



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

GABRIELA LEMOS LIMA

**INFLUÊNCIA DA PREPARAÇÃO DO DEPRESSOR NO
DESEMPENHO DA FLOTAÇÃO DE APATITA**

ARAXÁ/MG

2020

GABRIELA LEMOS LIMA

**INFLUÊNCIA DA PREPARAÇÃO DO DEPRESSOR NO
DESEMPENHO DA FLOTAÇÃO DE APATITA**

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

Orientador: Prof. Me. Fernando Brandão Rodrigues da Silva

ARAXÁ/MG

2020

GABRIELA LEMOS LIMA

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PREPARAÇÃO DO DEPRESSOR NO
DESEMPENHO DA FLOTAÇÃO DE APATITA**

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

Araxá, 02 de dezembro de 2020



Presidente e Orientador: Prof. Me. Fernando Brandão Rodrigues Da Silva

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. Leandro Henrique Santos

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG – Unidade Araxá

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, que sempre se fez presente em minha vida e me permite acreditar que os sonhos são possíveis.

Aos meus familiares que me apoiam e sempre acreditam em mim. Chegar até aqui não seria possível sem o apoio da minha mãe, Maria Madalena Lemos.

À minha irmã, Jéssica Lemos Lima, pela amizade e incentivo diário, que com toda certeza me inspira e me ajuda a ir além.

Aos meus avôs José Lemos Martins e Maria Madalena Borges Lemos que, enquanto vivos, fizeram ao máximo para incentivar e investir nos meus estudos.

Ao meu orientador Prof. Me. Fernando Brandão Rodrigues da Silva, ao qual tenho imensa admiração a sua jornada profissional, por ter me acompanhado e apoiado durante todas as etapas do TCC, dando todo suporte necessário.

Ao técnico de laboratório João Victor da Silva Alves, que me acompanhou e orientou durante a realização dos testes.

Ao supervisor de processos Frederico Nolli Carneiro, meu tio, que buscou suporte para a realização da análise química dos testes e ao engenheiro de processos Adalto Silveira Júnior, que viabilizou a análise e foi de extrema atenção a minha pesquisa.

Aos professores do curso de Engenharia de Minas do CEFET Araxá, que estiveram presentes nesses 5 anos de graduação e transmitiram com excelência seus conhecimentos contribuindo para minha formação acadêmica.

RESUMO

A demanda mundial por fertilizantes é alta e vem tornando o beneficiamento de rochas com baixo teor de fosfato necessário sendo, esse, um processo complexo e caro. O principal método de beneficiamento do fosfato é a flotação. É de extrema importância buscar melhorar processos e analisar variáveis que podem impactar diretamente na maior recuperação do bem mineral, elevando sua concentração e reduzindo perdas. Desta forma, o presente trabalho busca otimizar parte do processo, o condicionamento da polpa com de fubá em tanques condicionadores que alimentam o circuito de flotação de apatita de uma mineradora. Para tanto, primeiramente foi realizada uma contextualização abreviada sobre o fosfato, sua flotação e os conceitos básicos do processo utilizado na indústria. Em sequência foi abordado e desenvolvido o planejamento fatorial e a metodologia utilizada para a pesquisa. Para a realização dos ensaios de flotação em bancada, foram definidas 3 variáveis a serem analisadas: percentual de fubá na solução de depressor (1,2; 3 e 4,2%), proporção de soda: amido (1:3,3; 1:2,5; 1:1,8) e tempo de condicionamento dos reagentes (depressor e coletor) (5+5; 10+10 e 15+15 min.). Os reagentes utilizados nos testes foram amido de milho gelatinizado, como depressor e, óleo vegetal, oriundo de hidrocol saponificado, como coletor. Através dos resultados obtidos observou-se que o aumento da concentração de amido na solução de depressor possibilita um aumento na seletividade. Identificou-se que os resultados de razão de enriquecimento do concentrado foram similares aos de recuperação metalúrgica. Os melhores resultados foram apresentados nos testes em que o tempo de condicionamento dos reagentes foi de 5+5 minutos, tempo já praticado industrialmente. Além disso, ficou claro que há grande diferença entre a escala laboratorial e industrial quando se trata da dosagem de reagentes.

Palavras-chave: Rocha fosfática; Flotação; Depressor; Planejamento fatorial; Otimização de processos.

ABSTRACT

The worldwide demand for fertilizers is high and has transformed the processing of rocks with low phosphate content required, which is a complex and expensive process. The main method of phosphate processing is flotation. It is extremely important to seek to improve processes and variables that can directly impact the greater recovery of the mineral good, increasing its concentration and losses. In this way, the present work seeks to optimize part of the process, conditioning the pulp with cornmeal in conditioning tanks that feed a mining company's apatite flotation circuit. To do so, first an abbreviated contextualization was carried out on phosphate, its flotation and the basic concepts of the process used in the industry. In sequence, the factorial planning and the methodology used for the research were approached and developed. To carry out the bench flotation tests, 3 variables were defined to be analyzed: percentage of cornmeal in the depressant solution (1.2; 3 and 4.2%), proportion of soda: starch (1: 3, 3, 1: 2.5, 1: 1.8) and conditioning time of the reagents (depressor and collector) (5 + 5; 10 + 10 and 15 + 15 min.). The reagents used in the testicles were gelatinized corn starch, as a depressant, and vegetable oil, derived from saponified hydrocol, as a collector. Through the results obtained, it was observed that the increase in the concentration of starch in the depressant solution allows an increase in selectivity. It was found that the results of the concentrate enrichment ratio were similar to those of metallurgical recovery. The best results were obtained in tests in which the conditioning time of the reagents was 5 + 5 minutes, already practiced industrially. In addition, it was clear that there is a big difference between a laboratory and industrial scale when it comes to dosing reagents.

Keywords: Phosphate rock; Flotation; Depressor; Factorial planning; Process optimization.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Mineral apatita	14
Figura 2 - Fluxograma típico de beneficiamento de minério	15
Figura 3 - Estruturas moleculares da amilose e amilopectina	20
Figura 4 - Fluxograma da preparação da amostra, ensaio de flotação e caracterização.	24
Figura 5 - Amostra da fração grossa pré-homogeneizada em lona	25
Figura 6 - Pilhas alongadas das frações grossa e fina, respectivamente.....	26
Figura 7 - Pilha alongada da fração fina em bancada para separação de frações.....	26
Figura 8 - Picnômetro com água.	28
Figura 9 - Solução de depressor em processo de gelatinização.....	33
Figura 10 - Saponificação do óleo vegetal	34
Figura 11 - Célula mecânica Denver	35
Figura 12 - pHmetro Edge digital Hanna	35
Figura 13 - Polpa em condicionamento	36
Figura 14 - Formação da espuma de flotação.....	36
Figura 15 – Coleta de concentrado na flotação de bancada.	37
Figura 16 - Amostra seca após a flotação.....	37
Figura 17 - Teores de elementos traços para concentrados fosfáticos.	40
Figura 18 - Influência da proporção Soda: Fubá e tempo de condicionamento do depressor (1,2% fubá na solução).....	44
Figura 19 - Influência da proporção Soda: Fubá e tempo de condicionamento do depressor (4,2% fubá na solução).....	45
Figura 20 - Influência da concentração de fubá na solução com tempo de condicionamento constante (5 minutos).	46
Figura 21 - Influência da concentração de amido na solução com tempo de condicionamento constante (15 minutos).....	47
Figura 22 - Comparação Testes de melhor desempenho com a média dos testes de nível central	48
Figura 23 - Razão de enriquecimento de P_2O_5	49
Figura 24 – Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para a variável RE.....	51
Figura 25 – Curva de contorno da influência das variáveis % Fubá e TC sobre a razão de enriquecimento.....	52
Figura 26 - Curva de contorno da influência das variáveis F:S e TC sobre a razão de enriquecimento.	53
Figura 27 - Influência do aumento da dosagem de coletor Hidrocol®	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Reserva e produção mundial de rocha fosfática.....	13
Tabela 2 – Massa seca das amostras de minério fosfático.	25
Tabela 3 - Resumo do planejamento fatorial.....	28
Tabela 4 - Planejamento experimental	29
Tabela 5 - Variáveis da análise estatística.	30
Tabela 6 - Cálculo dos reagentes para flotação	31
Tabela 7 - Cálculo de coletor para os testes 14 e 15.....	32
Tabela 8 - Preparação da solução de depressor	32
Tabela 9 – Análise de densidade das amostras iniciais.	39
Tabela 10 - Teores de Alimentação e Concentrados da flotação de bancada.....	40
Tabela 11 - Resultados dos testes de flotação aplicando o planejamento fatorial completo com nível central em quintuplicata.....	42
Tabela 12 - Coeficiente R ² por análise estatística.	50
Tabela 13 - Valores dos efeitos principais e de interação	51

LISTA DE SÍMBOLOS

mm	Milímetro
kg	Quilograma
g/g	Grama por grama
g/cm ³	Grama por centímetro cúbico
g/t	Grama por tonelada
ml	Mililitro
rpm	Rotação por minuto
% sol	Porcentagem de sólidos
min	Minutos

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	13
2.1 FOSFATOS	13
2.1.1 APATITA	14
2.2 BENEFICIAMENTO	15
2.2.1 BENEFICIAMENTO DE ROCHA FOSFÁTICA	16
2.2.2 FLOTAÇÃO	18
2.2.2.1 REAGENTES DE FLOTAÇÃO.....	18
2.2.2.1.1 DEPRESSORES – UTILIZAÇÃO DE AMIDO	19
2.2.3 FLOTAÇÃO DE APATITA.....	21
2.3 PLANEJAMENTO FATORIAL.....	22
3. METODOLOGIA	24
3.1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA	24
3.1.1 SECAGEM DO MATERIAL.....	25
3.1.2 HOMOGENEIZAÇÃO E QUARTEAMENTO.....	25
3.2 ANÁLISE DE DENSIDADE DO SÓLIDO	27
3.3 PLANEJAMENTO FATORIAL.....	28
3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	29
3.5 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO DE BANCADA	30
3.5.1 PREPARAÇÃO DE REAGENTES	30
3.5.1.1 PROCEDIMENTO DE PREPARAÇÃO DO DEPRESSOR	32
3.5.1.2 PROCEDIMENTO DE PREPARAÇÃO DO COLETOR.....	33
3.5.2 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO	34
3.5 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	38
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	39
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	39
4.2 RESULTADOS DA FLOTAÇÃO	41
4.3 ANÁLISE DAS VARIÁVEIS	43
4.3.1 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO x PROPORÇÃO SODA: FUBÁ	43
4.3.2 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA % DE FUBÁ NA SOLUÇÃO DE DEPRESSOR x PROPORÇÃO SODA: FUBÁ.....	45
4.4 AVALIAÇÃO DOS TESTES DE NÍVEL CENTRAL	47
4.5 AVALIAÇÃO DA RAZÃO DE ENRIQUECIMENTO.....	49

4.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	50
4.7	AVALIAÇÃO DA DOSAGEM DE COLETOR.....	54
5.	CONCLUSÃO	55
6.	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	56
7.	REFERÊNCIAS	57

1. INTRODUÇÃO

Antigamente, nas reservas minerais, se beneficiavam apenas as rochas de alto teor de P_2O_5 , considerando as mais pobres como estéril. Aliando o desenvolvimento de novas tecnologias, o maior aprofundamento das pesquisas e a otimização de processos, hoje é possível obter bons resultados de beneficiamento de rochas com menor teor.

O fósforo, encontrado na forma de pentóxido de fósforo (P_2O_5) é fundamental para suprir as necessidades da população. Através de processos mecânicos, variando as proporções de fósforo junto a outros compostos, obtêm-se uma mistura, denominada fertilizantes (adubos) minerais ou orgânicos, que quando colocada no solo, é capaz de suprir as quantidades dos nutrientes que foram consumidos pelas plantas, fornecendo a condição necessária para novas plantações ou utilizações. Sendo assim, garante-se solos férteis para a indústria agropecuária global, possibilitando atender sustentavelmente as demandas mundiais por alimentos (SOUZA e FONSECA, 2008).

O uso de fertilizantes cresceu significativamente com o aumento do consumo de alimentos pela população. Desta forma, fez-se necessário, o desenvolvimento do setor de fertilizantes brasileiro para aperfeiçoar o beneficiamento da rocha fosfática, e assim aumentar a produção da indústria alimentícia, reduzir a perda de matéria prima e atenuar a importação (BARCELOS *et al*, 2013).

No Brasil os fertilizantes fosfatados são utilizados intensivamente. Em 30 anos, de 1978 a 2008, o consumo brasileiro de rocha fosfática elevou-se aproximadamente seis vezes (OGASAWARA; KULAIF; FERNANDES, 2010).

Para elevar a recuperação dos minerais no beneficiamento, uma saída é a otimização operacional. Otimizar um processo / operação é propiciar uma nova configuração, estrutura, modificando regras e procedimentos, comumente utilizando novas tecnologias para torná-los eficientes, dinâmicos, flexíveis (com capacidade de incorporar novas necessidades e soluções), propiciando resultados melhores de forma financeiramente barata e integrada ao processo (MARTINS e MARINI, 2010).

A demanda mundial por fertilizantes é alta e vem tornando o fosfato escasso, sendo necessário o beneficiamento de rochas com baixo teor, um processo caro. É de extrema importância buscar melhorar processos e analisar variáveis que podem impactar diretamente na maior recuperação do bem mineral, elevando sua concentração e reduzindo perdas. O presente trabalho busca otimizar o condicionamento com depressor (amido de milho) da polpa que alimentam o circuito de flotação de uma mineradora. O

foco da pesquisa é a análise, em escala laboratorial, da flotação com a alteração dos valores de 3 variáveis pré-definidas:

- Concentração de fubá na solução de depressor;
- Proporção de soda: fubá;
- Tempo de condicionamento dos reagentes.

O estudo visa quantificar os efeitos e avaliar a influência das variáveis sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , e a razão de enriquecimento de P_2O_5 no concentrado.

A busca pela otimização do depressor é de grande valia quando se trata do beneficiamento mineral, uma vez que, o depressor inibe seletivamente a interação de um mineral com o coletor, possibilitando o aumento da eficiência do processo de flotação. Um exemplo clássico é a depressão do quartzo na flotação fosfática, que possibilita uma melhor interação entre o coletor e a apatita e, conseqüentemente, a recuperação e teor finais.

