



**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE MINAS E CONSTRUÇÃO CIVIL
CURSO DE ENGENHARIA DE MINAS**

LAYANE LÓREM PIMENTA

**METODOLOGIA ALTERNATIVA DE OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS
OPERACIONAIS EM TESTES DE SEDIMENTAÇÃO PARA REJEITO
FOSFÁTICO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

ARAXÁ
2015

LAYANE LÓREM PIMENTA

**METODOLOGIA ALTERNATIVA DE OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS
OPERACIONAIS EM TESTES DE SEDIMENTAÇÃO PARA REJEITO
FOSFÁTICO**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Centro Federal de
Educação Tecnológica de Minas Gerais /
Campus IV – Araxá, como requisito
parcial para obtenção do título de
Engenheiro de Minas.

Orientador: Prof. Me. Leandro Henrique
Santos

ARAXÁ
2015

LAYANE LÓREM PIMENTA

**METODOLOGIA ALTERNATIVA DE OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS
OPERACIONAIS EM TESTES DE SEDIMENTAÇÃO PARA REJEITO
FOSFÁTICO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais / Campus IV – Araxá, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro de Minas.

Data de aprovação: 11 / 08 / 15

Banca Examinadora:

Leandro Henrique Santos

Me. Leandro Henrique dos Santos - Presidente da Banca Examinadora
Professor – CEFET-MG – Orientador

Michel Melo Oliveira

Me. Michel Melo Oliveira
Professor – CEFET-MG

Maria Auxiliadora Mendes Aguiar

Ma. Maria Auxiliadora Mendes Aguiar
Professora – CEFET-MG

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar meus sinceros agradecimentos ao meu professor orientador Leandro Henrique Santos e, à querida professora Michelly Oliveira dos Santos, pois sem as orientações recebidas esta tarefa jamais se completaria.

A Deus que me concedeu a vida.

Aos meus pais, pelo apoio incondicional, pois sem vocês eu jamais teria chegado até aqui. Obrigada por acreditarem em mim durante toda a minha vida.

Ao meu irmão, que mesmo com toda implicância, me fez querer ser seu exemplo a ser seguido.

Ao meu namorado Artur pelo seu apoio, dedicação e paciência em todos os momentos.

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

RESUMO

Testes de sedimentação em bancada a partir de rejeito fosfático foram investigados neste trabalho. O principal objetivo consistiu na busca de uma metodologia alternativa para otimização de parâmetros operacionais em ensaios de sedimentação em batelada. Os testes foram realizados de maneira a confrontar os resultados obtidos com a metodologia clássica utilizada na execução dos mesmos, em escala de bancada, onde analisa-se primeiramente a variável porcentagem de sólidos, em seguida o pH do meio e, por último a dosagem de reagente, visando obter uma metodologia alternativa para a prática laboratorial. As variáveis analisadas foram porcentagem de sólidos da polpa (entre 5 e 20%), dosagem de floculante (entre 0 e 100 g/t) e pH do meio (entre 12,00 e 13,00), respectivamente. A partir dos resultados atingidos, as melhores condições foram obtidas para porcentagem de sólidos igual a 10%, dosagem de floculante igual a 25 g/t e pH do meio como sendo 12,50. Diante disto, pode-se perceber que as variáveis porcentagem de sólidos e pH do meio apresentaram resultados iguais em ambas metodologias, porém, a dosagem contradiz com a metodologia clássica (50 g/t). Através dos testes concluiu-se que a dosagem usada em tal metodologia apresenta um tempo de sedimentação maior, em relação à nova dosagem, e formação de flocos maiores, os quais agregam maiores quantidades de água, provocando maior perturbação do meio.

Palavras chaves: Sedimentação. Espessamento. Floculantes. Rejeito fosfático.

ABSTRACT

Sedimentation test bench from waste phosphatic were investigated in this work. The main objective consisted in finding an alternative methodology for optimization of operating parameters on sedimentation test batch. The tests were performed in order to compare the results obtained with the classic methods used in carrying them on bench scale, in which first examines whether the variable-percent solids, then the pH of the medium, and the last dosing reagent, to obtain an alternative methodology for laboratory practice. The variables analyzed were the percentage of pulp solids (between 5 and 20%), flocculant dosage (between 0 and 100 g / t) pH of the medium (between 12,00 and 13,00), respectively. From the results attained, the best conditions are obtained for the percentage of solids equal to 10%, flocculant dosage equal to 25 g / t pH of the medium to be 12.50. Given this, one can see that the variables percentage of solids and pH of the medium showed the same results in both methods, however, the dosage contradicts the classical methodology (50 g / t). Through testing it was concluded that the dosage used in this method has a higher settling time, compared to the assay, and the formation of larger flakes, which add greater amounts of water causing greater disturbance of the environment.

Keywords: Sedimentation. Thickening. Flocculants. Talling phosphatic.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 - Espessador do tipo convencional.....	20
Figura 3.2 - Representação esquemática de um espessador de Lamelas.....	22
Figura 3.3 - Provetas 1000 mL.....	24
Figura 3.4 - Representação das regiões no decorrer da execução dos testes de sedimentação.....	25
Figura 3.5 - Curva de Sedimentação.....	26
Figura 4.1 - Peneiras circulares Granutest.....	32
Figura 4.2 - Material em decantação na etapa de deslamagem.....	33
Figura 4.3 - Balança semi- analítica usada nos testes.....	34
Figura 4.4 - Teste de picnometria. a) picnômetro vazio; b) picnômetro + minério; c) picnômetro + minério + água; d) picnômetro + água.....	34
Figura 4.5 - Célula de Flotação.....	35
Figura 4.6 - A) Floculante Flotacor FL 7226; B) Preparação do floculante.....	36
Figura 4.7 - pHmetro.....	36
Figura 4.8 - Provetas utilizadas nos testes de sedimentação.....	37
Figura 5.1 - Resultados dos testes de sedimentação variando porcentagem de sólidos.....	42
Figura 5.2 - Resultado dos testes variando dosagem de reagente.....	44
Figura 5.3 - Aspecto da polpa na ausência de formação de flocos.....	45
Figura 5.4 - A) Clarificação da água no teste 25 g/t; B) Formação dos flocos.....	45
Figura 5.5 - A) Formação de flocos no testes com 75 g/t; B) Formação de flocos no testes com 100 g/t.....	46
Figura 5.6 - A) Formação de flocos em testes de pH igual a 12; B) Clarificação da água em testes de sedimentação de minério fosfático em pH igual a 12.....	48
Figura 5.7 - A) Formação de flocos pH igual a 12,5; B) Clarificação da água a partir de 3 minutos; C) Testes de sedimentação variando pH finalizados.....	49
Figura AI.1 - Picnômetros de 50 ml.....	56
Figura AII.1 - A) Amido de milho; B) Hidrocol.....	59
Figura AII.2 - A) Concentrado; B) Rejeito gerados na flotação.....	60
Figura AIII.1 - Floculante Final.....	61

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 3.1 - Representação de um gráfico pelo método de Robert.	27
Gráfico 5.1 - Curva granulométrica	41
Gráfico 5.2 - Curvas de sedimentação de minério fosfático variando porcentagem de sólidos.....	42
Gráfico 5.3 - Curvas de sedimentação de minério fosfático variando dosagem de reagente	44
Gráfico 5. 4 - Curvas de sedimentação de minério fosfático variando pH.....	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Resultados da análise granulométrica	40
Tabela 5.2 - Resultados Método de Robert.....	43
Tabela 5.3 - Resultados Método de Robert.....	47
Tabela 5.4 - Resultados Método de Robert.....	49
Tabela All.1 - Parâmetros operacionais adotados para execução da flotação.	59
Tabela AIV.1 - Tabela para análise de tempo em testes de sedimentação	62

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	OBJETIVOS	13
2.1	Objetivo geral	13
2.2	Objetivos específicos.....	13
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
3.1	Minério Fosfático	14
3.2	Complexo de Mineração de Tapira (CMT).....	15
3.3	Sedimentação.....	16
3.3.1	Espessadores	17
3.3.2	Tipos de espessadores	19
3.3.3	Dimensionamento de espessadores.....	22
3.3.4	Testes de sedimentação.....	23
3.3.4.1	Método de Robert (Ponto crítico).....	26
3.3.5	Floculantes.....	27
3.3.6	pH do meio.....	28
3.4	Espessamento de rejeito	29
4	METODOLOGIA	31
4.1	Materiais	31
4.2	Métodos.....	31
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
5.1	Ensaio de Picnometria.....	40
5.2	Análise Granulométrica	40
5.3	Testes de sedimentação.....	41
6	CONCLUSÃO	51
	REFERÊNCIAS.....	53

1 INTRODUÇÃO

O Tratamento ou Beneficiamento de Minérios consiste em um conjunto de operações que buscam modificar a granulometria, a concentração relativa e/ou a forma dos minerais, sem que haja a modificação das identidades química e física destes. Neste contexto, segundo LUZ (1998), a operação de espessamento se apresenta como a etapa responsável pela separação de uma polpa diluída, através de sedimentação gravitacional, objetivando a obtenção de um produto com concentração elevada de sólidos (*underflow*), além de outra fração apresentando líquido com baixo teor ou, idealmente, isento de sólidos (*overflow*).

Os equipamentos utilizados industrialmente na técnica de espessamento são denominados de espessadores. Normalmente, estes equipamentos operam em regime contínuo. Em linhas gerais, os espessadores são constituídos por um tanque, um dispositivo de alimentação da polpa com mínima turbulência e um mecanismo de varredura. Além disso, para aumentar a eficiência do espessamento (velocidade da decantação), são utilizados aditivos denominados de agentes flocculantes, cuja principal função é favorecer a aglomeração das partículas em suspensão, formando flocos que decantem com maior velocidade (LUZ *et al.*, 2010).

A operação de espessamento apresenta algumas finalidades. Dentre estas, podem ser destacadas (LUZ *et al.*, 2010):

- Obtenção de polpas com porcentagens de sólidos adequadas a uma determinada operação subsequente;
- Espessamento de rejeitos com porcentagem de sólidos elevada, visando transporte e descarte mais eficazes;
- Recuperação de água para reciclo industrial;
- Recuperação de sólidos ou solução de operações de lixiviação, utilizados em processos hidrometalúrgicos.

Uma técnica muito utilizada no dimensionamento de espessadores, na prática industrial, corresponde aos testes de sedimentação em bancada. As variáveis

operacionais envolvidas nestes testes são vitais para se alcançar a eficiência na operação dos espessadores. Até então, não se padronizou nenhuma metodologia para otimização de parâmetros operacionais em ensaios de sedimentação, em escala de bancada. Sendo assim, um estudo aprofundado sobre tais variáveis, além do efeito sinérgico entre elas é de extrema necessidade.

Diante de tal cenário, a determinação da sequência ótima para a definição dos parâmetros operacionais que maximizem a eficiência dos testes de sedimentação, considerando as variáveis porcentagem de sólidos, dosagem de flocculantes e pH da polpa de minério, apresenta expressiva importância na metodologia desenvolvida.

Acredita-se ser um estudo de extrema importância, pois, a partir dos testes de sedimentação realizados, podem ser evitados possíveis erros durante a execução de testes similares futuros, aumentando a eficiência da operação e gerando economia de insumos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar o efeito da variação dos parâmetros operacionais em testes de sedimentação de polpa de rejeito proveniente da concentração de minério fosfático, proveniente da Vale Fertilizantes S/A, visando confrontar a metodologia clássica de execução de testes de sedimentação em batelada, em escala de bancada, com a metodologia alternativa.

2.2 Objetivos específicos

- 2.2.1 Avaliar a influência da variável porcentagem de sólidos nos testes de sedimentação de polpa de rejeito fosfático;
- 2.2.2 Avaliar a influência da variável dosagem de floculante nos testes de sedimentação de polpa de rejeito fosfático;
- 2.2.3 Avaliar a influência da variável pH da polpa mineral nos testes de sedimentação de polpa de rejeito fosfático;
- 2.2.4 Confrontar os resultados obtidos com a metodologia clássica de execução de testes de sedimentação em batelada, em escala de bancada, visando obter uma metodologia alternativa para a prática laboratorial.
- 2.2.5 Verificar a viabilidade de sedimentação de rejeito fosfático na usina de beneficiamento.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Minério Fosfático

O fósforo é considerado o primeiro elemento com registro histórico. O crédito da descoberta deste elemento foi dado ao químico alemão Henning Brand, em 1669, quando este extraiu fósforo elementar a partir de resíduos de urina humana evaporada. Apesar disso, acredita-se que, já no século XII, os alquimistas árabes tenham obtido este elemento pelo mesmo processo. O nome fósforo apresenta origem grega (*phós*, "luz", e *phóros*, "transportador"), tendo como significado "possui brilho" devido ao fato de brilhar no escuro quando exposto ao ar (OLIVEIRA, 2007).

