



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química



**Efeito da Altura da Coluna na Flotação
de Minério Fosfático em Diferentes Granulometrias**

Ricardo Corrêa de Santana

Uberlândia – Minas Gerais

2011



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química



**Efeito da Altura da Coluna na Flotação
de Minério Fosfático em Diferentes Granulometrias**

Ricardo Corrêa de Santana

**Tese de Doutorado apresentada à
Universidade Federal de Uberlândia
como parte dos requisitos necessários à
obtenção do título de Doutor em
Engenharia Química.**

Uberlândia – Minas Gerais

2011

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG - Brasil

S232e Santana, Ricardo Corrêa de, 1981-
Efeito da altura da coluna na flotação de minério fosfático em diferentes granulometrias [manuscrito] / Ricardo Corrêa de Santana. 2011.
169 f. : il.

Orientador: Marcos Antônio de Souza Barrozo.

Co-orientador: Carlos Henrique Ataíde.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Inclui bibliografia.

1. Flotação - Teses. 2. Fósforo - Teses. I. Barrozo, Marcos Antônio de Souza. II. Ataíde, Carlos Henrique. III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

CDU: 622.765

Banca examinadora da Tese de Doutorado de *Ricardo Corrêa de Santana*
apresentada à Universidade Federal de Uberlândia em 18 de fevereiro de 2011.

Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo
(Orientador – PPG-EQ/UFU)

Prof. Dr. Carlos Henrique Ataíde
(Coorientador – PPG-EQ/UFU)

Prof. Dr. Luiz Gustavo Martins Vieira
(PPG-EQ/UFU)

Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte
(PPG-EQ/UFU)

Prof^ª. Dr^ª. Sandra Helena Vieira de Carvalho
(PPG-EQ/UFAL)

Prof^ª. Dr^ª. Maria do Carmo Ferreira
(PPG-EQ/UFSCar)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a **DEUS** pela oportunidade, capacidade e saúde, fornecidas para a realização deste trabalho. Por todas as graças concedidas e por permitir que eu chegasse até aqui vencendo cada etapa dessa caminhada.

Aos meus amados pais *Pedro e Zelma*, meus queridos irmãos *Jeane, Cláudio e Renato* e cunhado *Mauri*, ao meu estimado sobrinho *Gabriel*, agradeço pela compreensão, incentivos e carinho. Agradeço minha família pelo amor e apoio nas decisões de minha vida.

Ao Prof. *Marcos Antônio de Souza Barrozo (Marquinho)*, agradeço por acreditar em minha capacidade nestes dez anos de orientação. Agradeço pela oportunidade, incentivo, ajuda, paciência, e acima de tudo, pela amizade.

Ao Prof. *Carlos Henrique Ataíde*, agradeço pela orientação, atenção e amizade. Aos Prof. *Luiz Gustavo Martins Vieira, Edu Barbosa Arruda, Sandra Helena Vieira de Carvalho e Maria do Carmo Ferreira*, agradeço pela contribuição na correção desta tese.

Ao Prof. *Cláudio Roberto Duarte*, agradeço, pelos ensinamentos e amizade.

Também foi valiosa a ajuda dada pelos alunos de Iniciação Científica, *Carol, Larissa, Mariana, Talita, Thiago, Danilo e Angélica*, que participaram na realização do trabalho colaborando decisivamente.

Aos funcionários da FEQUI/UFU *Anísio, Silvino, Zé Henrique, Roberta, Cléo, Zuleide, Tiaguinho, Cleide, Édio, Cida e Rodrigo* pelo apoio técnico prestado.

A Eng. *Marília Fortes*, agradeço pela cooperação, carinho e ajuda.

À Vale Fertilizantes de Araxá/MG, sobretudo na pessoas do Eng^o *Leonardo Tavares* e de *Reinaldo Gonçalves*, agradeço por todo o suporte material e tecnológico. Agradeço, em especial ao Eng^o *Fabiano Capponi* pelo apoio fornecido e pela atenção dedicada a ajudar-me.

Com certeza a maior e mais valiosa conquista durante o período acadêmico foram as amizades. Á todos os meus amigos, principalmente a “turma das antigas” *Adriene, Andréia, Davi, Emília, Fabiano, José Luiz, Marcos, Pires, Sandra e Francis*. Aos “novos” porém, não menos importantes amigos (turma do LPD) *Bia, Kassia, Malagoni e Dyrney, Danilo e Juliana*. Ao amigo *Jânio* pela disposição em ajudar com os seus conhecimentos e pela frutífera parceria. Em especial, agradeço pela assistência e ajuda, à minha amiga e companheira de flotação *Mariana Alves dos Santos*. Obrigado a todos pela presença em minha vida!

À FAPEMIG e a FEQUI/UFU pela viabilização desse trabalho.

SUMÁRIO

Lista de Figuras.....	i
Lista de Tabelas.....	vii
Lista de Símbolos.....	ix
Resumo.....	xi
<i>Abstract</i>	xiii
CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO.....	01
CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	07
2.1 – O Fósforo.....	07
2.2 – Minério Fosfático.....	09
2.2.1 – O Mineral Apatita.....	11
2.3 – Tratamento de Minérios: Concentração da Apatita.....	13
2.4 – Caracterização Mineralógica.....	16
2.5 – O Processo de Flotação.....	18
2.5.1 – Evolução Histórica da Flotação.....	18
2.6 – Fundamentos e Mecanismos da Flotação.....	20
2.6.1 – Interação Partícula-Bolha.....	26
2.7 – Variáveis da Flotação.....	33
2.7.1 – Reagentes da Flotação.....	34
2.7.1.1 – Coletores.....	35
2.7.1.2 – Espumantes.....	36
2.7.1.3 – Modificadores.....	36
2.7.2 – Coluna de Flotação.....	37
2.7.2.1 – Vazão de Ar.....	39
2.7.2.2 – <i>Hold Up</i> do Ar.....	40
2.7.2.3 – Tamanho das Bolhas de Ar.....	40
2.7.2.4 – Água de Lavagem.....	40

2.7.2.5 – <i>Bias</i>	41
2.7.2.6 – Capacidade de Carregamento e de Transporte.....	41
2.7.2.7 – Tempo de Residência.....	41
2.7.2.8 – Altura da Camada de Espuma.....	43
2.7.2.9 – Altura da Coluna ou Relação entre a Altura e o Diâmetro da Coluna.....	43
2.7.3 – Tamanho de Partícula e Flotação.....	47
2.7.3.1 – Flotação de Partículas Finas.....	58
2.7.3.2 – Flotação de Partículas Grossas.....	65
2.7.3.3 – Tamanho Máximo de Partículas Flotáveis.....	67
CAPÍTULO III – MATERIAIS E MÉTODOS	69
3.1 – Fluxograma do Trabalho.....	69
3.2 – Obtenção do Minério Fosfático.....	69
3.3 – Preparação das Amostras de Minério.....	71
3.4 – Caracterização das Amostras de Alimentação.....	71
3.4.1 – Caracterização Química.....	72
3.4.2 – Caracterização Mineralógica: Identificação dos Minerais.....	72
3.4.3 – Caracterização Granulométrica.....	73
3.5 – Reagentes.....	74
3.5.1 – Saponificação do Óleo de Soja.....	75
3.5.2 – Gelatinização do Fubá de Milho.....	75
3.6 – Condicionamento do Minério.....	76
3.7 – Descrição do Equipamento e da Unidade Experimental: Flotação por Ar Disperso.....	77
3.8 – Operação da Coluna de Flotação por Ar Disperso.....	79
3.9 – Caracterização Químicas dos Produtos da Flotação.....	80
3.10 – Planejamento Experimental: Flotação por Ar Disperso.....	81
3.10.1– Testes Preliminares.....	81
3.10.2– Efeito do Tamanho de Partícula e da Relação entre Altura e Diâmetro da Coluna.....	84
3.11 – Flotação por Ar Dissolvido.....	85
3.12 – Rendimento da Flotação.....	87

CAPÍTULO IV – RESULTADOS E DISCUSSÃO	91
4.1 – Caracterização da Amostra de Alimentação.....	91
4.1.1 – Caracterização Química.....	91
4.1.2 – Caracterização Mineralógica.....	92
4.1.3 – Caracterização Granulométrica.....	97
4.2 – Resultados de Flotação em Coluna Convencional.....	98
4.2.1 – Testes Preliminares.....	98
4.2.2 – Efeito da Dimensão da Coluna e da Granulometria do Minério.....	100
4.2.3 – Caracterização Granulométrica dos Produtos da Flotação.....	124
4.2.4 – Análise Estatística Global.....	128
4.3 – Resultados de Flotação por Ar Dissolvido.....	140
CAPÍTULO V – CONCLUSÃO	148
5.1 – Conclusões.....	151
5.2 – Sugestões para Trabalhos Futuros.....	152
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	153
APÊNDICE	163

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Evolução do consumo aparente de fósforo no Brasil	08
Figura 2.2 – Evolução do consumo no Brasil de fósforo nacional e importado.....	08
Figura 2.3 – Mecanismos de recuperação	23
Figura 2.4 – Fenômeno de captura de partículas	28
Figura 2.5 – Trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades durante a etapa de colisão no fenômeno de captura, (1) não-inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial, (5) linha de escoamento.....	29
Figura 2.6 – Representação esquemática da película líquida formada entre a partícula mineral e bolha de ar após a colisão e antes da adesão no processo de captura.....	31
Figura 2.7 – Subprocessos da flotação.....	32
Figura 2.8 – Flotação ilustrada como um sistema interativo de três vértices.....	34
Figura 2.9 – Representação esquemática da coluna de flotação	38
Figura 2.10 – Efeito da vazão de ar e da altura da coluna na flotação de sulfureto de cobalto (KOUTLEMANI <i>et al.</i> , 1995).....	47
Figura 2.11 – Influência do tamanho de partícula na recuperação.....	51
Figura 2.12 – Interação tripla entre hidrofobicidade, tamanho de partícula e flotabilidade.....	53
Figura 2.13 – Interação coletor-tamanho de partícula: (a) KLIMPEL (1995) <i>apud</i> BAZIN e PROULX (2001) e (b) SHANNON e TRAHAR (1986) <i>apud</i> BAZIN e PROULX (2001).....	54
Figura 2.14 – Eficiências de colisão (E_C), anexação (E_A) e de estabilidade (E_S) do agregado partícula/bolha em função do diâmetro da partícula.....	56
Figura 2.15 – Variação da recuperação e do teor de enxofre com o tamanho de partícula.	58
Figura 2.16 – Diagrama esquemático mostrando as relações entre as propriedades físicas e químicas de finos e o comportamento destas partículas na flotação. (T) e (R) indica se o fenômeno afeta o teor e/ou recuperação.....	62

Figura 2.17 – Solução conceitual para melhorar a flotação de finos.....	64
Figura 3.1 – Fluxograma do trabalho.....	70
Figura 3.2 – Esquema detalhado da unidade experimental.....	77
Figura 3.3 – Unidade experimental de flotação por ar disperso.....	78
Figura 3.4 – Unidade experimental de flotação por ar dissolvido.....	86
Figura 4.1 – Eletron-micrografias para a fração -48 # +150 # (AGPG) obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletron-micrografia a: quartzo associado à apatita. Eletron-micrografia b: apatita com inclusões de barita. Eletron-micrografia c: apatita associada com pirocloro. Eletron-micrografia d: apatita associada com badeleita e goethita. Eletron-micrografia e: apatita associada com hematita. Eletron-micrografia f: apatita associada com barita, mais partículas isoladas de pirocloro e vermiculita.....	95
Figura 4.2 – Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletron-micrografia a (fração -150 # +325 # da AGPI): apatita associada com monazita. Eletron-micrografia b (fração -150 # +325 # da AGPI): partícula de romanexita (quando hidratada) ou rolandita, apatita associada com romanexita ou rolandita e apatita com goethita. Eletron-micrografia c (fração -325 # da AGPF): apatita associada com gorceixita.....	97
Figura 4.3 – Distribuição granulométrica fornecida pelo modelo RRB.....	98
Figura 4.4 – Teor e recuperação de apatita em função da concentração de espumante para 120 g/t de coletor.....	102
Figura 4.5 – Teor de P_2O_5 por recuperação de apatita na fração intermediária de tamanho de partícula variando a relação entre altura e diâmetro da coluna e a dosagem dos reagentes.....	107
Figura 4.6 – Teor de P_2O_5 por recuperação de apatita para a relação entre altura e diâmetro da coluna igual a 25 variando o tamanho de partícula e a dosagem dos reagentes.....	107
Figura 4.7 – Efeito da altura da coluna no teor de P_2O_5 para a fração intermediária variando a dosagem dos reagentes.....	107

Figura 4.8 – Efeito da altura da coluna na recuperação de apatita para a fração intermediária (+325 #) variando a dosagem dos reagentes.....	109
Figura 4.9 – Efeito da altura da coluna e do tamanho de partícula no tempo necessário para a espuma começar a transbordar.....	111
Figura 4.10 – Efeito da altura da coluna, do tamanho de partícula e da dosagem de coletor no tempo de transbordo da camada de espuma para 60 g/t de depressor.....	112
Figura 4.11 – Efeito da altura da coluna e do tamanho de partícula no tempo de flotação.	113
Figura 4.12 – Efeito da altura da coluna no teor de P_2O_5 variando a granulometria e a dosagem de coletor.....	114
Figura 4.13 – Efeito da altura da coluna na recuperação de apatita variando a granulometria e a dosagem de coletor.....	115
Figura 4.14 – Interação tripla entre hidrofobicidade, tamanho de partícula e flotabilidade.....	118
Figura 4.15 – Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da relação altura/diâmetro da coluna, da granulometria do minério e da dosagem de coletor.....	120
Figura 4.16 – Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da relação altura/diâmetro da coluna, da granulometria do minério e da dosagem de coletor.....	121
Figura 4.17 – Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da granulometria do minério, da relação entre a altura e o diâmetro da coluna, e da dosagem dos reagentes.....	122
Figura 4.18 – Consumo de NaOH médio em função da granulometria mineral.....	124
Figura 4.19 – Superfície de resposta para o parâmetro d_{90} no produto concentrado para a fração granulométrica -325 # em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e da dosagem de depressor, para 280 g/t de dosagem de coletor.....	127
Figura 4.20 – Superfície de resposta para o parâmetro d_{90} no produto concentrado para a fração granulométrica -325 # em função da relação entre a altura e o	

diâmetro da coluna e da dosagem de coletor, para 80 g/t de dosagem de depressor.....	126
Figura 4.21 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula para uma dosagem de coletor de 280 g/t e 80 g/t de depressor.....	132
Figura 4.22 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula para, uma coluna de altura 1,6 m e uma dosagem de depressor de 80 g/t.....	134
Figura 4.23 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula para uma dosagem de coletor de 280 g/t e 80 g/t de depressor.....	135
Figura 4.24 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula para, uma coluna de altura 1,6 m e uma dosagem de depressor de 80 g/t.....	137
Figura 4.25 – Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula fino ($d_{63,2} = 51,9 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita.....	138
Figura 4.26 – Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula intermediário ($d_{63,2} = 99,0 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita.....	139
Figura 4.27 – Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula grosso ($d_{63,2} = 214,5 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita.....	140
Figura 4.28 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada.....	143
Figura 4.29 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função do pH da polpa e da posição do reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada.....	144

- Figura 4.30 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função da vazão de reciclo e da concentração inicial de sólidos na coluna e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada..... 145
- Figura 4.31 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função da vazão de reciclo e da concentração inicial de sólidos na coluna e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada..... 146
- Figura 4.32 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada..... 147
- Figura 4.33 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada..... 148

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Grupo da apatita.....	12
Tabela 2.2 – Cronologia das principais inovações da flotação.....	19
Tabela 2.3 – Etapas da flotação.....	22
Tabela 2.4 – Classificação de minerais por tamanho.....	49
Tabela 3.1 – Faixas de tamanho das partículas do minério.....	71
Tabela 3.2 – Condições de operação do difratômetro de raios-X.....	72
Tabela 3.3 – Planejamento preliminar: PCC para a fração grossa +150 #.....	82
Tabela 3.4 – Condições operacionais fixas.....	83
Tabela 3.5 – Testes exploratórios para efeito de concentração de sólidos e pH.....	83
Tabela 3.6 – Efeito do espumante para baixas dosagens de coletor.....	83
Tabela 3.7 – Efeito da gralunometria e da altura da coluna.....	84
Tabela 3.8 – Condições operacionais fixas.....	85
Tabela 3.9 – Condições Operacionais Fixas na FAD.....	87
Tabela 4.1 – Caracterização química das amostras de alimentação da flotação.....	91
Tabela 4.2 – Caracterização mineralógica da amostra de alimentação por fração.....	92
Tabela 4.3 – Fórmula química das fases minerais identificadas por difração de raios-X.....	93
Tabela 4.4 – Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra + 150 # (AGPG).....	96
Tabela 4.5 – Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para as amostras +325 # (AGPI) e -325 # (AGPF).....	96
Tabela 4.6 – Resultados da regressão para o modelo RRB.....	98
Tabela 4.7 – Planejamento preliminar.....	99
Tabela 4.8 – Quantificação dos efeitos relacionados as variáveis do PCC.....	100
Tabela 4.9 – Testes exploratórios para efeito de concentração de sólidos e pH.....	100

Tabela 4.10 – Efeito do espumante para baixas dosagens de coletor.....	101
Tabela 4.11 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula grossos.....	103
Tabela 4.12 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula intermediários.....	104
Tabela 4.13 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula finos.....	105
Tabela 4.14 – Comparação entre os parâmetros da distribuição granulométrica.....	125
Tabela 4.15 – Efeitos relacionados as variáveis na análise granulométrica para o flotado.....	126
Tabela 4.16 – Faixa experimental das variáveis estudadas.....	128
Tabela 4.17 – Desempenho da flotação por ar dissolvido.....	141
Tabela 4.18 – Faixa experimental das variáveis estudadas na flotação por ar dissolvido	142
Tabela AP1 – Teores das espécies químicas em ordem crescente dos experimentos.....	164

LISTA DE SÍMBOLOS

2θ	ângulo de espalhamento em difração de raios-X
$\underline{\mathbf{b}}$	vetor dos termos isolados no modelo empírico obtido
$\underline{\mathbf{B}}$	matriz das interações no modelo empírico obtido
C	dosagem de coletor
d	diâmetro da coluna de flotação
$d_{63,2}$	parâmetro do modelo RRB
d_{90}	dimensão característica da distribuição granulométrica
d_b	diâmetro da bolha de ar
d_p	diâmetro de partícula
d_{sauter}	diâmetro médio de sauter
D	dosagem de depressor
E_A	eficiência de adesão das partículas às bolhas
E_C	eficiência de colisão entre partículas e bolhas
E_{col}	eficiência de coleta de partículas hidrofóbicas
E_S	eficiência de estabilidade do agregado partícula-bolha
h	altura da coluna
h_c	altura da zona de coleta
h_f	altura da zona de espuma
H	relação entre a altura e o diâmetro da coluna
I	posição do bico injetor da água saturada na coluna
k	constante da taxa de flotação
L	posição de entrada do reciclo na coluna
M_F	massa de produto flotado
M_A	massa do minério na alimentação da flotação
n	parâmetro do modelo RRB
P	pH da polpa
P_A	probabilidade de adesão das partículas às bolhas
P_C	probabilidade de colisão entre partículas e bolhas
P_F	probabilidade de flotação
P_D	probabilidade de quebra ou ruptura do agregado partícula/bolha
P_S	probabilidade de formação de um agregado partícula/bolha estável
r_c	raio crítico para a colisão entre partícula e bolha

R	recuperação mineral
$RS_{Fe_2O_3}$	razão de seletividade da separação de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3
RS_{SiO_2}	razão de seletividade da separação de P_2O_5 em relação a SiO_2
R_∞	máxima recuperação num tempo infinito
S	porcentagem inicial de sólidos
t	tempo
t_c	tempo de contato entre partícula e bolha
t_i	tempo de indução
T	teor
V	vazão de reciclo
W	vazão de água de lavagem
x	variáveis independentes na forma codificada
\underline{x}	vetor das variáveis independentes no modelo empírico obtido
$x_{CaO,A}$	teor de cálcio na alimentação da flotação
$x_{CaO,F}$	teor de cálcio no produto flotado
X	fração cumulativa
\hat{y}	respostas estimadas na regressão
θ	ângulo de contato entre partícula e bolha

RESUMO

Uma vez que a deficiência de fósforo restringe severamente o rendimento de uma cultura agrícola, a adição deste elemento químico nos solos, por meio de fertilizantes fosfatados, torna-se indispensável para aumentar a produtividade agrícola, o que é imprescindível para alimentar a crescente população mundial. Na fabricação destes fertilizantes, a matéria-prima é o mineral apatita, obtido a partir do beneficiamento da rocha fosfática. Na concentração da apatita, destaca-se a operação de flotação em colunas, tecnologia apropriada no beneficiamento de minérios complexos, com baixo teor do mineral de valor e de menor granulometria. A distribuição granulométrica do minério é um dos fatores operacionais que mais afetam a qualidade e a produtividade do processo. Estudos mostram que para uma ampla variedade de minerais, agentes químicos e equipamentos de flotação, o processo é mais eficiente em uma estreita faixa de tamanho. Ademais, a quantidade de reagente necessária para alcançar resultados satisfatórios é diferente de acordo com a dimensão da partícula. Além das variáveis químicas e aquelas relacionadas à operação, as variáveis de projeto também interferem fortemente no desempenho da separação. Neste sentido, a altura da coluna é uma variável importante e questionada, que influencia diretamente, por exemplo, o tempo de residência de partículas e bolhas dentro do equipamento. Isto posto, este trabalho teve como objetivo principal analisar a influência da dimensão da partícula mineral, da altura do equipamento flotador e das concentrações de coletor e depressor na flotação da apatita em coluna, em batelada. Para tanto, em cada faixa granulométrica (grossa, intermediária e fina), foram selecionadas cinco alturas, para as quais foram realizados planejamentos fatoriais de experimentos, tendo como variáveis as dosagens dos reagentes. Com base nos resultados experimentais, foi feita uma análise estatística global permitindo assim, a quantificação e uma melhor visualização dos efeitos das variáveis investigadas. Por meio de superfícies de resposta, construídas a partir dos modelos empíricos obtidos, visou-se encontrar as condições que conduzam a níveis requeridos de teor e recuperação de apatita no concentrado. Além disso, foi feito um estudo de flotação com microbolhas (flotação por ar dissolvido) para a concentração de partículas finas. Identificou-se condições de tamanho de partícula, altura da coluna e de dosagem de reagentes que favoreceram a obtenção dos melhores resultados de teor de P_2O_5 , recuperação de apatita e seletividade da separação de forma isolada, assim como aquelas condições que levam a resultados de teor e recuperação de apatita ao mesmo tempo acima dos valores desejados na indústria. Em geral, a recuperação da apatita, ao contrário do teor de fósforo, tendeu a aumentar com a elevação da dosagem do coletor; e com a diminuição da granulometria, da altura da coluna e da dosagem de depressor na polpa. A separação tendeu a ser mais seletiva para partículas grossas, maiores alturas do equipamento flotador e para menores dosagens de coletor. Para um intervalo de tamanho com partículas com diâmetro de peneira entre 44 e 105 μm (fração intermediária -150/+325 mesh), uma altura da coluna também intermediária (entre 1 e 1,5 m), e diversas combinações de reagentes, obteve-se o rendimento requerido para a flotação da apatita, isto é, de forma simultânea o teor de fósforo foi de 30-33 % ou maior e a recuperação de apatita foi superior a 60 %. No que diz respeito à flotação por ar dissolvido, verificou-se que é possível atingir um desempenho semelhante (teor em torno de 29 % e recuperações maiores que 60 %) ao alcançado na flotação por ar disperso de uma fração de tamanho fina, sendo que na flotação com microbolhas, dentre as variáveis e faixas experimentais avaliadas, o maior efeito foi da vazão de reciclo.