O presente trabalho é fundamental levando em consideração a importância do depressor e o fato de que não há estudos da concentração de fubá na solução de depressor. Estudar essa variável é importante, considerando que a porcentagem de fubá influencia diretamente na viscosidade do reagente, e que, a maior viscosidade é um problema quando se trata da flotação industrial, pois ocasiona gastos com o bombeamento e problemas de entupimento da tubulação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FOSFATOS

O grupo dos fosfatos é um grupo aniônico trivalente, constituído pelos subgrupos dos arsenatos, fosfatos e vanadatos. O arsênio (AS), o fósforo (P) e o vanádio (V) encontram-se em quantidade pequena na crosta terrestre, mas, esse grupo, numericamente, é o segundo maior grupo de minerais, sendo menor apenas que o grupo dos silicatos. Esta classe mineral tem composição bem variada, cerca de 615 minerais, sendo aproximadamente 376 minerais de fosfato, 188 minerais de arsenato e 51 de vanadato. Apesar da relevância do número de minerais, os fosfatos comuns são encontrados em 35 minerais, e os mais comuns são os minerais do grupo da apatita, de fórmula $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}, \text{Cl}, \text{OH})$ (NAVARRO et al, 2017).

Os fosfatos são muito importantes economicamente, sendo a principal fonte de fósforo, chumbo, vanádio, urânio, elementos terras raras e outros (NAVARRO et al, 2017). Junto ao enxofre e o potássio, o fosfato constitui o grupo dos Agrominerais, matérias-primas de grande relevância por serem o elo-base na cadeia dos fertilizantes químicos NPK, insumos fundamentais da agricultura (OGASAWARA; KULAIIF; FERNANDES, 2010).

Estima-se que as reservas mundiais de rocha fosfática equivalem a 67 bilhões de toneladas (LIMA; NEVES, 2016). A tabela 1 apresenta a distribuição da reserva e a produção mundial de P_2O_5 .

Tabela 1 - Reserva e produção mundial de rocha fosfática

Discriminação	Reservas ($10^3\text{t P}_2\text{O}_5$)	Produção ($10^3\text{t P}_2\text{O}_5$)		
	2019	2018	2019	%
Países				
Brasil	1.700.000	5.740	5.300	2,2
China	3.200.000	120.000	110.000	45,8
Estados Unidos da América	1.000.000	25.800	23.000	9,6
Marrocos (inclui Saara Ocidental)	50.000.000	34.800	36.000	15,0
Rússia	210.000	14.000	14.000	5,8
África do Sul	1.400.000	2.100	1.900	0,8
Tunísia	100.000	3.340	3.000	1,3
Egito	1.300.000	5.000	5.000	2,1
Outros Países	10.090.000	38.220	41.800	17,4
Total	69.000.000	249.000	240.000	100

Fonte: USGS: Mineral Commodity Summaries-2020.

2.1.1 APATITA

Considerado um mineral-minério de fósforo, a apatita, é encontrada normalmente em rochas ultramáficas ou em rochas carbonatíticas e possui um teor variando de 5 a 15% de P_2O_5 . Por possuir fósforo em sua composição, a principal aplicação da apatita é para a fabricação de ácido fosfórico, matéria-prima para fertilizantes (SOUZA; FONSECA, 2008).

A apatita, apresentada na Figura 1, é encontrada em minérios de origem ígnea e de origem sedimentar. Em depósitos ígneos, os grãos tendem estar melhor cristalizados e mais puros. Já nos depósitos de origem sedimentar, os grãos são mistos com calcita, dolomita, limonites e argilas, a cristalização é pior e às vezes, criptocristalina, e o minério é chamado de colofanita. Sendo cristalizada, a apatita possui baixa solubilidade (FERNANDES; LUZ; CASTILHOS,2010).

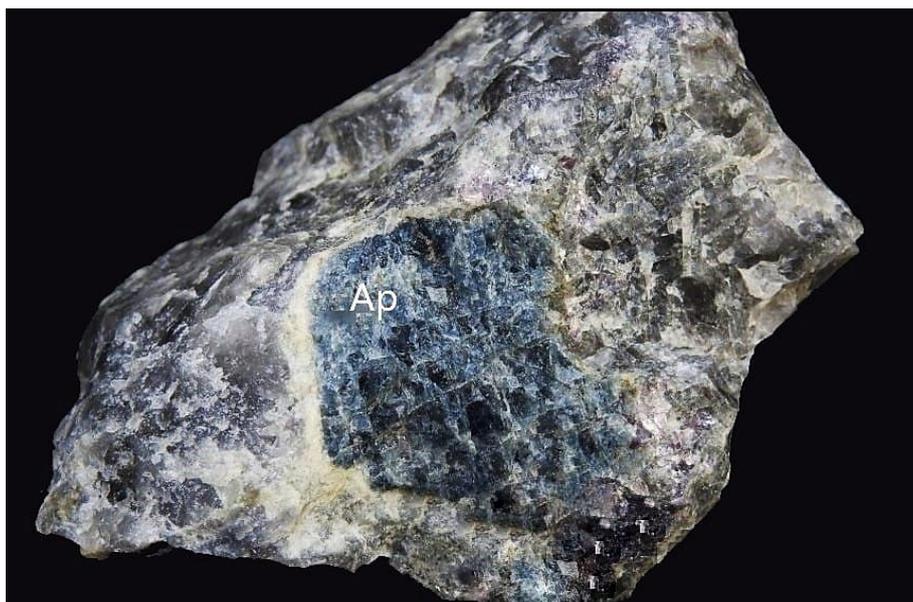


Figura 1 - Mineral apatita

Fonte: Museu de Minerais, Minérios e Rochas Heinz Ebert, 2017.

O fósforo, encontrado em grande parte das apatitas, possui como característica a baixa solubilidade em ácidos orgânicos e água e, por isso, não está facilmente disponível para utilização em plantas. Para atender à aplicação, a indústria de fertilizantes modifica ou destrói a estrutura da apatita, obtendo compostos de fósforo mais solúveis (FREITAS; BARROS, 2004).

2.2 BENEFICIAMENTO

Segundo Luz *et al.* (2010) e Valadão & Araújo (2007), o beneficiamento de minérios consiste em operações aplicadas aos bens minerais, Figura 2, com a finalidade de adequar a granulometria, separação por tamanho, concentração relativa das espécies minerais presentes ou a forma, sem que ocorra a alteração das propriedades físicas e químicas dos minerais, e pôr fim a separação sólido-líquido, que visa recuperação de água do processo, além de preparar o minério para o armazenamento.

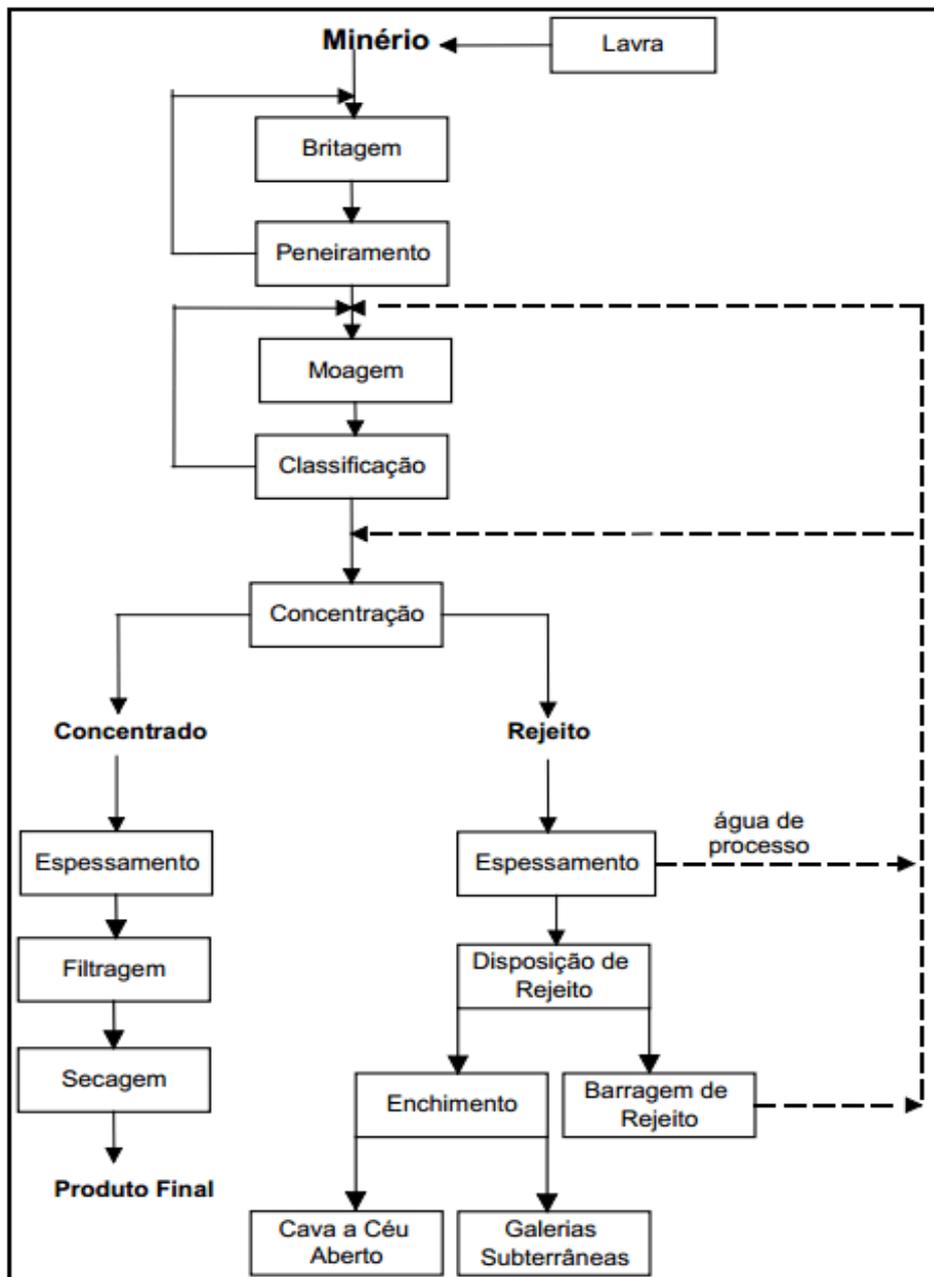


Figura 2 - Fluxograma típico de beneficiamento de minério

Fonte: Luz; Sampaio e França, 2010.

A concentração, é baseada nas diferenças de propriedades entre o mineral-minério e os minerais de ganga. Entre as propriedades utilizadas para diferenciação estão: cor, forma, densidade, suscetibilidade magnética, propriedades de química de superfície, condutividade elétrica e radioatividade (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

Segundo Valadão e Araújo (2012), um aspecto bastante relevante nas operações de beneficiamento de minérios, que envolve a concentração de minerais, é um conjunto formado por três requisitos fundamentais para tal operação: a liberação das fases constituintes do minério, a existência de uma propriedade diferenciadora dos minerais e a separabilidade dinâmica.

Para o beneficiamento de minérios de alto teor não é necessário o emprego da concentração, pois o minério já está concentrado, uma etapa de fragmentação, classificação e deslamagem (retirada de material de granulometria muito fina) seria o suficiente. Para minérios de baixo teor, é imprescindível o uso das operações de concentração, com a finalidade de aumentar o teor de ferro e minimizar os teores de ganga (NASCIMENTO, 2010).

2.2.1 BENEFICIAMENTO DE ROCHA FOSFÁTICA

Segundo Albuquerque (1996), na mineração de fosfato, as principais usinas brasileiras processam minérios que foram lavrados de porções alteradas de depósitos minerais com origem magmática, conhecidas como chaminés alcalinas. Após a lavra, o minério passa pelas seguintes etapas de beneficiamento: britagem, homogeneização, moagem, separação magnética, classificação e flotação.

De acordo com Luz, Sampaio e França (2010) pode-se explicar esses processos como:

- A britagem é uma fase no processamento mineral, que opera, em etapas consecutivas (britagem primária, secundária, etc.), britadores para a adequação da granulometria, ou para liberar minerais de interesse de sua ganga. Essa etapa é alimentada pelo ROM (*run of mine*) e, seu produto, forma as pilhas homogeneizadas. Não existe uma trajetória padrão, ela varia com os diferentes tipos de minério. Dentre os britadores mais utilizados estão o de mandíbulas, cônico, de impacto e de rolo.

- As pilhas de homogeneização são indispensáveis e proporcionam uma distribuição granulométrica uniforme e blendagem apropriada, dos diferentes tipos de minério, para alimentar a usina. O equipamento que realiza a homogeneização é chamado de empilhadeira de minério, ou *stacker*.
- A moagem, considerada a operação de fragmentação fina, obtém um produto de granulometria adequada a concentração, passante em 65# (0,208 mm) da série Tyler, através de moinhos. Os moinhos são cilíndricos, e, têm como agentes moedores: bolas e barras. A escolha, de qual agente moedor utilizar, varia com a granulometria desejada para o produto.
- A separação magnética é uma técnica, que utiliza da diferença de comportamento das partículas minerais, sob campo magnético, para remover minerais como a magnetita, antes da etapa de concentração.
- A classificação objetiva separar o material, em duas frações, grosso e fino. A separação é realizada levando em consideração o conceito da velocidade em que os grãos atravessam um certo meio fluido, normalmente a água. A classificação a úmido é utilizada, usualmente, para partículas de granulometria muito fina, onde o peneiramento não é eficiente. Após a classificação, os produtos são direcionados aos seus respectivos circuitos de flotação.
- O processo de flotação, é uma separação realizada em uma suspensão em água (polpa). Partículas minerais, em um circuito, seguem diferentes trajetórias, de acordo com a afinidade ou repulsão de sua superfície à água. A recuperação da apatita no concentrado, visa obter, normalmente, um teor de 35% de P_2O_5 (pentóxido de fósforo). A operação pode ser realizada utilizando colunas ou células convencionais.

No beneficiamento, o principal objetivo é obter recuperações mássica e metalúrgica que atendam as especificações do cliente ou das próximas etapas. De acordo com Silva (2016) os fatores principais que afetam a recuperação mássica e metalúrgica na flotação, quando relacionada as diferentes condições, são:

- Características físicas e químicas do minério: composição mineralógica, teor, entre outras;
- A dosagem de reagentes utilizados na flotação industrial;
- Variáveis operacionais da flotação industrial: concentração de sólidos, nível de polpa nas células e colunas de flotação, vazão de ar, entre outras.

2.2.2 FLOTAÇÃO

A flotação é a mais versátil e eficiente técnica de concentração de minérios e começou a ser utilizada em escala industrial em 1905, na Austrália, sendo a inovação tecnológica de maior impacto no beneficiamento de minérios. Esta operação é considerada a mais complexa e possibilitou a produção industrial dos metais básicos - cobre, chumbo, níquel e zinco - a partir dos sulfetos minerais e de outras substâncias minerais fundamentais para a agricultura, tais como rocha fosfática, cloreto de potássio e tantos outros minerais importantes para a indústria da mineração. (BALTAR, 2008).

Em geral, todas as técnicas de separação mineral utilizam uma propriedade físico-química para diferenciar uma espécie da outra. Na flotação, a propriedade diferenciadora é o grau de hidrofobicidade das partículas. O conceito de hidrofobicidade está associado com a “molhabilidade” das partículas com a água, ou seja, partículas hidrofóbicas são “menos molháveis” pela água (ARAÚJO et al., 2009).

