

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS UNIDADE ARAXÁ DEPARTAMENTO DE MINAS E CONSTRUÇÃO CIVIL GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO DO MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO DE ARAXÁ-MG

NATHÁLIA AUGUSTA FERREIRA SALES COUTINHO

ARAXÁ 2016



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS UNIDADE ARAXÁ DEPARTAMENTO DE MINAS E CONSTRUÇÃO CIVIL GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO DO MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO DE ARAXÁ-MG

NATHÁLIA AUGUSTA FERREIRA SALES COUTINHO

ORIENTADORA PROF^a. DR^a. MICHELLY DOS SANTOS OLIVEIRA

COORIENTADOR PROF[®]. MSC. LEANDRO HENRIQUE SANTOS

> ARAXÁ 2016

Coutinho, Nathália Augusta Ferreira Sales.

C871o

Otimização do processo de flotação do minério fosfático sílicocarbonatado de Araxá-MG / Nathália Augusta Ferreira Sales Coutinho. -2016.

84 f.: il.

Orientadora: Dra. Michelly dos Santos Oliveira.

Trabalho de Conclusão do Curso (Graduação em Engenharia de Minas) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2016.

 Fosfato sílico-carbonatado. 2. Flotação 3. Célula mecânica.
 Oliveira, Michelly dos Santos. II. Centro Federal de Educação
 Tecnológica de Minas Gerais. III. Otimização do processo de flotação do minério fosfático sílico-carbonatado de Araxá-MG.

CDD: 622.7

NATHÁLIA AUGUSTA FERREIRA SALES COUTINHO

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO DO MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO DE ARAXÁ-MG

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Unidade Araxá, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheira de Minas.

Data de aprovação: 1910812016

Banca Examinadora:

Dra. Michelly dos Santos Oliveira – Orientadora - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

Leandro Henrique jantos

MSc. Leandro Henrique Santos - Co-orientador - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

\$ age

MSc. Silvânia Alveş Braga – Centro de Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais Unidade - Araxá

MSc. Douglas Geraldo Magalhães - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

DEDICATÓRIA

À Jesus Cristo, nosso Mestre, Modelo e Guia, que esteve e permanece ao meu lado, neste caminho que nos leva à realização de sonhos.

AGRADECIMENTOS

Neste momento de encerramento de uma etapa muito especial, em que a alegria se junta ao cansaço, torna-se difícil agradecer com palavras todos os amigos que participaram dessa jornada, mas de coração, agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para a conclusão deste trabalho e conquista do título de Engenheira de Minas. Em especial:

Ao querido Deus, centro e fundamento de tudo em nossas vidas, por renovar a cada momento a força e disposição para o trabalho.

À minha amada família que de forma carinhosa sempre estiveram presentes nos momentos felizes e difíceis. Em particular minhas três mães, Dulce sempre nos encorajando e apoiando a seguir nossos sonhos, Carmem por me escolher filha e companheira nessa caminhada e Lucimar, querida Má, por mais difíceis que fossem as circunstâncias, sempre permaneceu ao meu lado. As três me conferiram seus dias de amor e carinho, não teria palavras para expressar minha gratidão.

Ao meu namorado Artur, que durante todos esses anos tem sido meu amigo e companheiro, permanecendo ao meu lado com amor e paciência. Obrigada pelo relacionamento de reciprocidade, onde nos apoiamos nos momentos de aflição e comemoramos juntos nossas vitórias.

A todos os professores, funcionários e alunos do Centro Federal de Educação Tecnológica em Araxá por fazerem deste lugar uma escola da vida.

Aos docentes do curso de Engenharia de Minas, pela convivência harmoniosa, pelas trocas de conhecimento e experiências que foram tão importantes em nossa vida acadêmica e pessoal. Em particular Dra. Lúcia Castanheira de Moraes,

VI

Dr. Maurício Antônio Carneiro e Francisco Castro Valente Neto pelo imenso conhecimento e paixão pela profissão.

Aos coordenadores e fundadores do curso José Fernando Ganime (in memoriam) e Hildor José Seer, pela luta e anseio em fundar o nosso curso e conduzilo da melhor forma possível.

Agradeço à minha querida e amável orientadora, Dra. Michelly dos Santos Oliveira, pela amizade ao longo de todos os anos no CEFET-MG, pelo auxílio e disponibilidade de tempo, sempre com uma simpatia contagiante e pela partilha de suas ideias, conhecimentos e experiências.

Agradeço também ao co-orientador deste trabalho, Leandro Henrique Santos, por toda dedicação, ensinamentos, conselhos e incentivo durante o curso. Expresso meu reconhecimento e admiração por sua competência profissional.

Aos meus colegas de turma que, além de se tornarem amigos me ensinaram a conviver com pessoas diferentes a mim. Essencialmente, à melhor amiga que pude conquistar, Talytha Coimbra Gonçalves, parceira admirável de meus estudos que fez com a caminhada se tornasse fácil e agradável.

Aos alunos Ana Luiza Costa Ávila e Luís Felipe Rassi que participaram da realização dos testes colaborando decisivamente para a conclusão deste trabalho.

E por fim, mas não menos importante, às empresas Vale Fertilizantes (CMA) e Clariant por ter cedido as amostras e reagentes para realização dos experimentos.

Obrigada!

"Ainda que eu ande pelo vale das sombras da morte, não temerei mal algum, porque tu estás comigo, a tua vara e o teu cajado me consolam." (Paulo de Tarso)

RESUMO

Neste trabalho são apresentados estudos de flotação e separação magnética de alto campo do minério fosfático sílico-carbonatado, visando otimizar seu processo de concentração. A metodologia empregada compreendeu a preparação de amostras, realização de análises granulométricas por peneiramento, separação magnética de baixa e alta intensidade e flotação. O objetivo específico proposto para otimizar a concentração dos minerais foi realizar duas rotas de beneficiamento. A primeira rota avaliada foi a rota convencional utilizada na indústria para este tipo de minério, na qual é realizada a flotação seguida de separação magnética de alto campo. A segunda rota propõe realizar a separação magnética de alto campo anteriormente à flotação. Na rota de processo convencional obteve-se produtos com recuperação mássica global foi de 12,17%. Na rota proposta obteve-se produtos com recuperação mássica de 95,91% na separação magnética de alto campo e 14,72% na flotação e recuperação mássica global de 7,00%.

Palavras-chave: fosfato sílico-carbonatado, flotação, célula mecânica.

ABSTRACT

This research presents study froth-flotation and magnetic separation of high field ore phosphatic silicate-carbonate, to optimize the process of concentration. The methodology involved the preparation of samples, conducting particle size analysis by sieving, low and high magnetic separation and froth-flotation. The specific objective proposed to optimize the concentration of minerals was to perform two processing routes. The first route is the conventional route evaluated used in industry for this type of ore, which is performed after froth-flotation separation of high field prior to flotation. In the conventional process route was obtained products with an average mass recovery of 7.26% in flotation and 98.65% magnetic separation of high field. Finally, the overall mass recovery was 12.17%. In the proposed route was obtained products with mass necovery of 95.91% in the magnetic separation of high field and 14.72% in the froth-flotation and overall mass recovery was 7.00%.

Key words: silicate-carbonate phosphate, froth-flotation, mechanical flotation cell.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 - Localização do Complexo Carbonatítico do Barreiro
Figura 2.2 - Picnômetros utilizados para determinação de densidade de sólidos28
Figura 2.3 - Representação esquemática da flotação direta e reversa
Figura 2.4 - Esquema de uma célula de flotação
Figura 2.5 - Esquema de uma coluna de flotação38
Figura 3.1 - Fluxograma do processo de preparação de amostras44
Figura 3.2 - Placa de Petri com minério úmido45
Figura 3.3 - Britador de mandíbulas Laboratório de Tratamento de Minérios46
Figura 3.4 - Vista superior do britador de mandíbulas com o set de abertura regulado em 1/2"
Figura 3.5 - Pilha cônica para homogeneização47
Figura 3.6 - Quarteamento da pilha cônica para retirar amostra para análise granulométrica47
Figura 3.7 - Representação esquemática do quarteador mecânico Jones47
Figura 3.8 - Quarteamento em quarteador Jones
Figura 3.9 - Moinho de Bolas Laboratório de Tratamento de Minérios49
Figura 3.10 - Deslamagem realizada no laboratório de Tratamento de Minérios51
Figura 3.11 - Matrizes disponíveis no laboratório. A) Matriz EXP12A; B) Matriz EXP5; C) Matriz EXP6B; D) Matriz 14 Mesh52
Figura 3.12 - Picnômetros para análise da densidade. A) Picnômetro com água. B) Picnômetro com água e amostra
Figura 3.13 - Peneirador suspenso utilizado nas análises granulométricas54
Figura 3.14 - Célula mecânica Laboratório de Tratamento de Minérios55
Figura 3.15 - Reagentes da flotação preparados56

Figura 3.16 - Conjunto para testes de flotação em bancada57
Figura 3.17 - Concentrador Eletromagnético de Carrossel mod. L-4, fabricado pela INBRAS. (a) Vista frontal e (b) vista lateral
Figura 3.18 - Concentrador Eletromagnético de Carrossel do Laboratório de Tratamento de Minérios
Figura 3.19 - Fluxograma da metodologia60
Figura 3.20 - Fluxograma para rota convencional60
Figura 3.21 - Amostras separadas para 8 testes de separação magnética de alto campo
Figura 3.22 - Fluxograma para rota proposta62
Figura 4.1 - Curva granulométrica produtos moagem64
Figura 4.2 - Curva granulométrica alimentação66
Figura 4.3 - Gráfico de distribuição de P2O5 em função do tamanho68
Figura 4.4 - Matriz após a separação magnética de alto campo
Figura 4.5 - Espuma dos testes de flotação72

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Características do moinho de bolas4	8
Tabela 3.2 - Parâmetros testes de moagem4	.9
Tabela 3.3 - Peneiras utilizadas no peneiramento da alimentação e dos produtos d moagem5	la 50
Tabela 4.1 - Resultados dos testes de umidade da amostra global6	3
Tabela 4.2 - Teste de densidade6	5
Tabela 4.3 - Análise granulométrica da amostra final6	6
Tabela 4.4 – Resultado da análise granuloquímica da amostra final6	57
Tabela 4.5 - Resultados da análise química por Fluorescência de Raios-X6	8
Tabela 4.6 - Flotação (Rota 1)6	;9
Tabela 4.7 - Separação magnética (Rota 1)7	0
Tabela 4.8 - Separação magnética (Rota 2)7	'1
Tabela 4.9 - Flotação (Rota 2)7	'1
Tabela A 1 - Amostras direcionadas para análise química8	32
Tabela A 2 - Alimentação moagem8	32
Tabela A 3 - Produto moagem 15 minutos e 40 RPM (peneiramento a seco)8	3
Tabela A 4 - Produto moagem 15 minutos e 40 RPM (peneiramento a úmido)8	3
Tabela A 5 - Produto moagem 20 minutos e 50 RPM (peneiramento a úmido)8	3
Tabela A 6 – Resultado completo da análise química por Fluorescência de Raios->8	X. 34
Tabela A 7 – Resultado completo da análise química por Fluorescência de Raios-	X
expresso em óxidos8	\$4

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
1.1. APRÉSENTAÇÃO	15
1.2. JUSTIFICATIVA	15
1.3. OBJETIVO	15
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1. FERTILIZANTES	17
2.2. ROCHA FOSFÁTICA	19
2.3. MINERAL APATITA	20
2.4. COMPLEXO CARBONATÍTICO DO BARREIRO	21
2.5. MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO	22
2.6. PREPARAÇÃO DO MINÉRIO	23
2.6.1. Fragmentação	23
2.6.2. Separação Magnética	26
2.7. CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRAS	27
2.7.1. Propriedades físicas	27
2.7.2. Caracterização Granulométrica	29
2.7.3. Caracterização Mineralógica e Química	30
2.8. FUNDAMENTOS DA FLOTAÇÃO	31
2.9. MÁQUINAS DE FLOTAÇÃO	
2.10. CONCENTRAÇÃO DO MINERIO FOSFATICO	SILICO-
CARBONATADO	39
3. MATERIAIS E METODOS	43
3.1. MATERIAIS	43
3.1.1. Obtenção das amostras	43
3.1.2. Reagentes	43
3.2. METODOS	44
3.2.1. Preparação das amostras	44
3.2.2. Caracterização da amostra final	53
3.2.3. Concentração	55
4. RESULTADOS E DISCUSSOES	63
4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS	63
4.1.1. Secagem	63
4.1.2. Cominuição	63
4.2. CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA	65
4.2.1. Densidade	65
4.2.2. Caracterização granulométrica	~ -
	65
4.3. CONCENTRAÇÃO	65
	65 68 <u>69</u>
5. CONCLUSÃO	65 68 69 75
 CONCLUSÃO SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 	
 CONCLUSÃO SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 	65 68 75 77 78

1. INTRODUÇÃO

1.1. APRESENTAÇÃO

O minério fosfático é importante na fabricação de insumos agrícolas, os quais tem sua demanda ampliada a cada ano, devido a isto estudos são feitos na busca de uma melhor recuperação deste bem mineral. Este minério raramente ocorre nos jazimentos em condições de serem utilizados diretamente como matérias-primas para obtenção de bens de consumo, para adequá-lo à produção desses bens o minério deve ser submetido a algum tipo de processamento, a fim de se obter o componente de interesse de uma forma mais concentrada e na especificação de mercado.

Paiva M. P. *et al.* (2011), Ferreira *et al.* (2004) e Oliveira (2007) desenvolveram trabalhos relacionados a este minério. Os trabalhos envolveram a caraterização química do minério fosfático, teste com diferentes tipos de coletores, viabilidade de se purificar o concentrado de rocha fosfática pela utilização de separação magnética de alto campo, e ainda as dificuldades de concentração deste minério. Estes trabalhos serão descritos no capítulo de referencial teórico.

1.2. JUSTIFICATIVA

Os minerais carbonatados, considerados parcialmente solúveis, tem características superficiais semelhantes à apatita. Portanto a separação da apatita dos minerais de ganga silicatada e, principalmente, carbonatada se torna complexa. Os reagentes utilizados para flotação de apatita coletam também minerais de ganga carbonatada, pois interagem com os sítios Ca²⁺ na superfície dos minerais.

