantemente de caulinita, quartzo, hematita especular, e hematita granular. As amostras de lama de mineração de ferro foram preparadas em duas granulometrias, a primeira amostra fora tratada como fração global, por se tratar do material passante em 400# tal quais as demais amostras. Preparou-se a segunda fração a partir da sedimentação em proveta e de coleta por sifão do material sobrenadante. Desse modo, determinou-se a altura da coleta pela equação de *Stokes*, levando em conta a distância percorrida em função da velocidade de sedimentação das partículas com diâmetro abaixo de 15 μm . Paralelamente, denominou-se essas amostras como fração fina. Ademais, a preparação das amostras, cominuição e separação granulométrica, foi realizada no Laboratório de Tratamento de Minérios do Departamento de Engenharia de Minas/UFOP.

Com efeito, ter-se-ia de dizer que a amostra de caulinita é proveniente da CADAM S.A., no estado do Pará. A amostra de hematita especular é procedente das etapas de concentração da usina de Conceição 2, operada pela VALE em Itabira (MG), a amostra de hematita granular é o produto das etapas de concentração de usina de Concentração 3, operada pela Samarco Mineração em Ouro Preto (MG). Sendo assim, a amostra de quartzo fora, nesse caso, preparada por meio das amostras obtidas na pedreira Quartzito Brasil, situada em Ouro Preto (MG).

Quanto às lamas industriais, o principal aspecto avaliado foi a presença ou não de partículas lamelares. Conseqüentemente, a amostra de lama industrial, rica em partículas lamelares, é procedente das operações da usina de Conceição 2, em Itabira (MG) e a amostra de lama industrial, pobre em partículas lamelares, é proveniente da Samarco Mineração, em Mariana (MG).

5.2 Análise Granulométrica

Após a homogeneização da polpa, realizaram-se as análises granulométricas por peneiramento a úmido e o material passante, em 400#. Paralelamente, analisou-se no Laboratório de Propriedades de Interfaciais no DEMIN/UFOP, por meio do granulômetro a laser, Cilas 1064.

5.3 Análise Mineralógica

A caracterização mineralógica foi realizada por meio de difratometria de raio X, neste caso, utilizou-se o difratômetro de raios X, da marca Panalytical, modelo X'Pert 3 Powder que se encontra no Laboratório de Microscopia Óptica e Difração de Raios X, localizado nas instalações do DEMIN/UFOP. Também fez-se uso da metodologia de Rietveld, na qual, os teores de cada mineral foram estimados de forma semiquantitativa.

5.4 Caracterização Morfológica

Pesquisou-se a morfologia dos grãos através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Tescan veg 3, localizado no Laboratório de Engenharia de Análise Instrumental, da Universidade do Estado de Minas Gerais (UEMG).

5.5 Testes de Sedimentação em béquer

Realizaram-se os testes de sedimentação descontínua em bancada, utilizando béquer de 1 litro e amostras com 15% de sólidos na alimentação das mesmas. Esse percentual de sólidos foi definido em função do menor valor encontrado nas amostras após o quarteamento de polpa, sendo assim, todas as outras amostras tiveram seu percentual de sólidos ajustado para igualar ao menor valor observado. No pH de 7, com adição do floculante aniônico Floticol, FL 7130, fornecido pela Clariant, nas dosagens de 10, 20 e 30 g/t, sucederam-se de acordo com orientações do fabricante. Na sequência, uma nova bateria de testes foi realizada, repetindo as dosagens de floculante e adicionando o coagulante Flotisor AD 17 097, também fornecido pela Clariant a uma dosagem de 100g/t, além disso, apenas com o coagulante foram realizados os testes, sem adição de floculante e testes sem adição de nenhum reagente. Saliente-se ainda que, realizaram-se testes apenas com floculante, testes apenas com coagulante, testes sem reagentes e testes combinando floculante e coagulante.

Abaixo, a Tabela 5 apresenta a dosagem dos reagentes utilizados nos testes de sedimentação em béquer.

Teste de Sedimentação	Dosagem de Floculantes (g/t)	Dosagem de Coagulantes (g/t)
1	0	0
2	10	0
3	20	0
4	30	0
5	0	100
6	10	100
7	20	100
8	30	100

Tabela 5: Dosagem dos reagentes utilizados nos testes de sedimentação em béquer.

5.6 Testes de Sedimentação em espessador de pasta

O espessador de pasta em bancada consiste em uma coluna montada sobre um suporte. O equipamento tem 8 cm de diâmetro, 40 cm de altura e capacidade volumétrica de 2500ml. Em cada teste utilizaram-se 2.000 ml de polpa. Neste caso, na proporção altura, diâmetro foi 5/1, de modo a sugerir o efeito da compactação do material, em função da altura do equipamento em relação ao seu diâmetro, tal qual, os espessadores de pasta. Sendo assim, o percentual de sólidos na alimentação, elevado para 25%, teve em vista a obtenção de pastas minerais. Contudo, utilizou-se nesta etapa uma dosagem única de floculantes de 60g/t, e o material afundado foi analisado pela segunda vez pelo reômetro. Acrescente-se a isso que os testes foram conduzidos no Laboratório de Tratamento de Resíduos do DEMIN/UFOP e os resultados foram avaliados a partir do percentual de sólidos no material que, por sua vez, foi afundado após um período de 24 horas. Em vista disso, ter-se-ia de dizer que, somente após a adição dos reagentes, realizou-se esse procedimento.

5.7 Ensaios Reológicos

Os ensaios reológicos foram realizados com reômetro modelo MCR 92, fabricado pela empresa austríaca Anton Paar. A geometria inferior foi um copo cilíndrico fixo e a superior (móvel) uma palheta (vane), por ser o mais indicado para lamas minerais. Para a determinação

das curvas de fluxo foram realizados ensaios controlando a taxa de cisalhamento (CCR). Inicialmente, a taxa de cisalhamento variou entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ até 300 s^{-1} . Os resultados foram compilados pelo *software Rheo Compass*TM que acompanha o equipamento, para determinação da curva de viscosidade, de deformação e a tensão limite de escoamento *yield stress* (tensão de ruptura) de cada amostra. O acréscimo da taxa de cisalhamento seguirá escala logarítmica para obter mais medidas ao final da curva. A fim de minimizar os efeitos da adição de flocculantes nas amostras sedimentadas, realizou-se uma etapa de homogeneização prévia das amostras, na qual, cada uma foi submetida a uma taxa constante de 300 s^{-1} por 60 segundos. Executaram-se as curvas de fluxo na sequência da etapa de homogeneização, com a taxa inicial de 300 s^{-1} , reduzindo até $0,1 \text{ s}^{-1}$ e aumentando os valores novamente até 300 s^{-1} .

6 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE LABORATÓRIO

Apresenta-se neste capítulo os resultados dos testes realizados em laboratórios, bem como a discussão dos resultados que foram alcançados segundo a metodologia a que esta pesquisa se propôs.

6.1 Análise Granulométrica

As curvas granulométricas das amostras estão apresentadas a partir da Figura 15, até a Figura 22.

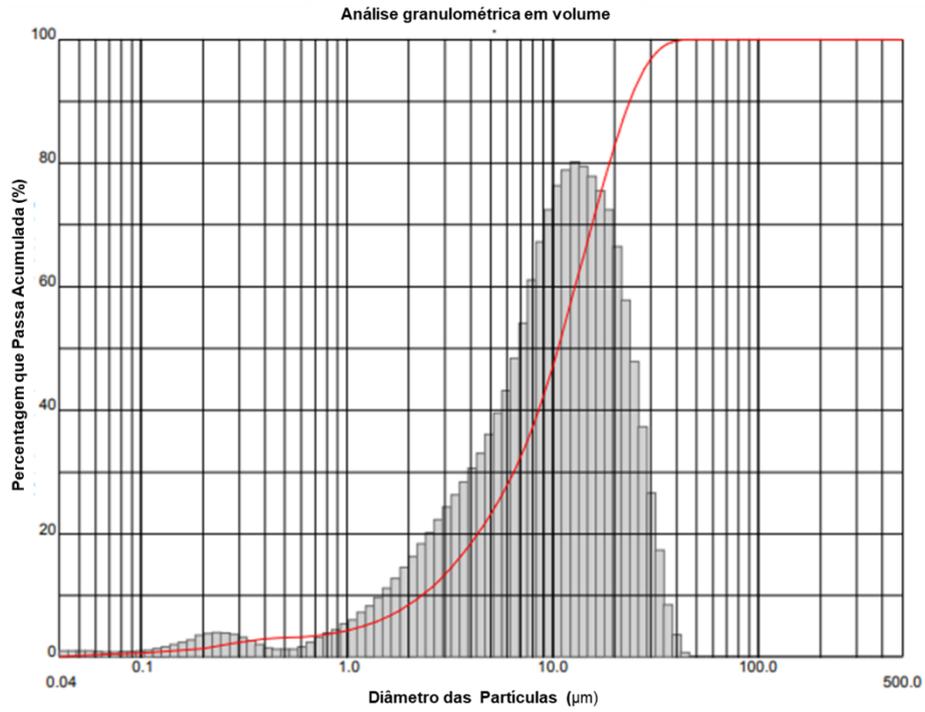


Figura 15: Análise granulométrica da amostra de hematita especular.

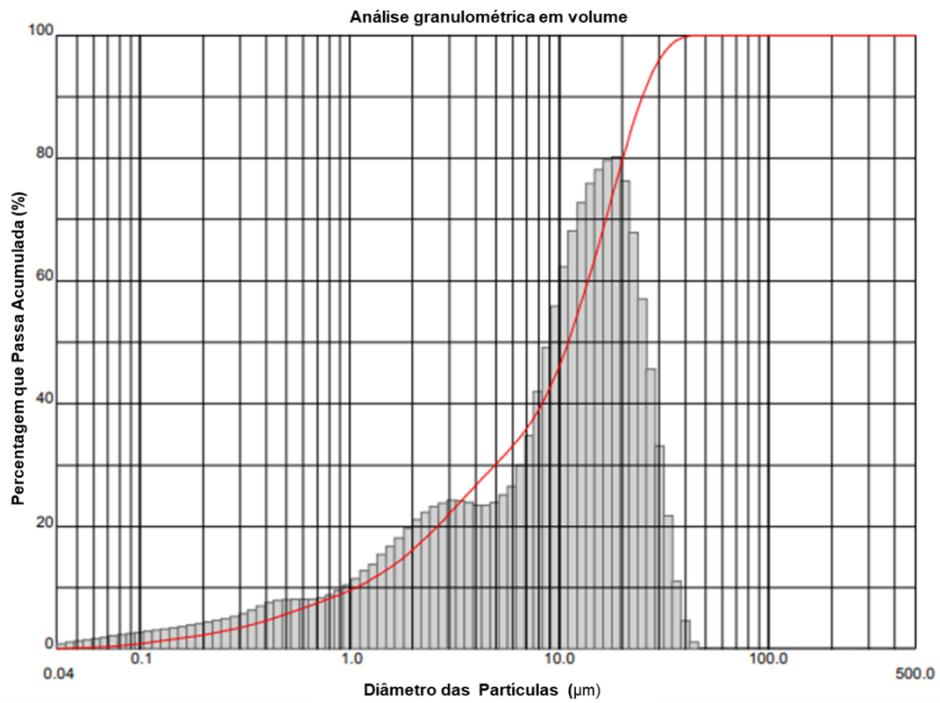


Figura 16: Análise granulométrica da amostra de hematita granular (Relatório interno, UFOP).

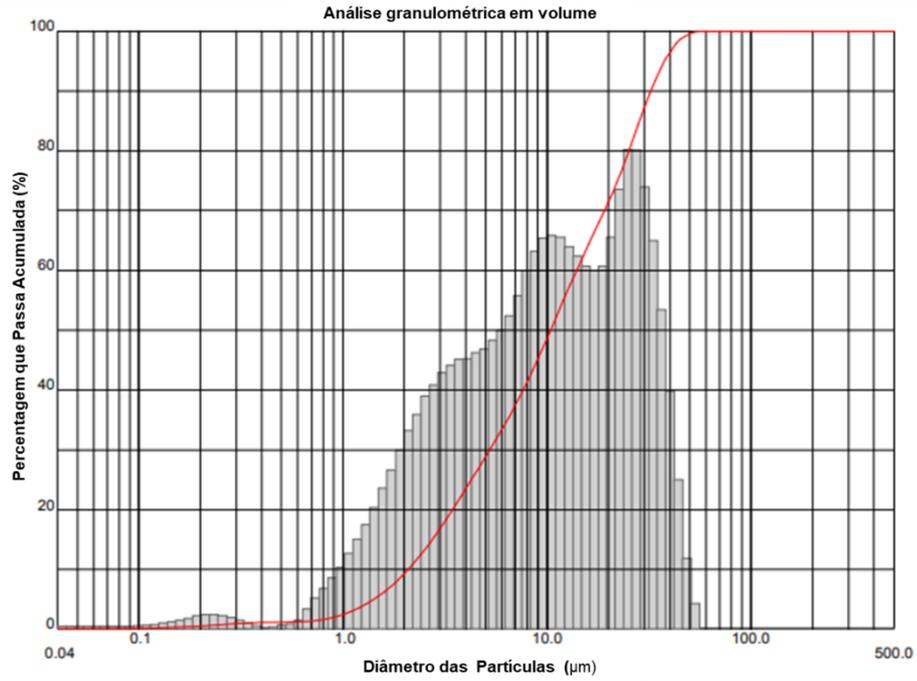


Figura 17: Análise granulométrica da amostra de quartzo.

