



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

**GUILHERME OTÁVIO DOS SANTOS**

**ESTUDO DA FLOTABILIDADE DA APATITA EMPREGANDO ÓLEO DE PATAUÁ  
E OLEATO DE SÓDIO COMO COLETORES UTILIZANDO PLANEJAMENTO  
FATORIAL**

**ARAXÁ/MG**

**2019**

**GUILHERME OTÁVIO DOS SANTOS**

**ESTUDO DA FLOTABILIDADE DA APATITA EMPREGANDO ÓLEO DE PATAUÁ  
E OLEATO DE SÓDIO COMO COLETORES UTILIZANDO PLANEJAMENTO  
FATORIAL**

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

Orientador: Prof. Dra. Michelly dos Santos Oliveira  
Coorientador: Prof. Me. Leandro Henrique Santos

**ARAXÁ/MG**

**2019**

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente agradeço a Deus pela força durante todos os dias ao longo desta trajetória. À minha família que teve um papel crucial nessa conquista. Essa caminhada não seria possível sem o apoio dos meus pais Ediana Balduino e Edgar Santos.

Ao meu irmão, Gustavo Henrique, pela compreensão e amizade de sempre, que com toda certeza me fizeram seguir adiante e não desistir dos meus objetivos.

Ao professor Dr. Paulo Fernando Ribeiro Ortega, que tenho imensa admiração, por ter acreditado no meu potencial e me instigado a pesquisa.

Aos professores Dra. Michelly dos Santos Oliveira, Dr. Natal Junio Pires e Me. Leandro Henrique dos Santos, por contribuírem tanto para o meu aprendizado, por serem pacientes e parceiros comigo, além de exemplos de profissionais aos quais me espelho e desejo seguir.

Meu muito obrigado aos meus colegas de laboratório Augusto Henrique, Adriele Mercia, Tamiris Fonseca e João Victor, que me ajudaram nessa pesquisa e também estiveram presentes no meu dia-a-dia ao longo desta caminhada.

Agradeço a todos os amigos de dentro e fora do CEFET-MG, que acompanharam essa trajetória e contribuíram de alguma forma para o meu progresso. Sou muito grato a todos.

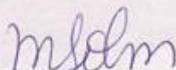
## FOLHA DE APROVAÇÃO

GUILHERME OTÁVIO DOS SANTOS

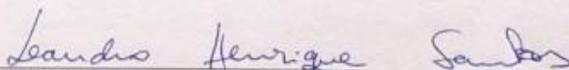
### ESTUDO DA FLOTABILIDADE DA APATITA EMPREGANDO ÓLEO DE PATAUÁ E OLEATO DE SÓDIO COMO COLETORES UTILIZANDO PLANEJAMENTO FATORIAL

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Minas do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG, como requisito parcial para a obtenção de grau de bacharel em Engenharia de Minas.

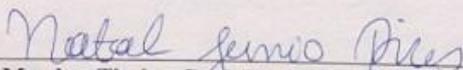
Araxá, 05 de dezembro de 2019



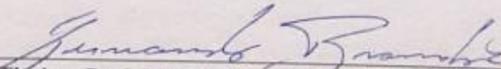
**Presidente e Orientadora: Prof.ª Dr.ª Michelly dos Santos Oliveira**  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG – Unidade Araxá



**Membro Titular e Coorientador: Prof. Me. Leandro Henrique Santos**  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG – Unidade Araxá



**Membro Titular: Prof. Dr. Natal Junio Pires**  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG – Unidade Araxá



**Membro Titular: Prof. Me. Fernando Brandão Rodrigues da Silva**  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG – Unidade Araxá

## RESUMO

Em decorrência do aumento populacional e, conseqüentemente, do acréscimo da demanda por alimentos, o minério fosfático possui grande importância, por ser a principal fonte para a produção de fertilizantes fosfatados. Devido à busca por alta seletividade na concentração deste minério, torna-se fundamental o estudo do comportamento de reagentes na sua interface. Portanto, o objetivo deste trabalho consiste em avaliar o uso do óleo de patauá e oleato de sódio como coletores na microflotação da apatita. Foi realizado planejamento fatorial para avaliar a influência da concentração, pH e granulometria na flotabilidade do mineral, além da variação de pH. A partir da análise estatística, foi observado que a flotabilidade com ambos os coletores foi afetada por todas as variáveis analisadas, além das suas interações. Nas melhores condições, a flotabilidade obtida para a apatita foi de 43,06% com o oleato de sódio, enquanto com o óleo patauá, foi obtido 55,47%, sendo esse mais sensível à presença de finos. Dessa forma, entre os coletores avaliados, o óleo de patauá se destaca pela sua maior flotabilidade, sendo um promissor reagente para o setor industrial.

**Palavras-chave:** Apatita. Microflotação. Planejamento fatorial. Flotabilidade.

## **ABSTRACT**

The phosphate ore is very important for the mineral sector, since it is the main source for the fertilizer production. Due to the search of high selectivity in the concentration of this minerals, it is crucial to study the reagents behavior on its interface. Hence, this project aimed at evaluating the use of patauá oil and sodium oleate as collectors in the apatite microflotation. The factorial analysis was performed to evaluate the influence of the concentration, pH and particle size on the mineral floatability, as well as the pH variation. From the statistical analysis, it was observed that the floatability with both collectors was affected by all analyzed variables, besides their interactions. Under the best conditions, the floatability obtained for the apatite was 43.06% with the sodium oleate, whereas with patauá oil it was 55.47%, which one is more sensitive to the presence of fines. Therefore, among the evaluated collectors, the patauá oil stands out due to its greater floatability, being a promising reagent for the industrial sector.

.

**Keywords:** Apatite. Microflotation. Factorial analysis. Floatability.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Palmeira de patauá .....	12
Figura 2-Tensão superficial na interface líquido-ar. ....	18
Figura 3- Representação da dupla camada elétrica em uma superfície mineral.....	20
Figura 4-Esquema da adsorção do surfactante na hidrofobização da partícula mineral. ....	21
Figura 5- Esquema do ângulo de contato obtido as três fases, sólido líquido e gasoso.....	22
Figura 6- Estrutura amilose .....	26
Figura 7- Estrutura amilopectina .....	26
Figura 8- Tubo de Hallimond modificado.....	27
Figura 9- Adequação granulométrica da apatita.....	30
Figura 10- Saponificação alcoólica do óleo de patauá. ....	32
Figura 11- Neutralização do ácido oleico .....	32
Figura 12- Unidade experimental .....	34
Figura 13- Difratoograma da apatita.....	36
Figura 14- FTIR do óleo de patauá saponificado .....	38
Figura 15- FTIR do oleato de sódio.....	38
Figura 16- Gráfico normal dos efeitos padronizados para flotabilidade utilizando oleato de sódio.....	40
Figura 17- Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para o oleato de sódio .....	41
Figura 18- Gráfico normal dos efeitos padronizados para flotabilidade utilizando óleo de patauá .....	42
Figura 19- Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para o óleo de patauá. ....	43
Figura 20- Gráfico Normal dos Efeitos para $\Delta$ pH oleato de sódio .....	44
Figura 21- Gráfico Normal dos Efeitos para $\Delta$ pH óleo de patauá.....	45
Figura 22- Efeito da granulometria no $\Delta$ pH da apatita utilizando o óleo de patauá ...	46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Produção mundial de concentrado fosfático e reservas em toneladas estimadas no ano de 2016 .....	14
Tabela 2- Principais minerais do grupo apatita e suas respectivas fórmulas químicas .....	16
Tabela 3 - Principais coletores aplicados na flotação do minério fosfático.....	24
Tabela 4- Principais depressores utilizados na flotação de fosfato .....	25
Tabela 5 - Planejamento fatorial dos ensaios de microflotação .....	33
Tabela 6- Parâmetros dos testes de microflotação .....	34
Tabela 7- Análise química da apatita .....	37
Tabela 8 - Caracterização do ácido oleico e óleo de patauá (% de massa).....	37
Tabela 9 - Resultados dos testes de microflotação aplicando o planejamento fatorial completo com ponto central em quadruplicata .....	40
Tabela 10 - Melhores condições obtidas experimentalmente .....	47

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

TME	Transferência de massa externa.
TMI	Transferência de massa interna.
DCE	Dupla camada elétrica.
PIH	Plano interno de Helmholtz.
IDP	Íons determinantes de potencial.
PCZ	Ponto de carga zero.
CEFET-MG	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais.
DRX	Difratometria de raios X.
ICP-AES	Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Acoplado Indutivamente
ICDD	International Centre of Diffraction Data.
CG	Cromatografia gasosa.
FTIR	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier.
C12:0	Ácido Láurico
C14:0	Ácido Mirístico
C16:0	Ácido Palmítico
C16:1	Ácido Palmitoleico
C18:0	Ácido Esteárico
C18:1	Ácido Oleico
C18:2	Ácido Linoleico
C18:3	Ácido Linolênico
C20:0	Ácido Araquídico

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>Introdução .....</b>	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>Revisão bibliográfica .....</b>	<b>13</b>
2.1	Fósforo .....	13
2.2	Principais Depósitos Minerais Fosfáticos.....	13
2.3	Apatita.....	15
2.4	Química de superfície.....	16
2.4.1	Adsorção sólido-líquido.....	16
2.4.2	Tensão superficial.....	18
2.4.3	Dupla camada elétrica .....	19
2.4.4	Hidrofobicidade da superfície.....	20
2.5	Reagentes utilizados na flotação.....	22
2.5.1	Ácidos Carboxílicos .....	23
2.5.2	Depressores .....	24
2.5.3	Amido utilizado como depressor na flotação direta do fosfato.....	26
2.6	Microflotação.....	27
2.7	Planejamento fatorial de experimentos.....	29
<b>3</b>	<b>Metodologia.....</b>	<b>30</b>
3.1	Preparação da amostra .....	30
3.1.1	Caracterização da apatita e dos coletores .....	31
3.2	Ensaio de saponificação e neutralização dos coletores .....	31
3.3	Ensaio de microflotação em tubo de Hallimond .....	33
<b>4</b>	<b>Resultados e discussão .....</b>	<b>36</b>
4.1	Caracterização da apatita.....	36
4.2	Caracterização do ácido oleico e óleo de patauá .....	37
4.3	Caraterização dos produtos sólidos após a saponificação e neutralização.....	37
4.4	Resultados de microflotação .....	39
4.4.1	Análise dos resultados de microflotação.....	40
4.4.2	Análise da variação de pH.....	43
4.4.3	Melhores condições obtidas nas condições avaliadas .....	46
<b>5</b>	<b>Conclusão.....</b>	<b>48</b>
<b>6</b>	<b>Sugestão de trabalhos futuros.....</b>	<b>50</b>
<b>7</b>	<b>Referências.....</b>	<b>51</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Com o aumento crescente da população, torna-se essencial a demanda por alimentos levando a um aumento considerável na produção agrícola. Frente a isso, as áreas para cultivos se encontram cada vez mais escassas, tornando-se estratégico o desenvolvimento da produção de fertilizantes químicos. O fósforo é amplamente utilizado como macronutriente na produção de fertilizantes, sob a forma de pentóxido de fósforo ( $P_2O_5$ ), junto com o nitrogênio (N) e o óxido de potássio ( $K_2O$ ), formando os fertilizantes do tipo *NPK* (CELLA et al., 2010; LOUREIRO et al., 2008).

O consumo de fertilizantes registrado no ano de 2010 foi de 171 milhões de toneladas, apresentando crescimento de 27% em relação a dados do ano 2000. Além da produção de fertilizantes, principal aplicação, o fósforo também é empregado em outras áreas, como na produção de detergentes sintéticos, ração animal, produtos de limpeza e fármacos (COSTA et al., 2012; LOUREIRO et al., 2008).

No âmbito global, os minérios fosfáticos, representam a única fonte de fósforo economicamente viável, sendo que 95% da produção de rocha fosfática é voltada para a produção de fertilizantes. Para que os concentrados fosfáticos atinjam as especificações do mercado, é necessário atender às especificações de teor mínimo de 35% de  $P_2O_5$ , razão em peso  $CaO/P_2O_5$  menor que 1,6 e teor de  $MgO$  menor que 1%. Entretanto, os depósitos lavráveis se encontram cada vez mais complexos, e o desenvolvimento tecnológico e de rotas de beneficiamento se tornam cada vez mais necessários (CHANDER, 2003; OLIVEIRA, 2017; NEVES, 2018).

De modo a encontrar a seletividade na operação de concentração do minério fosfático, técnicas de microflotação têm sido desenvolvidas de forma a estudar o comportamento de espécies minerais isoladamente na presença de reagentes menos agressivos ao meio ambiente, com viabilidade econômica e que interajam bem na superfície mineral. De acordo com Brandão *et al.* (1994) ácidos graxos saponificados derivados de óleos vegetais, apresentam bons resultados como coletores de minerais da classe dos levemente solúveis, como é o caso da apatita (ARAUJO, 2005).

De acordo com Costa (2012), existe uma vasta quantidade de óleos vegetais na região da Amazônia, os quais possuem propriedades interessantes que os qualificam como possíveis candidatos a serem utilizados na flotação de minerais levemente solúveis. As principais características atribuídas a esses óleos são a grande disponibilidade, alto rendimento e baixa utilidade industrial, uma vez que quase não há pesquisas sobre a utilização desses óleos vegetais saponificados no processamento mineral.

Dentre as espécies de palmeiras presentes na região da Amazônia, patauá (*Oenocarpus bataua*), ilustrada na Figura 1, possui fruto do qual se extrai um óleo com elevado teor de ácido oleico, principal ácido graxo utilizado na flotação de minerais não sulfetos, além de outros ácidos graxos em menores proporções. Desse modo, seu estudo pode ser uma alternativa na busca de novos reagentes aplicados na flotação de minérios fosfáticos (OLIVEIRA, 2017).