Diante disso, propõe-se a elaboração de um trabalho cuja objetivo é a otimização da flotação do minério fosfático sílico-carbonatado de Araxá-Minas Gerais.

1.3. OBJETIVO

Otimizar o processo de flotação do minério fosfático sílico-carbonatado de Araxá, MG.

Os objetivos específicos são:

- i. Realizar a caracterização química e granulométrica do minério sílicocarbonatado;
- ii. Comprovar o incremento do teor na rota de processo onde se aplica a separação magnética de alto campo antes da flotação aniônica direta;
- iii. Avaliar a eficiência da flotação aniônica direta do minério sílico-carbonatado com coletor a base de óleo vegetal.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Na Revisão Bibliográfica serão abordados tópicos como fertilizantes, minérios fosfatados, flotação em célula mecânica e separação magnética, com vista no conhecimento dos assuntos abordados durante o desenvolvimento do projeto.

2.1. FERTILIZANTES

Os fertilizantes constituem um dos principais insumos agrícolas e estão definidos na legislação brasileira (Decreto 86.955, de 18 de fevereiro de 1982) como "substâncias minerais ou orgânicas, naturais ou sintéticas, fornecedoras de um ou mais nutrientes das plantas". Eles abrangem funções como repor ao solo os elementos perdidos, além de manter e/ou ampliar o seu potencial produtivo (Dias & Fernandes 2008).

Dentre os nutrientes que as plantas necessitam estão os macronutrientes como carbono, hidrogênio, oxigênio, nitrogênio, fósforo, enxofre, cálcio, magnésio e potássio, e os micronutrientes, os quais são boro, cobalto, cobre, ferro, manganês, molibdênio e zinco. Ainda segundo Dias & Fernandes (2008), se o solo não dispuser de suficiente quantidade dos nutrientes citados, mesmo aqueles minimamente necessários, há prejuízo no crescimento e no desenvolvimento da planta. Alguns desses elementos são abundantes no meio ambiente e são diretamente assimiláveis pelas plantas, como carbono, hidrogênio e oxigênio. Entretanto, como exemplo pode ser destacado o nitrogênio, que apesar de disponível na atmosfera, não é diretamente absorvível pelas plantas, ou o seu processo de absorção se apresenta muito lento face à demanda produtiva.

Deste modo, indústrias produzem fertilizantes utilizados na agricultura para aumentar a quantidade de nutrientes do solo, o que propicia a restauração de terras fracas e desenvolvimento para novas áreas de plantio. O IBGE (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística) apresentou em um relatório durante a Rio+20 o crescimento do uso de fertilizantes no Brasil. Entre os anos de 1992 e 2012, o consumo mais que dobrou, pulando de 70 quilos por hectare para 150 quilos por hectare em vinte anos (Meloni 2013). Os adubos sintéticos são os compostos químicos que visam suprir as deficiências em substâncias vitais à sobrevivência dos vegetais. Estes se dividem em dois grupos de fertilizantes, sendo os inorgânicos e os orgânicos.

Os orgânicos compreendem estercos bovinos, farinhas, bagaços, cascas e restos de vegetais. Já os inorgânicos mais comuns contem nitrogênio, fosfatos, potássio, magnésio ou enxofre, sendo que sua vantagem está no fato de conter grandes concentrações de nutrientes que podem ser absorvidos quase que instantaneamente pelas plantas.

Os principais elementos que são devolvidos às plantas pelos adubos sintéticos são nitrogênio, fósforo e potássio, os quais compõem a sigla mundialmente utilizada NPK. O índice NPK indica o percentual de nitrogênio na forma de N elementar, o teor percentual de fósforo na forma de pentóxido de fósforo (P₂O₅), e o conteúdo percentual de potássio na forma de óxido de potássio (K₂O).

Para as plantas, o nitrogênio é necessário nos primeiros estágios de crescimento, para o desenvolvimento de caules e folhas e tem origem do ar atmosférico. O fósforo estimula o crescimento e acelera a formação de sementes e de frutos, nos estágios avançados de crescimento, tendo como fonte a rocha fosfática. Já o potássio é essencial ao desenvolvimento de amidos, açúcares, e do material fibroso das plantas, sendo usualmente encontrado na forma de sal e presente em vários grupos de rochas.

De acordo com dados do IBRAM (Instituto Brasileiro de Mineração), o nitrogênio é um insumo prontamente disponível no mundo e seus principais países produtores são China, Estados Unidos, Índia e Rússia. O nitrogênio é produzido a partir da síntese da amônia com o gás carbônico, sob condições de temperatura e pressão elevadas (Malavolta & Moraes 2006). A demanda por rocha fosfática mundial é determinada pela produção de fertilizantes fosfatados (86%) e em menor quantidade para indústria e nutrição animal. Seus principais países produtores são Estados Unidos, Marrocos, Rússia e China. O potássio tem grande limitação no mercado sendo extraído pelos países Canadá, Rússia, Bielorrússia e Alemanha.

No Brasil, dentre as empresas produtoras de fertilizantes NPK está a Vale Fertilizantes, sendo que seu consumo no país se mostra concentrado em quatro principais culturas: soja, milho, cana-de-açúcar e café.

Paiva M. P. *et al.* (2011) descrevem em seu artigo a especificação dos fertilizantes na indústria atual. Segundo eles, é necessário que os produtos de fosfato tenham o teor maior que 30% de P₂O₅, razão CaO/P₂O₅ menor que 1,6 e teor de MgO inferior a 1%. Caso os minérios de fosfatos não preencham esses critérios, é necessário remover suas impurezas por algum meio de beneficiamento.

2.2. ROCHA FOSFÁTICA

O fósforo é um elemento que pertence ao grupo dos metaloides, apresentando número atômico 15. Apresenta-se distribuído no meio ambiente e ocorre sob a única forma estável, como íon ortofosfato (PO₄)³⁻, na forma de sais, denominados fosfatos, sendo esses compostos muito ativos, mesmo a baixas temperaturas.

Em termos mundiais, a rocha fosfática é a única fonte de fósforo viável, estando contida nos depósitos de origens sedimentares (85%), ígneas (15%) e biogenéticas.

As maiores reservas mundiais de fosfatos, conforme dados do Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) de 2008, estão em países como Marrocos (60%), China (15%), Estados Unidos (4%), África do Sul (4%) e Jordânia (2%), que detêm 85% das 56 milhões de toneladas das reservas da rocha. As reservas de minério fosfático oficialmente aprovadas no Brasil, em 2008, são de 4.769 milhões de toneladas (Mt), onde cerca de 2.510 Mt representam as reservas medidas, 1.107 Mt as indicadas, com 231 Mt e 106 Mt, respectivamente, em termos de P_2O_5 contido. Portanto, as reservas brasileiras somam 337 Mt de P_2O_5 contido (medida + indicada) o que representa cerca de 0,72% das reservas mundiais (Souza & Fonseca 2008).

No Brasil, cerca de 80% das jazidas fosfáticas naturais são de origem ígnea com presença acentuada de rocha carbonatítica e minerais micáceos, com baixo teor, expresso em P₂O₅. Os maiores produtores são os Estados Unidos, Rússia e Marrocos. Já a produção no Brasil se agrupa nos municípios de Tapira, Araxá, Patos de Minas, e Lagamar no Estado de Minas Gerais, Catalão e Ouvidor em Goiás, Cajati e Registro no estado de São Paulo, Campo Alegre de Lourdes e Irecê no Estado da Bahia e Arraias no Estado de Tocantins.

Conforme dados retirados do DNPM, o uso da rocha fosfática na produção de fertilizantes fosfatados se dá por meio de processos via úmida, onde o concentrado é colocado em contato com o ácido sulfúrico para produzir o ácido fosfórico, produto intermediário básico na produção dos fertilizantes fosfatados de alta concentração.

Para aumentar a produção de concentrados de rochas fosfáticas e permitir o melhor aproveitamento do recurso mineral, investimentos em estudos que visam o aumento da recuperação metalúrgica de fósforo, buscam a melhoria da qualidade do concentrado produzido, o aproveitamento das frações finas e de rejeitos antigos, bem como estudos de concentração de minérios silicatados e carbonatados são estritamente necessários.

2.3. MINERAL APATITA

A classe mineral dos fosfatos é caracterizada pelo grupo aniônico PO₄-³, e tem como principais minerais a monazita e a apatita, principal objeto deste trabalho. As apatitas apresentam fórmula geral Ca₅(PO₄)₃(F, CI, OH), de acordo com o constituinte presente, cloro, flúor ou hidroxila, podem ser classificadas respectivamente por cloroapatita, fluorapatita e hidroxiapatita, extraídas principalmente de rochas fosfáticas.

A apatita é a principal fonte natural do elemento fósforo, considerado um nutriente indispensável ao desenvolvimento da vida vegetal. Sua mineralogia é bastante complexa, podendo ocorrer em todos os ambientes geológicos. No entanto, os seus minérios mais importantes sob o ponto de vista econômico, são os relacionados a ambientes sedimentares. Minerais de apatita são utilizados, principalmente na fabricação de fertilizantes fosfatados, e ácido fosfórico. Apresentam teor de P₂O₅, nesse tipo de depósito, oscilando de 4% a 15%.

Além de serem usados na produção de ácido fosfórico (H₃PO₄) para a fabricação de fertilizantes, os sais fosfatados são usados também na fabricação de detergentes sintéticos (polifosfato de sódio) e em dentifrícios (fosfato de cálcio). Ainda

se utilizam fosfatos condensados no tratamento de águas para fins industriais, dentre outras aplicações (Oliveira 2007).

2.4. COMPLEXO CARBONATÍTICO DO BARREIRO

Localizado ao sul do município de Araxá (MG), conforme a Figura 2.1, o Complexo Alcalino-Carbonatítico do Barreiro está centrado nas coordenadas 46°23'88"W e 19°39'66"S. De acordo com Seer (1999) "o complexo é situado em meio a xistos e quartzitos do Grupo Ibiá, uma escama tectônica encimada pelo Grupo Araxá e sobreposta ao Grupo Canastra, compondo a Sinforma de Araxá, que se apresenta como uma dobra regional localizada na porção Sul da Faixa Brasília".



Figura 2.1 - Localização do Complexo Carbonatítico do Barreiro. Fonte: Cruz *et al.* 2011.

O depósito alcalino-carbonatítico é constituído por rochas ultramáficas metassomatizadas, cortadas por carbonatitos, com enriquecimento residual de fosfato e espesso manto de intemperismo. O Complexo possui estrutura dômica, de formato semicircular e tem aproximadamente 4,5 Km de diâmetro.

Suas principais mineralizações são nióbio na porção central, fosfato na porção nordeste, além de urânio e ETR na porção norte. Tais depósitos estão associados a materiais em processo de alteração, sendo concentrados por processo de enriquecimento supergênico. São encontradas rochas extremamente intemperizadas,

que formam coberturas lateríticas que podem atingir até 230 metros de espessura. O minério da jazida de fosfato de Araxá corresponde ao tipo apatítico, sendo classificado como oxidado, cimentado/bitolado, silicatado e sílico-carbonatado, com base nos teores de P₂O₅ total e P₂O₅ apatítico, CaO, MgO e a relação CaO/P₂O₅ (Cruz *et al.* 2011).

Esta jazida está em lavra pelas empresas Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, responsável pela retirada do pirocloro, e também o grupo Vale Fertilizantes, responsável pela lavra da apatita.

2.5. MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO

Como enfatizado na seção referente ao Complexo Carbonatítico do Barreiro, o minério pode ser classificado em oxidado, cimentado/bitolado, silicatado e sílicocarbonatado, com base nos teores de P₂O₅, CaO, MgO e a relação CaO/P₂O₅ (Cruz *et al.* 2011).

O minério sílico-carbonatado é formado através do intemperismo químico das rochas de filiação carbonatítica. Nos afloramentos intemperizados, o minério sílico-carbonatado ocorre sob a forma de rocha semi-alterada a muito alterada, mas ainda conservando a estrutura original. O minério sílico-carbonatado é constituído por silicatos e carbonatos, onde se encontra calcita, dolomita e magnesita em diferentes proporções. Estes tipos de depósitos podem ser encontrados nos complexos alcalinos carbonatíticos de Araxá (MG), compondo 50% da reserva, e Catalão (GO), representando 45% da reserva (Paiva P. R. P. *et al.* 2011).

A separação do minério sílico-carbonatado se destaca do minério oxidado pelas dificuldades encontradas na concentração seletiva dos minerais. A técnica de flotação está intimamente ligada à composição química da apatita que varia, significativamente, nas diferentes rochas portadoras de mineralização.

Os minerais carbonatados e fosfatados possuem características muito próximas de superfície, dificultando a separação por uma propriedade diferenciadora de superfície e obtendo respostas semelhantes à flotação frente a coletores aniônicos e catiônicos (Oliveira 2007).

22

2.6. PREPARAÇÃO DO MINÉRIO

Na rota de tratamento do minério fosfático, antecedem à concentração as etapas de preparação do minério para tal operação. As principais etapas, considerando o minério fosfático, são a fragmentação do material, classificação e a retirada de material ferromagnético.

2.6.1. Fragmentação

Cominuição ou fragmentação corresponde ao conjunto de operações de redução de tamanho das partículas minerais. Esta etapa é um ponto sensível no gerenciamento e operação de uma usina.

As operações de cominuição podem ser classificadas como britagem e moagem. Elas são diferentes em dois aspectos, sendo estes a faixa granulométrica do produto gerado e os mecanismos de fragmentação envolvidos. Na britagem as partículas grosseiras sofrem ação das forças de compressão e impacto, e na moagem, que se restringe às frações mais finas, utilizam de mecanismos de abrasão e cisalhamento (Chaves & Peres 2013).

Dentro da operação de cominuição, a britagem é responsável pela fragmentação grosseira, tendo os processos divididos de forma geral em primário e secundário. Nas primeiras etapas da cominuição, como os blocos de materiais são grandes, devem ser usados britadores mais robustos, devido ao maior porte das partículas transportadas da mina, que operam em circuito aberto e com ou sem grelhas para o escalpe.