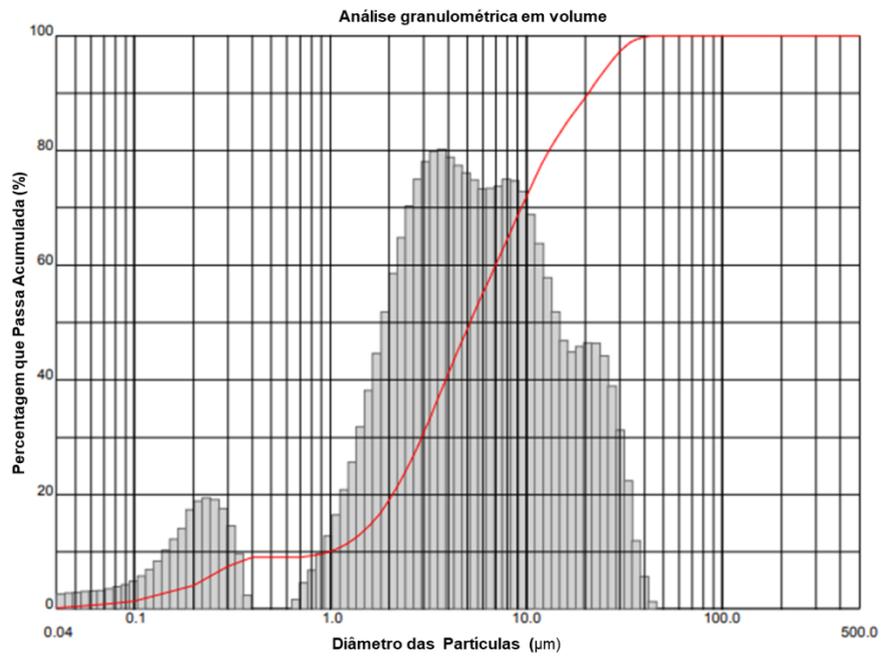


Figura 18: Análise granulométrica da amostra de caulinita.

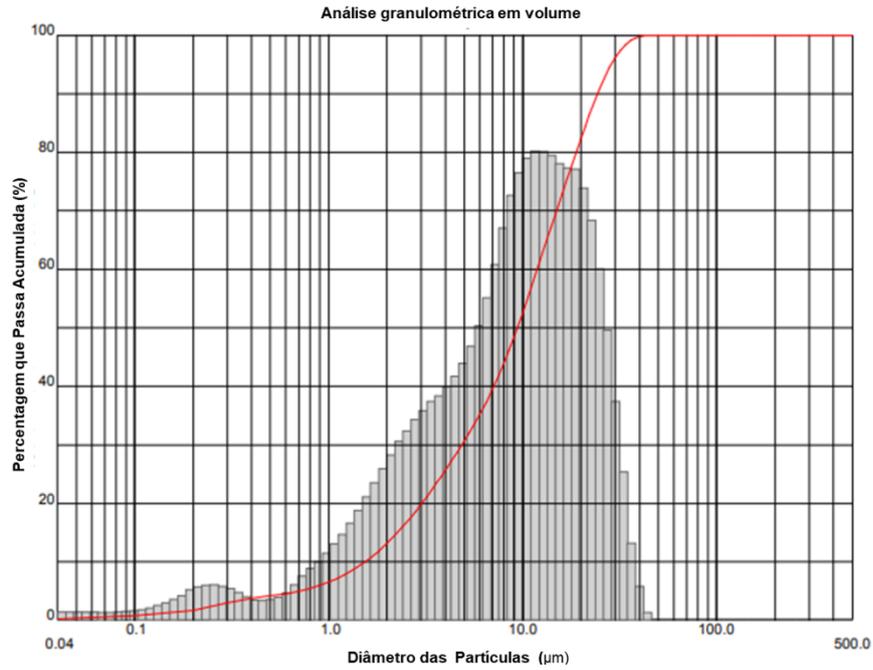


Figura 19: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita especular global.

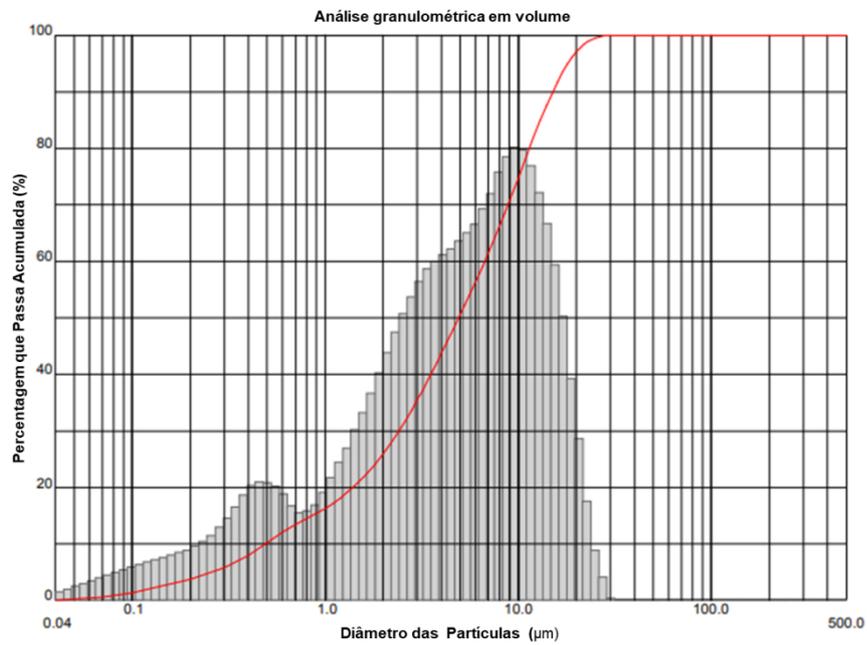


Figura 20: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita especular fração fina.

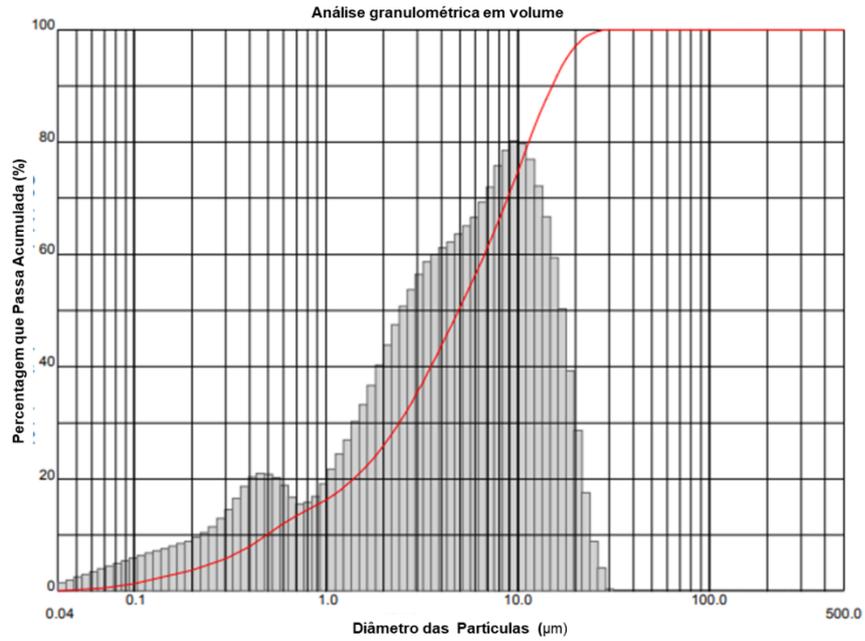


Figura 21: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita granular global.

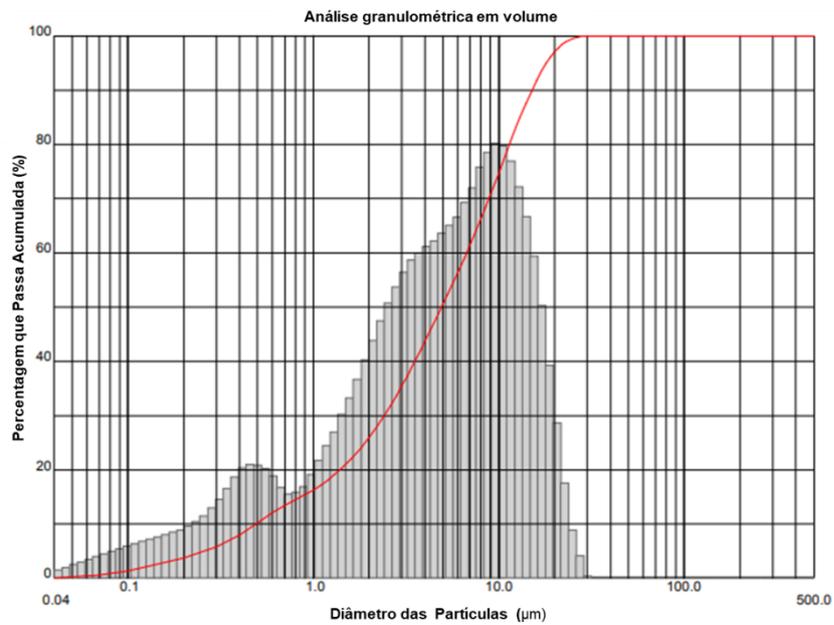


Figura 22: Análise granulométrica da amostra de lama de hematita granular fração fina.

Na tabela 6, verificar-se-á resumidamente os resultados das análises dos parâmetros d_{50} e d_{90} :

	Hematita Especular	Hematita Granular	Quartzo	Caulinita	Lama Especular global	Lama Especular fina	Lama Granular global	Lama Granular fina
d₅₀ (µm)	10,60	11,04	10,40	5,16	9,37	4,92	3,70	3,68
d₉₀ (µm)	23,73	24,95	32,25	20,71	24,36	15,09	13,99	13,96

Tabela 6: Resultado das análises granulométricas em relação ao d₅₀ e d₉₀.

Indubitavelmente, as análises granulométricas mostraram que há pouca diferença entre as granulometria da hematita especular e hematita granular, dessa forma, afirma-se que a principal diferença entre as duas amostras é a morfologia. Além disso, a caulinita apresenta um d₉₀ menor quando comparado às outras amostras ditas "puras", e sua granulometria mais fina pode ser confirmada avaliando o d₅₀ dessa amostra em relação às demais. Em relação às lamas, pode-se afirmar que o processo de separação por fração granulométrica foi realizado com sucesso, principalmente para a amostra de lama de hematita especular, sendo perceptível a diferença granulométrica entre a fração global e a fração fina. Inclusive, o mesmo não se pode afirmar em relação à amostra de lama de hematita granular, na qual não houve diferenças significativas entre a fração global e a fração fina, provavelmente, porque a amostra recebida já estava em uma granulometria mais baixa em relação à amostra de lama de hematita especular.

Por conseguinte, em caracterização e tratamento de lamas de minério de ferro por flotação em coluna, os autores caracterizaram lamas de minério de ferro, para isso coletaram amostras do overflow da etapa de deslamagem e realizaram análises por difração a laser para determinar a granulometria dessas lamas (DOS SANTOS; RODRIGUES; RUBIO, [s.d.]). A análise granulométrica dessas lamas determinou os valores de d₅₀ e d₉₀ em 2,7 µm e 13,1 µm respectivamente, valores bem próximos aos encontrados nas análises granulométricas das lamas industriais utilizadas nesse trabalho.

6.2 Análise Mineralógica

A análise por difração em raios X da amostra de concentrado de hematita especular mostrou que a fase mineral presente em maior quantidade é a hematita, com 75,3%, seguida

pelo quartzo, com 16,65% e pela caulinita, com 8,3% além de outros minerais com participação insignificante em relação ao total.

A Figura 23, apresenta, por meio do Difratoograma, uma amostra de hematita especular com as suas respectivas fases.

