



**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
UNIDADE ARAXÁ**

KAMYLLA FERREIRA DOS SANTOS

FLOTAÇÃO DE MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO

ARAXÁ/MG

2017

KAMYLLA FERREIRA DOS SANTOS

FLOTAÇÃO DE MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Engenharia de Minas, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Michelly dos Santos Oliveira

Coorientador: Prof. Me. Leandro Henrique Santos

ARAXÁ/MG

2017

KAMYLLA FERREIRA DOS SANTOS

FLOTAÇÃO DE MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Engenharia de Minas, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

Araxá, 23 de junho de 2017.



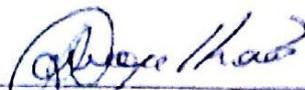
Presidente e Orientadora: Prof^a. Michelly dos Santos Oliveira, Dr^a.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG - Unidade Araxá



Coorientador: Prof. Leandro Henrique Santos, Me.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG - Unidade Araxá



Prof. Hildor José Seer, Dr.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG - Unidade Araxá



Prof. Douglas Geraldo Magalhães, Me.
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG - Unidade Araxá

Dedico esse trabalho primeiramente à Deus, pois sem ele nada seria possível. Aos meus pais, José e Sirlei, pelo apoio e incentivo que me deram durante toda minha vida.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por possibilitar a realização dos meus sonhos, por ser nos momentos de alegria o caminho e nos momentos de incerteza o meu refúgio.

À minha família, que me deram todo o apoio, em especial, aos meus amados pais, Sirlei e José Ferreira. Mãe seu cuidado e dedicação foi que deram, em alguns momentos, a esperança pra seguir. Pai, sua presença significou segurança e certeza de que não estava sozinha nesta longa jornada.

Agradeço “in memoriam” aos meus avós maternos, Emídio e Mercês, pelo exemplo de força e determinação, nos quais me espelhei para conseguir chegar ao final desta etapa.

Aos meus avós paternos, José e Lúcia, pelo apoio incondicional dedicado durante todo o curso.

Ao meu noivo, melhor amigo e companheiro Phelipe Bruno, pelo carinho e compreensão.

Aos meus amigos, em especial, Ana Maria e João Antônio, que sempre estiveram ao meu lado durante esse período tornado o caminho mais leve.

Ao técnico e amigo João Vitor, pela disponibilidade e sugestões que tornaram possível a realização deste trabalho.

Agradeço aos meus professores e ao meu co-orientador Leandro Henrique Santos, por compartilharem de seus conhecimentos ao longo destes anos.

Ser mestre, é ser exemplo. Exemplo de doação, dedicação e sobretudo de amor. Meu carinho e gratidão a você Michelly dos Santos Oliveira que soube, além de lecionar, transmitir-me sua experiência e apoiar-me em minhas dificuldades. O meu muito obrigada!

Ao meu fiel companheiro, Chocolate, pelo amor sincero.

A empresa Bioética e a funcionária Viviane, por terem colaborado com a realização das análises.

Finalmente, gostaria de agradecer a todos que de alguma forma me ajudaram nesta longa jornada.

Não há nenhum segredo para o sucesso, ele é resultado do seu esforço, comprometimento e dedicação.

Autor desconhecido

RESUMO

Neste trabalho investigou-se a concentração do minério sílico-carbonatado através do método de flotação, com o objetivo de promover um aumento no teor de fósforo, obtendo-se um concentrado que atenda a especificação do mercado, 32% a 38% de P_2O_5 , a partir de um circuito *rougher e cleaner*. Realizou-se também a caracterização química do minério sílico-carbonatado, bem como a avaliação e otimização das seguintes variáveis: pH, temperatura e dosagens de reagente na flotação. Para isso, foram realizados testes em coluna (etapa *rougher*), indicada para a concentração de minérios complexos e de menores teores, e na sequência realizou-se uma etapa *cleaner* na célula mecânica com a finalidade de purificar o concentrado e obter um teor final maior. Com relação a composição química da alimentação, foi possível constatar uma porcentagem de P_2O_5 de 5,69%, e quantidades significativas de minerais de ganga carbonatados. Observou-se que para otimizar o teor de P_2O_5 as variáveis devem ser utilizadas nos seus valores mínimos, sendo eles: pH de 9,5, dosagem de coletor de 150 g/t e temperatura ambiente 25°C. Com esses parâmetros obteve-se para o melhor teste em coluna um concentrado com teor de 13,56% de P_2O_5 . Após a etapa de purificação do concentrado (etapa *cleaner*) obteve-se um teor de 14,22%, caracterizando uma razão de enriquecimento de 2,5 no circuito.

Palavras-chave: Flotação em coluna. Fosfato. Minério Sílico-carbonatado.

ABSTRACT

In this paper, it was investigated the concentration of silicate-carbonate ore through flotation method, with an aim to increase the content of phosphorus, obtaining a concentrate that follows the market's specification of 32 to 38% of P_2O_5 , over a rougher and cleaner flotation circuit. A chemical characterization of the silicate-carbonate ore was also carried out, as well as an evaluation and optimization of the following variables: pH, temperature and the dosage of reagents in the flotation. In order to do that, tests using flotation column were carried out (rougher stage), which is recommended for complex and low content ores. Cleaner stage tests were also conducted through mechanical cell method, with a goal to refine the concentrate and obtain a higher content at the end. Regarding the chemical composition of the feed, it was noted a percentage of 5,69% of P_2O_5 and significant quantities of carbonate gangue minerals. It was also noted that, in order to optimize the content of P_2O_5 , the variables should be set to their minimum values, that is: 9,5 for pH, 150g/t for collector dosage and 25°C for ambient temperature. With this set of parameters, a content of 13,56% of P_2O_5 was obtained as a best-case scenario. After the 'purification of concentrate' (cleaner stage) in the mechanical cell, a content of 14,22% of P_2O_5 was obtained, which characterizes an enrichment ratio of 2,5.

Keywords: Flotation column. Phosphate. Silicate-carbonate ore.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 - Mineral Apatita.....	9
Figura 2.2 - Atuação do coletor na etapa adesão-colisão bolha-partícula.....	12
Figura 2.3 - Arranjo de células de flotação	14
Figura 2.4 - Desenho esquemático das células pneumáticas.....	15
Figura 2.5 - Esquema básico de uma coluna de flotação.	17
Figura 3.1 - Fluxograma das etapas de preparação da amostra.....	21
Figura 3.2 - Pilha cônica.....	22
Figura 3.3 – Quarteador Jones.....	22
Figura 3.4 - Moinho de bolas.	23
Figura 3.5 - Material magnético e não magnético, respectivamente.....	23
Figura 3.6 - Deslamagem do material.	24
Figura 3.7 - Pilha alongada.....	24
Figura 3.8 - a) 1 grama de cada amostra, em um erlenmeyer de 250 ml; b) Desprendimento de vapores castanhos (NO ₂); c) Solução após a remoção dos vapores castanhos; d) Transferência de toda a solução para um balão volumétrico de 250 ml, com o auxílio de um filtro; e) Filtragem da solução; f) membrana contendo o precipitado.....	26
Figura 3.9 - Série de peneiras e o peneirador vibratório suspenso.....	27
Figura 3.10 - Picnômetro.....	28
Figura 3.11 - Célula mecânica Denver.	30
Figura 3.12 - Desenho esquemático da unidade experimental modificado.....	32
Figura 3.13 - Agitador e chapa utilizados no condicionamento da polpa.	34
Figura 3.14 - Coluna de flotação onde os testes foram realizados.	35
Figura 4.1 - Curva granulométrica da alimentação.	39
Figura 4.2 - Gráfico Normal para o teor de fósforo no concentrado.....	42
Figura 4.3 - Gráfico de Interações para o teor de fósforo no concentrado.....	42
Figura 4.4 - Gráfico Normal para recuperação mássica.	43
Figura 4.5 - Gráfico de Interação para recuperação mássica.....	43
Figura 4.6 - Gráfico Normal para recuperação metalúrgica.	44
Figura 4.7 - Gráfico de Interação para recuperação metalúrgica.	44
Figura 4.8 - Gráfico de Otimização para o teor de fósforo no concentrado.....	45
Figura 4.9: Gráfico de Otimização para as três variáveis.	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Valores de pH, dosagem de reagentes e seus respectivos tempos de condicionamento.....	31
Tabela 3.2 – Matriz do planejamento.....	33
Tabela 4.1 – Composição química da amostra da alimentação.....	37
Tabela 4.2 - Teor de P ₂ O ₅ na alimentação obtidos via úmida.....	38
Tabela 4.3 - Análise granulométrica do peneiramento a úmido.....	38
Tabela 4.4 - Massas obtidas no procedimento.....	39
Tabela 4.5 - Resultado dos testes preliminares	40
Tabela 4.6 - Resultado dos testes em coluna.....	40
Tabela 4.7 - Resultados do teste de flotação <i>cleaner</i>	46

LISTA DE SÍMBOLOS

mm Milímetro

kg Quilograma

μm Micrometro

ml Mililitro

$^{\circ}\text{C}$ Graus Celsius

g/cm^3 Grama por centímetro cúbico

min Minuto

% sol Porcentagem de sólidos

rpm Rotação por minuto

L/min Litro por minuto

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	5
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
2.1	Fósforo	7
2.2	Rocha fosfática	7
2.3	Mineral Apatita	8
2.4	Minério Sílico-Carbonatado	9
2.5	Flotação	10
2.5.1	Reagentes da flotação	11
2.5.1.1	Coletores	11
2.5.1.2	Espumantes	12
2.5.1.3	Modificadores ou reguladores	13
2.5.2	Equipamentos de Flotação	13
2.5.2.1	Células mecânicas	13
2.5.2.2	Máquinas pneumáticas	15
2.5.3	Coluna de Flotação	16
2.6	Flotação do minério sílico-carbonatado	19
3	METODOLOGIA	21
3.1	Amostras	22
3.1.1	Preparação da amostra	22
3.1.2	Caracterização das amostras	25
3.1.2.1	Caracterização química	25
3.1.2.3	Caracterização granulométrica	27
3.1.2.4	Determinação da Massa Específica dos Sólidos – Picnometria	28
3.2	Flotação	29
3.2.1	Reagentes	29
3.2.1.1	Saponificação do óleo vegetal	29
3.2.1.2	Gelatinização do amido de milho	29
3.2.2	Testes Preliminares	30
3.6.3	Unidade experimental	31
3.2.4	Planejamento Experimental	32
3.2.5	Procedimento dos Testes de Flotação em Coluna	33
3.6.6	Teste de Flotação <i>Cleaner</i>	35
3.6.7	Avaliação dos resultados	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
4.1	Caracterização Química	37
4.1.1	Fluorescência de Raios X	37

4.2.2	Método Gravimétrico do Quimociac	37
4.3	Caracterização Granulométrica	38
4.4	Determinação da Massa Específica dos Sólidos – Picnometria	39
4.5	Testes Preliminares	39
4.6	Teste de Flotação em Coluna	40
4.6.1	Análise Estatística dos Testes	41
4.7	Teste de Flotação em <i>Cleaner</i>	46
5	CONCLUSÃO	47
	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	48
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	49
	APÊNDICE A – Réplicas de teor de P₂O₅ para os concentrados dos testes em coluna ...	53

1 INTRODUÇÃO

Para aumentar a produção de concentrados de rochas fosfáticas e suprir a demanda nacional de fertilizantes, investimentos em estudos que visam o aumento da recuperação metalúrgica de fósforo, bem como estudos de concentração de minérios com ganga de silicatados e carbonatados são estritamente necessários.

No entanto a separação entre a apatita e os minerais carbonatados é dificultada devido, principalmente, à semelhança das suas propriedades químicas de superfície. Com isso os coletores utilizados para a flotação do minério fosfático não apresentam boa seletividade na flotação do minério sílico-carbonatado, hidrofobizam ambos minerais. O uso de colunas de flotação já utilizadas para a concentração de minérios complexos e de menores teores, assim como para materiais com quantidade significativa de finos, seria uma possível solução para a flotação seletiva e conseqüentemente obtenção de concentrados com teores mais elevados.

Assim, o estudo de condições ótimas para a flotação do minério sílico-carbonatado é de extrema importância, uma vez que o seu beneficiamento possibilita o melhor aproveitamento econômico das jazidas, com redução de perdas e aumento da vida útil da mina.

Dentro deste contexto, a principal finalidade do presente trabalho é promover um aumento no teor de pentóxido de fósforo (P_2O_5), obtendo-se um concentrado com teor mínimo de 32%, via flotação direta em coluna. Além de identificar as espécies químicas que constituem o minério sílico-carbonatado, avaliar e otimizar os parâmetros pH, temperatura e dosagens de reagente na operação.

Este estudo é caracterizado como uma pesquisa experimental, apoiada em uma revisão bibliográfica sobre os aspectos fundamentais relacionados ao tema. Pode-se destacar as características da flotação em coluna e do minério sílico-carbonatado, bem como as experiências e resultados encontrados em trabalhos realizados anteriormente.

Para alcançar os objetivos propostos o trabalho foi dividido em etapas. Inicialmente, no capítulo dois, encontra-se uma breve revisão bibliográfica sobre o fósforo, rocha fosfática, mineral apatita, minério sílico-carbonatado, flotação, reagentes e equipamentos. Nesse capítulo também foram mencionados alguns estudos sobre as variações dos processos de flotação do minério sílico-carbonatado e suas contribuições. No capítulo seguinte foi exposta a metodologia utilizada na realização dos testes laboratoriais em escala de bancada, definindo a amostra, os materiais e a seqüência de todos os procedimentos. Após a execução dos ensaios

foi realizada a análise dos mesmos comparando com os resultados dos autores estudados e com as especificações comerciais.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Fósforo

O fósforo foi extraído pela primeira vez em 1699 a partir de resíduos da urina humana, pelo químico alemão Henning Brandt. O nome fósforo tem origem grega (*phós*, “luz”, e *phóros* “transportador”) que significa "possui brilho" devido à sua propriedade de brilhar no escuro e quando exposto ao ar (OLIVEIRA, 2007).