Palavras-chave: Flotação em Coluna, Apatita, Granulometria Mineral, Altura da Coluna.

ABSTRACT

Since phosphorus (P) deficiency restricts crop yields severely, fertilization with this element phosphorus becomes indispensable to increase agricultural production and consequently, to feed growing world population. Apatite concentrate obtained from phosphate rock beneficiation is used in the manufacture of phosphate fertilizers. Mineral froth flotation is one of the most common and important methods employed to separate and concentrate particles of valuable minerals. Among the various types of flotation equipment, the flotation column has proved to be the most suitable equipment for processing low-grade ores, presenting a high degree of liberation only in a range of fine sizes. One of the main factors that affect flotation performance is the mineral particle size. According to some researchers in a given flotation system (mineral, reagent combinations and flotation machine) there is a narrow range of optimum particle sizes, and that very fine and very large particles achieve a lower flotation performance. Also, fine and coarse particles show different sensitivities to the reagent concentration. Besides chemical and operational factors, the separation by flotation is strongly affected by equipment factors. Thus, the column dimensions as the height are important design variables which directly influences, for example, the residence time of particles and bubbles inside the equipment. This work aimed to investigate the effect of the mineral particle size, the column height and reagent dosages on phosphate ore batch flotation in column. For each granulometric fraction (coarse, intermediate and fine), five column heights were evaluated. For this analysis, in each column dimension, two-level full factorial experiments were conducted to study the parameters of collector and gangue depressant dosage. The entire set of experimental data was analyzed globally by multiple regression, measuring the effects of those variables and fitting a model. The response surface analysis allowed for the identification of some combinations of operational conditions yielding higher P_2O_5 grade and recovery rates than the required values. Furthermore, for fine particles, a study of dissolved air flotation (flotation with microbubble) was performed. In general, on the contrary of the P_2O_5 grade, the apatite recovery tended to increase with the reduction of particle size and depressant dosage and with the increment of collector concentration. A more selective separation was found for coarse particles, taller columns and low collector level. For a particle size interval with sieve diameter between 44 and 105 μm (intermediate particle size range - 150/+325 mesh), a height of column, also intermediate (between 1 and 1.5) and several reagent dosage combinations, it was observed the indices that satisfied simultaneously industrial requirements, i.e., a phosphorus grade exceeding 30-33 % and an apatite recovery of more than 60 %. With respect to dissolved air flotation it was noted that it is possible to attain a similar result (P_2O_5 grade around 29 % and apatite recovery over 60 %) as the one observed in the dispersed air flotation for fine fraction. In this flotation with microbubbles, the non floated recirculated pulp flowrate was the variable that more influenced on the apatite flotation performance.

Keywords: Column Flotation, Apatite, Mineral Particle Size, Column Height.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

O fósforo (P) é um dos principais constituintes para a vida humana e vegetal. Este elemento químico desempenha uma série de funções no metabolismo das plantas, sendo um dos nutrientes essenciais, requeridos para o seu crescimento e desenvolvimento. Por conseguinte, a sua deficiência restringe severamente o rendimento de uma cultura agrícola (ZAPATA e ROY, 2004). Neste sentido, a prática de fertilização dos solos com fósforo torna-se indispensável para aumentar a produtividade agrícola (SATTOUF, 2007), o que é necessário para alimentar a crescente população mundial. A maioria do fósforo beneficiado em nível mundial (em torno de 95 %) é consumida como componente principal para manufaturar fertilizantes fosfatados (ABOUZEID, 2008; JASINSKI, 2008), mas esta *commodity* industrial também é usada, por exemplo, na fabricação de ração animal, sabões, detergentes, produtos de limpeza, conservantes, agentes anti-corrosão, cosméticos, fungicidas, inseticidas, produtos cerâmicos, tratamento de água, metalurgia e indústria farmacêutica (PIRSA, 2009; AUSTRALIAN MINES ATLAS, 2009). Nos fosfatos de cálcio, o fósforo está presente em quantidades economicamente exploráveis.

Os fosfatos de cálcio denominados coletivamente de fosfatos naturais ou rocha fosfática são as mais importantes fontes do elemento, representando a principal classe em termos de quantidades e valor econômico. Rocha fosfática é um termo geral que se refere à ocorrência natural de um grupo de minerais que apresenta um considerável teor de fósforo, mais comumente aqueles minerais do grupo da apatita, contendo uma percentagem variável de pentóxido de fósforo (P_2O_5) em uma matriz de cálcio. Com grande importância econômica, a apatita é o principal mineral da rocha fosfática, na qual está associada com um amplo grupo de outros minerais como fluoretos, carbonatos, silicatos, óxidos metálicos entre outros. A composição varia de um depósito para outro.

Segundo o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM, 2008), em 2007, juntos os três maiores produtores mundiais de rocha fosfática (China, Estados Unidos e Marrocos), representaram mais de 60 % do total de 147 milhões de toneladas produzidas. O Brasil apresentou a sexta maior produção, com 4 % do montante ofertado. Assim como a produção, as reservas mundiais também são concentradas. Marrocos (42,3 %), China (26,2 %)

e Estados Unidos (6,9 %) detem 75 % das reservas mundiais. O Brasil conta com 0,5 % das reservas e ocupa a 12ª colocação.

De acordo com LAPIDO-LOUREIRO e MELAMED (2006), a produção brasileira de fósforo satisfaz apenas em torno de 50 % da demanda. Uma vez que o país não produz o que necessita, o Brasil depende da importação, levando a dispêndios de centenas de milhões de dólares com aquisições externas de insumos fosfatados para suprir o seu consumo, atendendo o grande mercado interno. Num cenário de expansão da agropecuária e conseqüentemente do consumo de fertilizantes e ração animal, de busca da redução da dependência externa e com reservas nacionais de fosfato em geral, com mineralogia complexa e de baixo teor de P_2O_5 , tem-se um panorama que justifica e motiva uma grande ampliação da produção de concentrado, a obtenção de um produto de melhor qualidade e um melhor aproveitamento das reservas de fósforo no Brasil, inclusive de frações mais finas e de rejeitos.

Os concentrados apatíticos são obtidos a partir de minérios fosfáticos ocorrentes em jazimentos de origem sedimentar, ígnea, metamórfica, biogenética ou de depósitos resultantes de intemperismo (ABOUZEID, 2008). Em torno de 80 % dos depósitos brasileiros são de origem ígnea (ou magmática) apresentando mineralogia complexa, elevado grau de heterogeneidade, baixo teor (5-15 % de P_2O_5) do mineral desejado, alto teor de carbonatos, múltiplos minerais de ganga (partículas minerais que não são de interesse) e exigem um beneficiamento mais difícil e de maior custo. O aproveitamento econômico dessas reservas requer a separação parcial dos minerais com os quais a apatita está associada e conseqüentes elevações do teor de P_2O_5 para cerca de 30-37 % (valores típicos encontrados na grande maioria dos concentrados fosfáticos brasileiros), adequado ao processo industrial subsequente.

Além dessas dificuldades, na trajetória desde a lavra até a assimilação ocorrem perdas de fósforo. De acordo com BARROS (1997) *apud* GUIMARÃES *et al.* (2004), perde-se 15 % na lavra, 40 % no beneficiamento, 2 a 5 % no transporte e manuseio do concentrado fosfático. Finalmente, a assimilação do fósforo presente nos fertilizantes pelas plantas é baixa, ou seja, de 10 a 30 %. Esses índices levam a um aproveitamento global máximo de apenas 8 % do fósforo inicial. A maior perda na etapa de beneficiamento mostra a necessidade de contínuos aprimoramentos no processo de concentração buscando um melhor aproveitamento.

A recuperação econômica de fosfatos é limitada à ocorrência de depósitos minerais de apatita naturalmente com uma significativa concentração. Ocasionalmente, as concentrações naturais são elevadas o suficiente para serem exploradas. Entretanto, geralmente o minério é de baixo teor e deve ser concentrado para utilização econômica (ABOUZEID, 2008). Na indústria de fertilizante é necessário que o fosfato tenha: (i) teor de

P₂O₅ superior a 30-33 %, (ii) relação CaO/P₂O₅ menor que 1,6, (iii) MgO inferior a 1 %, (iv) Fe₂O₃ menor que 7 % e (v) teor de SiO₂ máximo de 3 %. Se o minério fosfatado não satisfaz este critério, requer-se um processamento para a remoção das impurezas e reduzir o teor dos minerais contaminantes (SIS e CHANDER, 2003).

Na rocha fosfática, a separação entre o mineral de interesse (apatita) e suas impurezas (minerais de ganga) e materiais não-fosfatados consiste em unidades de moagem e beneficiamento por meio de algumas operações como a flotação em espumas. A flotação mineral é uma das mais importantes operações na indústria de processamento mineral, usada com o objetivo de separar e concentrar partículas de valor e obter concentrados de elevado teor, com uma menor quantidade de contaminantes de ganga (MARTÍNEZ-CARRILLO e URIBE-SALAS, 2008). É um dos métodos mais comuns no processamento de rocha fosfática. De acordo com SIS e CHANDER (2003), mais da metade da produção mundial de fosfato comercializável é promovida por flotação.

Como reportado por YIANATOS (2007), do ponto de vista de uma operação unitária, a flotação é um método de separação sólido-sólido, multifásico e heterogêneo, no qual partículas minerais, em suspensão aquosa, entram em contato com bolhas, em uma dispersão de ar-polpa bem misturada. Partículas são classificadas como flotáveis se aderem a bolhas de ar e são transportadas para a camada de espuma. A separação por flotação é baseada nas diferenças de propriedades físico-químicas das superfícies dos minerais. Partículas hidrofóbicas podem se aderir a bolhas de ar, enquanto partículas hidrofílicas não. Desta forma partículas hidrofóbicas podem ser seletivamente separadas por levitação contra gravidade em meio aquoso.

O processo de flotação envolve três etapas principais: (i) adição dos reagentes para promover uma modificação seletiva nas superfícies dos minerais afetando a hidrofobicidade/hidrofilicidade (flotabilidade/não-flotabilidade), (ii) contato e adesão de partículas minerais hidrofóbicas a bolhas de ar e (iii) separação de partículas flotáveis e não-flotáveis (HARRIS e JIA, 2000). A aderência de partículas hidrofóbicas a bolhas de ar constitui um dos mais importantes subprocessos da flotação. Esta anexação é baseada na natural ou induzida hidrofobicidade (conceito chave da prática e teoria do processo de flotação) e determina, no equipamento flotador a seletividade da separação (NGUYEN *et al.*, 1997; NGUYEN e EVANS, 2004; MELOY *et al.*, 2007).

Na flotação mineral, as máquinas de flotação desempenham a tarefa de separar minerais hidrofóbicos (tipicamente os valiosos) e minerais hidrofílicos (tipicamente menos valiosos) (SEAMAN *et al.*, 2006). Entre os tipos de equipamentos de flotação, as colunas têm

alcançado um bom desempenho. DENG *et al.* (1996) mencionaram que nas últimas décadas a flotação em colunas tem recebido considerável atenção e se tornado amplamente utilizada, devido às vantagens sobre a máquina mecânica convencional de flotação, particularmente para o processamento de partículas finas. Em geral, consegue-se com a flotação em colunas uma excelente capacidade de separação (melhores teores nos concentrados), procedimento menos complexo de controle, menor custo de capital e operacional, menor consumo de energia, menor demanda de espaço para a planta industrial e menor número de operações unitárias. A mais importante característica que distingue a coluna de uma célula mecânica é a forma (geometria) da célula e a não existência de um impelidor ou estator para gerar bolhas de ar. Nas colunas, a aeração é gerada e promovida por aeradores (chamados de *spargers*) ou aspersores por meio de compressores. Além disso, na flotação em colunas é possível obter um produto flotado mais limpo por meio da adição da água de lavagem da espuma (HACIFAZLIOGLU e SUTCU, 2007).

No processo de flotação em coluna o principal objetivo é a otimização do desempenho de modo a garantir que a operação da coluna atinja os valores de referência necessários para os teores e recuperações da corrente de concentrado (PERSECHINI *et al.*, 2000). Pode-se alcançar elevadas recuperações das espécies desejadas e teores atrativos economicamente.

No Triângulo Mineiro (onde está localizada a Universidade Federal de Uberlândia - UFU) em Minas Gerais e no sul do estado de Goiás concentram-se mais de 80 % das reservas explotáveis de minério apatítico e também os principais parques industriais produtores (Vale Fertilizantes e Copebras) de concentrado fosfatado do Brasil. Além disso, o desenvolvimento econômico destas regiões destaca-se principalmente pelo dinamismo da agropecuária, cujo crescimento demanda um aumento da aplicação de fertilizantes e de nutrição animal. Também, o Triângulo Mineiro foi pioneiro no emprego de circuitos industriais utilizando colunas de flotação para o beneficiamento de rocha fosfática. Diante deste panorama regional, a Faculdade de Engenharia Química da UFU tem em seu histórico vários trabalhos (QUEIROZ 2003; OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005; SANTANA, 2007; SANTOS, 2010) de flotação da apatita em coluna que visaram contribuir para um melhor conhecimento sobre o processo e indicar soluções técnicas associadas e direcionadas a realidade da região.

A flotação é uma operação de processamento mineral complexa. O processo inclui vários fenômenos físico-químicos e hidrodinâmicos. A recuperação, o teor e a seletividade da separação por flotação são dependentes de várias variáveis materiais (ou físicas), químicas, operacionais e de equipamentos que afetam fortemente os diferentes subprocessos da

separação (ÇILEK e YILMAZER, 2003; KOSTOGLU *et al.*, 2006; UÇURUM e BAYAT, 2007; ASLAN e FIDAN, 2008). Alguns autores (NGUYEN e EVANS, 2004; CHAU *et al.*, 2009) relataram que, embora muitos desses fenômenos e fatores têm sido sucessivamente estudados e um significativo conhecimento prático e teórico já tenha sido adquirido, uma compreensão final ainda não foi desenvolvida. Os princípios físicos e químicos fundamentais do processo de flotação ainda não foram completamente elucidados.

Um dos fatores que mais influenciam no desempenho (recuperação, teor e seletividade) da flotação é a distribuição de tamanho de partícula do minério (SANTANA, 2008a e 2008b). Por décadas, o tamanho da partícula mineral tem atraído esforços de pesquisas para o conhecimento dos efeitos relacionados que têm sido reportados e/ou estudados por um grande número de autores. Conforme mostrado por TRAHAR (1981), na flotação a aparência da curva de recuperação é comumente conhecida como “forma de elefante”. Esta forma ilustra que para um determinado sistema de flotação (mineral, reagentes e equipamento), existe uma estreita faixa de tamanho ótima, isto é, apenas em um intervalo de tamanho de partícula intermediário o rendimento é mais elevado, e para granulometrias mais extremas (partículas mais finas e mais grossas) o desempenho é menor. Ademais, diferentes faixas granulométricas requerem distintas condições de concentração dos reagentes para atingirem níveis aceitáveis de teor e recuperação.

Juntamente com os fatores químicos e operacionais, fatores relacionados aos equipamentos (variáveis de projeto) também interferem na qualidade e na produtividade da separação. Neste sentido, a altura da coluna (GARIBAY *et al.*, 2002) é uma variável importante, que afeta diretamente o tempo de residência das partículas dentro do equipamento (MAZON, 2006) e que tem sido questionada (YIANATOS *et al.*, 1988). Ainda em relação à geometria do equipamento, segundo reportou CARVALHO (2003a), a relação entre a altura e o diâmetro da coluna influencia no tipo de escoamento dentro da coluna.

Diante do exposto, este estudo de flotação em coluna, de minério apatítico, operando em batelada, teve como objetivos principais:

- ❖ analisar o efeito de três faixas de tamanho de partícula (grossa, intermediária e fina), com distribuições granulométricas bem distintas;
- ❖ investigar o efeito da altura da coluna de flotação nas diferentes granulometrias avaliadas;
- ❖ determinar as melhores condições de dosagens dos reagentes.
- ❖ verificar o desempenho da flotação por ar dissolvido para finos.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – O Fósforo

O fósforo (do grego *phosphorus*, que significa “portador de luz”) é um elemento químico de símbolo P na Tabela Periódica, número atômico 15 e massa atômica igual a 30,97. É um elemento não-metal e, por ser fortemente reativo, não se encontra livremente na natureza.

O macronutriente fósforo é fundamental no processo de conversão de energia solar em alimento, fibra e óleo pelas plantas. Desempenha função chave na fotossíntese, no metabolismo de açúcares, no armazenamento e transferência de energia, na divisão celular e na transferência da informação genética. É essencial para que a planta cresça e reproduza-se, promovendo a formação inicial, o desenvolvimento da raiz e o crescimento do vegetal, ou seja, é indispensável para todo o ciclo da planta. Também contribui para aumentar a resistência da planta a algumas doenças, acelera a cobertura do solo para proteção contra erosão, afeta a qualidade das frutas, dos vegetais e dos grãos, sendo vital para a formação das sementes (LAPIDO-LOUREIRO e MELAMED, 2006). Não há um elemento que possa substituir suas funções, o que o torna absolutamente necessário.

O Cerrado brasileiro é uma das regiões mais importantes para a agropecuária nacional e representa o bioma no qual está localizado o Triângulo Mineiro. Os solos desta região, de um modo geral, são de baixa disponibilidade natural e apresentam elevada capacidade de fixação de fósforo. Esta deficiência necessita ser suprida por meio da prática de adubação com fertilizantes fosfatados pois, a falta deste elemento químico em uma cultura reflete-se na diminuição do rendimento da agricultura.

Conforme mostram as Figuras 2.1 e 2.2 (International Plant Nutrition Institute – IPNI, 2010), desde 1950 o Brasil apresenta um grande aumento no consumo de fósforo, exigindo grandes investimentos na exploração de depósitos fosfáticos nacionais, buscando atender as necessidades internas e diminuir a dependência externa. No entanto, a grande demanda da agricultura brasileira por fertilizantes fosfatados não consegue ser atendida pela indústria brasileira sendo necessário a importação de aproximadamente 50 % do consumo em 2007 a um custo de quase US\$ 2 bilhões (DNPM, 2010). Este cenário expõe a necessidade

crescente de pesquisas nacionais para viabilizar e melhor explorar as reservas brasileiras, bem como substituir as importações.

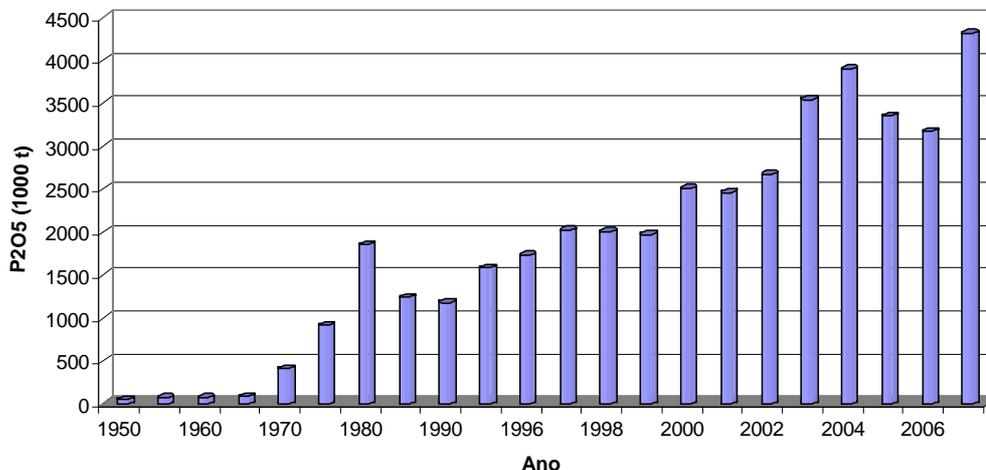


Figura 2.1 – Evolução do consumo aparente de fósforo no Brasil (IPNI, 2010)

Devido à sua alta reatividade, o fósforo não ocorre na natureza na forma livre, sendo encontrado em combinação com diversos elementos em mais de 300 minerais, principalmente na forma de fosfatos. Seus minérios são rochas naturais formadas em ambientes geológicos variados. O aproveitamento econômico do fósforo se faz apenas pela exploração da rocha fosfática (fosfatos de cálcio). Nesta rocha o mineral portador do fósforo é a apatita (expresso como pentóxido de fósforo - P_2O_5).

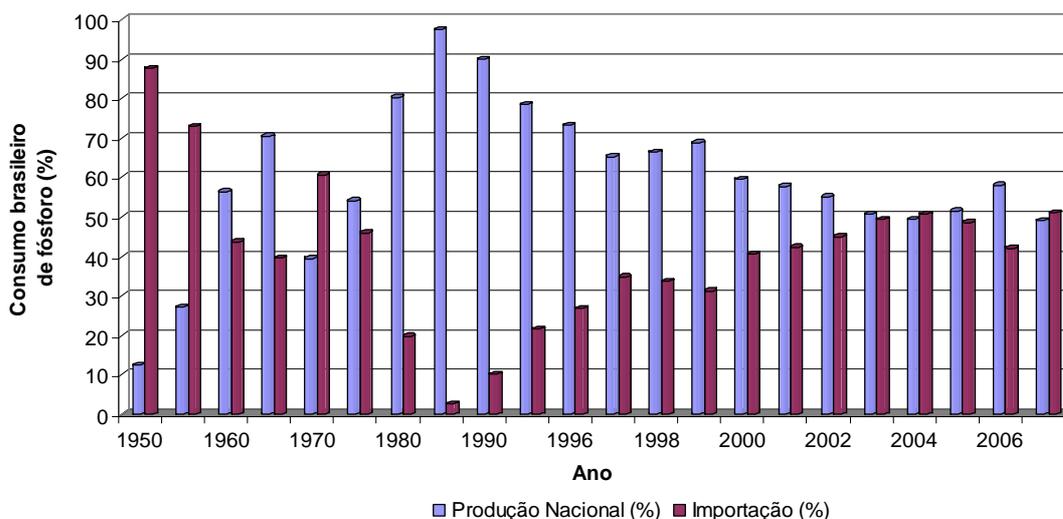


Figura 2.2 – Evolução do consumo no Brasil de fósforo nacional e importado (IPNI, 2010)

2.2 – Minerais Fosfáticos

Segundo LAPIDO-LOUREIRO e MELAMED (2006), designa-se por rocha fosfática, rochas ricas em minerais do grupo das apatitas que apresentam teores que oscilam de 5 a 22 %. Depois de beneficiado, os concentrados fosfáticos atingem teores que variam de 30 a 38 %. Os concentrados fosfáticos ou concentrados apatíticos são obtidos a partir da exploração e beneficiamento da rocha fosfática.