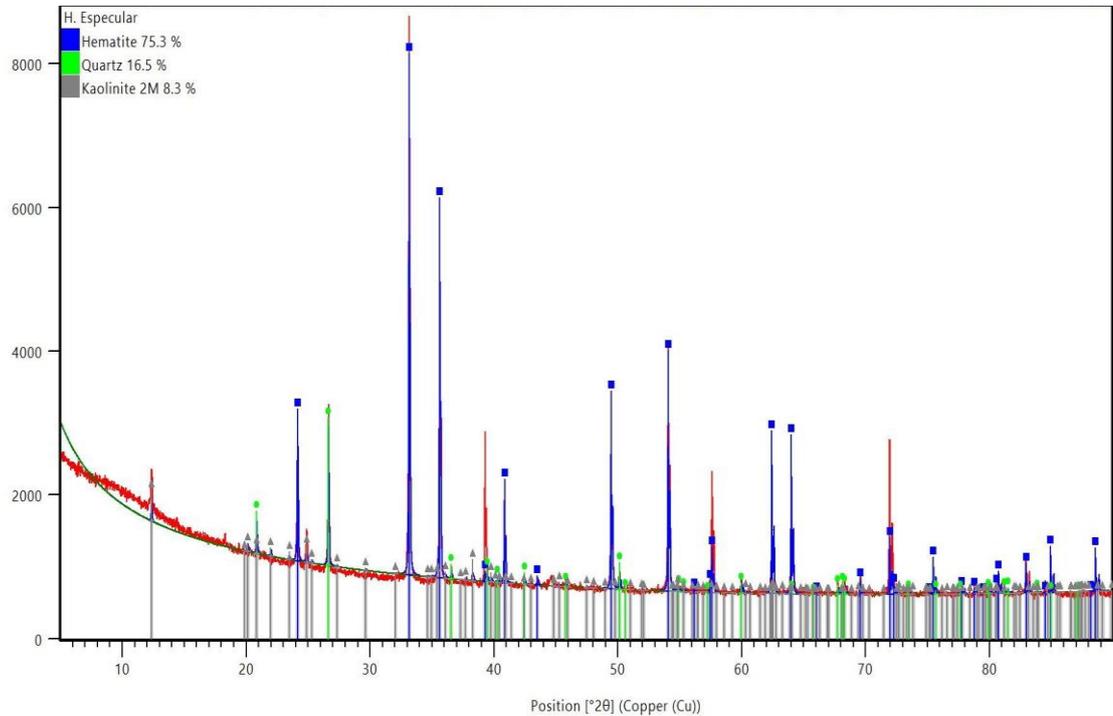


Figura 23: Difratoograma da amostra de hematita especular com as fases presentes identificadas.

A amostra denominada hematita granular apresentou um percentual de hematita de 66,7% e de goethita, com 33,3%, indicando maior teor de ferro nessa amostra, em comparação com a amostra denominada hematita especular.

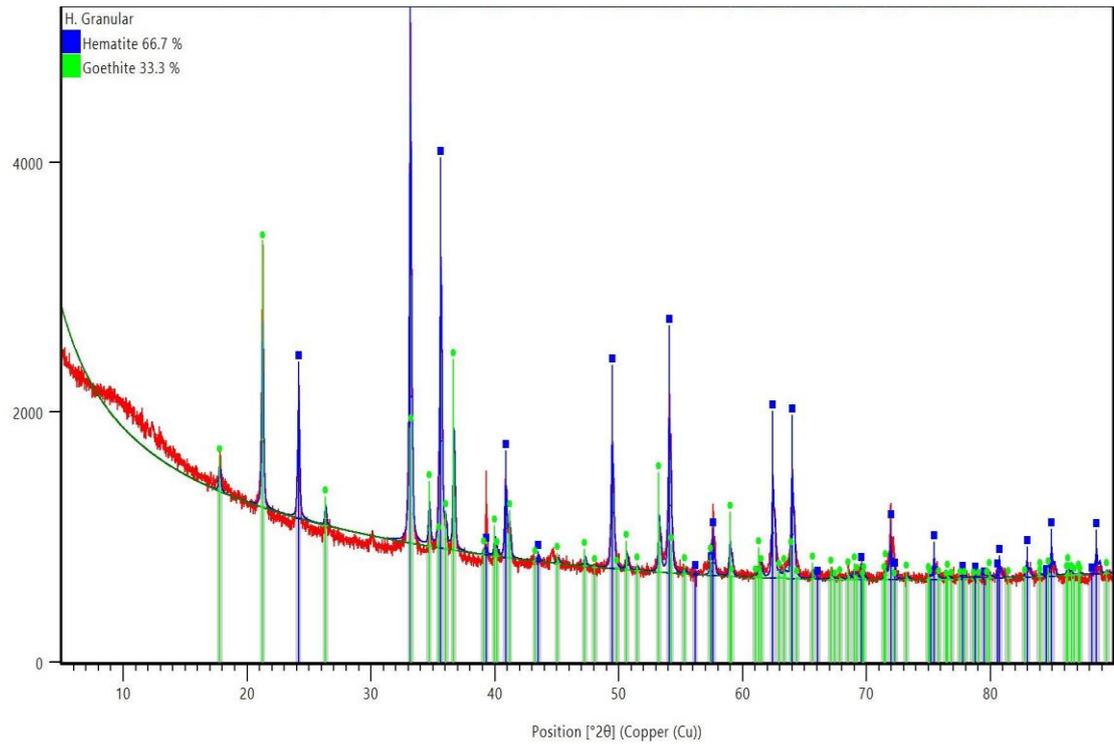


Figura 24: Difratoograma da amostra de hematita granular com as fases presentes identificadas.

Na amostra quartzo a única fase mineral presente foi o quartzo com 100% de participação, indicando ausência de outros minerais nessa amostra.

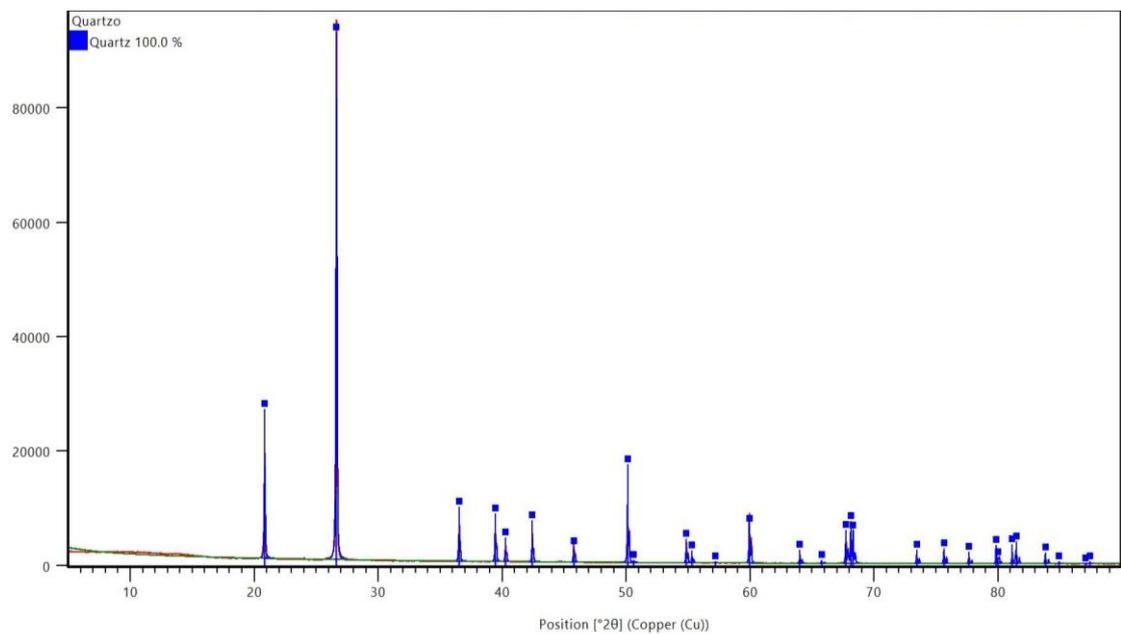


Figura 25: Difratoograma da amostra de quartzo com as fases presentes identificadas.

A análise de amostra de caulinita confirmou que a caulinita é o único mineral presente nessa amostra, cuja presença corresponde em 100% da sua composição.

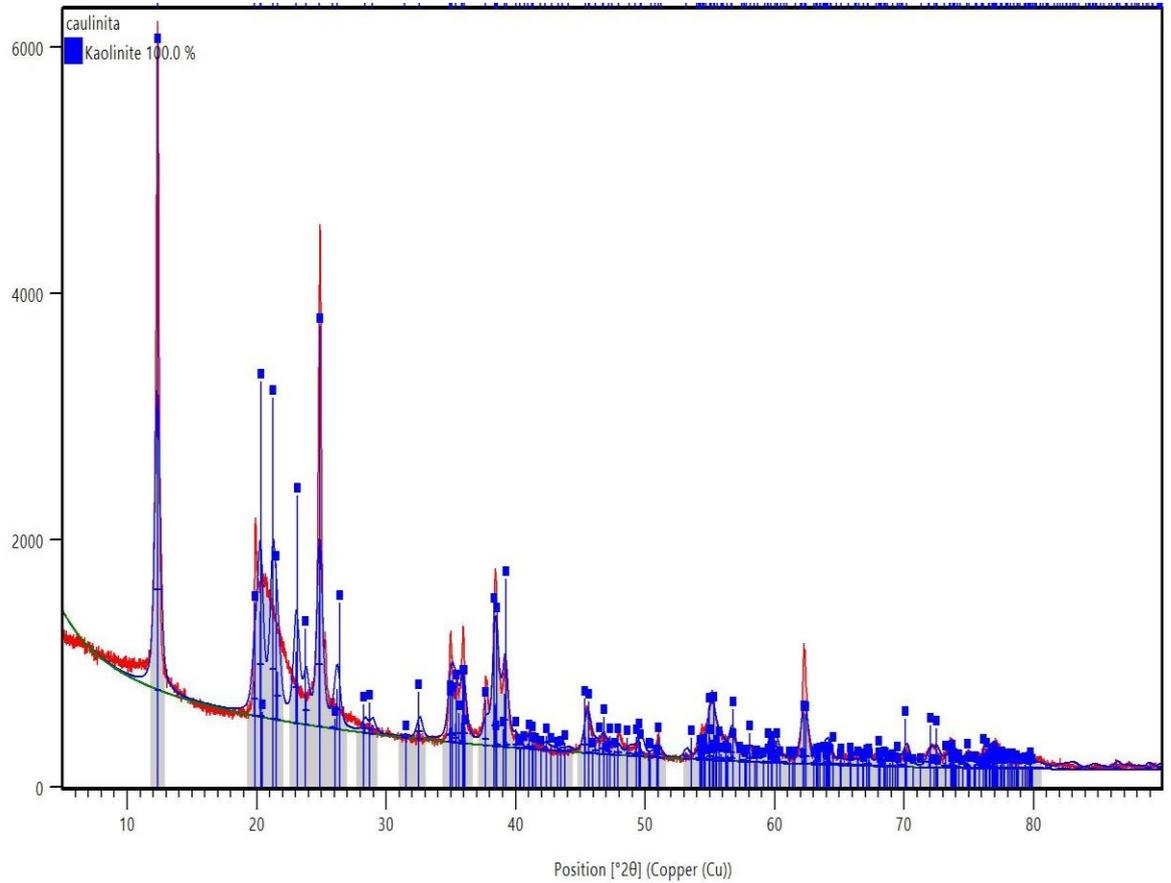


Figura 26: Difratograma da amostra de caulinita com as fases presentes identificadas.

A amostra da lama de hematita especular apresentou presença de quartzo em uma participação de 45,7%, hematita com 43,6% além de uma menor participação de caulinita, 9,3%, e dolomita com 1,4%.