O fosforo é um elemento químico integrante do grupo V da Tabela Periódica dos Elementos, representado pelo símbolo químico “P” e número atômico 15. É um elemento não metálico, muito reativo e por esse motivo não se encontra livre na natureza, apresentando-se comumente na forma de sais denominados fosfatos (SOUZA; FONSECA, 2009).

Segundo Santos (2010) este elemento não pode ser renovado ou substituído tornando-se imprescindível à vida, uma vez que é indispensável para o desenvolvimento das raízes das plantas e para a realização das funções vitais dos seres vivos.

O fósforo apresenta uma infinidade de usos e aplicações que determinam a demanda por rocha fosfática. É utilizado predominantemente para a produção de fertilizantes, mas também pode ser usado nas indústrias de alimentos e bebidas, ração animal, sabões e detergentes (SANTOS, 2010).

2.2 Rocha fosfática

Rochas fosfáticas são àquelas ricas em minerais do grupo da apatita que apresentam teores de P_2O_5 oscilando entre 5 e 22%. Após o beneficiamento, o concentrado fosfático atinge teores de P_2O_5 que variam entre 32 e 38% (LOUREIRO; MONTE; NASCIMENTO, 2005).

Segundo Santana (2011) as associações minerais e as concentrações de fósforo existentes nos depósitos minerais, determinam a facilidade ou dificuldade de lavra das minas, possibilitando ou não o processo de concentração industrial dos fosfatos ocorrentes e até mesmo sua aplicação direta na agricultura.

As reservas mundiais de fosfatos estão distribuídas em três tipos principais de depósitos: aproximadamente 85% do total correspondem aos depósitos de origem sedimentar; 15 % do total representam os depósitos de origem ígnea e o restante representa os depósitos biogênicos que correspondem a concentrações orgânicas nitrogenadas, com pouca importância econômica.

No Brasil, 80% das jazidas fosfáticas são de origem ígnea com baixo teor de P_2O_5 , e presença acentuada de rocha carbonatítica e minerais micáceos (SOUZA; FONSECA, 2009).

Os fosfatos provenientes de depósitos ígneos são de grande importância do ponto de vista econômico. Além de apresentarem boa cristalização e pequena área superficial específica, exibem maior flotabilidade que os fosfatos sedimentares, devido às distinções nas suas propriedades físicas e composição química (OLIVEIRA, 2007).

Segundo Oliveira (2004) os depósitos de origem ígnea exigem operações de lavra seletivas e processos de concentração e separação mais sofisticados, uma vez que possuem como principal variedade mineralógica a fluorapatita. As reservas de minério fosfático existentes no Brasil são, em geral, derivadas deste tipo de rocha como por exemplo, as jazidas de Tapira/MG, Araxá/MG e Catalão/GO.

Ao contrário dos depósitos magmáticos os depósitos sedimentares são facilmente lavráveis e necessitam de um processo de beneficiamento simplificado, devido ao seu menor grau de cristalização e maior grau de substituição (GUIMARÃES, 1997 *apud* OLIVEIRA, 2007).

2.3 Mineral Apatita

A apatita é considerada a principal fonte natural do fósforo e pode estar presente em quase todos os ambientes geológicos. Suas características morfológicas, físicas e químicas determinam seu comportamento durante o beneficiamento dos minérios apatíticos (TOLEDO; PEREIRA, 2001).

A apatita é reconhecida por apresentar densidade entre 3,1 a 3,2 g/cm³, dureza 5 e cristais com hábitos prismáticos, tabulares, granulares ou compactos. Com relação a sua coloração, podem apresentar tonalidades marrom, verde, azul, violeta, amarela ou incolor conforme ilustrado na Figura 2.1 (OLIVEIRA, 2004; VALENTE NETO, 2008).

A fórmula da apatita pode ser representada por $A_{10}(XO_4)_6Z_2$, onde A pode ser substituído por um cátion alcalino (Ca, Pb, Sr, Zn, Na, Be, Cd, ETR, Sc, Mg, Mn), o X por um ânion trivalente (P, V, S, C, Si, Cr, As) e Z por um ânion monovalente (F, OH, Cl, Br) (BARROS, 2005).

A apatita apresenta composição química complexa e bastante diversificada devido à grande quantidade de substituições e os diversos meios de formações existentes. Os minerais mais comuns são a fluorapatita, cloroapatita e hidroxiapatita de acordo com a presença dos

ânions F^- , Cl^- , OH^- , respectivamente (OLIVEIRA, 2007). Como consequência dessa variação as propriedades de superfície das apatitas variam muito de um depósito para outro, apresentando diferentes respostas à flotação em diversas localidades (HANNA; SOMASUNDARAN, 1976 *apud* OLIVEIRA, 2007).



Figura 2.1 - Mineral Apatita (OLIVEIRA, 2004).

2.4 Minério Sílico-Carbonatado

Segundo Grasso (2015) os complexos plutônicos da Província Ígnea do Alto Paranaíba possuem as maiores reservas brasileiras de fosfato e mundiais de nióbio, além das jazidas de classe mundial de monazita e anatásio, e depósitos importantes de vermiculita, barita, magnetita. Além disso ocorrem titânio e terras raras.

O Complexo Alcalino-Carbonatítico do Barreiro, possui uma estrutura dômica de aproximadamente 4,5 Km de diâmetro, sendo constituído por rochas ultramáficas metassomatizadas, cortadas por carbonatitos com enriquecimento residual de fosfato e espesso manto de intemperismo. Suas principais mineralizações são nióbio na região central, fosfato na região nordeste e ETR e urânio na região norte, todos concentrados por enriquecimento supergênico (CRUZ *et al.*, 2011).

O depósito de fosfato de Araxá, Minas Gerais, localizado no complexo alcalino-carbonatítico do Barreiro, possui minério do tipo apatítico e classificado de acordo com os teores de P_2O_5 total e P_2O_5 apatítico, CaO, MgO e a relação CaO/ P_2O_5 em: oxidado, cimentado/bitolado, silicatado e sílico-carbonatado (CRUZ *et al.*, 2011).

O minério sílico-carbonatado é constituído por calcita, dolomita, apatita, flogopita, magnetita, ilmenita, perovskita, e quantidades subordinadas de vermiculita, óxidos/hidróxidos de ferro e argilo minerais, sendo caracterizado quimicamente por conteúdos de $P_2O_5 > 5\%$, $MgO > 6\%$, relação $CaO/P_2O_5 \geq 1,6$ (GRASSO, 2015).

A medida que se aproxima da rocha fresca com o avanço da cava, lavra-se materiais mais heterogêneos e com maior conteúdo de minerais contaminantes, o que influencia diretamente no processo de concentração por flotação do minério gerando impactos significativamente negativos na produção de concentrados fosfáticos (GRASSO, 2015).

2.5 Flotação

A flotação é o método de concentração de natureza físico-química que tem como objetivo o enriquecimento de um minério promovendo a separação dos minerais de valor econômico e os de ganga com base nas diferenças entre as características de superfície dos diversos minerais (OLIVEIRA; SOUZA, 2008).

Sua aplicação possibilita o aproveitamento de minérios complexos e/ou de baixo teor de forma econômica e com eficiência no rendimento. Por esse motivo é considerada a técnica mais versátil e eficiente do beneficiamento de minérios, entretanto a mais complexa (BALTAR, 2008).

A seletividade do método baseia-se no fato de que a superfície de diferentes espécies minerais pode apresentar distintos graus de hidrofobicidade (PERES; ARAUJO, 2013). O conceito de hidrofobicidade está relacionado com a capacidade da partícula de se deixar molhar pela água.

Segundo Oliveira (2004) partículas mais hidrofóbicas são menos ávidas por água, devido sua superfície essencialmente apolar, apresentando maior afinidade por ar. O conceito contrário a hidrofobicidade é a hidrofiliidade. São denominadas partículas hidrofílicas aquelas cuja superfície é polar, indicando uma maior afinidade com a água.

As partículas em suspensão numa solução aquosa previamente condicionada com os reagentes são introduzidas nas máquinas de flotação, onde se faz passar bolhas de ar. Desta forma os minerais hidrofóbicos se aderem as bolhas de ar e passam para a espuma sendo recuperados no produto flotado. Os minerais hidrofílicos permanecem na polpa e são recolhidos no produto afundado (OLIVEIRA, 2004).

Na flotação direta o material de interesse é separado no flotado e os de ganga no afundado. A retirada dos materiais úteis no afundado e os de ganga na espuma caracterizam a flotação reversa. Na concentração de rochas fosfáticas aplica-se a flotação direta, sendo o flotado designado como concentrado apatítico (OLIVEIRA, 2004).

Segundo Baltar (2008), a flotação ocorre em três etapas subsequentes denominadas colisão, adesão e transporte. A primeira etapa não é seletiva e influencia, portanto apenas na recuperação do processo. Depende da hidrodinâmica do sistema, do tamanho da partícula e diâmetro da bolha. A adesão está fortemente relacionada com a seletividade, ao passo que apenas as partículas hidrofobizadas se aderem às bolhas, enquanto que o transporte depende da estabilidade do agregado e da espuma.

2.5.1 Reagentes da flotação

Os reagentes em um sistema de flotação podem ser classificados em três grupos principais de acordo com suas funções no processo em (OLIVEIRA, 2004):

- ✓ Coletores: sua principal função é promover propriedades hidrofóbicas às superfícies dos minerais;
- ✓ Espumantes: possibilitam a formação de uma espuma estável e um tamanho de bolhas adequado para encaminhar os minerais ao concentrado;
- ✓ Modificadores ou reguladores: aumentam a seletividade do coletor promovendo sua ação efetiva.

De acordo com Oliveira & Souza (2008) os coletores e espumantes são denominados surfactantes. São constituídos por moléculas de caráter anfipático do tipo R-Z, formado por um grupo não polar (R) e um grupo apolar (Z) que representam, respectivamente, a parte e hidrofóbica e hidrofílica da molécula.

Os reagentes mais adequados para a flotação de cada tipo de minério devem ser escolhidos de acordo com as experiências citadas na literatura, bem como a sua disponibilidade e valor de mercado.

2.5.1.1 Coletores

A separação seletiva das partículas a serem flotadas depende do grau de hidrofobicidade das mesmas. Sendo assim, os coletores são os principais reagentes, visto que tornam hidrofóbica a superfície naturalmente hidrofílica de um mineral, possibilitando a adesão da bolha na partícula (SANTOS, 2010).

Os coletores atuam na interface sólido/líquido de forma que a parte polar da molécula tem a função de interagir com a superfície do mineral e promover a adsorção, sendo responsável pela seletividade e intensidade de ligação com a superfície do sólido. A parte apolar constituída por uma cadeia hidrocarbônica forma uma película hidrofóbica ao redor do mineral impedindo a hidratação da superfície, possibilitando a adesão da partícula à bolha de ar, conforme a Figura 2.2 (BALTAR, 2008).

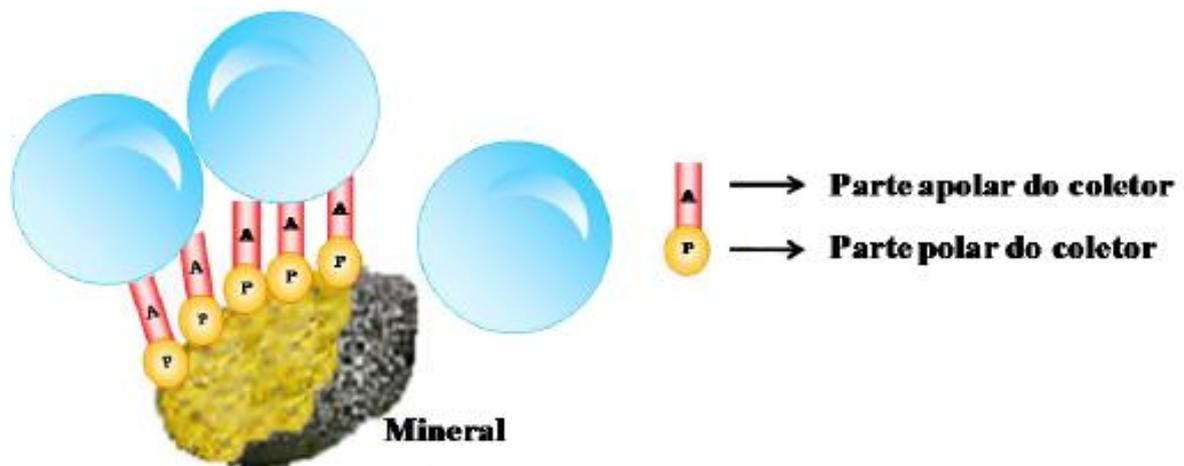


Figura 2.2 - Atuação do coletor na etapa adesão-colisão bolha-partícula (SANTOS, 2010).

Os coletores mais comuns são os ácidos graxos e seus sabões, utilizados para uma grande quantidade de espécies minerais, devido ao grande comprimento da cadeia de hidrocarbonetos. São poucos seletivos, e por isso devem ser dosados cuidadosamente (OLIVEIRA, 2004).

2.5.1.2 Espumantes

Os espumantes são compostos heteropolares e, portanto, possuem uma estrutura semelhante à dos coletores. A principal diferença reside no caráter funcional do grupo polar: nos coletores o radical é quimicamente ativo, iônico e solidofílico. Enquanto nos espumantes possuem um radical não ionizável e de grande afinidade pela água. Por esse motivo os espumantes atuam na interface líquido-gás (BALTAR, 2008; CHAVES; LEAL FILHO; BRAGA, 2010).