O fósforo, juntamente com o nitrogênio e o potássio, apresenta a fabricação de fertilizantes como sua utilização principal. Estes produtos são indispensáveis para a melhoria da produtividade agrícola de um país, a qual é imprescindível na produção de alimentos para a sociedade (CHULA, 2004).

O setor de fertilizantes brasileiro tem se desenvolvido nos últimos tempos. Este crescimento vem impulsionando a demanda por matérias-primas básicas, dentre elas o concentrado fosfático. No entanto, a produção nacional de concentrado não é suficiente para suprir o consumo interno (OLIVEIRA, 2007).

Em função do aumento da demanda de seus produtos (e.g. concentrado de rocha, ácido fosfórico e produtos intermediários), as empresas têm investido em tecnologia, conseguindo bons resultados com o aumento da recuperação, redução de custos e melhor/maior qualidade dos produtos. O Brasil atualmente é capaz de fornecer cerca de 87% de sua demanda interna de produtos fosfatados, reduzindo as importações que predominavam há vários anos (CHULA, 2004).

Os principais depósitos de rochas fosfáticas presentes no Brasil apresentam origem magmática associada a complexos carbonatíticos com baixos teores de P_2O_5 (entre 5 e 15%), apresentando ampla complexidade mineralógica. Estes depósitos encontram-se principalmente nos complexos localizados na região de Minas Gerais,

nos municípios de Araxá e Tapira, os quais apresentam teores médios de 12% de P_2O_5 , aproximadamente. Além destes, existem depósitos em São Paulo (Jacupiranga) e Goiás (Catalão), os quais, no ano de 2012, juntamente com estado de Minas Gerais, foram responsáveis por aproximadamente 94% da oferta nacional de concentrado de rocha. Vale ressaltar que o estado de Minas Gerais participou com mais de 50% desta produção (CHULA, 2004; OLIVEIRA, 2007).

3.2 Complexo de Mineração de Tapira (CMT)

O CMT (Complexo de Mineração de Tapira) está localizado à aproximadamente 35 km da cidade de Araxá, situado no município de Tapira, no estado de Minas Gerais. Neste complexo, a área para realização das atividades compreende aproximadamente 78 milhões de metros quadrados, sendo reconhecido como um dos maiores complexos de mineração da América Latina, com reservas medidas de minério fosfático da ordem de 265 milhões de toneladas (ARAUJO *et al.*, 2002).

O método de extração do minério fosfático amplamente utilizado corresponde à lavra a céu aberto, com bancadas de 13 metros de altura. Além desta, as atividades desenvolvidas englobam beneficiamento de minérios, instalações de suporte e operações de mineroduto, o qual transporta toda produção até o Complexo Industrial de Uberaba (CIU), onde o concentrado é empregado na produção de fertilizantes (ARAUJO *et al.*, 2002).

Segundo HASUI e CORDANI (1968), citado por ARAUJO *et al.* (2002), existem dois grupos distintos de minérios fosfáticos no depósito do CMT (Complexo de Mineração de Tapira), devido aos fenômenos geológicos. O primeiro grupo corresponde ao minério dito friável, onde os contaminantes (ganga) são os minerais silicatados, representando percentual superior a 70% da reserva. Já o segundo, minério granulado, está associado à ganga do tipo carbonatada.

As rochas que predominam no complexo de Tapira correspondem às representantes do tipo ultrabásicas, onde ocorre o predomínio em torno de 80% de

piroxenito. As jazidas existentes são residuais e encontram-se localizadas no manto de intemperismo. Nas jazidas de fosfato e nióbio, predominam os minerais apatita e pirocloro, respectivamente. Entretanto, nas jazidas de titânio, a espécie mineral predominante corresponde ao anatásio, proveniente da perovskita (ARAUJO *et al.*, 2002).

Como toda empresa responsável, os complexos industriais e minerais são equipados com dispositivos especiais de forma a garantir segurança e respeito ao meio ambiente (ARAUJO *et al.*, 2002).

3.3 Sedimentação

O Tratamento de Minérios pode ser definido como a junção de um conjunto de operações que objetivam modificar a granulometria, a concentração, a forma dos minerais, sem provocar alteração física ou química dos mesmos. Dentre estas operações, pode ser destacada a etapa de separação sólido-líquido. Esta etapa consiste basicamente na separação entre sólido suspenso em meio líquido, pela ação da gravidade. Várias técnicas podem ser aplicadas em tal separação. Dentre estas, podem ser destacadas as operações de espessamento, filtração, ciclonação, peneiramento, secagem e flotação. A escolha da técnica a ser aplicada industrialmente dependerá das características do material a ser utilizado, além de fatores econômicos e técnicos que devem ser analisados. Vale ressaltar que a separação sólido-líquido corresponde a uma etapa de vital importância na rota industrial de beneficiamento mineral. Entretanto, devido ao seu elevado consumo energético, muitas vezes esta etapa sofre críticas excessivas no âmbito industrial (LUZ *et al.*, 2010).

Dando ênfase à operação de espessamento, a mesma consiste na sedimentação das partículas suspensas em meio aquoso através da ação da gravidade. Como resultado, são obtidos dois produtos distintos, sendo estes uma fase mais densa, apresentando alta porcentagem de sólidos (*underflow*) e uma fase líquida clarificada (*overflow*). Segundo CHAVES (2013), o espessamento visa a recuperação/recirculação parcial ou total da água, além da preparação de polpas

com adequadas porcentagens de sólidos a etapas subsequentes, como filtragem, condicionamento, bombeamento, etc.

Os principais fatores que podem prejudicar o desenvolvimento desta técnica, tornando-a complexa e não adequada para tal execução, são (SOUSA, 2012):

- Tamanho das partículas: partículas que possuem maiores diâmetros se sedimentam com mais facilidade e rapidez do que as partículas de diâmetros menores, pois as partículas mais finas tendem a ficar em suspensão na polpa;
- Forma das partículas: este fator influencia na velocidade de sedimentação. Partículas irregulares se sedimentam com mais dificuldades quando comparadas às partículas esféricas;
- Características de superfície do sólido: influenciam de forma direta na escolha do reagente a ser utilizado na técnica de espessamento devido ao estado de melhor dispersão/agregação da polpa;
- Porcentagem de sólidos na polpa: afeta as características do floco formado;
- Viscosidade do líquido: este fator está diretamente relacionado à temperatura. Quanto maior a temperatura (dentro dos limites permitidos a realização da operação), menores serão os valores de viscosidade e melhores resultados de separação serão visíveis.

3.3.1 Espessadores

Os equipamentos empregados na execução da técnica de espessamento são denominados espessadores. Estes equipamentos consistem em tanques de concreto armado ou aço, apresentando operação simplificada, além de possuir custo de operação relativamente baixo. Entretanto, estes equipamentos geralmente são construídos em escala de grande porte, apresentando expressivas dimensões, sendo normalmente instalados na parte externa da usina. Tal peculiaridade torna o custo de implantação relativamente alto. Geralmente possuem um sistema de alimentação, além de um sistema de varredura. Este último geralmente é constituído por um sistema de pás ou raspadores (*rakes*), tendo como finalidade o carreamento

do material sólido sedimentado até o ponto onde será retirado, ou seja, a parte central da base do equipamento (CHAVES, 2013).

Os espessadores são empregados com a finalidade de aumentar a densidade do espessado, além de organizar as partículas sólidas uma sobre as outras de modo a ocupar menor volume possível (SOUSA, 2012).

Os espessadores não podem ser utilizados para fins de estoque de materiais, pois podem acarretar o surgimento de problemas operacionais e ocasionar perda de tempo, materiais e produção, devido à necessidade de parada para realização de limpeza imediata (CHAVES, 2013).

MCKETTA (1993), citado por SOUSA (2012), ressaltou que a velocidade de rotação do sistema de varredura deverá ser bem calculada. Isso porque, caso seja empregada uma velocidade abaixo do valor recomendado, acarretará sedimentação excessiva de material, dificultando os movimentos e a retirada do sólido sedimentado. No caso do emprego de velocidade acima do indicado, tal cenário poderá provocar turbulências e descompactação da polpa no *underflow*. Com isso, a velocidade ideal de rotação do sistema de varredura será aquela em que o espessado seja retirado pelo fundo do equipamento, enquanto a água seja recolhida através da abertura de canais da polpa floculada, sendo direcionada para o *underflow*.

Segundo CHAVES (2004), citado por SOUSA (2012), a eficiência de um espessador pode ser avaliada através da quantidade de sólidos direcionada para o *overflow* e o *underflow*.

Segundo FRANÇA e MASSARANI (2004), a utilização dos espessadores no setor industrial pode ser considerada relativamente ampla. Geralmente, estes equipamentos operam em regime contínuo e, para aumentar a eficiência da operação, são adicionados reagentes específicos. Estes reagentes fazem com que a velocidade de decantação seja potencializada, através da aglomeração das partículas que estão em suspensão no meio. Como resultado, pode ser observada a formação de flocos maiores, que se sedimentam mais rapidamente.

Durante a operação de espessamento, as partículas sedimentam através de três regimes distintos. O primeiro é denominado clarificação, sendo caracterizado pelo cenário onde as partículas se encontram distantes umas das outras (e.g. polpa mineral com baixa porcentagem de sólidos), podendo sedimentar sem ação de interferências entre elas (CHAVES, 2013).

O segundo regime corresponde à sedimentação por fase, caracterizando um cenário onde as partículas se encontram próximas entre si. Este regime predomina através do aumento na porcentagem de sólidos da polpa, fazendo com que cada partícula entre em contato com as partículas que estão ao seu redor. Assim, estas partículas afundam em conjunto, provocando aprisionamento das mesmas, fazendo com que todas desçam com velocidade igual. Nesta fase é possível perceber uma interface nítida entre o líquido e a fase que está sendo sedimentada. O terceiro regime corresponde ao regime de compressão, no qual as partículas só conseguem sedimentar através do peso que existe, sobre as mesmas, atribuído às camadas de partículas que se encontram acima destas (CHAVES, 2013).

O estudo e desenvolvimento da operação de espessamento apresenta vital importância, pois, além de abranger a seleção de reagentes químicos (floculantes e coagulantes), envolvem testes de sedimentação de bancada para dimensionamento de espessadores. Os resultados obtidos nestes testes de sedimentação em bancada são empregados no dimensionamento de espessadores através da determinação a área, profundidade e a forma do tanque do equipamento. (OLIVEIRA *et al.*, 2004).

3.3.2 Tipos de espessadores

Os tipos de espessadores variam em função da granulometria e forma com que o equipamento se encontra alinhado. Estes equipamentos podem ser classificados como convencionais, alta capacidade, lamelas e cones de sedimentação (FRANÇA e MASSARANI, 2004).

Os espessadores convencionais são constituídos por um tanque, um dispositivo de alimentação da polpa e um mecanismo de varredura. Durante a

operação, o espessador recebe alimentação em forma de polpa. Sob a influência da gravidade são gerados dois produtos, sendo estes, um transbordado, dito *overflow*, normalmente composto por água clarificada. Além deste, a operação resulta em um material espessado, dito *underflow*, correspondendo ao produto com maior porcentagem de sólidos (LUZ e TORQUATO, 2011). A Figura 3.1 apresenta a estrutura esquemática de um espessador do tipo convencional.

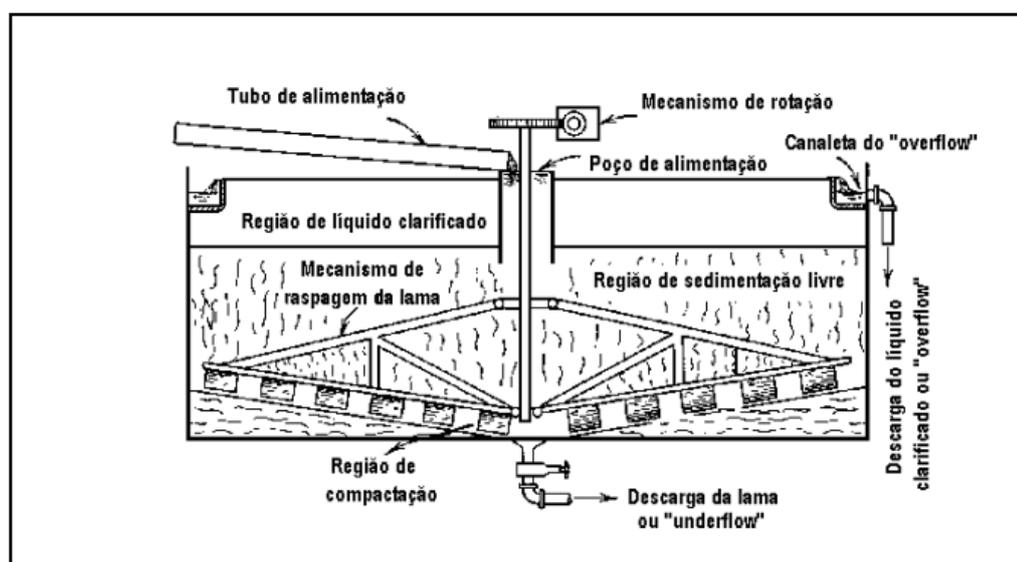


Figura 3.1 - Espessador do tipo convencional
Fonte: FRANÇA e MASSARANI, 2002

Segundo OLIVEIRA *et al.* (2004), pode-se dizer sobre o equipamento que ele apresenta como desvantagem a necessidade de áreas grandes de piso para instalação e operação. Porém, a qualidade dos produtos (*overflow* e *underflow*) está relacionada com a área do equipamento, além da sua altura.