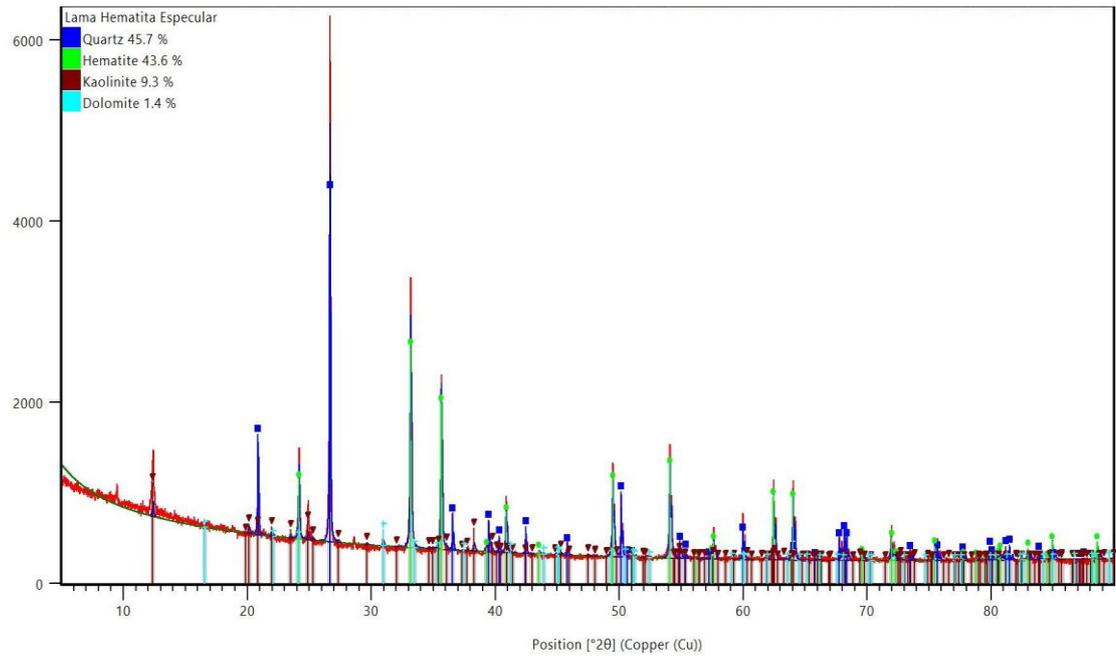


Figura 27: Difratoograma da amostra de lama de hematita especular fração global com as fases presentes identificadas.

A amostra de lama de hematita granular apresentou duas fases minerais relacionadas ao elemento Fe, sendo assim, tem -se a hematita com 36,2% e goethita com 33,1%, além de caulinita, em 17% e quartzo, com 13,7%.

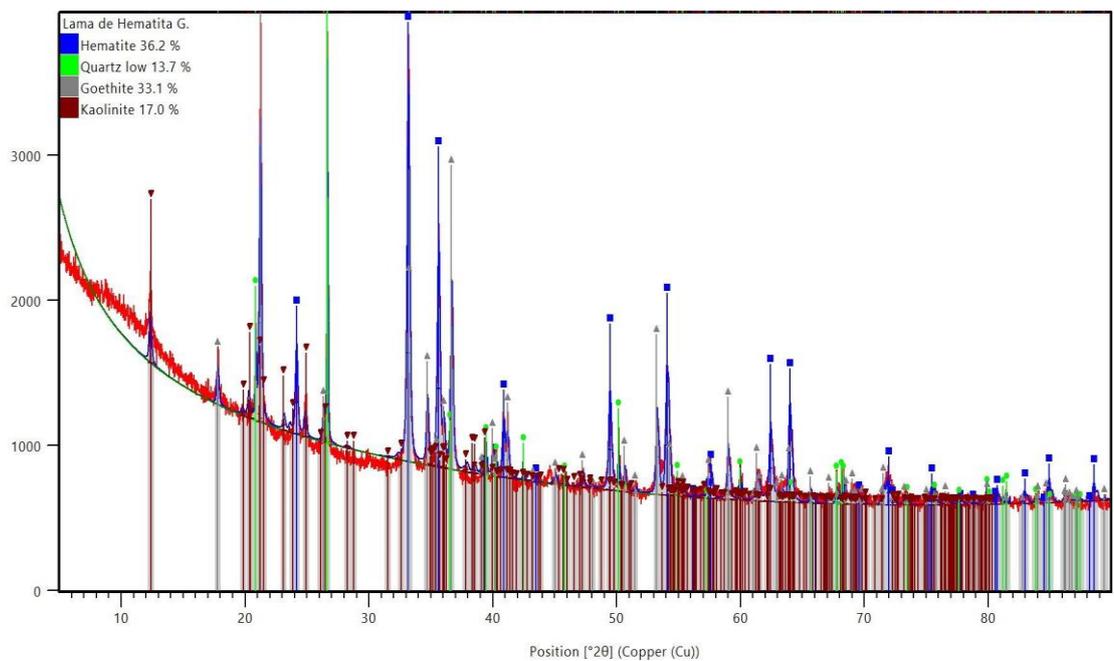


Figura 28: Difratograma da amostra de lama de hematita granular fração global, com as fases presentes identificadas.

Em maior proporção, esta pesquisa encontrou, com base nas análises de difração por raio X nas amostras de lamas industriais de minério de ferro, os contaminantes quartzo e a caulinita.

6.3 Caracterização Morfológica

Abaixo, tem se as Figuras 29, 30, 31,32 e 33. Ademais, essas fotomicrografia foram geradas pelo microscópio eletrônico de varredura e como objetivo, teve em vista avaliar a morfologia das amostras utilizadas nos ensaios reológicos. Sendo assim, na Figura 29, tem-se demonstrado a análise da amostra de hematita especular. Neste caso, observa-se presença de grãos tabulares e de fragmentos com menores dimensões.

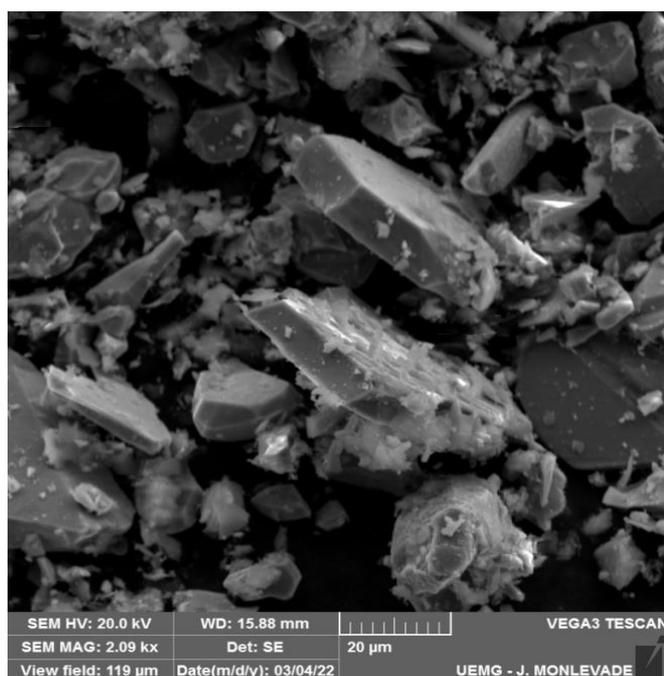


Figura 29: Fotomicrografia da amostra de hematita especular.

Por conseguinte, na Figura 30, apresenta-se a fotomicrografia da amostra de hematita granular. Além disso, como evidenciado, tem-se a presença de grãos com dimensões regulares, bem como, o aspecto granular e os cristais equidimensionais.

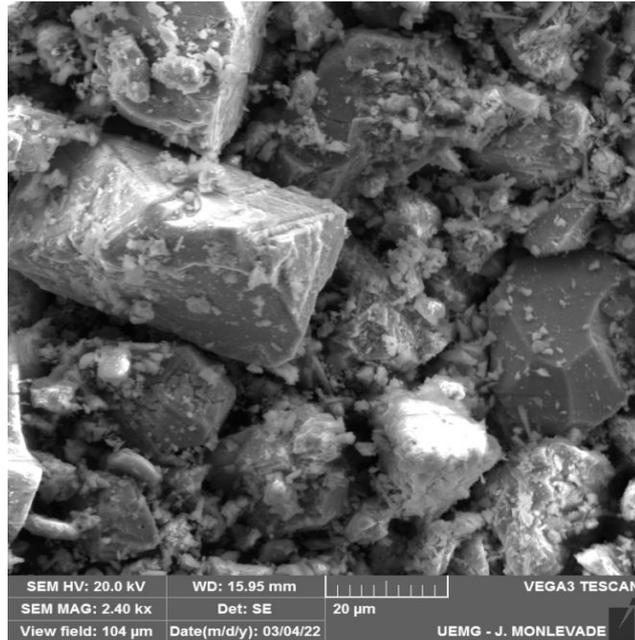


Figura 30: Fotomicrografia da amostra de hematita granular.

A Figura 31 apresenta a análise da amostra de quartzo através do MEV, também se observa a presença de grãos de quartzo com formato irregular, além de partículas de pequenas dimensões, o que indica que o mineral sofreu fraturas.

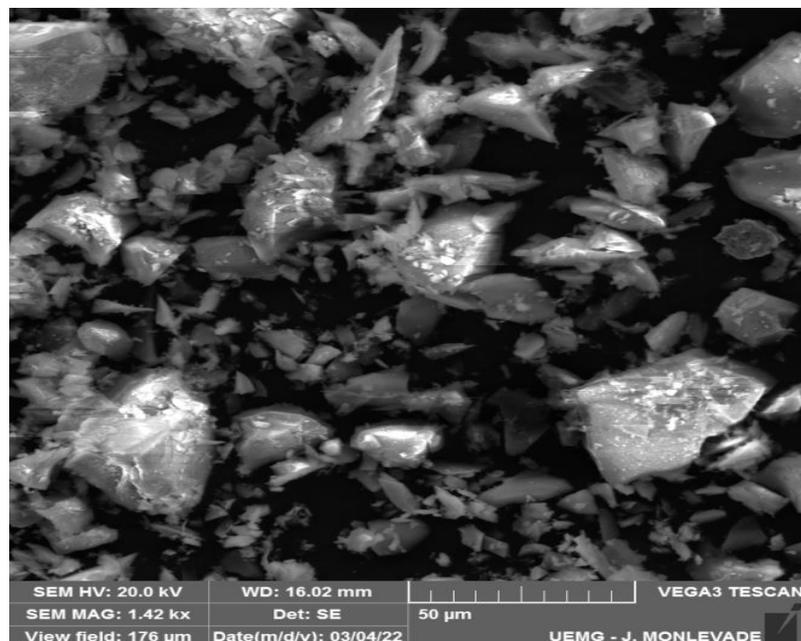


Figura 31: Fotomicrografia da amostra de quartzo.

Da amostra de caulinita, a Figura 32 mostra a análise por MEV. Além do que, a partir dos argilominerais presentes na amostra, observa-se a formação de agregados.

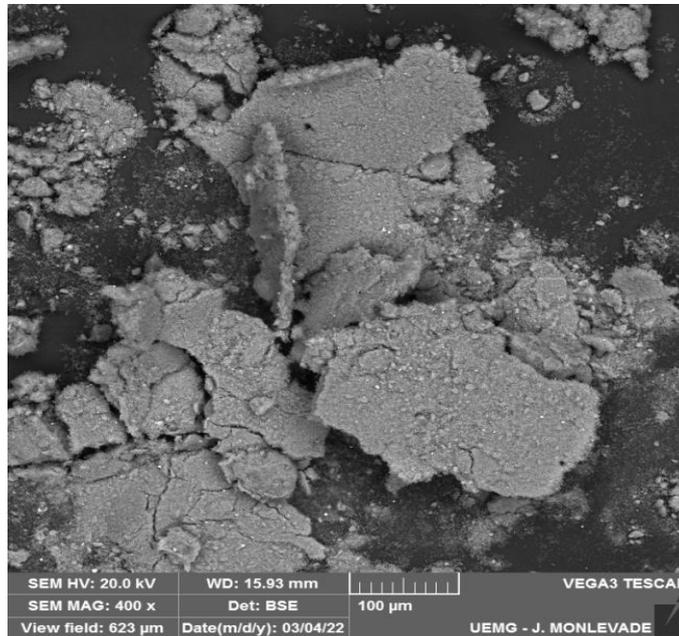


Figura 32: Fotomicrografia da amostra de caulinita.

Na sequência, na Figura 33, apresentar-se-á fotomicrografia da amostra de lama rica em hematita especular. É possível observar a presença de material tabular, mesmo se tratando de material com menor granulometria em relação à amostra de hematita especular, preservando o caráter especular da amostra. Também, proveniente das outras fases minerais presentes na amostra, observa-se a presença de minerais com pequenas dimensões e com a indefinição do formato.