A obtenção de concentrados que atendam as especificações de mercado, especialmente o elevado teor, inviabiliza a exploração mineira de muitos depósitos de rocha fosfática (CHAVES e OBA, 2004). A obtenção da rocha fosfática se dá no âmbito da indústria extrativa mineral. Para se chegar a esse produto são necessárias várias etapas, que passam pela prospecção e pesquisa geológica, pesquisa tecnológica e de desenvolvimento do projeto de mineração e, na fase produtiva, pela lavra e beneficiamento do minério. As fases de prospecção e pesquisa geológica e de pesquisa tecnológica, que antecedem a extração mineral de uma jazida, são fundamentais, pois cada depósito é único e apresenta uma série de especificidades. Estas diferenças deverão ser reduzidas para se chegar a um produto padronizado, que é o concentrado do minério, com um determinado teor de P_2O_5 (KULAIIF, 1999).

Os processos geológicos ocorridos durante a formação dos depósitos determinam as associações de minerais e as concentrações de fósforo na jazida, resultando na dificuldade ou facilidade de lavra das minas, na possibilidade ou não de concentração industrial dos fosfatos ocorrentes ou mesmo para seu uso direto na agricultura.

ABOUZEID (2008) reportou a classificação de cinco tipos de fosfato no mundo de acordo com sua origem:

- ❖ depósitos de origem sedimentar marinha;
- ❖ depósitos de origem ígnea;
- ❖ depósitos de origem metamórfica;
- ❖ depósitos de origem sedimentar biogenética;
- ❖ depósitos resultantes de intemperismo.

A distribuição mundial aproximada dos depósitos de acordo com o tipo apresenta: 75 % de origem sedimentar marinha, 15-20 % de origem ígnea, metamórfica e de intemperismo, e 2-3% de origem biogenética (ABOUZEID, 2008).

Os depósitos biogenéticos ou guanos são fosfatos de origem orgânica formados pela acumulação de excrementos de aves marinhas e sua posterior assimilação pelas rochas

subjacentes. São de pouca importância comercial, pois, com exceção de algumas poucas regiões, formam depósitos de pequena expressão (KULAIIF, 1999; SOUZA, 2001; NUNES, 2009).

A nível mundial, os fosfatos mais importantes economicamente são os depósitos sedimentares marinhos identificados como carbonatoapatita e carbonato-fluorapatita (fosforito ou francolita). Estas rochas sedimentares podem conter quantidades significativas de apatita orgânica como resultado de deposição e acumulação, em bacias sedimentares, de excrementos de animais marinhos ou de esqueletos dos animais mortos. Os principais exemplos destes depósitos encontram-se nos EUA e no norte da África (Marrocos e Tunísia). No Brasil, enquadram-se neste tipo de depósito as jazidas de Olinda/PE e as de Patos de Minas/MG, contudo com dificuldades maiores de concentração da apatita. Depósitos sedimentares do tipo aluminofosfatos, do mesmo modo que os depósitos de guano, apresentam menor importância. (KULAIIF, 1999; GUIMARÃES, 2004).

Assim como os fosforitos, os depósitos de origem ígnea (ou magmática) estão distribuídos por quase todos os continentes, apresentando grande valor econômico. Este tipo de depósito possui origem geológica decorrente da atividade eruptiva dos vulcões, formado pela cristalização de minerais primários no magma aquecido. Correspondem em geral a minérios complexos. A principal variedade mineralógica é a fluorapatita. Os três maiores depósitos de apatita de origem ígnea no mundo estão na Rússia, em Uganda e na África do Sul. As reservas de minério fosfático existentes no Brasil são, em geral, derivadas deste tipo de rocha como por exemplo, as jazidas de Tapira/MG, Araxá/MG e Catalão/GO.

As jazidas brasileiras conhecidas, como por exemplo a de Araxá/MG, devido a sua constituição geológica (80% de origem ígnea), apresentam mineralogia complexa com baixo teor de apatita (em torno de 13 %) e presença de múltiplos minerais de ganga, inclusive de contaminantes com uma pronunciada influência no desempenho do beneficiamento, como é o caso dos carbonatos. Com estas características, as reservas requerem um tratamento diferenciado e complicado com processos industriais de beneficiamento sofisticados e onerosos, a fim de conferir ao concentrado as características necessárias aos processos subsequentes. É necessário um rígido controle das frentes de lavra a céu aberto e diversas operações de processamento, tais como britagens, moagens, separações magnéticas, deslamagens e flotações (CHULA, 2004).

2.2.1 – O Mineral Apatita

Definem-se como fosfatos numerosas espécies minerais de variada composição. Segundo LAPIDO-LOUREIRO *et al.* (2008), são listados mais de 350 minerais com teores de fósforo acima de 10 %, sendo que destes 96 apresentam teores de fósforo superiores a 18,43 %. Entretanto, a grande maioria tem apenas significado científico e mineralógico, por serem minerais raros. Só os do grupo da apatita constituem minerais de minério, tornando-o o componente mais importante e frequente dessa classe de minerais.

Devido a sua grande aplicação na agricultura (como matéria-prima para manufaturar fertilizantes) e a constante necessidade de aumentar a produção de alimentos, a apatita é de grande relevância para o futuro da humanidade uma vez que segundo estimativas, a população mundial atualmente em 6,7 bilhões, em 2050 será de 9,5 bilhões de habitantes (GEOHIVE, 2010).

A apatita é um fosfato cristalino hexagonal, de cor variável (pode apresentar tonalidades em marrom, verde, azul ou violeta), brilho vítreo, dureza cinco, densidade entre 3,1 e 3,2 g/cm³ (SOUZA, 2001; OLIVEIRA, 2004; LOUZADA, 2008; NUNES, 2009).

O nome apatita vem do grego e significa “*decepciono*”, em função de ser confundida com a turmalina ou o berilo (GOUVEIA, 2008). É um termo genérico para vários fosfatos. O mineral mais frequente do grupo da apatita é a fluorapatita, e muitas vezes os termos são utilizados como sinônimos. O termo também é utilizado para se referir às espécies cloroapatita e hidroxiapatita. Conforme mostrado na Tabela 2.1 (CHULA, 2004), o grupo de minerais apatíticos constituem uma ampla família de minerais. Nos jazimentos de origem sedimentar predominam as apatitas do tipo carbonato-apatita e carbonato-fluorapatita, enquanto que as variedades fluorapatita, hidroxiapatita e mais raramente cloroapatita prevalecem nas jazidas magmáticas. As apatitas brasileiras, na sua maioria, são constituídas por uma mistura entre fluorapatita e hidroxiapatita, porém carbonato-fluorapatita e carbonato-apatita também são constituintes minerais significativos.

A apatita pode ser representada pela fórmula geral $M_{10}(XO_4)_6Z_2$ (CHULA, 2004; OLIVEIRA, 2004; OLIVEIRA, 2007; LAPIDO-LOUREIRO *et al.*, 2008) na qual:

- ❖ M: cátion alcalino = Ca, Pb, Sr, ETR, Na, Ba, Mg, Mn, Zn, Cd, Ag,...
- ❖ X: ânion trivalente = P, Si, S, C, As, V,...
- ❖ Z: ânion monovalente = F, Cl, OH,...

A composição depende da estrutura mineralógica, do ambiente da formação (clima e topografia) e da necessidade de compensação de cargas. A fluorapatita, a cloroapatita e a hidroxiapatita são as apatitas naturais mais comuns e são classificadas de acordo com o ânion

Z. O cátion alcalino é normalmente cálcio, mas pode ocorrer substituição iônica resultando em complexas estruturas e relações químicas (NUNES, 2009). O ânion trivalente, geralmente PO_4^{3-} , mas também podendo ser substituído. Devido a grande quantidade de substituições na composição química das apatitas, suas propriedades de superfície variam muito de um minério para outro. Estas substituições iônicas complexa, típicas dos fosfatos, resultam em relações químicas e estruturas complexas.

Tabela 2.1 - Grupo da apatita (CHULA, 2004)

Mineral	Fórmula química
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	$\text{Ca}_5 [(\text{As}, \text{P}) \text{O}_4]_3\text{Cl}$
Johnbaumita	$\text{Ca}_5 (\text{AsO}_4)_3 (\text{OH})$
Fermorita	$(\text{Ca}, \text{Sr})_5 (\text{AsO}_4, \text{PO}_4)_3 (\text{OH})$
Fluorcafita	$\text{Ca} (\text{Sr}, \text{Na}, \text{Ca}) (\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ce})_3 (\text{PO}_4)_3 \text{F}$
Estrôncioapatita	$(\text{Sr}, \text{Ca})_5 (\text{PO}_4)_3 (\text{OH}, \text{F})$
Belovita - (Ce)	$\text{Sr}_3 \text{Na} (\text{Ce}, \text{La}) (\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{OH})$
Belovita - (La)	$\text{Sr}_3 \text{Na} (\text{La}, \text{Ce}) (\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{OH})$
Alforsita	$\text{Ba}_5 (\text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Morelandita	$(\text{Ba}, \text{Ca}, \text{Pb})_5 (\text{AsO}_4, \text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Hedifana	$\text{Pb}_3\text{Ca}_2 (\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$
Piromorfita	$\text{Pb}_5 (\text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Mimetita	$\text{Pb}_5 (\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$
Clinomimetita	$\text{Pb}_5 (\text{PO}_4)_3\text{Cl}$
Vanadinita	$\text{Pb}_5 (\text{VO}_4)_3\text{Cl}$

Segundo SOUZA (2001), a apatita tem uma mineralogia extremamente complexa, e encontra-se associada com contaminantes de influência marcante no rendimento (recuperação) de fósforo nas plantas (usinas) de beneficiamento desses minérios, resultando em altos custos de produção.

2.3 – Tratamento de Minérios: Concentração da Apatita

Os minerais constituem os insumos básicos mais requeridos pela civilização moderna. Qualquer atividade agrícola ou industrial seja no campo da metalurgia, da indústria química, da construção civil ou do cultivo da terra, utiliza os minerais ou seus derivados (LUZ e LINS, 2004). Nem sempre esses minerais apresentam-se na natureza na forma em que serão consumidos pela indústria. Isto ocorre por fatores como granulometria incorreta e associação a outros minerais que não têm interesse ou são indesejáveis para o processo industrial a que se destinam. É exatamente para a adequação dos minerais aos processos industriais que se utiliza o beneficiamento dos minérios (PORMIN, 2008).

Segundo LUZ e LINS (2004), o tratamento de minérios consiste na aplicação de uma série de operações unitárias que têm em vista a separação das partículas minerais valiosas dos minerais de ganga (partículas do minério que não são de interesse) e a obtenção final de um produto concentrado, com um teor elevado e adequado do mineral desejado. O tratamento de minérios apresenta as seguintes operações:

- ❖ cominuição: britagem e moagem (redução de tamanho e liberação física do minério);
- ❖ fracionamento por tamanho e classificação: peneiramento, cicloneamento etc;
- ❖ concentração: gravítica, magnética, eletrostática, por flotação etc;
- ❖ desaguamento: espessamento, filtração;
- ❖ secagem: secador rotativo, secador de leito fluidizado;
- ❖ disposição do rejeito.

A separação é baseada nas variações relativas de algumas propriedades físicas ou químicas apresentadas pelas partículas minerais e é obtida pela passagem de um escoamento ou de uma quantidade de partículas através de um equipamento separador. Assim, devido às diferentes propriedades apresentadas, tais como, química de superfície, tamanho, forma, densidade, suscetibilidade magnética, condutividade térmica, radioatividade, cor etc., as partículas são afetadas de forma e intensidade diferenciadas, resultando na separação.

A etapa de concentração corresponde na remoção da maior parte da ganga presente no minério, a qual depende basicamente de três itens (GUIMARÃES, 1995):

- ❖ liberação física das espécies minerais, isto implica que uma partícula deve apresentar, idealmente, uma única espécie mineralógica;
- ❖ existência de propriedade diferenciadora, seja ela natural ou induzida;
- ❖ separabilidade dinâmica, correspondendo à característica necessária ao equipamento no qual está ocorrendo a concentração do mineral.

A liberação física correta do mineral de interesse envolve a adequação granulométrica por meio de operações de redução de tamanho. Uma vez alcançada a liberação adequada dos minerais, estes podem ser submetidos à operação de separação das espécies minerais, obtendo-se assim, um concentrado e um rejeito. Embora o grau de liberação aumente com a redução do tamanho das partículas, a seletividade da separação diminui. Assim, quando a liberação correta ocorre em partículas mais grossas, a facilidade do processo de concentração tende a ser maior, pelo fato dos equipamentos que fazem a separação apresentarem uma melhor seletividade nestas faixas de tamanho.

A separação de minerais pode ser fácil ou muito complexa, dependendo do minério. Quando a diferença de propriedade física (densidade e susceptibilidade magnética, por exemplo) entre os minerais que se quer separar não existe ou é insuficiente, utilizam-se técnicas que tomam como base propriedades físico-químicas de superfície dos minerais. A técnica mais amplamente utilizada neste caso é a flotação. A flotação em espumas é o processo dominante no tratamento de quase todos os tipos de minérios, devido à sua grande versatilidade e seletividade. Permite a obtenção de concentrados com elevados teores e expressivas recuperações. Pode ser aplicado ao beneficiamento de minérios com baixo teor e granulometria fina. O processo baseia-se no comportamento físico-químico das superfícies (propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas) das partículas minerais presentes numa suspensão aquosa. A utilização de reagentes específicos permite a recuperação seletiva dos minerais de interesse por adesão em bolhas de ar. A flotação é adotada na produção de diversos minerais como fosfatos e sulfetos (PORMIN, 2008).

A flotação é um processo de múltiplas variáveis cujo principal objetivo é garantir um rendimento especificado. Este rendimento é determinado pela recuperação e pelo teor. A recuperação representa a produtividade do processo e o teor do mineral de valor no concentrado indica a qualidade do produto obtido (BERGH *et al.*, 2004). O teor é definido como a porcentagem do mineral de interesse presente no material (pode ser na alimentação, no concentrado ou no rejeito). A recuperação significa o quanto se recupera, em peso, de uma quantidade disponível inicialmente. Pode ser calculada em relação a uma massa total alimentada ou apenas em relação ao peso do mineral de interesse. Na flotação de rocha fosfática são considerados satisfatórios ou desejados, recuperações de apatita em torno ou acima de 60 % e teores de fósforo maiores que 30-33 %.

Para que um processo seja viável economicamente, é necessária a obtenção de um produto concentrado, com um alto teor de mineral de interesse, acompanhado de uma boa recuperação do mesmo. Todavia, alcançar níveis satisfatórios para as duas respostas de forma

simultânea não é fácil e exige um conhecimento profundo do processo, pois, normalmente, as condições que maximizam a recuperação são as mesmas que promovem os menores teores, e aquelas que conduzem a teores mais elevados levam às menores recuperações.

É comum que minérios de fósforo, tanto sedimentares quanto magmáticos, tenham carbonatos (principalmente calcita e/ou dolomita) em associação com a apatita. Os processos mais comumente utilizados para a obtenção de concentrados de apatita utilizam uma etapa de flotação do mineral de minério (LANGSCH *et al.*, 2007). O beneficiamento da rocha fosfática consiste na aplicação de um conjunto de operações que visam a aumentar o teor de P_2O_5 no minério, por meio da remoção ou separação da apatita das impurezas nela presentes. Usualmente, compreende as etapas de britagem, moagem, classificação, separação magnética, concentração por flotação e espessamento.

As técnicas de processamento de minérios fosfáticos dependem do tipo de minerais fosfáticos existentes no minério, assim como, dos minerais de ganga com os quais está associado (ABOUZEID *et al.*, 2009). A flotação é usada para concentrar mais de 60 % do fosfato comercializado no mundo (ABOUZEID, 2008). Entretanto, as diferenças de origens e composições dos depósitos de minérios de fosfato dificulta o desenvolvimento e o estabelecimento de estudos fundamentais de flotação, conduzindo a sérias limitações na otimização dos processos e exigindo a utilização de condições específicas a serem usadas na concentração por flotação.

Os requerimentos industriais para a produção de ácido fosfórico e fertilizantes fosfatados demandam um teor de P_2O_5 próximo ou superior a 30 % de modo a diminuir o consumo de ácido sulfúrico e conseqüentemente os custos do produto final. Assim, minérios fosfáticos com baixos teores de fósforo devem ser concentrados antes de se agregar valor econômico industrialmente. Em casos como presença de ganga silicatada e carbonatada a flotação é a técnica geralmente utilizada com este propósito. A flotação é o tratamento mais utilizado para concentrar fosfatos de baixos teores embora existam diversas variações na técnica dada as enormes diferenças na composição mineral de depósitos distintos. Normalmente, o tipo de minério determina os reagentes utilizados, o número de estágios e os parâmetros operacionais da flotação (HERNÁINZ *et al.*, 2004).

O tipo de depósito fosfático afeta de modo determinante a eficiência do processo de flotação (LANGSCH *et al.*, 2007). O fosfato brasileiro, diferentemente do existente nos grandes produtores do resto do mundo, provém de apatita obtida a partir de jazidas complexas do ponto de vista mineralógico e o que é pior, de composição e características variáveis com o tempo e local de exploração. Os principais depósitos são ígneos e caracterizados pela

associação de ganga carbonática à apatita. Os teores são menores que os das jazidas sedimentares. A concentração de tais minérios exigem pesquisa tecnológica contínua. A indústria do fosfato, em consequência, tem estado em evolução constante. Foi a primeira a instalar o controle automático de processo e a substituir as células mecânicas, inicialmente por células pneumáticas e finalmente por colunas. Persistem, todavia, os problemas de desenvolvimento de processos. Os minérios são, via de regra, muito variados e a usina precisa estar constantemente adaptando o seu processo para as novas características do minério que passa a ser lavrado. Isto inclui atividades de caracterização tecnológica de minérios (técnicas de microscopia óptica, de varredura, de identificação de espécies minerais e de separação). Inclui também a constante adaptação ou otimização de processos, o que incorpora o desenvolvimento de reagentes de flotação (CHAVES e CHIEREGATI, 2002).

O beneficiamento de minérios fosfáticos contendo ganga carbonatada é um problema em todo o mundo e a tecnologia adequada ao seu processamento vem sendo desenvolvida. De acordo com LANGSCH *et al.* (2007), os reagentes normalmente utilizados, como os coletores do tipo ácidos graxos saponificados, resultam em baixa seletividade dos processos de flotação de apatita em relação a ganga carbonatada. Uma vez que a adsorção destes coletores ocorre em função da presença do íon cálcio, e que este elemento químico é constituinte da apatita $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH},\text{F},\text{Cl})_2]$, da calcita (CaCO_3) e da dolomita $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$, a utilização destes reagentes induz ao mesmo tempo, a flotação dos três minerais. Se ocorre apenas a calcita em proporções moderadas em associação com apatita, é possível deprimir esta ganga e melhorar a seletividade por meio do condicionamento com depressores, como amido de milho. Existem diversos depósitos de fosforito e de minérios relacionados a complexos carbonatíticos em que os teores de fósforo são compatíveis com minérios economicamente viáveis, mas ainda não há tecnologia para o aproveitamento da apatita devido à considerável presença destes minerais carbonatados.

2.4 - Caracterização Mineralógica

A caracterização de minérios é uma etapa fundamental para o aproveitamento de um recurso mineral de forma otimizada, pois fornece subsídios mineralógicos e texturais necessários para analisar a viabilidade técnica (operações do tratamento mineral) e econômica do aproveitamento de um determinado depósito mineral, assim como, para otimizar o beneficiamento dos minérios já em exploração, permitindo identificar, com precisão, ineficiências e perdas em processos existentes. Determina e quantifica toda a assembleia

mineralógica, define quais são os minerais de interesse e de ganga. Além disso, estuda as texturas da rocha, definindo o tamanho de partícula necessário para liberação do(s) minera(is) de interesse dos minerais de ganga, e ainda define diversas propriedades físicas e químicas destes minerais, gerando informações potencialmente úteis na definição das rotas de processamento. De maneira geral, a caracterização de uma amostra é executada em vários estágios, com forte interdependência entre si. Os estágios de caracterização, executados mais frequentemente são os métodos de fracionamento, de identificação de minerais, de quantificação das fases e de verificação da liberação mineral (NEUMANN *et al.*, 2004).

As técnicas de caracterização mineralógica possibilitam a determinação da composição e das propriedades de um minério. A caracterização mineralógica não envolve apenas a definição dos constituintes minerais da amostra, além da avaliação qualitativa é necessária também uma avaliação quantitativa.

Na identificação dos constituintes minerais, diferentes técnicas podem ser utilizadas, dentre elas podem ser citadas (OLIVEIRA, 2004; ABOUZEID, 2008):

- ❖ técnicas óticas que envolvem exames na lupa binocular, microscópio ótico de luz transmitida e microscópio ótico de luz refletida;
- ❖ difratometria de raios-X (DRX). Este método é utilizado principalmente para a identificação de substâncias cristalinas;
- ❖ microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise pontuais e de interações dos grãos, podendo ser completada com sistema de análise por energia dispersiva de raios-X (EDS), para a análise da distribuição dos elementos na matriz;
- ❖ espectrometria de infravermelho (EIV) para detectar a estrutura da camada superficial;
- ❖ outras técnicas: potenciometria, análise termodiferencial e termogravimétrica.

A complementação dos estudos de caracterização da amostra pode ser feita via quantificação dos elementos químicos constituintes da amostra. As técnicas mais empregadas neste caso são as análises químicas quantitativas realizadas por (OLIVEIRA, 2004):

- ❖ técnicas da via úmida: gravimétrica, titulometria ou volumetria e espectrometria de absorção gasosa (colorimetria);
- ❖ espectrografia ótica de emissão (EO);
- ❖ espectrometria de absorção atômica (ASS);
- ❖ espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX);
- ❖ espectrometria de emissão por plasma induzido (ICP);
- ❖ espectrometria de energia de raios-X por excitação de raios-gama (KEVEX).

2.5 – O Processo de Flotação

A flotação mineral é a mais importante e bem sucedida operação unitária empregada para separar e concentrar minerais. A técnica tem sido amplamente utilizada a mais de um século para, de forma rápida, eficiente e seletiva, separar minerais de valor dos minerais de ganga associados num minério, baseada na aplicação extensiva da química de superfície (FORSLING e SUN, 1997; VENTURA-MEDINA *et al.*, 2004; CHAU *et al.*, 2009). O processo de separação explora as diferenças de propriedades físico-químicas de superfícies dos minerais a serem separados: um mineral deve ter propriedades hidrofóbicas, enquanto que os demais devem ser hidrofílicos. Estas propriedades podem ser naturais ou geradas pelo uso de agentes químicos, uma vez que a adição de reagentes pode modificar a diferença no grau de hidrofobicidade dos minerais em suspensão e, conseqüentemente, os minerais de interesse tornam-se hidrofóbicos e os minerais de ganga são mantidos hidrofílicos (DUARTE e GRANO, 2007).