Considerando espessadores convencionais operando em circuito contínuos, o funcionamento acontecerá de forma adequada quando não ocorrer o processo de arraste das partículas, ou seja, quando a velocidade de sedimentação do sólido for maior em relação à velocidade ascendente de líquido clarificado. Assim, resulta-se em uma corrente de líquido clarificado isento de partículas (FRANÇA e MASSARANI, 2004).

Os espessadores de alta capacidade, em relação aos espessadores convencionais, apresentam uma maior produtividade e uma menor área unitária. Segundo CHAVES (2004), citado por SOUSA (2012):

Os espessadores convencionais ocupam uma área unitária de aproximadamente 5 a 10 pés quadrados por tonelada por dia, enquanto para um espessador de alta capacidade, a área unitária corresponde a, aproximadamente, 0,3 a 0,6 pés quadrados por tonelada por dia.

Outra vantagem deste tipo de equipamento consiste no aumento da área específica de espessamento sem necessitar de aumento no diâmetro do espessador (FRANÇA e MASSARANI, 2004).

Os espessadores de lamelas possuem área unitária reduzida, sendo considerados espessadores de alta capacidade. Durante sua operação, torna-se necessária a utilização de reagentes floculantes. Este equipamento possui placas inclinadas, dispostas lado a lado, formando canais. Os espessadores de lamela possuem capacidade de sedimentação relativamente maior, em relação ao espessador convencional, devido ao fato da área efetiva ser a soma das áreas projetadas de cada lamela. Outra vantagem que vale ressaltar está relacionada ao tempo de sedimentação, diretamente relacionada à altura da queda vertical. Sendo assim, este parâmetro pode ser reduzido diminuindo os espaços entre as lamelas (SOUSA, 2012). A Figura 3.2 apresenta a representação esquemática de um espessador de lamela.

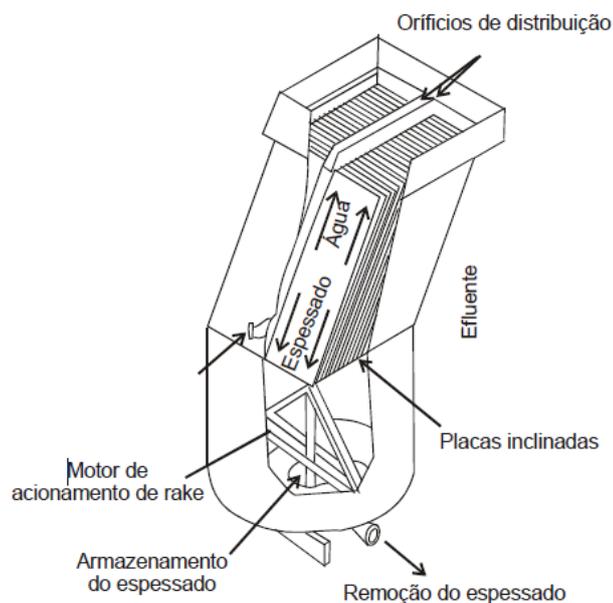


Figura 3.2 - Representação esquemática de um espessador de Lamelas
Fonte: Oliveira *et al.*, 2004.

Os cones de sedimentação apresentam aplicação restrita no contexto da industrial mineral. A definição do ângulo do apêx pode ser realizada de acordo com o propósito do corte, sendo apêx igual a 60° para materiais de granulometria grosseira e ângulo de 40° para materiais considerados finos, conforme a escoabilidade do *underflow* (CHAVES, 2013).

3.3.3 Dimensionamento de espessadores

Os espessadores devem ser dimensionados de tal maneira que atendam à demanda da usina, forneça o *underflow* com a porcentagem de sólidos adequada e, *overflow* clarificado (CHAVES, 2013).

Existem vários métodos que podem ser empregados no dimensionamento de espessadores. Entre eles podem ser citados três métodos, sendo estes Coe e Clevenger, Kynch (Talmage/Fitch) e Oltman (CHAVES, 2013).

O método proposto por Cloe e Clevenger consiste na execução de vários testes de sedimentação em bancada variando a diluição inicial. Para cada teste pode ser calculada a velocidade de sedimentação e a razão de espessamento. Segundo o método, a razão do espessamento apresenta relação somente com

velocidade de sedimentação na zona de sedimentação livre, ou seja, a velocidade de sedimentação será igual em ensaios contínuos e descontínuos (CHAVES, 2013).

O método proposto por Kynch, também conhecido como Talmage e Fitch, corresponde a um método baseado na realização de apenas um teste de sedimentação com porcentagem de sólido adequada de acordo com as especificações desejadas. A partir deste teste único podem ser definidos parâmetros como altura inicial e final, tempo final e ponto crítico da curva (CHAVES, 2013).

O terceiro método foi desenvolvido por Oltman. Este método visa à determinação do ponto inicial de compressão e o tempo do mesmo, com elevado grau de precisão e confiabilidade. Assim, pode ser estimada a porcentagem de sólidos presentes no *underflow* e o tempo necessário para atingir a etapa de compressão. Difere-se dos outros devido à presença de um *rake*, ou seja, uma peça disposta horizontalmente que gira uma rotação por hora, apresentando baixa velocidade. Durante o teste ocorrem registros da altura da interface durante 12 horas, com intervalos variando 25 minutos entre si. Após 24 horas, o valor correspondente à altura final pode ser coletada (CHAVES, 2013).

3.3.4 Testes de sedimentação

Os testes de sedimentação são realizados em provetas de 1000/2000 mililitros, nas quais é acrescentada uma amostra que represente a polpa a ser espessada (Figura 3.3). Com auxílio de um agitador, as partículas sólidas da polpa são colocadas em suspensão, podendo ser acrescentado ou não um aditivo para favorecer a floculação. Estes aditivos são denominados floculantes, sendo que a quantidade a ser adicionada à polpa mineral varia de acordo com a dosagem empregada para realização dos testes. Após a adição do floculante, a polpa deverá ser agitada novamente e, em seguida, inicia-se a contagem do tempo. A partir de então, passa a ser observada a variação da altura da interface entre o líquido clarificado e a suspensão.



Figura 3.3 - Provetas 1000 ml

Em relação à porcentagem de sólidos, existe influência direta na velocidade de sedimentação e na área do espessamento. Ou seja, quanto maior a porcentagem de sólidos da polpa, maior será a competição entre as partículas para sedimentarem e maior deverá ser a área a fim de minimizar tal efeito (REIS, 2010).

Segundo FRANÇA e MASSARANI (2004), no decorrer do teste são observadas três regiões. A primeira corresponde ao líquido clarificado, isento de partículas sólidas. A segunda região está relacionada à sedimentação livre das partículas, ou seja, quando as partículas não sofrem interferência entre si durante a sedimentação. A última região corresponde à compactação, ou seja, pode ser observada interação das partículas entre si, sendo perceptível a desaceleração das mesmas. Como resultado, ocorre a variação da porcentagem de sólidos. Através da análise da Figura 3.4, é possível observar a variação e formação destas regiões no decorrer da execução dos testes.

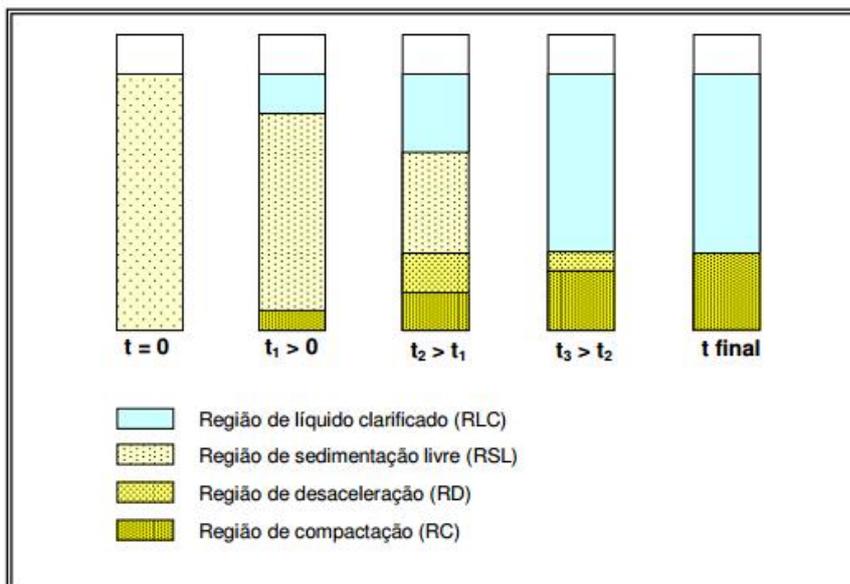


Figura 3.4 - Representação das regiões no decorrer da execução dos testes de sedimentação.
Fonte: REIS, 2010.

Como pode ser observado na Figura 3.4, no início do teste ($t = 0$ segundo), a suspensão da polpa apresenta aspecto visual homogêneo, apresentando porcentagem de sólidos constante. Ao cessar a agitação da polpa, inicia-se a contagem do tempo de sedimentação. No instante t_1 as partículas mais densas começam a sedimentar, dando início à formação das regiões do líquido clarificado, sedimentação livre (formada pelas partículas menos densas) e região de compactação (formada pelas partículas mais densas), respectivamente. Em t_2 , devido ao fato de ocorrer um aumento na porcentagem de sólidos, surge uma nova região de desaceleração, fazendo com que a camada de compactação e clarificação aumente, e a de sedimentação livre diminua. Em t_3 , nota-se que a camada de sedimentação livre e a camada de desaceleração estão desaparecendo e descendo de encontro à camada inferior, fazendo com que existam apenas as camadas do líquido clarificado e a camada de compactação. A partir deste momento, a sedimentação começa a acontecer de forma lenta, ocorrendo um aumento na porcentagem de sólidos, pois ocorre a retirada do líquido existente entre as partículas sedimentadas (região de compactação) para o líquido clarificado (REIS, 2010).

Com os resultados obtidos durante o teste torna-se possível a execução da confecção das curvas de sedimentação (Figura 3.5).

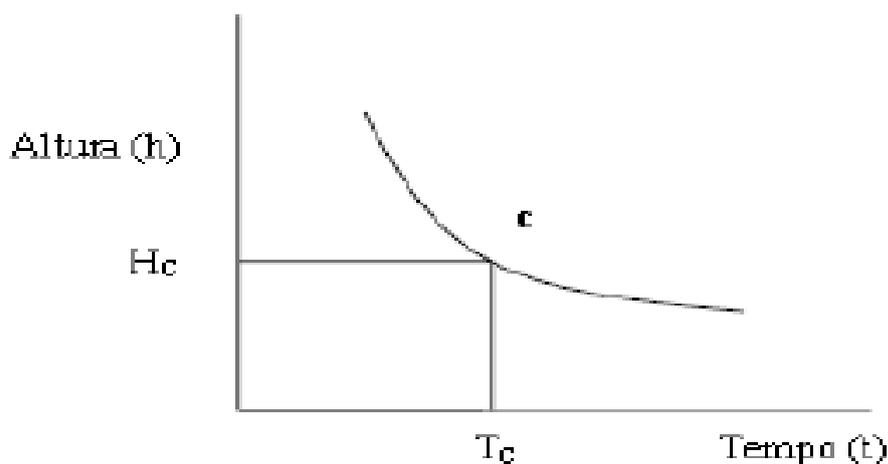


Figura3. 5 - Curva de Sedimentação.
Fonte: Sousa, 2012.