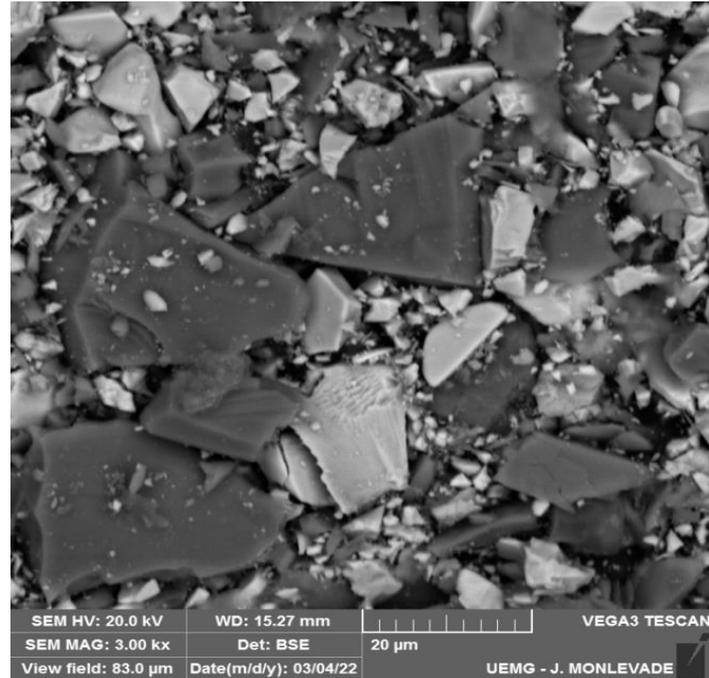


Figura 33: Fotomicrografia da amostra de lama de hematita especular fração global.

Por fim, na Figura 34, apresenta-se uma análise por microscópio eletrônico de varredura da amostra rica em hematita especular. Com efeito, verifica-se, a partir da imagem dos argilominerais presentes na amostra, tanto a presença de grãos regulares, quanto a formação de agregados.

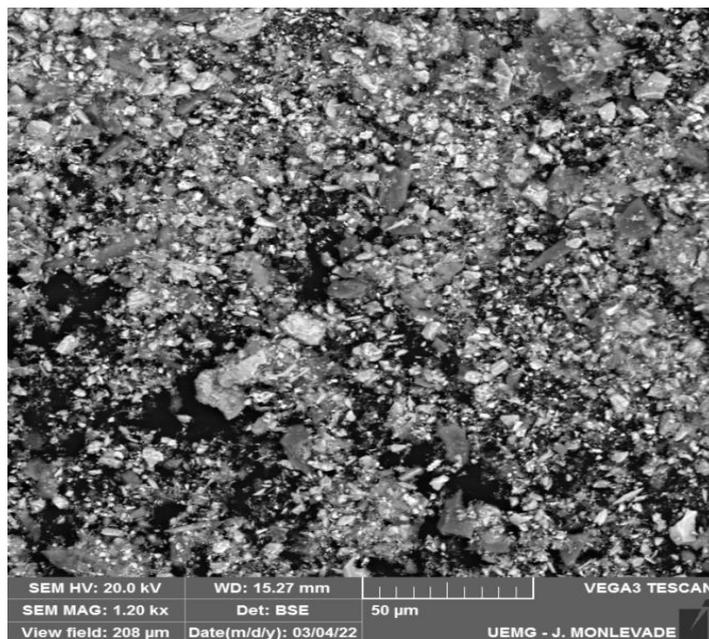


Figura 34: Fotomicrografia da amostra de lama de hematita granular fração global.

6.4 Testes de Sedimentação em b quer

O principal par metro avaliado nos testes de sedimenta o foi o percentual de s lidos do material afundado, n o sendo avaliado nesses testes a velocidade de sedimenta o e a qualidade da  gua sobrenadante. Al m disso, os primeiros testes foram realizados em b queres de 1 litro, posteriormente os ensaios foram repetidos em uma coluna de sedimenta o montada em uma proveta de 2 litros.

Na Figura 35, mostra os ensaios de sedimenta o em b quer nos laborat rios de tratamento de res duos.



Figura 35: ensaios de sedimenta o em b quer nos laborat rios de tratamento de res duos do DEMIN/UFOP.

A partir disso, observa-se que a Tabela 7, ap s o t rmino dos ensaios de sedimenta o, re ne os valores calculados para o percentual de s lidos do material afundado.

Dosagem de floculante (g/t)		0	10	20	30	0	10	20	30
Dosagem de Coagulante (g/t)		0	0	0	0	100	100	100	100
% de s�lidos do afundado	Hematita Especular	61%	55%	53%	59%	58%	57%	55%	55%
	Hematita Granular	60%	57%	55%	54%	59%	59%	58%	58%
	Quartzo	55%	44%	41%	42%	50%	50%	52%	50%
	Caulinita	15%	15%	15%	15%	15%	15%	15%	15%
	Lama Especular Global	62%	56%	52%	50%	58%	54%	53%	52%
	Lama Especular Fina	50%	45%	41%	40%	43%	43%	42%	43%
	Lama Granular Global	37%	36%	36%	37%	38%	35%	35%	36%

	Lama Granular Fina	36%	36%	35%	36%	35%	32%	34%	34%
--	---------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tabela 7: Percentual de sólidos calculados após os ensaios de sedimentação. (O autor, 2022).

Observou-se que os maiores percentuais de sólidos no afundado foram encontrados nas amostras sem adição de reagentes. Segundo informações do fabricante, o flocculante utilizado possui caráter aniônico, além de alta massa molecular. Dessa forma, segundo Baltar (2004) o mecanismo de formação de flocos predominante é a flocculação por pontes, na qual agregados com maiores dimensões e formato helicoidal são formados, aprisionando água em seu interior.

Mediante o exposto, outro aspecto observado durante os testes de sedimentação é: não houve formação de afundado na amostra de caulinita em nenhum dos testes realizados, sendo assim, é faz-se necessário avaliar a alteração de outras variáveis de processo para que a sedimentação desse material realize-se.

6.5 Caracterização reológica

Após o término dos testes de sedimentação, todo líquido sobrenadante foi retirado e o material afundado foi transferido para o porta amostra do reômetro. Os resultados apresentados abaixo são referentes aos ensaios de curvas de fluxo pelo método CSS - Método da tensão de cisalhamento controlada, em inglês, *controlled shear stress*, no qual a taxa de cisalhamento foi controlada a partir de $0,1 \text{ s}^{-1}$ a 300 s^{-1} . Utilizou-se o modelo de Herschell-Buckley ($n \tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}$) para determinar as tensões de escoamento. Escolheu-se esse modelo, em detrimento ao modelo de Bingham, pois, a relação entre a taxa e a tensão de cisalhamento não é linear para suspensões minerais concentradas.; desta forma acarreta uma superestimação de até cinco vezes na tensão de cisalhamento, inclusive, quando se utilizou do modelo de Bingham para determinar esses parâmetros (DZUY e BOGER, 1983)¹.

6.5.1 Hematita Especular

A Tabela 8 apresenta os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de hematita especular:

¹ Os tópicos 5.6.1 a 5.6.8 apresentam a caracterização reológica das amostras sedimentadas.

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	8,5	4,0	4,8	8,0	8,1	10,4	9,5	92,6

Tabela 8: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita especular.

Como observado, os resultados obtidos nesses ensaios apresentaram uma baixa tensão de escoamento, comparada às tensões necessárias para a formação de pasta mineral, valor superior a 200 Pa (BOGER, 2013). Por um lado, nota-se uma elevação na tensão de escoamento enquanto se eleva a dosagem de floculantes. Por outro lado, não se observou uma alteração significativa na tensão de escoamento medida na amostra, a qual, apenas o coagulante foi dosado, porém, nas análises, o efeito combinado da adição de floculante e coagulante indica uma elevação nas tensões de escoamento nas amostras.

6.5.2. Hematita Granular

A tabela 9 apresenta a tensão de escoamento medida na amostra de hematita granular, além disso, os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de hematita granular são apresentados.

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	14,0	8,9	2,7	2,6	6,6	7,5	8,4	7,4

Tabela 9: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita granular.

As análises reológicas apresentaram valores de tensão de escoamento inferiores ao necessário para caracterizar o material como pasta. A adição de floculante, coagulante e a combinação dos dois reagentes não resultou em significativo aumento da tensão de escoamento, sendo que nessa amostra, alcançou-se o maior valor, sem adição de nenhum reagente, que foi

14 Pa na amostra de hematita especular. Entre todos os sedimentados, o de hematita granular foi o que apresentou maior percentual de sólidos durante os ensaios de sedimentação.

6.5.3. Quartzo

A Tabela 10 apresenta os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de quartzo:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	7,2	2,8	2,0	1,8	7,2	5,1	7,2	7,4

Tabela 10: Tensão de escoamento medida na amostra de quartzo.

Os ensaios realizados nas amostras de quartzo apresentaram resultados baixos de tensão de escoamento, no momento em que são comparados ao valor de referência para caracterizar o material como pasta mineral, sendo de 200 Pa.

Em vista disso, realizou-se esses com a presença de reagentes que não apresentaram diferença significativa na tensão de escoamento entre as dosagens utilizadas. Observou-se uma pequena elevação nas tensões de escoamento quando houve uma dosagem combinada de floculante e coagulante.

Ademais, a elevação nas medidas de tensão também foi observada no ensaio, no qual, apenas o coagulante foi utilizado.

6.5.4. Caulinita

Na tabela 11, apresentam-se os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de caulinita:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30

Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	21,6	7,2	26,6	28,3	23,1	27,2	26,7	28,4

Tabela 11: Tensão de escoamento medida na amostra de caulinita.

Os ensaios reológicos com as amostras de caulinita apresentaram baixos valores de tensão de escoamento, inferiores a 200 Pa, não sendo possível caracterizar as amostras como pastas minerais. Os ensaios realizados com a presença de reagentes não apresentaram diferença significativa na tensão de escoamento entre as dosagens utilizadas.

6.5.5. Lama Hematita Especular Global

A tabela 12 apresenta os resultados dos ensaios reológicos realizados com a amostra denominada lama de hematita especular global:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	4,7	2,9	4,8	3,6	8,6	7,7	10,8	8,6

Tabela 12: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração global.

Vale ressaltar que, nos ensaios realizados, a obtenção de pasta mineral, em função dos baixos valores de tensão de escoamento não foram obtidos. Observou-se que a ação combinada de floculantes com coagulantes causou uma elevação na tensão de escoamento, em comparação aos ensaios, aos quais, apenas floculante foi utilizado.

6.5.6. Lama Hematita Especular Fração Fina

A tabela 13 apresenta os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de lama de hematita especular fração fina:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
------------------------------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------

Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	14,9	12,4	9,2	8,0	13,7	15,7	13,0	16,5

Tabela 13: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração fina.

Os valores obtidos nas análises reológicas das amostras de lama de hematita especular também foram abaixo dos valores necessários para caracterizar as amostras como pastas minerais. Mesmo assim, ressalta-se que a diminuição da granulometria causou aumento nos valores de tensão de escoamento (tabelas 12 e 13).

A ação combinada de floculantes com coagulantes elevou os valores de tensão de escoamento, em comparação às amostras testes, nas quais, o que pode se verificar foi que apenas o floculante foi utilizado, porém, esses valores ainda ficaram muito abaixo dos valores necessários para caracterizar o material afundado como pasta mineral.

O teste sem reagente, por conseguinte, apresentou o maior percentual de sólidos no afundado, e também apresentou uma tensão de escoamento mais elevada em comparação à tensão obtida com dosagem de floculantes; o que indica que durante a sedimentação dessas partículas minerais, água pode ter sido aprisionada nos flocos formados, reduzindo o percentual de sólidos no afundado e consequentemente a tensão de escoamento, quando se compara apenas a dosagem e ausência de floculantes nas amostras.

6.5. 7. Lama Hematita Granular Global

Na tabela 14, tem-se os resultados dos ensaios reológicos realizados com a amostra de lama de hematita granular global:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	10,5	14,3	17,7	23,7	12,2	15,3	20,9	19,9

Tabela 14: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração global.

Os resultados das análises reológicas do material afundado nos testes de sedimentação indicam que não houve formação de pasta mineral nos ensaios realizados com a lama de hematita granular.

Infere-se que a dosagem de flocculantes foi benéfica para essa amostra, já que há uma elevação na tensão de escoamento, medida pela regressão de Hershey-Buckley; sobretudo, quando se comparou com essa amostra, na qual, não houve dosagem de reagentes. Além disso, o mesmo pode ser observado, quando a presença de dosagem combinada de flocculante e coagulante, mas novamente, acrescenta-se que os valores foram abaixo do necessário, a fim de caracterizar o material, como, por exemplo, a pasta mineral.

É importante ressaltar que a porcentagem (%) de sólidos nos sedimentados das amostras de lama nos testes de sedimentação foram bem menores comparado às amostras de concentrado de hematita granular, o que pode ser relacionado à menor granulometria desse material, consequentemente impactando nas menores tensões de cisalhamento encontradas nesses ensaios.