Durante a flotação, partículas do mineral desejado (que normalmente são hidrofóbicos) se aderem a bolhas de ar ascendentes, formadas na base do equipamento por dispositivos aeradores, e são recuperadas na corrente de concentrado, enquanto que as partículas de minerais de ganga (variavelmente hidrofílicas) se mantêm na polpa e são removidas do equipamento na linha de rejeito (MARTÍNEZ-CARRILLO e URIBE-SALAS, 2008). A adesão de partículas à bolhas de ar constitui o mais importante subprocesso da flotação. Esta anexação determina a separação seletiva entre partículas hidrofóbicas/hidrofobizadas e partículas hidrofílicas/hidrofilizadas no equipamento de flotação (NGUYEN *et al.*, 1997). O desempenho do processo depende das condições químicas e hidrodinâmicas dentro do equipamento, pois estas facilitam a adesão de partículas hidrofóbicas a bolhas de ar e permitem a ascensão de bolhas mineralizadas para a fase espuma, no topo da máquina (ÇILEK e YILMAZER, 2003).

2.5.1 – Evolução Histórica da Flotação

Os grandes progressos na área de tratamento mineral iniciaram-se no final do século XIX e início do século XX, sendo a utilização comercial da flotação, a principal inovação. O surgimento e desenvolvimento da flotação acompanharam o crescimento e as necessidades da mineração, atividade industrial a qual normalmente é relacionada. A Tabela 2.2 mostra a cronologia das inovações mais impactantes da flotação a partir do século XIX.

Tabela 2.2 - Cronologia das principais inovações da flotação (LUZ e LINS, 2004 - modificado)

Período	Inovação
1877	Conceitos iniciais pelos irmãos Bessel recuperando grafita com óleo (flotação oleosa). Esses, provavelmente, são os precursores da flotação por espuma.
1902-1905	Foram registradas patentes de aeração da polpa. Com isso, reduziu-se a quantidade de óleo de forma significativa. É o início da flotação moderna.
1903	Criação da máquina mecânica de flotação (FUERSTENAU, 1963) e primeira aplicação industrial bem sucedida, aplicada na recuperação de zinco na Austrália (CLARK <i>et al.</i> , 2006).
1908	Utilização de álcoois solúveis em água como espumantes para melhorar a estabilidade da espuma (mais tarde o óleo de pinho foi mais largamente usado).
1912	A flotação deslanchava industrialmente na Austrália (recuperação de esfarelita de rejeitos gravíticos de concentração de galena) e nos EUA (finos de esfarelita). Neste ano também houve a descoberta em laboratório que os sulfetos de cobre também podiam ser flotados e foi registrada, na Austrália, patente do uso do sulfato de cobre como ativador da esfalerita.
1915-1922	Primeiro verificou-se que a cal deprimia a pirita e alguns anos depois foi descoberto o efeito do cianeto de sódio e do sulfeto de sódio. Era o início da flotação seletiva entre sulfetos.
1925-1926	Xantatos e ditiofosfatos foram patenteados como coletores. Até 1924, usava-se apenas óleo.
1925-1950	A flotação desenvolveu-se empiricamente, caracterizando-se por tratamento de minerais não-sulfetados e pelo uso de reagentes surfatantes convencionais como coletores de flotação.
1950-1990	Caracterizou-se pelas pesquisas fundamental e aplicada direcionadas ao conhecimento e controle dos fenômenos da flotação.
Anos 60	Criação da coluna de flotação com crescente aplicação industrial.
Anos 70	Ocorreu no Brasil uma contribuição muito significativa do Prof. Paulo Abib Andery ao desenvolver o processo de separação de apatita de ganga carbonática. Este processo original permitiu o aproveitamento econômico do carbonato apatítico de Cajati/SP e de depósitos similares, tais como o de Araxá/MG.
Anos 90	Desenvolvimento de equipamentos modificados.

A flotação é incontestavelmente o desenvolvimento mais importante dentro dos processos de recuperação de minérios. Não há outro método de tratamento de minério que tenha promovido tamanhas mudanças dentro da prática metalúrgica.

Hoje, geralmente, o termo flotação é usado para descrever o processo de flotação por espuma. Entretanto o processo evoluiu através de três estágios: flotação em óleo (*bulk oil flotation*), flotação pelicular (*skin flotation*) e flotação por espuma (*froth flotation*). A flotação em óleo e a flotação pelicular tornaram-se obsoletas diante do surgimento da flotação em espuma, uma vez que elas não eram seletivas quanto às espécies de minerais. Por isto, tais

técnicas eram aplicadas geralmente quando o minério continha somente uma espécie com a característica desejada (OLIVEIRA, 2004).

Segundo CLARK *et al.* (2006), a primeira aplicação industrial, comercialmente bem sucedida da flotação, foi em 1903 na Austrália, com a mineradora Broken Hill Proprietary Co. Ltd. (atual BHP Billiton), que recuperou 50 toneladas de zinco. Desde então, o processo de flotação por espuma foi passando por constantes desenvolvimentos com a utilização de novos reagentes, equipamentos e condições operacionais, além do melhor conhecimento dos fundamentos do processo.

2.6 – Fundamentos e Mecanismos da Flotação

A flotação é um processo complexo que combina fundamentos de hidrodinâmica com etapas físico-químicas elementares (forças de interação partícula-bolha, forças de interação partícula-partícula etc) (KOSTOGLU *et al.*, 2006). A interação de adesão partícula-bolha é central no processo. A separação entre minerais de valor e minerais sem valor é alcançada com base neste processo seletivo de adesão entre partícula hidrofóbica e bolha. A anexação determina a separação seletiva entre partículas hidrofóbicas e hidrofílicas, desde que apenas as hidrofóbicas podem se ligar a bolhas de ar e ser separadas da suspensão pela ascensão (o transporte feito pelo ar ocorre mediante a força de empuxo da Lei de Arquimedes) do agregado formado para a região de espuma. A fixação partícula-bolha (drenagem e ruptura do filme líquido que separa partícula e bolha, seguida pela expansão do contato trifásico para formar agregados partícula-bolha estáveis) inclui muitos fenômenos físico-químicos e hidrodinâmicos no sistema dinâmico composto de partículas minerais, bolhas de ar e solução aquosa de vários agentes químicos (NGUYEN e EVANS, 2004).

O princípio e a seletividade do processo de flotação fundamentam-se nas diferenças de propriedade de reatividade das superfícies dos minerais, propriedade esta que determina a hidrofobicidade e a hidrofiliabilidade. As propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas que estabelecem a flotabilidade dos minerais estão diretamente relacionadas com sua polaridade. Os minerais apolares, do mesmo modo que compostos químicos apolares, geralmente são simétricos em sua estrutura, não trocam elétrons dentro de suas moléculas, não se dissociam em íons e são quimicamente inativos. Partículas minerais hidrofóbicas/hidrofobizadas têm sua superfície essencialmente não-polar, pois não reagem com os dipolos da água (a associação entre moléculas de água é mais forte que a interação entre as moléculas de sólido e água), apresentando maior afinidade por ar. Já as espécies hidrofílicas são aquelas cuja superfície é

de caráter polar ou iônico e se hidratam rapidamente (fenômeno de “molhabilidade”), possuindo maior afinidade com a água (OLIVEIRA, 2004).

Como mencionado, três são as fases que constituem a polpa da flotação, isto é, as partículas minerais (fase sólida), a água (fase líquida) e as bolhas de ar (quase sempre a fase gasosa). Além das interações entre fases, e das interações destas mesmas com os agentes químicos adicionados, também são importantes os mecanismos e fenômenos (hidratação, dissociação e adsorção, por exemplo) que ocorrem nas diferentes interfaces do sistema.

Os surfatantes, compostos tensoativos, são importantes no processo de flotação devido a sua capacidade de modificar as propriedades de superfície do mineral que se deseja concentrar, exercendo os papéis de reagentes (coletor e espumante).

No estado de equilíbrio com seu vapor, a água tem certa quantidade de energia livre que se manifesta por sua tensão superficial. A interpretação da origem desta energia é a seguinte: em um líquido todas as moléculas exercem entre si uma série de influências e se atraem ou se repelem mutuamente. Estas forças se compensam entre si dentro do líquido e a resultante delas é, em consequência, igual a zero. As moléculas que se encontram na superfície não são compensadas completamente, pois a metade de seu volume está orientada para a fase gasosa. Deste modo cria-se uma certa quantidade de energia livre cuja magnitude se mede pela tensão superficial. Ao introduzir neste sistema um líquido orgânico heteropolar, o sistema vai para um outro estado de equilíbrio que, conforme a segunda lei da termodinâmica, tem que ter o mínimo de energia livre. Para se chegar a este estado, as matérias heteropolares devem adsorver seletivamente na interface gás/líquido, pois desta forma ocorre a neutralização da energia livre da superfície e a tensão superficial do sistema reduz-se de forma notória. A parte polar das moléculas ligadas à fase líquida e a parte apolar formam uma película monomolecular inativa sobre a superfície (QUEIROZ, 2003). Os compostos que se adsorvem seletivamente nas interfaces gás/líquido, diminuindo a tensão superficial, são chamados de tensoativos.

O fenômeno da adsorção é produzido entre as fases gasosa e sólida e entre as fases líquida e sólida. A adsorção física inclui a oxidação das superfícies dos minerais e a adsorção química explica o fenômeno da hidrofobização induzida dos minerais e, em geral, a mudança de suas propriedades de molhabilidade. Vários fatores, como a superfície do sólido e o meio líquido, afetam fortemente a adsorção dos surfatantes na interface sólido/líquido. A adsorção é classificada em física ou química, conforme a natureza das interações entre o adsorvente (aquele que sofre adsorção) e o adsorvato (aquele que adsorve) (GUIMARÃES, 1997):

- ❖ adsorção física ou fisissorção: envolve ligações de Van der Waals, ocorrendo geralmente em multicamadas;
- ❖ adsorção química ou quimissorção: envolve ligações iônicas, covalentes polares e pontes de hidrogênio, ocorrendo em monocamadas.

Em relação à especificidade entre adsorvente e adsorvato, a adsorção pode ser classificada como (CARVALHO, 2003b):

- ❖ adsorção não específica: decorre de atração puramente eletrostática entre eles, sendo rápida e reversível, não podendo reverter o sinal da carga original da superfície mineral;
- ❖ adsorção específica: ocorre devido à predominância de mecanismos que independem da atração eletrostática como, por exemplo, ligações covalentes, de Van der Waals ou ligação de hidrogênio. É lenta e irreversível, sendo que os íons adsorvidos especificamente podem aumentar, reduzir, neutralizar ou reverter a carga elétrica da superfície mineral.

A flotação é um processo que pode ser conceituado em termos de uma sequência de etapas. Envolve uma série de mecanismos de transporte de massa (seletivos e não seletivos), os quais afetam, tanto o teor, quanto a recuperação do concentrado. TRAHAR e WARREN (1976) *apud* GUO (2001) sugeriram a flotação dividida em quatro passos principais e que cada um desses estágios podem ser subdivididos, de acordo com a Tabela 2.3.

Tabela 2.3 - Etapas da flotação (TRAHAR e WARREN, 1976 *apud* GUO, 2001- modificado)

Etapa	Processo	Subprocesso
I	Introdução do material de alimentação	Introdução da polpa
		Introdução do ar
II	Coleta seletiva: agregado partícula-bolha	Colisão entre partículas e bolhas
		Adesão na superfície das bolhas de partículas hidrofóbicas que colidiram
		Separação das partículas presas às bolhas pela quebra do agregado formado ou permanência estável do conjunto
III	Transporte entre a polpa e a espuma	Flotação verdadeira: transporte de bolhas mineralizadas com partículas hidrofóbicas para a espuma
		Flotação por arraste (independente da hidrofobicidade): arraste hidráulico, aprisionamento mecânico e recobrimento de superfícies
		Retorno de água e de partículas da espuma para a polpa
IV	Remoção dos produtos de flotação	Remoção da espuma
		Remoção do rejeito

O fenômeno de arraste hidráulico (*entrainment*) é um importante mecanismo de recuperação na flotação, principalmente para partículas de granulometria inferior. É definido como o transporte ou arraste de partículas para a fase espuma, por meio de uma quantidade de água existente entre as bolhas de ar, ou nos interstícios dos agregados de partículas com bolhas. Com a diminuição do tamanho e da massa das partículas minerais, o efeito da força gravitacional se torna desprezível, fazendo com que as partículas não se sedimentem e passem a fazer parte da fase líquida. Dessa forma, ficam diretamente relacionadas com o escoamento de água no sistema (SANTOS, 2005) e suscetíveis a sofrerem este arraste hidrodinâmico.

Ao contrário da flotação verdadeira ou real (adesão partícula-bolha) e, assim como, o aprisionamento mecânico (quando partículas finas são aprisionadas dentro de aglomerados de partículas mais grossas e bolhas) e o recobrimento de superfícies (quando partículas são recobertas por outras partículas minerais finas por meio de forças intermoleculares), o arraste hidráulico é um mecanismo não seletivo. Sendo assim, é um significativo meio de recuperar finas partículas hidrofílicas deteriorando o teor do concentrado. Este mecanismo é um dos principais contribuintes para a recuperação de partículas finas, mais propensas a serem afetadas pelo fenômeno.

A Figura 2.3 ilustra alguns mecanismos (seletivos e não seletivos) de recuperação na flotação (SCHUBERT, 1999; CAPPONI, 2009 *apud* SANTOS, 2010).

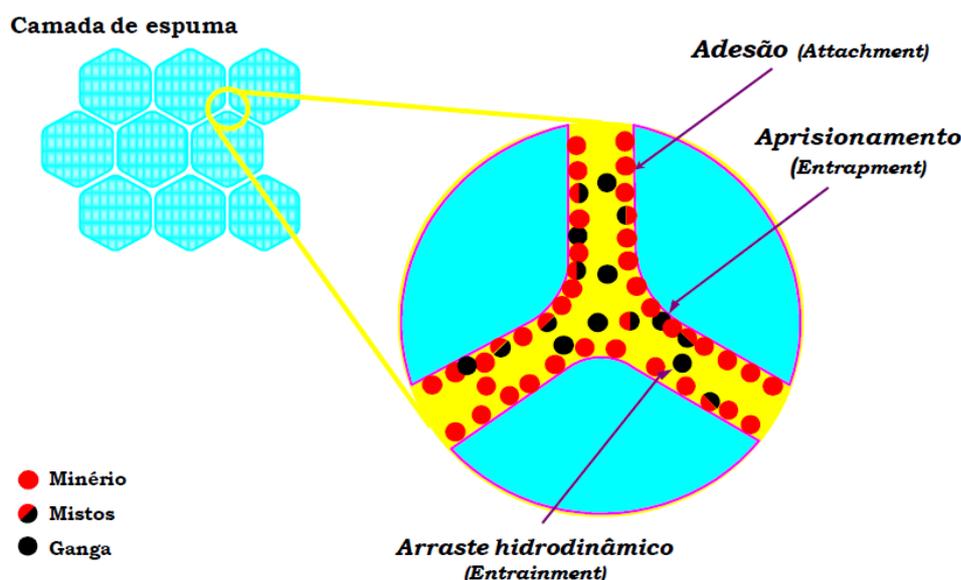


Figura 2.3 – Mecanismos de recuperação (CAPPONI, 2009 *apud* SANTOS, 2010)

Entre os maiores desafios da indústria mineral tem-se a flotação de finos. Um dos principais obstáculos para recuperar partículas finas é a ausência de bolhas de tamanho intermediário e de microbolhas, uma vez que os mecanismos e dispositivos disponíveis

formam bolhas grandes (até 3000 μm), inadequadas e ineficientes para coletar partículas de menores granulometrias. A geração de bolhas com uma ampla distribuição de tamanhos (de grossas até microbolhas) é algo desafiador no processamento mineral. Neste sentido, a flotação por ar dissolvido pode ser usada e parece ter potencial em muitas aplicações na mineração, como no tratamento de minerais finos, desde que associada a presença de bolhas grandes (RODRIGUES e RUBIO, 2007).

O processo de flotação descrito em termos do material a ser removido ou separado pode ser: flotação mineral, coloidal, iônica e de precipitados. Já de acordo com o método de geração de bolhas, a flotação pode ser classificada como: eletroflotação, flotação por ar disperso e flotação por ar dissolvido (MARTINS, 2009).

- ❖ Flotação por ar disperso: a geração de bolhas é promovida por agitação, pela introdução do gás diretamente no equipamento de flotação, ou utilizando um meio dispersor. O material do dispersor, com diferentes níveis de porosidade, pode ser rígido (cerâmica porosa, aço ou polietileno) ou macio (borracha, filtro etc.), enquanto que, a forma pode variar (placa, cilíndrica ou cônica). O tamanho das bolhas depende do tamanho dos poros do dispersor (TOREM e CASQUEIRA, 2003; MARTINS, 2009), porém, normalmente é grande (de 100 a 3000 μm) quando comparado à flotação por ar dissolvido, e capaz de flotar partículas grossas (ALBUQUERQUE, 2009).
- ❖ Flotação por ar dissolvido (FAD): é baseada na variação da solubilidade do ar na água de acordo com a pressão do sistema (a dissolução do ar na água cresce à medida que a pressão aumenta). Inicialmente, a água é saturada com ar em uma câmara em condições de alta pressão (mais elevadas que a atmosférica). Quando a corrente aquosa saturada é introduzida no equipamento de flotação, a redução para a pressão atmosférica (cavitação) ao passar por uma constrição (válvula, bico, placa de orifício etc) de escoamento libera o ar em excesso na forma de uma nuvem de microbolhas (de 10 até aproximadamente 100 μm), na polpa minério-água-reagentes. A quantidade de ar dissolvido na água para uma determinada pressão pode ser determinada pela lei de Henry (RODRIGUES e RUBIO, 2007; MARTINS, 2009; ALBUQUERQUE, 2009).

Segundo RODRIGUES e RUBIO (2007), as principais diferenças entre as principais aplicações de flotação são:

- ❖ a concentração dos sólidos separados, baixa em FAD comparada com a separação mineral (por exemplo, por flotação por ar disperso) e;
- ❖ o volume de ar que é introduzido em cada processo, sendo menor na FAD devido as limitações das propriedades de dissolução do ar na água segundo a lei de Henry.

Na FAD o ar é injetado na câmara de saturação sob pressão, de modo a solubilizá-lo na água em valores elevados de pressão para, na sequência, introduzi-lo na unidade de flotação (que opera em pressão atmosférica). Quando a água saturada é injetada no equipamento flotor, a pressão cai devido à menor pressão exercida pela coluna líquida presente, e o ar impossibilitado de permanecer em solução (MARTINS, 2009), precipita na forma de microbolhas (MORUZZI, 2005). Assim, microbolhas ascendem em regime de escoamento laminar sobre condições de esferas rígidas, obedecendo à lei de Stokes. As bolhas são vistas como uma nuvem branca (*whitewater*) lentamente ascendente em água porque, as nanobolhas e as microbolhas que estão abaixo do tamanho visível, refletem a luz em todas as direções, similar à neve (RODRIGUES e RUBIO, 2007). Desta forma, as partículas hidrofobizadas aderem-se às bolhas, sendo transportados até a superfície da coluna de flotação, onde são concentradas e removidas.

Segundo ENGLERT (2008), os fenômenos e mecanismos que ocorrem na flotação de micropartículas ($d_p < 100 \mu\text{m}$) por meio de microbolhas ($d_b < 100 \mu\text{m}$) ainda não foram totalmente compreendidos. Entretanto sabe-se, por exemplo, que recuperar minerais somente com microbolhas pode apresentar problemas (como o baixo poder de ascensão destas bolhas e o seu arraste para o rejeito), ou que a operação da flotação com microbolhas associadas a bolhas de tamanhos intermediários e grandes (macrobolhas) leva a melhorias nos parâmetros de separação, principalmente de finos. O autor relata ainda que na flotação com microbolhas ocorrem os seguintes fenômenos ou mecanismos de interação partícula-bolha: (i) flotação real ou verdadeira por forças hidrofóbicas devido às etapas de captura (colisão/adesão/estabilidade); (ii) arraste hidráulico; (iii) aprisionamento mecânico de partículas; (iv) o aprisionamento das microbolhas no interior de agregados de partículas; (v) nucleação ou precipitação do ar dissolvido (após a despressurização) e crescimento de bolhas diretamente na superfície dos sólidos; (vi) arraste de partículas por um leito de bolhas ascendentes. Apenas a flotação verdadeira é seletiva, sendo que os demais mecanismos não dependem da natureza das partículas (hidrofóbica ou hidrofílica).

Dentre os fatores que afetam o desempenho do processo FAD, podem-se citar a concentração de sólidos, a quantidade de ar fornecida ao sistema e a distribuição do tamanho de microbolhas de ar, sendo que esta última depende, por exemplo, da pressão de saturação e do tipo de bocal difusor (constritor de escoamento) (RODRIGUES e RUBIO, 2007; PIOLTINE, 2009).

Estudos da literatura variando a pressão de saturação aproximadamente na faixa de 2 a 6 atm, indicam que este parâmetro influencia na distribuição de tamanho de bolhas, sendo

que um aumento da pressão resulta em redução no tamanho de bolha, até um valor crítico (entre 3,5 e 5 atm), a partir do qual, um incremento na pressão conduz a um pequeno efeito na distribuição de tamanho de microbolhas. A operação da água saturada com a pressão acima deste valor crítico é suficiente para garantir a geração das menores bolhas (PIOLTINE, 2009). Contudo, outros trabalhos relatam que a alteração da pressão de saturação (dentro desta mesma faixa) não causa mudanças no diâmetro de bolha (TABOSA *et al.*, 2004).

2.6.1 – Interação Partícula-Bolha

Durante o processo de flotação, ocorrem fenômenos que envolvem a hidrodinâmica e a cinética do sistema como, por exemplo, o movimento de bolhas e partículas e a energia mínima de colisão para destruir a camada líquida de água que as separa. Deste modo, mesmo que os critérios termodinâmicos associados à interação hidrofóbica entre bolhas e partículas sejam favoráveis, para que a flotação ocorra é necessário satisfazer outros critérios correlacionados a cinética e a hidrodinâmica do sistema (MONTE e PERES, 2004):

- ❖ as partículas devem colidir com as bolhas;
- ❖ o filme de separação na interface partícula-bolha deve ser o mais fino possível (camada hidratada residual que decresce com a hidrofobicidade da partícula) e romper durante o tempo de colisão, permitindo assim, a adesão da partícula à bolha, formando o agregado;
- ❖ o agregado partícula-bolha deve ser resistente e estável o suficiente para permanecer intacto no equipamento de flotação, até a retirada da espuma.

A satisfação desses critérios é determinada pela probabilidade da flotação ocorrer. A probabilidade de flotação pode ser dada conforme as Equações 2.1 ou 2.2.

$$P_F = P_C P_A P_S \quad (2.1)$$

ou

$$P_F = P_C P_A (1 - P_D) \quad (2.2)$$

nas quais,

P_F é a probabilidade de flotação;

P_C é a probabilidade de colisão entre partículas e bolhas;

P_A é a probabilidade de adesão das partículas às bolhas;

P_S é a probabilidade de formação de um agregado partícula-bolha estável;

P_D é a probabilidade de quebra ou ruptura do agregado partícula-bolha.