3.3.4.1 Método de Robert (Ponto crítico)

Após a construção das curvas de sedimentação, surgem certas dificuldades na identificação dos pontos que representam os limites da zona de transição, a partir da qual prevalece a zona de compressão. Este limite entre as duas zonas é caracterizado como ponto crítico. Para facilitar a identificação dos mesmos, são empregadas algumas técnicas empíricas. Dentre estas técnicas, pode ser destacada a metodologia proposta por Robert. Este método consiste na construção de um gráfico no qual o eixo X representa o tempo no decorrer do teste e, o eixo Y representa o logaritmo da diferença ($D-D_0$), sendo D e D_0 os valores de altura da interface entre a polpa adensada e o líquido clarificado no instante analisado e ao final do experimento, respectivamente. A curva pode ser segmentada em três retas e dois pontos de interseção entre estas. O primeiro ponto resultante representa o desaparecimento da polpa na concentração inicial e, o segundo ponto representa a polpa na concentração crítica, correspondendo apenas à interface com líquido clarificado (CHAVES, 2013). O Gráfico 3.1 representa um modelo deste método.

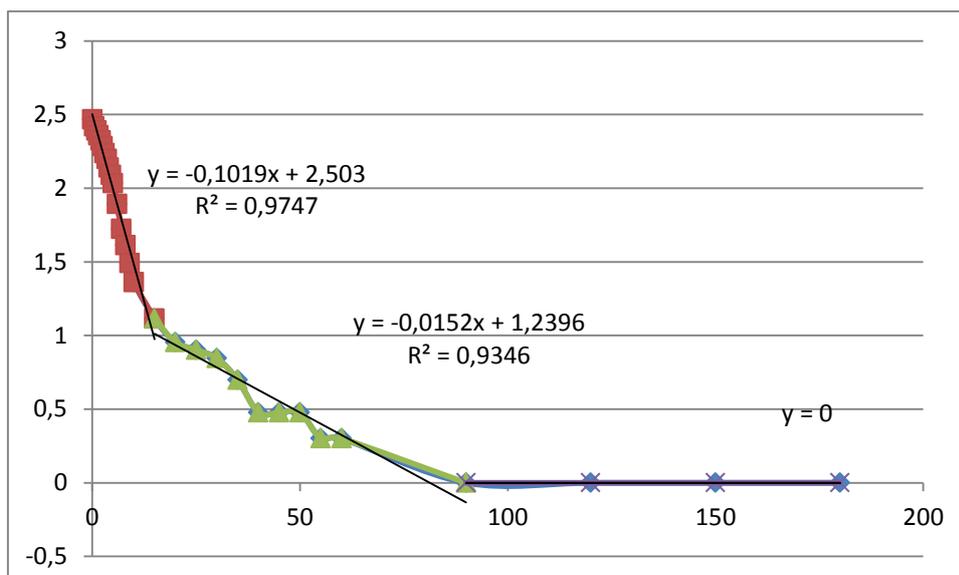


Gráfico 3.1: Representação de um gráfico pelo método de Robert.

3.3.5 Floculantes

CHAVES E LEAL FILHO (2010), citado por FERREIRA (2012), afirma que os floculantes são utilizados desde a antiguidade no Oriente Médio e na Índia, para clarificação de água, vinho e cerveja. O primeiro registro em mineração aconteceu em 1931 com a clarificação de efluentes de lavadores de carvão, através da utilização de amido e cal.

Os floculantes são adicionados nas polpas com objetivo de aumentar as forças atrativas e diminuir o efeito das forças repulsivas. Estes reagentes favorecem a interação entre as partículas, provocando formação de flocos grandes e aumentando a velocidade de sedimentação. Logo, o emprego destes reagentes torna possível uma maior velocidade de sedimentação das partículas, além de melhor visualização das interfaces e uma boa clarificação do líquido (SOUSA, 2012).

Em relação à dosagem de floculante a ser adicionada em polpas minerais, torna-se necessário que exista um limite prático para este parâmetro. Se o floculante for adicionado em excesso relação ao limite prático, as partículas ficarão recobertas pelo polímero. Como resultado, sua ação será anulada e o mesmo passará atuar como dispersante, tendo assim, efeito contraditório ao esperado (FERREIRA, 2012).

De acordo com REIS (2010), para obtenção da floculação faz-se necessário que ocorra uma desestabilização na suspensão, através da adição de polímeros que possuam alta massa molecular, provocando atração entre os colóides, tornando-os mais pesados e com retenção de líquido (água) em seu interior. Esta floculação pode acontecer pelo mecanismo de ponte ou reversão localizada de carga.

Segundo LUZ *et al.*(1975), citado por REIS (2010), o crescimento do floco, no mecanismo de floculação por pontes ocorre quando:

[...] O restante da cadeia polimérica estende-se em forma de alças e caldas a partir da superfície, de modo a possibilitar o contato e adsorção em outras partículas, dando origem a formação de agregados que, por sua vez, tendem a unir-se em agregados maiores que podem conter centenas ou mesmo milhares de partículas individuais. [...].

A floculação por reversão de carga acontece quando o polímero usado (polímero de baixa ou média massa molecular) possui carga contrária à superfície da partícula. Assim, o polímero se dispersa na polpa mineral, sendo capaz de reverter a carga elétrica na adsorção, resultando em uma superfície com cargas heterogêneas (REIS, 2010).

3.3.6 pH do meio

Além dos cuidados que devem ser tomados em relação à variável flocculante, torna-se necessário atentar ao controle de pH da polpa mineral. Geralmente, os depósitos são formados em condições de pH neutro ou levemente ácido (FIGUEIREDO, 2000). O controle do mesmo no decorrer dos testes acontece com auxílio de um aparelho conhecido como pHmetro, sendo que a solução a ser adicionada para a adequação do pH na polpa varia de acordo com a exigência estabelecida.

Sabe-se que existe grande influência do pH no processo de ionização da molécula no polímero. Esta variável é responsável pela estabilização do principal mecanismo de adsorção dos polímeros, o qual corresponde às ligações de hidrogênio (REIS, 2010).

3.4 Espessamento de rejeito

Sabe-se que durante as atividades realizadas na mineração, grandes massas e volumes de materiais são movimentados. No decorrer das atividades são gerados resíduos, que são classificados em dois tipos: estéril (corresponde ao material que foi escavado na etapa de lavra ou extração no decapeamento da mina) e rejeito (corresponde aos resíduos que resultam da etapa de beneficiamento). Vale ressaltar que o resíduo reconhecido como estéril não possui valor econômico, sendo armazenado sob a forma de pilha (SILVA *et al.*, 2011).

O tratamento dos rejeitos gerados pela mineração apresenta vital importância a fim de minimizar o impacto causado ao meio ambiente. Com isso, o material deve ser contido de forma segura. Ainda, caso seja necessário, devem ocorrer melhorias na parte geotécnica para melhor armazenamento do mesmo (QUISPE, 2011).

Segundo DIAS e LAJOLO (2010), citado por SILVA *et al.* (2011), na principal mina de extração de fosfato, localizada no município de Tapira (Minas Gerais), acredita-se que, para 1,6 milhões de toneladas de concentrado anuais, são geradas 9 milhões de toneladas de rejeito por ano.

O rejeito corresponde à parte do produto resultante do beneficiamento que não possui valor econômico. Seu comportamento depende da sua composição mineralógica, do teor de umidade e do estado de tensão que está submetido. Geralmente, estes resíduos são descartados sob a forma de lama fluida. Seu armazenamento pode ser realizado empregando-se barragens ou diques, os quais requerem uma área grande de ocupação (QUISPE, 2011).

Hoje em dia, uma nova tecnologia está surgindo, sendo esta o espessamento de rejeito em forma de pasta mineral. Segundo OSORIO *et al.* (2008), esta pasta mineral é determinada como sistema coloidal, o qual não apresenta segregação granulométrica das partículas, além de não exibir drenagem de água significativa. Pode-se dizer que este sistema coloidal se expõe como um fluido homogêneo.

As vantagens do espessamento de rejeito em forma de pasta mineral são: melhor recuperação de água, menor risco de contaminação provocada pela ruptura de barragens, demanda de área menor para disposição em relação à área ocupada pela barragem, facilidade de recuperação final do local, entre outras. Pode-se considerar também, como vantagem, um custo menor de energia no transporte da pasta mineral devido ao fato de que o mesmo pode ser feito por bombas de descolamento positivo (bombas centrifugas), as quais apresentam menor custo (BARREDA, 2008).

Hoje em dia, os espessadores de pasta mineral estão sendo utilizados para a disposição em superfície ou para preenchimento de cavidade subterrânea. Segundo STEPHEN (2004), citado por BARREDA (2008), pelo fato de permitir maior recuperação de água, estes espessadores podem ser usados como uma alternativa ao processo de filtração.

4 METODOLOGIA

4.1 Materiais

Para a realização dos testes de sedimentação foram utilizados os seguintes materiais:

- Amostras de rejeito de minério fosfático;
- Agitador magnético;
- Balança semi-analítica;
- Bandejas;
- Béqueres;
- Cronômetro;
- Espátulas;
- Floculante aniônico FL 7226;
- Hidróxido de sódio;
- pHmêtro com eletrodo de medida;
- Picetas;
- Pipetas;
- Provetas de 1000 ml.

4.2 Métodos

Para realização dos testes foram utilizadas amostras de minério fosfático proveniente da empresa Vale Fertilizantes, localizada no município de Tapira-MG(CMT).

As amostras utilizadas compõem parte representativa do material que alimenta a usina de beneficiamento da empresa. Logo, o material não estava preparado para execução dos testes de sedimentação. Sendo assim, a amostra foi preparada no Laboratório de Tratamento de Minérios do CEFET- Araxá.

Primeiramente, a amostra foi submetida à etapa de fragmentação via moagem a seco, para redução da granulometria. Foi utilizado um moinho de bolas, apresentando velocidade crítica de 56 rpm, com dimensões de 590 x 570 mm (L x D) e volume interno igual a 151 L.

Logo após a moagem, o material foi submetido à operação de separação por tamanho via peneiramento a seco para adequação granulométrica. Esta operação foi realizada manualmente em peneiras circulares de malha correspondente a 65 mesh (0,212 mm), pela série Tyler, da marca Granutest (Figura 4.1).



Figura 4.1 - Peneiras circulares Granutest

A próxima etapa corresponde à operação de deslamagem. Nesta etapa, a amostra foi colocada em um balde com volume igual a 15 l. Em seguida, adicionou-se uma certa quantidade de água. A amostra foi agitada manualmente com auxílio de um agitador por 30 segundos. Logo após, o material ficou em repouso em um intervalo de 30 minutos. Vale ressaltar que não houve adição de flocculantes para realização desta etapa. A Figura 4.2 apresenta o material em decantação.



Figura 4.2 - Material em decantação na etapa de deslamagem.

Após o intervalo de repouso, o excesso existente de água com lamas foi retirado e a amostra decantada foi transferida para uma bandeja. Em seguida, a amostra decantada foi submetida à secagem em estufa, onde foi mantida à temperatura de 100°C por 24 horas.

Vale ressaltar que a etapa de deslamagem apresenta vital importância para a execução das etapas subsequentes, pois, a partir da execução da mesma, torna-se possível a retirada das partículas finas que podem recobrir as partículas minerais. Este fenômeno é conhecido como *slime coating*, podendo afetar negativamente as etapas subsequentes da rota (e.g. flotação). Tal cenário acarretaria maior consumo de reagentes, além de queda na eficiência da operação.

Logo após a secagem, a amostra passou por uma etapa de desagregação manual, sendo submetida a testes de picnometria, para determinação da densidade da amostra. Para tal procedimento utilizou-se picnômetros de 50 mililitros e balança semi-analítica (Gehaka, modelo BG 2000 ($\pm 0,01$)), representada na Figura 4.3.



Figura 4.3 - Balança semi- analítica usada nos testes

A Figura 4.4 mostra as etapas do teste executado

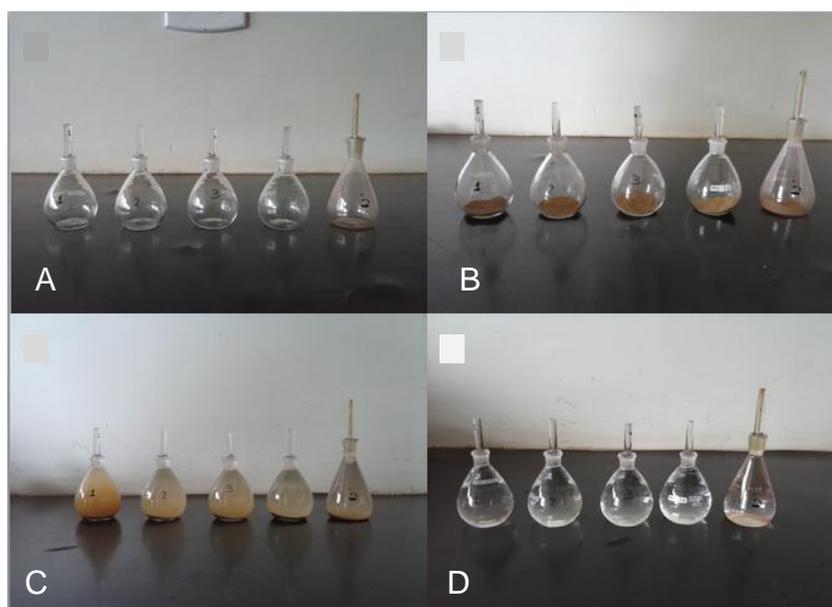


Figura 4.4 – Teste de picnometria. a) picnômetro vazio; b) picnômetro + minério; c) picnômetro + minério + água; d) picnômetro + água.