A flotação consiste basicamente em fazer um sólido de natureza hidrofóbica (apolar) flutuar em uma fase líquida, enquanto o sólido de natureza hidrofílica (polar) se deposita no fundo do equipamento. O processo ocorre agitando os minerais em suspensão, ou através de borbulhamento de ar no fundo do recipiente. As partículas hidrofóbicas se aderem as bolhas de ar, também de caráter hidrofóbico, e são transportadas para a superfície para serem recolhidas, ou seja, realizando a efetiva separação dos sólidos hidrofílicos e hidrofóbicos (RABOCKAI, 1979 apud NASCIMENTO, 2010, p. 21).

2.2.2.1 REAGENTES DE FLOTAÇÃO

Na flotação utilizam-se diversos reagentes, eles atuam aumentando as diferenças entre as superfícies dos minerais presentes na operação. Quanto mais distintas forem as diferenças das características superficiais dos minerais, mais viável será o processo e a probabilidade de êxito na separação das espécies (BALTAR, 2008).

Os reagentes são apontados como compostos orgânicos ou inorgânicos que tem a finalidade de modificar e/ou controlar as características das interfaces presentes no processo. Cada reagente pode ser classificado de acordo com sua função dentro do

processo, podendo ser classificados como coletores, espumantes e modificadores (SOUZA; OLIVEIRA, 2012).

De acordo com Luz, Sampaio e França (2010) os reagentes são considerados os agentes mais importantes do processo de flotação, e, possuem diferentes mecanismos de ação, podendo necessitar de mais ou menos tempo de condicionamento. Os reagentes podem ser classificados de acordo com sua função específica no processo de flotação, em grupos de: coletores, espumantes e modificadores (depressores, ativadores, reguladores de pH e agentes dispersantes).

Os coletores são espécies químicas orgânicas que tem como finalidade básica de se adsorverem na superfície das partículas com o intuito de induzir a hidrofobicidade da mesma (VERAS, 2010).

Para que o reagente atue na superfície da partícula mineral é necessário um tempo para que as moléculas de reagente e as partículas minerais possam entrar em contato, interagir, coletando-a, deprimindo-a ou ativando-a. Este processo é realizado em polpa pouco diluída (porcentagem de sólidos elevada), pois aumenta a probabilidade de contato entre a partícula e o reagente. Assim, se faz necessário o adensamento prévio da polpa antes do condicionamento, podendo ser realizado em espessadores ou ciclones desaguadores (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

2.2.2.1.1 DEPRESSORES – UTILIZAÇÃO DE AMIDO

O depressor é considerado um modulador da coleta, pois ele modifica as propriedades de superfície dos minerais de ganga na primeira etapa de condicionamento e, conseqüentemente, aumenta a seletividade do coletor quando em contato com a apatita (mineral-minério) na segunda etapa de condicionamento (MONTE; PERES, 2010).

Veras (2010), explica em sua dissertação que os depressores são compostos por sais ou polímeros com o objetivo de adsorverem nos minerais no qual não se tem interesse em flotar.

O amido, é um polissacarídeo, utilizado comumente como depressor para a flotação catiônica reserva de quartzo e em plantas de flotação de apatita, fluorita e silvita. Por ser extraído de diversas fontes vegetais (milho, arroz, mandioca, batata, trigo e babaçu), a seletividade do amido e sua eficiência como depressor variam conforme a

fonte, o tamanho da cadeia, o modo de preparação, entre outros. (NUNES; PERES, 2011; DENARDIN; SILVA, 2008; BATISTELI, 2007).

O Amido, ou fase amilácea, é composto por amilose e amilopectina, com uma proporção próxima de 1/3, respectivamente, sendo que estes componentes são os principais responsáveis pela ação de depressão do amido. A amilopectina apresenta a maior unidade de massa atômica (u.m.a) por ser uma molécula ramificada, conforme retratado na Figura 3, e é considerada o depressor mais eficiente de minerais de ferro se confrontada com a amilose, molécula essencialmente linear. (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

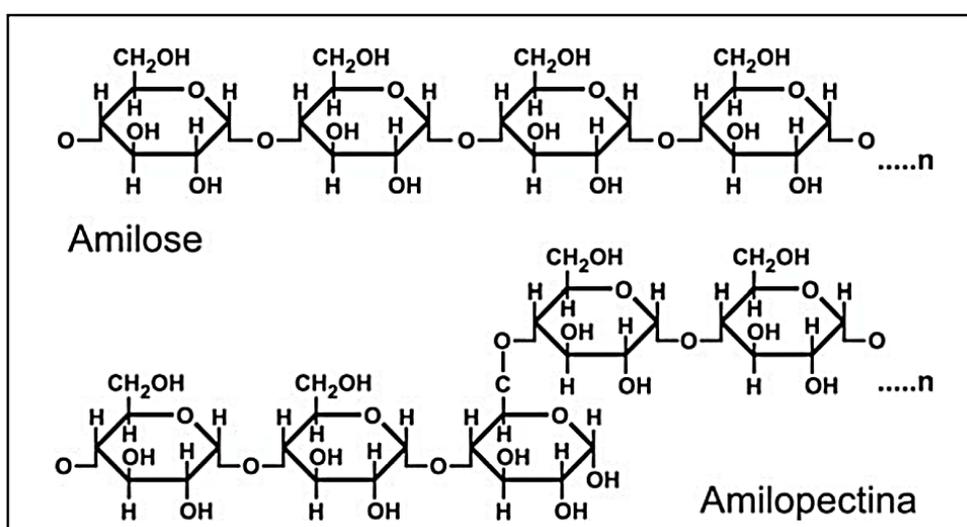


Figura 3 - Estruturas moleculares da amilose e amilopectina

Fonte: Nunes e Peres, 2011.

Segundo Ferreira (2015), o amido de milho é longe o depressor mais utilizado, na indústria mineral, devido a sua grande disponibilidade e a sua boa eficiência, sendo usado no Brasil desde 1978. De acordo com Luz, Sampaio e França (2010), ele é utilizado como:

- Depressor de ganga (carbonatos e minerais que possuam ferro) na flotação direta de rochas fosfáticas com ácidos graxos, para concentração de apatita;
- Depressor de óxidos de ferro na flotação catiônica reversa (aminas como coletores) de minérios itabiríticos;
- Depressor de ganga (hiperstênio - um silicato de ferro e magnésio) na flotação direta de minério sulfetado de cobre com tiocoletores.

Sua aplicação como depressor de ganga e de óxidos de ferro é clássica. Os mais importantes depósitos de fosfato do Brasil são de origem ígnea, e possuem associado à apatita a presença de ganga carbonática. Esta característica fez necessário definir esquemas de reagentes específicos. (LUZ *et al.*, 2010).

Naturalmente os amidos não modificados, são insolúveis em água fria sendo necessária a gelatinização, que, torna possível a utilização do amido como reagente na flotação. A gelatinização, também conhecida por solubilização do amido, é um processo no qual os grânulos, ao serem aquecidos em água, incham irreversivelmente, perdem a organização estrutural, ocorrendo a fusão das partículas. O processo pode ser feito de duas maneiras: por efeito térmico ou adicionando soda cáustica (DENARDIN; SILVA, 2009).

A gelatinização por soda cáustica, é um processo no qual moléculas da suspensão do amido absorvem a parte alcalina da solução dissolvida de hidróxido de sódio (NaOH). Considera-se as principais variáveis do processo de gelatinização a proporção de amido/hidróxido de sódio (soda cáustica) e o tempo de gelatinização. Esses parâmetros devem ser estabelecidos de acordo com a granulometria do amido (BATISTELI, 2007).

2.2.3 FLOTAÇÃO DE APATITA

O professor Paulo Abib Andery foi quem, inicialmente, desenvolveu a concentração de minérios com baixo teor de fósforo através da flotação, utilizando ácidos graxos como coletores e amido de milho para depressão dos minerais ganga (BARROS, 2013).

Beneficiar minérios com baixo teor de P_2O_5 é fundamental para elevar a produção de concentrado fosfático e para possibilitar o melhor aproveitamento dos recursos minerais. Apesar disso, nas rochas fosfáticas estão presentes minerais do grupo carbonato, dificultando o processo de flotação, uma vez que, calcita e dolomita possuem propriedades químicas de superfície semelhantes às da apatita (OLIVEIRA, 2007).

Santos (2017), realizou ensaios preliminares de flotação em escala de bancada com minério fosfatado do Complexo Minerquímico de Araxá – MG. Para os testes ela adotou o fubá de milho gelatinizado como depressor e óleo derivado de ácido graxo saponificado como coletor, com concentração de 300g/t e 5 minutos de tempo de condicionamento para ambos. Em seus resultados, utilizando pH 10, obteve um

concentrado com teor de P_2O_5 próximo a 10%, recuperação mássica de 30,02% e metalúrgica de 54,8%.

Paiva (2011) concentrou a apatita proveniente de rochas de filiação carbonatíticas através de ensaios de flotação em célula mecânica, adotando pH 8. Para seus ensaios, utilizou uma ampla gama de reagentes, sendo sulfossuccinamato (1,0 mg/g) um dos coletores e amido gelatinizado (0,5mg/g) como um dos depressores. O tempo de condicionamento utilizado foi de 5 minutos para o depressor e 1 minuto para o coletor. O teor de P_2O_5 da alimentação era próximo a 10%, e com a concentração obteve um teor próximo à 18%, e recuperação mássica foi de 85,87%.

Na pesquisa de Souza (2011) foram realizados testes de flotação em bancada com amostras de minério provenientes da jazida de Itataia. Os ensaios utilizaram ampla variedade de coletores e depressores. Com os resultados dos testes ele conclui que o aumento do tempo de condicionamento do depressor acarretou um aumento considerável do teor de $CaCO_3$ obtido no concentrado.

2.3 PLANEJAMENTO FATORIAL

Quando se realiza um estudo que envolve diversas variáveis, a maior dificuldade se encontra em determinar o efeito individual e de interação das mesmas sobre a resposta de interesse. O planejamento fatorial visa estabelecer a configuração dos ensaios a serem realizados, de forma a obter no final os valores das variáveis que otimizam a resposta de interesse.

O planejamento fatorial é uma técnica que permite a combinação de todas as variáveis, independentes, em todos os níveis, obtendo-se uma análise de uma variável, sujeita a todas as combinações das demais. O planejamento, quando realizado em 2 níveis, é representado por 2^k , sendo 2 o número de níveis e k o número de fatores. Inicialmente são definidos os níveis em que cada fator será estudado, isto é, os valores dos fatores, ou as classes (para casos qualitativos), que vão ser utilizadas para fazer os experimentos (CALADO, 2003).

Para realizar um planejamento fatorial completo, realiza-se experimentos em todas as combinações possíveis dos níveis dos fatores. Cada experimento, em que o modelo é submetido a um conjunto de níveis estabelecido, é um ensaio experimental. Em geral, havendo x níveis do fator 1, y do fator 2, e z do fator 3, o planejamento será um

fatorial $x * y * w$. Isso representa o número mínimo de testes a serem realizados para que o planejamento fatorial seja completo. Para se estimar o erro experimental, são realizados ensaios repetidos, sendo necessário mais testes que o calculado no planejamento (BARROS NETO *et al.*, 2001).

3. METODOLOGIA

Neste capítulo são apresentadas todas as etapas de execução deste trabalho, desde materiais utilizados a técnicas experimentais. Todos os procedimentos, exceto a caracterização da amostra, foram desenvolvidos no laboratório de Tratamento de Minério do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG, campus Araxá.

3.1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

A amostra de minério fosfático, doada por uma mineradora local, foi amostrada na alimentação da etapa de condicionamento da flotação industrial, dividida em duas frações: Grossa e Fina. Como a amostra encontrava-se úmida, tornou-se necessário fazer a secagem em estufa e, para garantir a representatividade da amostra nos ensaios, foi realizada a homogeneização em pilha e quarteamento, conforme apresentado no fluxograma da Figura 3. A composição de cada amostra foi constituída de 85% de massa da fração grossa e 15% de fração fina, semelhante à composição industrial.

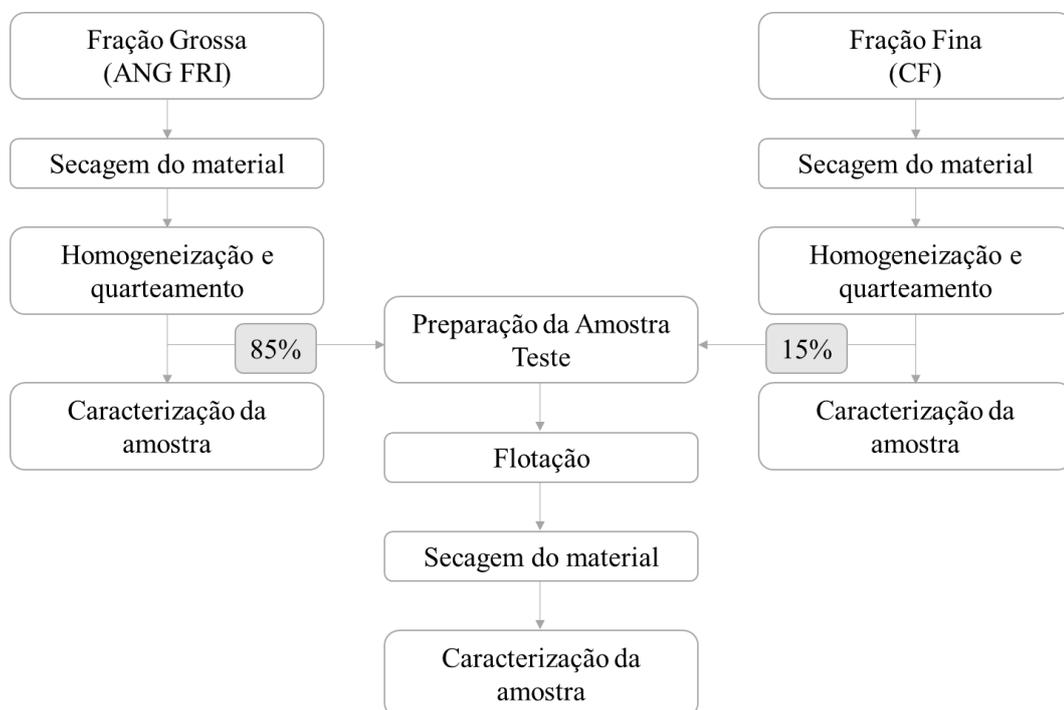


Figura 4 - Fluxograma da preparação da amostra, ensaio de flotação e caracterização.

3.1.1 SECAGEM DO MATERIAL

Para elaborar as amostras utilizadas nos ensaios de flotação fez-se necessário secar o material do lote das duas frações, grossa e fina. Tais amostras, foram levadas à estufa (100 °C) onde permaneceram por aproximadamente 12 horas. Após a secagem, obteve-se o peso total do material de cada fração, representado na Tabela 2.