São utilizados na flotação com o objetivo de reduzir a tensão superficial na interface líquido-gás, auxiliando na formação e estabilidade da espuma, bem como evitar a coalescência

das bolhas, aumentando a probabilidade de colisão entre os sólidos e as bolhas de diâmetros menores (BALTAR, 2008).

De acordo com Oliveira (2004) os reagentes que atuam especificamente como espumantes são álcoois, óleo de pinho, éteres e seus derivados contendo grupos óxidos de etileno e propileno.

2.5.1.3 Modificadores ou reguladores

Os modificadores ou reguladores são compostos orgânicos ou inorgânicos, que apresentam composição, estrutura e propriedades bastante variadas, tendo como objetivo melhorar a seletividade e/ou recuperação durante o processo. Apresentam como funções principais o favorecimento ou inibição da ação de um coletor sobre a superfície de um mineral, a regulagem do pH da polpa mineral e a dispersão de partículas (BALTAR, 2008).

2.5.2 Equipamentos de Flotação

As máquinas de flotação devem ser capazes de realizar uma série de funções simultâneas com o objetivo de favorecer as três etapas do processo de concentração definidas como colisão, adesão e transporte visando uma maior eficiência da operação unitária de flotação.

Segundo Oliveira (2004) a performance de um equipamento de flotação deve ser avaliada com base na facilidade de operação, no teor e recuperação do concentrado, nos gastos de operação e manutenção por tonelada de minério, bem como no consumo de energia elétrica e de reagentes necessários durante o processo. Para melhorar a eficiência e reduzir os custos foram desenvolvidos ao longo dos anos diferentes tipos de máquinas, as quais podem ser divididas em células mecânicas e células pneumáticas.

2.5.2.1 Células mecânicas

As células mecânicas são tanques projetados para receber a polpa alimentada, continuamente, por uma das suas faces laterais e descarregá-la pelo lado oposto. Podem ser usadas células individualizadas, mas a regra é agrupar conjuntos de duas ou mais (CHAVES, LEAL FILHO; BRAGA, 2010). Estes conjuntos são denominados bancos de células e tem como finalidade garantir que todas as partículas que podem ser flotadas o sejam. Numa

extremidade do banco instala-se um compartimento de alimentação e na extremidade oposta, um compartimento de descarga, que possui algum dispositivo para a regulação do nível de polpa dentro das células. No caso de células fechadas existem dispositivos controladores de nível em cada célula.

O material hidrofóbico é recuperado na espuma que sobe e transborda sobre calhas dispostas ao longo da extensão do banco de células. Simultaneamente o material deprimido é arrastado pela corrente de água e sai pelo fundo da célula, passando para a célula seguinte e, finalmente, sendo descarregado pela caixa de descarga, conforme mostrado na Figura 2.3 (CHAVES; LEAL FILHO; BRAGA, 2010).

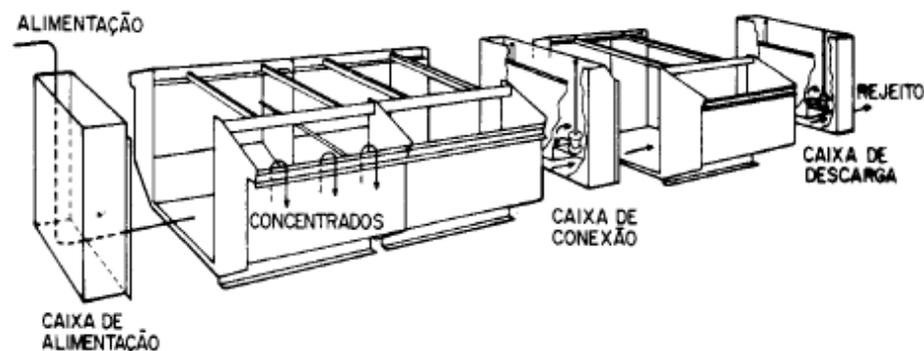


Figura 2.3 - Arranjo de células de flotação (CHAVES, LEAL FILHO; BRAGA, 2010)

A máquina de flotação é instalada dentro da célula e consiste de um rotor, no fundo da célula, suspenso por um eixo conectado a um acionamento (fora da célula e acima), girando dentro de um tubo. O rotor tem a função de fornecer a energia mecânica necessária para manter a polpa em suspensão através da agitação e para o transporte do material deprimido (CHAVES, RODRIGUES, 2013). Em diversos modelos o movimento rotativo do rotor no meio da polpa cria uma pressão negativa dentro da célula suficiente para aspirar o ar necessário para o processo e, portanto, a conveniência do tubo coaxial com o eixo do rotor. Outras vezes, o ar é comprimido para dentro da máquina para aumentar sua efetividade no sentido de carrear para cima o maior número de bolhas de pequeno diâmetro. Isto é conseguido colocando em torno do rotor uma peça chamada estator, que quebra as bolhas de ar em um grande número de pequenas bolhas (OLIVEIRA, 2004).

As células mecânicas podem ser diferenciadas quanto a aeração e quanto ao fluxo de polpa. Quanto a aeração, podem ser classificadas em células *supercharged*, nas quais o ar é obtido de compressores e injetado sob pressão e células *self-aerating* que utilizam a depressão criada pelo impelidor (conjunto rotor e estator) para sucção do ar e aeração da polpa. Em relação

ao fluxo de polpa, podem ser divididas em células *cell to cell*, que possuem vertedouro entre cada compartimento e células *open flow* com passagem livre para o fluxo de polpa (OLIVEIRA; SOUZA, 2008).

2.5.2.2 Máquinas pneumáticas

As células pneumáticas se diferenciam das células mecânicas devido a inexistência de impelidores para a agitação da polpa e pela aeração da polpa ser realizada por ar comprimido (OLIVEIRA, 2004). Estes equipamentos são indicados para a flotação de minérios com distribuição granulométrica muito ampla, bem como para minerais densos e frágeis. Dentro desta categoria existem máquinas com tela, sem tela, os separadores de espuma, dentre outros (CHAVES; L. FILHO; BRAGA, 2010). Um exemplo das células pneumáticas pode ser visualizado na Figura 2.4.

As colunas de flotação são células pneumáticas e representam o grande avanço na indústria mineral nos últimos anos, uma vez que são capazes de flotar de forma mais seletiva minérios mais finos e mais grossos que as células mecânicas. Economizam também área de usina e número de unidades (QUEIROZ, 2003).

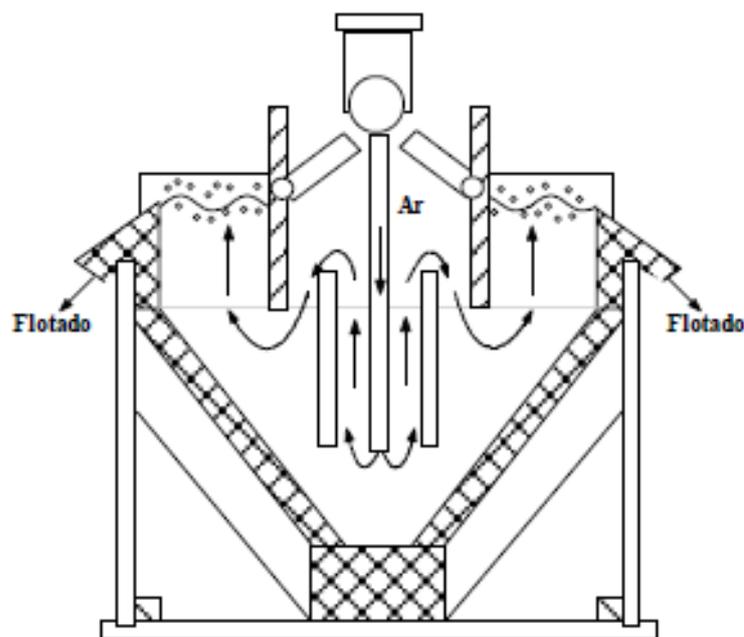


Figura 2.4 - Desenho esquemático das células pneumáticas (OLIVEIRA; SOUZA, 2008).

2.5.3 Coluna de Flotação

Segundo Aquino e colaboradores (2010) a concepção básica do processo de flotação em coluna foi desenvolvida a partir da invenção patenteada pelos cientistas canadenses Remy Trembly e Pierre Boutin na década de 60. Ainda nesta época foram realizados por Boutin e Wheeler os primeiros programas experimentais em escala de laboratório e desenvolvidas concepções alternativas por outros pesquisadores.

A primeira implantação industrial da célula de coluna ocorreu em 1980, em Les Mines Gaspé, Canadá, onde uma coluna foi empregada para a flotação *cleaner* de molibdênio, substituindo um banco de células mecânicas convencionais. A partir de então as colunas de flotação se espalharam rapidamente no Canadá, África do Sul e América do Sul, principalmente no Chile e no Brasil (TAKATA; VALLE, 2013).

No Brasil a primeira unidade industrial foi implantada em 1991, para concentração de minério de ferro através da flotação reversa de quartzo da Samarco Mineração, com colunas de 3,66m e 2,44m de diâmetro. Na concentração de minérios fosfáticos as primeiras colunas industriais de grande porte com 3,0m x 4,5m e 14,5m de altura foram instaladas na Bunge Fertilizantes Unidade de Araxá, para a flotação de barita, apatita grossa, finos naturais e finos gerados (TAKATA; VALLE, 2013).

A importância desse tipo de equipamento pode ser constatada por meio das melhorias substanciais dos concentrados de diferentes tipos de minérios em diversas unidades industriais. Observa-se também melhorias no desempenho metalúrgico, uma economia nos custos de capital e de operação. Tais fatores têm sido decisivos para a aplicação das colunas em processos de flotação, tanto para novos projetos como para expansões industriais (AQUINO; OLIVEIRA; FERNANDES, 2010).

De acordo com Aquino e colaboradores (2010) a coluna de flotação difere da célula mecânica convencional principalmente em quatro aspectos básicos: geometria (maior relação altura/diâmetro), existência da água de lavagem, ausência de agitação mecânica e quanto ao sistema de geração de bolhas.

Outro aspecto importante é a divisão da coluna de flotação em duas zonas distintas que se formam no seu interior: a zona de coleta ou recuperação situada entre o sistema de aeração até a interface polpa-espuma e a zona de limpeza, localizada entre a interface polpa-espuma e o transbordo do concentrado, conforme a Figura 2.5.

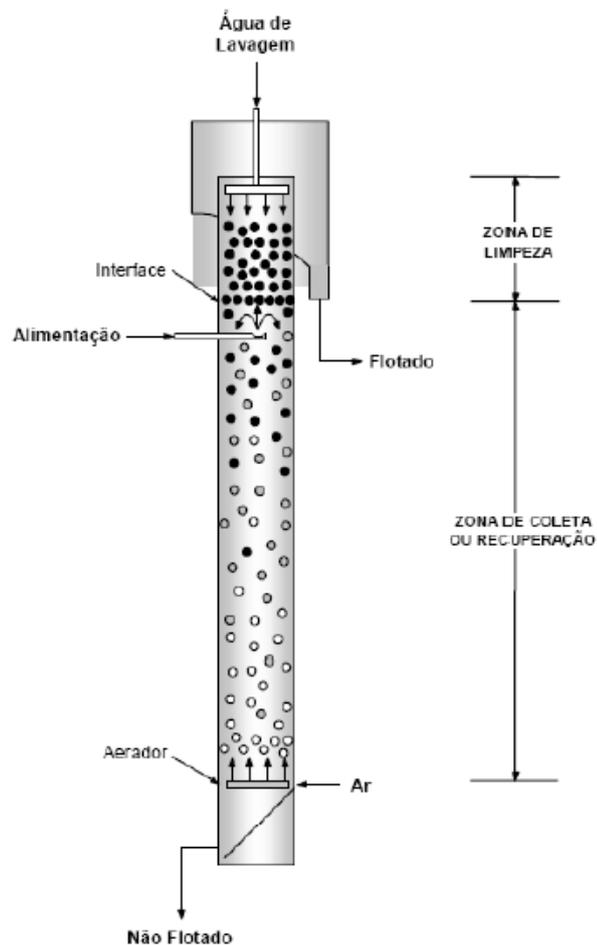


Figura 2.5 - Esquema básico de uma coluna de flotação (AQUINO *et al.*, 2010).

A alimentação da polpa - devidamente condicionada - é realizada a aproximadamente 2/3 da altura da coluna, a partir da sua base. Na zona de coleta, as partículas alimentadas entram em contato em contracorrente com as bolhas de ar provenientes do aerador instalado na parte inferior do equipamento. As partículas hidrofóbicas aderidas as bolhas de ar são transportadas até a zona de limpeza, enquanto as partículas hidrofílicas permanecem na polpa e são removidas na base da coluna. A água de lavagem é adicionada na zona de limpeza, por meio de dispersores com a finalidade de estabilizar a espuma e diminuir o arraste de partículas de ganga para o concentrado.

A flotação é uma operação de múltiplas variáveis que influenciam de maneira significativa no teor e na recuperação do concentrado. Segundo Vieira (2005) a descrição quantitativa dos seus efeitos sobre o desempenho metalúrgico do processo é essencial para a otimização e o controle de um circuito industrial de flotação.

Dentre as principais variáveis da coluna que influenciam no processo de concentração por flotação podemos citar:

- Vazão de ar;
- Vazão de água de lavagem;
- Altura da camada de espuma;
- Tempo de residência;
- Tamanho das bolhas.

Essas variáveis podem interferir significativamente no teor e/ou na recuperação do mineral minério na operação. Seus efeitos geralmente estão interligados e, portanto, raramente serão avaliados individualmente.