A descrição da metodologia dos testes de picnometria se encontra descrita no Anexo I.

A última etapa da preparação da amostra corresponde à operação de flotação. Esta etapa foi realizada em uma célula de flotação do tipo Darma-Denver, modelo D12, equipada com sistema de injeção de ar comprimido (Figura 4.5). Para execução dos testes, adotaram-se os parâmetros operacionais baseados nos

parâmetros adotados industrialmente. A descrição da metodologia e os parâmetros utilizados para desenvolvimento da etapa de flotação estão descritos no Anexo II.



Figura 4.5 - Célula de Flotação

Após a flotação, realizou-se uma análise granulométrica do material que daria sequência à realização da metodologia proposta. Tal análise fornece informações para determinação da distribuição granulométrica do material. A mesma foi realizada por peneiramento a seco, no decorrer de 15 minutos, empregando 200 g de material. Após, anotou-se as massas retidas em cada peneira e calculou-se a porcentagem retida, retida acumulada e passante nas respectivas. Após os cálculos, construiu-se a curva granulométrica. Foram utilizadas peneiras da Série Tyler correspondente a 65#, 100#, 150#, 200#, 270# e 400#.

Por fim, iniciaram-se os testes de sedimentação de rejeito fosfático proveniente da flotação.

Inicialmente houve a preparação do reagente floculante a ser empregado nos testes. O floculante utilizado corresponde ao Flotacor FL 7226, fornecido pela empresa Clariant. Este reagente corresponde a um polímero aniônico líquido solúvel em água. Para sua utilização, houve uma preparação em solução aquosa de concentração 0,1% p/p. A Figura 4.6 (A) mostra o floculante empregado nos testes e

(B) a preparação da solução utilizada. A metodologia utilizada para a preparação do floculante se encontra descrita no Anexo III.

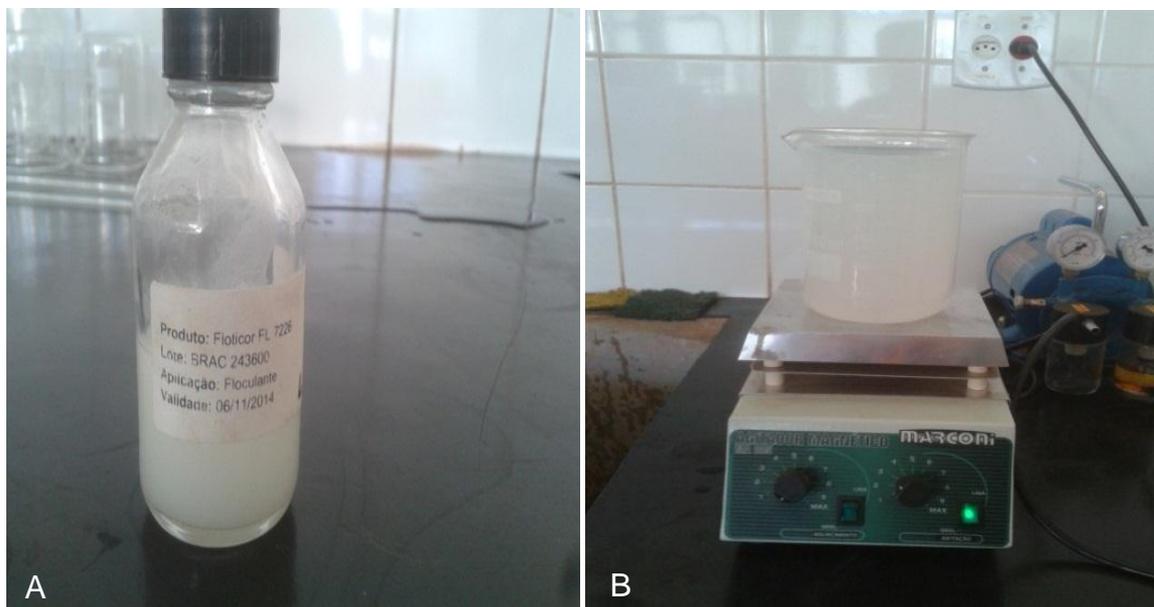


Figura 4.6 - A) Floculante Flotacor FL 7226; B) Preparação do floculante.

Após a preparação do floculante, para prosseguir o teste, houve a calibração do pH com soluções tampões. Para isto, utilizou-se um pHmetro (Analyser, modelo pH 300), equipado com um eletrodo específico da marca Sensoglass, modelo SC 09 (Figura 4.7). A solução utilizada para ajustar o pH da polpa, quando necessário, corresponde a uma solução aquosa de hidróxido de sódio 10% p/p.



Figura 4.7 - pHmetro

Em seguida, foi iniciada a preparação das polpas para realização dos testes de sedimentação. Os mesmos foram realizados em provetas da marca Phox com capacidade igual a 1000 ml, tendo sido previamente graduadas com escala milimétrica (Figura 4.8).



Figura 4.8 - Provetas utilizadas nos testes de sedimentação

Primeiramente, pesou-se em uma balança semi-analítica, a amostra de rejeito fosfático, resultante da flotação, além da massa de água e a massa de floculante para cada teste de sedimentação a ser executado.

Após a pesagem, adicionou-se a massa de sólidos, juntamente com a água, em um béquer, para melhor homogeneização de ambos. Em seguida, a polpa foi transferida quantitativamente para a proveta, onde com um auxílio de um agitador manual, realizou-se a agitação da mesma. Logo após, houve a aferição do pH para que, quando necessário, o mesmo fosse ajustado de acordo com a especificação de cada teste.

Logo após, foi retirado da polpa o volume de floculante a ser adicionado na mesma, com auxílio de uma pipeta. Para cada teste de sedimentação, adicionou-se certa quantidade de floculante, de acordo com a especificação do mesmo.

Em seguida, a polpa passou por agitação manual. Ao fim da agitação, disparou-se o cronômetro, iniciando assim a análise visual da altura da interface clarificado/espessado, através do registro do valor da altura em intervalos de tempos pré-estabelecidos inicialmente antes da execução dos testes. A tabela com os tempos a serem analisados se encontra no Anexo IV. Após 24 horas de início do teste, coletou-se o último e, assim procedeu-se a construção da curva de sedimentação.

Para uma melhor compressão e análise dos testes, os mesmos foram divididos em três etapas, através das quais foram investigados a variação da porcentagem de sólidos, a dosagem de flocculante a ser empregada em cada teste e, por fim, o pH da polpa mineral. Assim, através de resultados obtidos nos testes realizados, foi possível confrontá-los com a metodologia empregada usualmente na realização dos testes, onde avalia-se, primeiramente, a variação da porcentagem de sólidos, o pH do meio e, por fim, a dosagem de flocculante.

A primeira etapa corresponde à análise da variação de porcentagem de sólidos. Primeiramente, colocou-se as amostras de polpas em três provetas distintas e identificadas, para melhor visualização e compreensão dos testes. Durante a execução destes, os valores de pH da polpa mineral e dosagem de flocculante foram mantidos constantes, sendo estes, 12,50 e 50 g/t, respectivamente. A porcentagem de sólidos da polpa foi investigada na faixa entre 5%, 10% e 20%. A partir dos resultados obtidos, construiu-se a curva de sedimentação para cada teste.

Após a realização e análise dos testes variando a porcentagem de sólidos, realizou-se quatro testes variando a dosagem de flocculante. Durante a execução destes testes, foram mantidos constantes o pH e porcentagem de sólidos da polpa, considerando o melhor resultado obtido nos testes anteriores. As dosagens analisadas foram de 0 g/t, 25 g/t, 75 g/t e 100 g/t. A dosagem de 50 g/t já havia sido estudada na etapa anterior. A metodologia descrita anteriormente foi mantida durante a execução dos testes. A partir dos resultados obtidos, construiu-se a curva de sedimentação para cada teste.

Por fim, foi avaliado o efeito da variação de pH da polpa mineral. Este teste foi desenvolvido de acordo com os melhores resultados obtidos nos testes anteriores. Foram analisados pH igual a 12,00 e 13,00. A partir dos resultados obtidos, construiu-se a curva de sedimentação para cada teste.

Após, para cada teste foram construídos novos gráficos, utilizando a metodologia de Roberts. Através deste método determinou-se as características do ponto crítico de cada teste realizado. Assim, avaliou-se qual o melhor resultado, confrontando-o com os resultados obtidos na curva de sedimentação.

Com o término dos testes, confrontou-se a metodologia utilizada com a metodologia usualmente aplicada na realização dos testes, definindo assim os melhores parâmetros a serem adotados para execução de espessamento de rejeito fosfático.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Diante das análises propostas, visando à determinação de uma metodologia padronizada para realização de testes de sedimentação de minério fosfático, foram realizados os respectivos ensaios a fim de obter melhores resultados. Tais dados serão apresentados a seguir.

5.1 Ensaio de Picnometria

O resultado da densidade do minério fosfático (via picnometria), realizado após a deslamagem do material, foi igual a 2,47 g/cm³, com variação mínima entre os testes realizados.

5.2 Análise Granulométrica

Os dados obtidos na análise granulométrica estão apresentados na Tabela 5.1

Tabela 5.1 - Resultados da análise granulométrica

Peneira (Mesh)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida simples	% Retida Acumulada	% Passante Acumulada
65	0,208	31,33	15,78	15,78	84,22
100	0,147	27,60	13,90	29,68	70,32
150	0,104	33,85	17,05	46,73	53,27
200	0,074	26,40	13,30	60,03	39,97
270	0,052	25,88	13,03	73,06	26,94
400	0,037	2,82	1,42	74,48	25,52
Fundo		50,67	25,52	100,00	0,00
Total		198,55	100,00		

Diante dos dados apresentados na Tabela 5.1 pode-se notar que a peneira que apresentou maior massa retida corresponde a -400# e, a com menor massa

corresponde a 400#. A curva granulométrica correspondente aos dados da análise está descrita no Gráfico 5.1.

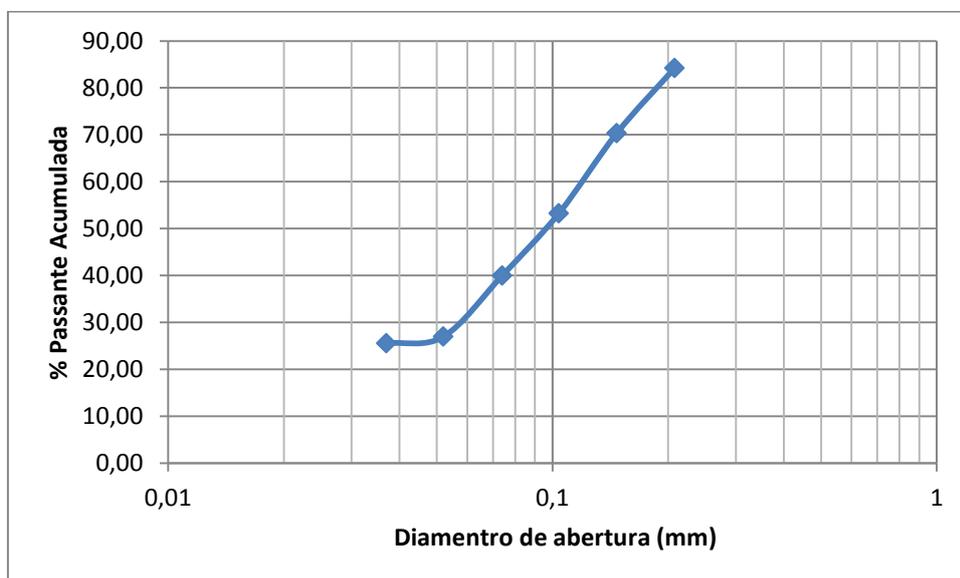


Gráfico 5.1 - Curva Granulométrica

Diante de tais dados é possível observar que existe uma grande quantidade de material fino presente (-400#) na amostra de minério fosfático, devido ao fato de apresentar uma porcentagem retida simples maior em relação às demais, correspondente a 25,52%. Como exposto anteriormente, tal cenário corresponde a uma dificuldade técnica para os testes de sedimentação. Isto porque, partículas de granulometria fina apresentam dificuldade de sedimentação, reduzindo a eficiência da operação.