Figura 1- Palmeira de patauá  
FONTE: ECOLOGIA (2019)

Baseando-se nisso, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o desempenho do óleo de patauá saponificado e oleato de sódio como coletores na microflotação de apatita proveniente da região de Tapira-MG, utilizando tubo de Hallimond modificado. Foi aplicado o planejamento fatorial completo com ponto central em quadruplicata. As repetições objetivaram a ampliação de informações acerca do sistema para posterior tratamento estatístico com maior confiabilidade.

Este trabalho apresenta uma fundamentação teórica a respeito do minério fosfático, mineral apatita, principais fenômenos de superfície e reagentes utilizados na flotação de fosfato. Posteriormente, traz a metodologia empregada nos testes de microflotação, como a saponificação e neutralização dos coletores utilizados e seus resultados de caracterização. Por fim, discute os resultados obtidos e os relaciona com outros trabalhos presentes na literatura.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Fósforo

O elemento químico fósforo (P), do grego *phosphorus* (portador de luz), se encontra no grupo 15 da tabela periódica apresentando, em sua forma pura, características como fosforescência e combustão espontânea. O fósforo é um elemento não metálico, semitransparente e mole, que apresenta massa molar equivalente a  $30,974 \text{ g.mol}^{-1}$  (PEIXOTO, 2002).

Compostos formados por fósforo estão presentes nas plantas e nos organismos vivos. Como exemplo, o íon fosfato ( $PO_4^{3-}$ ) se encontra no interior das células dos tecidos vivos, executando papel importante na atividade celular. Já o fosfato de cálcio  $Ca_3(PO_4)_2$  está presente nos dentes e ossos dos seres humanos. A indústria de fertilizantes possui a maior demanda por fósforo para posterior produção de ácido fosfórico, seguida pelas indústrias de sabões, rações animais, alimentos e farmacêuticas (OLIVEIRA, 2007; SANTOS, 2010).

Em escala mundial, a única fonte economicamente viável de fósforo é o mineral apatita, obtido através do beneficiamento do minério fosfático. Entretanto, com o passar dos anos, os depósitos com maiores teores foram lavrados levando a diminuição na qualidade do minério disponível atualmente. Desse modo, torna-se necessário a cominuição cada vez mais fina do minério para posterior liberação das partículas de interesse (ABOUZEID, 2008).

### 2.2 Principais Depósitos Minerai s Fosfáticos

O minério fosfático é considerado um recurso vital não renovável, ou seja, é explorado mais rápido do que reabastecido por processos naturais. Devido à crescente demanda mundial por alimentos e ao grande desenvolvimento do setor agrícola, a produção do concentrado fosfático destinado à produção de fertilizantes é atendido por meio da mineração. A China, é o país líder na produção de fosfato no mundo, seguido dos EUA e Marrocos. Entretanto, as maiores reservas de rocha fosfática se encontram no Marrocos, com estimativa de aproximadamente 50 bilhões de toneladas, conforme apresentado na Tabela 1.

De acordo com U.S. Geological Survey (2018), espera-se que a capacidade anual da produção de fertilizantes nos Estados unidos permaneça em torno de 32,6

milhões de toneladas durante os próximos anos. No cenário global, a produção de fosfato no ano de 2017 foi de 147 milhões de toneladas, e estima-se que até o ano de 2021 ocorrerá um aumento de produção anual, capaz de atingir o valor de 168 milhões de toneladas (CHANDER, 2003).

**Tabela 1- Produção mundial de concentrado fosfático e reservas em toneladas estimadas no ano de 2016 (Geological Survey, 2018)**

Países	Produção (10 <sup>3</sup> )	Reservas (10 <sup>3</sup> )
EUA	27,000	1,000,000
China	135,000	3,300,000
Austrália	3,000	1,100,00
Brasil	5,100	1,700,000
Egito	5,000	1,300,000
Israel	3,950	74,000
Jordânia	7,990	1,300,000
Marrocos	26,900	50,000,000
Rússia	12,400	700,00
África do Sul	1,700	1,500,000

Os depósitos de fosfato podem ser classificados de acordo com sua formação geológica, sendo de origem sedimentar, ígnea ou biogenética. O processo de extração mineral ocorre majoritariamente através do método de lavra a céu aberto, enquanto a lavra em mina subterrânea corresponde apenas a uma pequena fração desse recurso (ZHANG et al., 2006; SOUZA, 2001).

A maior parte dos concentrados provenientes do minério fosfático é produzida a partir de rochas de origem sedimentares. Esse tipo de minério fosfático apresenta características como alto teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, menores concentrações de minerais de ganga e custo relativamente baixo aplicado à extração e ao beneficiamento. Durante sua adequação, são aplicadas técnicas mais simples e menos dispendiosas para a obtenção do concentrado final de melhor qualidade. Reservas sedimentares são encontradas majoritariamente nos Estados Unidos, Marrocos e Oriente médio.

Em países como Brasil, Rússia e África do Sul, pode ser observada a predominância dos depósitos de origem ígnea, associados a rochas de composições ultrabásicas e alcalinas, formados pela lenta cristalização de minerais primários

decorrentes do resfriamento do magma. Segundo Souza (2001), 85% do fosfato presente no território brasileiro apresenta origem ígnea com a presença acentuada de rocha carbonatítica e minerais micáceos, acarretando baixo teor de  $P_2O_5$ . Em escala mundial, a produção do concentrado de fosfato a partir de minério de origem ígnea, compreende entre 15% e 20% do total (CHULA, 2004).

### 2.3 Apatita

A apatita é um mineral semi-solúvel pertencente ao grupo dos fosfatos, sendo a principal fonte do elemento fósforo. Os principais depósitos que contêm o mineral-minério de apatita, são dotados de estruturas complexas e heterogêneas, com fórmula geral  $A_{10}(BO_4)_6C_2$ , os quais representam respectivamente: (CHULA, 2004; OLIVEIRA, 2007; MARTINS, 2009).

- i. A: cátion divalente (Ca, Pb, Zn, Na, Mg, Mn);
- ii. B: ânions trivalentes (P, As, V, S, C, Si);
- iii. C: ânions monovalentes (F, OH, Cl, Br).

Devido aos graus de substituições, podem ser encontradas variações do mineral apatita, podendo ser fluorapatita, hidroxiapatita, cloroapatita, carbonatohidroxiapatita e francolita. O grupo das apatitas possui uma vasta família de minerais, sendo a fluorapatita o representante mais frequente encontrado na natureza (STRATEEN, 2002; DEER et al., 1981).

Os diferentes graus de substituição e as formas como o mineral apatita é encontrado na natureza variam de acordo com os depósitos minerais, devido aos diferentes ambientes de formação (CHULA, 2004). Alguns minerais do grupo da apatita foram listados na Tabela 2, com suas respectivas composições químicas.

**Tabela 2- Principais minerais do grupo apatita e suas respectivas fórmulas químicas (CHULA, 2004)**

<b>Minerais do grupo apatita</b>	<b>Composição química</b>
Fluorapatita	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3\text{F}$
Cloroapatita	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Hidroxiapatita	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3\text{OH}$
Carbonatohidroxiapatita	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3 (\text{OH})$
Carbonatofluorapatita	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3 \text{F}$
Esvabita	$\text{Ca}_5 (\text{AsO}_4)_3 \text{F}$
Turneaureita	$\text{Ca}_5 [(\text{As}, \text{P}) \text{O}_4]_3 \text{Cl}$
Fermorita	$(\text{Ca}, \text{Sr})_5 (\text{AsO}_4, \text{PO}_4)_3 (\text{OH})$
Fluorcafita	$\text{Ca} (\text{Sr}, \text{Na}, \text{Ca}) (\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ce})_3 (\text{PO}_4)_3 \text{F}$
Alforsita	$\text{Ba}_5 (\text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Morelandita	$(\text{Ba}, \text{Ca}, \text{Pb})_5 (\text{AsO}_4, \text{PO}_4)_3\text{Cl}$

## 2.4 Química de superfície

A flotação no tratamento de minérios é uma aplicação de técnicas envolvendo química de superfície, que engloba o estudo de reagentes capazes de induzir propriedades diferenciadoras em minerais para potencializar, modificar ou inibir determinadas características em meio aquoso, para que a separação entre o mineral de interesse e de ganga seja realizada garantindo a máxima eficiência possível. Assim, torna-se de extrema importância o entendimento dos mecanismos de superfície que atuam na operação, e que estão presentes em grande extensão do tratamento de minérios.

### 2.4.1 Adsorção sólido-líquido

A adsorção sólido-líquido é um processo físico-químico espontâneo onde se tem a transferência e o acúmulo de determinada espécie contida em fase líquida na interface desta com uma fase sólida (WEBER, 1972). Por definição, a espécie que é atraída para a zona interfacial e adsorvida é chamada de adsorbato enquanto a espécie sólida é chamada de adsorvente (CHOWDHURY, 2013).

No processo adsorptivo, as moléculas ou íons podem se concentrar na superfície de um adsorvente de duas formas energeticamente distintas. Se as forças

presentes entre o adsorbato e adsorvente forem do tipo de van der Waals ou eletrostática, tem-se a adsorção física. O calor de adsorção é pequeno e o evento é rápido, apresentando cinética favorável. Além disso, na adsorção física, não há quebra das ligações covalentes, o que mantém a identidade das moléculas (HUNTER, 1994).

Já na adsorção química, existem interações mais fortes entre o adsorvente e o adsorbato, podendo ocorrer quebra e formação de ligações covalentes (CHOWDHURY, 2013). Como consequência da interação, a energia envolvida é muito maior quando comparada com a envolvida na adsorção física, além de ser mais seletiva e necessitar de um tempo maior para ocorrer.

Considerando a cinética de adsorção, pode-se dividir o processo em 3 etapas, sendo elas (CHOWDHURY, 2013):

- i. A primeira etapa é denominada transferência de massa externa (TME), onde a massa do adsorbato na fase líquida migra através da camada hidrodinâmica que envolve o adsorvente;
- ii. A segunda etapa por sua vez é denominada transferência de massa interna (TMI), a qual considera-se o transporte do adsorbato até os sítios de adsorção disponíveis na superfície do adsorvente;
- iii. E por fim tem-se a terceira etapa, quando ocorre a predominância de interações intermoleculares, que governam a adsorção.

A área superficial específica é um fator que influencia diretamente no processo de adsorção. Quanto maior a área superficial específica disponível no adsorvente, maior será o número de sítios disponíveis para a interação com as moléculas de adsorbato. Outros fatores, como a densidade eletrônica, hidrofobicidade e porosidade também são parâmetros que influenciam no processo cinético e termodinâmico de adsorção. O processo de adsorção também é influenciado pela carga superficial do adsorvente que, por sua vez, sofre influência do pH da solução (GUPTA, 2013).

Muitos minerais adquirem cargas elétricas superficiais quando em meio aquoso, gerando uma superfície carregada eletricamente. Isso provoca uma distribuição iônica próxima à superfície, dando origem a dupla camada elétrica (DCE). Assim, pode ser observado maior potencial elétrico na superfície, sendo que a intensidade deste decresce com o afastamento da superfície do adsorbato, até se tornar constante.

Do ponto de vista tecnológico, a adsorção sólido-líquido é um processo que pode ser utilizado no tratamento de minérios, tanto na flotação como na separação sólido-líquido, além de remoção de poluentes em solução no tratamento de água, dentre outros processos. Logo, esta pode ser também considerada uma das técnicas mais eficientes para a mineração, remoção de poluentes a partir de resíduos de indústrias têxtil e de processamento de alimentos.

#### 2.4.2 Tensão superficial

Para que o processo de concentração, via mecanismo de flotação, aconteça, é necessário usar de artifícios para que ocorra a redução da tensão superficial, facilitando a formação da espuma e sua respectiva estabilidade durante a condução da partícula para a superfície.

As forças intermoleculares garantem que as moléculas de água no seio do sistema sejam atraídas em todas as direções, fazendo com que as forças resultantes sobre todas as moléculas inseridas no sistema sejam nulas. Entretanto, isso não acontece na superfície (na interface líquido-gás), como mostrado na Figura 2. Nesse cenário ocorre um desbalanceamento de forças, e a resultante nas partículas é diferente de zero (SHCHUKIN, 2001).

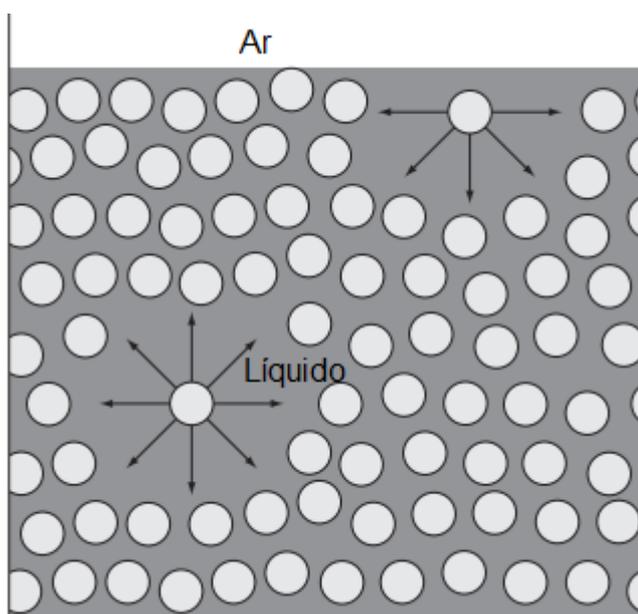


Figura 2-Tensão superficial na interface líquido-ar.  
Adaptado: COLONETTI (2009)

No beneficiamento mineral, é indispensável o uso de técnicas para a redução da tensão superficial, como é o caso da adição de tensoativos. Esses compostos surfactantes possuem caráter anfipático, apresentando parte da molécula com característica apolar (orgânico) e parte polar (inorgânico), sendo capazes de reduzir a tensão superficial e proporcionar estabilidade à espuma na operação de concentração via flotação.