A vazão de ar é uma das variáveis mais importantes no controle do processo de flotação exercendo uma influência significativa na recuperação do mineral. Dentro dos limites de estabilidade da coluna, em geral, a recuperação do mineral cresce com o aumento da vazão de ar, até atingir o seu valor máximo. Isto ocorre devido ao aumento da área superficial total de bolhas introduzidas na coluna. No entanto, o aumento excessivo da vazão de ar pode prejudicar o processo de flotação devido à turbulência ou à formação de uma espuma na zona de recuperação da coluna (BATISTELLA, 2009). Por outro lado, uma vazão de ar muito pequena pode resultar numa baixa recuperação devido a deficiência do contato bolha-partícula.

A água de lavagem na camada de espuma é o grande diferencial da coluna de flotação em relação às células mecânicas. Sua introdução deve ser realizada na camada de espuma sem prejudicar o transbordo do material flotado. Essa variável é manipulada com o objetivo de substituir a água de alimentação na fração flotada minimizando o arraste hidráulico de partículas hidrofílicas, aumentar a altura e a estabilidade da camada de espuma e reduzir a coalescência das bolhas (AQUINO; OLIVEIRA; FERNANDES, 2010).

A altura da camada de espuma funciona como um filtro hidráulico, deslocando para a polpa as partículas mistas ou menos hidrofóbicas fracamente aderidas às bolhas na fase de coleta. Esse efeito, associado a drenagem da espuma, tornam o processo mais seletivo, ou seja, verifica-se um aumento no teor do mineral de interesse e uma redução na sua recuperação (OLIVEIRA; SOUZA, 2008).

O tempo de residência é um dos fatores que afetam tanto o teor como a recuperação, atuando de forma mais expressiva na recuperação do material flotado. Deve ser capaz de promover o contato efetivo entre as partículas hidrofóbicas e as bolhas de ar. Tempos maiores favorecem a adesão de partículas menos hidrofóbicas nas bolhas resultando no aumento da recuperação do bem mineral. Em contrapartida, utilizando-se tempos menores, apenas as

partículas que apresentam uma superfície mais hidrofóbica são coletadas, aumentando o teor do concentrado (OLIVEIRA; SOUZA, 2008)

O tamanho das bolhas e a sua distribuição influenciam na eficiência de coleta e de transporte das partículas. O uso de partículas pequenas, com elevada área superficial, favorece a cinética de coleta e de transporte dos sólidos por volume de ar. No entanto, bolhas muito pequenas possuem uma velocidade de ascensão reduzida, que pode ser inferior a velocidade descendente da polpa, ocasionando perdas de partículas hidrofóbicas coletadas no fluxo de material não flotado (BATISTELLA, 2009).

2.6 Flotação do minério sílico-carbonatado

O beneficiamento dos minérios com ganga silicatada e carbonatada são essenciais para aumentar a produção do concentrado fosfático e permitir o melhor aproveitamento do recurso mineral. No entanto a grande quantidade de minerais carbonatados (calcita/dolomita) presentes nos minerais de ganga do minério sílico-carbonatado dificultam a sua flotação, uma vez que apresentam propriedades químicas de superfície semelhantes aos fosfatos (apatita) (OLIVEIRA, 2007).

Inicialmente o aproveitamento de minérios de baixo teor de fósforo com diferentes minerais de ganga, principalmente minerais carbonáticos, foi viabilizado pelo professor Paulo Abib Andery que desenvolveu o processo de concentração da apatita utilizando como coletor os ácidos graxos e o amido de milho como depressor dos minerais inúteis. A efetividade do processo sugerido depende das particularidades de cada minério, em razão da sua complexidade mineralógica (BARROS, 2013).

Segundo Oliveira & Peres (2010), a separação seletiva da apatita por flotação direta para o minério fosfático sílico-carbonatado de Catalão é possível usando como coletor o oleato de sódio, na ausência de depressores, em pH alcalino igual a 9. O amido de milho e a carboximetilcelulose foram utilizados como depressores e se mostraram pouco seletivos.

A aplicação do amido de milho convencional e carboximetilcelulose (CMC) como depressores dos minerais puros apatita e calcita também foram avaliados por Barcelos e colaboradores (2013) através de testes de microflotação em tubo de Hallimond modificado do minério fosfático sílico-carbonatado de Catalão. Utilizaram como coletor o oleato de sódio e como reguladores de pH o hidróxido de sódio e ácido clorídrico. Neste caso, os reagentes

utilizados para depressão da ganga carbonática na microflotação da apatita também apresentaram baixa efetividade.

Outra possibilidade para o processamento e aplicação dos minérios de rochas fosfáticas ou relacionados a complexos carbonatíticos foi estudada por Paiva e colaboradores (2011). A técnica de concentração consiste na flotação do minério em dois estágios: flotação direta da apatita, seguida da flotação direta de carbonatos. O primeiro estágio foi realizado em pH 8, utilizando como coletor o sulfossuccinamato e como depressores o metassilicato de sódio e o amido de milho. Para a flotação reversa da apatita em pH 5, foram utilizados como coletores o hidrocol e o espumante metil isobutil carbinol (MIBIC) e como depressor da apatita o H_3PO_4 . Com os resultados alcançados verificou-se que a metodologia aplicada possibilita uma rota viável para a obtenção de um concentrado apatítico conforme as especificações da indústria de ácido fosfórico.

Santos e colaboradores (2013) realizaram estudos experimentais com o óleo de jojoba e álcoois graxos de cadeia longa como coletor alternativo para a separação da apatita e da calcita de Itataia. Os melhores resultados foram obtidos na ausência de depressor, utilizando o óleo de jojoba em pH 6,5 onde a apatita apresentou-se completamente hidrofílica e a calcita apresentou elevada hidrofobicidade.

Coutinho (2016) propôs a concentração do minério fosfático sílico-carbonatado a partir de duas rotas de beneficiamento. Inicialmente foi utilizada a rota convencional aplicada na indústria, realizando a flotação do minério em células mecânicas seguida de separação magnética de alto campo. Neste caso foram obtidas recuperações mássica global de 7,26% na flotação e 98,65% na separação magnética de alto campo e um teor médio de P_2O_5 de 5,82%. Na segunda rota a ordem de realização das operações foi invertida, realizando-se primeiro a separação magnética e na sequência a etapa de concentração por flotação. Nesta configuração foram obtidas recuperações mássica de 14,72 na flotação e de 95,91% na separação magnética e um teor médio de P_2O_5 de 5,45%.

3 METODOLOGIA

O trabalho proposto envolve a preparação e a caracterização das amostras, bem como os ensaios de flotação do minério silício-carbonatado. Todo estudo experimental foi realizado no laboratório de tratamento de minérios do Centro Federal Tecnológico de Minas Gerais (CEFET-MG), Unidade Araxá. As análises químicas da alimentação e dos testes preliminares, foram realizadas pelo laboratório de Caracterização e Microscopia do CEFET-MG, Unidade de Belo Horizonte. Por fim, as análises químicas dos concentrados das etapas *rougher* e *cleaner* foram realizadas na empresa Bioética, localizada em Araxá.

Os procedimentos da parte prática, desde a preparação das amostras até a análise do teor estão representados no fluxograma geral da Figura 3.1.

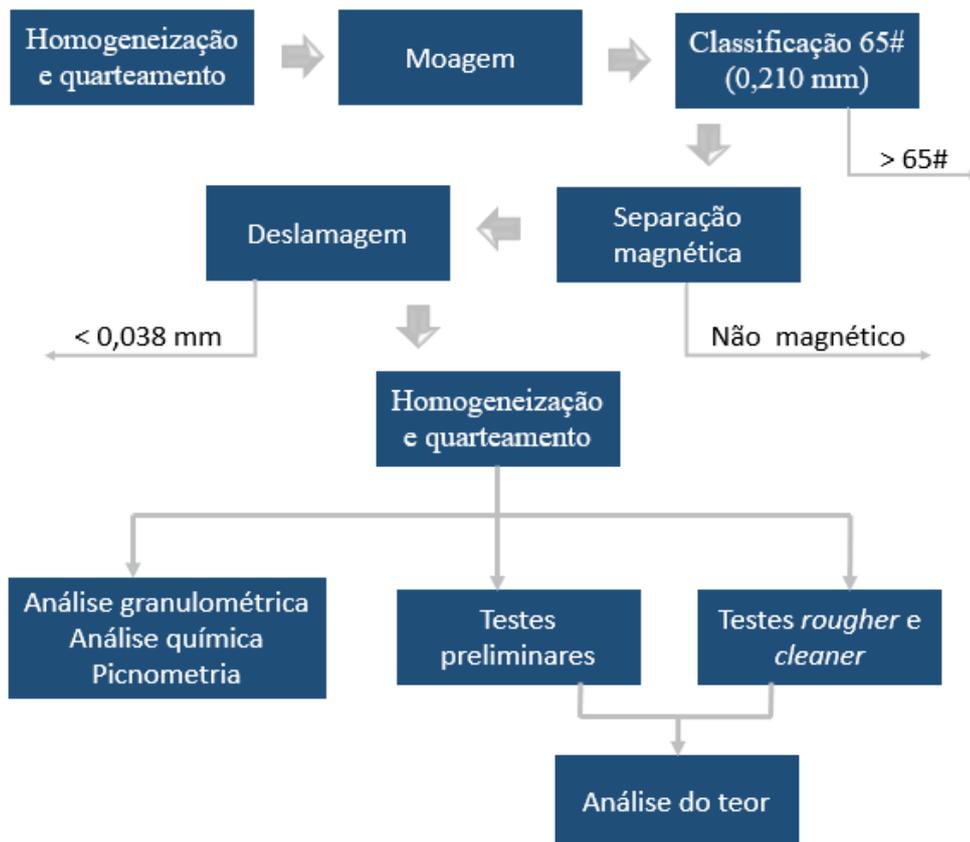


Figura 3.1 - Fluxograma das etapas de preparação da amostra.

3.1 Amostras

O minério utilizado para a realização deste trabalho é proveniente da mina de fosfato do Complexo Minerquímico de Araxá – MG de propriedade da empresa Vale Fertilizantes S. A. A Unidade Industrial de Beneficiamento de Minérios, tem como objetivo viabilizar o aproveitamento econômico deste minério e assim, assegurar um aumento na vida útil da mina.

A amostra utilizada no presente trabalho, corresponde ao produto britado, obtido a partir do estudo de Coutinho (2016), cujo trabalho abordava a concentração deste material através das células de flotação.

3.1.1 Preparação da amostra

Inicialmente realizou-se a construção de uma pilha cônica (Figura 3.2) através de tombamentos sucessivos do material para homogeneizar a amostra. Em seguida, com o auxílio de uma bandeja o material homogeneizado foi alimentado na parte superior do quarteador tipo Jones (Figura 3.3) de forma uniforme, sendo o material dividido pelas canaletas em duas partes. Este procedimento foi realizado até a obtenção de quatro alíquotas com aproximadamente 8 kg.



Figura 3.2 - Pilha cônica



Figura 3.3 – Quarteador Jones.

Em seguida realizou-se a moagem a seco do material, no moinho de bolas de dimensões 590 mm x 570 mm, volume de 151 litros e velocidade crítica de 56 rpm (Figura 3.4.), até atingir a faixa granulométrica de 100% abaixo de 0,300 μm . Neste intervalo a maior parte das

partículas minerais de apatita encontram-se sob a forma de partículas livres. Para evitar a sobreamoagem do material, as quatro alíquotas obtidas anteriormente foram fragmentadas separadamente, utilizando-se para todas etapas 60% da velocidade crítica do moinho, durante 15 minutos.



Figura 3.4 - Moinho de bolas.

Após cada etapa realizou-se o escalpe do produto moído em uma peneira de 65# (0,210mm). Todo o material retido foi fragmentado novamente. No final, obteve-se 18,27 kg de minério passante e 11,13 kg retidos. Apenas a fração passante foi utilizada na etapa posterior de separação magnética. A fração retida foi armazenada e devidamente etiquetada.

A separação magnética foi realizada manualmente através de um imã de mão, que tem como objetivo atrair o material ferromagnético, no caso, a magnetita, uma vez que esta é facilmente atraída por qualquer campo magnético. Após a separação obteve-se uma massa de 1,938 kg de material magnético e 16,332 kg de material não magnético, como mostrado na Figura 3.5.



Figura 3.5 - Material magnético e não magnético, respectivamente.

Logo após, o material não magnético foi submetido a etapa de deslamagem, visto que a presença de finos pode ser prejudicial ao processo de flotação, recobrando a superfície das partículas minerais (*slime coating*) impedindo assim, a eficiência dos reagentes, além de aumentar os custos devido ao elevado consumo dos mesmos.

O procedimento foi realizado duas vezes para cada amostra, em um recipiente plástico com capacidade de 14 litros (Figura 3.6), utilizando uma polpa com 25 % de sólidos. Inicialmente adicionou-se a água e o minério no recipiente, promovendo uma agitação manual para a suspensão do material. Após 2 minutos, a lama foi sifonada e o material decantado levado para a estufa a 100°C, durante 24 horas.



Figura 3.6 - Deslamagem do material.

Finalizando-se a preparação de amostras, após a secagem do material, realizou-se a sua homogeneização por tombamentos, seguido de quarteamento em pilha alongada através da empilhadeira, conforme a Figura 3.7.



Figura 3.7 - Pilha alongada.

A partir da pilha alongada, foram obtidas as alíquotas necessárias para os testes de flotação, além da fração para caracterização do minério sílico-carbonatado.