6.5. 8. Lama Hematita Granular Fração Fina

Na tabela 15, apresentam-se os resultados dos ensaios reológicos realizados com as amostras de lama de hematita granular fração fina:

Teste de Sedimentação	1	2	3	4	5	6	7	8
Floculante	0	10	20	30	0	10	20	30
Coagulante	0	0	0	0	100	100	100	100
Tensão de Escoamento (Pa)	10,90	12,27	16,79	21,66	3,21	15,88	20,65	21,02

Tabela 15: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração fina.

As análises reológicas do material indicam que não houve formação de pasta mineral em nenhum dos ensaios realizados. Indubitavelmente, houve um efeito positivo de aumento na tensão de escoamento quando ocorreu a dosagem de reagentes, já que todos os ensaios realizados na presença de reagentes apresentaram tensões de cisalhamento acima do valor obtido no ensaio da amostra natural, isso é, sem reagentes. Além do mais, nota-se, da mesma

forma, enquanto foi elevada a dosagem de flocculantes, pode-se afirmar a presença de uma elevação das tensões de escoamento.

Ademais, no momento em que se estabelece uma comparação entre a dosagem combinada de flocculantes e a dosagem apenas de coagulantes, como resultado, confirma-se elevação da tensão de escoamento.

Camara Trampus *et al.* (2017) analisaram as propriedades reológicas de lama vermelha e de um rejeito da flotação de minério sulfetado de níquel; para isso, os autores realizaram testes de sedimentação em proveta, com a presença de flocculantes nas faixas de 80 a 200 g/t, além disso, analisaram as tensões de escoamento do material afundado, mediante o exposto, encontraram valores de tensão de escoamento estática de até 1400 Pa.

Falucci (2007) estudou a influência de flocculantes na formação de pastas minerais nos rejeitos de bauxita. A partir da metodologia de análise fatorial, em *A influência de flocculantes poliméricos na formação de pastas minerais* (2007) Falucci determinou que dosagem de flocculantes tem conexão direta com aumento na tensão de escoamento das amostras estudadas. Dessa maneira, esses resultados indicam uma necessidade de aumento na dosagem de flocculantes e na alteração da metodologia dos ensaios de sedimentação.

6.6 Ensaios na Coluna de Sedimentação

Em princípio, nas amostras avaliadas, os ensaios realizados no béquer apresentaram resultados de tensões de escoamento abaixo da faixa de transição entre a polpa e a pasta. Acrescentando-se que se considerou necessário e por isso, revisaram-se os métodos e as condições dos ensaios.

Além disso, com o objetivo de elevar a relação altura/diâmetro, a fim de favorecer a compactação dos sólidos sedimentados, realizou-se uma nova bateria de ensaios em espessador de pasta em escala de bancada.

Para ilustrar, os ensaios de sedimentação em coluna, no laboratório de tratamento de resíduos, da Universidade Federal de Ouro Preto, está apresentado na Figura 36.



Figura 36: Ensaio de sedimentação em coluna nos laboratórios de tratamento de resíduos do DEMIN/UFOP.

Em princípio, para favorecer o aumento no percentual de sólidos no *underflow* dos testes em espessador de bancada, por exemplo, elevou-se o percentual de sólidos na alimentação da mesma, de 15% (valor dos testes de sedimentação no béquer) para 25%. Ademais, essa adaptação foi realizada com o intuito de elevar a tensão de escoamento em função da elevação do percentual de sólidos no afundado, conforme observado em alguns resultados obtidos nos ensaios em béquer. Sendo assim, para avaliar a influência da variável tempo, foram realizados ensaios de sedimentação com 24 e 48h de duração.

Notou-se que a dosagem de reagentes foi aumentada para 60 g/t de flocculante em todos os ensaios. Uma vez que nos ensaios em béquer, as amostras passaram por uma etapa de homogeneização para reduzir o efeito da sedimentação das partículas quando baixas tensões foram aplicadas. Outrossim, para os ensaios em coluna, essa etapa foi substituída pela medição de tensão de escoamento estática, proposta por Boger (2009, 2013), na qual, é sugerido que a utilização do rotor Vane, em baixa e constante rotação por um determinado período de tempo indicará a tensão de escoamento, a partir do momento, na qual a amostra se deforma. Esta tensão

de escoamento, é indicada pelo ponto de maior taxa de cisalhamento valor medido. Para esses ensaios, as amostras foram submetidas a uma tensão constante de 0,1 (1/s) Pa por 180 segundos. Posteriormente, as amostras foram submetidas às curvas de fluxo pelo método CCS, para determinação da viscosidade, deformação e tensão de escoamento. A partir dessas alterações nos ensaios, compararam-se as tensões de escoamento obtidas pela equação de regressão de Hershey-Buckley, -método direto, proposto por Boger (2013) e a tensão de escoamento obtida a partir do ponto de deformação das amostras (CHÁCARA, 2020).

6.6.1 Hematita Especular

Na tabela abaixo 16, apresenta-se os resultados dos ensaios reológicos do *underflow*. Com efeito, esses resultados originam-se provém dos testes de sedimentação no espessador de pasta para as amostras de hematita especular.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	80	61	80
Tensão de Escoamento (Pa)	114,9	257,8	138,9

Tabela 16: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita especular.

O aumento na duração do ensaio de sedimentação elevou a tensão de escoamento obtida pela regressão de Hershey-Buckley, já o percentual de sólidos do afundado manteve-se constante. Por certo, observou-se que a dosagem de floculantes atuou positivamente na tensão de escoamento. Consequentemente, caracterizou-se o material obtido como a pasta mineral, acrescente-se ainda que, apesar de uma redução significativa no percentual de sólidos do afundado, principalmente no momento em que o floculante é utilizado no ensaio. Em vista disso, a tensão de escoamento medida ficou acima de 200Pa, o que caracterizou, por sua vez, a obtenção de pasta mineral.

6.6.2 Hematita Granular

Na Tabela 17, apresenta-se os resultados dos ensaios reológicos do afundado que foram alcançados pelos testes de sedimentação na coluna para as amostras de hematita granular.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	79	68	82
Tensão de Escoamento (Pa)	110,9	82,8	120,4

Tabela 17: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita granular.

Observa-se uma elevação da tensão de escoamento e do percentual de sólidos no afundado quando a duração do teste de sedimentação passa de 24 para 48 horas. Saliente-se ainda que a adição de 60 g/t do floculante causou uma redução no percentual de sólidos do afundado e na tensão de escoamento obtida através da equação de Hershey-Buckley. Segundo os parâmetros utilizados nessa análise, as alterações nas variáveis dos testes realizados com a hematita granular não foram suficientes para caracterizar o material obtido como pasta mineral, portanto, obteve-se um *underflow* caracterizado como polpa de alta densidade.

6.6.3 Quartzo

A Tabela 18, , além da tensão de escoamento medida na amostra de hematita e quartzo, apresenta os resultados dos ensaios reológicos do afundado que foram obtidos na coluna para as amostras de quartzo realizadas por meio de testes de sedimentação.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	65	44	67
Tensão de Escoamento (Pa)	18,3	31,3	28,2

Tabela 18: Tensão de escoamento medida na amostra de hematita quartzo.

Com os ensaios reológicos realizados, com o afundado nos testes de sedimentação, percebeu-se que o aumento no tempo de duração do ensaio de sedimentação elevou a tensão

de escoamento calculada pela equação de Hershey Buckley. Além disso, elevou-se o percentual de sólidos medido no produto do teste de sedimentação. Com efeito, a dosagem de flocculantes causou uma nova elevação nos valores calculados para a tensão de escoamento, porém os valores converteram-se abaixo da faixa de transição entre polpa e pasta mineral. Portanto, a adição de flocculantes causou a redução do percentual de sólidos no material afundado, indicando que um aumento brusco na velocidade de sedimentação pode ocasionar aprisionamento de água nos flocos formados pela adição deste reagente.

6.6.4 Caulinita

A Tabela 19 mostra os resultados dos ensaios reológicos do afundado obtidos por testes de sedimentação na coluna para as amostras de caulinita.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	18	21	20
Tensão de Escoamento (Pa)	27,7	38,9	32,9

Tabela 19: Tensão de escoamento medida na amostra de caulinita.

O aumento na duração do teste de sedimentação da caulinita causou uma elevação do percentual de sólidos do afundado e na tensão de escoamento obtida através da regressão. Observou-se o início da separação de fases sólida e líquida, no momento em que o teste passou de 24 para 48h. Esta observação confirma-se através do percentual de sólidos medido nessa amostra.

O teste de sedimentação de caulinita com 48 horas de duração pode ser visto na Figura 37.



Figura 37: Teste de sedimentação de caulinita com 48 horas de duração.

Mediante o exposto, a dosagem de 60g/t de flocculantes causou a elevação da tensão de escoamento e do percentual de sólidos no afundado, porém os valores obtidos fizeram-se abaixo dos valores necessários para caracterizar o material como pasta mineral.

6.6.5 Lama de Hematita Especular Global

Na Tabela 20, os resultados dos ensaios reológicos do afundado são apresentados. Saliente-se ainda que, obteve-se esses resultados por intermédio de testes de sedimentação na coluna para as amostras de lama da hematita especular.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	74	54	74
Tensão de Escoamento (Pa)	3,9	8,3	19,5

Tabela 20: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular global.

A saber, observa-se na amostra de lama especular global que o aumento na duração dos testes de sedimentação produziu efeito na tensão de escoamento, uma vez que houve uma elevação nos valores medidos de 3,9Pa para 19,5 Pa, no momento em que se aumenta de 24

para 48 horas o tempo de duração desses ensaios. Sendo assim, o percentual de sólidos medido no *underflow* não sofreu alteração, mantendo-se em 74% nos dois testes.

Quando a dosagem de flocculantes é avaliada, pode-se dizer que há uma pequena elevação na tensão de escoamento medida nos ensaios com 24 horas de duração, sendo os valores encontrados em 3,9Pa sem a adição de flocculantes, e 8,3Pa com a adição de flocculantes. Já o percentual de sólidos, quando o fator dosagem de reagentes foi avaliado, essa porcentagem apresentou uma redução de 74% para 54%, o que pode ser explicado pelo aprisionamento de água nos flocos formados quando há dosagem de flocculantes.

6.6.6 Lama de Hematita Especular Fração Fina

A tabela 21 mostra os resultados dos ensaios reológicos do afundado obtido com a ajuda de testes de sedimentação na coluna para as amostras da fração fina de lama da hematita especular.

Teste	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	51	57	74
Tensão de Escoamento (Pa)	98,5	50,3	129,1

Tabela 21: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita especular fração fina.

Através dos resultados obtidos pela equação de regressão é possível afirmar que o aumento da duração do teste de sedimentação teve efeito na elevação do percentual de sólidos do afundado e na elevação da tensão de escoamento. Além disso, verificou-se que a adição de flocculantes não contribuiu para um aumento na tensão de escoamento calculada, mas elevou o percentual de sólidos, quando são comparados testes de sedimentação realizados em 24 horas. Por conseguinte, a elevação dos valores de tensão de escoamento obtidos quando se aumenta a duração do teste de sedimentação foi insuficiente para caracterizar os produtos encontrados como pastas minerais.

6.6.7 Lama de Hematita Granular Global

A tabela 22 mostra os resultados dos ensaios reológicos do afundado obtidos mediante testes de sedimentação na coluna para as amostras global de lama da hematita granular.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	52	52	56
Tensão de Escoamento (Pa)	-	60,9	-

Tabela 22: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular global.

Os resultados da análise do percentual de sólidos do afundado demonstram uma elevação dos valores obtidos quando se aumenta a duração dos testes de sedimentação. A partir dos dados fornecidos pelas curvas de fluxo, a equação de Hershey-Buckley não possibilitou o cálculo da tensão de escoamento, assim sendo, o modelo matemático utilizado nesta metodologia não se adequou aos dados obtidos experimentalmente, já que a adição de floculante não mostrou elevação no percentual de sólidos quando se comparou os testes realizados com 24 horas de duração, e o valor de tensão de escoamento obtido após a adição deste reagente ficou abaixo do valor necessário para a caracterização como pasta mineral.

6.6.8 Lama de Hematita Granular Fração Fina

A tabela 23, apresenta os resultados dos ensaios reológicos do afundado obtido com auxílio de testes de sedimentação na coluna para as amostras da fração fina de lama da hematita granular.

Teste de Sedimentação	1	2	3
Tempo (h)	24	24	48
Floculante (g/t)	0	60	0
% Sólidos no afundado	51	52	64

Tensão de Escoamento (Pa)	-	76,2	-
--------------------------------------	---	------	---

Tabela 23: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de hematita granular fração fina.

Conforme os resultados calculados para o percentual de sólidos, tem-se mostrado que o aumento na duração do ensaio de sedimentação contribui para uma elevação da tensão de escoamento. Com efeito, a adição de flocculantes causou uma pequena elevação no percentual de sólidos do afundado, quando os resultados dos testes de sedimentação com duração de 24 horas são comparados.