As dimensões dos blocos vindos da mina irão definir o tipo de britador a ser utilizado na britagem primária. Os equipamentos utilizados neste estágio podem ser britadores de mandíbulas, giratórios, impacto e rolos dentados (Valadão & Araújo 2007). O principal parâmetro da britagem é a relação de redução (RR), que corresponde à relação entre o diâmetro da partícula da alimentação (A80¹) e o diâmetro da partícula do produto (P80¹), Equação 1. Pode-se dizer que, quanto maior a relação de redução, maior a eficiência de britagem. A razão de redução na operação de britagem gira em torno de 8:1, sendo realizada a seco.

$$RR = \frac{A80}{P80} \tag{1}$$

A moagem é considerada a última etapa da operação de cominuição, onde se obtém um produto adequado à concentração ou a outro processo industrial. Na moagem, as partículas são reduzidas por combinação de forças, de impacto, abrasão e atrito, até que o material esteja adequado e devidamente liberado, para uma maior eficiência nas operações subsequentes (Souza & Oliveira 2012).

Os objetivos da moagem são a liberação das espécies minerais com vistas às operações de concentração subsequentes, adequação de produtos às especificações granulométricas, transporte em minerodutos, adequação ao uso subsequente, e aumento da área de superfície para facilitar a reação química em processos hidrometalúrgicos (Chaves & Peres 2013).

Os fatores que influenciam na operação dos moinhos são basicamente o tipo de processo (a úmido ou a seco), o tipo de circuito (aberto ou fechado), a carga circulante presente na operação, a porcentagem de sólidos, o tipo de corpos moedores, a forma com que a carga se move dentro do moinho, a velocidade de operação (em função da porcentagem da velocidade crítica) e o fator de enchimento do moinho.

De acordo com Chaves & Peres (2013), as características principais de um moinho são suas dimensões (diâmetro e comprimento), sendo a potência instalada função principal das mesmas e diretamente afetada por suas variáveis operacionais.

¹ A80, P80 são aberturas que deixam passar respectivamente 80% da alimentação e do produto (Valadão & Araújo 2007).

As principais variáveis operacionais são a quantidade de corpos moedores, a velocidade de rotação e a porcentagem de sólidos.

Sobre a porcentagem de sólidos, a quantidade de água adicionada à polpa depende da granulometria de alimentação e do tipo de moinho. A utilização de polpas diluídas leva a uma moagem pouco eficiente, devido à maior dispersão das partículas sólidas na polpa reduzindo a probabilidade do choque destas com os corpos moedores. Com o aumento da porcentagem de sólidos também se o observa o aumento da eficiência da moagem.

Em relação à velocidade de operação dos moinhos, existe um parâmetro conhecido como velocidade crítica (N_c), a qual representa a velocidade máxima operacional do moinho para que ocorra a moagem, acima desta os corpos moedores ficam aderidos a carcaça do moinho, ocorrendo a centrifugação da carga moedora, impossibilitando a fragmentação. Os moinhos de bola têm sido operados com sucesso em velocidade de 60% a 90% da velocidade crítica, mas a maioria deles opera com velocidade de 65% a 75% da velocidade crítica.

A velocidade crítica é expressa pela Equação 2 (Valadão & Araújo 2007).

$$N_c = \frac{42.3}{\sqrt{D-d}} \tag{2}$$

Nesta equação N_c corresponde à velocidade crítica do moinho (em RPM), D diâmetro interno do moinho (em m) e d diâmetro das bolas (em m).

A variável fator de enchimento corresponde a % do volume interno do moinho ocupado pela carga moedora, incluindo seus espaços vazios. Com uma carga que ocupe 50% do volume interno, a potência absorvida pelo moinho apresenta valor máximo.

Para que se avalie a eficiência da moagem, o parâmetro mais comum utilizado é também a relação de redução, como na britagem. A razão de redução na operação de moagem pode atingir 20:1, sendo realizada a seco ou a úmido (Souza & Oliveira 2012).

2.6.2. Separação Magnética

A retirada de materiais ferromagnéticos ocorre a partir do emprego da etapa de separação magnética de baixo campo.

Uma região onde existam forças magnéticas é caracterizada como um campo magnético. Se uma partícula sólida é colocada num campo magnético de intensidade H no seu interior será gerado um campo magnético induzido, de intensidade B. A razão entre o campo gerado e o campo induzido é μ , chamada permeabilidade magnética. O símbolo μ representa o aumento relativo do fluxo magnético em razão da presença do material magnético no interior do campo indutor (Valadão & Araújo 2007).

Os minerais podem ser divididos em 3 grupos, de acordo com seu comportamento quando submetidos a um campo magnético.

Os paramagnéticos, quando minerais são atraídos fracamente por um campo magnético, como por exemplo a pirrotita; os minerais diamagnéticos, quando os minerais são repelidos por um campo magnético, como por exemplo, o quartzo, e sua permeabilidade magnética é negativa; e os minerais ferromagnéticos, que são os minerais paramagnéticos, porém são atraídos fortemente por um campo, como a magnetita.

A separação magnética tem como propriedade diferenciadora a susceptibilidade magnética, tendo duas aplicações industriais, concentração ou purificação de minerais e a extração ou remoção de sucatas. A técnica pode ser realizada em diversos equipamentos separadores, de alta ou baixa intensidade de campo, com operações a seco, quando granulometria grosseira, ou via úmida, quando granulometria fina.

Os separadores magnéticos de baixa intensidade separam minerais que não necessitam de um campo forte para serem atraídos por este, separando os minerais diamagnéticos de minerais ferromagnéticos. Os separadores magnéticos de alta intensidade por sua vez separam minerais que tem susceptibilidade magnética mais próximas e necessitam de um campo forte para serem liberados, são separados os

minerais diamagnéticos dos minerais paramagnéticos. Os principais tipos de separadores magnéticos são de tambor, Jones, *Ferrous Wheel*, separador de correia, de rolo e de carrossel (Souza & Oliveira 2012).

2.7. CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRAS

Os minérios apresentam, em geral, características e peculiaridades próprias e, devido a isto, processos tecnológicos adequados para um dado minério, nem sempre poderão ser efetivos para um minério similar.

O conhecimento das características principais dos minerais auxilia no processo com informações que estejam relacionadas diretamente ao desenvolvimento e otimização das técnicas de beneficiamento mineral para fins metalúrgicos.

2.7.1. Propriedades físicas

No beneficiamento de minerais é imprescindível que se conheça todas as propriedades do sólido ou da polpa que se deseja concentrar. Algumas das variáveis de grande importância são a densidade, porcentagem de sólidos e a umidade do minério, sendo ela natural ou não.

A densidade de uma substância é uma propriedade intensiva, a qual não depende do tamanho de uma amostra, obtida pela razão entre duas propriedades extensivas, as quais são dependentes do tamanho desta amostra. Esta grandeza é definida como a razão entre a massa de uma determinada substância, que, no processamento mineral, pode ser uma amostra de rocha, minério ou mineral, e o seu volume (César *et al.* 2004).

Como no beneficiamento de minérios o manuseio do minério se dá na forma de grãos e grandes volumes de água, tem-se a necessidade de se conhecer a densidade real do sólido. Uma das técnicas mais utilizadas para a mensuração da densidade real de sólidos é o método de picnometria. 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, conforme ilustrado na Figura 2.2.



Figura 2.2 - Picnômetros utilizados para determinação de densidade de sólidos. Fonte: Autoria própria.

O método da picnometria consiste basicamente em aferir as massas de minério e água juntamente com o picnômetro. Afere-se a massa do picnômetro vazio, em seguida com minério, e logo após com água, assim entre as subtrações, a densidade da água nesta temperatura e ainda do volume do picnômetro, determina-se a densidade real do sólido (Sampaio *et al.* 2007).

Utiliza-se a Equação 3 para calcular a densidade do sólido.

$$d_s = \frac{(A_2) - (A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)} \tag{3}$$

Onde:

- ds densidade dos sólidos;
- A₁ massa do picnômetro;
- A₂ massa do picnômetro + amostra;
- A₃ massa do picnômetro + amostra + água;
- A₄ massa do picnômetro + água.

Segundo Chaves (2013), "a densidade real do material úmido é conceitualmente incorreta. O que se quer expressar é que o filme de água que acompanha o sólido é uma camada monomolecular e não ocupa um volume mensurável na escala de grandeza da prática industrial. Então, embora a massa das partículas úmidas seja maior que a das partículas secas, o seu volume, dentro de

certos limites não é. Já a densidade aparente do material úmido é conceitualmente correta – todo mundo sabe que uma pá de terra úmida pesa mais que uma pá de terra seca. "

Outra característica importante é a porcentagem de sólidos que a polpa apresenta. Segundo Chaves (2013), há vantagens de se tratar o minério por processos a úmido, dentre outras, destacam-se que a água funciona como meio de transporte e de separação, minimiza o calor gerado no processo, caso da moagem e impede a geração de poeiras nas diversas etapas do processo. Quando o minério é manuseado, a água a ele associada pode ser quantificada por sua umidade, densidade de polpa ou ainda, porcentagem de sólidos.

Quando este acontece com a umidade natural, diz-se que é um beneficiamento a seco, e como a quantidade geralmente é pequena, fala-se em apenas umidade. A umidade pode ser representada em base seca, ou em base úmida, de acordo com as Equações 4 e 5, respectivamente.

umidade base seca (%) =
$$100x \frac{(massa \, \acute{u}mida) - (massa \, seca)}{massa \, seca}$$
 (4)

Pelas equações vê-se que numericamente a umidade em base seca é maior, isso porque tem seu denominador menor, e em ambos casos o numerador permanece constante. Geralmente a umidade em base úmida é usada em projetos de transportadores contínuos, transporte em caminhões, e a umidade em base seca é usada em trabalhos de pesquisa e cálculos científicos (Chaves 2013).

2.7.2. Caracterização Granulométrica

A granulometria da amostra ou do minério tem grande influência durante o processo. Logo é necessário conhecer a distribuição granulométrica do material e representá-la através de uma curva, chamada Curva Granulométrica.

O peneiramento é um método clássico usado para realizar análises granulométricas na prática laboratorial. Entende-se por peneiramento, a separação de um material em duas ou mais classes. A determinação das faixas de tamanho das partículas é feita por meio de uma série de aberturas de peneiras que mantém entre si uma relação constante (Valadão & Araújo 2007).

2.7.3. Caracterização Mineralógica e Química

As análises mineralógicas qualitativas permitem uma visualização do comportamento dos minerais em face do beneficiamento, independente se representa mineral valioso. Esse tipo de análise se baseia essencialmente nas identificações dos minerais que compõem a amostra. O método usual de identificação mineral pode ser Difratometria de raios X (DRX), e para identificação química a Fluorescência de Raios X (Porphírio *et al.* 2010).

Ainda de acordo com Phophírio *et al.* (2010), a Difratometria de Raios X requer pequena quantidade de amostra, além de ser um procedimento de baixos custos operacionais e rápido quando totalmente automatizado. A difração de raios X é empregada não só para a identificação de 95% das substâncias inorgânicas, da mesma forma para os estudos das estruturas cristalinas. É também a técnica que mais se aplica à investigação dos argilominerais, devido à baixa granulometria natural (< 2 µm) destas espécies minerais.

A difração de raios X é um fenômeno alcançado através de um processo no qual os raios, que incidem sobre a amostra, são dispersos pelos elétrons dos átomos, sem mudança do comprimento de onda (dispersão de Bragg). A difração resultante de um cristal, compreendendo posições e intensidades das linhas de difração, é uma propriedade física fundamental que serve para sua identificação, semi quantificação e estudos de sua estrutura.

A Fluorescência de Raios X tornou-se uma técnica universal de análise química de minerais. Ela se baseia no processo de excitação da amostra devido a irradiação por um feixe primário de raios X, que resulta na produção de uma radiação secundária devido à característica dos elementos químicos presentes. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e as intensidades da radiação, é possível, não só identificar esses elementos (usada para Na, Mg, Al, Si, P, K, Ti, Ca, Mn e Fe), como também proceder à quantificação. Uma vantagem da FRX é que os materiais estão sólidos, sendo assim há uma economia em tempo de preparo (Valadão & Araújo 2007).

2.8. FUNDAMENTOS DA FLOTAÇÃO

A etapa de concentração corresponde à separação entre os minerais úteis e os de ganga, a qual depende basicamente de três itens, liberação das espécies minerais, existência de propriedade diferenciadora seja ela natural ou induzida, e separabilidade dinâmica, correspondendo à característica necessária ao equipamento no qual está ocorrendo a concentração do mineral. De acordo com Peres & Araújo (2013), a liberabilidade dos grãos ocorre por meio de fragmentação, intercalada com etapas de classificação por tamanho. A separabilidade dinâmica está diretamente ligada aos equipamentos empregados. E a diferenciabilidade é a base da seletividade do método.

várias propriedades consideradas Existem que podem ser como diferenciadoras na concentração de minerais, como densidade, condutividade elétrica, forma, susceptibilidade magnética, radioatividade, reatividade química, reatividade de superfície, entre outras. A reatividade de superfície tem se tornado a principal propriedade diferenciadora aplicada na concentração de minerais, por meio do método de flotação. O método trata misturas heterogêneas de partículas suspensas em fase aquosa em contato com bolhas de ar, visando à concentração de determinados tipos de minérios, separando-os dos demais. Para que seja possível separar as espécies minerais presentes na suspensão aquosa, o processo faz uso de diferenças entre as energias livres das interfaces, sólido/líquido, líquido/gás e sólido/gás envolvidas (Luz et al. 2010).

A seletividade do processo de flotação baseia-se no fato de que a superfície de diferentes espécies minerais pode apresentar distintos graus de hidrofobicidade. O conceito de hidrofobicidade de uma partícula está associado à sua "molhabilidade" pela água, sendo que as partículas hidrofóbicas interagem menos com a água. O conceito oposto é chamado de hidrofilicidade. Em termos de polaridade, os compostos químicos dividem-se em polares e apolares, em função de apresentarem ou não um dipolo permanente. A importância da polaridade se refere ao fato de que existe afinidade entre substâncias ambas polares ou ambas apolares, não havendo, geralmente, afinidade entre uma substância polar e outra apolar (Peres & Araújo 2013).

A passagem de um fluxo gasoso pelo equipamento possibilita a separação de partículas. Durante a operação, as espécies minerais hidrofóbicas ligam-se às bolhas de ar, sendo levadas para a superfície devido à diferença de densidade entre agregado partícula-bolha e polpa, sendo concentradas na espuma de onde são recolhidas. A lavagem da espuma na porção superior da coluna derruba as partículas não coletadas arrastadas mecanicamente, aumentando assim o teor do concentrado (Luz *et al.* 2010).