3.1.2 Caracterização das amostras

3.1.2.1 Caracterização química

A análise química foi feita por duas técnicas diferentes: fluorescência de raios - X e pelo método gravimétrico usando solução Quimociac. As análises de teores das espécies químicas presentes na alimentação bem como nas amostras do concentrado e rejeito dos testes preliminares, foram identificadas por Espectrômetro de Fluorescência de Raios - X (FRX). Essa técnica consiste na excitação da amostra através da irradiação de um feixe primário de raio - X, que resulta na produção de uma radiação secundária de acordo com as características dos elementos químicos presentes. A partir do ângulo de reflexão e das intensidades da radiação é possível identificar e quantificar os elementos químicos presentes na amostra.

Para os testes em coluna, os concentrados foram analisados por via úmida, a partir da solubilização do fósforo da amostra por extração fortemente ácida e posterior precipitação do íon ortofosfato como fosfomolibdato de quinolina – $(C_9H_7N)_3H_3[PO_{4.12} MoO_3]$ – o qual é filtrado, secado e pesado. Para isso, foram pesados a princípio 1 grama de cada amostra, com precisão de 0,1 mg, em um erlenmeyer de 250 ml (Figura 3.8a). Em seguida, adicionou-se 30 ml de ácido nítrico e 5 ml de ácido clorídrico concentrados. A mistura foi aquecida até cessar o desprendimento de vapores castanhos (NO_2) e a solução clarear, como mostrado nas Figuras 3.8b a e 3.8c, respectivamente. Na sequência foram adicionados 50 ml de água e após ferver durante 5 minutos esperou-se esfriar. Posteriormente transferiu-se toda a solução para um balão volumétrico de 250 ml, com o auxílio de um filtro de porosidade média (Figura 3.8d). Os primeiros 30 ml foram desprezados com a função de limpar as impurezas do filtro. Logo após, completou-se o balão com água destilada e realizou-se a homogeneização da mistura. Utilizando-se novamente o erlenmeyer de 250 ml, foram aquecidos até o início de fervura 50 ml da solução contida no balão volumétrico e 50 ml de água. Neste momento, adicionou-se 50 ml do reagente Quimociac e manteve-se a ebulição durante 1 minuto. Durante o resfriamento agitou-se a mistura de 3 a 4 vezes. Por fim, a solução foi filtrada a vácuo utilizando-se uma membrana de peso conhecido (Figura 3.8e), e lavando-se o precipitado com 250 ml de água. A membrana contendo o precipitado (Figura 3.8f) foi levada para estufa a $100^\circ C$ durante 24

horas, e pesada posteriormente para determinação da massa do precipitado. Esse procedimento foi realizado em duplicata para todos os testes.

As concentrações de P_2O_5 nas amostras foram calculadas através da Equação [1]:

$$P_2O_5 (\%m/m) = \frac{801,75 \text{ mp}}{AG} \quad [1]$$

Onde:

mp = massa do precipitado, em gramas;

G = massa inicial da amostra, em gramas;

A = volume da alíquota tomada do extrato, em ml.



Figura 3.8 - a) 1 grama de cada amostra, em um erlenmeyer de 250 ml; b) Desprendimento de vapores castanhos (NO_2); c) Solução após a remoção dos vapores castanhos; d) Transferência de toda a solução

para um balão volumétrico de 250 ml, com o auxílio de um filtro; e) Filtragem da solução; f) membrana contendo o precipitado.

3.1.2.3 Caracterização granulométrica

A caracterização granulométrica foi realizada utilizando-se a técnica do peneiramento a úmido para determinar a distribuição granulométrica do material. Foram utilizadas peneiras das marcas Granutest e Brozinox que mais adequaram-se a granulometria da amostra. A série de peneiras escolhidas foi de 65# (0,210mm), 100# (0,150mm), 150# (0,106mm), 200# (0,075mm), 270# (0,053mm), 325# (0,045mm) e 400# (0,038mm).

O peneiramento foi realizado com o auxílio de um peneirador vibratório suspenso da marca CDC, modelo PV-08, com a adição de um filete de água sobre o material. A operação prosseguiu até que a água de descarga apresentou aspecto límpido. As massas retidas em cada peneira e o passante da última foram levados para a estufa a mais ou menos 100°C, e pesados posteriormente. A partir dos valores obtidos foi possível construir a curva granulométrica do material e identificar através desta o diâmetro ou abertura da peneira na qual 80% das partículas passaram (d_{80}). A série de peneiras e o peneirador vibratório suspenso são mostrados na Figura 3.9.



Figura 3.9 - Série de peneiras e o peneirador vibratório suspenso.

3.1.2.4 Determinação da Massa Específica dos Sólidos – Picnometria

Para a determinação da massa específica dos sólidos utilizou-se do método de picnometria. De acordo com Sampaio e Silva (2007), um picnômetro consiste, basicamente, num balão de vidro com fundo chato, equipado com uma rolha também de vidro, através da qual passa um canal capilar (Figura 3.10). Seu volume pode variar de 25 a 250 ml.

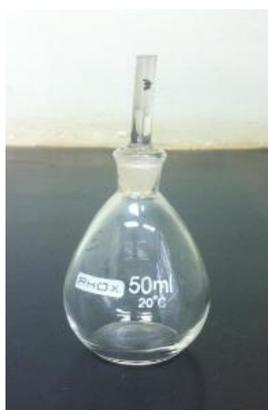


Figura 3.10 - Picnômetro.

Para garantir melhor confiabilidade nos resultados, os testes foram realizados em triplicata, utilizando três picnômetros (50 ml), de acordo com o procedimento descrito a seguir:

- I. Inicialmente o picnômetro vazio, previamente limpo e seco foi pesado (A_1);
- II. Uma pequena quantidade de amostra foi adicionada ao picnômetro e pesou-se o conjunto amostra e picnômetro (A_2);
- III. Posteriormente o picnômetro com amostra foi completado com água, e pesado em seguida (A_3);
- IV. Para obter a massa do conjunto picnômetro e água (A_4), o picnômetro vazio foi completado com água e pesado.

O cálculo da densidade dos sólidos foi obtido através da Equação [2]:

$$d_s = \frac{(A_2) - (A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)} \quad [2]$$

Onde:

d_s = densidade dos sólidos;

A1 = massa do picnômetro;

A2 = massa do picnômetro + amostra;

A3 = massa do picnômetro + amostra + água;

A4 = massa do picnômetro + água.

3.2 Flotação

3.2.1 Reagentes

Os reagentes escolhidos para a flotação foram:

- ✓ Coletor: óleo derivado de ácido graxo saponificado, da marca Clariant, modelo Flotigam 5806;
- ✓ Depressor: fubá de milho gelatinizado, obtido em uma reação com NaOH a 10% e água;
- ✓ Regulador de pH: solução de hidróxido de sódio a 10%.

3.2.1.1 Saponificação do óleo vegetal

Para a saponificação do óleo vegetal foram necessários 2,5 g de óleo, 3,93 g de água utilizados inicialmente, 3,58 g de hidróxido de sódio (concentração 10%) e 90 g de água para diluição do produto obtido.

Primeiramente realizou-se a agitação do óleo vegetal contido em um béquer com o auxílio de um agitador magnético. Em seguida, adicionou-se a quantidade de água inicial e o hidróxido de sódio a 10%. Essa mistura foi agitada durante 10 minutos.

Após esse período a água de diluição foi adicionada e manteve-se a agitação por mais 10 minutos, para obtenção de uma solução homogênea e sem grumos de concentração de 2,5% e relação óleo-soda 7:1.

3.2.1.2 Gelatinização do amido de milho

Para a gelatinização do amido de milho foram necessários 5 g de fubá, 45 g de água utilizadas inicialmente, 12,5 g de hidróxido de sódio e 104,16 g de água para diluição da solução.

Inicialmente deve-se realizar a agitação do amido de milho contido em um béquer com o auxílio de um agitador magnético. Em seguida, adicionou-se a quantidade de água inicial e o hidróxido de sódio a 10%. Essa mistura foi agitada durante 10 minutos.

Após esse período a água de diluição foi adicionada e a agitação da mistura mantida por mais 10 minutos, para obtenção de uma solução homogênea e sem grumos de concentração de 3% e relação óleo-soda 4:1.

3.2.2 Testes Preliminares

Inicialmente, foram realizados os primeiros testes de flotação na célula mecânica, a fim de garantir a flotabilidade do minério. Após os resultados dos testes preliminares foram elaborados os planejamentos experimentais, variando-se o pH, a dosagem de coletor e a temperatura, visando a otimização da flotação do minério sílico-carbonatado.

Utilizou-se nos testes uma célula mecânica da marca Denver Equipaments Company, conforme a Figura 3.11. O pH foi ajustado a partir de um pHmetro da marca Hanna, modelo Edge.



Figura 3.11 - Célula mecânica Denver.

A partir da revisão bibliográfica, realizou-se dois testes de flotação variando-se apenas o pH e mantendo-se constante a dosagem de depressor e de coletor, bem como o tempo de condicionamento de ambos, conforme visto na Tabela 3.1. Como o material apresentou uma flotabilidade muito pequena no trabalho anterior (Coutinho 2016) os testes preliminares objetivaram verificar se seria possível flotar esse minério com o reagente proposto e avaliar o pH mais adequado para o desenvolvimento do estudo.

Tabela 3.1 - Valores de pH, dosagem de reagentes e seus respectivos tempos de condicionamento.

Teste	pH	Dosagem de depressor (g/t)	Tempo de cond. do depressor (min)	Dosagem de coletor (g/t)	Tempo de cond. do coletor (min)
1	11	300	5	300	5
2	10				

Os testes foram realizados considerando-se um condicionamento com 50% de sólidos e uma flotação com 25% de sólidos, seguindo o procedimento descrito a seguir:

- 1 Adicionou-se o minério e a água de condicionamento na cuba;
- 2 Ligou-se o motor e regulou-se o pH através da adição de soda, de acordo com o teste;
- 3 Em seguida, adicionou-se o depressor e realizou-se o condicionamento durante 5 minutos;
- 4 Logo após, adicionou-se o coletor e realizou-se o condicionamento durante 2 minutos;
- 5 Acrescentou-se a água de diluição e regulou-se o pH;
- 6 Ligou-se o ar e coletou-se o flotado até cessar a espuma;
- 7 O flotado e o afundado foram levados para a estufa a 100° C por 24 horas, e pesados posteriormente;
- 8 Os produtos secos e devidamente homogeneizados e quarteados foram levados para a análise química.

3.6.3 Unidade experimental

Para a realização dos testes de flotação foi utilizada uma coluna de flotação de bancada, constituída de uma seção de aeração e de um tubo acrílico transparente com 42 mm de diâmetro

e altura de 2,5 m, como pode ser visualizada na Figura 3.12. A unidade compreende uma bomba peristáltica para o deslocamento de líquidos e suspensões, e rotâmetros para medidas instantâneas das vazões de ar e água de lavagem, sendo esta última distribuída através de um aspersor fixado no topo da coluna.

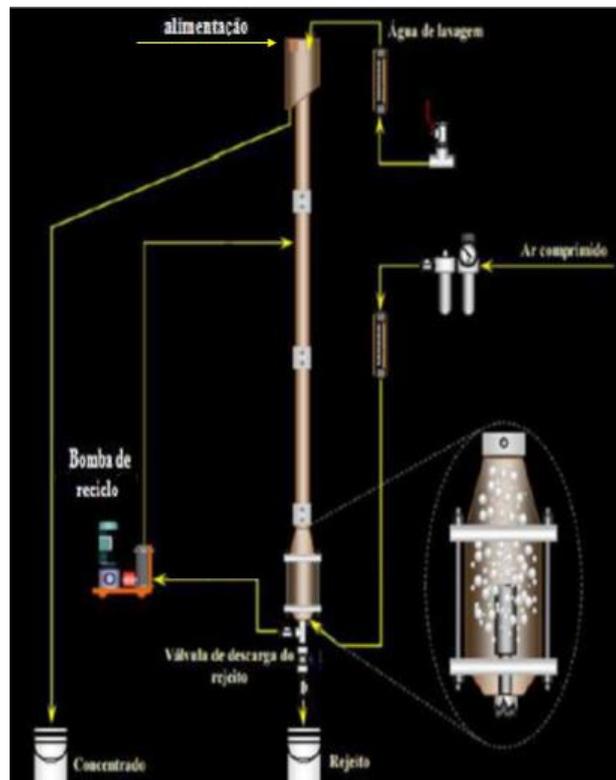


Figura 3.12 - Desenho esquemático da unidade experimental modificada (GONÇALVES, 2016).

A alimentação da polpa é realizada na parte de cima da coluna de modo que, as partículas alimentadas entram em contato em contracorrente com as bolhas de ar provenientes do aerador instalado na parte inferior do equipamento. O material afundado é recirculado pela bomba peristáltica em uma posição de altura de dois terços em relação a base da coluna. O teste termina quando a interface polpa/espuma atinge a superfície. Após isso, o afundado é coletado na base do equipamento de forma manual através da abertura de uma válvula. Para a coleta da espuma uma calha de base inclinada foi instalada no topo da coluna.

3.2.4 Planejamento Experimental

Uma das principais razões para a utilização do planejamento fatorial de experimento é a busca das condições ótimas das variáveis e de seus efeitos nas respostas do processo. O

planejamento das condições experimentais deste estudo foi realizado através de técnicas do planejamento fatorial a dois níveis com ponto central. Construiu-se uma matriz de planejamento, onde realizou-se 12 testes de flotação, variando-se o pH, a temperatura e a dosagem de coletor. Manteve-se constante o tempo de condicionamento dos reagentes em 5 minutos para o depressor e 2 minutos para o coletor, e a dosagem de depressor em 300 g/t. A matriz de planejamento pode ser visualizada na Tabela 3.2. Como pode ser observado, foram realizados quatro testes utilizando o valor médio de cada variável, possibilitando uma análise estatística dos resultados a partir do software Minitab 17.