Diante disso, para as amostras com 24h e 48h sem adição de flocculantes, não houve possibilidade para determinar os valores de tensão de escoamento através da equação de Hershey-Buckley, pois, o modelo matemático utilizado não foi compatível com os dados fornecidos pela curva de fluxo gerada. Como se não bastasse, a análise da amostra de 24h com adição de 60g/t de flocculantes determinou resultados de tensão de escoamento inferiores para ser caracterizada com pasta mineral.

6.6.9 Influência do pH

Realizaram-se os ensaios de sedimentação a um pH próximo de 7, bem próximo ao ponto isoelétrico da hematita (6,8) porém distante dos pontos isoelétricos da caulinita (4,2) e do quartzo (2,6). Para avaliar a influência do pH nos resultados encontrados para esses minerais, foram realizados testes de sedimentação com duração de 24 horas, com o pH no ponto isoelétrico da caulinita e do quartzo. Posteriormente, a fração afundada foi coletada e sua tensão de escoamento foi determinada através dos mesmos ensaios reológicos utilizados anteriormente.

6.6.9.1 Quartzo

Na Tabela abaixo (24), apresenta-se o efeito do pH do teste de sedimentação na tensão de escoamento das amostras de quartzo:

Teste de Sedimentação	1	2
pH	7	2,6
% Sólidos no afundado	65	64
Tensão de Escoamento (Pa)	18,3	7,9

Tabela 24: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de quartzo alterando o pH.

Observa-se a redução tanto no percentual de sólidos do afundado, quanto na tensão de escoamento calculada, a partir disso, conclui-se que a redução do pH não teve efeito na elevação da tensão de escoamento na amostra analisada após o teste de sedimentação sem a adição de reagentes, com duração de 24 horas.

6.6.9.2 Caulinita

Para as amostras de caulinita e por meio da equação de Hershey-Buckley apresenta-se na tabela 25, o efeito do pH relativo ao teste de sedimentação na tensão de escoamento:

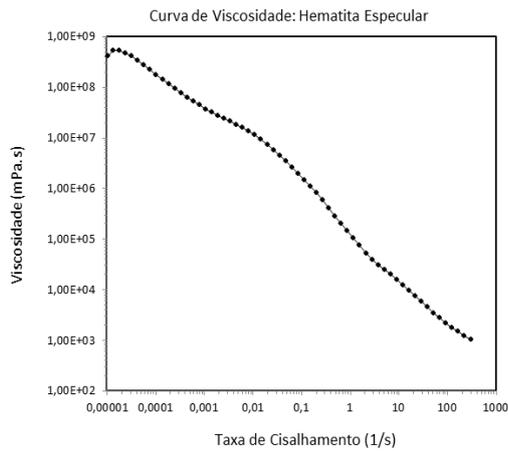
Teste de Sedimentação	1	2
pH	7	4,2
% Sólidos no afundado	18	19
Tensão de Escoamento (Pa)	27,7	27,9

Tabela 25: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de caulinita alterando o pH.

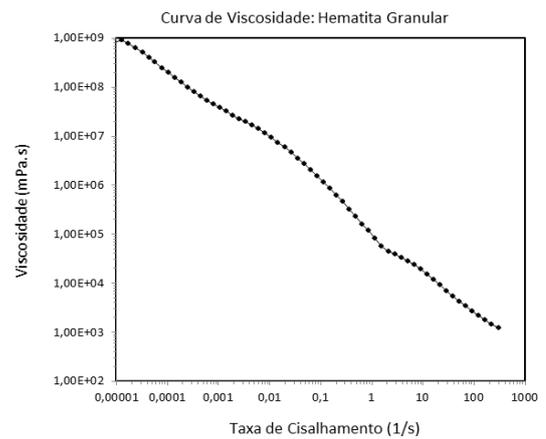
Observa-se que o pH não alterou de maneira significativa o percentual de sólidos ou a tensão de escoamento para as amostras de caulinita analisadas.

6.6.10 Curvas de Viscosidade

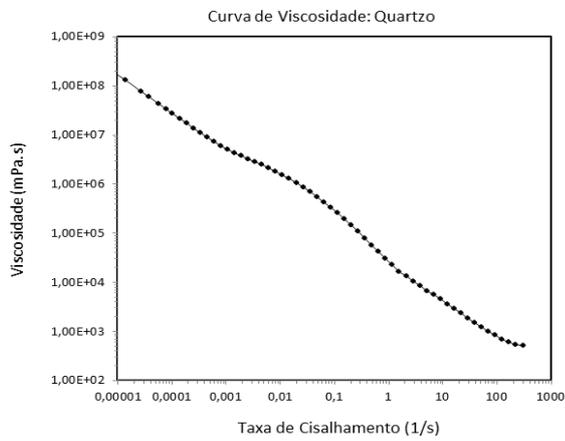
Neste ponto, observa-se as curvas de viscosidade das amostras puras e de lamas, a saber, estas curvas estão representadas entre as Figuras 38 até a Figura 45:



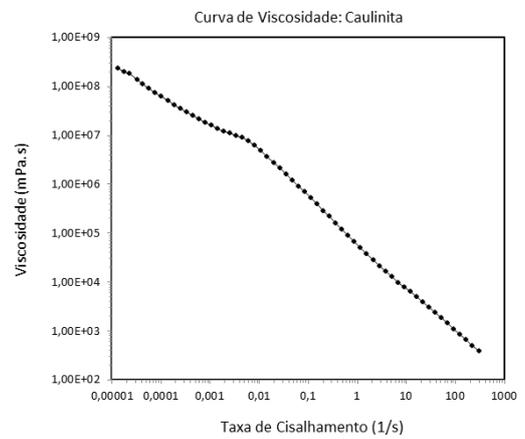
38. Curva de viscosidade: Hematita Especular



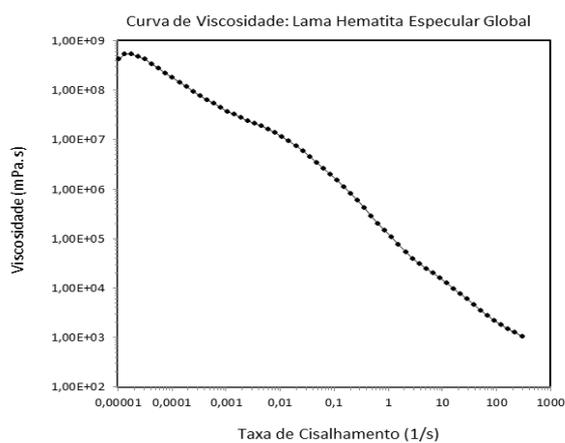
39. Curva de Viscosidade: Hematita Granular



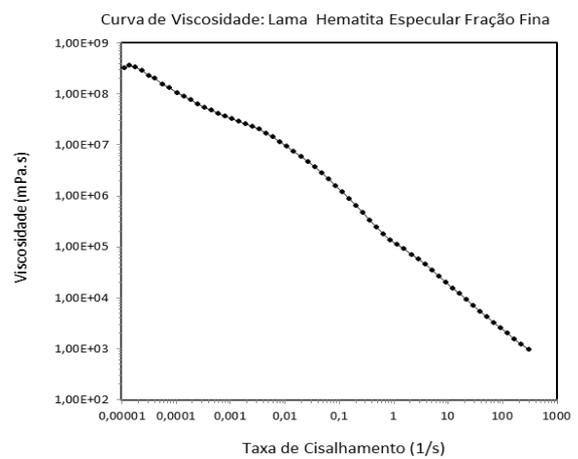
40. Curva de viscosidade: Quartzo



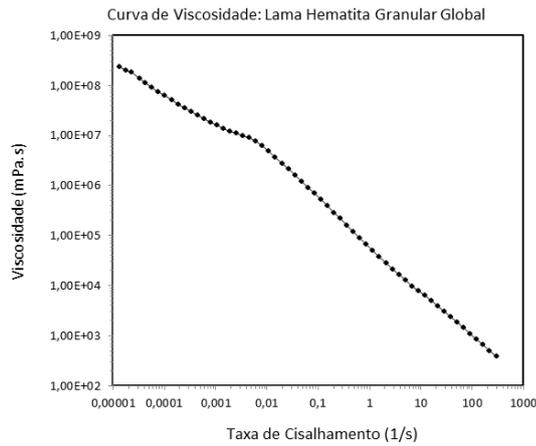
41. Curva de Viscosidade: Caulinita



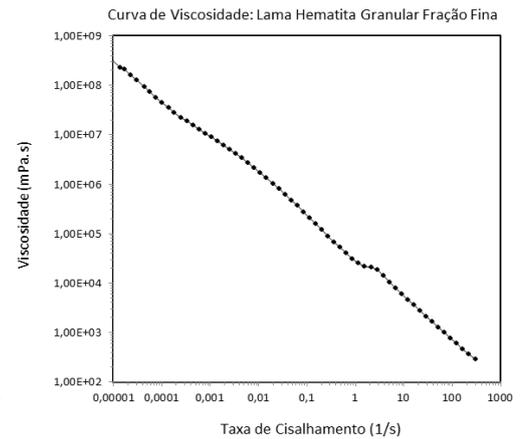
42. Curva de viscosidade: Lama Hem. Especular Global



43. Lama Hem. Esp. Fração Fina



44. Curva de viscosidade: Lama Hematita Granular Global



45. Lama Hem. Gran. Fração Fina

Todas as amostras apresentaram redução na viscosidade; enquanto ocorre o aumento na taxa aplicada de cisalhamento, este comportamento é característico de fluidos pseudoplásticos. Conforme descrito no item 4.4.2, as partículas minerais se encontram dispersas em repouso, além disso, quando esse material sofre aplicação da taxa de cisalhamento, as partículas minerais se alinham no sentido preferencial do fluido, provocando uma redução da viscosidade.

A tabela 26 apresenta os resultados de viscosidade das amostras em determinadas taxas de cisalhamento, vejamos:

Taxa de cisalhamento (1/s)	0,01	1	100
	Viscosidade (mPa.s)		
Hematita Especular	1,14E+07	1,47E+05	2,20E+03
Hematita Granular	9,32E+06	1,17E+05	2,70E+03
Quartzo	1,56E+06	3,07E+04	8,30E+02

Caulinita	4,83E+06	6,57E+04	1,09E+03
Lama Especular Global	1,14E+07	1,47E+05	2,20E+03
Lama Especular Fração Fina	9,28E+06	1,36E+05	2,55E+03
Lama Granular Global	5,13E+06	8,03E+0,4	1,30E+03
Lama Granular Fração Fina	1,71E+06	3,14E+04	7,70E+02

Tabela 26: Tensão de escoamento medida na amostra de lama de caulinita alterando o pH.

Nota-se, tanto os valores maiores de viscosidade no momento em que as menores taxas são aplicadas, quanto, percebe-se que, enquanto se aumenta as taxas, menores são os valores de viscosidade. Além do mais, no momento em que se comparam as amostras puras, verifica-se que as amostras de hematita especular apresentaram o maior valor de viscosidade, uma vez que a sua maior resistência é oferecida por partículas lamelares a fim de alinhar em direção ao fluxo. Contudo, quando as lamas são analisadas, novamente observaram-se os maiores valores de viscosidade para as lamas especulares; o que reafirmou a condição anterior, mesmo nas frações mais finas do material, nas quais, apesar da menor granulometria, as estruturas lamelares são preservadas, conforme observado pelas análises morfológicas via MEV.

6.7 Comparação entre as metodologias de medição

A segunda etapa de ensaios reológicos foi adaptada para investigar outras variáveis que podem atuar na sedimentação das partículas minerais e também nos seus aspectos reológicos. Alterou-se a configuração do equipamento utilizado nos testes de sedimentação, também, aumentou-se a dosagem de floculante com o objetivo de intensificar a tensão de escoamento e atingir o estado de pasta mineral.

A etapa de homogeneização das amostras foi contrafeita por um ensaio de medição de tensão de escoamento pelo método direto, proposto por Boger (2013). Ocasionalmente, os ensaios reológicos em coluna foram realizados seguindo a metodologia CSS, no qual a tensão de cisalhamento é controlada, sendo possível medir a tensão de escoamento a partir da deformação e pela equação de Hershey-Buckley a partir das curvas de fluxo geradas por esse ensaio. Em outras palavras, a partir dessas alterações mediram-se as tensões de escoamento por meio de 3 metodologias diferentes.

Desse modo, observa-se na tabela 27, os resultados dos testes de sedimentação realizados em 24h sem a dosagem de floculante.