Tabela 2 – Massa seca das amostras de minério fosfático.

Fração	Massa (kg)
Grossa	182,5
Fina	35,5

3.1.2 HOMOGENEIZAÇÃO E QUARTEAMENTO

A metodologia descrita nesse tópico foi utilizada tanto para a fração grossa quanto para fina.

Inicialmente foi realizada uma pré-homogeneização do minério, onde o mesmo foi despejado no centro de uma lona, e levantados os vértices da mesma alternadamente em oito ciclos para obter uma distribuição uniforme do material, como mostra a Figura 6.



Figura 5 - Amostra da fração grossa pré-homogeneizada em lona

Após a pré-homogeneização, foi feita a demarcação no piso do laboratório, com o uso de uma trena e uma fita crepe, delimitando o espaço de dois metros, onde foram construídas as pilhas alongadas, representadas na Figura 7.



Figura 6 - Pilhas alongadas das frações grossa e fina, respectivamente.

A formação da pilha foi realizada da direita para a esquerda e vice-versa, sucessivamente, até todo o material ser distribuído ao longo da pilha, com o uso de um coletor manual. Após a distribuição total do material, retomou-se as duas extremidades da pilha, representadas por 10% do comprimento total da mesma. O material foi disposto novamente ao longo da pilha. Concluída esta etapa a pilha foi fracionada e retomada, formando amostras de 10 kg.

Para a composição das amostras usadas nos testes de flotação e picnometria, foram formadas na bancada pilhas alongadas de um metro com 10 kg de minério, conforme a Figura 8, adotando-se a mesma metodologia de elaboração da pilha inicial.



Figura 7 - Pilha alongada da fração fina em bancada para separação de frações.

O minério foi retomado da pilha compondo amostras de 850 g da fração grossa e 150g da fina, formando assim as amostras, de 1kg. A partir das amostras de 1 kg, foram obtidas amostras de 568,76 g por meio de homogeneização e quarteamento, tais amostras foram utilizadas nos testes em célula mecânica. A massa necessária para os testes foi calculada tendo conhecimento da densidade do sólido, da polpa, da % de sólidos da polpa e do volume da cuba.

3.2 ANÁLISE DE DENSIDADE DO SÓLIDO

Para determinar a densidade dos sólidos, foi utilizado o procedimento de picnometria. O teste foi realizado obtendo-se primeiramente a massa do picnômetro vazio (massa chamada de A_1). A segunda etapa é a pesagem do picnômetro com o material sólido (massa A_2). Após a determinação da massa A_2 , foi adicionada água e determinada a massa A_3 . Ao final, a vidraria foi lavada e preenchida apenas com água e obtida a massa A_4 , conforme mostrado na Figura 8.

Foram realizados sete ensaios de picnometria para cada fração, assegurando maior representatividade e precisão dos resultados. As densidades foram determinadas através da Equação 1.

$$D_s = \frac{(A_2 - A_1)}{(A_2 + A_4) - (A_1 + A_3)} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

D_s : Densidade do sólido

A_1 : Massa do picnômetro

A_2 : Massa do picnômetro + Amostra

A_3 : Massa do picnômetro + Amostra + Água

A_4 : Massa do picnômetro + Água



Figura 8 - Picnômetro com água.

3.3 PLANEJAMENTO FATORIAL

Na Tabela 3 tem-se o resumo do planejamento fatorial, com as variáveis da preparação do depressor que foram avaliadas quanto à sua influência na eficiência da flotação de apatita. As variações entre níveis foram definidas de acordo com a variação industrial.

Tabela 3 - Resumo do planejamento fatorial

RESUMO DO PLANEJAMENTO			
Variável	Nível		
	-	Central	+
% de fubá na solução de depressor	1,2	3	4,2
Proporção Soda: Fubá	1 : 1,8	1 : 2,5	1 : 3,3
Tempo de condicionamento (minutos)	5	10	15

Já na Tabela 4 é mostrado o planejamento experimental, no qual se encontram os valores das três variáveis em cada teste. Foram elaboradas 15 amostras no total, considerando que os testes avaliam três variáveis em dois níveis (2^3) com ponto central. Foram planejados 8 testes (1 a 8) para avaliar as três variáveis nos dois níveis e 5 testes (9 a 13) do ponto central. Adicionalmente, foram realizados dois testes com os valores

das variáveis no nível central, porém com uma dosagem de coletor de 350 g/t (14 e 15), sendo que, nos testes 1 a 13 a dosagem utilizada foi de 200 g/t. Estes dois testes adicionais foram realizados para comparar os resultados de eficiência com a dosagem de coletor praticada industrialmente (350 g/t).

Tabela 4 - Planejamento experimental

Teste	VARIÁVEIS INDEPENDENTES		
	% fubá na solução	Proporção soda:fubá	Tempo de condicionamento
1	1,2	1: 1,81	5+5
2	1,2	1: 1,81	15+15
3	1,2	1:3,3	5+5
4	1,2	1:3,3	15+15
5	4,2	1: 1,81	5+5
6	4,2	1: 1,81	15+15
7	4,2	1:3,3	5+5
8	4,2	1:3,3	15+15
9	3,0	1:2,5	10+10
10	3,0	1:2,5	10+10
11	3,0	1:2,5	10+10
12	3,0	1:2,5	10+10
13	3,0	1:2,5	10+10
14 *	3,0	1:2,5	10+10
15 *	3,0	1:2,5	10+10

* testes com dosagem de coletor praticada industrialmente (350 g/t)

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Conforme descrito anteriormente, o planejamento foi delineado em dois níveis e três fatores (2³). A análise estatística foi realizada com o uso do software Statistica®, através da ferramenta Experimental Design (DOE), com um teste de hipóteses t de Student com nível de significância de 5%, na qual as variáveis dependentes foram as recuperações mássica e metalúrgica de P₂O₅, e a razão de enriquecimento de P₂O₅ no concentrado. As variáveis independentes foram o percentual de fubá na solução de depressor, a proporção fubá:soda e o tempo de condicionamento. A Tabela 5 apresenta as variáveis com suas identificações e valores considerados no planejamento.

Tabela 5 - Variáveis da análise estatística.

Tipo	Variável	Identificação	Nível (-)	Nível (+)
Dependente	Recuperação mássica	RMAS	-	-
	Recuperação metalúrgica de P ₂ O ₅	RMET	-	-
	Razão de Enriquecimento de P ₂ O ₅	RE	-	-
Independente	Percentual de fubá na solução de depressor (%)	%Fubá	1,2	4,2
	Proporção Fubá:Soda	F:S	1,8	3,3
	Tempo de condicionamento (min)	TC	5	10

Para que houvesse correlação as variáveis dependentes e as independentes, buscou-se coeficientes de correlação quadráticos de no mínimo 0,90. Os efeitos principais de interação e padronizados das variáveis independentes sobre as dependentes foram estimados e, para explicar o comportamento de cada variável dependente mediante a variação das independentes, foram construídos gráficos de contorno. Também foi construído o gráfico de pareto dos efeitos padronizados (t_{calc}).

3.5 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO DE BANCADA

O preparo de reagentes e os testes de flotação, descritos a seguir, foram realizados de acordo com a metodologia padrão de ensaios industriais e os procedimentos adaptados dos utilizados por Oliveira (2015).

3.5.1 PREPARAÇÃO DE REAGENTES

Os reagentes utilizados nos testes de flotação foram:

- Depressor: amido de milho gelatinizado, obtido através da reação com H₂O e NaOH (concentração de 10%), variando o percentual de fubá na solução (1,2; 3 e 4,2%);
- Coletor: óleo vegetal, solução 2,5%, oriundo de ácido graxo (óleo vegetal) saponificado, através da mistura com H₂O e NaOH (concentração de 10% m/m);
- Regulador de pH: solução de NaOH a 10%.

A dosagem de depressor utilizada foi 100 g/t e de coletor 200 g/t nos testes 1 a 13 da Tabela 4. Já nos testes 14 e 15, a dosagem de depressor foi de 100 g/t e de coletor de 350 g/t.

A Tabela 6 mostra a massa de solução de coletor e depressor utilizada nos testes de acordo com a dosagem e a diluição da solução, cujos valores foram encontrados através das Equações 5 e 6.

$$m_r = \frac{(D \times m_s)}{10^6} \quad \text{Equação 2}$$

$$m_{sol} = \frac{m_r}{C} \cdot 100 \quad \text{Equação 6}$$

Onde:

m_r = massa de reagente, em gramas;

m_s = massa de sólidos, determinada como 568,75 g;

m_{sol} = massa da solução, em gramas

D = dosagem dos reagentes, em grama/tonelada;

C = concentração do reagente, considerada e 1.2%, 3% e 4.2% para depressor e fixa em 2.5% para o coletor.

Os testes 14 e 15 foram desenvolvidos buscando representar testes industriais e, por isso, a dosagem de coletor foi alterada para 350g/t e assim a massa de reagente e de solução foram alteradas, como é possível analisar na Tabela 7.

Tabela 6 - Cálculo dos reagentes para flotação

CÁLCULOS DE REAGENTES					
Coletor		Depressor			
Dosagem (g/t)	200	Dosagem (g/t)	100		
Diluição da Solução (g/g)	2,5	Diluição da Solução (g/g)	1,2	3	4,2
Massa de sólidos (g)	568,75	Massa de sólidos (g)	568,75		
Massa de reagente (g)	0,11	Massa de reagente (g)	0,06		
Massa de solução (g)	4,55	Massa de solução (g)	4,74	1,90	1,35

Tabela 7 - Cálculo de coletor para os testes 14 e 15

Coletor- Testes 14 e 15	
Dosagem (g/t)	350
Diluição da Solução (g/g)	2,5
Massa de Sólidos (g)	568,75
Massa de reagente (g)	0,20
Massa de solução (g)	7,96

3.5.1.1 PROCEDIMENTO DE PREPARAÇÃO DO DEPRESSOR

Para a preparação da solução de depressor foi necessário levar em consideração o percentual de fubá e sua proporção à soda (concentração de 10% m/m). A Tabela 8 apresenta o resultado dos cálculos.

Tabela 8 - Preparação da solução de depressor

PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE DEPRESSOR							
Testes	Fubá (g)	Soda* (g)	Proporção Soda:Fubá	% de Fubá	H ₂ O (g)	Diluição (g)	Solução (g)
Teste 1 e 2	2,00	11,10	1: 1,81	1,2	45,00	108,56	166,66
Teste 3 e 4	2,00	6,00	1: 3,33	1,2	45,00	113,66	166,66
Teste 5 e 6	7,00	38,85	1: 1,81	4,2	45,00	75,81	166,66
Teste 7 e 8	7,00	21,00	1: 3,33	4,2	45,00	93,66	166,66
Teste 9 ao 13	5,00	20,00	1: 2,50	3,0	45,00	96,66	166,66

*Solução a 10% m/m

Considerando a variação da massa utilizada para a gelatinização do depressor, pode-se descrever o processo, que foi realizado, da seguinte forma:

- i. Pesou-se a massa de fubá, de NaOH (concentração de 10% m/m) e 45 g de H₂O para diluição;
- ii. Em um béquer, com o auxílio de um agitador mecânico foi realizada a mistura do fubá a água de diluição por 1 minuto, sob rotação de 280 rpm;
- iii. Após esse tempo, foi adicionado o NaOH a mistura e colocado sob agitação de 280 rpm novamente, por 10 minutos;
- iv. Ao final foi acrescentada a água de diluição e mantida a agitação por mais 10 minutos. A Figura 9 mostra a solução de depressor sob agitação.



Figura 9 - Solução de depressor em processo de gelatinização

Com a gelatinização do depressor, pesou-se a massa necessária de solução para cada teste de flotação, conforme o exibido na Tabela 6.

3.5.1.2 PROCEDIMENTO DE PREPARAÇÃO DO COLETOR

Para a saponificação foi realizado o seguinte procedimento:

- i. Mediu-se 5 g de óleo, 7,85 g de H_2O , 7,15 g de NaOH a 10 % e 180 g de H_2O ;
- ii. Em um béquer de plástico foi realizada a mistura das 5 g de óleo com as 7,85 g de H_2O por 1 minuto, através de um agitador mecânico com agitação de 280 rpm;
- iii. Após a agitação foi acrescentada a solução de NaOH e manteve-se a agitação por um período de 10 minutos, mantendo a agitação na média de 280 rpm;
- iv. Terminado o ciclo, foi adicionada a água de diluição, obtendo-se 200 g de solução, essa foi agitada a aproximadamente 280 rpm por agitador mecânico durante 10 minutos. A Figura 10 ilustra o procedimento.



Figura 10 - Saponificação do óleo vegetal

Após a saponificação, foi pesada 4,55 g de solução para utilização nos testes de flotação 1 a 13, conforme os cálculos mostrados na Tabela 6. Nos testes 14 e 15 a massa de solução pesada foi de 7,96 g, de acordo com os resultados da Tabela 7.

3.5.2 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

Os ensaios de flotação em escala de bancada foram desenvolvidos no Laboratório de Tratamento de Minérios do CFET-MG, campus Araxá.

Inicialmente depositou-se a amostra com 568,75 g de minério e água em uma cuba de 1250 mL de volume útil, de modo a formar uma polpa com 65% de sólidos. A determinação da porcentagem de sólidos utilizada no condicionamento e flotação baseou-se nos valores da flotação industrial. A célula mecânica utilizada, apresentada na Figura 11, é da marca Denver Equipaments Company.



Figura 11 - Célula mecânica Denver

Após o encaixe da cuba na célula, o rotor foi ligado e a rotação ajustada para 1300 rotações por minuto (rpm), velocidade comum para flotação de minério fosfático e, por isso, adotada para os ensaios.

A flotação de fosfato ocorreu com o pH próximo a 9 na realização de todos os testes. O pH da polpa foi monitorado e ajustado durante todo procedimento, e para isso foi utilizado o pHmetro Edge digital Hanna, conforme Figura 12, e o ajuste de pH feito através da solução de NaOH (10% m/m).



Figura 12 - pHmetro Edge digital Hanna

Aferido pH, realizou-se o condicionamento do depressor, com tempo variando entre 5 a 15 minutos, conforme o planejamento fatorial. Ao fim do período determinado foi realizado o condicionamento do coletor, conforme Figura 13, variando o tempo assim como no depressor.



Figura 13 - Polpa em condicionamento

Posteriormente a polpa foi diluída até atingir 35% de sólidos. O sistema de aeração forçada da célula foi acionado, começando a formar a espuma, processo representado na Figura 14. O material foi flotado, conforme Figura 16, por um tempo médio de 7,25 minutos (+/- 0,8 min de desvio), até não restar mais espuma.