Tabela 3.2 - Matriz do planejamento.

Teste	X1	X2	X3	pH	Temperatura (°C)	Dosagem de coletor (g/t)
1	-1	-1	-1	9,5	25	150
2	1	-1	-1	11,5	25	150
3	-1	1	-1	9,5	55	150
4	1	1	-1	11,5	55	150
5	-1	-1	1	9,5	25	350
6	1	-1	1	11,5	25	350
7	-1	1	1	9,5	55	350
8	1	1	1	11,5	55	350
9	0	0	0	10,5	40	250
10	0	0	0	10,5	40	250
11	0	0	0	10,5	40	250
12	0	0	0	10,5	40	250

3.2.5 Procedimento dos Testes de Flotação em Coluna

Os testes foram realizados em dois dias, de modo que em um dia fossem realizados os testes referentes a menor temperatura (temperatura ambiente 25°C) e, em outro dia, fossem realizados os testes referentes a maior temperatura (40°C e 55°C). Tal observação é válida, já que a temperatura ambiente pode variar de um dia para o outro. Assim, poderia ser garantida a reprodutibilidade da mesma temperatura dos testes realizados no mesmo dia.

As condições operacionais utilizadas neste estudo, foram selecionadas de acordo com os estudos anteriores realizado por (ALVES *et al.*, 2017). Estas condições foram fixadas durante a realização dos testes e consistem na vazão de água de lavagem (0,1 L/min), vazão de ar (1,2 L/min) e de reciclo (0,606 L/min).

O condicionamento foi realizado considerando-se um condicionamento com 50% de sólidos e uma flotação com 10% de sólidos. A agitação da polpa foi realizada pelo agitador da marca IKA modelo RW20DS32 a 1500 rpm. Nos testes com temperaturas elevadas a polpa foi aquecida durante o condicionamento utilizando-se uma chapa, conforme a Figura 3.13. O controle da temperatura foi realizado através do pHmetro que também é capaz de aferir a temperatura da polpa.



Figura 3.13 - Agitador e chapa utilizados no condicionamento da polpa.

Após o condicionamento, realizaram-se os procedimentos a seguir para a flotação em coluna:

- I. Transferiu-se a polpa para dois béqueres, e com o auxílio de uma pisseta realizou-se a alimentação na parte superior da coluna, mantendo-se o registro de reciclo fechado para realizar tal ação;
- II. Ligou-se o compressor e ajustou-se a vazão de ar em 1,2 L/min;
- III. Acionou-se a bomba peristáltica e regulou-se a sua frequência para o reciclo em 0,606 % e, em seguida, colocaram-se os recipientes para a coleta de concentrado e rejeito em seus devidos lugares (Figura 3.14);
- IV. Ligou-se o registro da água de lavagem e ajustou-se sua vazão para 0,1 L/min;
- V. Finalizou-se o teste quando a interface polpa/espuma chegou ao topo da coluna, onde em seguida, desligou-se a água de lavagem e o registro do reciclo;
- VI. Abriu-se a válvula de descarga para coleta de afundado (Figura 3.14);

VII. Os produtos foram levados para estufa e posteriormente para pesagem.

Após a secagem, os concentrados obtidos em cada teste foram homogeneizados e levados para análise química.



Figura 3.14 - Coluna de flotação onde os testes foram realizados.

3.6.6 Teste de Flotação *Cleaner*

Após os testes de flotação em coluna, realizou-se um teste utilizando-se a célula mecânica, com a amostra que apresentou o maior teor de P_2O_5 . Esse procedimento teve como objetivo aumentar o teor do concentrado final (etapa *cleaner*).

O condicionamento foi realizado com 50% de sólidos e uma flotação com 13,8% de sólidos. Esses valores foram determinados de acordo com a massa de sólidos disponível para o teste, motivo pelo qual realizou-se esse teste na célula mecânica.

3.6.7 Avaliação dos resultados

A partir da massa de alimentação (A) e da massa de concentrado (C) obtida em cada teste, foi possível calcular a recuperação mássica (Rec_{mas}) utilizando-se a Equação [3].

$$Rec_{mas} = \frac{C}{A} * 100 \quad [3]$$

Baseando-se no resultado das análises químicas, calculou-se a recuperação metalúrgica (Rec_{met}), através da Equação [4].

$$Rec_{met} = \frac{Cc}{Aa} * 100 \quad [4]$$

Sendo:

c = teor no concentrado;

a = teor na alimentação.

Os resultados foram avaliados a partir de uma análise estatística utilizando-se o Minitab 17, avaliando-se os efeitos das variáveis pH, temperatura (°C) e dosagem de coletor (g/t), nas recuperações mássica e metalúrgica e, principalmente, no teor do concentrado de cada teste. A razão entre o teor do concentrado (c) e o teor da alimentação (a), denominada como razão de enriquecimento (Y) foi calculada através da Equação [5] (OLIVEIRA; SOUZA, 2008).

$$Y = \frac{c}{a} \quad [5]$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados da caracterização da amostra que alimentou a flotação e os resultados dos testes de flotação.

4.1 Caracterização Química

4.1.1 Fluorescência de Raios X

A composição química da alimentação utilizada nos testes de flotação deste trabalho, pode ser vista na Tabela 4.1. Observa-se que a porcentagem de P_2O_5 é de 5,69%, um valor muito baixo, e próximo ao limite de teor esperado para rochas fosfáticas (5% - 22%) segundo Loureiro, Monte e Nascimento (2005). Nota-se, também, que os minerais de ganga que ocorrem em maior proporção são os óxidos de cálcio, silício, ferro e óxidos de magnésio respectivamente. Além disso é possível confirmar a classificação do minério em sílico-carbonatado, analisando-se o teor de $MgO = 9,93\%$ e a relação $CaO/P_2O_5 = 4,75$ (GRASSO, 2015).

Tabela 4.1 - Composição química da amostra da alimentação.

CaO	27,02
SiO₂	23,53
Fe₂O₃	21,11
MgO	9,93
TiO₂	5,97
P₂O₅	5,69
Al₂O₃	2,71
K₂O	1,53
SrO	1,12
MnO	0,60
ZrO₂	0,48
NbO	0,21
ZnO	0,05
CuO	0,03
Y₂O₃	0,03

4.2.2 Método Gravimétrico do Quimociac

De acordo com o procedimento do item 3.1.2.1, determinou-se o teor de P_2O_5 da alimentação, com o objetivo de avaliar a confiabilidade dos resultados obtidos a partir das análises via úmida. Os valores encontrados são mostrados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Teor de P_2O_5 na alimentação obtidos via úmida.

Teste	Teor P_2O_5 (%)
1	5,85
2	5,59

Fazendo-se a média dos valores encontrados obtém-se 5,72% para o teor da alimentação. O desvio entre os valores de teor de P_2O_5 obtidos nas duas técnicas foi de apenas 0,51%, indicando boa consistência e reprodutibilidade dos testes.

4.3 Caracterização Granulométrica

A partir da análise granulométrica (Tabela 4.3) do peneiramento a úmido realizado com uma massa inicial de 148,5 g, observa-se uma perda de 1,43 g o que equivale uma perda mássica de 0,96%. Nota-se também que aproximadamente 14,13% das partículas são menores que 0,038 mm (400#), demonstrando que o objetivo de evitar a sobremaagem do material foi alcançado, visto que no trabalho de Coutinho (2016) 44,33% eram menores que 0,038 mm. Com base nos dados obtidos na Tabela 4.3, construiu-se a curva granulométrica da alimentação, representada na Figura 4.1. Analisando-se a curva granulométrica, foi possível inferir que 80% (d_{80}) do material é menor que 0,175mm.

Tabela 4.3 - Análise granulométrica do peneiramento a úmido.

Abertura (#)	Abertura (mm)	Massa retida (g)	Retido (%)	Retido acumulado (%)	Passante acumulado (%)
65	0,21	1,09	0,74	0,74	99,26
100	0,15	54,61	37,13	37,87	62,13
150	0,106	30,15	20,50	58,37	41,63
200	0,075	20,65	14,04	72,41	27,59
270	0,053	10,01	6,81	79,22	20,78
325	0,045	3,39	2,31	81,52	18,48
400	0,038	6,39	4,34	85,87	14,13
-400	-0,038	20,78	14,13	100,00	0,00
MASSA TOTAL		147,07			

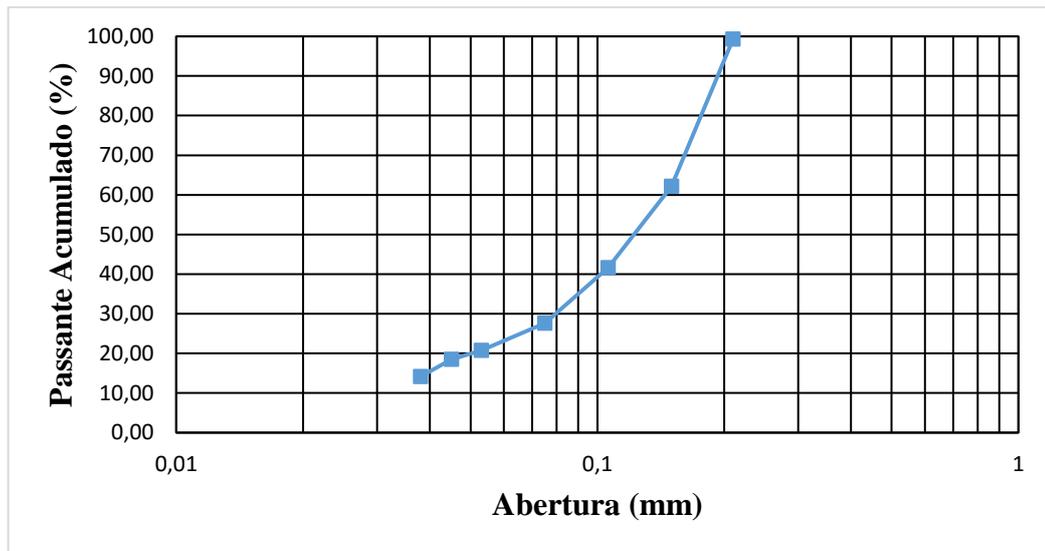


Figura 4.1 - Curva granulométrica da alimentação.

4.4 Determinação da Massa Específica dos Sólidos – Picnometria

As massas obtidas para os três picnômetros, de acordo com o procedimento do item 3.1.2.4, estão expressas, em gramas, na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Massas obtidas no procedimento.

	Picnômetro 1	Picnômetro 2	Picnômetro 3
A1 - Massa do Picnômetro	29,91	30,79	31,58
A2 - Massa do Picnômetro + Amostra	32,62	34,22	35,15
A3 - Massa do Picnômetro + Amostra + Água	82,32	83,89	84,52
A4 - Massa do Picnômetro + Água	80,57	81,67	82,22

A partir dos dados representados na Tabela 4.4 foi possível calcular a densidade do minério (d_s) através da Equação [2]. Os valores de densidade obtidos para o Picnômetro 1, Picnômetro 2 e Picnômetro 3 foram, respectivamente, 2,82 g/cm³, 2,83 g/cm³ e 2,81 g/cm³. Fazendo-se a média dos valores encontrados obtém-se 2,82 g/cm³ para a densidade do minério. A discrepância entre o menor e o maior valor encontrado para a densidade, foi de apenas 0,71%, indicando boa consistência e reprodutibilidade dos testes.

4.5 Testes Preliminares

Os resultados referentes aos teores de concentrado e rejeito, recuperações mássicas e metalúrgicas, podem ser vistos na Tabela 4.5. Comparando-se os resultados obtidos para

recuperação mássica, com os valores encontrados por Coutinho (2016), nota-se um aumento de aproximadamente 76%. Assim, foi possível verificar a possibilidade de concentração do minério sílico-carbonatado por flotação. Para melhorar a seletividade da separação e aumentar o teor do concentrado, realizou-se os testes em coluna. Verifica-se também, uma razão de enriquecimento de 1,66 e 1,83 nos concentrados dos testes 1 e 2, respectivamente, em relação ao teor da alimentação apresentado anteriormente, 5,72% de P_2O_5 . Por fim, percebe-se que ambas as recuperações foram maiores para o teste 1.

Tabela 4.5 – Resultados dos testes preliminares.

Teste	pH	Concentrado (% P_2O_5)	Rejeito (% P_2O_5)	Rec. mássica (%)	Rec. metalúrgica (%)
1	11	9,45	2,41	45,24	75,11
2	10	10,39	3,21	30,02	54,8

4.6 Teste de Flotação em Coluna

A Tabela 4.6 apresenta os resultados dos testes de flotação em coluna especificados no planejamento experimental. Os valores de teor apresentados correspondem a média dos resultados encontrados nas duplicatas dos testes de análise química via úmida, os resultados de todos os testes estão apresentados no apêndice A.

Tabela 4.6 - Resultados dos testes de flotação em coluna.

Teste	pH	Temperatura (°C)	Dosagem de Coletor (g/t)	Concentrado (% P_2O_5)	Rec. mássica (%)	Rec. metalúrgica (%)
1	9,5	25	150	13,56	19,38	46,22
2	11,5	25	150	11,19	23,45	46,14
3	9,5	55	150	12,69	29,52	65,88
4	11,5	55	150	10,46	32,48	59,77
5	9,5	25	350	11,37	24,03	48,05
6	11,5	25	350	10,71	28,69	54,05
7	9,5	55	350	10,64	39,41	73,75
8	11,5	55	350	9,68	28,19	48,00
9	10,5	40	250	11,57	33,33	67,86
10	10,5	40	250	11,59	29,36	59,89
11	10,5	40	250	11,30	34,76	69,11
12	10,5	40	250	11,28	32,07	63,65

Analisando-se a Tabela 4.6, observa-se que o maior teor obtido foi de 13,56%, no teste 1, no qual utilizou-se como parâmetros pH de 9,5, dosagem de coletor de 150g/t e temperatura ambiente (25°C), todas no nível mínimo. Percebe-se também, que as recuperações máximas foram obtidas no teste 7, realizado com pH de 9,5, dosagem de 350 g/t e temperatura de 55°C.