### **2.4.3 Dupla camada elétrica**

Partículas minerais, quando em meio aquoso, liberam íons na solução. Esse fenômeno é mais acentuado em minerais levemente solúveis, como é o caso da apatita, onde ocorre a solubilização de componentes que se encontram em sua estrutura cristalina. De acordo com Chander e Fuerstenau (1972), quando o mineral apatita é colocado em meio aquoso, ocorrerá fenômenos como hidrólise, complexação e precipitações superficiais. Tais fenômenos influenciam na carga de superfície da partícula, podendo causar um desbalanceamento de cargas, o que influencia diretamente na flotação.

Um dos fatores que podem alterar o equilíbrio químico hidrodinâmico do sistema são graus de solubilidade dos diferentes minerais e adição de eletrólitos, que irão proporcionar distribuição de íons na superfície mineral, dando origem a dupla camada elétrica (DCE). A partícula mineral sólida, quando em meio aquoso, atrai para a sua superfície cargas que estão na suspensão. Na Figura 3 é ilustrada a presença da DCE, sendo possível observar a adsorção de íons em uma primeira camada estacionária. Os íons maiores, no plano interno de Helmholtz (PIH), correspondem aos íons hidratados, que adsorveram devido ao mecanismo eletrostático (mecanismo reversível, apresentando baixo calor de adsorção). Já os íons menores, com carga oposta à da superfície mineral, adsorvem especificamente através de interação química, apresentando alto calor de adsorção. Desse modo, a partícula eletricamente carregada, atrai para si uma região dupla formada por íons de sinais opostos entre si, dando origem à dupla camada elétrica (PERES; ARAUJO, 2013; HUNTER, 1994).



Figura 3- Representação da dupla camada elétrica em uma superfície mineral  
 Fonte: PERES; ARAUJO (2013)

Íons determinantes de potenciais (IDP) são espécies carregadas que fazem parte da estrutura cristalina do mineral e possuem a liberdade de se movimentarem entre a fase sólida e a solução. A adição de IDP's no sistema possibilita neutralizar a carga elétrica da superfície. Com isso, é possível obter o mesmo número de sítios positivos e negativos na superfície, garantindo a inexistência da DCE. Esse cenário caracteriza o ponto de carga zero (PCZ).

#### 2.4.4 Hidrofobicidade da superfície

Para que ocorra a separação das espécies minerais durante a flotação, as partículas hidrofóbicas devem aderir às bolhas de ar para então serem carregadas à superfície. A hidrofobicidade da superfície é induzida com o emprego de espécies químicas surfactantes que se ionizam em meio aquoso e adsorvem em sítios disponíveis na superfície mineral. Assim, são capazes de alterar o caráter superficial da partícula, tornando-a hidrofóbica ou potencializando essa característica, e assim possibilitando a adesão da mesma à bolha de ar (FUERSTENAU, 2002; OLIVEIRA, 2007).

A maioria dos minerais possui caráter hidrofílico, o que impossibilita sua adesão à bolha de ar. Nesse caso, é necessário induzir uma propriedade diferenciadora na superfície mineral através de reagentes químicos, a fim de hidrofobizar a superfície mineral, garantindo assim a separação nas frações em concentrado e rejeito (OLIVEIRA, 2007).

Os reagentes químicos empregados na hidrofobização da partícula são surfactantes que possuem caráter hidrofílico (polar) em uma de suas extremidades e na outra lipofílico (apolar). A parte polar (B), quando em solução aquosa, se ioniza e adsorve na superfície mineral (P.M), como apresentado esquematicamente na Figura 4. Já a parte apolar (C) do surfactante, se orienta para a solução, disponível para interagir com a bolha (LUZ et al., 2010).

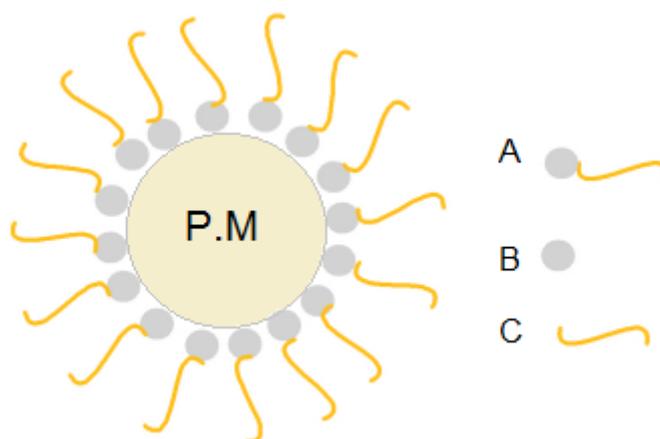


Figura 4 -Esquema da adsorção do surfactante na hidrofobização da partícula mineral.  
Adaptado: FELIPE; DIAS (2017).

O grau de hidrofobicidade da partícula, é medido através do ângulo de contato ( $\theta$ ) entre a fase sólida, líquida e gasosa, conforme apresentado na Figura 5. Geralmente, a análise do ângulo de contato é realizada através da fase líquida, mas também pode ser analisada a partir da fase gasosa. Quando analisado pela fase líquida, se  $\theta$  apresentar valores elevados entende-se que a bolha de ar espalha-se sobre a superfície, ou seja, maior será a hidrofobicidade da partícula sólida (MONTE; PERES, 2004).

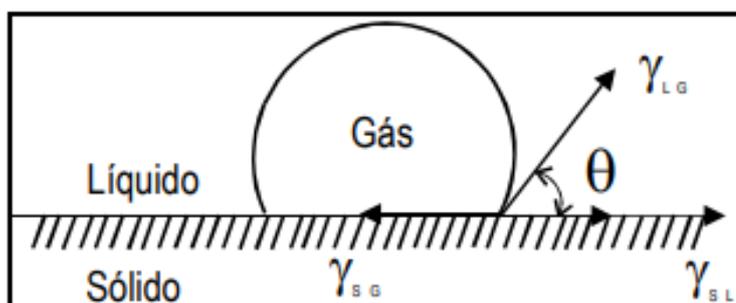


Figura 5- Esquema do ângulo de contato obtido as três fases, sólido líquido e gasoso

Fonte: MONTE; PERES (2004)

Para partículas hidrofílicas que foram hidrofobizadas através do uso de reagentes, o ângulo de contato deve ser superior a  $60^\circ$ , potencializando a probabilidade de adesão de bolha-partícula (YANG, 2011).

## 2.5 Reagentes utilizados na flotação

Na flotação de minérios fosfáticos são utilizados inúmeros reagentes químicos, como coletores, depressores e reagentes auxiliares, aplicados tanto na flotação direta como na reversa. Na operação de flotação direta do minério fosfático, o beneficiamento é realizado em pH alcalino, através do uso de coletores aniônicos. Entretanto, em flotação reversa, os minerais de ganga silicatadas são flotados em pH neutro ou ácido, utilizando coletores catiônicos (CHANDER, 2003).

Segundo Brandão *et al.* (1994), ácidos graxos de cadeia longa derivados de óleos vegetais e seus respectivos sais alcalinos, são os coletores mais utilizados na flotação do concentrado fosfático (CHANDER, 2003).

Estudos realizados com ácidos graxos saturados e insaturados com cadeias hidrocarbônicas contendo entre 12 a 22 átomos de carbono, foram aplicados em um minério fosfático no estado da Flórida nos Estados Unidos. Com os resultados obtidos, constatou-se que os ácidos graxos insaturados ofereceram melhores resultados quando comparado com os saturados. Os ácidos oleicos e linoleicos, que apresentaram 18 átomos de carbono em sua estrutura, desempenharam bons resultados como coletores (SNOW, 2006).

O *tall oil*, subproduto da indústria de celulose, é muito utilizado na flotação de minérios fosfáticos, tanto de origem ígnea quanto sedimentar. A sua utilização permaneceu contínua no Brasil até a década de 80. Após essa época, os valores de

importação cresceram bastante, o que levou a sua inviabilidade na indústria brasileira. O *tall oil* nacional não apresentava boa resposta no processo de flotação da apatita, visto que havia presença de contaminantes em sua composição prejudicando o beneficiamento mineral (OLIVEIRA, 2007; EL-SHALL, 2004).

### 2.5.1 Ácidos Carboxílicos

Quando se trata de minerais semi-solúveis, os ácidos carboxílicos são os reagentes mais empregados no tratamento de minérios. Segundo Oliveira (2007), a espécie predominante desse reagente na solução é regida de acordo com sua concentração e com o valor do pH do meio. Na faixa ácida, a espécie predominante corresponde à molecular (R-COOH), enquanto em faixas alcalinas, existe a predominância da espécie iônica (R-COO<sup>-</sup>).

É comum que as espécies moleculares em meio aquoso desempenhem o papel de espumante, enquanto as espécies iônicas apresentem a função de coletor. No tratamento de minérios, os sais de sódio e potássio são amplamente utilizados na flotação. Sais alcalinos de ácidos graxos apresentam a característica de reduzirem a tensão superficial quando colocados em meio aquoso. Isso se deve ao caráter orgânico (apolar) e inorgânico (polar) presente em sua estrutura molecular (OLIVEIRA, 2007).

Dos coletores aniônicos mais utilizados na flotação de minérios fosfáticos mostrados na Tabela 3, estão presentes os ácidos graxos de cadeia longa e seus respectivos sais, como citado anteriormente. De acordo com Seth e colaboradores (1975), o fosfato dissódico, ou mais conhecido como hidrogeno fosfato dissódico, é um ótimo coletor aniônico, que apresentou bons resultados na flotação seletiva da calcita do quartzo em pH alcalino. Entretanto, devido a propriedades de superfícies semelhantes entre a calcita e a apatita, a seletividade entre os minerais, quando flotados juntos, não foi alcançada.

Os sulfossuccinatos e sulfossuccinamatos são extremamente solúveis em água e insolúveis em solventes inorgânicos. São amplamente aplicados como coletores na flotação de minérios fosfáticos e possuem grande desempenho quando combinados com outros coletores. Foram realizados testes de flotação de fosfato na Florida (EUA), utilizando uma combinação de *tall oil* e sulfossuccinamatos. O desempenho

dos coletores, quando aplicados juntos obteve uma recuperação superior de  $P_2O_5$ , quando aplicado apenas utilizando o *tall oil* (CHANDER, 2003; GUIMARÃES, 2004).

Os coletores catiônicos são empregados na flotação reversa do minério fosfático. Nesse cenário, os minerais dolomíticos e calcíticos são flotados enquanto a apatita é deprimida. Esse tipo de flotação, ocorre comumente em pH neutro ou ácido. Muitos coletores anfotéricos são empregados nas etapas de flotação, como é o caso do sarcosinato de sódio, por possuir boa seletividade. Em pH alcalino, essa família de coletores possuem comportamento aniônico e, já em pH ácido comportamento catiônico (HOUOT, 1985; CHANDER, 2003).

**Tabela 3 - Principais coletores aplicados na flotação do minério fosfático (CHANDER, 2003)**

<b>Mineral flotado</b>	<b>Propriedade iônica</b>	<b>Coletor</b>
Fosfato/Apatita	Ânionico	Ácido oleico Ácido graxo Dodecil fosfato de sódio Hidroxamatos Sulfossuccinatos Sulfossuccinamatos
	Catiônico	Acetato de amina de sebo
	Anfotérico	Sarcosinato de sódio

### 2.5.2 Depressores

Agentes modificadores orgânicos são utilizados como depressores na indústria mineral. Para isso, é necessário que esses reagentes possuam peso molecular elevado e a presença de grupos polares fortemente hidratados em sua estrutura, como hidroxilas ( $OH^-$ ) e grupo carboxílico ( $COOH$ ). Na flotação direta de minérios fosfáticos, o amido é amplamente utilizado como depressor dos minerais de ganga. Entretanto, na flotação reversa, é comum utilizar ácido sulfúrico e ácido fosfórico como depressor da apatita (CHANDER, 2003; GUIMARÃES, 2004).

Para que os reagentes adicionados no sistema de flotação desempenhem a função de depressor, é necessária a presença de grupos funcionais que tenham

atração seletiva por minerais de ganga, atribuindo assim elevada hidrofiliabilidade ao mineral, capaz de impossibilitar a adsorção do coletor. Para isso, alguns requisitos devem ser estabelecidos (GUIMARÃES, 2004; OLIVEIRA, 2017):

- i. Os grupos polares presentes na estrutura do reagente depressor devem possuir maior afinidade com a superfície do mineral em relação às espécies coletoras utilizadas;
- ii. A capacidade de adsorção deve ser seletiva, ou seja, deve adsorver especificamente apenas uma determinada espécie mineral que se deseja deprimir;
- iii. Devem possuir quantidade de grupos polares suficientes, capazes de atribuir ou potencializar o caráter hidrofílico na superfície mineral.

No Brasil, o amido é amplamente utilizado como depressor de minerais de ganga da rocha fosfática na flotação direta, juntamente com os coletores aniônicos para a recuperação da apatita. Na Tabela 4, têm-se os principais depressores apresentados pela literatura tanto para a rocha fosfática como para minerais de ganga nela presente.

**Tabela 4- Principais depressores utilizados na flotação de fosfato (CHANDER, 2003) Adaptado.**

<b>Mineral a ser deprimido</b>	<b>Depressor</b>
Fosfato/Apatita	Sulfato de alumínio Ácido fluossilícico Carbonado de sódio Ácido sulfúrico Ácido Fosfórico Ácido Disfosfônico Amido
Carbonatos	Silicato de sódio Ácido hidrófluorídrico Polissacarídeos Amido
Sílica	Silicato de sódio

### 2.5.3 Amido utilizado como depressor na flotação direta do fosfato

No Brasil, o amido é muito aplicado no processo de beneficiamento mineral como depressor da hematita, em circuitos de flotação catiônica reversa do minério de ferro, como também depressor de minerais de ganga silicatadas carbonáticas, na flotação direta aniônica do minério fosfático de origem ígnea (GUIMARÃES, 2004; OLIVEIRA 2007).