A flotação pode ser direta ou reversa. No processo de flotação direta, os constituintes minerais indesejáveis no processo são os minerais hidrofílicos, que são impedidos de flutuar e são arrastados para o fundo. O produto de valor econômico, o concentrado, é coletado no topo. Ainda se tem o processo de flotação reversa em que os minerais indesejáveis saem na espuma e o produto de interesse afunda na célula ou coluna. A escolha entre flotação direta ou reversa se baseia no princípio de se flotar a menor massa. O esquema da flotação direta e reversa é apresentado na Figura 2.3.



Figura 2.3 - Representação esquemática da flotação direta e reversa. Fonte: Autoria própria.

No processo de flotação, a quantidade de partículas removidas na espuma por unidade de tempo (velocidade de flotação) depende de três etapas, colisão, adesão e transporte da partícula até a zona de coleta, que ocorrem em sequência.

A colisão das partículas com as bolhas, não é um processo seletivo, sendo possível a partir da quantidade de movimento (velocidade de agitação, tamanho e densidade das partículas) com o fluxo oposto que se cria devido às bolhas serem formadas na extremidade oposta à alimentação. A probabilidade de colisão aumenta

com o acréscimo de turbulência, do tamanho das partículas e diminuição das bolhas (Baltar 2008).

A adesão está fortemente relacionada com a seletividade, ao passo que apenas as partículas hidrofobizadas se aderem às bolhas. Assim, é necessário que o sistema atenda requisitos termodinâmicos (condições favoráveis ao surgimento da interface gás/sólido) e cinéticos (adesão ocorre durante o tempo que permanecem em contato).

O transporte é a etapa que carrega as partículas até a zona de coleta, sendo assim não deve haver a ruptura do agregado bolha-partícula durante o arraste, ele é favorecido por bolhas grandes e partículas pequenas (Baltar 2008).

Assim, as variáveis como tamanho de bolhas e partículas, turbulência do sistema, vazão de ar, devem estar em perfeito equilíbrio para que a flotação ocorra de forma seletiva.

A flotação demanda a participação de reagentes químicos para que a seletividade do processo seja alcançada, são compostos orgânicos e inorgânicos com o objetivo de controlar as características das interfaces envolvidas no processo. Qualquer espécie que apresenta tendência em se concentrar em uma das interfaces pode ser classificada como um "agente ativo na superfície" (Peres & Araújo 2013). De acordo com seu papel, são classificados em coletores, espumantes e modificadores.

Coletores são aqueles que atuam na interface sólido/líquido alterando a superfície mineral de hidrofílica para hidrofóbica. São surfactantes, compostos orgânicos heteropolar. A parte polar dos coletores se adsorve na superfície do mineral e a parte apolar fica em contato com a polpa, proporcionando à superfície maior afinidade com o ar (hidrofobicidade). Os tipos de coletores utilizados para o minério fosfático são óleos e gorduras vegetais, compostos ricos em ácidos graxos.

Na maioria das vezes, no processo de flotação, passar o ar pela polpa não é suficiente, sendo necessária a formação de uma espuma mais estável que possa ter uma menor tensão superficial e dure o tempo necessário para o transporte das partículas sólidas. A estabilidade das bolhas de ar é obtida através de reagentes chamados espumantes, os quais abaixam a tensão superficial na interface líquido/ar

e ainda atuam na cinética da interação partícula/bolha fazendo com que o afinamento e a ruptura do filme líquido ocorram dentro do tempo de colisão. Os espumantes mais utilizados são álcoois alquílicos ou arílicos, certos aldeídos orgânicos ou acetonas, aminas e nitrilos (Oliveira 2002).

Ao contrário da ação dos coletores e espumantes as ações dos modificadores são distintas. Os moduladores de pH, são reagentes inorgânicos utilizados para o controle do pH do sistema, visando a maior eficiência do processo. Podem ser ácidos (sulfúrico ou clorídrico) ou bases (hidróxidos de cálcio, magnésio, sódio ou potássio, carbonato de sódio, etc.). As condições de pH do sistema de flotação afetam a estabilidade da suspensão e as condições para a adsorção do coletor, especialmente no caso de uma adsorção por atração eletrostática.

Moduladores do potencial eletroquímico do sistema agem com adição de agentes redutores e oxidantes. Há também o controle de dispersão das partículas na polpa ao utilizar agentes dispersantes e agregantes (coagulantes e floculantes). Os reagentes ativadores tornam mais eficaz a ação do coletor. E por fim os reagentes depressores são inibidores da ação do coletor e tornam a superfície dos minerais mais "molháveis" pela água, de forma seletiva, impedindo a coleta dos indesejáveis. No exemplo da apatita, a utilização do amido deprime seletivamente a calcita e os minerais contendo ferro (Valadão & Araújo 2007).

Os reagentes interagem com o sistema a partir de fenômenos de superfície. A adsorção expressa a concentração na interface, como matematicamente a interface é considerada bidimensional a adsorção é quantificada em termo de massa/área (g/cm² ou mol/cm³) e medida a partir da abstração de um reagente em solução por um sólido. A adsorção pode ser química (seletiva e irreversível) ou física (pouco seletiva e reversível) (Peres & Araújo 2013).

Além da flotação propriamente dita, operações auxiliares estão envolvidas como:

- A atrição da superfície das partículas para remover cobertura de argilas ou óxidos;
- A deslamagem para eliminar finos e argilominerais nocivos ao processo;

34

- O adensamento da polpa para permitir o condicionamento;
- A dosagem e a adição de reagentes;
- O condicionamento;
- O transporte das popas e espuma;
- A instrumentação e controle automático do processo.

O condicionamento tem como finalidade colocar os reagentes em contato com as partículas minerais. Ele é feito em condicionadores, tanques cilíndricos agitados, de diâmetro igual ou muito próximo a altura. O condicionamento de depressores e ativadores precisa ser feito antes do condicionamento dos coletores e em condicionadores separados. Quanto maior o adensamento da polpa, maior a probabilidade de as gotículas de reagente colidirem com as partículas minerais e assim dar início a coleta. O tempo de condicionamento precisa ser determinado experimentalmente para cada minério e para cada condição operacional (Chaves & Rodrigues 2013).

2.9. MÁQUINAS DE FLOTAÇÃO

A flotação pode ser realizada em células mecânicas, células pneumáticas e colunas de flotação, surgidas recentemente. As células são tanques projetados para receber continuamente a polpa a ser flotada, por uma das suas faces laterais, descarregar a espuma por sua parte superior e o restante da polpa com o afundado pela face oposta.

A característica básica das células de flotação é a presença de um impelidor (conjunto rotor e estator) na parte central, como mostrado na Figura 2.4. Esse dispositivo tem como objetivo suspender as partículas minerais através da agitação da polpa na parte inferior da célula, promover a geração de bolhas de ar e o contato partícula-bolha (Valle 2012).

O movimento do rotor gera uma pressão negativa dentro da polpa. O ar aspirado passa por dentro do tubo que gira. Em muitos casos o ar é suficiente, mas também pode-se injetar ar no interior da célula.





As células mecânicas podem ser diferenciadas quanto ao fluxo de polpa e a aeração. Quanto ao fluxo de polpa, existem as células *cell to cell*, que possuem vertedouro entre cada compartimento, e *open flow*, com passagem livre da polpa. Quanto a aeração, existem as células *supercharged*, onde o ar é fornecido de compressores e injetado sob pressão e *self-aerating* que usa a depressão criada pelo impelidor para sucção do ar e aeração da polpa (Souza & Oliveira 2012).

Segundo Baltar (2008), a opção por células grandes em uma usina de beneficiamento tem como vantagens menor ocupação de espaço horizontal na usina, menor custo de investimento, menor custo operacional de manutenção e menor consumo energético total. As células pequenas por sua vez apresentam como vantagens, maior flexibilidade para modificação do circuito, menor repercussão durante paradas para manutenção e maior eficiência do sistema de agitação e aeração.

Outro tipo de células são as pneumáticas, que foram desenvolvidas com o objetivo de suprir algumas deficiências das células mecânicas. A principal diferença
entre elas é a inexistência de impelidores para agitação, geração e dispersão das bolhas de ar. O princípio básico das células pneumáticas é geração e dispersão de ar na polpa, independente de agitação (Souza & Oliveira 2012).

As colunas de flotação vêm sendo instaladas e utilizadas na maioria das indústrias e diferem das células nos aspectos geométricos, água de lavagem, ausência de agitação mecânica e sistema de geração de bolhas. As variáveis que podem influenciar na coluna de flotação são o fluxo de polpa, fluxo de ar, tamanho das bolhas, tamanho das partículas minerais, água de lavagem, altura da camada de espuma, porcentagem de sólidos da polpa e tempo médio de residência. Em relação às células mecânicas, sua agitação é mais branda e flotam bem as partículas mais grossas e mais finas. O tempo de residência da bolha dentro da coluna é muito grande, uma vez que as bolhas são geradas na base do equipamento e o percorrem inteiramente até serem descarregadas na parte superior. Além disso, as colunas podem ser instaladas ao tempo e ocupam área projetada menor que as células mecânicas (Akira & Valle 2013).

As colunas apresentam um desenvolvimento recente. No Brasil a primeira aplicação industrial data de 1991, na mina de Germano, em Mariana (MG). O esquema básico do equipamento corresponde à uma alimentação introduzida no terço superior da coluna, e o ar na sua base, Figura 2.5.

As partículas sólidas afundam na polpa e encontram em seu percurso bolhas de ar e passam a ser arrastadas para cima. Se não, continuam o seu percurso descendente, porém sempre em choque com bolhas que estão subindo. Com esse processo as etapas *rougher* e *scavenger* são feitas nos dois terços inferiores da coluna.



Figura 2.5 - Esquema de uma coluna de flotação. Fonte: Caldara & Correia, 2010.

As colunas de seção transversal circular apresentam diâmetros que variam entre 0,5 e 7,0 metros e alturas entre 7,0 e 15,0 metros. Para colunas com diâmetros maiores que 1,2 metros é comum a utilização de divisões internas verticais denominadas defletores (*baffles*). Os *baffles* seccionam a coluna entre os aeradores e o transbordo de espuma, com interrupção na região da alimentação da coluna e tem como objetivo minimizar os efeitos da turbulência interna da coluna de flotação (Chaves & Rodrigues 2013).

Segundo Oliveira (2002) as colunas de flotação apresentam como desvantagens: baixa área específica de superfície livre para transbordo do concentrado, comparativamente às células mecânicas de mesmo volume, e menor

valor de borda para transbordo do concentrado principalmente quando comparamos um circuito de células mecânicas com uma coluna somente.

Ainda de acordo com Chaves & Rodrigues (2013), a disponibilidade de um equipamento confiável é condição básica para um bom desempenho da operação unitária de flotação. Isso significa desempenho metalúrgico (capacidade de processo) e capacidade volumétrica para receber, transportar e distribuir os fluxos de alimentação, flotado e afundado, água e ar que atravessam o equipamento a cada instante.

2.10. CONCENTRAÇÃO DO MINÉRIO FOSFÁTICO SÍLICO-CARBONATADO

A presença de minerais do grupo carbonato nas rochas fosfáticas resulta na dificuldade de separação entre esses minerais e a apatita. Calcita, dolomita e magnesita possuem características semelhantes de superfície, e quando presente no minério fosfático podem inviabilizar o processo de flotação, o qual se caracteriza pela separação a partir da diferença de superfícies.

A flotação de minérios fosfáticos ocorre com uso de ácidos carboxílicos com diferentes tamanhos de cadeia carbônica. O processo químico é tal que os ácidos adsorvem na superfície da apatita por meio do processo de precipitação de sal (proveniente do ácido carboxílico) na superfície do mineral. A similaridade de comportamento dos minerais fosfáticos e dos minerais de ganga com relação ao processo de flotação aniônica é justificada pela semelhança de suas composições químicas de superfície e pela alta atividade de superfície dos coletores empregados com esses minerais. Além disso, a interação entre ânions e cátions dissolvidos na polpa e na superfície dos minerais prejudica bastante a seletividade do processo, permitindo que a adsorção possa ocorrer de forma global para as apatitas e ganga. A flotação das apatitas ocorre em ampla faixa de pH podendo obter alta recuperação do fósforo (Barros 2013).

O amido de milho, como se percebe em vários artigos, como Oliveira & Peres (2010), Santana (2011) e Paiva (2011), corresponde ao depressor mais utilizado para

flotação direta de fosfato. Este composto é encontrado em diversos grãos e tubérculos, sendo o milho sua principal fonte industrial no Brasil.

Diversos estudos são conduzidos a fim de melhorar a seletividade do processo de separação entre minérios fosfáticos e gangas silicatadas e carbonatadas.

Paiva M. P. *et al.* (2011) desenvolveram um trabalho que envolve caracterização do minério fosfático do Chile e da rota técnica do produto. Evidenciam que minerais semisolúveis como a hidroxiapatita, calcita, magnesita, barita são hidrofílicos e o uso de regentes para hidrofobizá-los são decisivos na eficiência da flotação. Foram realizados ensaios em células mecânicas e coluna, utilizando ácido graxo e oleato de sódio como coletores e amido de milho como depressor. Os melhores resultados foram atingidos ao utilizar o oleato de sódio como coletor em flotação em coluna, obteve-se recuperação maior que 96% e teores de 39% de P_2O_5 e ainda relação CaO/P₂O₅ igual a 1,3. A caracterização resultou na correlação direta entre cálcio, arsênio e fósforo, e inversa entre ferro e arsênio.