Figura 14 - Formação da espuma de flotação



Figura 15 – Coleta de concentrado na flotação de bancada.

Tanto o flotado como o afundado foram dispostos em bandejas e levados para secar na estufa a 90 °C por, aproximadamente, 12 horas. Posteriormente, com o material já seco, representado pela Figura 17, aferiu-se as massas de concentrado e rejeito e assim foi possível calcular a recuperação mássica de cada teste, por meio da Equação 7.



Figura 16 - Amostra seca após a flotação

$$\text{Recuperação Mássica} = \left(\frac{C}{A}\right) \times 100 \quad \text{Equação 7}$$

Onde:

A = massa de alimentação (g)

C = massa de concentrado (g)

As amostras de concentrado e alimentação foram embaladas e levadas para análise química. Com o resultado encontrado foi possível realizar o cálculo de recuperação metalúrgica, conforme Equação 8, e razão de enriquecimento, pela Equação 9.

$$\text{Recuperação Metalúrgica} = \left(\frac{C_c}{Aa}\right) \times 100 \quad \text{Equação 8}$$

$$\text{Razão de Enriquecimento} = \frac{c}{a} \quad \text{Equação 9}$$

Onde:

A = massa de alimentação (g)

C = massa de concentrado (g)

a = teor de P₂O₅ da alimentação (%)

c = teor de P₂O₅ do concentrado (%)

3.5 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Após a realização dos testes de flotação de bancada, as amostras da alimentação e concentrado foram caracterizadas quimicamente através da técnica de fluorescência de raios X. Foi realizada a análise completa dos teores, incluindo o P₂O₅, Fe₂O₃, CaO, MgO, Al₂O₃, etc. A partir dos teores de P₂O₅ da alimentação e do concentrado, foram calculadas a recuperação metalúrgica e a razão de enriquecimento no concentrado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Após as etapas de preparação das amostras, realização dos testes de flotação, e análise química dos concentrados, tem-se os resultados, apresentados da seguinte forma:

- i. Caracterização das amostras.
- v. Resultados da flotação.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A Tabela 9 apresenta os resultados de densidade, em g/cm^3 , obtidos para as frações fina e grossa, respectivamente. Foi realizado o cálculo da média das densidades e o desvio padrão.

Tabela 9 – Análise de densidade das amostras iniciais.

Testes	Fração Fina	Fração grossa
1	2,870	2,907
2	2,883	2,937
3	2,861	2,994
4	2,824	3,012
5	2,898	2,952
6	2,887	2,952
7	2,809	2,929
Densidade média	2,862	2,955
Desvio	0,033	0,037

Os testes de picnometria apresentaram baixo desvio padrão e os valores médios de densidade encontrados são condizentes aos conhecidos industrialmente para esses materiais.

A Tabela 10 apresenta os teores (%) de P_2O_5 , Fe_2O_3 , CaO , SiO_2 e de outros elementos presentes nas amostras de alimentação e concentrado da flotação. Esses percentuais foram encontrados através da análise química por fluorescência de raios X.

Tabela 10 - Teores de Alimentação e Concentrados da flotação de bancada

Amostra	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	BaO	SrO	MnO	Nb ₂ O ₅
Alimentação	14,08	12,03	4,94	24,78	2,93	20,32	9,60	0,20	0,40	0	0,12
Teste 1	27,84	4,99	1,59	42,83	1,31	7,16	2,89	0,20	0,77	0	0,03
Teste 2	9,69	16,33	5,89	17,76	4,3	23,89	7,28	0,22	0,30	0	0,10
Teste 3	25,67	6,88	2,13	39,89	1,63	9,19	3,72	0,22	0,72	0	0,05
Teste 4	9,50	17,3	6,22	17,34	4,63	25,08	7,28	0,22	0,29	0	0,10
Teste 5	20,52	9,83	3,18	32,79	2,40	13,70	5,25	0,21	0,58	0	0,07
Teste 6	9,00	16,75	5,96	16,56	4,28	24,20	7,26	0,20	0,28	0	0,10
Teste 7	23,21	7,72	2,56	36,5	1,87	11,01	4,25	0,18	0,66	0	0,50
Teste 8	9,52	17,52	6,18	17,26	4,44	24,95	7,49	0,22	0,29	0	0,11
Teste 9	11,94	16,11	5,2	21,72	3,88	21,58	7,00	0,24	0,38	0	0,09
Teste 10	12,98	14,73	4,83	22,83	3,48	19,95	6,26	0,24	0,41	0	0,08
Teste 11	12,15	15,75	4,96	21,62	3,63	20,59	6,66	0,22	0,38	0	0,09
Teste 12	12,16	15,58	4,87	21,61	3,96	20,64	6,50	0,23	0,38	0	0,09
Teste 13	11,60	15,90	5,12	20,85	4,05	21,57	6,39	0,22	0,37	0	0,09
Teste 14	26,92	6,02	2,00	41,02	1,49	8,67	3,70	0,19	0,74	0	0,05
Teste 15	26,41	6,21	2,1	40,27	1,67	9,05	3,70	0,18	0,73	0	0,05

A Figura 17 apresenta um gráfico multielementar da distribuição de teores de elementos-traço para os concentrados dos testes de flotação, elaborado com os dados da Tabela 10.

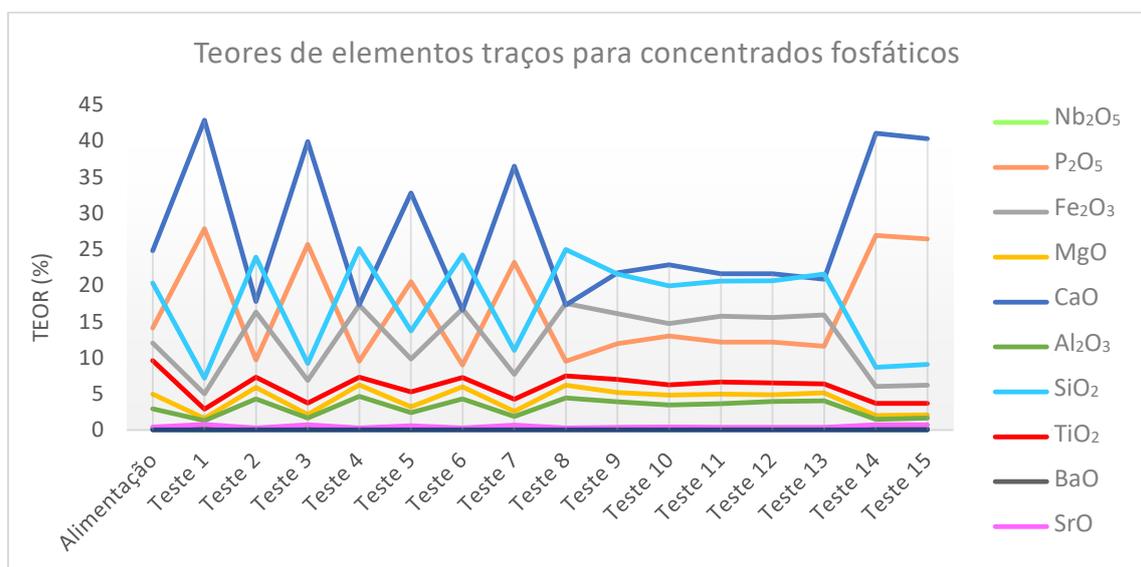


Figura 17 - Teores de elementos traços para concentrados fosfáticos.

É perceptível a oscilação dos teores de CaO, SiO₂, P₂O₅ e Fe₂O₃ nos testes 1 ao 8, que se deve a variação do tempo de condicionamento nos testes, assunto discutido no

próximo tópico. Além disso, pode-se analisar que a distribuição dos teores de SiO_2 e Fe_2O_3 é o oposto aos teores de P_2O_5 e CaO , ou seja, ao apresentar elevação nos teores de pentóxido de fósforo e CaO , há queda nos valores de sílica e óxido de ferro. Os testes 14 e 15 apresentam comportamento similar pois foram realizados de mesma forma e com maior dosagem de coletor (350g/t), buscando uma representação de valores mais similares aos utilizados industrialmente.

4.2 RESULTADOS DA FLOTAÇÃO

O planejamento fatorial foi desenvolvido com um nível central, realizado em quintuplicata para avaliar o comportamento simultâneo do tempo de condicionamento, proporção de soda: fubá e concentração de fubá na solução de depressor. Após a realização dos testes de flotação e, tendo posse dos resultados da análise química e das massas de concentrado e rejeito, as recuperações mássica e metalúrgica e a razão de enriquecimento foram calculadas por teste, conforme apresentado na Tabela 11.

Através da tabela observa-se que o aumento do tempo de condicionamento dos reagentes (15+15) influenciou negativamente na recuperação mássica e de P_2O_5 . Isso se deve à maior depressão de ambas partículas, levando as partículas de interesse para o rejeito, diminuindo o teor do concentrado.

As recuperações apresentaram-se baixas devido a baixa dosagem de coletor utilizada nos testes 1 a 13, nas análises apresentadas adiante tais testes são comparados a dois testes de maior concentração de coletor, validando tal afirmação.

Tabela 11 - Resultados dos testes de flotação aplicando o planejamento fatorial completo com nível central em quintuplicata

Teste	Parâmetros					Massa			Teor P ₂ O ₅			Recuperações		Razão de Enriquecimento
	Fubá	Soda: Fubá	Cond. Depressor	Cond. Coletor	Tempo Total	Alim.	Conc.	Rej.	Alim.	Conc.	Rej.	Mássica	Metalúrgica	
	(%)	Proporção	(min)	(min)	(min)	(g)	(g)	(g)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	
1	1,2	1:1,8	5	5	10	561,25	35,18	526,07	14,08	27,84	13,16	6,27	12,39	1,98
2	1,2	1:1,8	15	15	30	561,19	23,78	537,41	14,08	9,69	14,27	4,24	2,92	0,69
3	1,2	1:3,3	5	5	10	565,66	40,38	525,28	14,08	25,67	13,19	7,14	13,01	1,82
4	1,2	1:3,3	15	15	30	563,85	34,26	529,59	14,08	9,50	14,38	6,08	4,10	0,67
5	4,2	1:1,8	5	5	10	564,81	37,90	526,91	14,08	20,52	13,62	6,71	9,78	1,46
6	4,2	1:1,8	15	15	30	562,41	32,52	529,89	14,08	9,00	14,39	5,78	3,70	0,64
7	4,2	1:3,3	5	5	10	562,06	47,64	514,42	14,08	23,21	13,23	8,48	13,97	1,65
8	4,2	1:3,3	15	15	30	563,15	31,86	531,29	14,08	9,52	14,35	5,66	3,83	0,68
9	3,0	1:2,5	10	10	20	556,00	25,64	530,36	14,08	11,94	14,18	4,61	3,91	0,85
10	3,0	1:2,5	10	10	20	560,88	25,69	535,19	14,08	12,98	14,13	4,58	4,22	0,92
11	3,0	1:2,5	10	10	20	560,48	20,95	539,53	14,08	12,15	14,15	3,74	3,23	0,86
12	3,0	1:2,5	10	10	20	561,18	18,92	542,26	14,08	12,16	14,15	3,37	2,91	0,86
13	3,0	1:2,5	10	10	20	560,85	19,76	541,09	14,08	11,60	14,17	3,52	2,90	0,82
Média N.C	3,0	1:2,5	10	10	20	559,88	22,19	537,69	14,08	12,17	14,16	3,96	3,43	0,86

4.3 ANALÍSE DAS VARIÁVEIS

4.3.1 ANALÍSE DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO x PROPORÇÃO SODA: FUBÁ

Com os cálculos de recuperação obtidos, foi possível realizar a análise gráfica das três variáveis propostas.

A Figura 18 compara os testes em que a concentração de fubá na solução de depressor foi de 1,2%. Observa-se que nos testes 1 e 3, onde foi utilizado menor tempo de condicionamento dos reagentes (5+5 min), apresentam recuperações maiores em comparação aos testes 2 e 4, que possuem tempo de condicionamento mais elevado (15+15 min). Pode-se considerar que o tempo de 15 minutos de depressor fez com que o amido adsorvesse nos minerais, deprimindo também a apatita. Outra comparação que pode ser realizada através do gráfico é a de proporção soda: fubá, na qual, os testes com proporção 1:3,3 apresentaram melhor desempenho quando comparados aos testes de proporção 1:1,8. Com essas análises fica claro que o teste de melhor desempenho nessas condições foi o Teste 3, onde há combinação do menor tempo de condicionamento e menor proporção soda: fubá.

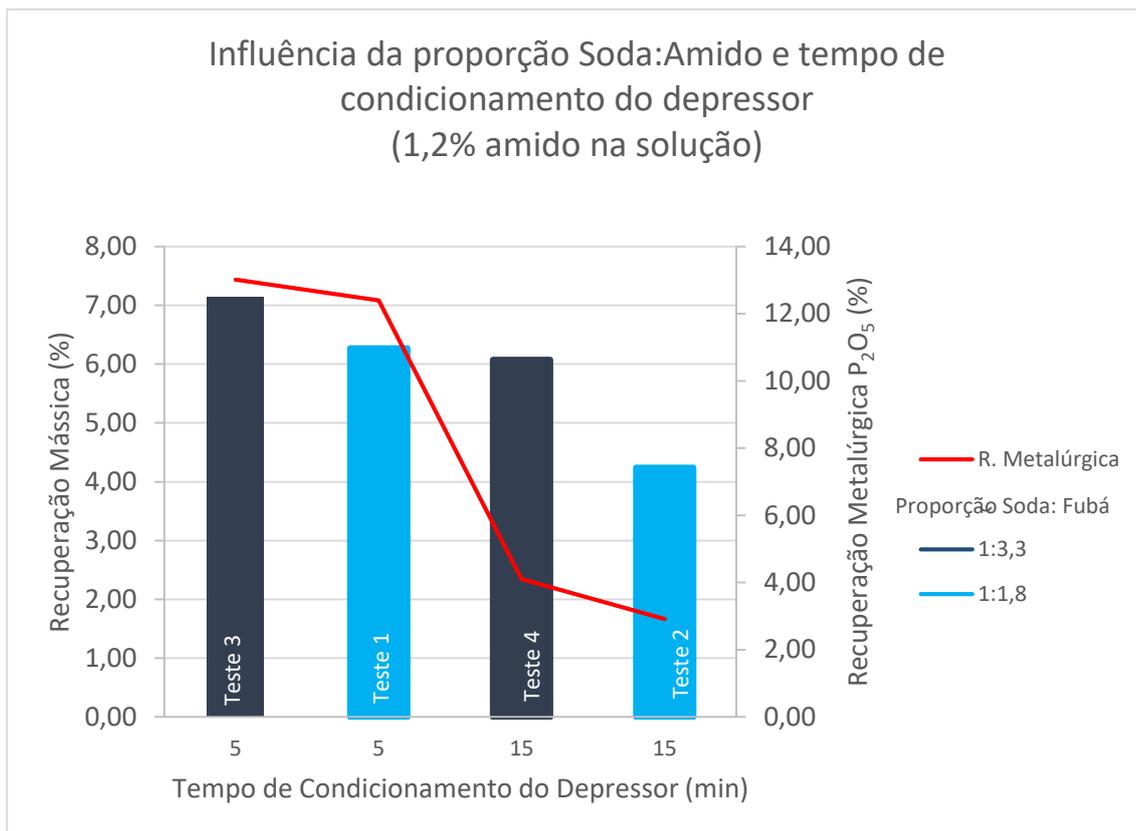


Figura 18 - Influência da proporção Soda: Fubá e tempo de condicionamento do depressor (1,2% fubá na solução)

A Figura 19 compara os testes em que a concentração de fubá na solução de depressor foi de 4,2%. Assim como na análise anterior, é possível verificar que os testes que possuem menor tempo de condicionamento (5 min), testes 5 e 7, apresentam maiores recuperações em comparação aos testes 6 e 8, em que o tempo de condicionamento é maior (15 min). Outra comparação que apresenta o mesmo resultado de comportamento do gráfico anterior é a de proporção soda: fubá, na qual os testes com proporção 1:3,3 (testes 7 e 8), apresentaram melhor desempenho quando comparados aos testes de proporção 1:1,8 (testes 5 e 6). Com essas análises, além de ser possível determinar que o Teste 7 teve melhor resultado, fica claro que, independente da concentração de fubá na solução de depressor, há um melhor resultado de recuperações mássicas e metalúrgicas quando combinados o menor tempo de condicionamento dos reagentes (5+5 min) e menor proporção soda: fubá (1:3,3).