5.3 Testes de sedimentação

Primeiramente realizaram-se três testes de sedimentação com material fosfático, variando a porcentagem de sólidos, a fim de obter um melhor resultado para prosseguir a sequência de testes, conforme estabelecido no planejamento dos experimentos. As porcentagens de sólidos analisadas foram de 5%, 10% e 20%. A figura 5.1 representa o aspecto resultante ao final do teste realizado.

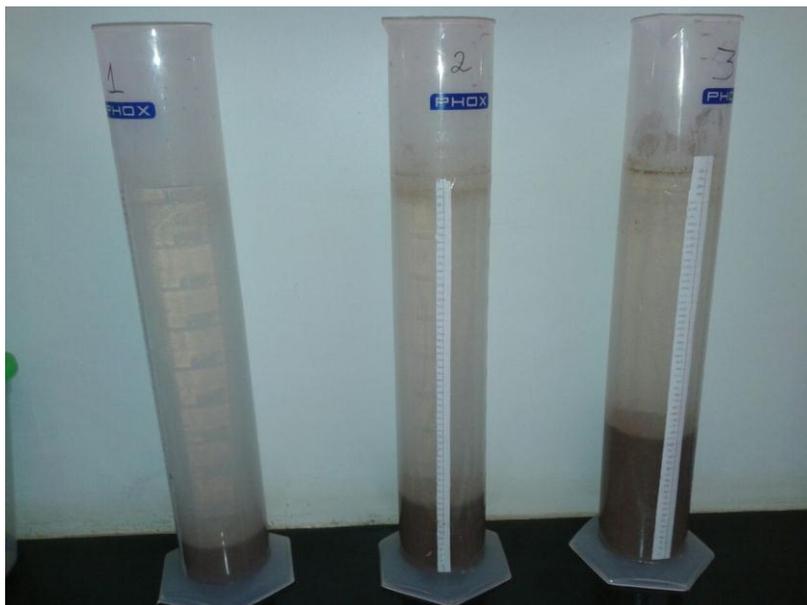


Figura 5.1 - Resultados dos testes de sedimentação variando percentagem de sólidos.

As curvas de sedimentação obtidas estão representadas no Gráfico 5.2.

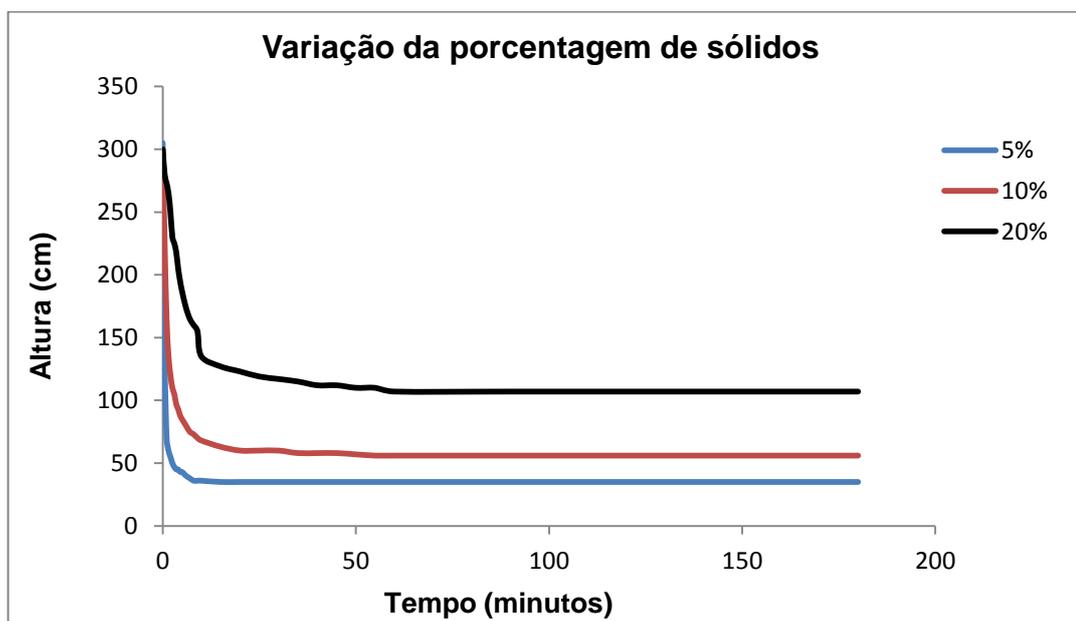


Gráfico 5.2 - Curvas de sedimentação de minério fosfático variando percentagem de sólidos.

Pela análise do Gráfico 5.2, para a percentagem de sólidos igual a 5% observou-se uma sedimentação e clarificação muito rápidas, devido à baixa quantidade de material presente na polpa.

O segundo teste, empregando 10% de sólidos, resultou em uma sedimentação mais uniforme e clarificação eficiente, sendo considerado o teste mais satisfatório.

O teste realizado com 20% de sólidos ocorreu de forma mais lenta, devido à grande quantidade de material presente na polpa, apresentando uma altura final maior. Devido à maior quantidade de sólidos presente na polpa, houve uma perturbação maior no meio (sedimentação impedida), fazendo com que a velocidade de sedimentação atingisse valores inferiores, em relação aos testes anteriores.

Visando obter os dados do ponto crítico para cada teste, foi empregada a metodologia proposta por Robert, descrita anteriormente (ver 3.3.4.1). Os resultados obtidos nestes gráficos estão descritos na Tabela 5.2

Tabela 5.2 - Resultados Método de Robert

Teste	Altura (cm)	Ponto crítico (minutos)
5%	34	9,13
10%	55	54,87
20%	105	66,64

Diante de tais resultados, o teste realizado com 5% de sólidos atingiu o ponto crítico em um tempo menor devido à pouca massa de sólidos presente, sendo indicado assim a realização de uma etapa prévia de diluição para a adequação da porcentagem de sólidos. Para 20% de sólidos, o teste alcançou seu ponto crítico em um tempo maior devido à sua baixa velocidade de sedimentação (sedimentação impedida), apresentando uma expressiva altura para o ponto crítico. Com isso, através da metodologia proposta por Roberts, o teste que apresentou os melhores resultados corresponde à porcentagem de sólidos igual a 10%, pois atingiu seu ponto crítico em um tempo considerado razoável, apresentando uma altura final satisfatória.

Em seguida, empregando a melhor porcentagem de sólidos obtida nos testes anteriores, foram realizados testes variando a dosagem de floculante. As dosagens analisadas foram: 0 g/t, 25 g/t, 75 g/t e 100 g/t. A dosagem igual a 50 g/t foi mantida

como padrão nos testes iniciais de variação de porcentagem dos sólidos. O aspecto final resultante de cada teste proposto para tal análise está representado na Figura 5.2



Figura 5.2 - Resultado dos testes variando dosagem de reagente

O Gráfico 5.3 apresenta as curvas de sedimentação para os testes realizados

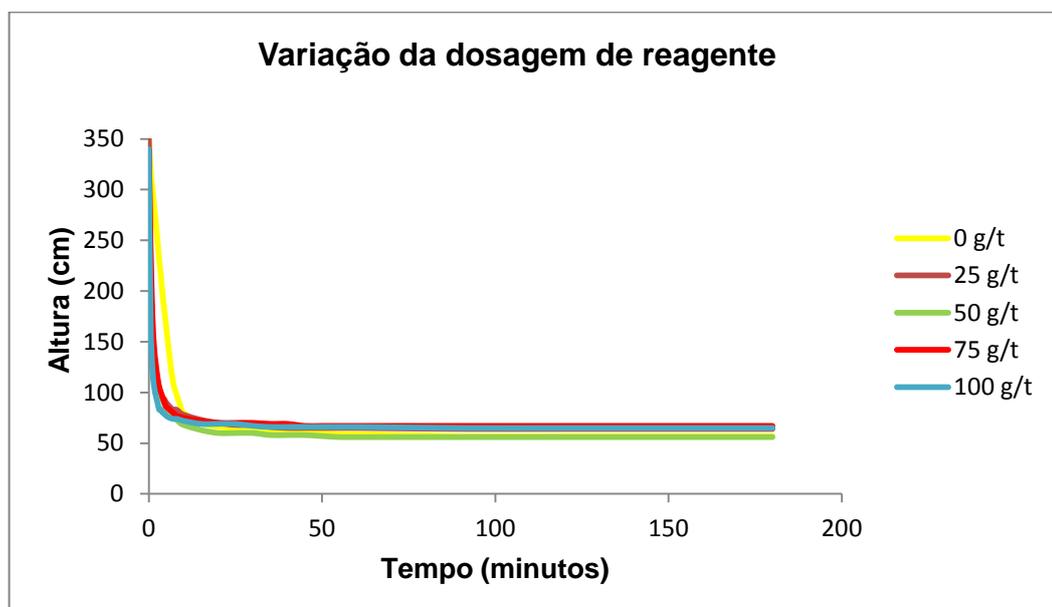


Gráfico 5.3 - Curvas de sedimentação de rejeito fosfático variando dosagem de reagente

O primeiro teste, considerando ausência de floculante, apresentou sedimentação mais lenta, apresentando uma clarificação considerada insatisfatória

nos momentos iniciais do teste. Observou-se que não houve formação de flocos no decorrer do teste (Figura 5.3). Tal fato ocorreu provavelmente devido à ausência de floculante na polpa.



Figura 5.3 - Aspecto da polpa na ausência de formação de flocos.

No teste empregando dosagem igual a 25 g/t, a sedimentação aconteceu de forma mais uniforme e a clarificação foi considerada satisfatória já no início do teste. Foi possível observar a formação de flocos pequenos e uniformes. A Figura 5.4 representa a água clarificada nos momentos iniciais do teste e os flocos formados.

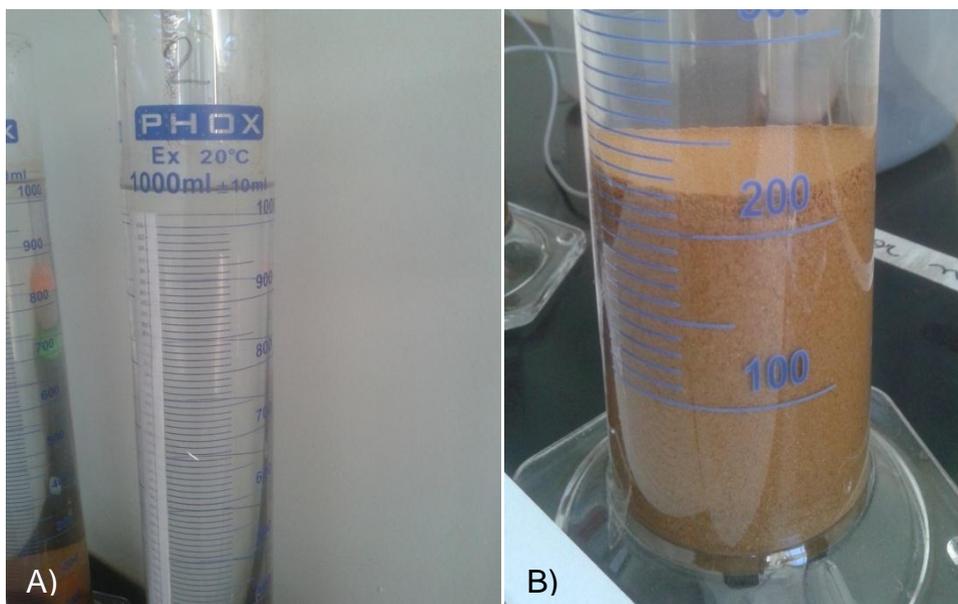


Figura 5.4 - A) Clarificação da água no teste 25 g/t; B) Formação dos flocos

No teste executado com 50 g/t, observou-se formação de flocos maiores em relação ao teste anterior, os quais são capazes de agregar uma quantidade de água maior no seu interior, provocando maior perturbação do meio, o que poderia dificultar a sedimentação destes. Já para os testes empregando 75 g/t e 100 g/t, foram considerados inviáveis pelo motivo de utilizar grande dosagem de reagentes e formarem flocos de dimensões expressivas, além de apresentarem valores elevados para a altura da zona de compactação. A Figura 5.5 representa os flocos formados nos testes citados anteriormente.