O amido é um polímero natural de fórmula básica  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , onde “n”, representa unidades de aldo-hexose, que é um monossacarídeo com a presença de um aldeído no final da estrutura. A constituição básica dos amidos é uma fração de 25% de amilose de estrutura linear, e outra fração de 75% de amilopectina (e as proporções variam em função da origem de cada tipo de amido), onde as unidades monoméricas estão polimerizadas, atribuindo uma estrutura ramificada. As Figuras 6 e 7 representam, respectivamente, as frações amilose e amilopectina presentes no amido (LEJA, 1982 *apud* LEAL FILHO, 1999).

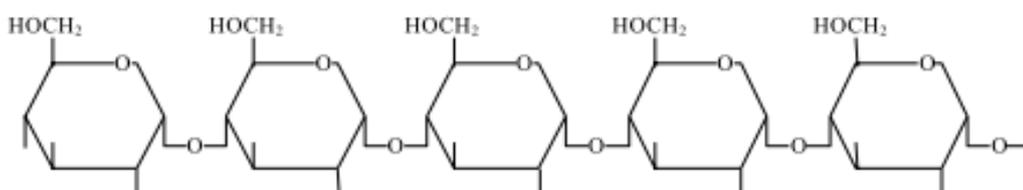


Figura 6 - Estrutura amilose  
Fonte: LEJA (1982); *apud* OLIVEIRA (2007).

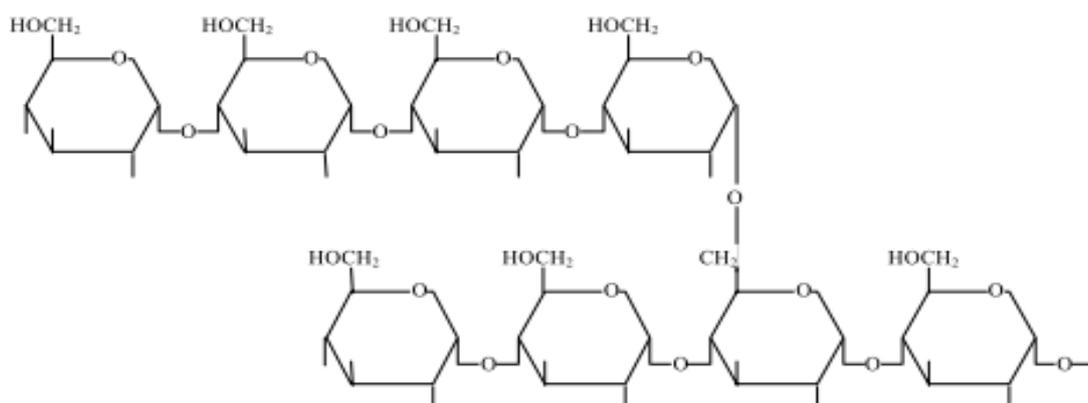


Figura 7- Estrutura amilopectina  
Fonte: LEJA (1982) *apud* OLIVEIRA (2007).

Uma das grandes dificuldades da flotação de fosfato é a seletividade entre a calcita e a apatita devido as semelhantes propriedades de superfície. Segundo Somasundaran (1969), a presença de coletores aniônicos, como é o caso do oleato de sódio, torna a superfície de calcita hidrofóbica. Entretanto, na presença de amido na polpa, esse fenômeno pode ser controlado. O emprego do depressor impacta positivamente na recuperação, uma vez que dosagens controladas proporcionam condições ótimas para a camada de espuma, garantindo um concentrado mais rico (CHAVES *et al.*, 2018).

## 2.6 Microflotação

Para analisar o comportamento de minerais puros que estão presentes no minério utiliza-se a técnica de microflotação. O processo é aplicado de forma isolada para determinada espécie mineral, avaliando os parâmetros da operação como reagentes e suas respectivas concentrações, pH do meio, granulometria, vazão e natureza da fase gasosa.

Os ensaios de microflotação são geralmente realizados no tubo de Hallimond, como ilustrado na Figura 8. A vidraria é composta por duas partes de vidro, que são encaixadas para que o procedimento seja realizado. A parte inferior é dotada de uma placa porosa, livre para a passagem de gás e formação de bolhas no decorrer do tubo. As partículas hidrofobizadas irão se aderir às bolhas formadas e percorrerão ao longo do tubo, até chegarem a superfície ou bem próximo a superfície, para só assim se depositarem na zona de coleta (ARAUJO *et al.*, 2005).

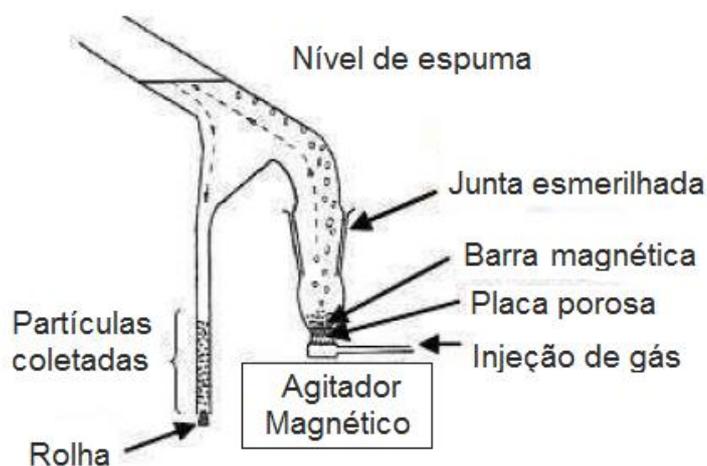


Figura 8- Tubo de Hallimond modificado  
Fonte: ARAUJO *et al.*,(2005).

Com o decorrer do tempo, modificações foram realizadas para otimizar a operação e garantir precisão nos resultados. Uma dessas modificações foi a utilização de um tubo de vidro extensor, aplicado preferencialmente quando se tem partículas finas, minimizando o arraste mecânico das mesmas para a região de coleta (ARAUJO *et al.*, 2005).

Para que os testes de microflotação possam ser comparados com outros e os resultados avaliados de forma precisa, devem ser realizadas padronizações metodológicas no sequenciamento dos testes. Torna-se necessário estabelecer o tempo de condicionamento do material e o tempo de coleta. A vazão do gás e a agitação devem ser ajustados, minimizando arraste mecânico de partículas (ARAUJO *et al.*, 2005).

Na literatura, é comum encontrar testes de microflotação utilizando óleos vegetais, como os apresentados por Brandão *et al.* (1994). Os autores realizaram testes em meio básico para avaliar o efeito do emprego dos óleos como coletores visando aumentar a flotabilidade das espécies minerais. Para a apatita, o ácido linoleico apresentou melhor desempenho quando comparado com os ácidos linolênico e oleico.

Oliveira (2017) realizou testes de microflotação utilizando apatita (mineral de interesse), além de calcita e quartzo na granulometria entre 300 $\mu\text{m}$  e 106 $\mu\text{m}$ . Os tempos adotados para o condicionamento e flotação foram de 5 minutos e 1 minuto respectivamente, utilizando nitrogênio ( $\text{N}_2$ ) a uma vazão entre 50 e 60  $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$  como componente da fase gasosa. O coletor derivado do óleo de patauá foi avaliado obtendo recuperação da apatita utilizando concentrações até 20 vezes menores que a requerida quando se utilizou oleato de sódio.

No trabalho desenvolvido por Lopes (2013), foram executados testes de microflotação de apatita, calcita e dolomita. Foi empregado o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) como fase gasosa, sendo estudados vários coletores e sua influência sobre a flotabilidade das espécies minerais. A granulometria utilizada em todos os testes foi (-212  $\mu\text{m}$  +75 $\mu\text{m}$ ) e vazão fixa de gás igual a 40 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ . Nos testes, o uso de  $\text{CO}_2$ , não obteve uma resposta satisfatória em relação à seletividade entre os minerais.

Costa (2012), avaliou o desempenho de diferentes óleos amazônicos como coletores de apatita. O elevado teor de ácidos graxos presentes nos óleos vegetais, dentre eles o ácido oleico e linoleico, promoveu altas recuperações de apatita e seletividade entre os minerais de ganga calcita e quartzo, em faixas estreitas de pH.

## 2.7 Planejamento fatorial de experimentos

O planejamento fatorial é uma técnica analítica muito utilizada em processos em geral, onde visa a obtenção de resultados através de um número reduzido de experimentos. Para aplicar essa metodologia, é importante realizar uma triagem das variáveis mais importantes inseridas no sistema para assim executar os experimentos e avaliar a influência destas variáveis nos resultados obtidos (MONTGOMERY, 1991; VICENTINI *et al.*, 2011).

Uma das principais razões para a utilização do planejamento fatorial é a investigação das condições ótimas do processo, interações entre variáveis e seus efeitos na resposta final dos experimentos. Para isso, é necessário especificar níveis que serão empregados nos testes, para que estes possam ser executados em todas as combinações possíveis (BARROS NETO *et al.*, 2007).

O planejamento fatorial em dois níveis ( $2^k$ ) é o mais utilizado devido sua simplicidade e eficiência. Havendo no sistema em estudo  $k$  fatores, (sendo  $k$  variáveis controladas pelo operador) o planejamento em dois níveis será expresso pela realização de  $2 \times 2 \times 2 \dots \times 2 = 2^k$  ensaios diferentes. As combinações dos ensaios é então denominada de matriz de planejamento (BARROS NETO *et al.*, 2007; COSTA 2012).

### 3 METODOLOGIA

Neste capítulo, é feito um detalhamento dos procedimentos experimentais utilizados neste trabalho, que incluem caracterização do mineral-minério apatita, cromatografia gasosa do óleo de patauá e ácido oleico, espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier dos reagentes coletores, além de testes de microflotação utilizando planejamento fatorial completo com ponto central. Os procedimentos experimentais, foram conduzidos no Laboratório de Tratamento de Minérios (LTM) e Laboratório de Química do CEFET-MG, Campus Araxá, Laboratório de Análises Químicas e Laboratório de Minérios e Matérias dos Departamentos de Engenharia de Minas e de Metalurgia e Materiais da UFMG, respectivamente.

#### 3.1 Preparação da amostra

As amostras minerais de apatita utilizadas nos testes deste trabalho são provenientes da mina de rocha fosfática de Tapira-MG. O material após ser encaminhado para o LTM, passou por etapas de adequação, conforme esquematizado na Figura 9.

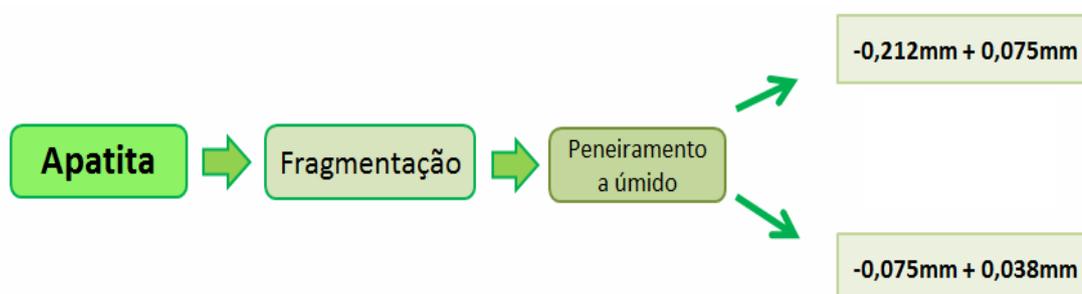


Figura 9 - Adequação granulométrica da apatita  
Fonte: Autoria própria

Para os ensaios de microflotação, foi necessário realizar a adequação granulométrica do material. Inicialmente a apatita passou por processos de fragmentação que incluíram sua redução granulométrica através da utilização de um rolo, posteriormente fragmentação utilizando martelo e, por último, gral de ágata. Foi dispensável o uso de moinho, visto que não houve dificuldades nos procedimentos anteriores. Foi realizada a deslamagem a úmido em todo o material e duas faixas

granulométricas foram separadas para os posteriores testes de microflotação, sendo a faixa grossa (-0,212mm +0,075mm) e a faixa fina (-0,075mm e 0,038mm).

### **3.1.1 Caracterização da apatita e dos coletores**

A caracterização da amostra de apatita contemplou técnicas de difratometria de raios X (DRX), no qual as amostras foram fixadas em um suporte com granulometria inferior a 0,038mm por prensagem manual. O difratograma obtido, foi comparado com fichas padrões de minerais que estão disponíveis no banco de dados do *International Centre of Diffraction Data* (ICDD). Também foi realizado o refinamento pelo método Rietveld para a análise semiquantitativa das fases presentes, além da análise química quantitativa via espectrometria óptica de emissão atômica por plasma de argônio (ICP-AES).

A caracterização das amostras de óleo de patauá e ácido graxo contemplaram técnicas de análise de cromatografia gasosa (CG). Após a saponificação do óleo de patauá e a neutralização do ácido graxo, os produtos sólidos foram submetidos a análise de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).

### **3.2 Ensaio de saponificação e neutralização dos coletores**

Para o óleo de patauá, foi realizado o método de saponificação alcoólica em uma temperatura de 75°C, com solução de hidróxido de sódio (NaOH) em etanol anidro e refluxo. A saponificação do coletor ocorreu reagindo 4g de óleo de patauá com 10mL de solução alcoólica de 100 ml NaOH a 2% (m/v) em um balão volumétrico submetido a aquecimento em chapa aquecedora e refluxo com condensador durante 60 minutos, conforme apresentado na figura 10.