Paiva P. R. P. et al. (2011) lideraram o estudo de liberação do minério fosfático com vista na indústria de ácido fosfórico. A amostra inicial com 7,58% de P2O5 foi submetida a ensaio de flotação em célula mecânica Denver em dois estágios, rougher e cleaner. Como depressores foram utilizados metassilicato de sódio e amido de milho e como coletor, sulfosuccinamato. Evidenciou-se que após a separação magnética, deslamagem e atrição, o teor teve um incremento para 10,17% de P₂O₅, compondo a alimentação da flotação. Ao final do teste o teor foi aumentado para 38,11% com uma recuperação de 62,84%. Os dados corroboram que a flotação reversa da apatita alcançou bons resultados, em pH 5, devido a espécie do ácido fosfórico predominante nesta faixa, H₂PO₄, ser responsável pela depressão da apatita, o íon adsorve na superfície e forma pontes de hidrogênio com a água tornando-a hidrofílica. Esses resultados demonstraram também que flotação minimiza а reversa а dissolução/precipitação de íons de cálcio e magnésio na superfície aumentando sua eficiência. Concluiu-se que a flotação direta da apatita seguida de flotação direta de carbonato pode ser uma rota viável para obtenção de um concentrado de apatita na especificação da indústria de ácido fosfórico.

Oliveira & Peres (2010) estudaram a flotabilidade da apatita, a qual apresentou dados de relevância para este trabalho. Os melhores resultados foram obtidos nos testes com o uso do coletor oleato, na ausência de depressor, em pH 9 e na faixa de 11 a 12. As amostras eram de minério sílico-carbonatado, provenientes da mina de fosfato do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão - GO, de propriedade da Vale Fertilizantes.

Souza *et al.* (2014) utilizaram, em seu estudo, como depressor de calcita e silicatos, os compostos de fécula de mandioca. Neste trabalho também, os autores evidenciam quatro efeitos que os modificadores podem causar sendo eles, efeito direto no potencial zeta, redução da adsorção do coletor na superfície do mineral, alteração da composição química da polpa, e formação de espuma no processo. Em relação ao uso de fécula de mandioca, existe grande potencialidade para a utilização deste amido na indústria, mas a falta de grandes empresas produtoras dificulta seu emprego sistemático.

Santos *et al.* (2015) pesquisaram sobre o minério fosfático do depósito de Itataia, no Ceará. O processo de concentração é composto pela flotação *bulk*, a qual é realizada em duas etapas. Em primeira estância, ocorre a flotação direta de apatita e calcita e depressão dos minerais de sílica, em pH 10. Em seguida a flotação reversa, em pH 5,5, com coletor aniônico, óleo de jojoba, o qual coleta os minerais de calcita e silicatos na espuma e a apatita é deprimida, pelo ácido fosfórico ou cítrico, caracterizando a etapa *cleaner*. A melhor seletividade dos testes foi obtida com o coletor óleo de jojoba.

Albuquerque *et al.* (2012) dissertaram sobre o minério fosfático proveniente de rocha ígnea, o qual tem ganga carbonática e silicatada, procedente do depósito de Itataia, no Ceará. Os autores estudaram o processo de flotação realizado com um segundo coletor, o óleo de coco e depressor amido de milho. O estudo atinge teor de 30,5% de P₂O₅ e recuperação de 80,8%.

A concentração do minério fosfático é dependente de outra operação, a separação magnética de minerais de ganga.

Ferreira *et al.* (2004) estudaram a viabilidade de se purificar o concentrado de rocha fosfática pela utilização de separação magnética de alto campo, diminuindo o teor de hematita no concentrado final e incrementando a recuperação de P_2O_5 no circuito industrial. Utilizaram na pesquisa um separador magnético de alta intensidade, e avaliaram o efeito de diversas variáveis, tais como, campo magnético e % de sólidos. O estudo resultou na redução dos teores das principais impurezas além de um enriquecimento, em média, de 2% no teor de P_2O_5 do concentrado convencional.

Coutinho (2015) realizou uma pesquisa com objetivo de testar uma rota alternativa ao processo realizado para a concentração do mineral de apatita contido no minério fosfático sílico-carbonatado. No beneficiamento da apatita primeiramente é realizada a separação magnética de baixo campo, seguida do processo de flotação por espuma e por fim a separação magnética de alto campo. A primeira rota sugerida é a convencional e a segunda rota proposta é a separação magnética de alto campo seguida da técnica de flotação. Todos os produtos obtidos em laboratório foram encaminhados para análise química. A rota de processo convencional onde a separação magnética é feita após a flotação conferiu uma recuperação mássica global de 29,82% e teor de 10,74% de P₂O₅, com maior enriquecimento do fósforo.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais e a metodologia aplicada na realização dos testes de concentração que foram utilizados durante a execução da parte experimental deste trabalho. Os testes foram realizados no laboratório de Tratamento de Minérios do CEFET/MG em Araxá e as análises químicas em Belo Horizonte.

3.1. MATERIAIS

3.1.1. Obtenção das amostras

As amostras utilizadas no presente trabalho foram fornecidas pela Vale Fertilizantes, e são oriundas do Complexo Mineroquímico de Araxá (CMA). Foram recebidos 5 sacos, cada um com 20 quilogramas, totalizando aproximadamente 100 quilogramas de minério fosfático sílico-carbonatado provenientes diretamente da britagem primária, os quais foram submetidos a etapas de preparação de amostras.

3.1.2. Reagentes

Os reagentes necessários para os testes de flotação do minério fosfático são coletores aniônicos, depressores dos carbonatos e reguladores de pH. Tais reagentes usados foram:

- Coletor: óleo vegetal, Flotigam 5806 da marca Clariant, o qual foi submetido à um processo de saponificação;
- Depressor: amido de milho, o qual foi submetido à um processo de gelatinização com hidróxido de sódio;
- Regulador de pH: hidróxido de sódio (concentração 10%) previamente preparado em laboratório.

3.2. MÉTODOS

3.2.1. Preparação das amostras

A amostra recebida da mineradora foi submetida a etapas de secagem, cominuição, homogeneização, quarteamento, classificação e separação magnética, conforme mostra o fluxograma da Figura 3.1.





3.2.1.1. Secagem

Para a determinação da umidade natural do minério foram construídas pilhas cônicas a partir de cada saco de minério recebido, usando-se lona e espátulas. Os fragmentos encontrados foram separados para serem quebrados isoladamente. O material foi homogeneizado por método de tombamento e a partir de cada pilha foram retiradas amostras em pequena quantidade de cada saco recebido e colocada em placas de Petri. As amostras foram pesadas em balança semi-analítica, obtendo-se a massa da amostra úmida mais a placa de Petri, mostrado na Figura 3.2.



Figura 3.2 - Placa de Petri com minério úmido. Fonte: Autoria própria.

Em seguida, o conjunto foi levado à estufa, a temperatura de 100°C por 24 horas. Após este tempo a amostra é retirada da estufa e pesada novamente, obtendose o peso da amostra seca. Após o procedimento foram determinadas as umidades do sólido em base seca e base úmida a partir da Equação 4 e 5, respectivamente.

O material foi submetido à secagem na estufa a 100°C por 24 horas. Em seguida, foi escalpado em uma peneira com abertura de 3/8", onde o retido na peneira foi levado à britagem e o material passante, armazenado para posteriores testes.

3.2.1.2. <u>Cominuição</u>

O material com granulometria superior à 3/8" foi submetido à britagem. Utilizouse o britador de mandíbulas, mostrado na Figura 3.3, com set - abertura de saída do material - de ½", conforme a Figura 3.4. Durante a realização de testes no britador foram utilizados óculos de proteção e máscaras, pelos envolvidos.



Figura 3.3 - Britador de mandíbulas Laboratório de Tratamento de Minérios.

Fonte: Autoria própria.



Figura 3.4 - Vista superior do britador de mandíbulas com o set de abertura regulado em $\frac{1}{2}$ ".

Fonte: Autoria própria.

Todo o produto britado foi homogeneizado com o material passante do escalpe anterior e seguiu para o processo de moagem. Anteriormente aos testes de moagem, o material foi homogeneizado em pilha cônica, conforme Figura 3.5, e quarteado, inicialmente na pilha, como na Figura 3.6, e depois em quarteador mecânico Jones, de acordo com a sequência apresentada na Figura 3.7, com objetivo de obtenção de uma distribuição mais uniforme dos constituintes da amostra e retirada de 300 gramas para análise granulométrica da alimentação da moagem. A Figura 3.8 apresenta o quarteador Jones do laboratório.



Figura 3.5 - Pilha cônica para homogeneização. Fonte: Autoria própria.



Figura 3.6 - Quarteamento da pilha cônica para retirar amostra para análise granulométrica. Fonte: Autoria própria.



Figura 3.7 - Representação esquemática do quarteador mecânico Jones. Fonte: Sampaio *et al.* 2007.



Figura 3.8 - Quarteamento em quarteador Jones. Fonte: Autoria própria.

Antes da moagem propriamente dita, foram feitos dois testes para que se encontrasse a melhor condição para moer toda a amostra até o tamanho de 300 micrometros, critério utilizado para que o mineral estivesse liberado. A informação do grau de liberação do minério foi obtida por profissionais da área de Engenharia de Minas da Vale Fertilizantes.

Inicialmente o moinho de bolas, foi preenchido com 20 quilogramas de minério e operou a seco com velocidade de 40 RPM durante 15 minutos, teste de moagem 1. De acordo com o estudo de Oliveira (2015), os parâmetros do moinho são tais que na Tabela 3.1.

Parâmetros	Valor
Comprimento interno	590 mm
Diâmetro interno	570 mm
Velocidade crítica	56 rpm
Capacidade volumétrica	151 litros

 Tabela 3.1 - Características do moinho de bolas.

Fonte: Adaptado de Oliveira (2015).

A velocidade crítica do moinho disponível no Laboratório de Tratamento de Minérios CEFET/MG – Unidade Araxá, mostrado na Figura 3.9, é de 56 RPM. Portanto a frequência utilizada nos testes foi de 71% da velocidade crítica.



Figura 3.9 - Moinho de Bolas Laboratório de Tratamento de Minérios. Fonte: Autoria própria.

Foi realizado outro teste de moagem com a mudança dos parâmetros para 50 RPM, sendo 90% da velocidade crítica e 20 minutos, teste de moagem 2.

A Tabela 3.2 apresenta os dados dos testes de moagem.

Teste	1	2
Massa	20 Kg	20 Kg
Тіро	Seco	Seco
Velocidade	40 RPM	50 RPM
Tempo	15 min	20 min
Carga	37%	37%
% Nc	71%	90%

Tabela 3.2 - Parâmetros testes de moagem.

Fonte: Autoria própria.

De acordo com Oliveira (2015) a capacidade de carga do moinho de bolas é 37% de seu volume.

Para que os testes de moagem pudessem ser verificados de acordo com sua efetividade, realizou-se testes de peneiramento antes (a seco) e depois da moagem (a seco e a úmido). O tempo de peneiramento foi igual a 20 minutos e as peneiras utilizadas estão descritas na Tabela 3.3.

Alimentação (Seco)		Produto (Se	Produto teste 1 (Seco)		Produto do teste 1 (Úmido)		Produto do teste 2 (Úmido)	
Peneiras (#)	Abertura (mm)	Peneiras (#)	Abertura (mm)	Peneiras (#)	Abertura (mm)	Peneiras (#)	Abertura (mm)	
8	2,360	48	0,296	65	0,210	65	0,210	
20	0,837	70	0,212	100	0,150	100	0,150	
35	0,419	150	0,105	150	0,106	170	0,105	
65	0,209	200	0,074	200	0,074	200	0,074	
100	0,148	270	0,052	270	0,053	270	0,053	
150	0,105			325	0,044	325	0,044	

Tabela 3.3 - Peneiras utilizadas no peneiramento da alimentação e dos produtos damoagem.

Fonte: Autoria própria.

3.2.1.3. Deslamagem

Após a etapa de cominuição é necessário separar as partículas por tamanho. Neste trabalho a lama deve ser retirada, partículas menos que 400# (0,038 mm), visto que pode ser prejudicial ao processo.

O material foi retirado do moinho a seco, entretanto uma pequena parte foi retirada a úmido, visto que o minério aderiu à carcaça do moinho e também às bolas. O material foi colocado em baldes, com uma massa de aproximadamente 5 quilogramas, e completado com água. O material foi agitado para permanecer em suspensão e em seguida foi deixado para o processo de decantação por cinco minutos. Após este tempo retirou-se o líquido sobrenadante com auxílio de um sifão.

O sifão, mostrado na Figura 3.10 é feito com uma mangueira cheia de água e ao utilizar o desnível de líquidos, escoa-se o líquido sobrenadante de um recipiente para outro.



Figura 3.10 - Deslamagem realizada no laboratório de Tratamento de Minérios. Fonte: Autoria própria.

Durante a deslamagem perdeu-se considerável quantidade de material devido à grande quantidade de finos existentes. O valor de material não foi mensurado, visto que se realizou toda a deslamagem para posteriormente encaminhar o material para a separação magnética de baixo campo, sem secá-lo.

3.2.1.4. <u>Separação magnética de baixo campo</u>

A separação magnética de baixo campo visa a retirada dos minerais ferromagnéticos, como a magnetita. Foi realizada em um separador magnético L4 fabricado pela Inbras.

Inicialmente o material, em polpa, foi peneirado em 35# (0,419 mm), devido sua granulometria grosseira em relação às matrizes do separador. O produto retido foi retornado à moagem e o passante seguiu para a separação magnética de baixo campo.

Foi utilizado o separador magnético de alto campo, porém com uma corrente de 2 amperes, o que caracteriza um campo com aproximadamente 1.980 Gauss (Manual Inbras).

As matrizes do separador são feitas de aço inox da série 400 (material ferroso) e tem como função amplificar o campo magnético na região de separação. Para a execução do teste foi utilizada a matriz EXP 12, mostrada na Figura 3.11 (A). O separador magnético foi alimentado com o material sob a forma de polpa, e o produto não magnético seguiu para a próxima operação. O produto magnético foi estocado. Após a separação todo o material foi secado em estufa a 100º C para seguirem para a etapa de concentração.



Figura 3.11 - Matrizes disponíveis no laboratório. A) Matriz EXP12A; B) Matriz EXP5; C) Matriz EXP6B; D) Matriz 14 Mesh.

Fonte: Autoria própria.

3.2.2. Caracterização da amostra final

3.2.2.1. Densidade

A técnica utilizada para determinação da densidade dos sólidos é o método da picnometria. A sequência do procedimento é tal que preencha a Equação 3 para determinação da densidade do sólido. O procedimento é realizado em 3 picnômetros simultaneamente, a fim de que ao final possa se obter uma densidade média da amostra. Pesa-se os picnômetros vazios, picnômetros com amostra, com amostra e água e apenas com água para determinação da densidade do sólido.