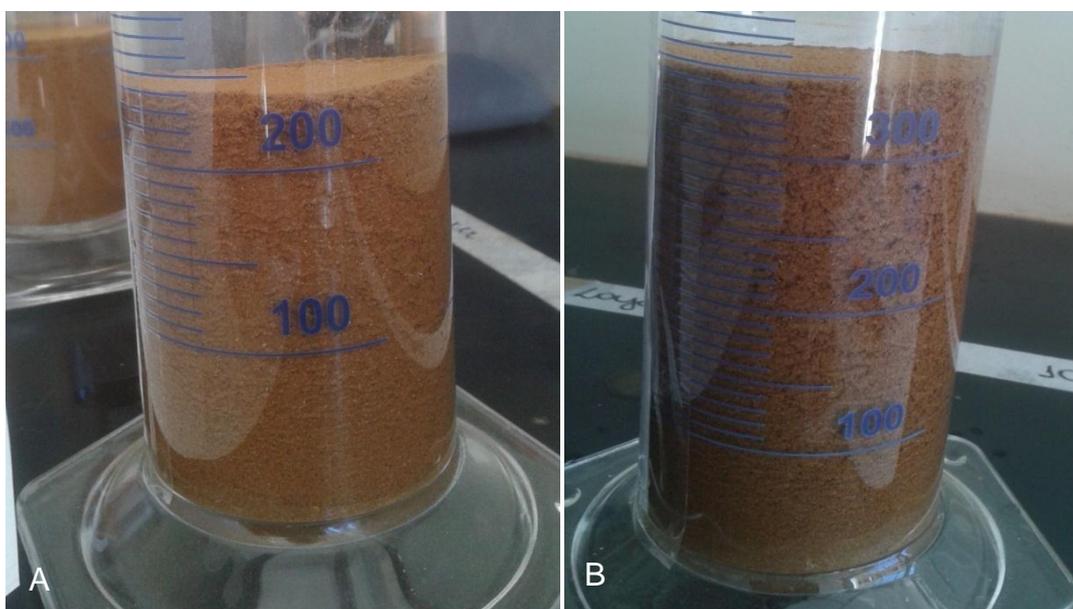


Figura 5.5- A) Formação de flocos no testes com 75 g/t; B) Formação de flocos no testes com 100 g/t.

De acordo com a técnica de Robert, foram obtidos os pontos críticos e as alturas as quais apresentam apenas interface de líquido clarificado e material sedimentado. Na Tabela 5.3 estão descritos os resultados obtidos através do método proposto.

Tabela 5.3 - Resultados Método de Robert

Teste	Altura (cm)	Ponto crítico (minutos)
0 g/t	57	81,55
25 g/t	64	40
50 g/t	55	54,87
75 g/t	64	51,57
100 g/t	64	39

A partir dos resultados obtidos, segundo a metodologia proposta por Roberts, os melhores resultados obtidos representam os testes realizados com 25 g/t e 100 g/t, pois alcançaram o ponto crítico em intervalos de tempos menores, apresentando alturas de interfaces similares. Porém, para suceder testes com dosagem igual a 100 g/t, o consumo de reagente seria significativamente elevado, tornando o teste inviável economicamente em escala industrial. Assim, o teste considerado o mais indicado correspondente à dosagem de 25 g/t de floculante.

Após a escolha das melhores condições de porcentagem de sólidos e dosagens de floculante, foram feitos dois testes a fim de se analisar o pH ótimo para sedimentação de rejeito fosfático. Os valores de pH analisados foram iguais a 12,00 e 13,00, sendo que o pH igual a 12,50 já havia sido avaliado nos testes anteriores.

O Gráfico 5.4 apresenta as curvas de sedimentação para os testes realizados.

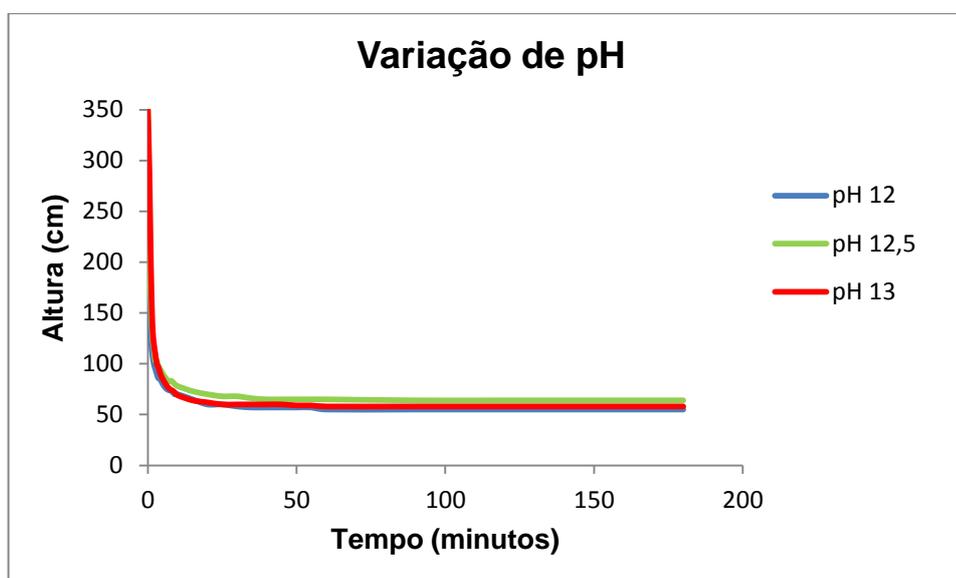


Gráfico 5. 4 - Curvas de sedimentação de rejeito fosfático variando pH

No decorrer dos testes, percebeu-se que em pH 12,00 ocorria uma sedimentação rápida com formação de flocos visíveis, porém, a clarificação da água da polpa foi considerada insatisfatória. A Figura 5.6 representa a formação dos flocos no decorrer do teste e a clarificação da água.



Figura 5.6 - A) Formação de flocos em testes de pH igual a 12; B) Clarificação da água em testes de sedimentação de minério fosfático em pH igual a 12.

Em pH igual a 12,50, verificou-se clarificação e sedimentação rápidas com formação de flocos considerados pequenos em relação aos testes em questão.

Em pH igual a 13,00, a clarificação da água começou a partir de 3 minutos de teste. Além disso, a sedimentação ocorreu de forma mais lenta em relação aos outros testes. Vale ressaltar que o consumo de reagente regulador de pH para a realização deste teste foi considerado elevado. A Figura 5.7 apresenta os flocos formados em pH igual a 12,50, a clarificação da água a partir de 3 minutos de teste em pH igual a 13,00, além do aspecto visual destes testes após o término dos mesmos.

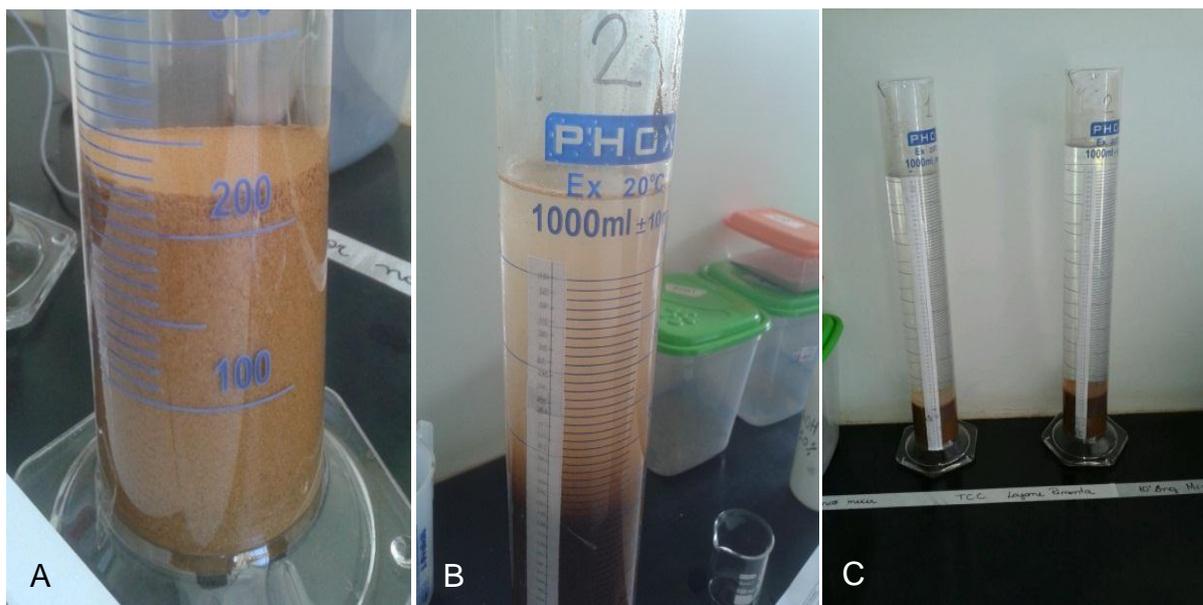


Figura 5.7 - A) Formação de flocos pH igual a 12,5; B) Clarificação da água a partir de 3 minutos; C) Testes de sedimentação variando pH finalizados.

Assim, calculou-se os pontos críticos e as alturas correspondentes aos mesmos, segundo a metodologia proposta por Roberts. Tais resultados estão apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Resultados Método de Robert

Testes	Altura (cm)	Ponto crítico (minutos)
pH igual a 12	56	65,83
pH igual a 12,5	64	40
pH igual a 13	59	66,67

Diante de tais resultados, observou-se que as polpas que possuíam valores de pH inferiores e superiores a 12,50 demoraram mais tempo para atingir o ponto crítico. Sendo assim, a partir da análise dos resultados obtidos, o teste empregando pH da polpa intermediário (12,50) apresentou-se melhor para a realização dos testes, pois atingiu o ponto crítico em um tempo menor em relação aos demais, mantendo uma altura satisfatória.

Através das análises realizadas, os melhores resultados ocorreram em porcentagem de sólidos igual a 5%, dosagem igual a 25 g/t e pH do meio igual a 12,5. Vale ressaltar que apenas a variável de dosagem de floculante contradiz com a metodologia clássica, na a dosagem de 50g/t, apresentou melhor resultado em testes realizados dentro dos padrões estabelecidos para tal metodologia. Em

contrapartida, ensaios empregando 25 g/t apresentaram tempo de sedimentação e, formação de flocos menores, em relação a dosagem utilizada diante a metodologia classica.

6 CONCLUSÃO

O trabalho apresentado lidou com a análise dos parâmetros operacionais em testes de sedimentação de rejeito fosfático. As variáveis operacionais em questão correspondem a porcentagem de sólidos, dosagem de flocculantes e pH da polpa mineral, respectivamente. Sabe-se que a locação do rejeito requer grande área devido ao grande volume gerado durante as atividades de mineração. Com isso, caso o rejeito gerado seja alocado de forma incorreta, pode provocar vários impactos no meio ambiente. Geralmente, este material gerado pode ser depositado em estruturas denominadas barragens ou diques. Acredita-se que quanto menor o volume de rejeito gerado durante o beneficiamento de minério, menor será a necessidade dessa construção. Na empresa Vale Fertilizantes S/A, a técnica de espessamento de rejeito se apresenta em desuso. Assim, a aplicação da mesma representa uma possível mudança no cenário industrial da empresa. Diante do exposto, conclusões foram obtidas a partir das análises das etapas propostas, sendo apresentadas a seguir.

Primeiramente, diante das análises de porcentagens de sólidos, o melhor resultado obtido foi para uma porcentagem de sólidos intermediária (10% de sólidos), apresentando menor perturbação do meio. Acredita-se em tal aspecto pelo fato de que, com 5% de sólidos seria indicado uma etapa de diluição prévia à realização do teste. Já para 20% de sólidos ocorreu uma sedimentação mais lenta e maior altura final.

Sobre a variável dosagem de flocculante, concluiu-se que a dosagem igual a 25 g/t corresponde à mais indicada para ser empregada na execução de testes de sedimentação de rejeito fosfático. Isto porque a clarificação do líquido apresentou-se eficiente no início do teste e a sedimentação aconteceu de maneira mais uniforme em relação às demais dosagens analisadas. Tal dosagem, diverge da obtida com a metodologia clássica (50 g/t) na realização destes testes. Através de análises, percebeu-se que a dosagem atual apresenta-se um tempo maior para sedimentar e uma formação de flocos maiores no decorrer do teste, o que dificulta a

sedimentação dos testes devido a agregação maior de água nos mesmos, provocando maior perturbação do meio.

Em relação ao pH, obteve-se o melhor resultado quando foi empregado pH do meio igual a 12,50. Para pH igual a 12,00, a polpa apresentou-se clarificada apenas após longo tempo de teste. Já em pH igual a 13,00, a clarificação da polpa aconteceu a partir de 3 minutos de teste. Apesar disto, a sedimentação aconteceu de forma mais lenta, se comparada aos outros testes, além do fato de que o consumo de reagentes no mesmo é considerado alto em relação aos demais.

Através da metodologia proposta por Roberts, a melhor porcentagem corresponde a 10%, pois atingiu o ponto crítico em um tempo razoável, apresentando uma altura final aceitável. Em relação à dosagem de flocculante, os melhores tempos e alturas corresponde a 25 g/t e 100 g/t. Porém, a seleção foi realizada através do critério de menor consumo de reagente, sendo escolhida a dosagem de 25 g/t. Diante dos valores de pH, conclui-se que o melhor corresponde a 12,50 devido a uma altura final satisfatória, além do fato de ter atingido o ponto crítico em menor tempo.