Observando-se os resultados das réplicas dos testes de flotação no ponto central do planejamento (testes 9 a 12), verifica-se um desvio de 2,67% entre o maior e o menor valor obtido, assim conclui-se que a coluna é um equipamento de alta reprodutibilidade, apresentando resultados consistentes, em concordância com as conclusões de Alves *et al.* (2017).

4.6.1 Análise Estatística dos Testes

Utilizando-se o Minitab 17 realizou-se a análise do planejamento experimental com o objetivo de encontrar as condições ótimas das variáveis pH, temperatura e dosagem de coletor e seus efeitos nas respostas do processo, sendo essas o teor e, as recuperações mássica e metalúrgica.

Através da análise do gráfico Normal (Figura 4.2), verifica-se que as variáveis que influenciam mais significativamente no teor do concentrado são o pH (Fator A), a dosagem (Fator C), a temperatura (Fator B) e a interação entre os fatores AC. Observou-se também, que os fatores A, B e C ao passarem do nível -1 para o nível +1 provocam uma diminuição no teor do concentrado, estando posicionadas do lado esquerdo do gráfico. Levando-se em consideração o objetivo de aumentar o teor, tais variáveis devem ser no nível -1. Isso confirma os resultados na Tabela 4.6, na qual observa-se que o maior teor obtido, foi proveniente do teste 1, em que todos os parâmetros foram utilizados no nível -1. Por outro lado, a interação entre as variáveis pH e dosagem de coletor, promove um aumento no teor ao passar, simultaneamente os fatores A e C do nível -1 para o nível +1.

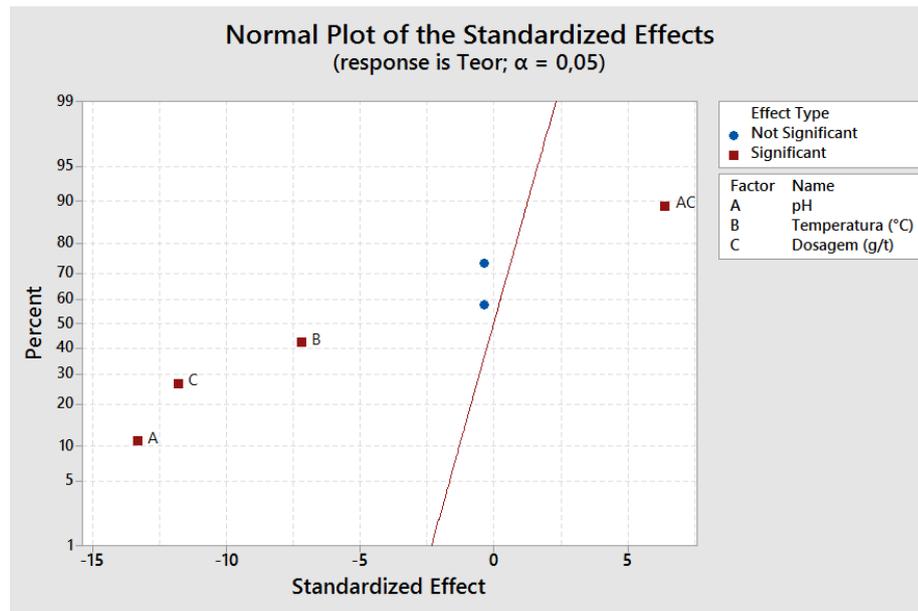


Figura 4.2 - Gráfico Normal para o teor de fósforo no concentrado.

Além disso, é possível visualizar através da Figura 4.3 a existência de interação entre as variáveis pH e dosagem de coletor. Nota-se, também a inexistência de interações entre os fatores AB e BC, uma vez que as retas representadas no gráfico são paralelas.

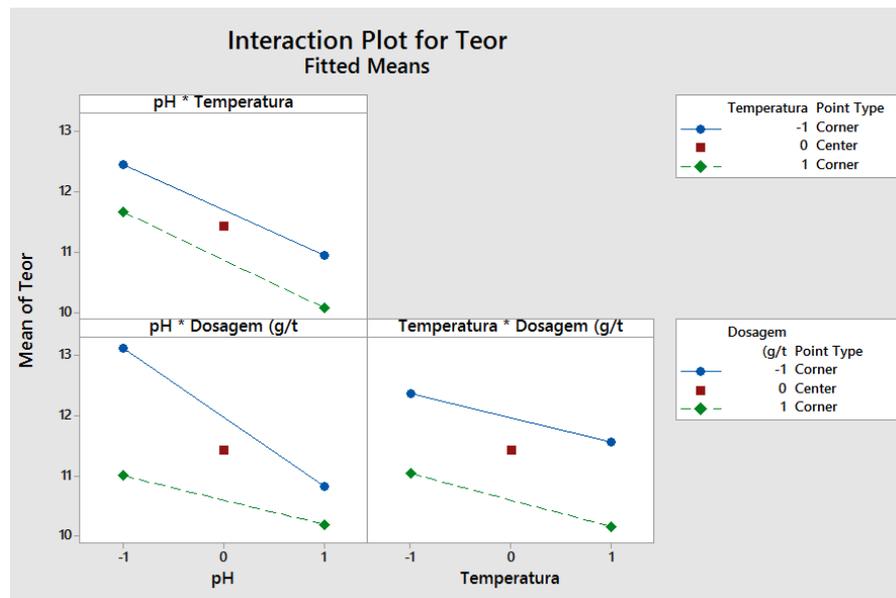


Figura 4.3 - Gráfico de Interações para o teor de fósforo no concentrado.

Realizando-se a análise do planejamento fatorial para a recuperação mássica, constatou-se através da Figura 4.4 que apenas a variável temperatura possui efeito significativo,

influenciando positivamente a recuperação mássica quando é elevada do nível -1 para o nível +1. Essa afirmação pode ser verificada na Tabela 4.6, na qual o maior valor encontrado para recuperação mássica foi obtido no teste 7, cuja temperatura foi utilizada no nível +1 (55°C), o pH de 9,5 (-1) e a dosagem de coletor igual a 350 g/t (+1).

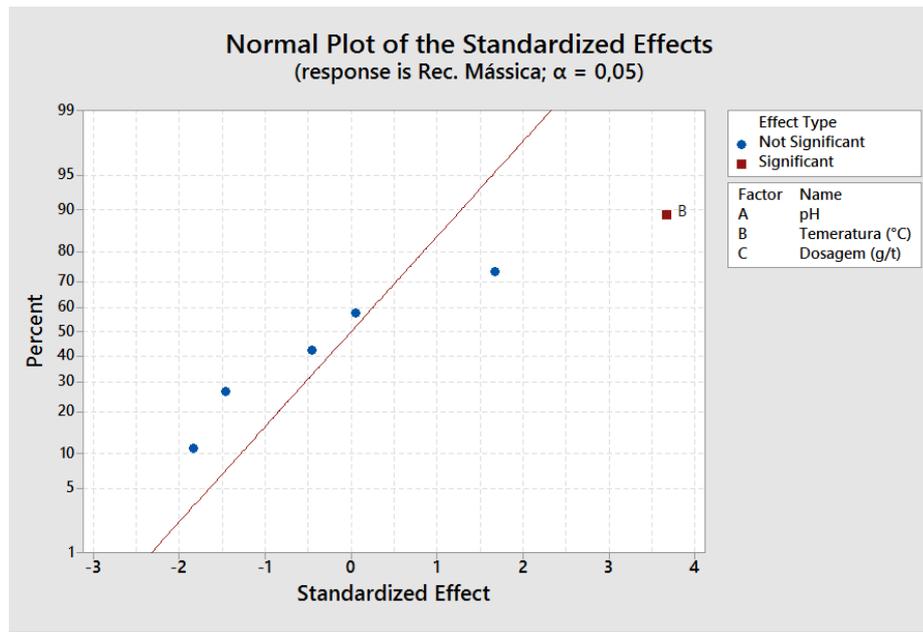


Figura 4.4 - Gráfico Normal para recuperação mássica.

Na figura 4.5 é possível observar as possíveis interações entre os fatores A, B e C, e identificar como que o efeito de um dos fatores varia de acordo com o nível do outro fator.

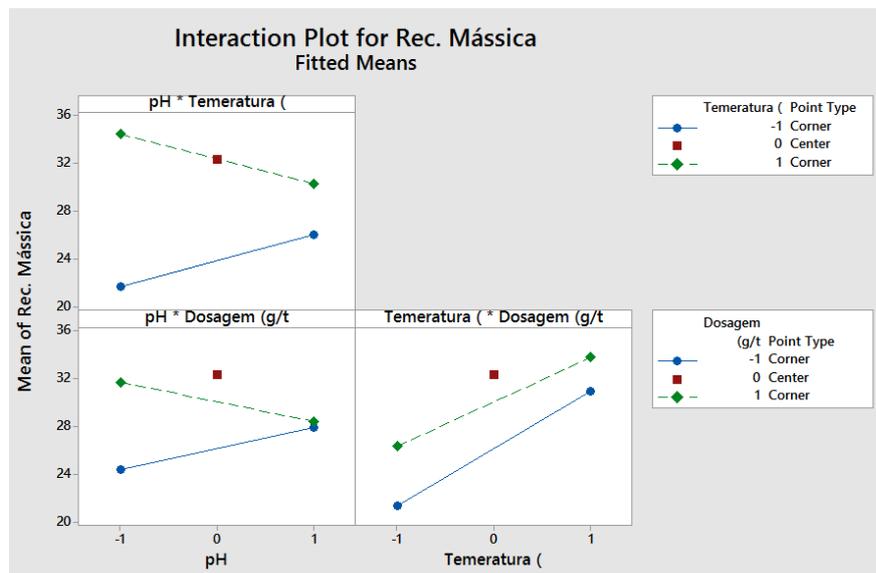


Figura 4.5 - Gráfico de Interação para recuperação mássica.

Para a recuperação metalúrgica, verificou-se que apenas o fator B (temperatura) é estatisticamente significativo, exercendo uma influência positiva na recuperação ao passar do nível -1 para o nível +1, conforme pode ser analisado na Figura 4.6. Da mesma forma que para a recuperação mássica, o maior valor de recuperação metalúrgica encontrado na Tabela 4.6 foi para o teste 7.

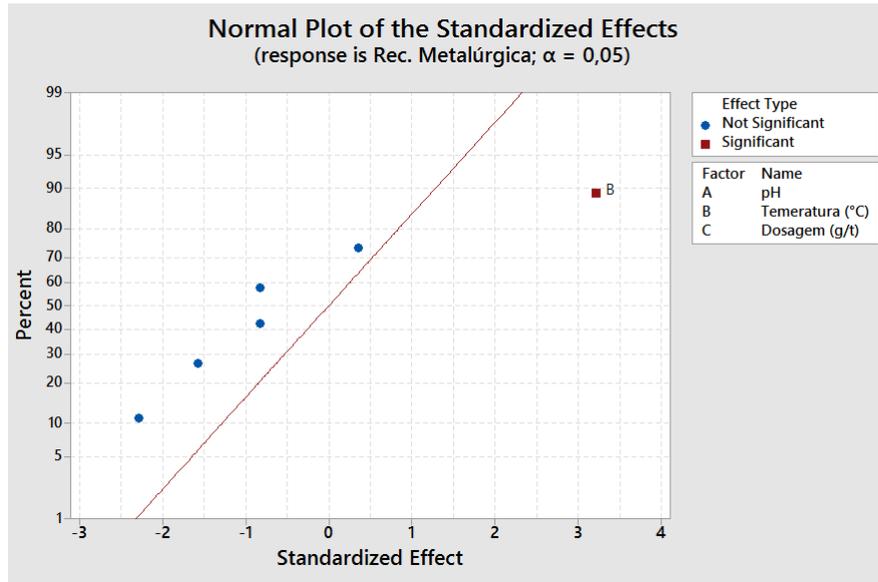


Figura 4.6 - Gráfico Normal para recuperação metalúrgica.

A Figura 4.7 apresenta o gráfico de interação das variáveis, evidenciando, novamente, que há interação entre todas as variáveis.

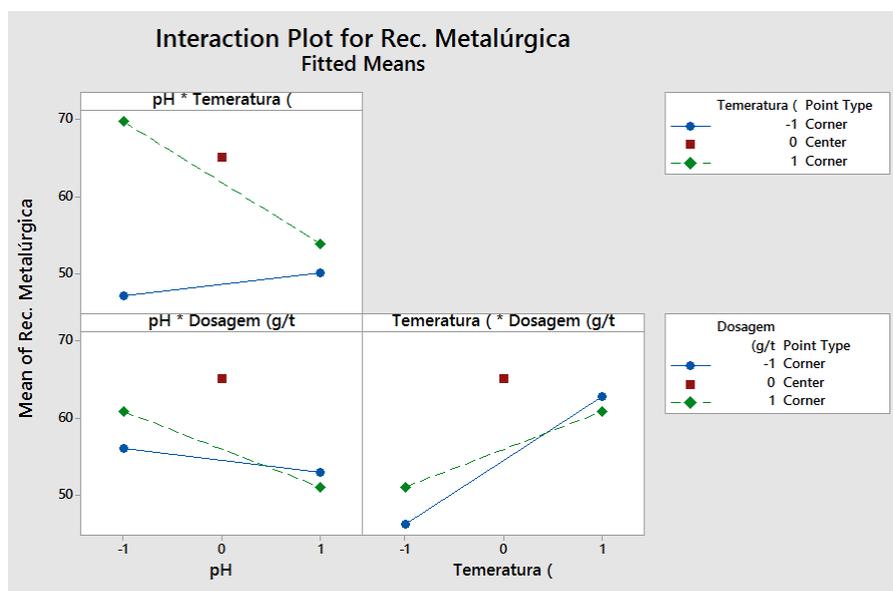


Figura 4.7 - Gráfico de Interação para recuperação metalúrgica.