Figura 10 - Saponificação alcoólica do óleo de patauá.  
Fonte: Autoria própria

O ácido oleico passou pelo processo de neutralização onde ocorreu a reação de 4 gramas de ácido graxo com 100 ml de solução alcoólica de NaOH 2%(m/v) em um béquer, sem aquecimento durante o tempo de reação que foi de 30 minutos, conforme ilustrado na Figura 11. Os produtos da saponificação e da neutralização, foram filtrados em filtros de papel da marca Três Corações<sup>®</sup>, e levados a estufa a uma temperatura de 80°C durante 24 horas. Tanto a eficiência da saponificação quanto a eficiência da neutralização, foram avaliadas através do FTIR dos produtos sólidos.

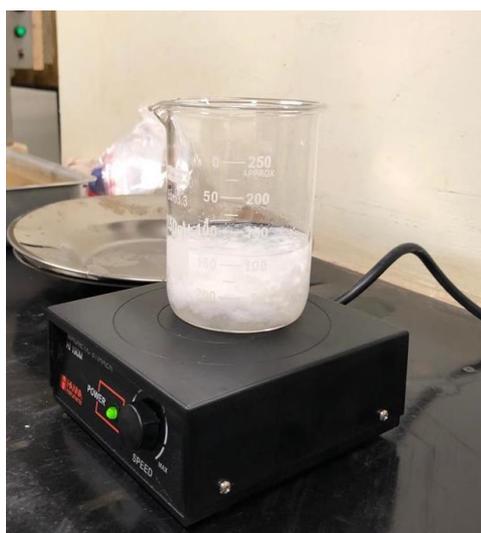


Figura 11 - Neutralização do ácido oleico  
Fonte: Autoria própria

### 3.3 Ensaios de microflotação em tubo de Hallimond

Para os ensaios de microflotação, foi realizado o planejamento fatorial completo em dois níveis, com ponto central em quadruplicata. Foram avaliadas as variáveis concentração de coletor, pH do teste e granulometria das partículas minerais, conforme apresentado na Tabela 5. O nível -1 foi representado por 0% de finos, onde a fração utilizada para os testes foi a granulometria na faixa entre 0,212mm e 0,075mm. Já no nível +1 foi representado por 100% finos, onde foi composto apenas por material da faixa fina, entre 0,075mm e 0,038mm. A fração mista de 50% (central) foi composta por uma mistura em proporções iguais entre as duas amostras.

**Tabela 5 - Planejamento fatorial dos ensaios de microflotação**

<b>Variável</b>	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>1</b>
Concentração (mg/L)	1	5,5	10
pH	6,5	9	11,5
Finos (%)	0	50	100

O planejamento fatorial foi aplicado separadamente para testes utilizando óleo de patauá saponificado e para o oleato de sódio, para que o tratamento estatístico fosse realizado posteriormente utilizando o software Minitab<sup>®</sup>. Desse modo, é possível quantificar a contribuição das variáveis para o sistema além das possíveis interações entre elas.

As variáveis de reposta foram a flotabilidade e variação de pH ( $\Delta$ pH). Foi feito o controle de pH durante todo o teste para relacionar sua variação com a solubilidade da apatita e avaliar quais variáveis do sistema exercem influência direta na sua variação. Os resultados dos experimentos foram analisados através de técnicas estatísticas utilizando um intervalo de confiança de 95%.

Para cada reagente, foram realizados um total de 12 ensaios mantendo algumas variáveis como parâmetros, conforme apresentado na Tabela 6. Foi utilizando 0,5g de apatita como alimentação para cada teste. O material foi condicionado na base do tubo de Hallimond com um volume de 25mL, e após 5 minutos, o tubo foi completado até atingir 145 mL (volume útil) com a solução de coletor na concentração e pH do respectivo teste, e o gás N<sub>2</sub> acionado.

**Tabela 6- Parâmetros dos testes de microflotação**

Parâmetros	
Tempo de Condicionamento	5 minutos
Tempo de flotação	1 minuto
Vazão de N <sub>2</sub>	60 mL.min <sup>-1</sup>
Agitação	Suspensão das partículas com mínimo arraste

Todos os testes de microflotação foram conduzidos sem o extensor acoplado na parte superior do tubo de Hallimond. Um agitador magnético foi colocado abaixo do tubo ao qual estava acoplado em um rotâmetro, como mostrado na Figura 12. Foi realizado aferição do pH da solução imediatamente antes, durante o condicionamento e depois dos testes (flotado e afundado) de modo a avaliar sua influência devido a solubilidade parcial da apatita.



Figura 12- Unidade experimental  
Fonte: Autoria própria

Tanto o produto flotado quanto o afundado, foram filtrados e levados a estufa durante 24 horas a 70°C para posteriormente serem pesados em balança analítica. Para cada ensaio, foi calculado a flotabilidade e a perda de massa conforme as equações 1 e 2, respectivamente. Para o cálculo de perda de massa, os produtos da microflotação (flotado e afundado) foram divididos pela massa total utilizada em

cada teste, que foi de 0,5g. Tanto os valores de flotabilidade e perda de massa foram expressos em porcentagem.

$$\textit{Flotabilidade (\%)} = \left( \frac{\textit{Massa flotado}}{\textit{Massa flotado} + \textit{Massa afundado}} \times 100 \right) - \textit{arraste} \quad (\textit{Equação 1})$$

$$\textit{Perda de massa (\%)} = \left( 1 - \frac{\textit{Massa flotado} + \textit{Massa afundado}}{0,5} \right) \times 100 \quad (\textit{Equação 2})$$

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados e discussão do estudo feito para avaliar a fotabilidade da apatita utilizando óleo de patauá e oleato de sódio como coletores. Os resultados obtidos foram divididos em quatro partes, sendo:

- i. Caracterização da apatita.
- ii. Caracterização do ácido oleico e do óleo de patauá.
- iii. Caracterização dos produtos sólidos após a saponificação e neutralização.
- iv. Resultados de microflotação.

### 4.1 Caracterização da apatita

A Figura 13 apresenta o difratograma da apatita onde os picos (A) presentes são característicos do mineral. Foi realizado o refinamento da análise pelo método de Rietveld atribuindo pureza superior a 90% para o mineral. Através da análise química, via técnica ICP-AES, a amostra apresentou 90,58% de apatita e o teor dos elementos presentes na amostra estão apresentados na tabela 7.

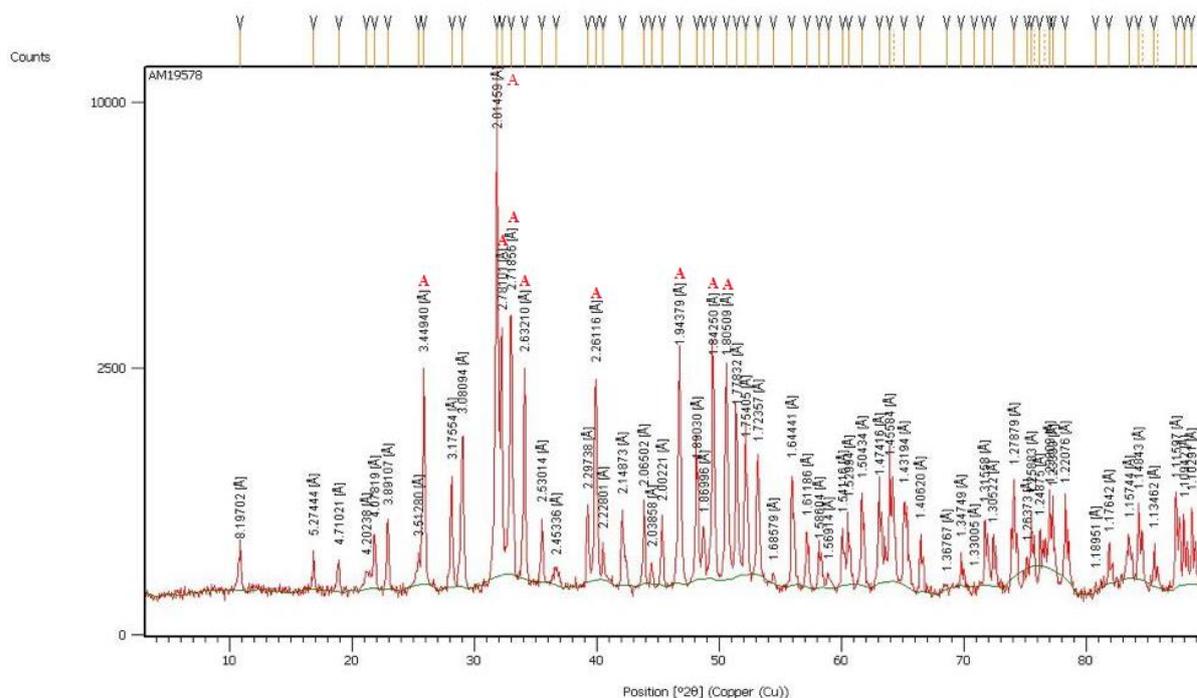


Figura 13 - Difratograma da apatita

Tabela 7- Análise química da apatita

	Ca	Fe	Na	P	Si	Sr	Ti
Teor %	34,67	0,78	0,06	16,32	0,31	0,16	0,05

#### 4.2 Caracterização do ácido oleico e óleo de patauá

Foi realizada a cromatografia em fase gasosa (CG) dos óleos avaliados, seguindo o procedimento analítico padrão muito utilizado em laboratórios de controle e qualidade. Os ácidos graxos mais comuns são facilmente determinados e separados via CG (GUNSTONE, 2004).

Esse método mostrou a medida de grau de instauração presente na composição dos ácidos graxos, conforme apresentado na Tabela 7. É possível observar a elevada pureza do ácido oleico C18:1 atingindo um valor de 88,7%.

Tabela 8 - Caracterização do ácido oleico e óleo de patauá (% de massa)

Ácido Graxo	C12:0	C14:0	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0	Outros	Total
Ácido Oleico	0,0	0,0	1,6	0,0	2,7	88,7	6,6	0,0	0,0	0,4	100,0
Patauá	0,7	0,5	11,5	0,7	4,4	75,0	5,9	0,5	0,3	0,5	100,0

É possível comparar a semelhança existente entre o óleo de patauá e o ácido oleico. Ambos possuem elevados teores de C18:1, um dos principais ácidos graxos utilizados na flotação de minerais levemente solúveis (COSTA, 2012).

A presença de ácido linoleico C18:2 nos dois óleos são parecidas, entretanto o patauá apresenta quantidade significativamente superior em ácido palmítico C16:0.

#### 4.3 Caracterização dos produtos sólidos após a saponificação e neutralização

Após o processo de saponificação do óleo de patauá e a neutralização do ácido oleico, os produtos sólidos obtidos passaram pela espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). A interpretação do resultado é semelhante para os dois coletores onde as bandas geradas tiveram a mesma tendência, como apresentada nas Figuras 14 e 15.

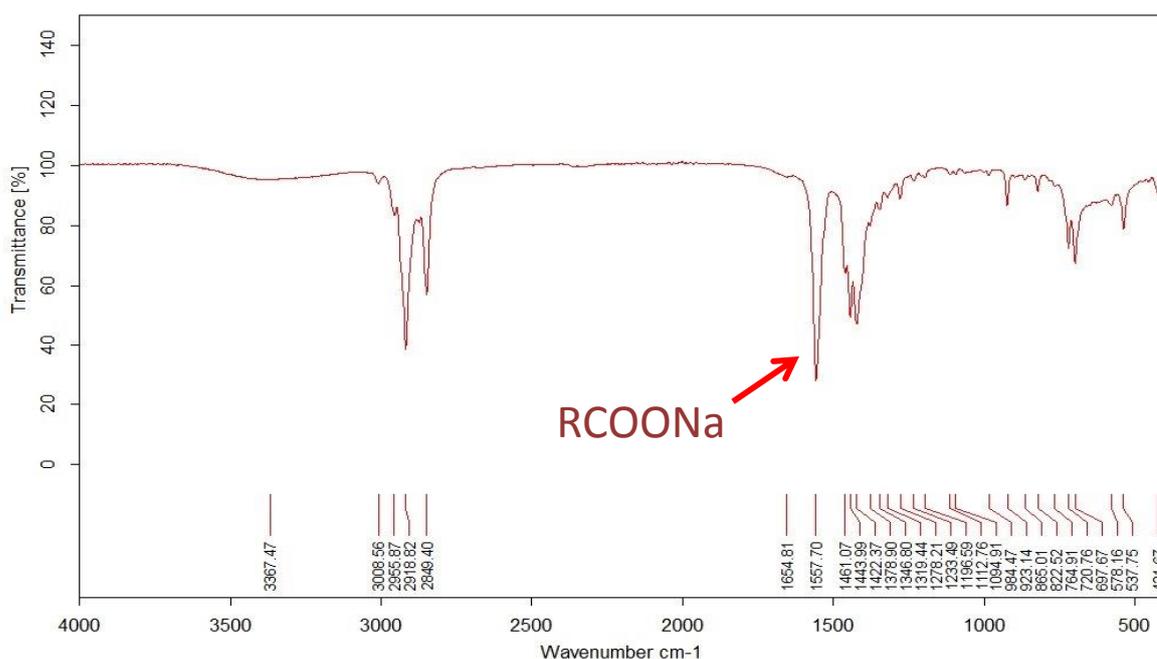


Figura 14 - FTIR do óleo de patauá saponificado

De acordo com o resultado de FTIR para o patauá saponificado, a maior banda foi representada entre o intervalo de  $1557,70\text{ cm}^{-1}$  e  $1654,41\text{ cm}^{-1}$  a qual é característica de sais sódicos. A região entre  $1800\text{ cm}^{-1}$  e  $2600\text{ cm}^{-1}$  é característica de ácidos graxos livres, e como observado, a ausência de bandas nessa região confirma que a saponificação realizada no óleo vegetal foi eficiente. A mesma interpretação pode ser feita para o ácido oleico após sua neutralização.