	Tensão de Escoamento (Pa)		
	Regressão Hershey-Buckley	Método Direto	Deformação
Hematita Especular	114,9	102,4	138,8
Hematita Granular	120,4	95,4	95,2
Quartzo	18,2	17,2	27,4
Caulinita	27,7	57,6	57,0
Lama Especular global	3,9	5,9	40,3
Lama Especular fina	98,5	136,4	115,4
Lama Granular global	-	78,8	64,1
Lama Granular fina	-	31,1	31,0

Tabela 27: Comparação entre as medidas de tensão de cisalhamento em amostras sem floculante.

Observa-se que há uma correspondência entre os valores apresentados, neste caso, evidencia-se que independente da metodologia utilizada, saliente-se que não houve formação de pasta mineral em nenhuma amostra sem uso de floculante.

A mesma comparação foi feita nas amostras onde houve dosagem de floculante. Conforme descrito anteriormente, nos valores médios encontrados aconteceu uma elevação. Ademais, o objetivo dessa comparação foi avaliar se há diferenças entre os métodos, principalmente, quando se medem as tensões mais elevadas de escoamento.

	Tensão de Escoamento (Pa)		
	Regressão Hershey-Buckley	Método Direto	Deformação
Hematita Especular	257,8	277,7	260,6
Hematita Granular	82,8	598,6	488,6
Quartzo	31,3	158,9	145,3
Caulinita	38,9	97,3	85,0
Lama Especular global	8,3	246,4	262,4
Lama Especular fina	50,3	261,1	253,4
Lama Granular global	60,9	761,0	749,5
Lama Granular fina	76,1	463,5	452,9

Tabela 28: Comparação entre as medidas de tensão de cisalhamento em amostras com 60g/t de floculante.

Os resultados mostram que a equação de Hershey-Beckley, significativamente, demonstrou resultados abaixo dos resultados apresentados nos outros métodos. Portanto, saliente-se ainda que sendo esses valores reportados fossem superiores aos valores calculados

via regressão, nota-se uma convergência entre os resultados anunciados pelo método direto e os resultados obtidos através da deformação da amostra.

7 CONCLUSÃO

Baseado nos estudos realizados neste trabalho conclui-se que:

i. Não foi possível observar a relação entre as medidas de tensão de escoamento e a morfologia das partículas minerais. Quando a viscosidade é comparada entre as amostras com diferentes morfologias, aquelas com partículas predominantemente lamelares apresentaram maiores valores de viscosidade em relação às amostras nas quais há predominância de partículas granulares.

ii. As amostras de hematita especular, bem como a lama de hematita especular, apresentaram predominância de partículas lamelares. As amostras de hematita granular e de lama de hematita granular e de quartzo apresentaram predominância de partículas granulares. A análise por MEV da amostra de caulinita mostrou a formação de agregados de argilominerais.

iii. As análises de difração de raios X mostraram alto teor de pureza nas amostras da hematita granular, caulinita e do quartzo. Na amostra hematita especular, foi observada a presença de quartzo em abundância, além de caulinita e dolomita em menores proporções. A amostra de lama de hematita granular apresentou a fase mineral goethita; além da hematita e os principais contaminantes observados foram a caulinita e o quartzo. Por fim, na amostra de lama especular, foi observada a presença de quartzo, caulinita e dolomita, além da hematita.

iv. As análises granulométricas demonstraram que as amostras estavam abaixo de 400#, conforme previsto pelo plano de experimentos.

v. Ensaios para obtenção de pastas minerais em laboratório devem ser conduzidos em recipientes com maior relação altura/diâmetro possível. Desse modo, neste trabalho obtiveram-se os melhores resultados em provetas de 2 litros em comparação aos resultados dos ensaios em béquer.

vi. Caracterizou-se a amostra de hematita especular preparada com 60g/t de flocculante como pasta mineral. As demais amostras ficaram abaixo da faixa de transição entre polpa adensada e pasta, segundo as análises através da equação de regressão de Hershey-Buckley.

vii. A granulometria é um fator que influencia a formação de pastas minerais. Dessa maneira, as partículas ultrafinas presentes nas lamas contêm baixa velocidade de sedimentação e a sua presença retarda a formação das pastas.

viii. A presença de floculantes é um fator importante na obtenção de maiores taxas de tensão de escoamento, sendo necessário avaliar maiores dosagens para obtenção de melhores resultados.

ix. A medição de tensão de escoamento pode ser feita por várias técnicas diretas e por métodos indiretos por intermédio de equações de regressão. Em suma, é necessário compreender melhor as diferenças dos resultados entre métodos diretos e indiretos, tal como avaliar, qual método a ser utilizado por haver uma diferença nos resultados obtidos que são consoante a técnica utilizada.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ARAÚJO, A.C., SOUZA, C. C., AMARANTE, S. C. Rejeitos adensados para disposição em superfície - Nova tecnologia em minério de ferro. In: **IV SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO, Ouro Preto, Anais**. Ouro Preto, ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, pp. 610-619, 2003.
- BALTAR, C. A. M. Floculação. In: Luz, A. B. Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). **Tratamento de Minérios**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 497-531.
- BARNES, H. A., HUTTON, J. F., WALTERS, K. **An introduction to rheology**. 1. ed. New York: Elsevier, 1989. 199 p. (Rheology Series, 3).
- BARREDA, R. H. O. FONSECA, C. R. M., VALADÃO G. E. S. Principais. Características de Pastas Mineraias Preparadas com Rejeito de Manganês. In: **XXIV ENTMME, XXIV**, Salvador, 2011.
- BRACKEBUSCH, F.W. Basics of paste backfill systems. Mining Engineering. Society for mining, metallurgy, and exploration, inc. **Apresentação da Reunião Anual da SME**, Nevada, 1993.
- BOGER, D. V. **Paste and Thickened Tailings - A Guide**. 2nd ed. Perth, WA: Cap 3, pp. 25-37, 2006.
- BOGER, D.V. Rheology of Slurries and Environmental Impacts in the Mining Industry. **The Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering**, v. 4, pp. 239-257, 2013.
- CHÁCARA, D. M. **Reologia de depósitos de rejeitos espessados de minério de ferro para estudos de dam break**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2020.
- CAMARA TRAMPUS, B. et al. **VI Jornada do Programa de Capacitação Institucional - PCI/CETEM -21 de setembro de 2017 Reologia aplicada ao desaguamento de polpas minerais para a produção de pastas Rheology applied to dewatering of mineral pulps to paste production**. [s.l: s.n.].
Disponível em:
<http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/2075/1/Bruna%20Camara%20Trampus.pdf>.
Acesso em: 16 fev. 2023.
- CASTRO, E. F. **Produção de Pellet Feed a Partir de Lamas**. Dissertação de Mestrado (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte. p. 56, 2012.
- CARRISSO, R. C. C. e CORREIA, J. C. G. Classificação e Peneiramento. In: Luz, A. B.; Sampaio, J. S e Almeoia, S. L. M. (Ed). **Tratamento de Minérios**. 4a ed. Rio de Janeiro: CETEM, 2004. p.197-237.

CARVALHO, B. C. L.. **Aproveitamento De Minérios De Ferro De Baixo Teor:** Tendências, Tecnologias Utilizadas E Influências No Sequenciamento De Lavra. 2012.

DOS SANTOS, E.; RODRIGUES, R.; RUBIO, J. **CARACTERIZAÇÃO E TRATAMENTO DE LAMAS DE MINÉRIO DE FERRO POR FLOTAÇÃO EM COLUNA.** [s.l: s.n.]. Disponível em:

https://www.artigos.entmme.org/download/2009/flota%C3%A7%C3%A3o/1941%20-%20Everton%20P.%20dos%20Santos_Rafael%20T.%20Rodrigues_Jorge%20Rubio%20-%20CARACTERIZA%C3%87%C3%83O%20E%20TRATAMENTO%20DE%20LAMAS%20DE%20MIN%C3%89RIO%20D

FALUCCI, A. **A influência de floculantes poliméricos na formação de pastas minerais** (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte. p. 11, 2007.

FERNANDEZ-IGLESIAS, A, CORRÊA de ARAUJO, A & GOOSENS, M., 'Studying feasibility of paste and thickened tailings at laboratory scale – pilot thickeners', in R Jewell, AB Fourie, J Caldwell & J Pimenta (eds). **Proceedings of the 16th International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Australian Centre for Geomechanics, Perth**, p. 635-650, 2013.

FERREIRA, E.E., BRANDÃO, P.R.G., KLEIN, B., PERES, A.E.C. Reologia de suspensões minerais: Uma revisão. **REM: Revista da Escola de Minas, Ouro Preto**, 58(1): 83-87, jan – mar, 2005.

FITTON, T.; SEDDON, K. Paste and thickened tailings – myth busting and clarification. **Proceedings of the 16th International Seminar on Paste and Thickened Tailings**, 2013.

FRANÇA, S.C.A. e MASSARANI, G. Separação sólido-líquido. In: Luz, A. B. Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). **Tratamento de Minérios**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 573-609, 1996.

JEWELL, R. Paste & Thickened Tailing (P&TT) in the Australian Mining Industry. In: **HIGH DENSITY & PASTE 2002 SEMINAR**, Apr-2002, Santiago - Chile, Apresentações digitais. Santiago, Apr-2002.

JUNG, S. J., BISWAS, K. Review of Current High Density Paste Fill and its Technology. **Mineral Resources Engineering, Idaho – USA**, Vol. 11, No. 2, Jun, p. 165-182, 2002.

LAUDRIAULT, D. **The Surface Disposal of Industrial Waste:** Slurry Placement v/s High Density Slurry Placement v/s Placement as a Paste. In: **HIGH DENSITY & PASTE 2002 SEMINAR**, Apr-2002, Santiago - Chile, Apresentações digitais. Santiago, Apr-2002.

KITCHENER, J.A. Flocculation in mineral processing. In: **The Scientific Basis of Flocculation** (Ives, K. I., ed.). The Netherlands: Sijthoff & Noordhoff Int. Pub., 1978, p. 283-328, 1978.

LARA, A. F. M. **Espessamento e Transporte de Pasta Mineral**. 2011. p. 66. (Monografia, Especialização, Engenharia de Recursos Minerais) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

MEZGER, T. G. **The Rheology Handbook**. 2. ed. Hannover, Germany. 299 p. 2006.

NASCIMENTO, C. R. **Reologia e reometria aplicadas ao estudo de polpas minerais**. Rio de Janeiro: CETEM, 2008.

OLIVEIRA, P.S. **Rotas para recuperação de ferro fino contido no underflow do espessador de lama da usina de Conceição**. (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, p. 128, 2006.

OSORIO, C. A. H. **Caracterização de Pastas Minerais**. 2005. 177 f. Dissertação (Mestrado). Pós-Graduação em Eng. Metalúrgica e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 2005.

OSORIO, C.A.H., ARAUJO, A.C., VALADÃO, G.E.S. Estudo de características de algumas pastas minerais. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, São Paulo, v. 4, n. 3, 2008, p. 50-55, 76.

PEREIRA, V. B. **Sedimentação de lama com alto teor de manganês**. 28 f. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2019.

POSSA, M. V., et al. **Comportamento reológico de polpas de minérios**. Rio de Janeiro: CETEM, 2000.

QUEIROZ, L. A **Caracterização de Minérios da Mina de Brucutu, VALE, Focada na Previsibilidade das Operações de Concentração Mineral**. 2008. Anexo 5-4. Dissertação (Doutorado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 2008.

REZENDE, M.C. **Estudo de pastas minerais a partir do espessamento de lamas de processamento fosfático**. 122 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 2016.

ROBERTO, J. B. **Influência dos diversos tipos litológicos nas operações de concentração da instalação de beneficiamento de Brucutu**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, p. 22, 80, 2010.

SANTOS, E. P. **Alternativas para o tratamento de ultrafinos de minério de ferro da Mina do Pico/MG por flotação em coluna**. Dissertação de Mestrado Rio Grande do Sul: UFRGS. 113 p.2010.

SOFRÁ, F.; BOGER, D.V. **Environmental rheology for waste minimisation in the minerals industry**. Chemical Engineering Journal, v. 86, n. 6, jun., p. 319-330, 2002.

SOMASUNDARAN, P. **Principles of Flocculation, Dispersion, and Selective Flocculation**. In: SOMASUNDARAN, P. **Fine particles processing**, v.II, c.48, p.947-976, 1980.

SOUZA JÚNIOR, M. **Caracterização mineralógica e tecnológica do minério de ferro itabirítico anfíbolítico da jazida de Alegria, Mariana, MG**. Dissertação de Mestrado (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte. p. 208, 1994.

WOLFF, A.P. **Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale**. Dissertação de Mestrado. Programa de pós-graduação do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2009.