Finalmente, analisando-se o gráfico de otimização para o teor, nota-se que a solução ótima proposta pelo programa, apresenta valores mínimos de pH (9,5), dosagem (150 g/t) e temperatura (25°C). Desta forma, seriam obtidos concentrados com teores de 13,505%, confirmando novamente o valor encontrado na Tabela 4.6.

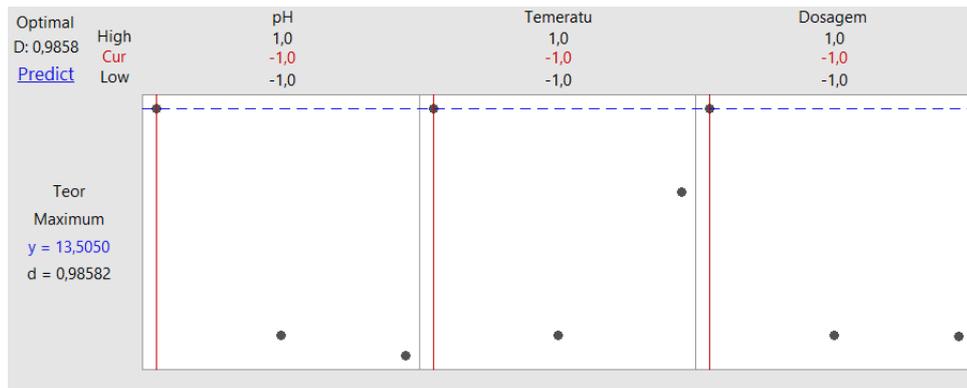


Figura 4.8 - Gráfico de Otimização para o teor de fósforo no concentrado.

No entanto, analisando-se o gráfico de otimização para as três variáveis simultaneamente (Figura 4.9) verifica-se que o programa nos apresenta como solução ótima, uma etapa de concentração adotando-se valores mínimos de pH e dosagem, e valores máximos de temperatura (55°C). Assim, seriam obtidos concentrados com teores de 12,75% e recuperações mássica e metalúrgica de 31,37% e 69,09%, respectivamente. Analisando a Tabela 4.6, esses parâmetros ótimos podem ser visualizados no teste 3, que apresenta valores próximos aos sugeridos pelo gráfico.

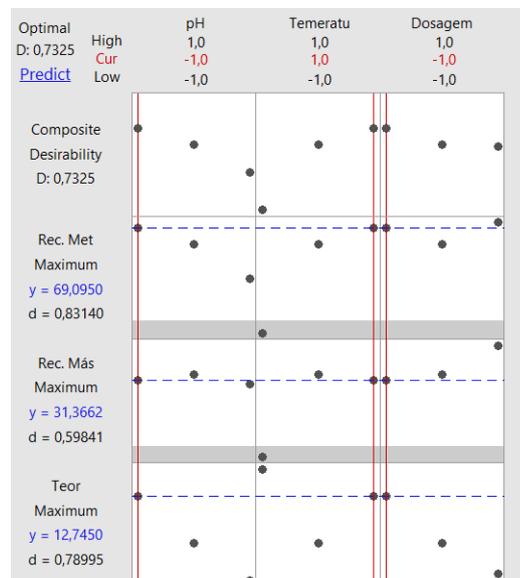


Figura 4.9: Gráfico de Otimização para as três variáveis.

4.7 Teste de Flotação em *Cleaner*

O teste de flotação *cleaner* foi realizado em célula mecânica utilizando-se como alimentação, o concentrado do teste 1 realizado na coluna de flotação, no qual obteve-se o maior teor de P_2O_5 . Os dados de teor, recuperação mássica e metalúrgica encontrados para o concentrado final, estão representados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Resultados do teste de flotação *cleaner*.

pH	Temperatura (°C)	Dosagem de coletor (g/t)	Concentrado (P_2O_5%)	Rec. mássica (%)	Rec. metalúrgica (%)
9,5	25	100	14,22	43,45	45,57

Através desse teste, verificou-se um enriquecimento de 2,5 no teor em relação à alimentação do circuito, 5,69% de P_2O_5 . No entanto, ainda apresenta valores bem abaixo do requerido, que gira em torno de 32% a 38% (LOUREIRO; MONTE; NASCIMENTO, 2005).

5 CONCLUSÃO

A partir dos testes de flotação foi possível concluir que o objetivo inicial do trabalho de promover um aumento no teor de P_2O_5 foi alcançado, obtendo-se uma razão de enriquecimento considerável de 2,5, visto que nas plantas industriais o enriquecimento é em torno de 2,7 e é obtido em várias etapas de flotação (*rougher, cleaner e recleaner*). O enriquecimento obtido nesse estudo deve-se as características da coluna de flotação caracterizada como equipamento promissor na concentração de minérios complexos.

No entanto, o aproveitamento do minério ainda não se tornou viável, já que não se obteve um concentrado que atenda a especificação do mercado, 32 a 38% de P_2O_5 .

Com relação a composição química da alimentação, foi possível constatar uma porcentagem de P_2O_5 de 5,69%, um valor muito baixo, e quantidades significativas de minerais de ganga carbonatados (MgO e CaO), como esperado para o minério sílico-carbontado.

Através da análise estatística realizada com o auxílio do software Minitab 17 observou-se que para se obter um teor ótimo, deve-se realizar a etapa de concentração utilizando-se os seguintes parâmetros: pH 9,5, dosagem de coletor de 150 g/t e temperatura ambiente (25°). O teor obtido para o teste realizado dentro destes parâmetros foi de 13,56% de P_2O_5 . Verificou-se também, que para a otimizar as três variáveis, simultaneamente, deve-se adotar valores mínimos de pH e dosagem, e valores máximos de temperatura (55°C). O teste realizado dentro desses critérios apresentou teor de 12,69% e recuperações mássica e metalúrgica de 29,52% e 65,88%, respectivamente.

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Realizar teste em escalas *cleaner* e *releaner* utilizando a coluna de flotação buscando obter um concentrado com as especificações de mercado.

Avaliar outros tipos de coletor a fim de aumentar a eficiência do processo de flotação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, L. P. *et al.* Ensaios Exploratórios em Coluna de Flotação de Bancada com Minério Fosfático ultrafino. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 14, n. 1, p. 8-15, jan./mar. 2017.

AQUINO, J. A.; OLIVEIRA, L. M. N.; FERNANDES, M. D. Flotação em coluna. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; ALMEIDA, S. C. A. **Tratamento de Minérios**. 4 ed, Rio de Janeiro: Copyright, 2004. p. 459-494.

BALTAR, C. A. M. **Flotação no Tratamento de Minério**. 1 ed, Recife: Universitária UFPE, 2008. 209 p.

BARCELOS, A. C. C. *et al.* **O efeito de depressores na microflotação da apatita**. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 25., *Meeting of the Southern Hemisphere on Mineral Technology*, 8., 2013, Goiânia, GO. Anais do XXV ENTMME & VIII MSHMT. Goiânia: Pires do Rio, 2013. v. 2. p. 267-273.

BATISTELLA, M. A. **Flotação em coluna sem a adição de água de limpeza: Fundamentos e aplicações**. 2009. 59 p. Dissertação (Mestrado, Tecnologia Mineral/Metalurgia Extrativa) – Escola de Engenharia, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, Porto Alegre, 2004.

BARROS, L. A. F. **Caracterização Tecnológica de Minério Fosfático de Salitre –Patrocínio –MG**. 2005. 446 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

BARROS, L. A. F. Flotação de minérios fosfáticos. In: CHAVES, A. P. **Flotação no Brasil**. São Paulo, 2013. p. 116-154.

CHAVES, A. P.; RODRIGUES, W. J. Máquinas de Flotação. In: CHAVES, A. P. **Flotação no Brasil**. São Paulo, 2013. p. 40-62.

CHAVES, A. P.; LEAL FILHO, L. S.; BRAGA, P. F. A. Flotação. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de Minérios**. Rio de Janeiro, 2010. p. 465-513.

COUTINHO, N. A. F. S. **Otimização do Processo de Flotação do Minério Fosfático Sílico-carbonatado de Araxá-MG**. 2016. 84 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Minas) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá, 2016.

CRUZ, J. R. et al. **Caracterização espectral do depósito de fosfato de Araxá (MG)**. In: Simpósio Brasileiro de Sensoriamento Remoto, 15., 2011, Curitiba. Anais do XV SBSR. Curitiba: MCT/INPE, 2011. p. 3530.

GOLÇALVES, T. C. **Avaliação da dosagem de coletor na flotação do minério fosfático de tapira/mg utilizando o planejamento fatorial**. 2016. 54 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Minas) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá, 2016.

GRASSO, C. B. **Geologia e Geometalurgia dos Minérios de Fosfato na Base do Manto de Intemperismo da Mina do Barreiro, Araxá**. 2015. 261 p. Tese (Doutorado, Geologia Econômica e Prospecção) – Instituto Geociências, Universidade de Brasília, Brasília, 2015.

GUIMARÃES, 1997 apud OLIVEIRA, M. S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental**. 2007. 207 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

HANNA; SOMASUNDARAN, 1976 apud OLIVEIRA, M. S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental**. 2007. 207 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

LOUREIRO, F. E. L.; MONTE, M. B. M.; NASCIMENTO, M. Fosfato. In: LUZ, Adão Benvindo da.; LINS, Fernando Antônio Freitas. **Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações**. 2 ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. p. 141-171.

OLIVEIRA, M. S. **Flotação em Coluna do Rejeito Remoído do Processo de Concentração da Apatita**. 2004. 123 p. Dissertação (Mestrado, Concentração e Desenvolvimento de Processos) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2004.

OLIVEIRA, M. S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental**. 2007. 207 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

OLIVEIRA, M.S; SOUZA, M.D. **Apostila de tratamento de minérios**. Araxá: Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – Unidade Araxá. 2008. Apostila.

OLIVEIRA, M. S.; PERES, A. E. C. Flotabilidade da apatita e minerais de ganga provenientes de minério sílico-carbonatado. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 63, n. 3, p. 551-557, jul./set. 2010.

PAIVA, P. R. P.; MONTE, M. B. M.; GASPAR, J. C. Concentração por flotação da apatita proveniente de rochas de filiação carbonatíticas. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 64, n. 1, p. 111-116, jan./mar. 2011.

PERES, A. E. D.; ARAUJO, A. C. A flotação como operação unitária no tratamento de minérios. In: CHAVES, A. P. **A flotação no Brasil**. São Paulo, 2013. p. 9-39.

QUEIROZ, G. M. **Estudo da Cinética de Flotação da Apatita em Coluna**. 2003. 81 p. Dissertação (Mestrado, Concentração e Desenvolvimento de Processos) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2003.

SAMPAIO, J. A.; SILVA, F. A. N. G. Determinação das densidades de sólidos e de polpa. In: SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A; BRAGA, P. F. A. **Tratamento de Minérios: Práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro, 2007. p. 37-51.

SANTANA, R. C. **Efeito da Altura da Coluna na Flotação de Minério Fosfático em Diferentes Granulometrias**. 2011. 169 p. Tese (Doutorado, Concentração e Desenvolvimento de Processos Químicos) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2011.

SANTOS, M. A. **Estudo da Influência de Íons Contaminantes na Flotação de Apatita em Coluna**. 2010. 149 p. Dissertação (Mestrado, Concentração e Desenvolvimento de Processos Químicos) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2010.

SANTOS, E. P.; DUTRA, A. J. B.; OLIVEIRA, J. F. **Utilização do óleo de jojoba como coletor alternativo na flotação seletiva entre a apatita e calcita de Itataia**. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 15; *Meeting of the Southern Hemisphere on Mineral Technology*, 8., 2013, Goiânia. Anais do XXV ENTMME & VIII MSHMT. Goiânia: Pires do Rio, 2013. v. 2. p. 331-338.

SOUZA, A. E.; FONSECA, D. S. Fosfato. In: NERY, Miguel Antônio Cedraz. **Sumário Mineral 2009**. v. 29, 2009. Disponível em: <https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=4003>. Acesso em 01 abr. 2016.

TAKATA, L. A.; VALLE, T. Flotação em coluna. In: CHAVES, A. P. **A flotação no Brasil**. São Paulo, 2013. p. 65-102.

TOLEDO, M. C. M.; PEREIRA, V. P. A variabilidade de composição da apatita associada a carbonatitos. **Revista do Instituto Geológico**, São Paulo, v. 22, n. 1-2, p. 27-64, 2001.

VALENTE NETO, F. C. **Apostila de mineralogia e petrografia**. Araxá: Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – Unidade Araxá. 2008. Apostila.

VIEIRA, A. M. Efeito da Granulometria na Flotação de Quartzo. 2005. 156 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

APÊNDICE A – Réplicas de teor de P₂O₅ para os concentrados dos testes em coluna

Teste	Teor P₂O₅ (%)
1	13,93
1	13,19
2	11,16
2	11,22
3	12,60
3	12,77
4	10,34
4	10,59
5	11,39
5	11,34
6	10,87
6	10,55
7	10,47
7	10,81
8	9,77
8	9,59
9	11,58
9	11,57
10	11,69
10	11,50
11	11,30
11	11,31
12	11,39
12	11,17