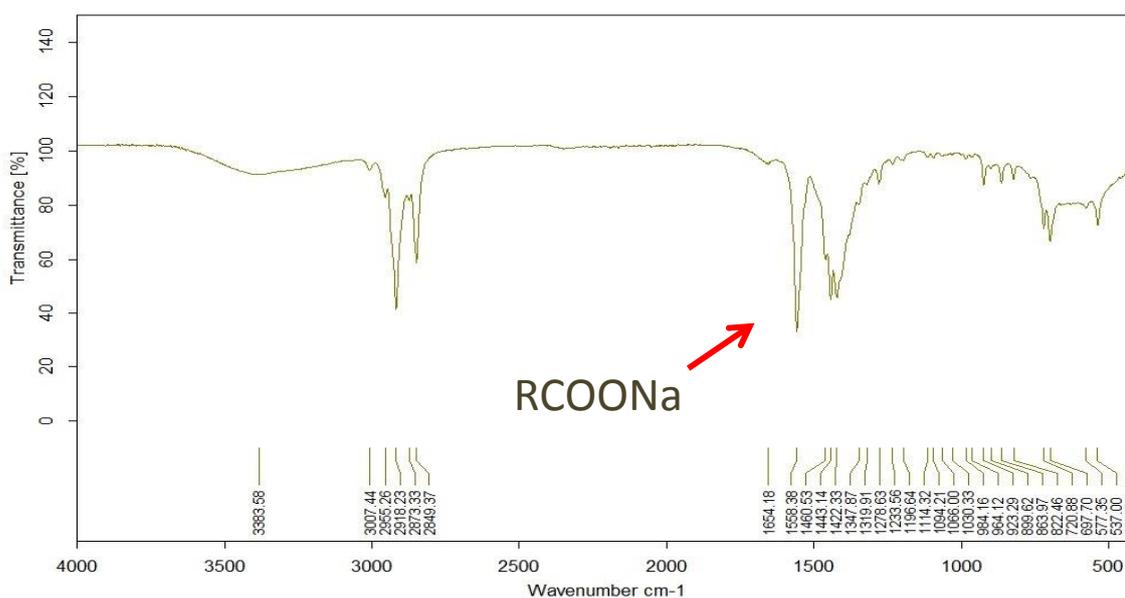


Figura 15 - FTIR do oleato de sódio

#### 4.4 Resultados de microflotação

Foi aplicado o planejamento fatorial com ponto central em quadruplicata para avaliar o comportamento do óleo de patauá saponificado e oleato de sódio como coletor da apatita. De acordo com a literatura, as melhores condições para obtenção de máxima flotabilidade da apatita utilizando oleato é em pH alcalino entre 9 e 9,5. Em pHs acima de 9,5, verifica-se que a recuperação diminui, conforme apresentado por Barros *et al.* (2008). Nestas faixas de pH, utilizando concentrações de  $15\text{mg.L}^{-1}$ , tem-se recuperação acima de 90%, conforme o trabalho de Oliveira (2007). No estudo desenvolvido por Costa (2008), foram realizados testes utilizando óleos vegetais amazônicos saponificados, através dos quais foi obtido recuperação máxima do mineral em concentrações entre  $2,5$  e  $5\text{mg.L}^{-1}$ .

Sis e Chander (2003), avaliaram o ângulo de contato da apatita utilizando oleato de sódio como coletor. O máximo valor do ângulo obtido foi de  $95^\circ$  para concentrações de  $10\text{mg.L}^{-1}$ . Em contrapartida, em maiores concentrações, o oleato adsorve na superfície da apatita em multicamadas levando a uma diminuição no ângulo de contato.

Desse modo, os testes foram conduzidos aplicando o ponto central na região de melhor condição estabelecida na literatura, com concentração de  $5,5\text{mg.L}^{-1}$  e pH igual 9. Os níveis -1 e +1 estudados para concentração foram  $1\text{mg.L}^{-1}$  e  $10\text{mg.L}^{-1}$ , respectivamente. Já para o pH foram estabelecidos 6,5 e 11,5. Os resultados dos testes de microflotação, estão apresentados na Tabela 9.

Os testes de arraste foram realizados nas condições operacionais do teste e seus valores foram descontados dos resultados de flotabilidade. Das 3 granulometrias estudadas, partículas finas obtiveram maior arraste, com valor de 11,18%. Tal fato já era esperado, visto que partículas menores estão mais suscetíveis a serem arrastadas pelas linhas de fluxo do líquido. Partículas grossas, com 0% de finos, obtiveram arraste de 6,74% e as partículas mistas 2,31%. Era esperado que a fração mista tivesse valor de arraste mecânico intermediário entre as outras duas granulometrias estudadas, entretanto isso não aconteceu. A interação entre as partículas de distintas granulometrias no meio fluído, pode ter alterado a viscosidade do meio, acarretando na diminuição de partículas carregadas pelas linhas de fluxo.

**Tabela 9 - Resultados dos testes de microflotação aplicando o planejamento fatorial completo com ponto central em quadruplicata**

Oleato de sódio							Patauá						
Ensaio	Conc. (mg/L)	pH	Finos (%)	Flot. (%)	$\Delta$ pH (%)	perda (%)	Ensaio	Conc. (mg/L)	pH	Finos (%)	Flot. (%)	$\Delta$ pH (%)	perda (%)
1	1	6,50	0	13,03	13,83	8,47	13	10	11,5	0	14,73	0,79	3,14
2	1	11,50	100	5,20	1,74	7,10	14	5,5	9,0	50	6,62	6,21	4,74
3	10	6,50	100	43,06	10,60	8,47	15	10	11,5	100	12,20	1,41	5,62
4	10	11,50	100	5,25	2,18	5,06	16	1	11,5	0	9,54	0,96	6,86
5	5,5	9,00	50	6,84	1,80	4,82	17	5,5	9,0	50	10,82	6,24	1,76
6	1	6,50	100	3,65	12,29	3,62	18	5,5	9,0	50	8,72	5,02	4,65
7	5,5	9,00	50	6,86	2,05	3,94	19	1	6,5	0	9,88	11,21	0,82
8	10	11,50	0	6,09	8,09	5,06	20	10	6,5	0	55,47	0,15	1,08
9	1	11,50	0	0,00	1,30	2,56	21	1	11,5	100	10,81	3,57	8,60
10	5,5	9,00	50	5,38	2,71	3,12	22	10	6,5	100	16,41	7,95	4,74
11	10	6,50	0	20,67	5,84	8,47	23	1	6,5	100	3,59	12,12	5,92
12	5,5	9,00	50	7,40	1,65	5,11	24	5,5	9,0	50	7,46	3,26	2,92

#### 4.4.1 Análise dos resultados de microflotação

Com os valores de flotabilidade obtidos, foi possível realizar o tratamento estatístico utilizando o software Minitab® com 95% de confiança. Foi realizado o tratamento para cada coletor isoladamente e os resultados então posteriormente comparados.

Conforme a Figura 16, é possível observar os efeitos que influenciaram na flotabilidade da apatita, utilizando oleato de sódio como reagente coletor.

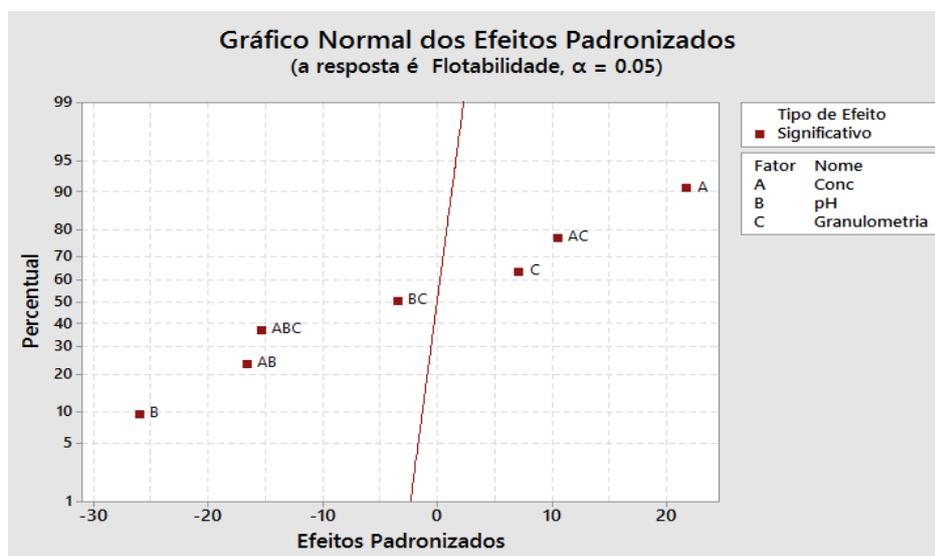


Figura 16 - Gráfico normal dos efeitos padronizados para flotabilidade utilizando oleato de sódio

Todas as variáveis estudadas, concentração, pH e granulometria, apresentaram efeitos principais sobre a resposta obtida, ou seja, influenciaram de forma significativa na flotabilidade do mineral. A variável mais expressiva foi o pH do sistema, que apresentou contribuição negativa para a recuperação da apatita. Ao passar do pH 6,5 para 11,5 se observa um decréscimo na flotabilidade. Em contrapartida, tanto o aumento da concentração de coletor quanto a diminuição na granulometria contribuíram positivamente para o aumento da flotabilidade, sendo a concentração o fator mais importante para esse resultado.

O gráfico normal, também nos mostra os efeitos de interação entre as variáveis, onde é possível observar tanto o efeito de segunda ordem quanto de terceira ordem. A interação entre concentração e granulometria foi benéfica para o sistema, contribuindo para o aumento de flotabilidade do mineral. Já efeitos entre pH e granulometria, concentração de coletor/pH/granulometria e concentração e pH impactaram de forma negativa a resposta para os testes utilizando o oleato de sódio.

A Figura 17 mostra visualmente a magnitude da contribuição de cada variável para a recuperação de apatita utilizando o oleato de sódio como reagente. Quanto mais afastado do limite de significância (3.18), maior influência a variável exerce sobre a flotabilidade.

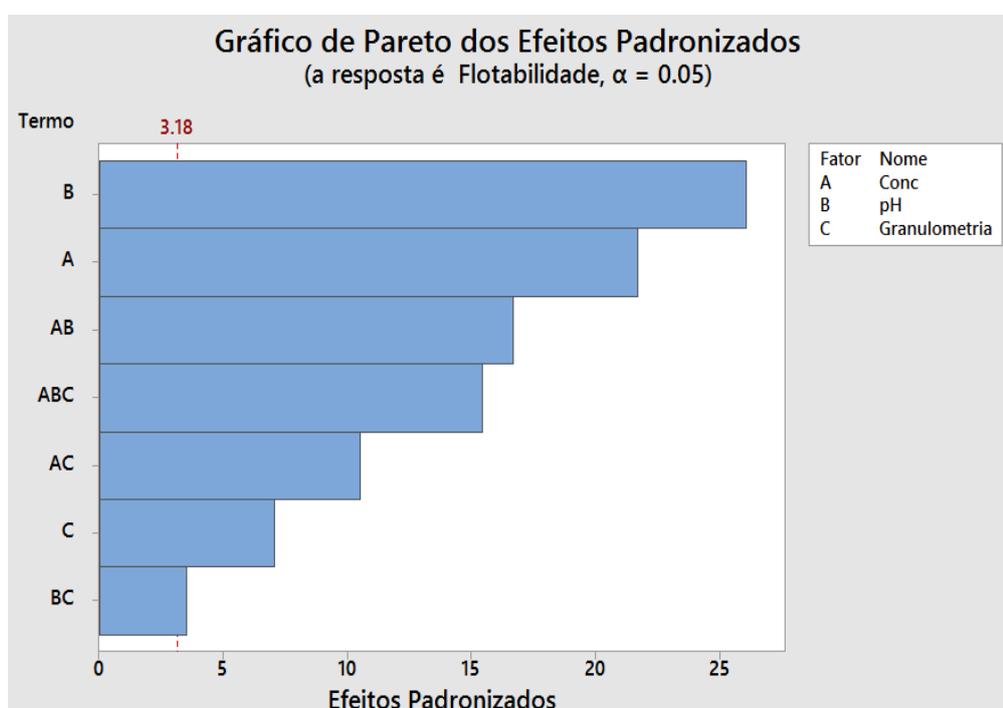


Figura 17 - Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para o oleato de sódio

O gráfico de Pareto (Figura 17) não fornece a informação dos efeitos que favoreceram e desfavoreceram a flotabilidade, entretanto nos fornece de forma mais visual qual variável apresentou maior contribuição nos testes. Desse modo, observa-se visualmente que o pH foi o fator que mais influenciou na recuperação do mineral apatita utilizando o ácido graxo neutralizado.

A Figura 18 apresenta os efeitos das variáveis no sistema quando utilizado o óleo de patauá saponificado. Nessa condição, a variável que mais contribuiu para a flotabilidade foi a concentração do coletor, onde o aumento desse valor contribuiu positivamente para a flotabilidade do mineral.

O efeito da granulometria e do pH do sistema também foram fatores significativos para o sistema, onde apresentaram contribuições negativas acerca da flotabilidade. Nessa condição, também foi possível observar interações de segunda e terceira ordem entre as variáveis. A interação entre granulometria e pH foram fatores positivos juntamente com a interação entre as 3 variáveis presentes no sistema. As interações entre a concentração de reagente e granulometria juntamente com concentração e pH, contribuíram de forma negativa para a flotabilidade.