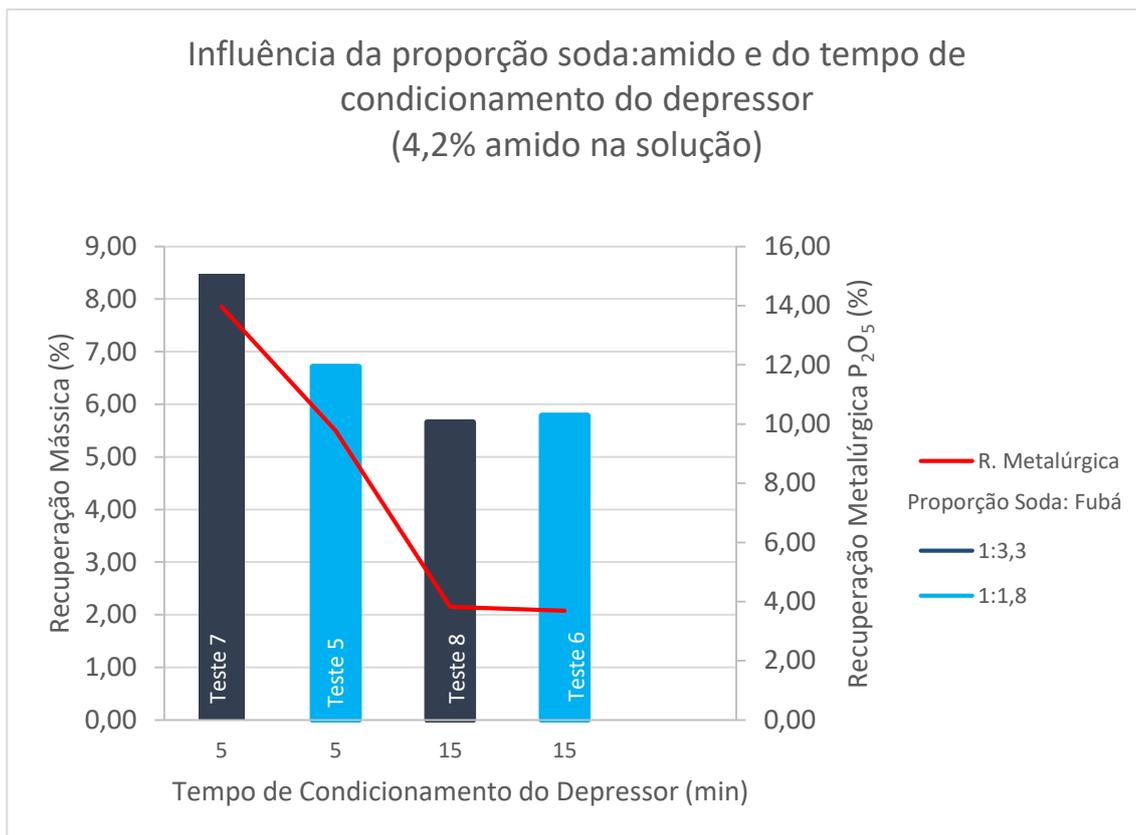


Figura 19 - Influência da proporção Soda: Fubá e tempo de condicionamento do depressor (4,2% fubá na solução)

4.3.2 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA % DE FUBÁ NA SOLUÇÃO DE DEPRESSOR x PROPORÇÃO SODA: FUBÁ

Os resultados presentes na Figura 20 consideram que o tempo de condicionamento utilizado foi de 5 minutos para depressor e 5 minutos para coletor. Avaliando as colunas fica perceptível que os testes com 4,2% de concentração na solução, testes 5 e 7, obtiveram resultados de recuperação maiores quando comparados aos testes 1 e 3, em que a concentração foi de 1,2%. Observa-se que a proporção soda: fubá com melhores resultados se mantém a de 1:3,3. O Teste 7, que possui a combinação dos melhores valores dessas variáveis, foi o que apresentou, nesse gráfico, melhor resultado de recuperação mássica e metalúrgica.

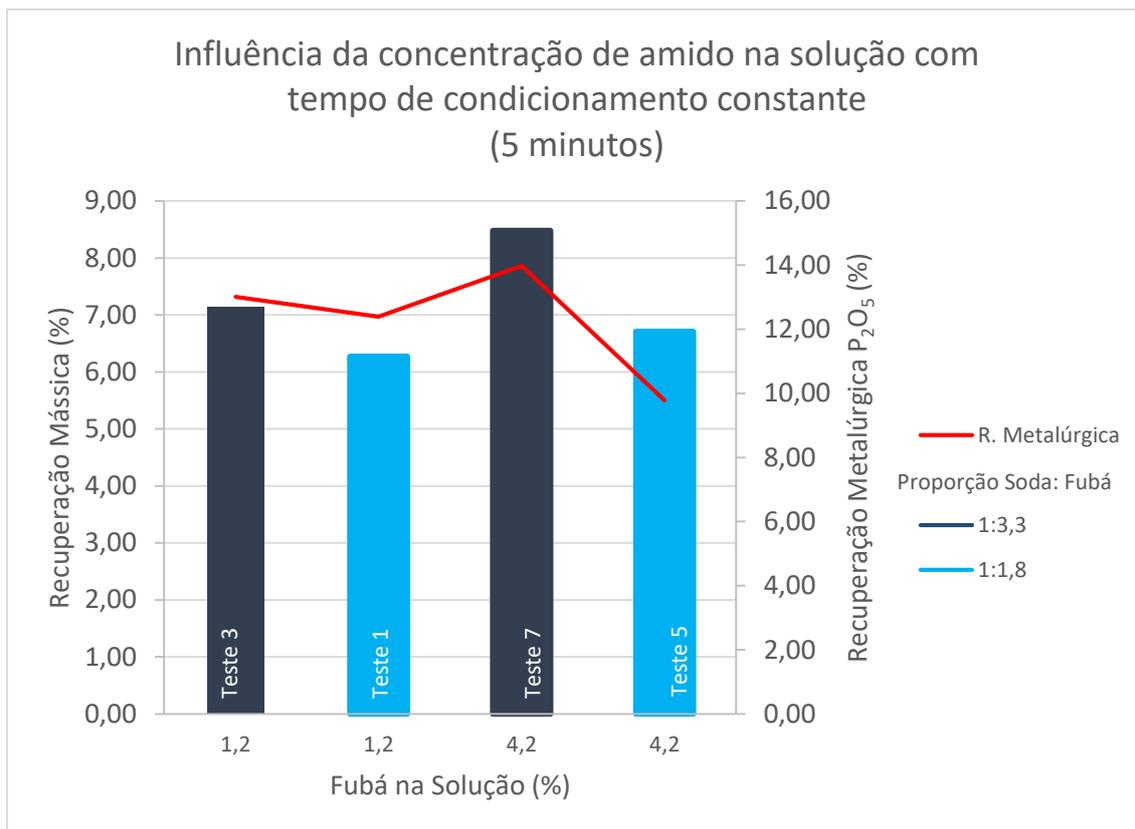


Figura 20 - Influência da concentração de fubá na solução com tempo de condicionamento constante (5 minutos).

A Figura 21 representa o comportamento das recuperações mássicas e metalúrgicas de acordo com a variação da proporção soda: fubá e da concentração de fubá na solução do depressor, mantendo o tempo de condicionamento dos reagentes em 15 minutos. Comparando os gráficos das figuras 21 e 22 fica claro a queda dos valores de recuperação mássica e metalúrgica, isso é consequência do aumento do tempo de condicionamento reagentes (15+15) que, como dito anteriormente, influenciou na maior adsorção do amido, inclusive na apatita, ocasionando a redução da recuperação.

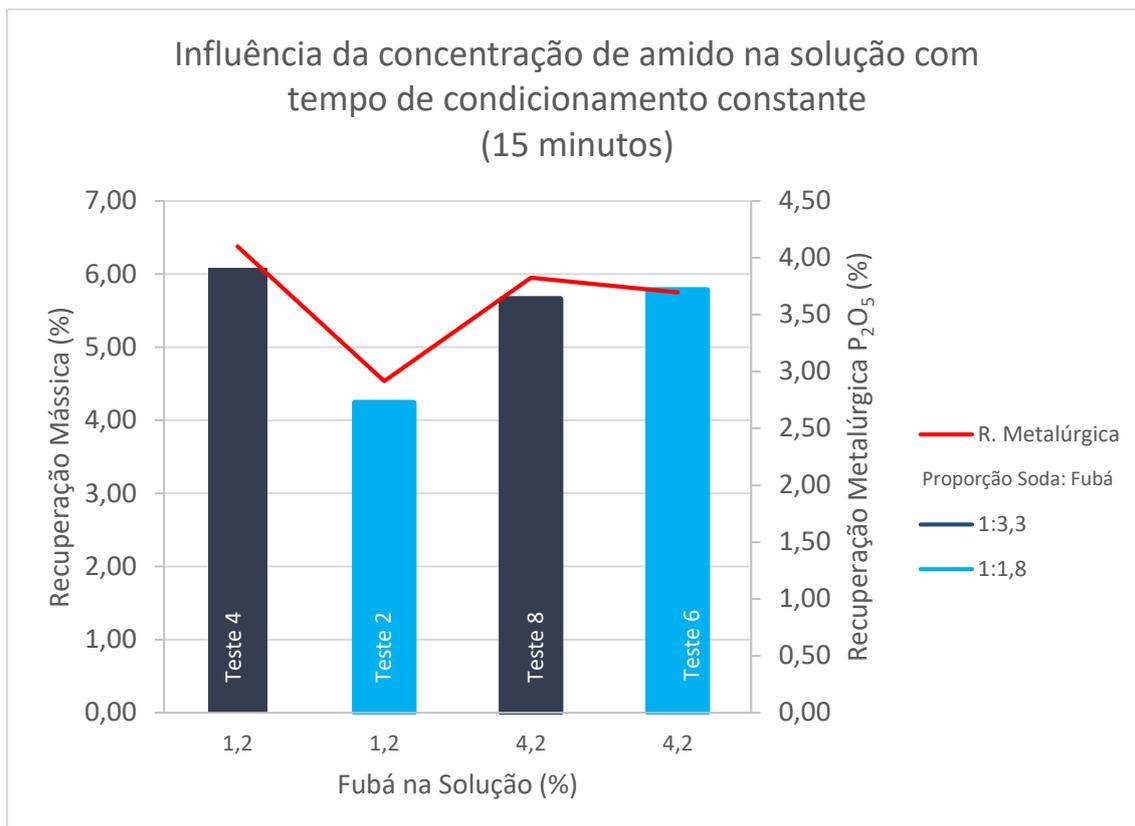


Figura 21 - Influência da concentração de amido na solução com tempo de condicionamento constante (15 minutos)

4.4 AVALIAÇÃO DOS TESTES DE NÍVEL CENTRAL

De acordo com a análise dos gráficos anteriores foi possível determinar os testes que apresentaram melhor desempenho, testes 3 e 7. Os dois testes possuem o mesmo tempo de condicionamento, de 5 minutos. A Figura 22 mostra o gráfico elaborado com estes dados comparados à média dos resultados dos testes de nível central (testes 9 a 13). Através do gráfico é perceptível que o aumento da concentração de fubá na solução de depressor possibilita um aumento na recuperação metalúrgica, contudo, o Teste 3, que possui uma concentração de fubá 3,5 vezes menor, quando comparado ao Teste 7, mostra que os resultados de recuperação mássica e metalúrgica também são consideravelmente bons. Como os testes 3 e 7 foram realizados com menor tempo de condicionamento, de 5 minutos, suas recuperações apresentaram-se muito superiores às dos testes de nível central cujo tempo de condicionamento foi de 10 minutos.