Todo o procedimento deve ser cuidadosamente realizado, verificando se não há bolhas de ar aderidas à superfície interna do picnômetro ou às partículas da amostra, para minimizar os erros do experimento. A Figura 3.12 exemplifica os testes de densidade realizados pelo método de picnometria. À esquerda da figura o picnômetro está cheio de água (A), e à direita com água e minério (B).



Figura 3.12 - Picnômetros para análise da densidade. A) Picnômetro com água. B) Picnômetro com água e amostra. Fonte: Autoria própria.

Finalmente, a densidade do minério fosfático é obtida a partir da Equação 2. O resultado dos picnômetros não foram iguais, sendo calculada uma média aritmética das densidades.

3.2.2.2. <u>Caracterização granulométrica</u>

Para o conhecimento da granulometria, foi realizada uma análise granuloquímica da alimentação da flotação, a amostra foi homogeneizada em pilha cônica e quarteada para retirada de alíquota de 242 gramas. O peneiramento foi realizado a úmido com auxílio do peneirador suspenso, mostrado na Figura 3.13, com as peneiras da série *Tyler* de 65# (0,209 mm), 100# (0,148 mm), 150# (0,105 mm), 200# (0,074 mm), 270# (0,053 mm), 325# (0,044 mm) e 400# (0,038 mm) e o peneiramento foi conduzido até a clarificação do material passante na última peneira.



Figura 3.13 - Peneirador suspenso utilizado nas análises granulométricas. Fonte: Autoria própria.

3.2.2.3. <u>Caracterização química</u>

A determinação do teor das espécies químicas presentes na amostra da alimentação final, utilizada nos ensaios de separação magnética e flotação, e dos produtos, concentrados e rejeitos, foi realizada utilizando-se a técnica de Fluorescência de Raios–X (FRX). Foram enviadas 12 amostras, tais que na Tabela A 1.

O equipamento de Fluorescência de Raios-X utilizado foi *Shimadzu*, modelo EDX-720. Analisou-se os teores dos elementos Fe, Ca, Si, Ti, P, K, Sr, Mn, Ba, Ce, Zr, Nb, Tm, Zn, Nd, Y e Cu, e também dos respectivos óxidos.

3.2.3. Concentração

3.2.3.1. Flotação

A célula mecânica utilizada foi a célula Denver com cuba de volume 1500 mL e rotor a uma velocidade de 1100 RPM, mostrada na Figura 3.14. O minério foi condicionado com os seguintes reagentes: fubá de milho gelatinizado (depressor), óleo derivado de ácido graxo saponificado (coletor) e hidróxido de sódio (regulador de pH).



Figura 3.14 - Célula mecânica Laboratório de Tratamento de Minérios. Fonte: Autoria própria.

Para a preparação do depressor amido (gelatinização) foram usados 5g de fubá, 45g de água, 12,5g de hidróxido de sódio (concentração 10%) e, 104,16g de água para diluição. Misturou-se o fubá, a água e o hidróxido de sódio e deixou que reagissem durante 10 minutos sendo agitados pelo agitador magnético. Após este

tempo o produto obtido foi diluído em 104,16g de água e obteve-se 166,7g de solução (concentração igual a 3%).

Para a preparação do coletor óleo vegetal (saponificação) foram usados 5 g de óleo (Flotigam 5806), 7,85 g de água, 7,15 g de hidróxido de sódio (concentração 10%) e 180 g de água para diluição. Misturou-se o óleo, a água e o hidróxido de sódio e deixou que reagissem durante 10 minutos no agitador magnético. Após esse tempo, foi adicionado 180g de água para diluir o produto, obtendo-se 200g de solução (concentração igual a 2,5%).

A Figura 3.15 mostra os reagentes preparados para os testes, sendo o reagente da esquerda (A) o depressor a base de amido de milho, e o da direita (B) o coletor, óleo derivado de ácido graxo.



Figura 3.15 - Reagentes da flotação preparados. Fonte: Autoria própria.

A dosagem dos reagentes foi estabelecida em 200 g/t para coletor e 300 g/t para depressor. Para uma alimentação da flotação de 500 gramas, utilizou-se 4 gramas da solução de coletor e 5 gramas da solução de depressor.

O procedimento de condicionamento, visando à coleta seletiva da apatita e à depressão das demais espécies minerais, consistiu de quatro etapas:

- a. Suspensão da polpa com porcentagem de 50% de sólidos na cuba de 1500 mL, ajustando-se o pH em 11,5;
- b. Depressão através da adição da solução de depressor num tempo de 5 minutos, mantendo o pH em 11,5;
- c. Condicionamento do coletor através da adição da solução de coletor durante 5 minutos, mantendo o pH em 11,5;
- d. Diluição da polpa a 30% de sólidos, ajustando-se o pH em 11,5.

O procedimento de condicionamento do minério foi direcionado de acordo com os resultados obtidos nos estudos anteriores (Oliveira 2002), entretanto estes estudos eram direcionados para o minério oxidado. Os resultados evidenciaram que, condicionando-se o minério com fubá de milho gelatinizado e sabão de óleo derivado de ácido graxo, em pH 11,5, pode-se promover a hidrofobização seletiva da superfície da apatita, de forma a obter concentrados com teores acima de 33% de P₂O₅, separando-se cerca de 55% do total de P₂O₅ contido na alimentação.

A Figura 3.16 mostra o conjunto de equipamentos utilizados em um teste de flotação, na etapa de condicionamento, onde os reagentes são misturados ao minério e agitados por 5 minutos cada para adsorverem na superfície das partículas.



Figura 3.16 - Conjunto para testes de flotação em bancada. Fonte: Autoria própria.

Após o condicionamento injetou-se o ar na célula de flotação, as bolhas foram recolhidas com uma espátula e adicionou-se água de lavagem nas bolhas. Para que não transbordasse o volume de polpa, a mesma água de lavagem inclui-se no volume adicionado de água. Os produtos transbordado e afundado foram levados à estufa a 100°C, afim de obter-se os produtos secos para posteriores análises.

3.2.3.2. Separação magnética

Os testes de separação magnética foram realizados no separador magnético L4 fabricado pela Inbras, de operação descontínua e via úmida, o modelo conforme a Figura 3.17. A Figura 3.18 representa o separador magnético do laboratório.



Figura 3.17 - Concentrador Eletromagnético de Carrossel mod. L-4, fabricado pela INBRAS. (a) Vista frontal e (b) vista lateral.

Fonte: Manual Inbras.



Figura 3.18 - Concentrador Eletromagnético de Carrossel do Laboratório de Tratamento de Minérios.

Fonte: Autoria própria.

O procedimento de separação magnética e suas variáveis operacionais foram direcionados de acordo com os resultados obtidos nos estudos anteriores dos projetos "Avaliação do Efeito da Separação Magnética na Concentração de Fosfato" citado anteriormente e "Otimização da separação magnética para concentração do minério fosfático" contido no Relatório Final de Iniciação Científica Júnior da aluna Nicole Rodrigues de Oliveira, orientado pela professora Michelly dos Santos Oliveira do CEFET/MG - Unidade Araxá. Este sendo realizado com as seguintes variáveis, 150 g de minério fosfático, granulometria menor que 0,209 mm (65#), campo magnético de 10.340 Gauss (corrente 21 amperes) e matriz EXP6. Os produtos magnéticos e não magnéticos foram levados para a estufa à 100°C, com a massa dos produtos obtidos foram calculadas as recuperações.

3.2.3.3. Planejamento de testes

De acordo com o projeto "Avaliação do Efeito da Separação Magnética na Concentração de Fosfato" contido no Relatório Final de Iniciação Científica, orientado pela professora Michelly dos Santos Oliveira, o qual sugere uma nova rota para o processo onde a separação magnética de alto campo ocorre anteriormente à flotação, o teor da rota proposta foi maior (Coutinho 2015).

A partir deste trabalho, propôs-se nesta pesquisa repetir os testes das duas rotas sugeridas, mostradas na Figura 3.19, para comprovar o incremento do teor na rota de processo onde se aplica a separação magnética de alto campo anteriormente à flotação para o minério sílico-carbonatado.



Figura 3.19 - Fluxograma da metodologia. Fonte: Autoria própria.

Os primeiros testes foram realizados para a rota de concentração convencional, a qual a flotação ocorre antes da separação magnética de alto campo. Para que se obtivesse uma massa possível para a realização dos testes de separação magnética de alto campo, foram realizados 3 testes de flotação (A1, A2 e A3), e 3 réplicas (B1, B2 e B3), totalizando em 6 testes. Os testes de flotação seguiram a metodologia apresentada no tópico 4.2.3.1. Os produtos flotados e afundados foram levados à estufa a 100°C e pesados.

Em seguida, realizou-se dois testes de separação magnética de alto campo, seguindo a metodologia apresentada no tópico 4.2.3.2, com o material flotado, sendo o primeiro com os produtos flotados dos testes (A1, A2 e A3) e o segundo com os produtos flotados dos testes (B1, B2 e B3), conforme o fluxograma mostrado na Figura 3.20.





A segunda etapa de testes foi realizada seguindo a segunda rota de concentração proposta, a qual a flotação ocorre posteriormente à separação magnética de alto campo. Foram realizados 4 testes (A1, A2, A3 e A4) com suas respectivas réplicas (B1, B2, B3 e B4), totalizando em 8 testes, a Figura 3.21 mostra as massas separadas para os testes.



Figura 3.21 - Amostras separadas para 8 testes de separação magnética de alto campo. Fonte: Autoria própria.

Após o processo de separação magnética de alto campo os produtos magnéticos e não magnéticos foram secados e pesados. Com os produtos não magnéticos realizou-se 2 testes de flotação para garantir a réplica do processo, sendo o primeiro com os produtos não magnéticos dos testes (A1, A2, A3 e A4) e o segundo com os produtos não magnéticos dos testes (B1, B2, B3 e B4), conforme o fluxograma

da Figura 3.22. Levou-se o material para a estufa à 100°C, com a massa dos produtos obtidos foram calculadas as recuperações.



Figura 3.22 - Fluxograma para rota proposta. Fonte: Autoria própria.

A unidade de Araxá do CEFET/MG não possui análise química, portanto as amostras de alimentação e produtos foram enviadas para a unidade de Belo Horizonte para serem avaliadas.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados obtidos durante os testes de moagem, realizados na preparação da amostra, a caracterização da amostra final e os resultados de concentrados obtidos por flotação e separação magnética.

4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

4.1.1. Secagem

A Tabela 4.1 mostra os resultados para todas as amostras de cada um dos sacos recebidos da empresa. A umidade média em base úmida foi de 6,48% e em base seca de 6,98%.

Massa Placa Petri + Amostra úmida (g)	Placa + Amostra Seca (g)	Massa úmida (g)	Massa seca (g)	Massa água (g)	Umidade base úmida (%)	Umidade base seca (%)
62,8	60,89	43,44	41,53	1,91	4,397%	4,599%
38,56	37,76	21,61	20,81	0,80	3,702%	3,844%
28,48	27,34	12,78	11,64	1,14	8,920%	9,794%
40,56	38,9	22,61	20,95	1,66	7,342%	7,924%
37,86	36,36	18,65	17,15	1,50	8,043%	8,746%

 Tabela 4.1 - Resultados dos testes de umidade da amostra global.

Fonte: Autoria própria.

4.1.2. Cominuição

Os resultados da etapa de moagem, referentes à análise granulométrica da alimentação e produtos obtidos nos testes, estão apresentados na Figura 4.1. As tabelas estão exibidas no Anexo I. A partir da curva granulométrica, Figura 4.1, observou-se o A₈₀ igual a 2,4 mm, ou seja, 80% da amostra que alimentou a moagem era menor que 2,4 mm.

Após a moagem, realizada durante 15 minutos e 40 RPM, observou-se P₈₀ igual a 0,14 mm, peneiramento a úmido, o que conferiu uma relação de redução, calculada pela Equação 1, igual a 17,1. Aumentou-se a velocidade de rotação do moinho para

50 RPM, e observou-se, a partir da curva granulométrica, mostrada na Figura 4.1, P₈₀ igual a 0,13 mm, o que conferiu uma relação de redução de 18,5.





Dois resultados relevantes foram observados nas curvas granulométricas, mostradas na Figura 4.1. Primeiro nota-se uma grande diferença entre as curvas granulométricas dos produtos da moagem do teste 1 (15 minutos e 40 RPM), realizando peneiramento a seco (curva vermelha) e a úmido (curva verde). Isso ocorre devido a quantidade de finos existentes no produto. Quando o peneiramento é realizado a seco, os finos se aderem às partículas maiores, conferindo no final uma granulometria maior do produto. Quando o peneiramento é realizado a úmido, a água desaglomera as partículas, mostrando um resultado mais real da granulometria.

Observou-se também, entre a moagem com velocidade de rotação de 40 RPM (curva verde) e a moagem com 50 RPM (curva roxa) não houve muita diferença na redução das partículas, sendo de 17,1 e 18,5 respectivamente. Portanto, aumentar a velocidade de rotação em 10 RPM não faz com que o produto tenha maior redução e implica em maior gasto de energia.

4.2. CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA

4.2.1. Densidade

Os resultados obtidos para a densidade do minério, a partir da Equação 2 estão apresentados na Tabela 4.2 e nas equações de 6 a 8. A média das densidades confere a densidade utilizada para o restante do trabalho, igual a 2,87 g/cm³.

Amostra	A1	A2	A3	A4	Densidade (g/cm ³)
1	30,7	31,69	80,86	80,20	3,00
2	29,74	30,74	80,34	79,69	2,90
3	30,9	31,85	82,11	81,51	2,71

Tabela 4.2 - Teste de densidade.

Fonte: Autoria própria.

$$d_s(Pic.1) = \frac{(31,69) - (30,70)}{(80,20+31,69) - (30,70+80,86)} = 3,00 \ g/cm^3$$
(6)

$$d_s(Pic.2) = \frac{(30,74) - (29,74)}{(79,69 - 30,74) - (29,74 + 80,34)} = 2,90 \ g/cm^3$$
(7)

$$d_s(Pic.3) = \frac{(31,85) - (30,90)}{(81,51 - 31,85) - (30,90 + 82,11)} = 2,71 \ g/cm^3$$
(8)

4.2.2. Caracterização granulométrica

A distribuição granulométrica do material estudado, está representada na Tabela 4.3 e Figura 4.2. O minério apresentou os seguintes valores característicos: $d_{50}=45 \ \mu m e d_{90}=150 \ \mu m$ (90% das partículas têm diâmetro menor que 150 μm). Devese chamar atenção para o fato de mesmo após a deslamagem a amostra ainda tem 44% das partículas abaixo de 38 micrometros.