De forma semelhante à probabilidade ou chance de que a flotação ocorra é possível expressar (de acordo com a Equação 2.3) e modelar a eficiência do processo de coleta (ou captura) em termos dos três subprocessos envolvidos no processo de interação partícula-bolha, isto é, de colisão, adesão e estabilidade. O sucesso da flotação depende desta eficiência de captura.

$$E_{col} = E_C E_A E_S \quad (2.3)$$

em que,

E_{col} é a eficiência de coleta de partículas hidrofóbicas;

E_C é a eficiência de colisão entre partículas e bolhas;

E_A é a eficiência de adesão das partículas às bolhas;

E_S é a eficiência de estabilidade do agregado partícula-bolha.

A colisão é mais extensivamente estudada. É determinada pela hidrodinâmica do sistema e está relacionada a variáveis físicas, ou seja, tamanho de bolha, densidades da partícula e da polpa, viscosidade da polpa, velocidade relativa partícula-bolha e, em particular, está diretamente relacionada com o tamanho da partícula. Não é influenciada significativamente pela natureza química do meio, exceto indiretamente por meio do número de bolhas geradas por unidade de volume de ar e pelas cargas elétricas das partículas e das bolhas. A adesão, por outro lado, é menos entendida porque é essencialmente controlada pela química de superfície das bolhas e das partículas, algo complexo, com base em parâmetros, tais como: ângulo de contato, potencial zeta etc. Já a estabilidade, assim como a adesão, também é pouco estudada e altamente afetada pelo ambiente químico. Depende da força de adesão entre a partícula e a bolha, a qual está diretamente relacionada ao ângulo de contato e inversamente relacionada ao tamanho da partícula. Para o agregado partícula-bolha sobreviver, ele deverá preponderar sobre outras contribuições que lhe fazem oposição, como por exemplo, o peso da partícula (VIEIRA, 2005). De uma forma geral, quantificar e/ou modelar matematicamente os termos da probabilidade e/ou da eficiência de coleta é extremamente difícil, sendo complicada a validação e a comparação de modelos disponíveis entre si, pois, os autores estabelecem distintas condições, hipótese e simplificações.

A Figura 2.4 ilustra a capacidade de uma bolha de capturar partículas dentro de um raio crítico (r_c) em relação ao centro da bolha (TORTORELLI, 1997; GUO, 2001; MATIOLO e RUBIO, 2003; SENA, 2005). A partícula aproxima-se e se estiver dentro do raio crítico colide. A partícula então desliza em torno da bolha. O tempo de contato entre partícula e

bolha é t_c . Neste período a partícula, precisa quebrar o filme líquido que a separa da bolha e promover o contato trifásico, levando para isto um tempo de indução t_i . Se o tempo de contato for maior que o tempo de indução a anexação pode ocorrer (DOBBY e FINCH, 1987; TORTORELLI, 1997). Se as forças de adesão forem maiores que aquelas que atuam opostamente sobre o agregado (como a gravidade ou forças de cisalhamento), o conjunto partícula-bolha será estável o bastante para flotar até a sua remoção do equipamento.

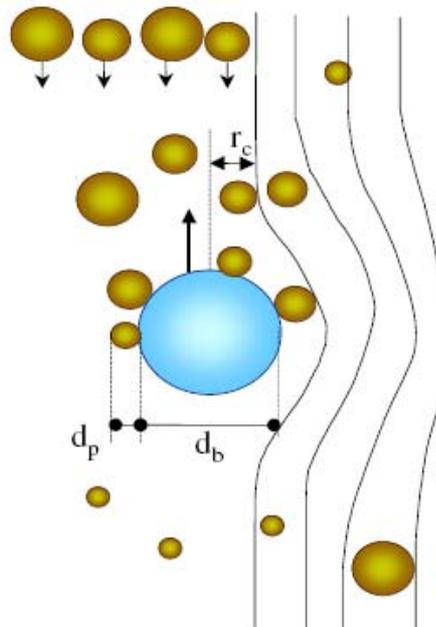


Figura 2.4 - Fenômeno de captura de partículas (MATIOLO e RUBIO, 2003)

A colisão é descrita como o processo de aproximação (devido a forças de natureza mecânica e hidrodinâmica) de uma partícula à superfície de uma bolha de forma que as forças superficiais sejam capazes de atuar (RODRIGUES, 2004). A eficiência de colisão pode ser definida como a razão entre o número de partículas que colidiram (aquelas dentro de r_c) e o número total de partículas existentes no volume deslocado pelo movimento ascendente da bolha (ENGLERT, 2008). Pode ser relacionada à velocidade de aproximação e ao diâmetro da partícula que está se movendo, em termos da distância entre partícula e o eixo de colisão da bolha. A velocidade relativa entre partícula e bolha no momento do impacto determina a pressão de estagnação exercida pela partícula na bolha (WOODBURN *et al.*, 1971).

RODRIGUES (2004) apresentou na Figura 2.5 as cinco linhas de escoamento possíveis e a trajetória de partículas, de vários tamanhos, próximo a uma bolha em ascensão. Por definição, a linha de escoamento crítica (trajetória limite) é aquela em que uma partícula se movimenta segundo a mesma e apenas tangencia, sem colidir, a superfície da bolha. Supõe-se que todas as partículas localizadas dentro do raio crítico colidirão com a superfície da bolha. Se a partícula for

pequena e/ou a sua densidade pouco diferir da densidade do líquido, esta seguirá as linhas de escoamento ao redor da bolha (trajetória 1) ou, então, a colisão ocorrerá via mecanismo de interceptação, ou seja, somente quando as partículas seguirem as linhas de escoamento que levam ao contato com a superfície da bolha. No caso de partículas coloidais, o movimento Browniano pode sobrepor-se a trajetória, como mostrado pela trajetória 2. Quando os efeitos inerciais começam a aparecer as partículas desviam suavemente da trajetória definida pelas linhas de escoamento (curva 3). Finalmente, as partículas grandes e/ou mais densas possuem inércia suficiente para vencer as linhas de escoamento e colidirem com a superfície da bolha pelo impacto direto, também chamado de colisão inercial, como mostra a curva 4.

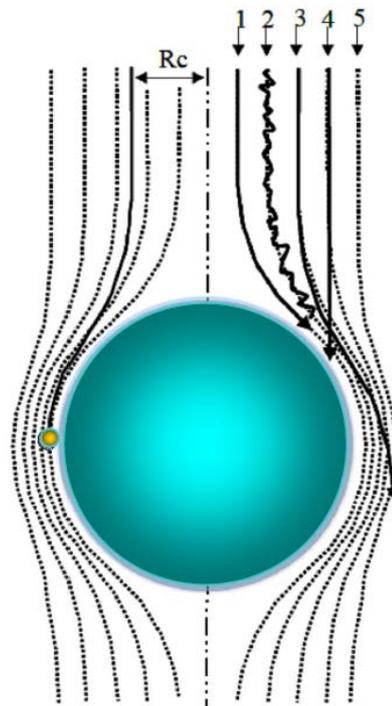


Figura 2.5 – Trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades durante a etapa de colisão no fenômeno de captura, (1) não-inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial, (5) linha de escoamento (RODRIGUES, 2004; CAPPONI, 2005)

A colisão é independente da hidrofobicidade da partícula, sendo especialmente influenciada por fatores físicos como: tamanho de partícula e bolha; porcentagem de sólidos; número e área superficial total de bolhas por unidade de volume; densidades da partícula e do líquido. É afetada em geral, também por fatores hidrodinâmicos tais como: regime de escoamento (Stokes, potencial ou intermediário); mobilidade da superfície da bolha; viscosidade do líquido; força de cisalhamento (líquido/partículas); força de atração gravitacional, inercial (se o mecanismo da colisão é por interceptação, gravitação ou inércia); quantidade de movimento das partículas (partículas grossas); difusão ou movimento

Browniano (partículas finas); turbulência (WOODBURN *et al.*, 1971; DOBBY e FINCH, 1987; RODRIGUES, 2004; MONTE e PERES, 2004; VIEIRA, 2005; ENGLERT, 2008).

A eficiência da adesão é definida como a fração de partículas que colidiram e apresentaram um tempo de deslizamento ou de contato maior que o tempo de indução (DOBBY e FINCH, 1987) isto é, razão entre o número de partículas que ficaram unidas a bolhas de ar e o número de partículas que se encontraram (impactaram) com estas bolhas.

Quando uma colisão entre uma bolha e uma partícula ocorre, essas duas entidades entram em contato. A partícula começa, então, a deslizar sobre a superfície da bolha e reside nela durante um tempo de deslizamento finito. A magnitude deste período de deslizamento é determinada pela velocidade com que o líquido arrasta o sólido ao longo da superfície da bolha. Durante este tempo, para que ocorra a adesão partícula-bolha, eventos sucessivos devem ocorrer (VIEIRA, 2005).

Assim, pode-se dividir o processo de adesão em três etapas (CARVALHO, 2003a; MONTE e PERES, 2004; SCHOENHALS, 2006; ENGLERT, 2008), cujo tempo necessário para ocorrerem corresponde ao tempo de indução (proporcional ao tamanho de partícula), isto é, tempo decorrido, após a colisão, para a partícula localizar-se no ponto onde ocorre a anexação propriamente dita:

- ❖ adelgaçamento: afinamento da película líquida existente entre a bolha e partícula (Figura 2.6) até uma espessura crítica. Depende do ângulo de contato, das forças interfaciais, da energia de colisão e da hidratação.
- ❖ ruptura do filme líquido e formação do contato trifásico: depende basicamente do ângulo de contato;
- ❖ deslocamento do filme até o ponto de equilíbrio ou expansão da linha trifásica formando o agregado partícula-bolha: corresponde a restauração do equilíbrio e depende do ângulo de contato, do tipo de tensoativo e da rugosidade das partículas.

O sucesso do rompimento do filme de água que envolve a partícula antes da aderência ocorrer depende (WOODBURN *et al.*, 1971):

- ❖ do grau de hidratação da superfície da partícula;
- ❖ do tempo de contato entre partícula e bolha. Este pode ser subdividido em dois períodos:
 - i. o tempo de contato durante a impactação entre a partícula e a bolha (depende do tamanho de partícula);
 - ii. o tempo levado para a partícula deslizar sobre a superfície da bolha.

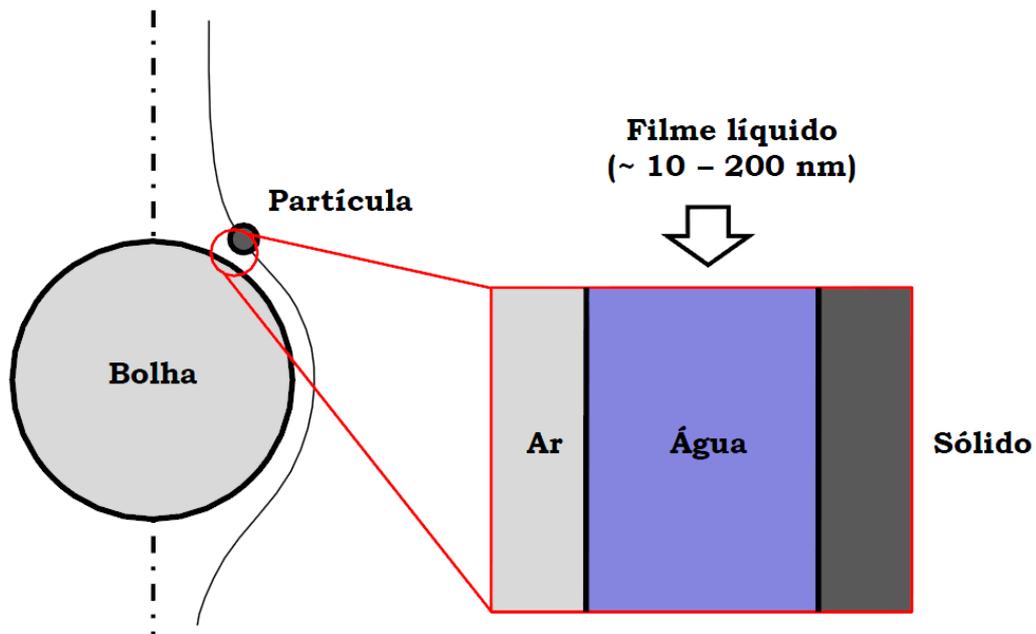


Figura 2.6 – Representação esquemática da película líquida formada entre a partícula mineral e bolha de ar após a colisão e antes da adesão no processo de captura (ENGLERT, 2008)

A literatura menciona que partículas grandes anexam com menor eficiência quando comparadas às partículas pequenas (DOBBY e FINCH, 1987; CARVALHO, 2003a, VIEIRA, 2005) e cita fatores que melhoram e/ou causam decréscimo na adesão (WOODBURN *et al.*, 1971). A eficiência de adesão está diretamente relacionada ao ambiente químico. É influenciada pela mineralogia, reagentes e condições da polpa, sendo controlada predominantemente pelas forças superficiais dos minerais e das bolhas.

Para que a flotação ocorra é necessário que após a formação do agregado não haja o rompimento do conjunto. A estabilidade do agregado partícula-bolha depende da relação da força de adesão (química de superfície) com o ângulo de contato. Quanto maior o ângulo de contato, maior é a força de adesão e, conseqüentemente, maior é a probabilidade de união estável (MONTE e PERES, 2004). A principal força responsável pela adesão partícula-bolha é a força capilar que é afetada, por exemplo, pela tensão superficial de líquido (VIEIRA, 2005). Sofre interferência do tamanho de bolha, tamanho e densidade da partícula. Para partículas muito finas P_D é negligenciável (ou P_S é igual a um). É altamente comprometida pelas forças de destacamento (inércia, gravidade ou cisalhamento). Para que a partícula permaneça ligada a bolha, também é necessária uma força de empuxo atuando na bolha em intensidade adequada.

De acordo com o que foi apresentado, a Figura 2.7 mostra um esquema dos mecanismos de colisão, adesão e formação do agregado (estável), necessários para ocorrer a

flotação. Primeiramente, as partículas minerais são colocadas em um equipamento de flotação em presença de bolhas de ar (a). Por consequência, havendo a aproximação, as partículas podem colidir com as bolhas (b), deslizando e aderindo com um determinado ângulo de contato (c), favorável ao processo, e finalmente, os agregados partícula-bolha formados (d) rompem-se ou ascendem até a superfície onde são concentrados e removidos.

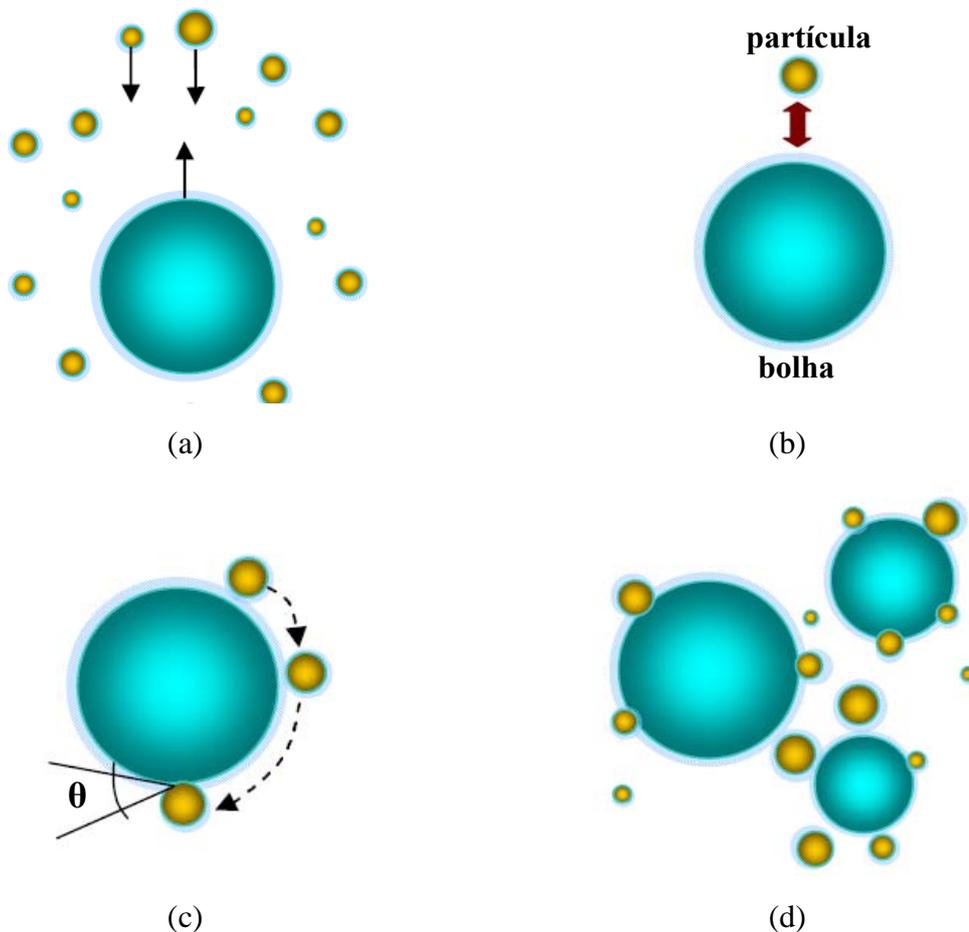


Figura 2.7 – Subprocessos da flotação (TESTA, 2008 – modificado)

Muitos modelos têm sido propostos para calcular colisão, adesão, estabilidade do agregado partícula-bolha e conseqüentemente prever a coleta (WOODBURN *et al.*, 1971; RALSTON *et al.*, 1999; DUAN *et al.*, 2003). DOBBY e FINCH (1987) descreveram um modelo de flotação no qual considera-se que a coleta da partícula ocorre pela colisão entre partícula e bolha seguido pelo deslizamento da partícula sobre a superfície da bolha. Neste período no qual a partícula desliza, pode ocorrer a fixação e formação do agregado partícula-bolha. O mecanismo descrito é mais adequado para colunas. Não foi considerado o fenômeno de quebra do agregado. Colisão, anexação e conseqüentemente a coleta, foram segundo relatado pelos autores, fortemente influenciadas pelo tamanho de partícula.

GUO (2001) relatou que a probabilidade de uma partícula flotar está diretamente relacionada com a constante da taxa de flotação de primeira ordem. Consequentemente, se esta probabilidade pode ser calculada a partir do conhecimento detalhado dos mecanismos da flotação, então a taxa de flotação pode ser predita. De modo inverso, uma vez que a constante da taxa cinética envolve todos os subprocessos da flotação, conhecendo a colisão, a adesão e a estabilidade, é possível determinar este parâmetro cinético e consequentemente prever a recuperação (WOODBURN *et al.*, 1971) do mineral de valor. Conforme também reportado por YIANATOS (2007), a flotação pode ser representada pela suposição de um processo de cinética de primeira ordem. A equação 2.4 mostra o modelo cinético de primeira ordem para um processo de flotação em batelada com mistura perfeita. Contudo, ITYOKUMBUL (1992) afirmou que a analogia com a cinética química não é correta para a modelagem do processo.

$$R = R_{\infty} - e^{-kt} \quad (2.4)$$

em que:

R é a recuperação mineral em um dado t ;

R_{∞} é a máxima recuperação num tempo infinito;

k é a constante da taxa cinética.

No que diz respeito a relação entre a cinética de flotação e o tamanho de partícula, considerando a etapa limitante para cada granulometria, a colisão controla a cinética para partículas finas. Por outro lado, para partículas grossas, a cinética é controlada pela estabilidade do agregado partícula-bolha (OTEYAKA *et al.*, 1995 *apud* MAZON, 2006).

2.7 – Variáveis da Flotação

A flotação por espumas, como um processo em que partículas de um mineral de valor, em uma determinada granulometria, são seletivamente separadas dos minerais de ganga associados em uma suspensão aquosa por adesão com bolhas de ar ascendentes no equipamento, tem uma longa história na evolução do beneficiamento mineral. As três fases que constituem a polpa da flotação, isto é, as partículas minerais, a água e as bolhas de ar, interagem entre si e com outras espécies presentes tais como as moléculas dos reagentes e íons dissolvidos na água (SANTOS, 2010). O desempenho da operação depende de vários fatores que afetam fortemente os subprocessos da separação. Segundo MAO (1998), o processo pode ser ilustrado, de acordo com a Figura 2.8, como um sistema de três vértices com três diferentes tipos de fatores, isto é, fatores químicos, de equipamento e operacionais, que interagem entre si.

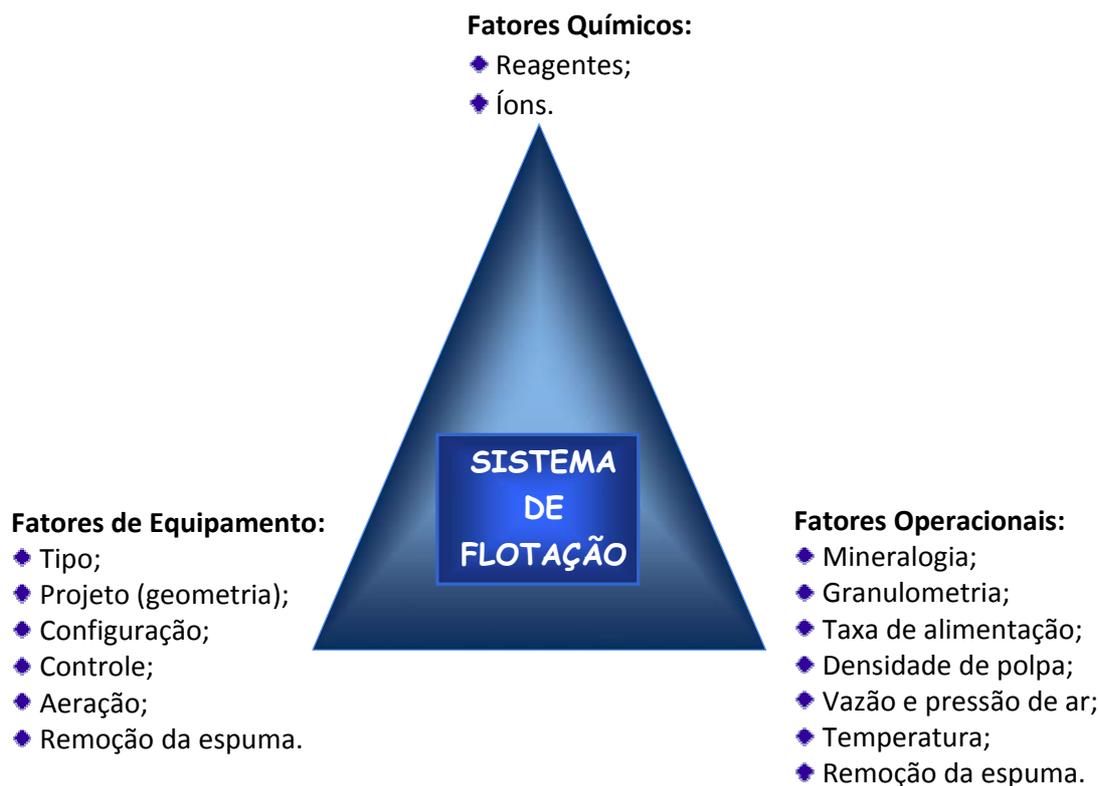


Figura 2.8 – Flotação ilustrada como um sistema interativo de três vértices (MAO, 1998 - modificado)

2.7.1 - Reagentes da Flotação

Antes da alimentação do equipamento de flotação é realizado o condicionamento do minério. Esta etapa visa promover o contato dos minerais com os reagentes.