Assim, as análises realizadas, através da utilização do flocculante anionico FL 7226, durante os ensaios comprovam que é possível a sedimentação de rejeito fosfático pois, o resultado obtido apresentou eficiente clarificação do líquido e, uma sedimentação estável da polpa, tornando-a adensada. Em contrapartida, conclui-se que o motivo principal da não utilização de espessamento de rejeito de minério fosfático na empresa Vale Fertilizantes S/A pode ser atribuído ao fato de envolver grande consumo de reagentes, tanto flocculante quanto regulador de pH. Além do elevado custo operacional, os danos ao meio ambiente inerentes à utilização dos mesmos podem ser fatores que justificam a não utilização desta operação industrialmente.

REFERÊNCIAS

ARAUJO, R.V.V.; SOBRAL, L.G.S.; SANTOS, R.L.C. **Produção de fosfato no Brasil: Complexo de Mineração de Tapira/Fosfertil**. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios de Metalurgia Extrativa, 19, 2002, Recife. Anais. Recife: D2D Studios, 2002. V1, p. 439 – 445.

BARREDA, R. H. O. **Desenvolvimento de equipamento produtor de pasta mineral**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2008. 169p. (Tese).

CHAVES, A.P; OLIVEIRA, A.H; CORDEIRO, A.C; CHIAPPA. R. Desaguamento Mecânico. In: CHAVES, A.P. **Desaguamento, Espessamento e Filtragem**. 4ª edição. São Paulo: Oficina de textos, 2013. V2. Cap. 1. P.7-54

CHAVES, A.P; OLIVEIRA, A.H; CORDEIRO, A.C; CHIAPPA. R. Espessamento. In: CHAVES, A.P. **Desaguamento, Espessamento e Filtragem**. 4ª edição. São Paulo: Oficina de textos, 2013. V2. Cap. 2. P.54-158.

CHULA, A.M.D. **Caracterização Mineralógica do Minério Fosfático da mina de Tapira- MG**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2004. 378p. (Tese).

FERREIA, G.G. **Avaliação da Interferência de Reagente Flocculante na Flotação de Minério Fosfático Ultrafino**. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais- Departamento de Engenharia de Minas, 2012, 32p. (Monografia).

FIGUEIREDO, B.R. Condições e formações dos depósitos minerais. In: FIGUEIREDO, B.R. **Minérios e ambiente**. São Paulo: Editora Unicamp, 2000. Cap. 2. P-45-55.

FRANÇA, S. C. A; MASSARANI, G. Separação Sólido- Líquido. In:FRANÇA, S. C. A; MASSARANI, G. **Tratamento de Minérios**. 4ª edição. Rio de Janeiro: CETEM, 2004. Cap. 14. P-573-609.

LUZ, A.H. S; MUFARREJ, M.P; SILVA, W.C. **Separação Sólido – Líquido**. Belém: Universidade Federal do Pará- ITEC, 2010. 28p.

LUZ, A.B. **Tratamento de Minérios**. 2ª edição. Rio de Janeiro: CETEM / CNPq, 1998. 676p.

OLIVEIRA, M. L. M; LUZ, J. A. M; LACERDA, C.M.M. Espessamento. In: OLIVEIRA, M. L. M; LUZ, J. A. M; LACERDA, C.M.M. **Espessamento e Filtragem**. Ouro Preto: Escola de Minas Federal de Ouro Preto, 2004. Cap. 3. P. 44-66.

OLIVEIRA, M.S. **Prática de Flotação**. Araxá: Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2014. 3p.

OLIVEIRA, M.S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental; Estudo de beneficiamento do minério sílicocarbonatado proveniente do complexo alcalino carbonatítico de Catalão**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2007. 223p. (Tese, Doutorado, Tecnologia Mineral).

OSORIO, C.A., ARAUJO, A.C., VALADÃO, G.E. **Estudo de características de algumas pastas minerais**. (jan-mar, 2008).p. 50-55.

QUISPE, L.M.C. **Consolidação de um rejeito de mineração de areia e modelagem do enchimento de um reservatório para sua disposição**. São Carlos: Escola de Engenharia de São Carlos- Departamento de Geotecnia, 2011. 106p. (Tese).

REIS, K.M. **Dimensionamento de espessadores**. Ouro Preto: Universidade Federal de Ouro Preto, 2010. 40p. (Monografia).

SILVA, A. P.M; VIANA, J. P; CAVALCANTE, A.L.B. **Resíduos sólidos da atividade de mineração**. 2011. 41p.

SOUSA, P.A. **Espessamento de polpa**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2012. 59p. (Monografia).

ANEXO I: ENSAIO DE PICNOMETRIA

Sabe-se que a densidade dos minerais é uma ferramenta importante para auxiliar e identificar os mesmos. Pode-se dividir em duas, densidade aparente que é usada na determinação do volume do minério e, a densidade relativa, que é usada na determinação de polpas destes minérios. (BRAGA *et al.*, 2007).

Para tal determinação utiliza-se o método de picnometria. Neste método utiliza-se os picnômetros, que são balões com fundo chato, com variação de volume entre 25 ml a 100 ml. Os picnômetros utilizados para realização da densidade do minério fosfático no laboratório do CEFET possuem volume igual a 50 ml (Figura A1.1).



Figura A1.1 - Picnômetros de 50 ml

Primeiramente, pesa-se a massa dos picnômetros vazios. Em seguida, adiciona-se uma certa quantidade de material recobrendo o fundo do picnômetro e é feita a aferição do picnômetro juntamente com o material. Logo após, adiciona-se água, ao picnômetro com a amostra e pesa-se novamente. Por fim, retira-se toda água e material que existe dentro dos picnômetros, seca-se o mesmo, adiciona-se água ao picnômetro, sem deixar que forme bolhas e, é feita novamente a pesagem. Por fim, com todas as pesagens anotadas é realizado o cálculo para determinação da densidade, através da utilização da fórmula abaixo.

$$d_s = \frac{(A_2 - A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)}$$

onde temos:

d_s densidade dos sólidos;

A_1 massa do picnômetro

A_2 massa do picnômetro + amostra;

A_3 massa do picnômetro + amostra + água;

A_4 massa do picnômetro + água.

Foram realizados cinco testes, a partir dos quais calculou-se a média das densidades para obtenção do valor adequado da densidade do minério fosfático.

ANEXO II: PRÁTICA DE FLOTAÇÃO

“A flotação é um processo do tratamento de minérios que faz a separação dos minerais utilizando as propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas desses minerais. Esse processo se dá em meio aquoso, onde há a adição de reagentes que têm a função de ativar essas propriedades nesses minerais” (OLIVEIRA, 2014).

Primeiramente realizou-se a preparação dos reagentes. A preparação do amido de milho (solução 3%) aconteceu conforme descrito a seguir: (OLIVEIRA, 2014):

- “Pesa-se: 5g de fubá; 45g de H₂O; 12,5g de NaOH (concentração de 10%) e 104,16g de H₂O (para diluição);
- Mistura-se 5g de fubá, 45g de H₂O e 12,5g de NaOH (concentração 10%) durante 10 minutos, em um agitador magnético. Após este tempo, adiciona-se a água de diluição (104,16g) e agita-se no agitador magnético por mais 10 minutos.”

Em seguida realizou-se a preparação do coletor Hidrocol (solução 2,5%), de acordo com as especificações a seguir: (OLIVEIRA, 2014):

- “Pesa-se: 5g de óleo; 7,85g de H₂O; 7,15g de NaOH (10%) e 180g H₂O (para diluição);
- Mistura-se 5g de óleo, 7,85g de H₂O e 7,15g de NaOH (concentração 10%) durante 10 minutos, em um agitador magnético. Após este tempo, adiciona-se 180g de H₂O para diluir o produto, obtendo-se 200 de solução. Mistura-se com agitador magnético por mais 10 minutos”.

A Figura All.1 representa o amido de milho, o hidrocol após preparação.

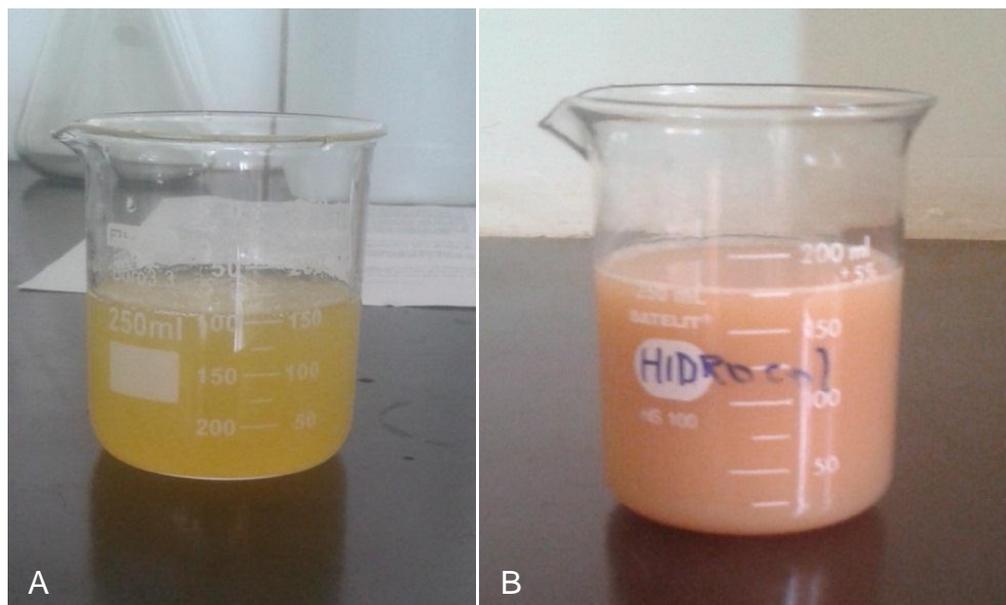


Figura AII.1 - A) Amido de milho; B) Hidrocol

Para a realização da flotação, os parâmetros operacionais adotados foram similares aos empregados industrialmente. A Tabela AII.1 apresenta tais dados utilizados.

Tabela AII.1 : Parâmetros operacionais adotados para execução da flotação.

% Sólidos no condicionamento	% Sólidos na flotação	Massa de polpa (g)	Dosagem de depressor (g/t)	Dosagem de coletor (g/t)	pH
50	29,45	121,25	300	300	9,5

A flotação foi iniciada, onde primeiramente pesou-se 1000 gramas de minério e adicionou-se a cuba adequada para tal teste. Em seguida, acrescentou-se 1000 ml de água. Ligou-se a célula e ao ajustar o pH, adicionou-se 10 gramas de depressor. Essa polpa foi submetida a um tempo de 5 minutos, para o condicionamento. Após esse tempo, adicionou-se 12 gramas de coletor Hidrocol, o qual ficou por 2 minutos em agitação. Adicionou-se 1447,09 ml de água para diluição e ajustou-se o pH novamente. Por fim, ligou-se o ar e iniciou-se a coleta do flotado. Em seguida, o flotado e afundado foram encaminhados para estufa, até a secagem total de ambos.

A Figura All. 2 representa o concentrado e o afundado após a secagem na estufa em temperatura igual a 100°C .



Figura All.2 - A) Concentrado; B) Rejeito gerados na flotação

ANEXO III: PREPARAÇÃO FLOCULANTE

O floculante utilizado nos testes de sedimentação de minério fosfático foi o Flotisor FL 7226 fornecido pela empresa Clariant. O mesmo é um polímero aniônico líquido solúvel em água. Para sua utilização, houve uma preparação em solução aquosa de concentração 0,1% p/p.

Primeiramente, pesou-se um grama de floculante na balança semi-analítica disponível no laboratório de tratamento de minérios do CEFET- Araxá, e em seguida, adicionou-se água até completar a massa igual a 1000 gramas. Logo após, o béquer que continha essa pesagem foi transferido para um agitador magnético. Essa mistura permaneceu em agitação durante um intervalo de tempo igual a 30 minutos. A Figura AIII.1 representa o floculante após o término do processo.



Figura AIII.1 - Floculante Final

ANEXO IV: TABELA PARA ANÁLISE DE TEMPO EM TESTES DE SEDIMENTAÇÃO

Tabela AIV.1 - Tabela para análise de tempo em testes de sedimentação

Teste com Floculante		
Teste:		
Floculante:		
pH:		
dp:		
%s:		
Massa seca:		
Dosagem:		
Volume floculante adicionado:		
Tempo (minutos)	Altura (cm)	Observação
0		
0,5		
1		
1,5		
2		
2,5		
3		
3,5		
4		
4,5		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
15		
20		
25		
30		
35		
40		
45		
50		
55		
60		
90		
120		
150		
180		
1440		