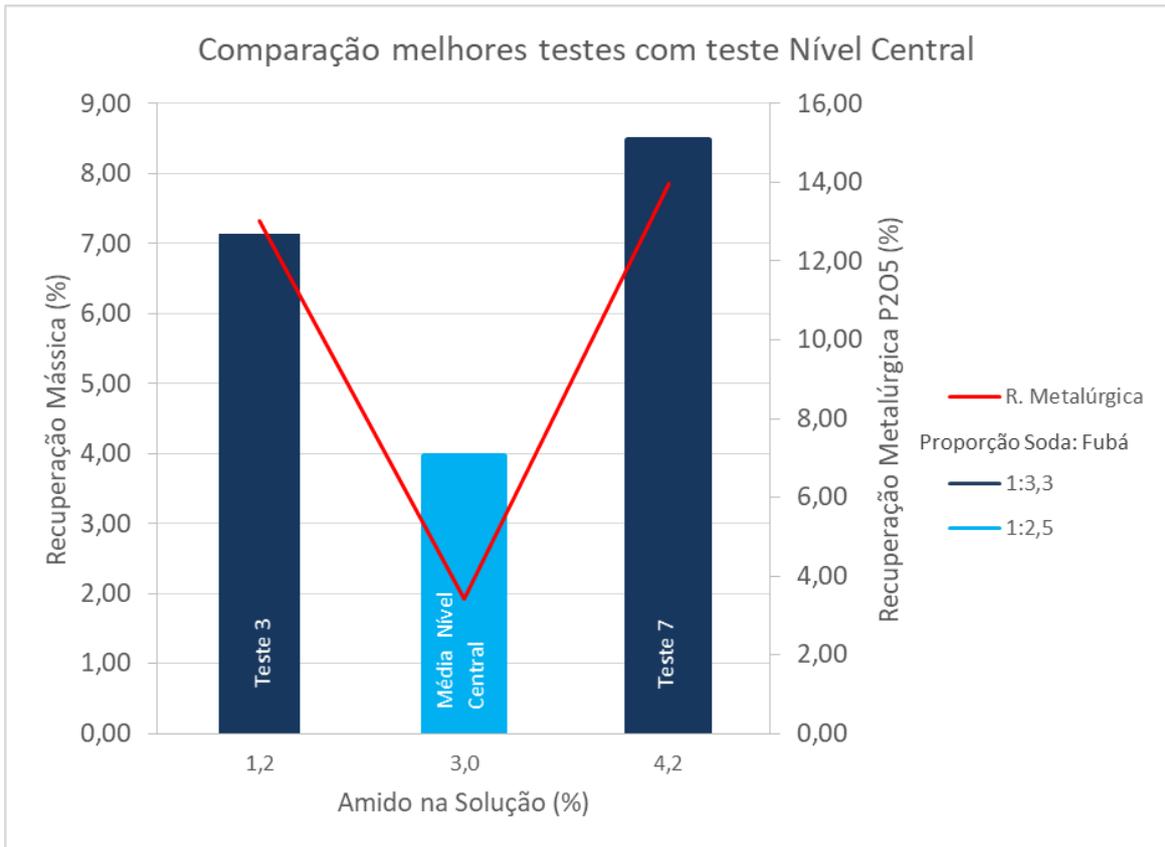


Figura 22 - Comparação Testes de melhor desempenho com a média dos testes de nível central

4.5 AVALIAÇÃO DA RAZÃO DE ENRIQUECIMENTO

A Figura 23 apresenta a razão de enriquecimento do P_2O_5 nos testes 1 a 8 e da média dos testes de nível central (testes 9 ao 13).

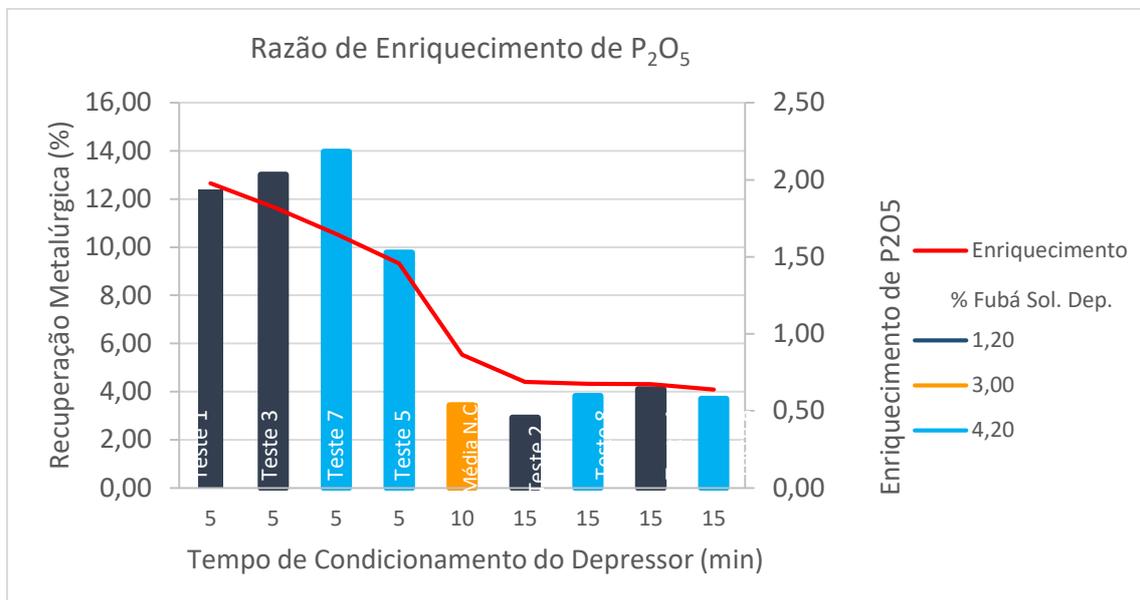


Figura 23 - Razão de enriquecimento de P_2O_5

Explorando o gráfico da Figura 23, identifica-se que o comportamento da razão de enriquecimento dos testes é similar aos de recuperação metalúrgica. Sugere-se que os melhores resultados, maiores valores de enriquecimento, foram apresentados nos testes em que o tempo de condicionamento utilizado foi de 5 minutos. Admite-se assim, que o tempo de condicionamento é extremamente importante na flotação, que ao deixar o depressor por mais tempo, ele começa a deprimir as partículas minerais de interesse, neste caso, a apatita que contém o P_2O_5 de forma significativa. Essa análise corrobora com a ideia de que o controle da seletividade está diretamente relacionado ao tempo de condicionamento e que, esta variável, é crítica e fundamental para o dimensionamento e operação dos circuitos de flotação. Cabe ainda ressaltar que o tempo de condicionamento da flotação industrial é de 5 minutos.

Outra conclusão possível através da Figura 23 é que o menor percentual de fubá na solução juntamente ao menor tempo de condicionamento proporciona melhores resultados aos testes, como já discutido nos tópicos anteriores, sendo vantajoso ao processo. Tal resultado se dá devido ao fato do depressor possuir menor tempo para agir,

aumentando a seletividade das partículas, deprimindo inicialmente as mais contrastantes em relação ao minério.

Analisando especificamente a terceira coluna do gráfico, Teste 7, é possível notar que apesar de apresentar maior recuperação metalúrgica, não possui a maior razão de enriquecimento. Isso se deve à recuperação mássica também ser maior, ou seja, houve um empobrecimento do teor de P_2O_5 no concentrado.

4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises estatísticas apresentaram coeficientes de correlação quadrático (R^2) superior a 0,90, mostrando que existe um relacionamento representativo entre as variáveis, conforme apresentado na Tabela 12.

Tabela 12 - Coeficiente R^2 por análise estatística.

Variável Dependente	Coeficiente R^2
RMAS	0,90355
RMET	0,98331
RE	0,99545

A Tabela 13 mostra os valores dos efeitos principais das variáveis independentes (na forma isolada e em interações) sobre as dependentes. Ao analisar os dados, observa-se que a variável tempo de condicionamento (TC) reduz os valores das três variáveis dependentes estudadas, o que mostra seu forte efeito. Ou seja, o resultado desta análise confirma os resultados apresentados anteriormente. Cabe ainda ressaltar que a única variável que apresentou-se significativa, ou seja, dentro do nível de 5% de significância, foi o efeito do tempo de condicionamento na razão de enriquecimento de P_2O_5 no concentrado. Também nota-se que a interação entre o tempo de condicionamento e a proporção fubá: soda causam decréscimo das três variáveis dependentes.

Tabela 13 - Valores dos efeitos principais e de interação

Variáveis	RMAS	RMET	RE
% Fubá	0,726	- 0,288	- 0,186
F:S	1,088	1,532	0,015
TC	- 1,710	- 8,656	- 1,057
% Fubá * F:S	- 0,267	0,629	0,099
% Fubá * TC	- 0,163	0,541	0,162
F:S * TC	- 0,231	- 0,875	- 0,003

Através da Tabela 13 ainda é possível analisar que as três interações das variáveis apresentaram recuperação mássica negativa, ou seja, a interação propiciou um decréscimo da recuperação.

A Figura 24 consiste no gráfico de pareto dos efeitos padronizados sobre a razão de enriquecimento (RE), na qual observa-se que a variável tempo de condicionamento apresenta elevado efeito negativo sobre a mesma e em grau significativo.

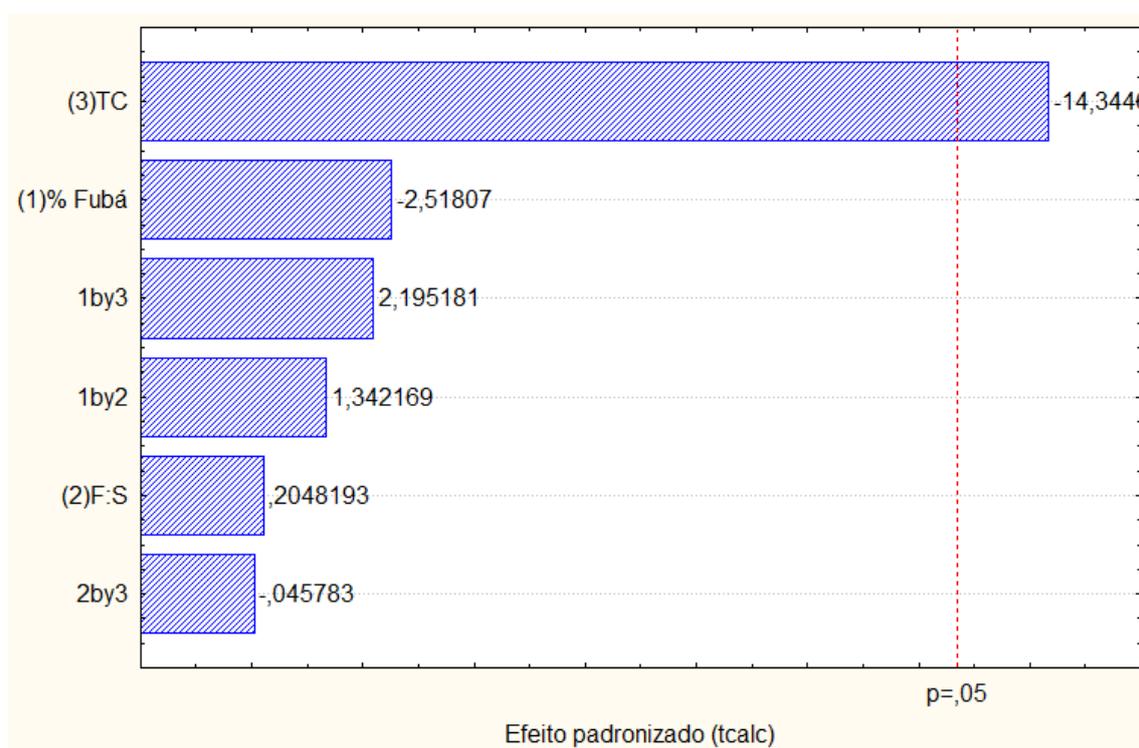


Figura 24 – Gráfico de pareto dos efeitos padronizados para a variável RE.

Como a variável tempo de condicionamento (TC) apresentou-se significativa e com maior efeito (negativo) sobre a variável razão de enriquecimento, foram construídas

curvas de contorno para explicar o comportamento das mesmas quando combinadas com as demais variáveis, percentual de fubá (%) e proporção fubá: soda (F:S), conforme apresentado nas Figuras 25 e 26, respectivamente.

Nas duas figuras, nota-se que a razão de enriquecimento apresenta-se elevada (na cor vermelha da curva) quando o tempo de condicionamento é de 5 minutos, para quaisquer valores de % de fubá e proporção fubá: soda.

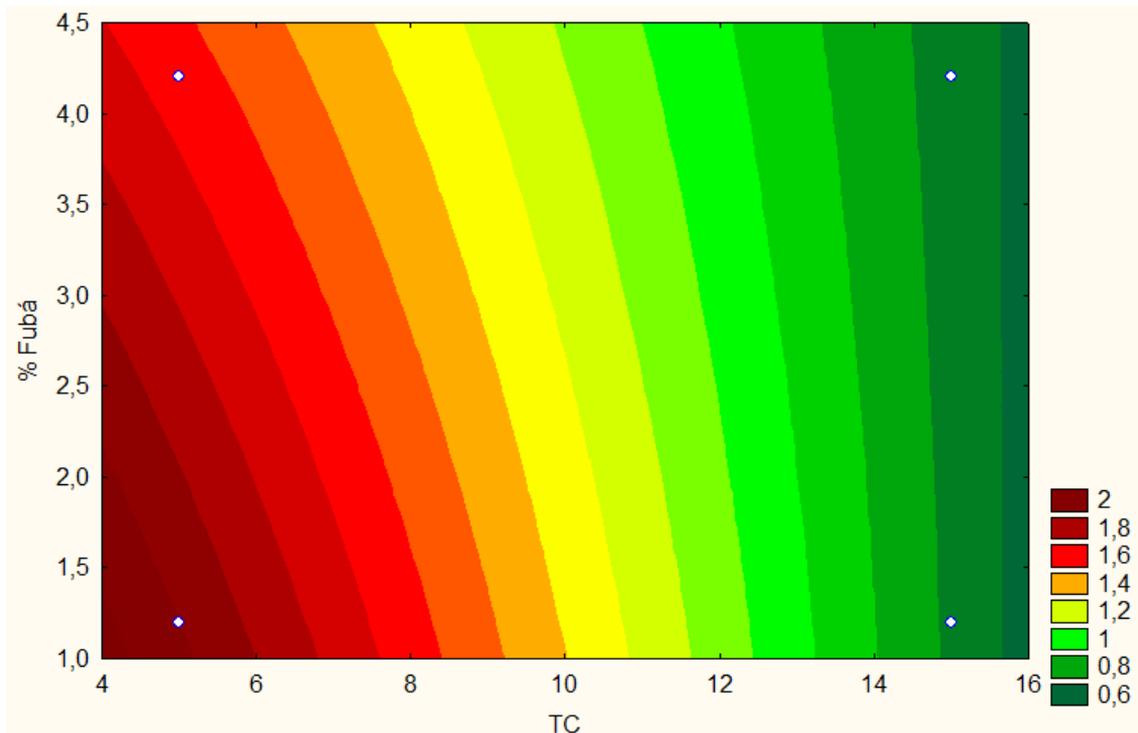


Figura 25 – Curva de contorno da influência das variáveis % Fubá e TC sobre a razão de enriquecimento.