A viabilidade econômica da flotação encontra-se nos reagentes usados para ajustar as propriedades de superfície, principalmente a diferença no grau de hidrofobicidade dos componentes de uma mistura mineral. O desempenho da processo pode ser melhorado através da adição de reagentes que atuam na superfície das espécies minerais presentes, facilitando uma separação mais seletiva. São variáveis do processo, sem as quais a flotação moderna não existiria.

Devido à importância da aplicação desses reagentes, estudos sobre a influência da dosagem e tempo do contato adequados, o uso de novos produtos (naturais ou sintéticos) e os fenômenos físico-químicos resultantes de sua adição, são amplamente citados na literatura. Além disso, para cada sistema de flotação existe um conjunto de reagentes que é mais adequado para se obter um melhor rendimento. Por isso, a compreensão dos fenômenos envolvidos e dos efeitos da adição destas substâncias na operação, bem como a busca por produtos alternativos, tornam-se fundamentais na otimização dos processos já estabelecidos.

Os três principais grupos de reagentes de flotação, classificados segundo suas funções no processo são:

- ❖ coletores, cuja função principal é proporcionar propriedades hidrofóbicas às superfícies dos minerais;
- ❖ espumantes, que permitem a formação de uma espuma estável e o tamanho das bolhas apropriado para levar os minerais ao concentrado;
- ❖ modificadores ou reguladores, que servem para adequar a ação efetiva do coletor e aumentar sua seletividade.

2.7.1.1 - Coletores

Os coletores são substâncias que se depositam seletivamente na superfície mineral, recobrando-a, sob a forma de um filme. Deste modo, quando são adicionadas bolhas de ar, a superfície que a partícula mineral apresenta não é mais a sua superfície própria, mas sim uma outra, revestida desta substância hidrofóbica (CHAVES e LEAL FILHO, 2004). Seus íons adsorvem na superfície do mineral reduzindo a estabilidade da camada hidratada e tornando possível a formação do contato das três fases.

Os coletores são compostos orgânicos heteropolares que apresentam em sua estrutura molecular uma parte iônica, de caráter polar (adsorve na superfície do mineral), e outra covalente, formada por uma cadeia orgânica que devido às características elétricas das ligações, dá a hidrofobicidade ao mineral. Havendo no sistema uma interface sólido/gás, a molécula do coletor tenderá a se posicionar nessa interface, orientada do modo que a sua porção não-polar esteja em contato com o gás.

De acordo com a sua carga iônica os coletores são classificados em catiônicos e aniônicos. Os ácidos graxos e seus derivados são coletores aniônicos de minerais salinos, minerais oxidados e não metálicos. Devido ao grande comprimento da cadeia, os ácidos graxos podem servir de coletor para uma extensa gama de minerais. Esta característica o torna pouco seletivo. Esta seletividade tem que ser melhorada através de uma cuidadosa modulação da dosagem. No Brasil são amplamente utilizados na flotação de fosfatos (CHAVES e LEAL FILHO, 2004).

Os óleos industriais podem ser obtidos de forma natural com origem vegetal ou animal. Os de origem vegetal são *tall oil*, soja, arroz, algodão, linhaça, girassol, milho, palma, mamona etc. Os óleos que apresentam cadeias com cerca de 18 átomos de carbono possuem potencial para utilização como coletor de apatita. Estes coletores trabalham em meio alcalino

ou então, saponificados. A temperatura tem que ser elevada ou a solubilidade diminui muito. Na estação fria é necessário aquecer ou emulsionar o coletor (OLIVEIRA, 2004).

2.7.1.2 - Espumantes

Espumantes são substâncias químicas tensoativas adicionadas na flotação para formar uma camada de espuma sob a polpa, de tal forma que as partículas flotadas possam ser removidas da superfície. Sua estrutura é parecida com os coletores, diferindo no caráter funcional do grupo polar. É importante destacar que para condições distintas, um mesmo reagente pode desempenhar funções distintas. Alguns reagentes utilizados como coletores têm também poder espumante, como é o caso de ácidos graxos.

2.7.1.3 - Modificadores

Os modificadores são diferentes funções químicas como, ácidos, bases, sais e compostos orgânicos, adicionados em um sistema de flotação, visando a favorecer uma ação mais efetiva do coletor e, conseqüentemente, proporcionar uma separação mais seletiva.

Os modificadores recebem diversas denominações, tais como:

- ❖ reguladores de pH: o valor do pH da polpa é uma das variáveis mais importantes que afetam a flotação devido a sua influência na dissociação dos demais reagentes e nas condições de adsorção ou hidratação na superfície das partículas. O critério de escolha desse reagente a ser utilizado é preponderantemente econômico;
- ❖ ativadores: são íons que modificam a superfície do mineral que se deseja flotar, tornando-a atrativa para a coleta, ativando a adsorção do coletor. São utilizados quando o coletor não adsorve em nenhuma das espécies minerais presentes;
- ❖ depressores: modificam, seletivamente, a superfície de determinados minerais impedindo sua coleta, ou seja, deprimem a ação do coletor nas partículas indesejáveis. Reagem com a superfície do mineral de ganga e a torna hidrofílica. Sua aplicação para modular a coleta deve-se ao fato de alguns coletores serem muito energéticos, tendendo a adsorver indiferentemente partículas de todas as espécies minerais, o que resulta em coleta sem seletividade. Entre as espécies presentes em uma polpa, os depressores atuam preferencialmente sobre determinadas, sem modificar aquelas que se deseja concentrar. Proporcionam maior seletividade à separação. São usados íons ou substâncias orgânicas.

Entre os depressores orgânicos destacam-se os polissacarídeos, em especial o amido de milho. Segundo MONTE e PERES (2004), o amido de milho é uma reserva energética

vegetal formada, basicamente, pela condensação de moléculas de glicose formadas por meio do processo fotossintético. A interação por pontes de hidrogênio é um dos mecanismos propostos para explicar a adsorção de amidos. A substância é insolúvel em água fria e seu emprego como reagente de flotação depende da utilização de um processo de gelatinização.

O amido de milho é tradicional depressor de minerais de ganga na flotação de fosfatos. QUEIROZ (2003) verificou a importância de uma dosagem adequada na flotação da apatita.

2.7.2 – Coluna de Flotação

Para se alcançar bons resultados na flotação, além das propriedades e características do minério e dos reagentes, a escolha do tipo de equipamento utilizado também é muito importante, podendo ser decisivo de acordo com a granulometria mineral, a seletividade e a recuperação desejadas.

O objetivo fundamental de uma máquina de flotação é separar em forma satisfatória de um minério, um concentrado e um produto de rejeito. Para promover este processo deve-se fazer um contato íntimo dos minerais, a fase líquida, os reagentes e o ar. A máquina de flotação tem a função principal de introduzir ar na polpa. Segundo o método de introdução de ar, as máquinas de flotação podem ser classificadas como (AQUINO *et al.*, 2004):

- ❖ máquinas mecânicas: o ar é introduzido por agitação mecânica;
- ❖ máquinas pneumáticas: o ar é introduzido na parte inferior e não existe agitação mecânica.

Desde sua invenção no início da década de 1960 a coluna de flotação é um dos mais importantes desenvolvimentos no processamento mineral. A importância desse tipo de equipamento pode ser constatada através das melhorias substanciais dos concentrados obtidos nas colunas em diversas unidades industriais, com aplicação a diferentes tipos de minérios, principalmente em granulometrias mais finas. Frequentemente, soma-se às melhorias no desempenho metalúrgico, uma economia nos custos de capital e de operação. Tais fatores têm sido decisivos para a aplicação das colunas em processos de flotação, tanto para novos projetos como para expansões industriais (QUEIROZ, 2003).

SIVAMOHAM (1990) relata que a flotação em coluna é um processo que objetiva aumentar a probabilidade de colisão entre partículas e bolhas (escoamento em contracorrente) e diminuir o arraste hidrodinâmico de partículas melhorando assim a separação de partículas em faixas de tamanhos mais finas quando comparado a flotação mecânica convencional.

De acordo com AQUINO *et al.* (2004), a coluna de flotação difere da célula mecânica convencional principalmente em quatro aspectos básicos:

- ❖ geometria (maior relação altura/diâmetro);
- ❖ existência da água de lavagem;
- ❖ ausência de agitação mecânica;
- ❖ sistema de geração de bolhas.

O modelo de dimensionamento de uma coluna de flotação baseia-se na divisão do equipamento em duas zonas bastante distintas: a zona de recuperação (também chamada de zona de coleta), localizada entre a interface polpa/espuma e o sistema de aeração e a zona de limpeza (também chamada de zona de espuma), localizada entre a interface polpa/espuma e o transbordo. A Figura 2.9 apresenta um desenho esquemático da coluna de flotação, destacando as duas regiões distintas que se formam dentro da coluna.

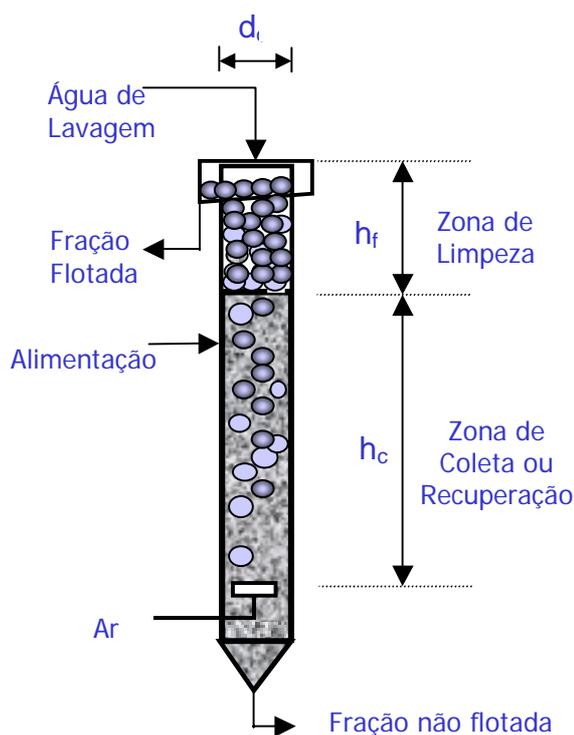


Figura 2.9 - Representação esquemática da coluna de flotação (AQUINO *et al.*, 2004)

Na zona de recuperação, as partículas alimentadas entram em contato, em escoamento contracorrente, com as bolhas de ar geradas e distribuídas pelo aerador instalado na parte inferior do equipamento. As partículas hidrofóbicas aderidas às bolhas de ar são transportadas até a zona de limpeza ou espuma, enquanto as partículas hidrofílicas são retidas na fase líquida e retiradas pela base da coluna.

Água de lavagem é adicionada na zona de espuma por um chuveiro (interno ou externo) com finalidade de diminuir o arraste de partículas de ganga e estabilizar a espuma. O escoamento líquido de água entre a água de lavagem da camada de espuma e a água do concentrado, expresso em termos de velocidade superficial, recebe o nome de *bias*. Quando o fluxo é descendente tem-se *bias* positivo, garantindo uma melhor eficiência na lavagem do flotado (GUIMARÃES, 1995).

Uma característica que confere a coluna um maior rendimento, resulta de sua configuração vertical, estando a zona de lavagem por cima da zona de recuperação. Por consequência, quando sob a ação da lavagem ou quando na interface polpa/espuma ocorrer destacamento e drenagem de partículas hidrofóbicas, a probabilidade de ocorrer a sua recuperação é elevada, pois antes de serem rejeitadas, terão que percorrer toda a zona de recuperação (PITA, 2001).

Na coluna a turbulência, e portanto, o risco de destruição dos agregados formados são menores que na célula, fazendo-se sentir principalmente na transição polpa/espuma. Segundo TRAHAR (1981), dos vários métodos sugeridos para melhorar a separação na região de tamanho fino, apenas a coluna de flotação combinada com alguma forma de refluxo e lavagem de espuma parece apresentar bons resultados de redução de arraste hidráulico.

O processo de flotação em coluna é influenciado por um grande número de variáveis, com destaque para as características intrínsecas de cada tipo de minério (granulometria, hidrofobicidade, grau de liberação etc), os tipos de reagentes utilizados, as condições de condicionamento do minério e as condições de operação da coluna (SANTOS, 2005). As principais variáveis da coluna no processo são (AQUINO *et al.*, 2004): vazão de ar; *hold up* do ar; vazão de água de lavagem; altura da camada de espuma; *bias*; tempo de residência; tamanho das bolhas; porcentagem de sólidos.

2.7.2.1 – Vazão de Ar

A vazão de ar tem um efeito significativo sobre a recuperação do mineral flotado. Está diretamente associada à velocidade superficial, ao *hold up* e ao diâmetro médio de bolhas de ar. Dentro dos limites de estabilidade da coluna, a recuperação do mineral flotado é normalmente crescente com o aumento da vazão de ar até atingir o seu valor máximo. Este ganho na recuperação deve-se ao aumento do número e da área superficial total de bolhas introduzidas na coluna. Entretanto, um acréscimo significativo da vazão de ar pode prejudicar o processo de flotação devido à turbulência ou formação de espuma na zona de recuperação.

A velocidade superficial de ar é definida pela relação entre a vazão de ar e a área transversal da coluna. Em condições normais de operação a velocidade superficial do ar situa-se entre 1 e 3 cm/s. Um alto valor de velocidade superficial de ar pode acarretar em problemas no desempenho da coluna, tais como: arraste de líquido da zona de coleta para a zona de limpeza, mudança do regime de escoamento, aumento do diâmetro médio de bolhas, reduzindo a eficiência de coleta das partículas, entre outros.

2.7.2.2 – Hold Up do Ar

O *hold up* do ar é definido como uma fração volumétrica de ar contida em uma determinada zona da coluna. Constitui um parâmetro que depende da vazão de ar, do tamanho das bolhas, da densidade da polpa, do carregamento dos sólidos nas bolhas e da velocidade descendente da polpa. Através de sua medida, utilizando manômetros de coluna de água, transdutores ou transmissores de pressão, é possível estimar o diâmetro médio das bolhas utilizando modelos matemáticos (AQUINO *et al.*, 2004).

2.7.2.3 - Tamanho das Bolhas de Ar

Um dos avanços significativos na utilização das colunas de flotação é a possibilidade de controlar o tamanho das bolhas através de ajuste das condições operacionais do sistema de aeração e da adição de agentes tensoativos (AQUINO *et al.*, 2004).

O tamanho médio das bolhas e sua distribuição são importantes na flotação, devido ao seu efeito na eficiência de coleta e no transporte das partículas. A utilização de bolhas pequenas, com elevada área superficial, permite a obtenção de níveis mais elevados da cinética de coleta e transporte dos sólidos por volume de ar. Entretanto, as bolhas de tamanho muito reduzido apresentam uma velocidade de ascensão baixa podendo ser inferior à velocidade descendente da polpa acarretando por consequência, perdas de partículas hidrofóbicas coletadas no escoamento de material não flotado.

2.7.2.4 – Água de Lavagem

Uma das grandes alterações da coluna de flotação em relação às células mecânicas é a introdução da água de lavagem na camada de espuma, o que possibilita aumentar a seletividade do processo. A adição da água de lavagem tem três funções básicas (AQUINO *et al.*, 2004):

- ❖ promove um escoamento descendente de água na coluna (*bias*), reduzindo os efeitos do arraste hidráulico;
- ❖ aumenta a altura e a estabilidade da camada de espuma;
- ❖ reduz a coalescência das bolhas por meio da formação de um leito de bolhas empacotadas.

2.7.2.5 – Bias

O *bias* representa a fração residual da água de lavagem que flui através da coluna e é o principal responsável pela ação de limpeza (rejeição de partículas hidraulicamente arrastadas). Convencionou-se que o *bias* será positivo, quando este fluxo residual se deslocar para baixo, ou seja, a vazão de água de lavagem será suficiente para substituir a água de alimentação na fração flotada e promover o deslocamento de uma fração de água nova para a base da coluna. O valor mais preciso do *bias* é calculado pela diferença entre a vazão de água de lavagem e a vazão de água no flotado (AQUINO *et al.*, 2004).

2.7.2.6 – Capacidade de Carregamento e de Transporte

A capacidade de carregamento é a maior vazão mássica de sólidos que pode ser descarregada por área de transbordo da coluna ($MT^{-1}L^{-2}$). Pode ser determinada experimentalmente mantendo-se as condições operacionais da coluna constantes e variando a taxa de alimentação de sólidos até atingir um valor máximo de material flotado (AQUINO *et al.*, 2004). Já a capacidade de transporte, é a vazão mássica de sólidos descarregada por área de transbordo da coluna ($MT^{-1}L^{-2}$) em uma dada condição operacional. As colunas industriais de grande porte devem ter capacidade de transporte máxima igual a um terço da capacidade de carregamento (AQUINO *et al.*, 2004).

2.7.2.7 - Tempo de Residência

Segundo SANTOS (2005), a determinação do tempo médio de residência na coluna de flotação não é simples do ponto de vista fluidodinâmico, já que o sistema consiste de um fluxo de entrada e dois fluxos de saída, possuindo também, duas regiões de escoamento e cinéticas diferentes (a zona de coleta e a camada de espuma), além de tratar-se de um sistema trifásico (água, ar e partículas minerais).

O “grau de mistura” a que essas três fases estão expostas, na zona de coleta da coluna, provoca uma dispersão no tempo de residência da água e das partículas minerais, parâmetro muito importante para o bom desempenho do equipamento e conseqüentemente para a recuperação do processo. Além disso, as partículas minerais e a água apresentam comportamentos fluidodinâmicos distintos, devendo possuir, na maioria dos casos, tempos médios de residência diferentes. O ideal é que se tenha um tempo de residência ótimo, de forma que todas as partículas sejam expostas suficientemente para que se realize sua coleta, entretanto, sem excessiva dispersão em torno do tempo médio e sem permanecer um tempo muito longo na coluna, já que o processo é contínuo (SANTOS, 2005).

De acordo com SANTOS (2005), uma partícula ao ser alimentada na coluna pode seguir diferentes caminhos: pode vir a ser coletada instantaneamente, pode seguir diretamente para o fundo da coluna ou pode sofrer várias coletas e “descoletas” até que saia da coluna. Ademais, as características intrínsecas (granulometria, forma, densidade etc) de cada partícula são responsáveis pelo seu comportamento no sistema. Deste modo, o que é constante é o fluxo (número de partículas por área por unidade de tempo), pois se em um dado instante fosse retirada uma alíquota na saída do rejeito da coluna, ali se encontrariam partículas com diferentes tempos de residência. Este fato se deve à não-idealidade do escoamento que provoca uma dispersão no tempo de residência das partículas.

O tempo de residência é um fator que altera tanto o teor como a recuperação do material flotado, uma vez que, teoricamente, quanto mais tempo a partícula permanece na zona de coleta da coluna maior a chance desta ser coletada. Para baixos tempos de residência, o teor da fração flotada é mais elevado e a recuperação é menor, uma vez que, as partículas minerais têm um tempo de residência inferior ao necessário para sua flotação. Em elevados tempos de residência o teor da fração flotada diminui porque essa condição favorece o arraste e a coleta de partículas hidrofílicas e menos hidrofóbicas, respectivamente (OLIVEIRA e AQUINO, 2006).

As partículas mais finas apresentam distribuição do tempo de residência bastante similar ao da água. As partículas mais grosseiras apresentam tempo médio de residência bastante inferior devido à sua maior velocidade de sedimentação. Uma vez que o tempo de residência diminui com o aumento do tamanho das partículas, minérios com granulometria mais grossa terão tempo de residência menor, levando à recuperações mais baixas (OLIVEIRA e AQUINO, 2006). O menor tempo de residência de partículas grossas é um dos fatores que dificultam e prejudicam a sua recuperação (MAZON, 2006).

2.7.2.8 – Altura da Camada de Espuma

A altura da camada de espuma é uma variável importante na seletividade do processo de flotação. Quando o arraste hidráulico é intenso (partículas finas, por exemplo), a operação com uma menor camada de espuma pode ser mais adequada, pois a drenagem é feita próxima à interface. Segundo SANTOS (2005), a camada de espuma pode ser dividida em três seções:

- ❖ leito de bolhas expandidas: situado acima da interface polpa-espuma, sendo resultado dos choques das bolhas contra a interface, que geram uma onda de choques e, conseqüentemente, a coalescência das bolhas;
- ❖ leito de bolhas empacotadas: estende-se desde o topo da primeira seção até o ponto de introdução da água de lavagem. Apresenta coalescência moderada e as bolhas possuem um formato esférico;
- ❖ espuma de drenagem convencional: ocorre imediatamente acima do ponto de introdução de água de lavagem. As bolhas apresentam uma forma hexagonal e um baixo conteúdo fracional de líquido.

As colunas de flotação industriais geralmente operam com camadas de espuma que variam de 0,5 a 1 m. Quando se trabalha com elevadas camadas de espuma, se o agregado partícula-bolha romper ou se partículas hidrofóbicas forem drenadas, estas partículas ainda poderão ser recuperadas, pois antes delas serem rejeitadas terão que percorrer toda a zona de espuma.

2.7.2.9 – Altura da Coluna ou Relação entre a Altura e o Diâmetro da Coluna

A altura da coluna está entre os fatores que afetam a eficiência da flotação (MARTINS, 2009). Todavia, o projeto de colunas de flotação é uma área da engenharia que não tem atraído muito interesse de pesquisa (EGIEBOR *et al.*, 1997). Como resultado, parâmetros de projeto chave, como a altura da coluna, continuam sendo baseados em considerações que não são relacionadas ao processo de coleta de partícula (ITYOKUMBUL, 1993). ITYOKUMBUL (1992) relatou que a altura da coluna às vezes é ditada por parâmetros como a construção civil e altura de guindaste disponível, sem considerar os fundamentos da flotação na definição do tamanho do equipamento, demonstrando que ainda é pobre o conhecimento dos fatores que afetam o processo de coleta da partícula e indicando que o projeto e o *scale up* de colunas ainda podem não estar otimizados. SANTOS (2005) e

OLIVEIRA e AQUINO (2006) também reportaram a dificuldade de *scale up* devido a questões relacionadas às relações geométricas da coluna.

As dimensões da coluna podem variar de acordo com as características operacionais requeridas, principalmente o tempo de residência, porém a maioria das colunas de unidades industriais tem tipicamente de 9 a 15 m de altura total e de 0,5 a 3,0 m de diâmetro (CARVALHO, 2003a). Todavia, segundo MAZON (2006), a altura da coluna é um parâmetro de projeto que tem sido questionado.

A relação entre a altura da zona de coleta (a definição de altura da coluna pode ser usada em relação apenas à zona de coleta) e o diâmetro da coluna (h_c/d), influencia o tipo de escoamento dentro da coluna, sendo desejável para a operação do equipamento que o regime seja próximo do laminar. Entretanto a relação h_c/d pode fornecer um regime de escoamento diferente que dificulta, ou até mesmo impede, a coleta das partículas. Isto ocorre porque a não-idealidade do escoamento provoca uma dispersão no tempo de residência das partículas. Existem também outros fatores que afetam a performance do equipamento, que sofrem mudanças com a variação da geometria da coluna como, por exemplo, a velocidade da partícula, o fluxo volumétrico do *bias* e o fluxo de gás. Neste sentido, a alteração da relação h_c/d afeta a coleta das partículas hidrofóbicas (CARVALHO, 2003a).