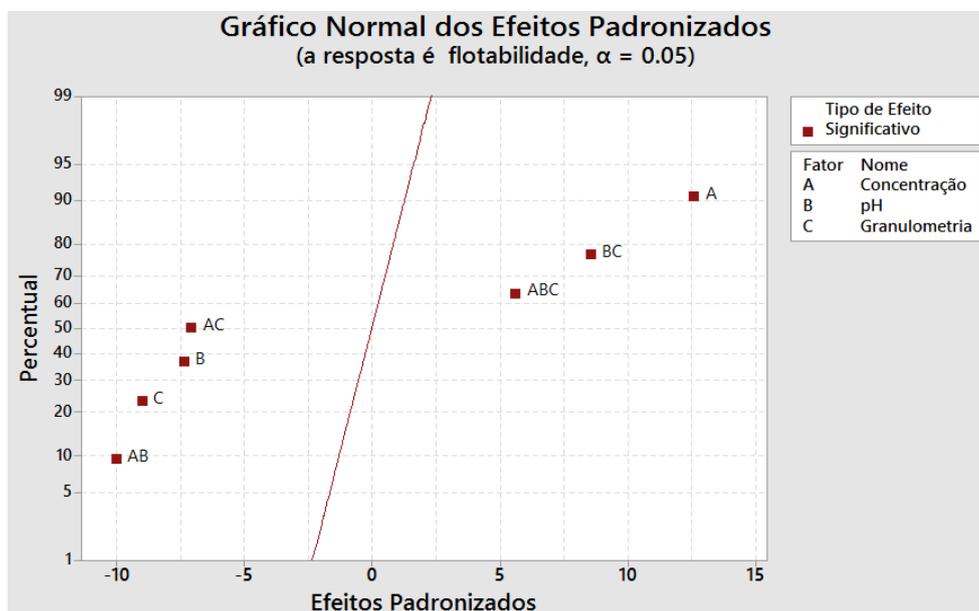


Figura 18 - Gráfico normal dos efeitos padronizados para flotabilidade utilizando óleo de patauá

A magnitude da influência das variáveis, pode ser observada através do da Figura 19. A variável que teve sua maior contribuição para o sistema foi a concentração, sendo a variável de efeito principal mais importante. Todos as

variáveis presentes nos experimentos foram significativas para os valores de flotabilidade obtidos no estudo.

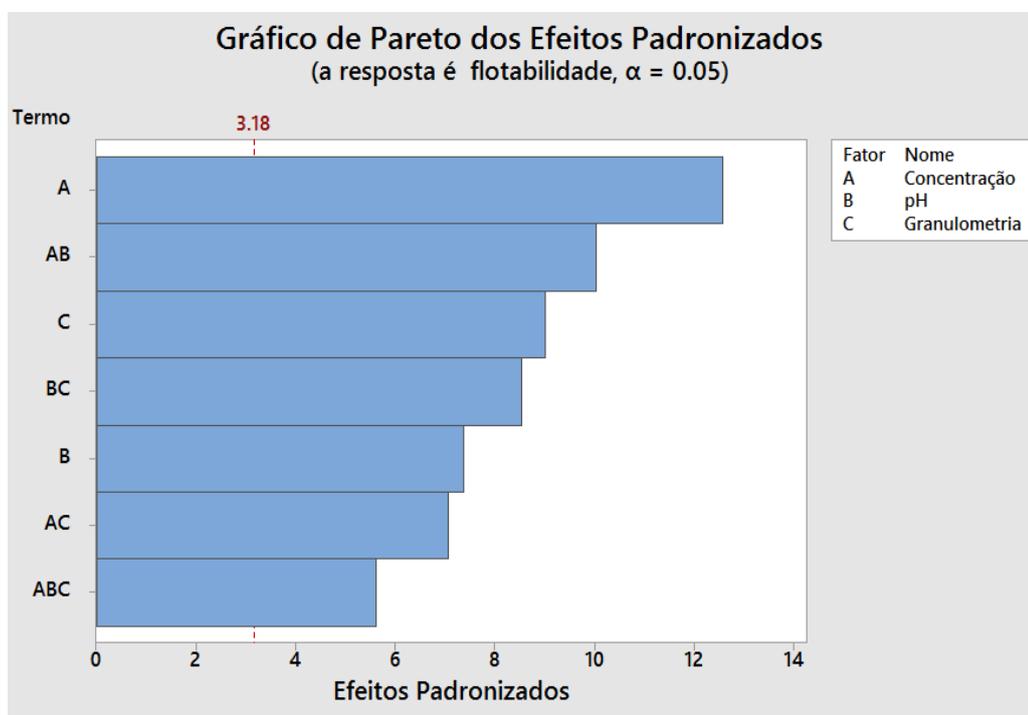


Figura 19 - Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para o óleo de patauá.

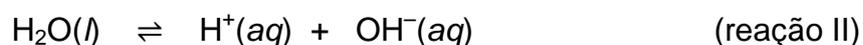
#### 4.4.2 Análise da variação de pH

As aferições de pH no início, durante e no fim de cada teste foram realizadas para avaliar a solubilização parcial do mineral. Características químicas do meio aquoso (composição química da solução e as cargas de superfície) são capazes de alterar o desempenho da adsorção dos coletores na partícula mineral (CHANDER e FUERSTENAU, 1979; SOMASUNDARAN et al., 1985). Foi avaliado o efeito que cada variável exercia sobre a solubilidade parcial da apatita utilizando oleato de sódio e óleo de patauá saponificado como coletores.

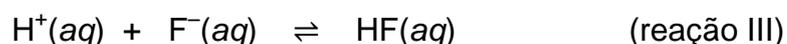
Comumente, o mineral apatita em meio aquoso é levemente solúvel. No entanto, o mineral fluorapatita  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ , utilizado neste trabalho, tende a aumentar a sua solubilidade em meio ácido devido a presença dos íons fluoreto ( $\text{F}^-$ ) como apresentado na Reação I.



A água é uma substância anfiprótica e em meio aquoso libera íons hidrônio ( $H^+$ ) e hidroxila ( $OH^-$ ), conforme reação II.



Como o íon fluoreto é uma base moderada proveniente do ácido fluorídrico (HF) que é um ácido moderado, esse irá interagir com íons  $H^+$  presentes na solução levando a formação do ácido fluorídrico. Em meio ácido, os íons fluoreto da dissolução da fluorapatita são consumidos pelos íons  $H^+$ , assim formando o HF (reação III)



O consumo de  $H^+$  vai refletir no deslocamento da reação II no sentido direto (para direita), de acordo com o princípio de Le Chatelier, para repor os íons  $H^+$ , e conseqüentemente haverá a formação de mais íons  $OH^-$  aumentando o valor do pH. Além disso, como os íons  $F^-$  foram consumidos na reação III, a solubilidade da fluorapatita aumentará, pois, para repor esses íons a reação I sofrerá um deslocamento para direita.

O aumento de pH devido as características do mineral em meio aquoso e a influência de algumas variáveis significativas nesse processo são mostradas nas Figuras 20 e 21.

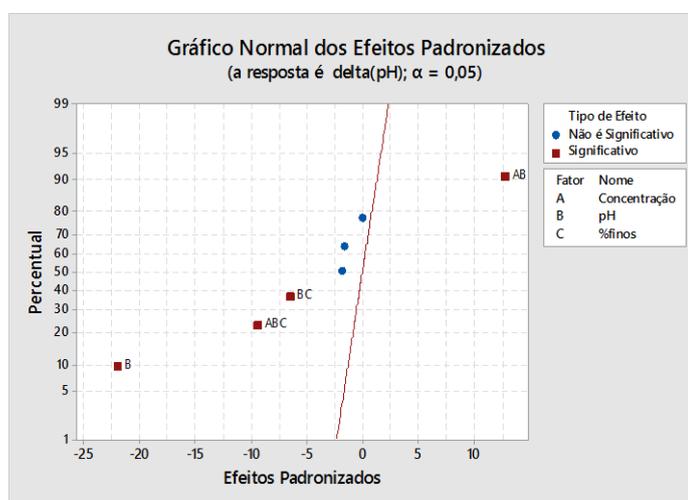


Figura 20 - Gráfico Normal dos Efeitos para  $\Delta$ pH oleato de sódio

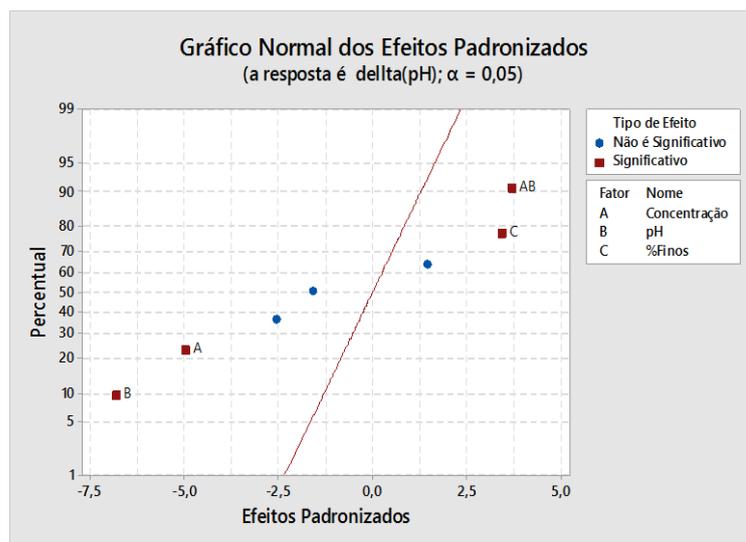


Figura 21- Gráfico Normal dos Efeitos para  $\Delta\text{pH}$  óleo de patauá

Para ambos coletores, foi observado uma interação de segunda ordem da concentração de coletor e pH do meio. Essa interação, favoreceu o aumento da variação de pH em ambos cenários estudados.

Dois valores diferentes de pH (6,5 e 11,5) foram investigados, para os dois reagentes utilizados. Os resultados obtidos mostraram que uma menor variação de pH ocorreu em meio básico. Esse fato é comprovado através do gráfico normal onde tem-se que, a variação entre níveis -1 e +1, contribuiu negativamente para a variação de pH e, conseqüentemente, para a menor solubilização do mineral quando comparado ao pH igual 6,5.

A granulometria foi uma variável significativa quando o óleo amazônico saponificado foi utilizado como coletor. Variando a fração granulométrica de grossa para fina teve-se um aumento no  $\Delta\text{pH}$ .

A interação entre concentração e pH, favoreceram o aumento da solubilidade da apatita nos dois cenários avaliados. Entretanto, a granulometria, especificamente favoreceu essa solubilização apenas quando utilizado óleo de patauá saponificado. Esse efeito é mostrado na a Figura 21.

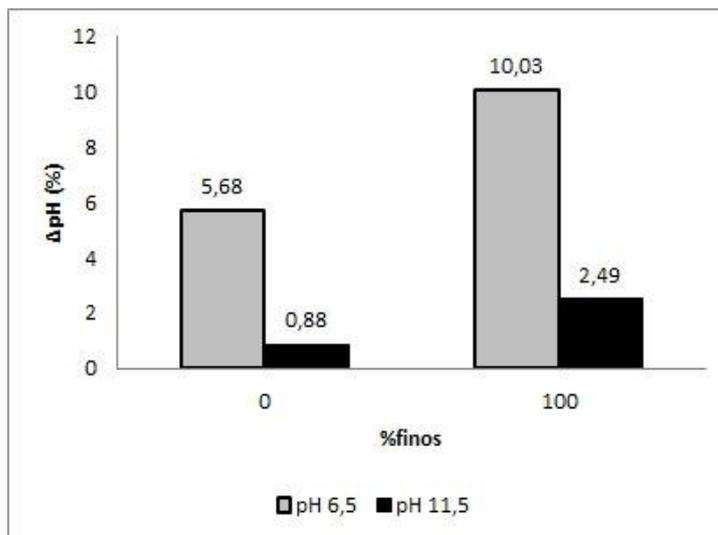


Figura 22- Efeito da granulometria no  $\Delta$ pH da apatita utilizando o óleo de pataúá

É possível observar que a proporção de finos afeta a solubilidade do mineral em intensidades distintas para os valores de pH avaliados. Em meio alcalino, a variação de pH é bem menos expressiva quando comparada com os resultados obtidos em pH igual 6,5. Quando se tem granulometria mais fina no sistema, a área superficial específica é maior, ou seja, a maior superfície de contato dos minerais favorece e potencializa a solubilização destas, o que corrobora com os resultados obtidos nos trabalhos de MOUDGIL et al. (1988) e SINGH et al. (1992).

Em meio ácido, tanto para a granulometria fina quanto para a grosseira, a geração de íons fluoreto e a formação do ácido fluorídrico, tendem a deslocar o equilíbrio para a formação de hidroxilas, o que favorece o aumento do pH. Em meio alcalino, essa variação já não é tão expressiva, uma vez que a concentração de  $\text{OH}^-$  presente no sistema já é elevada e a concentração de íons  $\text{H}^+$  é consideravelmente menor para a formação de ácido fluorídrico, assim levando a uma variação de pH quase que insignificante.

#### 4.4.3 Melhores condições obtidas nas condições avaliadas

Ambos os modelos fatoriais em dois níveis se ajustaram muito bem ao experimento realizado. Na condição utilizando o oleato de sódio como coletor, obteve-se  $R^2$  igual a 99,85%, e um  $R^2$  ajustado de 99,44% ou seja, menos de 1%

das variações do sistema não são explicadas pelo modelo. Nos testes utilizando o óleo de patauá, o  $R^2$  obtido foi de 99,50% e  $R^2$  ajustado de 98,18%.

As melhores condições estão apresentadas na Tabela 10, para os dois reagentes utilizados, visando a máxima flotabilidade obtida levando em conta a minimização da variação de pH.