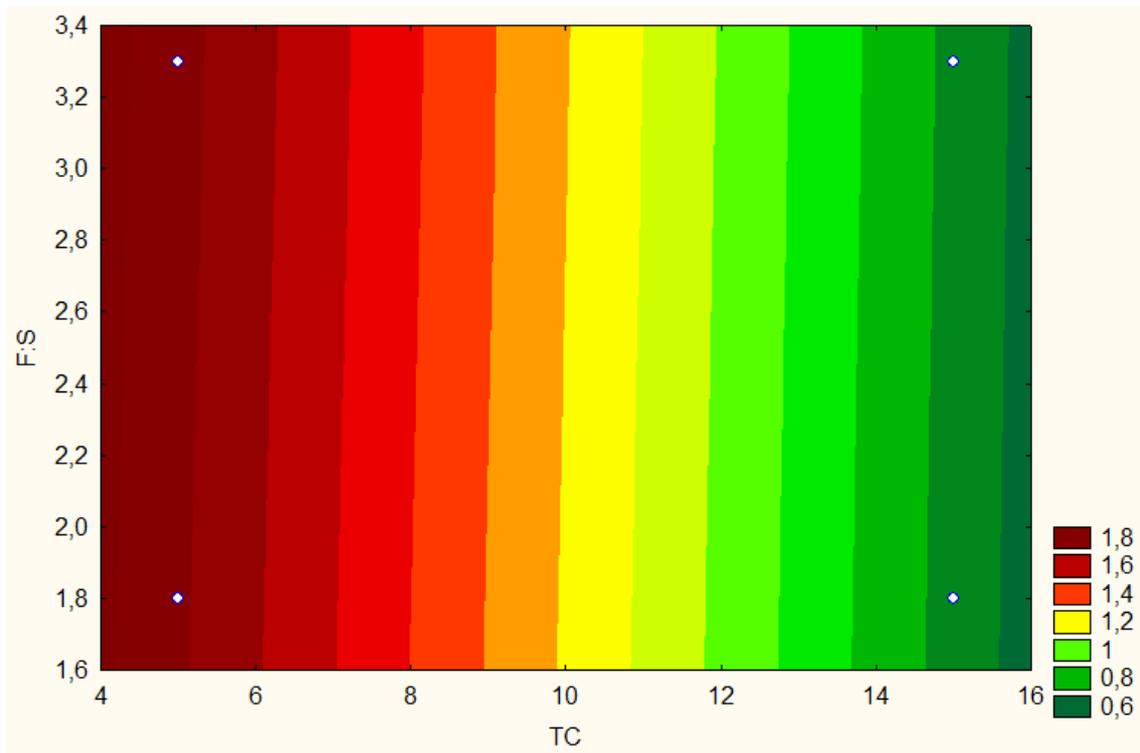


Figura 26 - Curva de contorno da influência das variáveis F:S e TC sobre a razão de enriquecimento.

4.7 AVALIAÇÃO DA DOSAGEM DE COLETOR

A Figura 27 apresenta o gráfico que foi desenvolvido utilizando a média dos resultados dos testes de nível central (testes 9 ao 13) e a média dos testes 14 e 15.

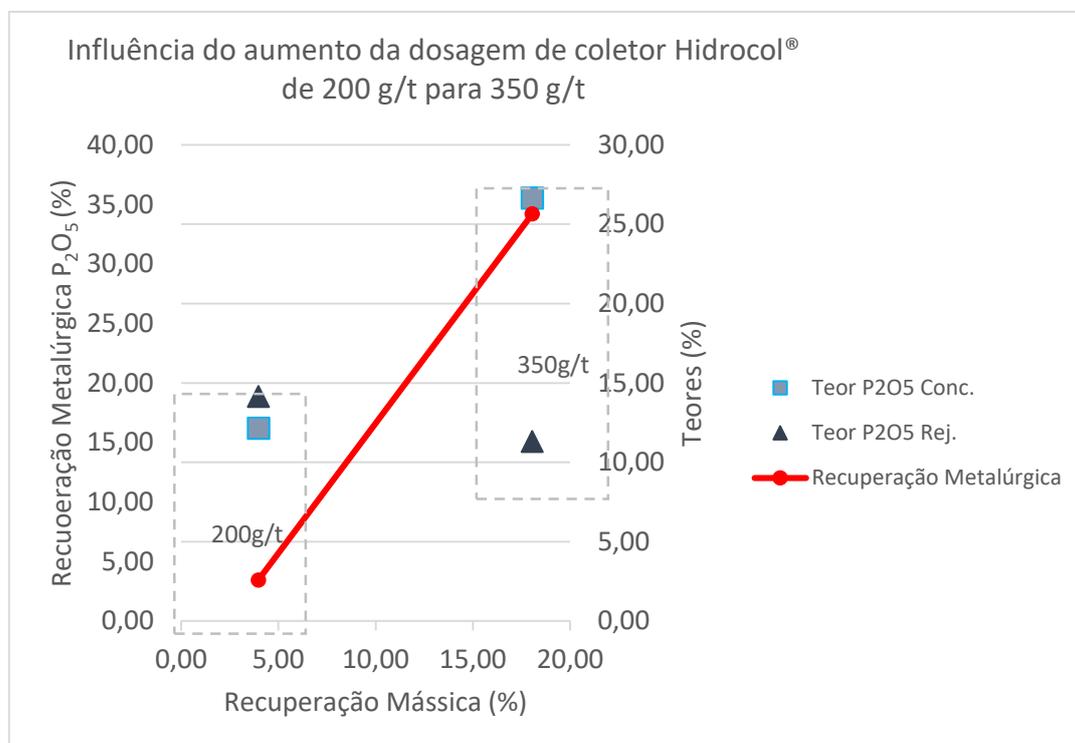


Figura 27 - Influência do aumento da dosagem de coletor Hidrocol®

Analisando o gráfico fica visível que o coletor exerce um papel importante na flotação. O aumento da dosagem ocasionou uma elevação da recuperação metalúrgica, mássica e do teor de P₂O₅ no concentrado.

Os testes 14 e 15 foram realizados com dosagem mais elevada, apresentaram melhores resultados nas recuperações mássicas e metalúrgicas, mas, ainda assim, foram valores baixos se comparados aos de recuperação industrial, que são na ordem de 35% de recuperação mássica e 75% de recuperação metalúrgica.

5. CONCLUSÃO

O propósito deste trabalho foi avaliar o desempenho da flotação com a variação de tempo de condicionamento, concentração de fubá e sua proporção a soda, podendo concluir que:

- Os resultados dos testes 1 a 13 mostram que a dosagem utilizada, de 200 g/t, foi muito baixa. A escala de laboratório e industrial tem grande diferença quando se trata da dosagem de reagentes. Porém, os resultados dos ensaios podem ser considerados válidos para a pesquisa por possuírem o mesmo parâmetro de avaliação.
- Com o tempo de condicionamento de 15+15 a recuperação metalúrgica apresentou-se muito baixa, porque certamente o elevado tempo de condicionamento propiciou a depressão da apatita e, conseqüentemente, houve um grande empobrecimento do teor de P_2O_5 no concentrado e queda brusca na recuperação metalúrgica. O tempo de condicionamento de 5+5, que é o praticado industrialmente, está dentro das condições ideais. Tal resultado é conseqüência do menor tempo que o depressor possui para adsorver nas partículas minerais, aumentando sua seletividade, deprimindo inicialmente as partículas de ganga presentes no minério. Essa pesquisa corrobora com a ideia de que o controle da seletividade está diretamente ligado ao tempo de residência, que é uma variável crítica e fundamental para o dimensionamento e operação dos circuitos de flotação.
- A razão de enriquecimento apresenta-se elevada quando o tempo de condicionamento é de 5 minutos, para quaisquer valores de % de fubá e proporção fubá: soda.
- A proporção soda: fubá que apresentou melhores resultados foi a de 1:3,3.
- A dosagem de fubá na solução de depressor ideal é de 4,2%, possibilitando um aumento na recuperação metalúrgica, contudo, a concentração de 1,2% na solução (3,5 vezes menor), também obteve bons resultados de recuperação mássica e metalúrgica quando aliada ao tempo de condicionamento e proporção de soda: fubá ideais.

6. SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- Realizar testes de flotação aplicando o tempo de condicionamento 5+5, combinado a proporção soda: fubá de 1:3,3, utilizando dosagem maior ou igual a 350 g/t de coletor e variando a dosagem de fubá na solução de depressor de 1,2% a 4,2%, buscando assim o resultado ótimo para a flotação da apatita.
- Realizar, através do Minitab, um tratamento estatístico dos dados presentes na Tabela 11, avaliando as interações dos dados (que ocorrem até em 3ª ordem), investigando a curvatura e levantando a superfície de resposta.

7. REFERÊNCIAS

- ALBUQUERQUE, G. A. S. **A produção de fosfato no Brasil: uma apreciação histórica das condicionantes envolvidas.** V.31, Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1996, 129 p. Disponível em: < https://www.cetem.gov.br/series/serie-estudos-e-documentos/item/download/258_6f5fa34012901761f981c3322111b1bb>
- ARAÚJO, A. C.; PERES A. E. C.; VIANA, P. R. M.; OLIVEIRA, J. F. **Flotação de Minérios de ferro.** In: CHAVES, A. P. (Org.) Teoria e prática do tratamento de minérios: A flotação no Brasil. São Paulo: Signus, 2009, v. 4, 2ª edição, 484p.
- BALTAR, C.A.M. **Flotação no Tratamento de Minérios.** Departamento de Engenharia de Minas – UFPE, 9 capítulos, 2008, 213 p.
- BARCELOS, A.C.C et al. **O Efeito de depressores na microflotação de Apatita.** In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 25, 2013, Goiânia. Disponível em: < <http://artigos.entmme.org/download/2013>>
- BARROS, L. A. F. **Flotação de minérios fosfáticos.** In: CHAVES, A. P. Flotação no Brasil. São Paulo, 2013. p. 116-154.
- BARROS NETO, B. de; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria** 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2001. 412 p. Disponível em: <<https://pt.scribd.com/doc/153246515/Como-Fazer-Experimentos-2aEd-Barros-Scarminio-Bruns-OCR>>.
- BATISTELI, G. M. B. **Amina residual na flotação catiônica reversa de minério de Ferro.** Tese – (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Belo Horizonte, 2007. Disponível em: <http://www.bibliotecadigital.ufmg.br/dspace>>.
- CALADO, Verônica. **Planejamento de Experimentos usando o Statistica.** Editora E-papers, 2003. Disponível em: < <https://books.google.com.br>>.
- DENARDIN, C. C.; SILVA L. P. **Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-química.** Ciência Rural, Santa Maria, v. 39, n. 3, 2008. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf>>.
- FERNANDES, F. R. C.; LUZ, A. B; CASTILHOS, Z. C. **Agrominerais para o Brasil.** Rio de Janeiro: CETEM, 2010. 380p. Disponível em: < <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/471>>.
- FERREIRA, C. R. N. **Métodos de Flotação de Minério de Ferro.** (Monografia, Curso de Especialização em Engenharia de Recursos Minerais). Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2015.

FREITAS L. R.; BARROS L.A.F. **Produção de Fosfato de Magnésio a partir de Apatita e Carnalita**. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 20, 2004, Florianópolis. Disponível em: < <https://www.artigos.entmme.org/download/2004>>.

LIMA, T. M.; NEVES. C. A. R. **Sumário Mineral 2015**. DNPM, Brasília, Vol. 35, 2016. Disponível em: < <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2015>>.

LUZ, A. B. da; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de Minérios**. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. 896 p. Disponível em; < <http://livroaberto.ibict.br/handle/1/949>>

MARTINS, H. F.; MARINI, C. **Um guia de governança para resultados na administração pública**. Publix Editora, São Paulo, 2010. Disponível em: < http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/guia_governanca_resultados_administracao_publica.pdf>

MONTE, M. B. de M.; PERES, A. E. C., **Química De Superfície Na Flotação**. In: Adão Benvindo da Luz; João Alves Sampaio; Sílvia Cristina A. França. (Editores), Tratamento de Minérios. 5 eds. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, p. 399 – 457, 2010.

NASCIMENTO D. R. **Flotação aniônica de minério de ferro**. Ouro Preto: Escola de Minas – Universidade Federal de Ouro Preto, 2010. 116 p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas). Disponível em:< <https://www.repositorio.ufop.br/handle/123456789/2371>>

NAVARRO, G.R.B et al. **Livro de referência de Minerais Comuns e Economicamente Relevantes: FOSFATOS**. 1. Ed. Rio Claro: Museu de Minerais, Minérios e Rochas “Prof. Dr. Heinz Ebert”, 2017. Disponível em: < <https://museuhe.com.br/>>.

NUNES, A. P. L.; PERES, A. E. C. **Reagentes depressores de carbonatos: uma revisão**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2011. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br> >.

OGASAWARA, E. S.; KULAIIF, Y.; FERNANDES, F. R. C. **A indústria brasileira de fertilizantes (cadeia NPK, enxofre, rocha fosfática e potássio) - Projeções de 2010 a 2030**. In: Agrominerais para o Brasil. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.8, p.145-168. Disponível em: < <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/920>>.

OLIVEIRA, M. S. **Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental**. 2007. 207 p. Tese (Doutorado, Tecnologia Mineral) - Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007. Disponível em: < <http://hdl.handle.net/1843/MAPO-7REMKR>>.

OLIVEIRA, M. S.; **Apostila de Prática Experimental de Tratamento de Minérios** - CEFET-MG. Araxá, 2015.

PAIVA, P. R. P., Monte, M. B. M., Gaspar, J. C. 2011. **Concentração por flotação da apatita proveniente de rochas de filiação carbonatítica**. Revista Escola de Minas, v. 64, p. 111-116. Disponível em: < <https://www.scielo.br/pdf/rem/v64n1/a15v64n1.pdf>>.

SANTOS, K.F dos. **Flotação de minério fosfático sílico-carbonatado**. 2017. 62 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Faculdade de Engenharia de Minas do CEFET/MG, Araxá, 2017. Disponível em: <<http://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/170/2018/05/Kamylla.pdf>>.

SILVA, F. B. R. **Análise das principais variáveis na flotação industrial da Vale Fertilizantes de Tapira-MG**. Uberlândia: Faculdade de Engenharia Química da UFU, 2016. 177p. (Dissertação, Mestrado, Concentração e Desenvolvimento de Processos Químicos). Disponível em: <<https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/17777>>.

SOUZA, A. L. **AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE DEPRESSORES NA FLOTAÇÃO DIRETA DO MINÉRIO FÓSFORO- URANÍFERO DE ITATIAIA**. 101 p. 2011. Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - Belo Horizonte. (Dissertação, Pós Graduação, Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais.)

SOUZA, M. D.; OLIVEIRA, M.S. **Tratamento de Minérios**. Apostila utilizada nas aulas do curso técnico de Mineração, CEFET-MG – Campus IV, Araxá, 2012.

SOUZA, A. E; FONSECA, D.S. **Fosfato**. DNPM, Brasília, 2008. In: Economia Mineral do Brasil. Estudo sobre fosfato. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral>>.

U.S. GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Mineral Commodity Summaries 2020**. Washington. U.S. Geological Survey, 2020 204 p. 2020. Disponível em: <<https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2020/mcs2020.pdf>>.

VALADÃO, G. E. S; ARAUJO, A. C. **Introdução ao Tratamento de Minérios**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2012.

VERAS, M. M. **Influência do Tipo de Espumante nas Características de Espuma produzida na Flotação**. Recife: Centro de Tecnologia e Geociências da UFPE, 2010. 64p. (Dissertação, Pós Graduação, Engenharia Mineral) Disponível em: <https://www3.ufpe.br/ppgeminas/images/word/moacir_medeiros.pdf>.