A elevação da altura da coluna aumenta o tamanho da zona de recuperação e o maior tempo de contato entre partícula e bolha é condição favorável à coleta de partículas hidrofóbicas por bolhas. De acordo com SANTOS (2005), quanto mais tempo a partícula permanece na zona de coleta da coluna (tempo de residência) maior a chance de esta ser coletada e quanto maior a relação da altura com o diâmetro da coluna menor a turbulência na região quando o sistema tende ao escoamento do tipo pistão. Entretanto, existem limitações (para que ocorra este ganho na recuperação) para valores muito elevados de relações de altura da zona de coleta pelo seu diâmetro (h_c/d), porque, por exemplo, para uma dada velocidade superficial de ar constante, uma redução na área transversal da coluna acarreta em uma diminuição da vazão de ar, reduzindo assim a capacidade de transporte do ar.

AQUINO *et al.* (2004) relataram que a recuperação é crescente com o aumento da relação h_c/d devido à diminuição do número de dispersão e o aumento do tempo de residência do líquido (devido à redução do fluxo volumétrico do *bias*) e das partículas minerais. Contudo, há restrições para este efeito, isto é, a capacidade de transporte de ar e também a velocidade descendente de líquido na coluna. Este último é justificado pelo fato de que para uma dada vazão e concentração de sólidos na alimentação o decréscimo na área da coluna

acarreta um aumento significativo na velocidade descendente do líquido impedindo a ascensão de bolhas menores que são arrastadas para o fundo do equipamento.

Segundo OLIVEIRA e AQUINO (2006), o rendimento das colunas de flotação está normalmente relacionado com seu regime de escoamento. Em termos de modelagem têm-se duas abordagens. No modelo de escoamento empistonado o tempo de residência de todas as fases, fluido e partículas minerais, é o mesmo. Há um gradiente de concentração das partículas hidrofóbicas ao longo do eixo da coluna e o coeficiente de mistura (ou número de dispersão) é próximo de zero. Por outro lado, no modelo de escoamento tipo mistura perfeita, o líquido e os sólidos na seção de recuperação da coluna apresentam uma distribuição de tempo de residência, a concentração das partículas é a mesma em qualquer ponto da seção de recuperação da coluna e o coeficiente de mistura tende a infinito.

GARIBAY *et al.* (2002), flotando sílica e variando h_c/d de 26,5 a 64,5 mostraram que alturas típicas de zonas de coleta podem afetar a performance da flotação, quando são processadas polpas relativamente densas de minerais flotáveis. Para uma dada capacidade da coluna e uma taxa de alimentação constante, a recuperação aumenta e o teor diminui quando a relação h_c/d aumenta. Assim como a recuperação, a capacidade de carregamento depende da altura da zona de coleta, sendo que para uma polpa com até 20 % de sólidos, um aumento na altura da coluna tende a aumentar a recuperação e a capacidade de processamento. Provavelmente, este comportamento se deve a ação da cinética de flotação, na qual para maiores tempos de residências tem-se maiores recuperações. Para valores acima de 25 % ocorre um efeito contrário, ou seja, recuperação e capacidade caem com a elevação da altura. Isto porque a viscosidade da polpa aumenta e o agregado partícula-bolha ao invés de flotar é carregado para o fundo (rejeito).

MAKSIMOV *et al.* (1991) *apud* RUBINSTEIN (1995) com h_c/d de (aproximadamente) 1 a 10 também relataram que à medida que a altura da zona de coleta aumenta a recuperação cresceu (flotação de Cu e Ni em elevadas concentrações de sólidos) até certa região, a partir da qual constata-se que decresceu. RUBINSTEIN (1995) mencionou que ainda não existia uma abordagem aceita e bem fundamentada sobre a altura da coluna.

YIANATOS *et al.* (1988) questionou porque todas as colunas industriais têm aproximadamente 12 m de altura. Com valores de h_c/d variando entre 4,7 e 20, também mostrou que para uma dada capacidade de carregamento da coluna com o aumento em h_c/d a recuperação cresce e o teor diminui havendo um ponto limite para este comportamento.

PAREKH *et al.* (1990) verificaram em seu estudo de flotação de carvão com influência da altura da coluna, que de forma isolada o tamanho da coluna teve pouco efeito estatístico no teor e na recuperação. Porém, teve efeito interativo com outras variáveis controladas. Por exemplo, uma coluna alta elevou os efeitos positivos do aumento da vazão de ar na recuperação, o que não aconteceu para uma coluna curta.

EGIEBOR *et al.* (1997) demonstraram que o aumento na altura da zona de coleta eleva a probabilidade de colisão, o que pode contribuir para o crescimento da recuperação de finos. Para grossos, afirmaram que colunas com zona de coleta curta podem ser usadas para alcançar elevadas recuperações.

MAZON (2006) com h_c/d variando entre 69 e 124, obteve na flotação de minério de ferro, recuperações mais elevadas para as menores alturas. Segundo ele, alguns autores têm defendido que a zona de coleta em uma coluna pode ser mais curta do que a que tem sido utilizada nas plantas industriais e têm demonstrado que mesmo para menores tempos de residência (menor altura de coluna), pode-se obter excelentes recuperações.

Os estudos acima citados variando h_c/d foram realizados em diferentes sistemas de minérios, mas tem como característica comum o fato de terem sido operados em processo contínuo e regime permanente, em que a camada de espuma para cada ensaio é constante independentemente da altura total do equipamento. Assim, com a alteração da altura varia-se apenas a dimensão da zona de coleta, mantendo-se a camada de espuma com o mesmo valor. Na operação batelada realizada neste trabalho, em cada ensaio e/ou em cada altura de coluna não existe um h_c/d fixo, uma vez que a zona de recuperação vai aumentando, com o tempo, a medida que a camada de espuma vai sendo coletada, chegando a ser toda a altura da coluna no fim de cada ensaio. Neste sentido fica difícil fazer comparações consistentes.

KOUTLEMANI *et al.* (1995) realizaram um estudo de flotação por precipitação de íons de cobalto em coluna, em batelada. De acordo com a Figura 2.10, verificou-se que um aumento na altura da coluna teve um efeito prejudicial para a recuperação. A coluna foi operada com 40, 100 ou 150 cm de altura e diâmetro fixo de 4 cm. Uma elevação na altura causou uma queda na eficácia do processo de flotação. Os autores reportaram que uma coluna mais alta pode ser necessária para aumentar a probabilidade de que partículas de sólidos colidam com bolhas de ar ascendentes, possibilitando a adesão. Entretanto, o incremento na altura, neste trabalho resultou em um maior tempo de retenção para as bolhas de gás. Parece que o maior tempo para o agregado alcançar a camada de espuma (e então, para transbordar e ser removido do equipamento), aumentou a chance para a partícula separar-se da superfície da bolha, levando assim, a redução na recuperação. O pior desempenho da recuperação para

colunas mais altas indica que a adesão (ou permanência) da partícula na superfície da bolha é sensível à turbulência dentro da dispersão, causada pelas bolhas ascendentes.

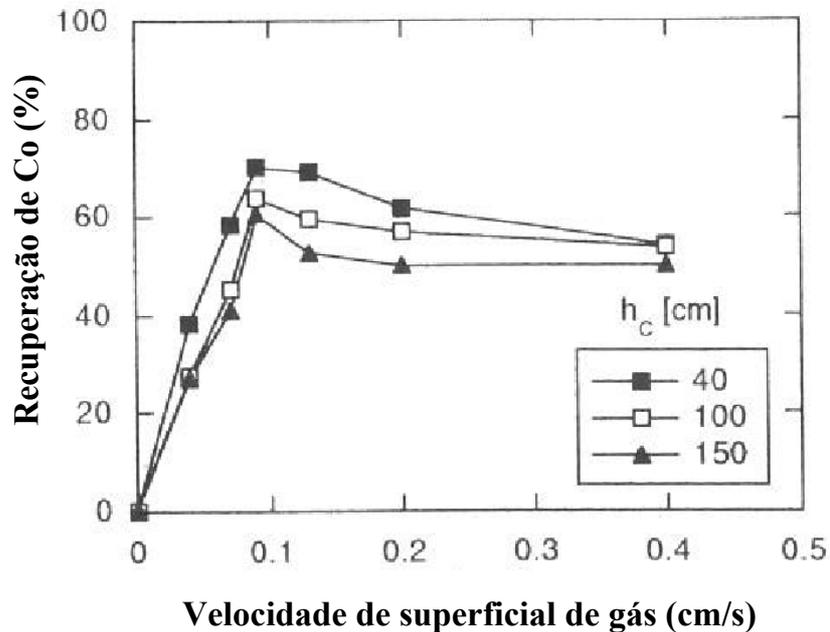


Figura 2.10 – Efeito da vazão de ar e da altura da coluna na flotação de sulfureto de cobalto (KOUTLEMANI *et al.*, 1995)

2.7.3 - Tamanho de Partícula e Flotação

Em substâncias sólidas, os átomos são praticamente imóveis e as propriedades de superfície dependem do passado recente do sólido. Quando uma nova superfície é criada por meios mecânicos de redução de tamanho de partícula (moagem, abrasão, corte etc) ou químicos (reagentes), as propriedades da camada superficial do sólido são modificadas. De acordo com MATIS (1994), a partir do caráter das ligações químicas, a estrutura de um sólido é de considerável importância para seu sistema cristalino. Este sistema influi decisivamente no tipo de superfície de ruptura que será formada na etapa de redução de tamanho do mineral. Esta superfície, e não a estrutura interior do mineral, é que determina o comportamento da espécie no processo de flotação (OLIVEIRA, 2004).

Em processos industriais, para uma variedade de operações, como a flotação, o tamanho de partícula é uma variável crítica no desempenho da operação. Nenhum processo mineral pode ser satisfatoriamente tratado para todos os tamanhos de partícula mineral e a escolha do processo de beneficiamento é amplamente determinada pelo diâmetro dos minerais. Por consequência, o sucesso de qualquer processo de tratamento, como a flotação,

depende fortemente da escolha correta da moagem, assim como da seleção da distribuição granulométrica adequada de todo o material que está sendo processado.

Flotação e moagem são processos intimamente ligados. A moagem libera os grãos minerais, enquanto que a flotação faz a separação entre mineral de valor e ganga. A contínua redução no teor está forçando as mineradoras a produzirem partículas ultrafinas a fim de obter a liberação das partículas minerais de interesse. Como consequência é necessário desenvolvimento e avanços na tecnologia de flotação e de moagem para permitir que a exploração de complexos depósitos minerais de baixo teor seja viável economicamente.

PEASE *et al.* (2006) apresentaram como pontos fundamentais de projeto para beneficiamento de diferentes minerais, com estágios de moagem e flotação:

- ❖ alcançar a correta liberação mineral necessária para obter teor e recuperação desejados;
- ❖ aplicar o mais eficiente método de moagem;
- ❖ produzir superfícies limpas na moagem e flotar o mais cedo possível antes das superfícies serem oxidadas novamente (para superfícies oxidáveis);
- ❖ flotar minerais em distribuições de tamanho estreitas;
- ❖ minimizar carga circulante.

Distribuições de tamanho de partícula mais largas influenciam na flotação através do efeito na distribuição do tempo de residência das partículas, nas taxas de impacto e aderência entre partículas e bolhas e na ruptura do agregado formado com bolhas de ar.

Ao abordar a influência do tamanho de partícula, a maioria dos autores na literatura, normalmente, define o que é partícula “fina” ou “grossa”, partícula “pequena” ou “grande”, de forma indistinta, sem citar um critério ou uma norma que padronize esta classificação. Por esta razão, é preciso cuidado quando se fala em finos ou grossos, porque em muitas situações uma partícula que é fina para um autor pode ser grossa para outro ou vice-versa, ou seja, esses termos são relativos. Além disso, ainda podem ocorrer diferenças numéricas e conceituais em relação à definição de outras subdivisões como, partículas médias ou intermediárias, lamas (*slimes*), ultrafinas, colóides, partículas nanométricas etc.

Normalmente, define-se ou classifica-se como fino e/ou grosso de acordo com o mineral e/ou com as faixas de tamanho analisadas ou então, a definição de “partícula fina” e “partícula grossa”, não é feita. Às vezes, há apenas uma generalização de acordo com as frações disponíveis que uma determinada faixa é “mais fina” ou “mais grossa” em relação à outra. Esta consideração é importante, por exemplo, para situações em que se faz comparações.

TORTORELLI (1997) mencionou que pode ser conveniente considerar uma partícula fina como uma partícula cuja flotabilidade é impedida pelo seu tamanho. Em outras palavras, a faixa de tamanho fino inicia no ponto em que começa a acontecer uma diminuição na recuperação no gráfico de recuperação em função do tamanho de partícula. Entretanto, esta redução pode não ocorrer. SIVAMOHAM (1990) apresenta de acordo com a Tabela 2.4, uma classificação de granulometria.

Tabela 2.4 – Classificação de minerais por tamanho (SIVAMOHAM, 1990)

Classificação	Tamanho (μm)
Grossos	> 500
Médios	< 500
Finos	< 100
Superfinos ou pré-colóides	< 20
Ultrafinos ou quase-colóides	< 10
Colóides	< 1
Supercolóides	< 0,2

O tamanho da partícula mineral apresenta uma influência muito importante na sucessão de fenômenos físico-químicos que devem ocorrer para se conduzir a flotação. A flotação como uma função da dimensão da partícula é estudada teórica e experimentalmente a várias décadas e ainda não foi completamente compreendida. Por exemplo, GEORGE *et al.*, (2004) mencionam que nenhum estudo ainda havia sido concluído para examinar o arraste hidrodinâmico de partículas em líquido intersticial na flotação de partículas coloidais.

A descrição dos efeitos da granulometria é ainda mais difícil em plantas industriais que têm que lidar com o fluxo contínuo de material heterogêneo do qual a composição normalmente não é conhecida com um alto grau de certeza. Métodos convencionais de análise de flotação industrial dão um quadro global que não revela os detalhes do comportamento de tamanhos diferentes de grãos de partícula (FENG e ALDRICH, 1999).

A faixa de tamanho de partícula relevante para a flotação varia de 1 a 300 μm (TRAHAR, 1981). Mas a flotação só responde bem para partículas minerais em uma estreita faixa de tamanho fora da qual diminui substancialmente (GAUDIN, *et al.*, 1942; TRAHAR, 1976 e 1981). Esta faixa ótima de tamanho varia com o mineral como, por exemplo, entre 6 e 70 μm para galena, 8 e 90 μm para esfarelita, 15 e 60 μm para calcopirita e de 20 a 150 μm para a pirita (TRAHAR e WARREN, 1976 *apud* SONG *et al.*, 2001). Alguns autores citam

que o tamanho de partícula ótimo para a recuperação por flotação, de um modo geral, varia entre 10 e 100 μm (TRAHAR e WARREN, 1976 *apud* FUERSTENAU, 1980; JAMESON, 1984 *apud* GEORGE *et al.*, 2004) ou entre 10 e 150 μm (GUO, 2001) ou ainda de 10 a 200 μm (NGUYEN, 2006).

A maioria dos resultados da literatura mostra que na flotação de um determinado mineral, existe uma faixa de tamanho intermediária na qual o desempenho do processo é melhor e que faixas de tamanhos de partículas muito finas ou muito grossas levam, de uma forma geral, a resultados insatisfatórios, isto é, a recuperação e/ou o teor de partículas finas e grossas normalmente são baixos.

A otimização simultânea da recuperação de partículas finas e grossas em uma mesma máquina de flotação é muito difícil. Entretanto, dependendo do tipo de equipamento, os resultados obtidos para finos e grossos podem ser melhores, quando comparados a outro equipamento.

A relação entre tamanho de partícula e recuperação produz como curvas típicas de um mineral flotado, uma forma convexa característica com uma recuperação mais elevada na faixa de tamanho intermediária, sendo menor para tamanhos mais grossos e mais finos que o para tamanhos intermediários (considerados os tamanhos ideais). A amplitude da região ótima aumenta progressivamente com o tempo de flotação, mas minerais grossos (+ 100 μm) e finos (-5 μm) em nenhuma condição flutam tão bem quanto tamanhos intermediários (TRAHAR, 1976). A Figura 2.11, citada por PEASE *et al.* (2006), ilustra a visão geral do desempenho da recuperação da flotação em função do tamanho de partícula. Esta mesma tendência pode ser observada, em alguns trabalhos que analisam o efeito da granulometria, também para a variação da cinética da flotação e do teor do mineral de interesse com a dimensão da partícula.

Os principais mecanismos de recuperação da flotação são a *true flotation* ou flotação verdadeira (*attachment* – coleta pela anexação de partícula hidrofóbica a bolha), o *entrainment* (arraste hidrodinâmico em líquido intersticial entre bolhas), o *entrapment* (aprisionamento físico de partículas entre outras partículas), e o *slime coating* (recobrimento de partículas por outras por meio de forças intermoleculares). Os três últimos mecanismos estão relacionados à presença de partículas finas, sendo o *slime coating* minimizado pela operação de deslamagem prévia à flotação. O arraste não seletivo por *entrainment* é um importante mecanismo que afeta a recuperação de partículas finas, e quando acompanhado a uma baixa taxa de flotação verdadeira, pode ter uma considerável responsabilidade no comportamento observado na flotação de tais finos.

O arraste hidráulico determina o limite mais baixo de tamanho em que a flotação convencional é mais eficiente. Este fenômeno pode ser reduzido pelo decréscimo do fluxo de água no concentrado fazendo uma escolha adequada do espumante, usando modificadores de espuma ou combinações de coletor-espumante ou ainda reduzindo a densidade da polpa. Porém tais métodos raramente resultam em uma solução efetiva. Este arraste também pode ser reduzido através da floculação da ganga (TRAHAR, 1981).

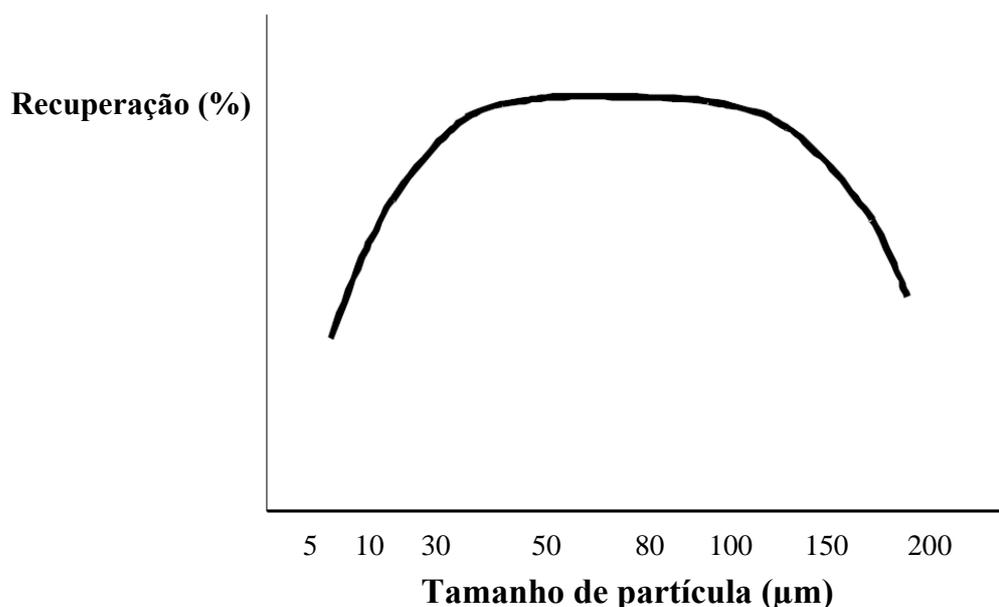


Figura 2.11 - Influência do tamanho de partícula na recuperação (PEASE *et al.*, 2006)

Apesar dos efeitos do tamanho de partícula na flotação terem sido amplamente estudados e muitos fatores físico-químicos relacionados com o tamanho de partícula terem sido identificados, o efeito desses fatores é muito difícil de prever. Na interação partícula-bolha, sabe-se que o tamanho da partícula desempenha um papel crítico na probabilidade das partículas colidirem com bolhas, na anexação das partículas às bolhas após a colisão, assim como na permanência estável do agregado formado. Partículas finas apresentam tipicamente baixas taxas de recuperação, devido à diminuição das colisões entre partículas e bolhas e por serem mais propensas ao arraste hidrodinâmico. Além disso, partículas muito pequenas tendem a ter grandes áreas específicas, podendo levar a uma excessiva adsorção de reagentes e a outros efeitos associados com partículas quimicamente ativas. Estes fatores podem ter um considerável impacto nos teores e nas recuperações, dependendo dos efeitos dominantes na operação. Em contraste, as recuperações de partículas grossas são afetadas pela ruptura do agregado partícula-bolha em condições de instabilidade (turbulência, por exemplo), assim como por um decréscimo na capacidade de flotar do agregado partícula-bolha. Ainda, o

aumento do tamanho de partícula pode resultar em um maior tempo de indução e na deterioração na flotabilidade (FENG e ALDRICH, 1999).

A seleção do ambiente químico adequado para a separação tende a ser um compromisso entre os requerimentos de minerais de tamanhos grossos, intermediários e finos e a condição de operação média escolhida para um sistema pode não ser a ótima para todas as frações. Um método para superar parcialmente esta limitação é conhecido como condicionamento separado (*split conditioning*) por tamanho de partícula. O mineral moído para alimentação da flotação é dividido em frações grossas e finas que são condicionadas separadamente com coletor, sendo o reagente adicionado à fração grossa que é mantida numa densidade de polpa elevada a fim de produzir uma concentração de coletor mais elevada. Os finos são então recombinados com a fração grossa antes da flotação.

TRAHAR (1976) estudou a flotação em célula para galena e esfarelita com o efeito do tamanho de partícula. Para isto utilizou etil xantato de potássio como coletor, e também adicionou espumante, depressores e regulador de pH. Verificou que o condicionamento de uma fração mais grossa e uma mais fina de forma isolada na preparação da flotação, resultou em melhoramentos significativos na seletividade. Além disso, comparando os resultados dos testes realizados com e sem condicionamento separado por tamanho de partícula, para uma mesma adição de coletor, a recuperação de grossos (+ 100 μm) aumentou muito, subindo de 10 para 82 % após um tempo de 16 min de flotação. Observou que o método forneceu meios de superar parcialmente a limitação da flotação de finos e grossos e resultou em um uso mais eficiente de coletor.

De acordo com TRAHAR (1981), o condicionamento dividido ou a flotação ou ambos em frações separadas por tamanho parece inevitável assim que a concentração dos minérios se torne mais difícil. Porém, de acordo com BAZIN e PROULX (2001), pelo fato do condicionamento dividido requerer o uso de equipamento de fracionamento por tamanho e tanques de condicionamento extras, isto ainda não é uma prática padrão na indústria.