Peneira (#)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida Simples	% Retida Acum	% Passante Acum
65	0,209	3,660	1,56%	1,56%	98,44%
100	0,148	14,830	6,30%	7,86%	92,14%
150	0,105	45,430	19,31%	27,17%	72,83%
200	0,074	18,440	7,84%	35,01%	64,99%
270	0,053	23,960	10,18%	45,19%	54,81%
325	0,044	16,270	6,92%	52,11%	47,89%
400	0,038	8,380	3,56%	55,67%	44,33%
-400	-0,038	104,280	44,33%	100,00%	0,00%
Total		235,250	100,00%		

Tabela 4.3 - Análise granulométrica da amostra final.



Fonte: Autoria própria.



A Tabela A 6 corresponde à análise granuloquímica da amostra final e a Tabela 4.4 corresponde aos dados de distribuição da apatita em cada faixa granulométrica.

Retido (#)	Retido (mm)	Retido (g)	Teor P ₂ O ₅ (%)	Massa P₂O₅ (g)	Distribuição (%)
65	0,209	3,660	6,896	0,252	3,645
100	0,148	14,830	4,038	0,599	8,649
150	0,105	45,430	5,610	2,549	36,808
200	0,074	18,440	4,678	0,863	12,458
270	0,053	23,960	4,934	1,182	17,074
325	0,044	16,270	5,999	0,976	14,096
400	0,038	8,380	6,007	0,503	7,270
Total		130,970	5,287	6,924	100,000

Tabela 4.4 – Resultado da análise granuloquímica da amostra final.

Fonte: Autoria própria.

Segundo a tabela de distribuição é possível observar que na faixa granulométrica +65# (+0,209 mm) são obtidos 3,65% de P_2O_5 , na faixa granulométrica +400-325# (+0,038-0,044 mm) obtidos 7,27%, enquanto que na faixa de +150-100# (+0,105-0,148 mm) são alcançados 36,81% de P_2O_5 .

Verifica-se que na faixa granulométrica grosseira (+65#) as partículas de minério ainda não estão liberadas, a medida que se diminui a faixa granulométrica a concentração de apatita aumenta porque os grãos são liberados. Entretanto observase uma gradual diminuição da concentração de apatita quando a amostra atinge faixas granulométricas muito finas, como em +400-325#.

A Figura 4.3 mostra um gráfico de distribuição da apatita em função do tamanho que pode ajudar na identificação de um grau de liberação dos grãos.



Figura 4.3 - Gráfico de distribuição de P₂O₅ em função do tamanho.

A partir do gráfico é possível observar que a faixa granulométrica +150-100# (+0,105-0,148 mm) é onde se alcança melhores resultados na obtenção de P₂O₅.

A partir da Tabela A 7, resultados dos óxidos, observa-se que as principais impurezas identificadas foram Fe₂O₃, SiO₂, CaO e TiO₂. Os teores destas impurezas para todas as faixas granulométricas variaram pouco, apresentando valores próximos.

4.2.3. Caracterização química

O resultado da análise química da amostra utilizada nos testes realizadas pelo método de Fluorescência de Raios-X, foram apresentados na Tabela A 6. Esta tabela exibe o teor em porcentagem de P (fósforo) e de P₂O₅ (apatita).

Fe ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	TiO₂	P ₂ O ₅	K₂O	MnO	SrO	BaO	CeO ₂	ZrO ₂	NbO	Y ₂ O ₃
43,63	23,27	16,47	5,185	5,00	1,56	1,32	1,26	0,81	0,62	0,52	0,33	0,04

Tabela 4.5 - Resultados da análise química por Fluorescência de Raios-X.

Fonte: Autoria própria.

Os resultados das análises mineralógicas realizadas pelo método de Difração de Raios-X não ficaram prontos para a apresentação deste trabalho, portanto não foi possível caracterizar a composição mineralógica das amostras.

4.3. CONCENTRAÇÃO

A Tabela 4.6 mostra os resultados de recuperação em massa dos testes de flotação, para a rota convencional, onde a flotação é seguida de separação magnética de alto campo. Flotou-se em média 6,2% da alimentação no primeiro grupo de testes (A1-A3) e média de 8,2%no segundo (B1-B3).

Amostra	Alimentação (g)	Produto Flotado (g)	Produto Afundado (g)	Alimentação recalculada (g)	Perda (g)	Recuperação mássica (%)
A1	500,00	29,49	472,06	501,55	-1,55	5,88%
A2	500,00	29,53	467,37	496,90	3,10	5,94%
A3	500,00	34,04	458,81	492,85	7,15	6,91%
B1	500,00	42,14	457,00	499,14	0,86	8,44%
B2	500,00	39,56	456,52	496,08	3,92	7,97%
B3	500,00	41,65	451,94	493,59	6,41	8,44%

Tabela 4.6 -	Flotação	(Rota	1).
--------------	----------	-------	-----

Fonte: Autoria própria.

A recuperação mássica foi baixa comparada ao trabalho de Coutinho (2015), onde usou-se os mesmos reagentes (Flotigam 5806 e amido gelatinizado) e flotou-se em média 43% da alimentação. Entretanto, os testes foram realizados com pH 11,5, o que difere do pH 10,5 utilizado no estudo anterior.

Com os produtos flotados foram realizados testes de separação magnética de alto campo. A Tabela 4.7 exibe os resultados de recuperação em massa dos produtos não magnéticos. No primeiro teste com recuperação de 98,67% e no segundo de 98,63%. Em comparação ao trabalho de Coutinho (2015), as recuperações em massa da separação magnética foram melhores, a recuperação mássica obtida nesse estudo anterior foi de aproximadamente 94%.

Amostra	Alimentação (g)	Produto Magnético (g)	Produto Não Magnético (g)	Alimentação recalculada (g)	Perda (g)	Recuperação (%)
A1+A2+A3	93,06	1,20	89,26	90,46	2,60	98,67%
B1+B2+B3	123,35	1,68	120,68	122,36	0,99	98,63%

Tabela 4.7 - Separação magnética (Rota 1).

Fonte: Autoria própria.

Na rota de concentração proposta para o trabalho, a qual a separação magnética de alto campo é realizada anteriormente à flotação, a Figura 4.4 mostra a matriz do separador magnético após a retirada dos minerais magnéticos. Observa-se a cor escura devido à grande quantidade de material magnético retirado.



Figura 4.4 - Matriz após a separação magnética de alto campo. Fonte: Autoria própria.

A Tabela 4.8 apresenta os resultados de recuperação em massa dos testes de separação magnética de alto campo da rota proposta. Retirou-se o material magnético e a recuperação em massa do produto fosfático foi relativamente alta, tendo como média 95,78% no primeiro grupo (A1-A4) e 96,04% no segundo grupo (B1-B4). Em comparação ao trabalho de Coutinho (2015) as recuperações em massa da separação magnética foram semelhantes, onde no trabalho comparado a recuperação mássica foi em média de 95,58%.

Amostra	Alimentação (g)	Produto Magnético (g)	Produto Não Magnético (g)	Alimentação recalculada (g)	Perda (g)	Recuperação (%)
A1	150,00	5,85	145,94	151,79	-1,79	96,15%
A2	150,00	5,91	143,87	149,78	0,22	96,05%
A3	150,00	6,44	145,41	151,85	-1,85	95,76%
A4	150,00	7,25	143,11	150,36	-0,36	95,18%
B1	150,00	4,60	144,15	148,75	1,25	96,91%
B2	150,00	8,29	141,85	150,14	-0,14	94,48%
B3	150,00	4,82	143,19	148,01	1,99	96,74%
B4	150,00	5,91	142,75	148,66	1,34	96,02%

Tabela 4.8 - Separação magnética (Rota 2).

Fonte: Autoria própria.

A Tabela 4.9 mostra os resultados de recuperação em massa dos testes de flotação. Flotou-se pequena quantidade de material em cada teste, em média de 16,82% no primeiro teste e 12,61% no segundo. A Figura 4.5 exemplifica o resultado de um dos testes de flotação.

Tabela 4.9 - Flotação (Rota 2).

Amostra	Alimentação (g)	Produto Flotado (g)	Produto Afundado (g)	Alimentação recalculada (g)	Perda (g)	Recuperação (%)
A1+A2+A3+A4	500,00	83,15	411,17	494,32	5,68	16,82%
B1+B2+B3+B4	500,00	62,90	435,74	498,64	1,36	12,61%

Fonte: Autoria própria.



Figura 4.5 - Espuma dos testes de flotação. Fonte: Autoria própria.

Em comparação ao trabalho de Coutinho (2015), onde os testes de flotação tiveram em média uma recuperação em massa de aproximadamente 35%, os resultados atuais foram inferiores. Entretanto ao comparar as recuperações em massa da flotação da rota proposta com a rota convencional deste trabalho, estes resultados tiveram um acréscimo de 7% em média.

A Tabela 4. mostra um os resultados de teores, recuperações mássicas e metalúrgicas dos testes. A recuperação mássica do primeiro teste da rota convencional foi maior, porém a recuperação metalúrgica maior foi obtida no segundo teste da rota proposta. No trabalho de Coutinho (2015) a recuperação mássica global da rota convencional foi de 34,11%, portanto os resultados analisados de recuperações foram inferiores, o que demonstra ser este minério pobre em apatita ou de concentração mais complexa.
Material	Teor P₂O₅ (%)	Recuperação mássica global (%)	Recuperação metalúrgica global (%)		
Teste 1 (Flotação-Separação)	6,312	13,86	20,981		
Teste 2 (Flotação-Separação)	5,538	10,48	13,925		
Teste 1 (Separação-Flotação)	5,332	5,95	19,026		
Teste 2 (Separação-Flotação)	5,362	8,04	25,868		

Tabela 4.10 - Recuperações mássicas e metalúrgica dos testes.

Fonte: Autoria própria.

Observou-se grandes diferenças entre o minério utilizado no projeto de iniciação científica de Coutinho (2015) e no trabalho de conclusão de curso em questão. O minério utilizado no trabalho de Coutinho (2015) também é proveniente do CMA, porém foi coletado há 5 anos o que pode apresentar grandes diferenças em relação ao estudado nesse trabalho, como o método de amostragem, o local de retirada da amostra e os processos aos quais foram submetidas.

Na realização dos testes as seguintes diferenças entre os trabalhos foram verificadas. O campo magnético utilizado no trabalho de Coutinho (2015) e Oliveira (2012) foi de 8.550 Gauss para este minério, já neste trabalho esta variável foi aumentada para 10.340 Gauss. Aumentou-se o campo magnético visto que 8.550 Gauss era baixo em relação ao utilizado na indústria, este de 16.000 Gauss, assim foi utilizado o campo máximo suportado pelo equipamento do laboratório.

Outra diferença verificada foi o pH utilizado durante os testes de flotação. O pH usado para o minério sílico-carbonatado dos trabalhos de iniciação científica foi fixado em 10,5. A partir dos trabalhos de Oliveira (2002) definiu-se utilizar o pH igual a 11,5 durante os testes. O pH 11,5 é utilizado na indústria para minérios oxidados e na tentativa de testá-lo para o minério sílico-carbonatado, a variável neste valor pode promover alguns efeitos indesejáveis. O pH pode interferir na ionização do coletor, na carga da superfície, inibindo a adsorção do coletor e, consequentemente a flotação.

A conclusão em relação a baixa flotabilidade do minério fosfático sílicocarbonatado avaliado foi baseada em duas hipóteses, sua granulometria e o pH utilizado na flotação. Conforme mostra a Tabela 4.3, após todas etapas de preparação da amostra, inclusive a deslamagem para retirada da lama, 44% ainda estavam abaixo de 400# (0,038 mm), uma granulometria muito fina para a concentração em célula mecânica. Sobre o pH, já citado anteriormente, 11,5 seria o valor ideal utilizado para minérios oxidados, porém na tentativa de flotar o minério sílico-carbonatado este pH pode ter influenciado negativamente.

A partir dos resultados de teores dos produtos, nota-se que houve baixo enriquecimento do minério, alcançando no máximo teor de 6,3%, um valor muito baixo e que caracteriza que não aconteceu a concentração suficiente do minério.

5. CONCLUSÃO

Os resultados de caracterização granulométrica e química da amostra final apresentam um minério com 5,00% de P₂O₅, sendo alcançados 36,81% deste material na faixa granulométrica de +150-100# (+0,105-0,148 mm). Entretanto 44% das partículas da amostra ainda permaneciam em uma granulometria abaixo de 400# (0,038 mm), sendo esta muito final para concentração em célula mecânica.

Na rota de processo convencional onde a separação magnética é feita após a flotação obteve-se produtos com recuperação mássica média de 7,26% na flotação e 98,65% na separação magnética de alto campo. Finalmente, a recuperação mássica global foi de 12,17% em média. Na segunda rota de processo onde é realizada a flotação posteriormente à separação magnética de alto campo obteve-se produtos com recuperação mássica de 95,91% na separação e 14,72%. A recuperação mássica global média foi de 7,00%, diminuiu, como no trabalho anterior apresentado em Coutinho (2015).

As recuperações metalúrgicas globais médias das rotas foram tais que 17,5% para a rota convencional e 22,5% para a rota proposta. A rota proposta apresentou maior recuperação metalúrgica, de 25,87%, e a rota convencional apresentou maior recuperação mássica, de 13,86%, bem como teor de concentrado sendo este de 6,31%. Portanto não se comprovou o enriquecimento do minério, na rota de processo onde se aplica a separação magnética de alto campo antes da flotação aniônica direta.

Observa-se que não foi possível avaliar os parâmetros de eficiência da flotação, visto que durante os testes de flotação não se obteve uma boa recuperação mássica indicando que as variáveis estabelecidas não foram corretamente aplicadas para este minério e equipamento ou o coletor utilizado não proporcionou hidrofobicidade suficiente.