**Tabela 10 - Melhores condições obtidas experimentalmente**

Melhores Condições	Oleato de sódio					Patauá				
	Conc. (mg/L)	pH	Finos (%)	Flot. (%)	$\Delta$ pH (%)	Conc. (mg/L)	pH	Finos (%)	Flot. (%)	$\Delta$ pH (%)
$\Delta$ pH Minimizado	10,0	6,50	0	<b>20,67</b>	5,84	10,0	6,50	0	<b>55,47</b>	0,15
$\Delta$ pH não otimizado	10,0	6,50	100	<b>43,06</b>	10,60	10,0	6,50	0	<b>55,47</b>	0,15

Para o oleato de sódio, a melhor condição encontrada visando menor  $\Delta$ pH foi de 20,67% de flotabilidade em pH 6,5 com concentração máxima de coletor e na granulometria grosseira. Entretanto, sua maior flotabilidade foi obtida na mesma condição utilizando granulometria fina, atingindo um valor de 43,06%. Tal situação pode ser atribuída a formação de novos sítios ativos para a adsorção sobre a superfície da apatita, mesmo acarretando a maior solubilização do mineral.

A melhor flotabilidade atingida quando usado óleo de patauá foi de 55,47% em pH 6,5 na concentração de 10mg.L<sup>-1</sup> e com granulometria grossa, tanto para os cenários onde tem-se o  $\Delta$ pH minimizado e não otimizado. Os resultados obtidos, divergem dos encontrados por Oliveira (2017), onde as maiores recuperações da apatita foram utilizando óleo de patauá como reagente em pH alcalino.

## 5 CONCLUSÃO

O estudo realizado para avaliar o desempenho do óleo de patauá saponificado e oleato de sódio como coletores na flotação de apatita da região de Tapira-MG gerou as seguintes conclusões:

A concentração de coletor exerceu influência sobre a flotabilidade do mineral de modo que com o seu respectivo aumento, teve-se ganho na flotabilidade com os dois coletores testados, óleo de patauá saponificado e oleato de sódio. Em contrapartida, foi visto que o aumento de pH não favoreceu essa resposta.

A redução da granulometria e do pH favoreceram a solubilização da apatita. Esse fato já era esperado devido ao aumento da área de contato da partícula e o aumento de íons fluoreto no sistema, levando a formação de HF e deslocando o equilíbrio para a formação de OH<sup>-</sup>.

O óleo de patuá teve melhores resultados quando comparado com o oleato de sódio. Através da técnica de CG, foi possível analisar a grande proporção de ácido oleico em sua estrutura e a presença de outros ácidos graxos. A possível sinergia de outros desses ácidos graxos na composição do óleo amazônico, foi benéfica para proporcionar a flotabilidade do mineral.

Os reagentes apresentaram condições ótimas semelhantes, exceto pela granulometria utilizada. Para o óleo de patauá, a máxima flotabilidade foi atingida em condições onde se utilizou granulometria grossa. Esse fato é interessante, visto que se seu uso industrial for viabilizado, gastos com fragmentação seriam reduzidos, respeitando a malha de liberação do minério. Tal fato, que seria um ganho em otimização de processo visto que as etapas de cominuição são uma das mais dispendiosas na indústria mineral.

As melhores condições encontradas para ambos os coletores foram em pH 6,5 e concentração 10mg.L<sup>-1</sup> de reagente. Entretanto, para o patauá, a maior flotabilidade obtida foi de 55,47% quando se utilizou granulometria grossa. Já para o oleato de sódio, a maior flotabilidade foi de 42,06% quando se utilizou granulometria fina.

A apatita não apresentou comportamento esperado quando comparado com outros trabalhos presentes na literatura, onde os maiores valores de recuperação foram em pH alcalino. Os resultados deste trabalho, obtidos nas condições do ponto central, as quais são as condições onde se tem máxima flotabilidade do mineral na

literatura, se divergem. Para avaliar melhor esse fenômeno, seria necessário realizar o estudo fundamental mais completo, contemplando ensaios de potencial zeta deste mineral, para posteriores comparações.

## 6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a otimização do processo aplicando a metodologia de superfície de resposta para avaliar o comportamento do óleo de patauá em uma maior região de influência.
- Com as condições otimizadas, aplicá-las nos principais minerais de ganga (calcita, dolomita e quartzo), para avaliar as possíveis janelas de seletividade.
- Avaliar a aplicação do coletor e seu desempenho em escala de bancada, juntamente com a mistura com outros coletores ricos em ácidos graxos.

## 7 REFERÊNCIAS

- ABOUZEID, A.-Z.M.; **Physical and Thermal Treatment of Phosphate Ores** – An overview. *International Journal of Mineral Processing*, 85, 2008, p.59-84
- ARAUJO, A., GALERY, R., VIANA, P. R., & ARENARE, D. S. **Revisitando as técnicas de avaliação de flotabilidade: uma visão crítica**. XXI- ENTMME. 2005.
- BARROS, L. A. F., FERREIRA, E. E., PERES, A. E. C. **Floatability of apatites and gangue minerals of an igneous phosphate ore**. *Minerals Engineering*, v. 21, 2008. p. 994-999.
- BARROS NETO, B., SCARMINIO, I. S. e BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 3ª ed. – Campinas, SP: Editora UNICAMP, 2007.
- BRANDAO, P.R.G.; CAIRES, L.G.; QUEIROZ, D.S.B. **Vegetable Lipid Oil-Based Collectors in the Flotation of Apatite Ores**. *Minerals Engineering*, v. 7, No. 7, 2008. p.917-925.
- CELLA, D.; ROSSI, M. C. L. **Análise do Mercado de Fertilizantes no Brasil**. *Revista Interface Tecnológica*, São Paulo, v.7, n.1, 2010.
- CHANDER, S; FUERSTENAU. D.W. **Interfacial properties and equilibrium in the apatite-aqueous solution system**. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 70, n. 3, 1979. p. 506-516.
- CHAVES, A. P.; LEAL FILHO, L. S.; BRAGA, P. F. A. **Flotação. In: Tratamento de minérios**. 6.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018. Cap.10, p.405-459.
- CHOWDHURY, Z. K. et al. **Activated Carbon: Solutions for Improving Water Quality**. 1.ed. Denver, 2013. 353 p.
- CHULA, A. M.D. **Caracterização mineralógica do minério fosfático da mina de Tapira-MG**, Tese de doutorado, Universidade Federal de Minas Gerais. 2004.
- COLONETTI, E.; ELYSEU, F. **Tensão Superficial e sua Relação com a Decoração em Revestimentos Cerâmicos**, São Paulo, v. 14, n.1, mar.2009.
- COSTA, L. M.; SILVA, M. F. O. **A Indústria Química Do Setor De Fertilizantes**. Rio de Janeiro: BNDES Setorial, 2012, p.12-60 ([https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/2025?&locale=pt\\_BR](https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/2025?&locale=pt_BR))
- COSTA, D. S. **Uso de Óleos Vegetais Amazônicos na Flotação de Minérios Fosfáticos**, Tese de doutorado, Universidade Federal de Minas Gerais. 2012.
- DEER, W. A.; HOWIE, R. A. & ZUSSMAN, J. **Minerais constituintes das rochas – uma introdução**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1981. 558p

ECOLOGIA, **Patauá, uma Palmeira Amazônica**, 2019. Acesso em 17 de novembro de 2019, disponível em <http://www.ecoloja.blog.br/goto/store/textos.aspx?SID=Ecoloja&id=24>

EL-SHALL, H.; ZHANG, P.; ABDEL-KHALEK, N.; EL-MOFTY, S. **Beneficiation technology of phosphates: challenges and solutions**. Minerals and Metallurgical Processing, 21, 2004. p.17- 26

FELIPE, L.O.; DIAS, S.C. **Surfactantes Sintéticos e Biossurfactantes: Vantagens e Desvantagens**. Química Nova Na Escola. V.39, 2017. p. 228-236.

FUERSTENAU, M.C.; HAN, K.N. **Metal-Surfactant Precipitation And Adsorption In Froth Flotation**. Journal of Colloid and Interface Science, 256, 2002. p.175-182

GUIMARÃES, G. C. **FLOTAÇÃO DE DIFERENTES TIPOLOGIAS DE MINÉRIO FOSFÁTICO DE TAPIRA/MG**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Ouro Preto. 2004

GUPTA, V. K.; KUMAR, R. **Adsorptive Removal Of Dyes From Aqueous Solution Onto Carbon Nanotubes: A Review**. Advances in Colloid and Interface Science, v. 194, 2013. p.24-34

GUNSTONE, F.D. **Oils and fats: sources and constituents**. The chemistry of oils and fats: sources, composition, properties and uses, 2004. p.1-35.

HUNTER, R. J. **Introduction to Modern Colloid Science**.. 1. ed. Sidney, 1994.p. 352.

LEAL FILHO, L. S. **A seletividade na separação apatita/silicatos por flotação: subsídios para a solução de problemas tipicamente brasileiros**. Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

LEJA, J. **Surface Chemistry of Froth Flotation**. New York: Plenum Press, 1982. 758p.

LOPES, G. M. **Coletores Potencialmente Seletivos Na Separação De Apatita, Calcita E Dolomita**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Minas Gerais. 2013.

LAPIDO LOUREIRO, F.E.; MONTE, M.B.M.; NASCIMENTO, M. **Agrominerais – Fosfato**. In: Rochas e Minerais Industriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2 a edição. 2008. p. 141-153.

LUZ, A.B. da; SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A. **Tratamento de Minérios**. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM, 2010. 963 p.

MONTE, M. B., & PERES, A. E. **Química de Superfície na Flotação**. Em A. B. LUZ, J. A. SAMPAIO, & S. L. ALMEIDA, Tratamento de Minérios (pp. 338-401). Rio de Janeiro: CETEM. 2004.

MONTGOMERY, D. C.; **Design and Analysis of Experiments**, 3rd ed., John Wiley: New York: 1991.

MOUDGIL, B. M.; ROGERS, J. J.; VASEDUVAN, T. V. **Effect of fines on the flotation recovery of coarse phosphate particles**. In: XVI International Mineral Processing Congress, 1988, Estocolmo. *Developments in mineral processing*, Amsterdam: Elsevier, 1988a, v.10, p. 1585-1594.

NEVES, M., V. **Microflotação de Apatita com Injeção de Dióxido de Carbono, Gás Nitrogênio e Ar Comprimido**. Trabalho de Conclusão de Curso, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2018.

OLIVEIRA, M. S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Minas Gerais. 2007.

OLIVEIRA, P. S. **Caracterização Do Óleo De Patauí E Utilização Para Obtenção De Um Reagente Coletor Para A Flotação De Minério Fosfático**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Minas Gerais. 2017.

PEIXOTO, E. M. **Elemento Químico: Fósforo**. *Química nova na escola* (nº15), 52. 2002.

PERES, A. E., & ARAUJO, A. C. **Aspectos básicos da flotação**. Em A.P. CHAVES, *A Flotação no Brasil* (pp. 9-39). Cubatão, SP: Oficina de Textos. 2013

ZHANG, P. et al. **Beneficiation of Phosphates**. Society for Mining, Metallurgy and Exploration. 392p. 2012.

SETH, V.; KUMAR, R.; ARORA, S.C.D.; BISWAS, A.K., **Disodium dodecyl phosphate as a collector in the calcite-apatite mineral system**. *Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy*. 84, p56-58, 1975.

SHCHUKIN, E. D. et al. **Colloid and Surface Chemistry**. Amsterdam, 2001. 784 p.

SINGH, R.; PRADIP, T. A. P. **Selective flotation of Maton (India) phosphate ore slimes with particular reference to the effects of particles size**. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, n. 36, p. 283-293, 1992.

SIS, H., CHANDER, S. **Adsorption and contact angle of single and binary mixtures of surfactants on apatite**. *Minerals Engineering*, v. 16, p. 839-848, 2003

SIS, H., CHANDER, S. **Reagents used in the flotation of phosphate ores: a critical review**. *Minerals Engineering*, v. 16, p. 577-585, 2003.

SNOW, R.; ZHANG, P.; BOGAN, M. **Study of Pure Fatty Acid Compounds in Phosphate Flotation**. *Beneficiation of Phosphates IV (Technology and Sustainability)*, p. 123-131.

SOMASUNDARAN, P.; OFORI AMANKONAH, J.; ANANTHAPADMABHAN, K. P. **Mineral-solution equilibria in sparingly soluble minerals systems. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Amsterdam, v. 15, p. 309-333, 1985.

SOMASUNDARAN, P. **Adsorption of starch and oleate and interaction between them on calcite in aqueous solutions.** Journal of Colloid and Interface Science, 31,1969. p.557-565.

SOUZA, A. E. **Fosfato.** Balanço Mineral Brasileiro. DNPM, 2001 .Fonte: <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/paginas/balanco-mineral/arquivos/balanco-mineral-brasileiro-2001-fosfato>

VICENTINI, F.C; FIGUEIREDO FILHO, L.C.S; JANEGITZ, B.C; SANTIAGO,A; PEREIRA FILHO, E.R; FATIBELO FILHO,O. **Planejamento Fatorial e Superfície de Resposta: Otimização de um Método Voltamétrico Para a Determinação de Ag(I) Empregando um Eletrodo de Pasta de Nanotubos De Carbono.** V. 34, p.825-830, 2011.

WEBER JUNIOR, W. J. et al. **Physicochemical Processes For Water Quality Control.** 12. ed. Nova York: Water Pollution Control Federation, 1972. 303 p.

YANG, G. et al. **Nanoparticle Flotation Collectors: Mechanisms Behind a New Technology.** Langmuir, Canada, 26 jul. 2011. 8p.

ZHANG, P.; WIEGEL, R.; EL-SHALL, H. Phosphate Rock. IN: KOGEL, J.E.; TRIVEDI, N.C.; BARKER, J.M.; KRUKOWSKI, S.T. **Industrial Minerals and Rocks – Commodities, Markets and Uses.** Littleton: SME, 2006. p.704-722