Acredita-se na diferença da composição do minério sílico-carbonatado com a amostra de minério utilizada no estudo anterior. Contudo a pesquisa foi parcialmente concluída, devido à falta de resultados da composição mineralógica da amostra realizada pelo método de Difração de Raios-X, que impede a comparação do minério.

Conclui-se que a concentração do minério sílico-carbonatado é complexa e o conjunto dos fatores granulometria fina, menor que 0,038 mm, uso do pH em 11,5 e o reagente a base de óleo vegetal não foi eficiente.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar caracterização mineralógica do minério a ser tratado.
- Avaliar outras condições operacionais para testes de flotação e separação magnética de alto campo para o minério fosfático sílico-carbonatado.
- Realizar testes de flotação em coluna visto que o minério é liberado em granulometria fina e a célula pode não ser adequada.
- Avaliar o pH para flotação do minério sílico-carbonatado.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Akira, L., Valle, T. 2013. Flotação em Coluna. In: Chaves, Arthur Pinto. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3^a Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 4, Cap. 3, p. 65-102.

Albuquerque, R. O., Peres, A. E. C., Aquino, J. A., Praes, P. E., Pereira, C. A. 2012. *Pilot Scale Direct Flotation of a Phosphate Ore with Silicate-Carbonate Gangue. Procedia Engeneering*, v. 46, p. 105-110.

Baltar, C. A. M. 2008. Flotação no Tratamento de Minério. CETEM. Rio de Janeiro, RJ.

Barros, L. A. F. 2013. Flotação de Minérios Fosfáticos. In: Chaves, Arthur Pinto. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3^a Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 4, Cap. 5, p. 116-154.

Caldara, J. A., Correia, J. C. G. 2010. Abordagem sobre a aplicação da flotação em coluna em beneficiamento mineral. Centro de Tecnologia Mineral.

César, J., Paoli, M. A., Andrade, J. C. 2004. A Determinação da Densidade de Sólidos e Líquidos. Universidade Estadual de Campinas Instituto de Química. Campinas, SP.

Chaves, A. P., Peres, A. E. C. 2013. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3^a Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 3.

Chaves, A. P. 2013. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3ª Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 1.

Chaves, A. P., Rodrigues, W. J. 2013. Máquinas de Flotação. In: CHAVES, Arthur Pinto. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3ª Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 4, Cap. 2, p. 40-62.

Coutinho, N. A. F. S. 2015. Avaliação do Efeito da Separação Magnética na Concentração de Fosfato. Relatório Final de Iniciação Científica Júnior, Orientadora Michelly dos Santos Oliveira, Centro Federal Educação Tecnológica de Minas Gerais. Araxá, MG. Cruz, J. R., Souza Filho, C. R., Abram, M. B., Marcon, R. M. 2011. Caracterização espectral do depósito de fosfato de Araxá (MG). Instituto de Geociências - Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, SP. Disponível em: http://www.dsr.inpe.br/sbsr2011/files/p1460.pdf>. Acesso em 01 de Março de 2016.

Dias, V. P., Fernandes, E. 2008. Fertilizantes: Uma visão global sintética. Disponível em:

<http://www.bndes.gov.br/SiteBNDES/export/sites/default/bndes_pt/Galerias/Arquivo s/conhecimento/bnset/set2404.pdf>. Acesso em: 01 de Março de 2016.

Ferreira, E. E., Silva, J.C. F., Souza, M. D., Barros, L. A. F., Custódio, W. 2004. Aplicação de separação magnética de alta intensidade na purificação do concentrado fosfático. In: XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia, Florianópolis.

Manual Inbras. Manual de Instrução, Operação e Manutenção do Concentrador Eletromagnético de Carrossel mod. L-4.

Luz, A. B. Sampaio, J. A., França, S. C. A. 2010. Tratamento de Minérios. Centro de Tecnologia Mineral. 5^a Ed. Rio de Janeiro, RJ.

Malavolta, E., Moraes, M. 2006. O nitrogênio na agricultura brasileira. Centro de Tecnologia Mineral.

Meloni, R. M. 2013. Mercado de Fertilizantes. Disponível em: http://www.olhardireto.com.br/agro/noticias/exibir.asp?noticia=Mercado_registra_alt a_e_volume_de_fertilizantes_entregues_ja_chega_a_quase_4_milhoes&id=10346>. Acesso em 01 de Março de 2016.

Oliveira, M. S. 2002. Estudo da Influência de Cinco Variáveis na Flotação de Apatita em Coluna. Tese de Graduação. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, MG.

Oliveira, M. S. 2007. Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental. Tese de Doutorado. PPGEM/UFMG. Belo Horizonte, MG.

Oliveira, M. S., Peres, A. E. C. 2010. Flotabilidade da apatita e minerais de ganga provenientes do minério sílico-carbonatado com oleato de sódio. <u>Revista Escola de Minas</u>, v. 63, p. 551-557.

Oliveira, N. R. 2012. Otimização da Separação Magnética para Concentração de Minério Fosfático. Relatório Final de Iniciação Científica Júnior, Orientadora Michelly dos Santos Oliveira, Centro Federal Educação Tecnológica de Minas Gerais. Araxá, MG.

Oliveira, R. L. 2015. Projeto, Implantação e Avaliação de Moinho de Bolas em Escala Laboratorial. Tese de Graduação. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Araxá, MG.

Paiva, M. P., Pompeo, A., Rodrigues, R. T., Rubio, J. 2011. Caracterização e Flotação de Minério de Fosfato do Chile. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS.

Paiva, P. R. P. 2011. Propriedades de superfície de apatita proveniente de rochas de filiação carbonatítica e sua concentração por flotação. Tese de Doutorado. Universidade de Brasília Instituto de Geociências. Brasília, DF.

Paiva, P. R. P., Monte, M. B. M., Gaspar, J. C. 2011. Concentração por flotação da apatita proveniente de rochas de filiação carbonatítica. <u>Revista Escola de Minas</u>, v. 64, p. 111-116.

Peres, A. E. C., Araújo, A. C. 2013 A Flotação como Operação Unitária no Tratamento de Minérios. In: CHAVES, Arthur Pinto. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 3ª Ed, São Paulo: Oficina de Textos, v. 4, Cap. 1, p. 9-39.

Porphírio, N. H., Barbosa, M. I. M., Bertolino, L. C. 2010. Caracterização Mineralógica de Minérios Parte I. CETEM. Rio de Janeiro, RJ. Disponível em: http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/handle/cetem/726/CCL00240010.pdf?sequence=1>. Acesso em 22 de Julho de 2016.

Sampaio, J. A., França, S. C. A., Braga, P. F. A. 2007. Tratamento de Minério: Práticas Laboratoriais. Centro de Tecnologia Mineral, Ministério da Ciência e Tecnologia. Rio de Janeiro, RJ. Santana, R. C. 2011. Efeito da altura da coluna na flotação de minério fosfático em diferentes granulometrias. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Universidade federal de Uberlândia. Uberlândia, MG.

Santos, E. P., Dutra, A. J. B., Oliveira, J. F. 2015. *The effect of jojoba oil on the surface properties of calcite and apatite aiming at their selective flotation*. *International Journal of Mineral Processing*, v. 143, p. 34-38.

Seer, H. J. 1999. EVOLUÇÃO TECTÔNICA DOS GRUPOS ARAXÁ, IBIÁ E CANASTRA NA SINFORMA DE ARAXÁ, MINAS GERAIS. Tese de Doutorado. Instituto de Geociências Universidade de Brasília, DF.

Souza, A. L., Albuquerque, R. O., Lameiras, F. S., Peres, P. E., Peres, A. E. C. 2014. Use of depressants in the direct flotation of a silicate-carbonate phosphate ore. <u>Revista</u> <u>Escola de Minas</u>, v. 67, p. 191-196.

Souza, A. E., Fonseca, David Siqueira. 2008. Fosfato. Disponível em: https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo4rquivo=4003. Acesso em 02 de Março de 2016.

Souza, M. D., Oliveira, M. S. 2012. Tratamento de Minérios. Apostila do curso Técnico em Mineração, CEFET/MG. Araxá, MG.

Valadão, G. E. S., Araújo, A. C. 2007. Introdução ao Tratamento de Minérios. Belo Horizonte: UFMG. Belo Horizonte, MG.

Valle, T. A. N. 2012. Uso de Aeradores na Flotação: Histórico, Conceitos e Tendências Emergentes. Tese de Graduação. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, MG.

APÊNDICE I - TABELAS

Código	Descrição	Análise
AD	Alimentação (deslamada)	Difração de Raios X
AF	Alimentação (deslamada)	Fluorescência de Raios X
ADD	Alimentação (sem deslamar)	Difração de Raios X
ADF	Alimentação (sem deslamar)	Fluorescência de Raios X
AS1	Alimentação (sem deslamar)	Silas
AS2	Alimentação (deslamada)	Silas
SF1	Concentrado Separação-Flotação 1	Fluorescência de Raios X
SF2	Concentrado Separação-Flotação 2	Fluorescência de Raios X
FS1	Concentrado Flotação-Separação 1	Fluorescência de Raios X
FS2	Concentrado Flotação-Separação 2	Fluorescência de Raios X
ADQ	Alimentação deslamada	Fluorescência de Raios X
400# a 65#	Alimentação deslamada	Fluorescência de Raios X

Tabela A 1 - Amostras direcionadas para análise química.

Fonte: Autoria própria.

Tabela A 2 - A	limentação	moagem.
----------------	------------	---------

Peneira (#)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida Simples	% Retida Acum	% Passante Acum	
8	2,360	62,680	22,988	22,988	77,012	
20	0,837	43,570	15,980	38,968	61,032	
35	0,419	38,370	14,072	53,040	46,960	
65	0,209	33,240	12,191	65,231	34,769	
100	0,148	22,060	8,091	73,322	26,678	
150	0,105	13,130	4,816	78,138	21,862	
-150	-0,105	59,610	21,862	100,000	0,000	
Total		272,660	100,000	A80=2,14 mm		

Fonte: Autoria própria.

Peneira (#)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida Simples	% Retida Acum	% Passante Acum		
48	0,296	115,230	42,265	42,265	57,735		
70	0,212	24,750	9,078	51,342	48,658		
150	0,105	22,200	8,143	59,485	40,515		
200	0,074	39,390	14,448	73,933	26,067		
270	0,052	13,060	4,790	78,723	21,277		
-270	-0,052	58,010	21,277	100,000	0,000		
Total		272,640	100,000	P80=0,65 mm			

 Tabela A 3 - Produto moagem 15 minutos e 40 RPM (peneiramento a seco).

Fonte: Autoria própria.

Tabela A 4 - Produto moagem 15 minutos e 40 RPM (peneiramento a úmido).

Peneira (#)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida Simples	% Retida Acum	% Passante Acum	
65	0,210	0,920	8,958	8,958	91,042	
100	0,150	0,740 7,205 16,164		16,164	83,836	
150	0,106	1,110	10,808	26,972	73,028	
200	0,074	0,970	9,445	36,417	63,583	
270	0,053	0,720	7,011	43,427	56,573	
325	0,044	0,810	7,887	51,315	48,685	
-325	-0,044	5,000	48,685	100,000	0,000	
Total		10,270	100,000	P80=0,14 mm		

Fonte: Autoria própria.

 Tabela A 5 - Produto moagem 20 minutos e 50 RPM (peneiramento a úmido).

Peneira (#)	Abertura (mm)	Massa Retida (g)	% Retida Simples	% Retida Acum	% Passante Acum		
65	0,210	0,600	5,164	5,164	94,836		
100	0,150	0,790	6,799	11,962	88,038		
170	0,105	1,800	15,491	27,453	72,547		
200	0,074	0,490	4,217	31,670	68,330		
270	0,053	1,060	9,122	40,792	59,208		
325	0,044	0,830	7,143	47,935	52,065		
-325	-0,044	6,050	52,065	100,000	0,000		
Total		11,620	100,000	P80=0,13 mm			

Fonte: Autoria própria.

#	Fe	Са	Si	AI	Ti	Р	Ва	Sr	К	Mn	Zr	Nb	Zn	Y	Cu
65	41.85	23.26	18.54	-	5.18	4.43	-	2.72	2.06	0.76	0.66	0.33	0.15	0.06	-
100	40.90	16.85	20.72	6.91	3.17	2.69	2.09	2.64	2.10	0.77	0.58	0.38	0.16	0.05	-
150	42.97	22.73	17.28	-	4.39	3.54	1.84	2.81	1.82	0.98	0.82	0.62	0.15	0.06	-
200	44.75	20.07	18.76	-	5.36	2.98	-	2.66	1.81	1.02	0.95	0.65	0.15	0.07	-
270	46.05	19.87	18.31	-	3.89	3.13	2.06	2.15	1.80	1.11	0.85	0.52	0.15	0.06	0.05
325	43.79	23.04	14.51	-	5.79	3.72	2.47	2.01	1.61	1.17	1.00	0.64	0.14	0.06	0.05
400	43.61	23.32	14.14	-	8.19	3.73	-	1.94	1.62	1.25	1.14	0.81	0.14	0.06	0.05

 Tabela A 6 – Resultado completo da análise química por Fluorescência de Raios-X.

Fonte: Autoria própria.

Tabela A 7 – Resultado completo da análise química por Fluorescência de Raios-Xexpresso em óxidos.

#	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	P ₂ O ₅	TiO ₂	SrO	K ₂ O	MnO	ZrO ₂	NbO	ZnO	Y ₂ O ₃
65	34.28	28.31	20.57	6.90	5.23	1.71	1.60	0.57	0.47	0.20	0.10	0.04
100	32.54	30.57	14.51	4.04	3.14	1.60	1.59	0.56	0.40	0.22	0.10	0.03
150	36.18	26.68	20.53	5.61	4.55	1.83	1.44	0.76	0.61	0.40	0.10	0.04
200	37.34	28.76	17.98	4.68	5.53	1.71	1.42	0.78	0.69	0.41	0.10	0.05
270	38.73	28.08	17.95	4.93	4.04	1.39	1.43	0.85	0.63	0.33	0.10	0.04
325	37.49	22.59	21.16	5.99	6.10	1.34	1.30	0.92	0.76	0.42	0.10	0.04
400	37.02	22.01	21.29	6.01	8.57	1.28	1.30	0.97	0.85	0.52	0.10	0.04

Fonte: Autoria própria.