TRAHAR (1981) fez uma ampla interpretação da influência do tamanho de partícula na flotação, analisando os principais efeitos, para diversos sistemas de flotação, procurando identificar os efeitos gerais que possibilitassem uma explicação físico-química, a mais genérica possível. O autor discutiu a influência do tamanho de partícula em termos de evidências experimentais de laboratório e industriais. As informações foram apresentadas em sua maioria na forma de curvas de tamanho-recuperação, nas quais a recuperação obtida para uma determinada fração de tamanho é plotada em função do tamanho médio das partículas em cada fração. Estas curvas apresentam a forma característica e o autor as dividiu em três

regiões de forma conveniente e arbitrária. A região abaixo de 5-10 μm compreende os finos que são difíceis de flotar e mais difíceis de separar. A região entre 10 e 70 μm abrange partículas de tamanho intermediário que geralmente são mais flotáveis. Acima de 70 μm e abaixo de um limite superior indefinido, encontra-se a região de partículas grossas, na qual a flotação pode ser fácil ou difícil de acordo com o mineral e as condições utilizadas. Pelo fato das fronteiras entre as três regiões frequentemente serem mal definidas e terem localizações variáveis, é mais conveniente referir-se ao comportamento de partículas finas, intermediárias e grossas que designar tamanhos específicos.

BAZIN e PROULX (2001) mostraram que uma adequada distribuição dos reagentes no circuito de flotação pode produzir um efeito semelhante à divisão de condicionamento, sem exigir equipamentos de fracionamento por tamanho ou equipamento para um condicionamento isolado. Relataram que como as partículas finas exigem pequena cobertura hidrofóbica para serem capturadas pelas bolhas de ar, seria estratégico tentar flotá-las rapidamente para fora do equipamento de flotação, com uma adição mínima de coletor suportado por uma dosagem adequada de espumante. Uma vez que as partículas finas são recuperadas, adições subsequentes de coletor podem prover a cobertura hidrofóbica necessária para flotar as partículas grossas.

A interação entre coletor e tamanho de partícula é razoavelmente bem entendida (BAZIN e PROULX, 2001). O mínimo grau de hidrofobicidade necessário para a flotação de uma partícula depende de seu tamanho. TRAHAR (1981) sugeriu a interação entre hidrofobicidade, flotabilidade e tamanho de partícula, conforme mostrado na Figura 2.12. A interação assume que para um determinado tamanho de partícula, qualquer aumento na hidrofobicidade - grau de cobertura da superfície da partícula pelo coletor - antes de um máximo conduz a uma maior flotabilidade.

A interação tripla da Figura 2.12 mostra que partículas finas exigem uma menor cobertura para flotar que partículas mais grossas. Este conceito é verificado nos resultados de KLIMPEL (1995) *apud* BAZIN e PROULX (2001) reproduzidos na Figura 2.13a, a qual mostra a recuperação de minerais de cobre em função do tamanho de partícula para diferentes dosagens de coletor. A recuperação de partículas na faixa ótima de flotação não foi influenciada desfavoravelmente por uma redução de dosagem do coletor de 70 a 30 g/t, enquanto que a recuperação de partículas grossas deteriorou significativamente com esta diminuição. Este efeito é importante uma vez que permite, em determinadas frações granulométricas, a utilização de uma menor quantidade de coletor para obter elevadas

recuperações, resultando em redução de custos. Mostra ainda, que é possível melhorar a recuperação de faixas grossas com uma dosagem adequada de coletor. Resultados de SHANNON e TRAHAR (1986) *apud* BAZIN e PROULX (2001) reproduzidos na Figura 2.13b, para a flotação de sulfetos, exibem a mesma tendência.

Flotabilidade (%)

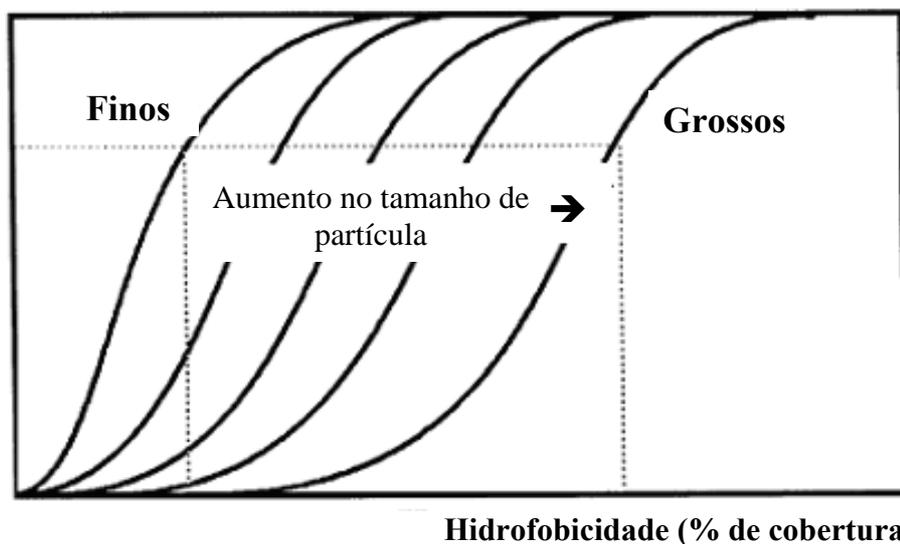
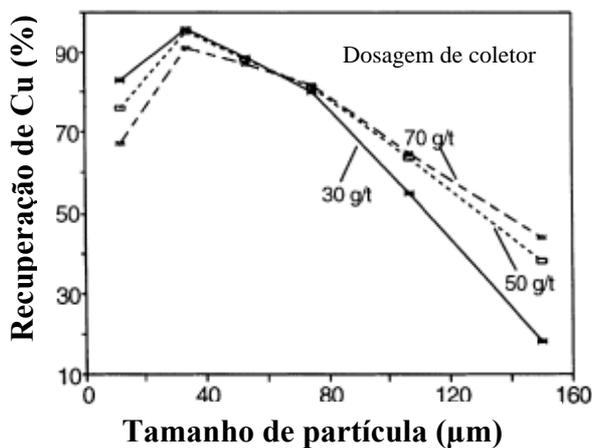
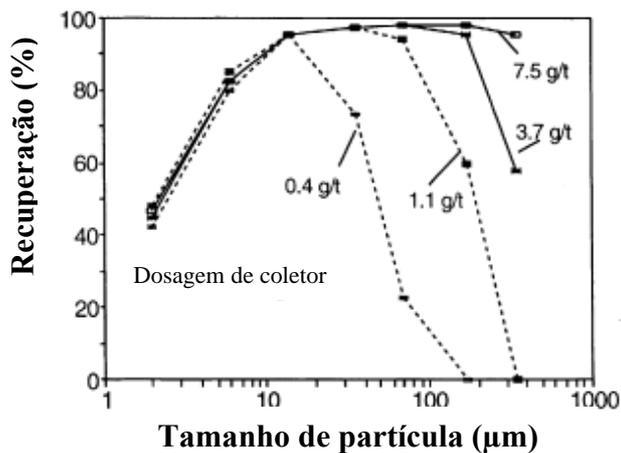


Figura 2.12 - Interação tripla entre hidrofobicidade, tamanho de partícula e flotabilidade (TRAHAR, 1981)



(a)



(b)

Figura 2.13 - Interação coletor-tamanho de partícula: (a) KLIMPEL (1995) *apud* BAZIN e PROULX (2001) e (b) SHANNON e TRAHAR (1986) *apud* BAZIN e PROULX (2001)

Segundo BAZIN e PROULX (2001), desde que partículas finas exibem uma maior área superficial específica em relação a partículas grossas, se uma mistura de partículas finas e grossas é posta em contato com uma determinada dosagem de coletor, a maioria do coletor

será consumida pelas partículas finas, que na realidade precisam de pequena cobertura para serem eficazmente flotadas (Figura 2.12). Por outro lado, não haveria coletor suficiente disponível para produzir a cobertura hidrofóbica exigida para flotar as partículas grossas.

Um grau de hidrofobicidade mais forte das partículas e um maior efeito estabilizador na espuma dependem do tamanho de partícula. FENG e ALDRICH (1999) verificaram que a destruição da espuma por partículas hidrofóbicas depende do tamanho, havendo um tamanho ótimo para estabilizar ou desestabilizar a espuma. Para frações finas, a estabilidade da espuma foi mais alta e o volume de espuma maior, enquanto que para frações de tamanho grossas a espuma foi instável e o volume de espuma menor.

Os resultados de TRAHAR (1976) ilustram um importante aspecto na seletividade da flotação. A seletividade entre dois minerais é muito influenciada pelo tamanho de partícula. Tal dependência da flotação com o tamanho de partícula é frequentemente atribuída a efeitos de interação entre mineral e reagente. A extensão desta interação é dependente do tamanho de partícula tal que não apenas as partículas finas consomem uma quantidade grande e desproporcional de reagente como também em velocidade desproporcional.

FUERSTENAU (1980) fez uma extensa revisão sobre os problemas associados com a flotação de partículas finas e citou as principais técnicas utilizadas na busca para melhorar a recuperação dessas partículas minerais pequenas. Mencionou que forças hidrodinâmicas controlam a aproximação de pequenas partículas e bolhas em oposição às forças inerciais na flotação de partículas grossas.

O modelo de flotação, apresentado por DOBBY e FINCH (1987), considera a dimensão da partícula a ser flotada e mostrou concordância com dados experimentais. Por exemplo, foi observado um máximo na recuperação em função do tamanho de partícula. Conforme o diâmetro da partícula aumenta, ocorre um incremento na eficiência de colisão enquanto a eficiência de adesão cai. O decréscimo na seletividade nos tamanhos finos está em acordo com o modelo no qual, para partículas muito pequenas a eficiência de adesão é grande mesmo para longos tempos de indução. Isto acontece porque partículas deste tamanho apresentam uma menor velocidade de deslizamento sobre a superfície bolha e conseqüentemente um longo tempo de contato. Para um mesmo tempo de indução, partículas menores resultam em maiores eficiências de adesão, pois apresentam maiores tempos de contato, quando comparadas às partículas grandes. Mencionaram ainda que partículas com densidade elevada diminuem o máximo tamanho de partícula flotável.

A constante de taxa de flotação é dependente no tamanho de partícula e do grau de liberação do mineral (CHATTERJEE, 1998). Na literatura é mencionado que a taxa de flotação diminui com o tamanho de partícula (TRAHAR, 1981; TORTORELLI, 1997).

YEKELER e SÖNMEZ (1997) examinaram o efeito do tamanho de partícula (180-125 μm ; 125-90 μm ; 90-38 μm ; < 38 μm) na flotação em coluna de um mineral altamente hidrofóbico (talco). Verificaram, a medida que as partículas foram tornando-se mais grossas, que a recuperação, bem como as constantes da taxa de flotação diminuíram. A fração mais fina rendeu as mais elevadas recuperação e constante da taxa de flotação (a maioria dos autores da literatura relata que partículas finas levam a baixas taxas e recuperações, mas vale ressaltar a relatividade da definição do termo “fino” e das diferenças entre os sistemas de flotação), enquanto que a fração mais grossa produziu as menores recuperações e constantes da taxa de flotação.

A Figura 2.14, obtida por DUAN *et al.* (2003), mostra o efeito da dimensão da partícula nas eficiências de colisão, anexação e estabilidade do agregado partícula-bolha. A tendência do comportamento das eficiências explica o decréscimo na constante da taxa de flotação para finos e grossos. Os autores também relatam a dependência direta do tempo de indução com o tamanho de partícula. Provavelmente isto ocorre porque quanto maior a partícula, menos hidrofóbica ela é ou de uma maior cobertura hidrofóbica necessita.

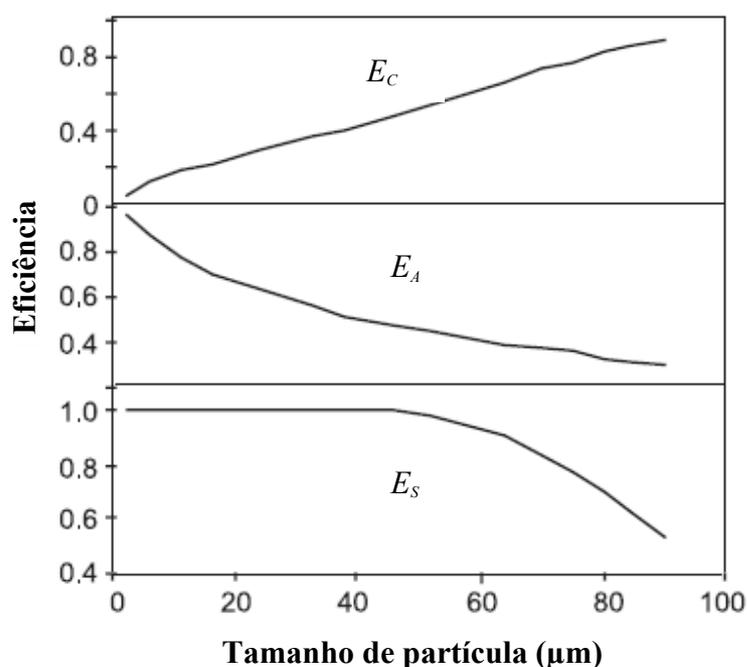


Figura 2.14 – Eficiências de colisão (E_C), adesão (E_A) e de estabilidade (E_S) do agregado partícula-bolha em função do diâmetro da partícula (DUAN *et al.*, 2003)

Segundo NGUYEN (2003), ao contrário da colisão e da adesão, a interação entre bolhas e partículas na quebra do agregado partícula-bolha ainda não é satisfatoriamente quantificada. Não há nenhuma teoria adequada na estabilidade/quebra do agregado que descreva o fenômeno de ruptura do conjunto para uma faixa inteira de tamanho de partícula.

Em um estudo de flotação de fosfato em célula, WOODBURN *et al.* (1971) analisaram o efeito da distribuição de tamanho de partícula no desempenho. As faixas de tamanho analisadas foram: 37 – 63 μm ; 63 – 88 μm ; 88 – 125 μm ; 125 – 177 μm ; 177 – 250 μm ; > 250 μm . Os melhores resultados experimentais obtidos foram, de uma forma geral, teor na faixa de tamanho de 125 a 177 μm e para recuperação entre 63 a 88 μm . Foi desenvolvido um modelo para predição da recuperação de apatita em qualquer faixa de tamanho em termos da taxa de flotação. Mostraram que a constante da taxa de flotação de primeira ordem pode ser estimada como sendo um efeito de três componentes, isto é, interceptação da partícula pela bolha (colisão), aderência da partícula a bolha e ruptura do agregado formado. A probabilidade da partícula flotar é a probabilidade associada desses três efeitos. Os resultados obtidos pelo modelo foram comparados com dados experimentais.

FENG e ALDRICH (1999) estudaram a dependência da estrutura da espuma e da recuperação com a variação do tamanho de partícula (< 38 μm ; 38 - 53 μm ; 53 - 75 μm ; 75 - 106 μm) na flotação de sulfetos em célula. As frações granulométricas intermediárias resultaram em um melhor desempenho da flotação. Verificaram que partículas de tamanhos intermediários produzem bolhas menores e estáveis, e recuperações mais elevadas em relação a partículas grossas, ou seja, uma flotação eficiente aconteceu nesta faixa de tamanho. Frações de partícula finas foram mais afetadas pelo arraste hidráulico. Como pode ser visto na Figura 2.15, as frações de tamanho intermediárias foram associadas com melhores recuperações (a) e teores (b) de enxofre. Nesta figura, M e U referem-se à minério de duas diferentes minas.

MOUDGIL E GUPTA (1989) procuraram melhorar a recuperação de partículas grossas de fosfato na flotação. Estudaram os efeitos das adições de espumantes e de finos, além de fazer uma análise sobre o papel da emulsificação na flotação de grossos. O trabalho foi feito utilizando uma célula de flotação, *tail oil* e mistura de óleos combustíveis como coletores, vários espumantes e outras substâncias químicas como modificadores de pH. A porcentagem de sólidos na flotação foi 65 %. Dois dos espumantes utilizados aumentaram a recuperação em 3 %. Os resultados indicam que a presença de partículas mais finas pode criar condições de espuma com uma influência positiva na flotação de fosfatos grossos melhorando a flotação destas partículas sobre determinadas condições. Tamanho, quantidade e hidrofobicidade dos finos adicionados foram fatores que tiveram maior influência na

eficiência da flotação dos grossos. O teor dos produtos com e sem espumante não foi alterado. Acredita-se que o incremento na recuperação dos grossos foi devido a mudanças na estabilidade e viscosidade.

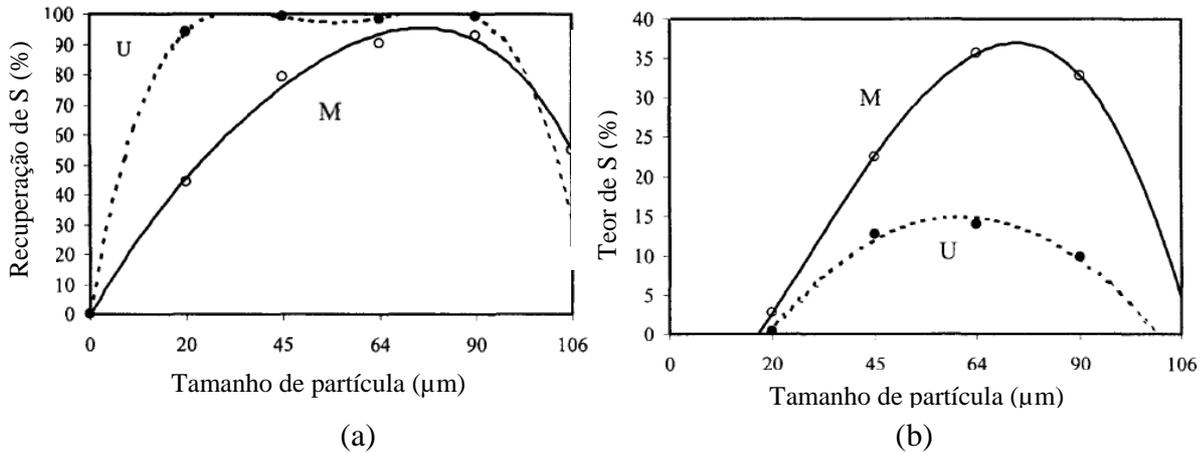


Figura 2.15 – Variação da recuperação e do teor de enxofre com o tamanho de partícula (FENG e ALDRICH, 1999)

CHATTERJEE (1998) revisou algumas técnicas de beneficiamento abordando os efeitos do tamanho de partícula. O autor relatou que a flotação de um minério diminui lentamente à medida que a partícula torna-se mais fina, principalmente devido a fatores como aumento no número de partículas por unidade de peso, condições de deterioração do contato partícula-bolha e aumento da oxidação da superfície das partículas. Por outro lado, a atividade da flotação diminui muito rapidamente acima do tamanho de partícula ótimo, devido a um grau de liberação mais baixo dos minerais e a habilidade decrescente das bolhas para erguer as partículas grossas. O aumento na proporção de materiais mais grossos em uma mistura mineral também afeta a flotação, diminuindo o rendimento do processo.

2.7.3.1 - Flotação de Partículas Finas

O problema do processamento de partículas finas é um grande desafio na indústria mineral. Com o crescimento na demanda por minérios e com a contínua diminuição dos teores dos minerais de interesse faz-se necessário o processamento de grandes quantidades destes materiais e conseqüentemente uma grande porção de finos é produzida e necessita ser beneficiada.

O tratamento de minérios de granulometria fina constitui um grande problema para o aproveitamento racional dos recursos minerais. Há uma tendência cada vez mais acentuada de

que os minérios a serem explorados, quando comparados com os minérios beneficiados no passado, sejam de teores mais baixos e requeiram moagem mais fina para que ocorra a liberação adequada dos minerais de interesse. Acrescente-se a isto a produção involuntária de finos nas etapas da cominuição, e daí resultam as principais causas da existência de frações significativas de minérios não aproveitadas ou tratadas com baixa eficiência. Para se ter uma idéia das perdas na forma de finos, as seguintes estimativas mundiais foram citadas: 1/3 do fosfato, 1/6 do cobre, 1/10 do ferro e 1/5 do tungstênio (LINS e ADAMIAN, 2001).

É preciso desenvolver tecnologia visando ao aproveitamento e processamento de frações finas, pois como mencionado, a ocorrência de minerais de valor com liberação em granulometria mais fina, exige minerais finamente moídos para a correta liberação e uma subsequente separação física. O processamento de partículas finas requer extensivas pesquisas. Além disso, qualquer novo método de tratamento de finos tem de satisfazer simultaneamente restrições energéticas, ambientais e econômicas (FUERSTENAU, 1980).

Por terem pequena massa e quantidade de movimento, partículas finas podem ser carregadas para a espuma sendo arrastadas até esta região nas camadas de água presas a bolhas de ar por arraste hidrodinâmico ou mecanicamente presas entre aglomerados de partículas grossas flotáveis. Quando tais partículas são de minerais de ganga, o efeito é uma redução no teor do concentrado. Portanto, quando não há presença de partículas grossas no sistema, a recuperação de partículas finas é uma função apenas da flotação verdadeira e da flotação por arraste hidráulico (GEORGE *et al.*, 2004). Enquanto a flotação verdadeira é um processo seletivo, a captura de partículas no líquido intersticial é um mecanismo não seletivo. Um nível alto de flotação por arraste resulta em um produto de baixa qualidade.

Partículas finas e de tamanhos intermediários precisam de uma quantidade menor de coletor para flotarem (Figura 2.12), isto é, para serem capturadas por flotação verdadeira requerem um menor grau de hidrofobicidade quando comparadas a partículas grossas. Entretanto, as partículas finas, por exibirem maior área superficial específica que partículas grossas, quando flotadas sem fracionamento por tamanho, apresentam grande capacidade de adsorção dos reagentes e consomem uma significativa proporção do coletor disponível na polpa (BAZIN e PROULX, 2001). Isto implica que quando o minério é flotado sem ser fracionado, as partículas finas podem ser prejudiciais para a flotação devido a um consumo excessivo de reagentes. Deste modo, fica clara uma das vantagens de se fazer o fracionamento.

Como já abordado, geralmente é aceito que o problema de flotação de minerais finos é principalmente devido à pequena massa e grande área superficial, conduzindo a uma baixa

probabilidade de colisão de partículas minerais e bolhas de ar. Porém, outros fatores, como composição da superfície, oxidação, alterações mineralógicas, concentração dos íons dissolvidos etc., também contribuem para o problema (SOMASUNDARAN, 1980 *apud* SONG *et al.*, 2001).

A elevada área superficial por unidade de volume ou peso, que é inversamente proporcional ao tamanho de partícula, resulta em elevada energia superficial total dos finos. O aumento da energia superficial por unidade de área superficial com o decréscimo no tamanho é atribuído ao aumento proporcional no número de arestas, extremidades e fendas, além de imperfeições cristalográficas originadas da redução de tamanho (TRAHAR, 1981).

Para um mesmo material, as propriedades de superfície e eletroquímicas de partículas finas tendem a ser diferentes das propriedades de partículas grossas. Segundo TRAHAR (1981), muitos fatores considerados relevantes para a flotação de finos originam-se supostamente da elevada energia superficial das partículas nesta faixa de tamanho. Estes fatores incluem rápidas reações superficiais e especialmente oxidação (normalmente associado à flotação de sulfetos) e aumento de solubilidade. O aumento da dissolução da superfície de finos pode resultar na introdução de impurezas indesejáveis na solução, afetando as interações entre coletor e mineral. A elevada energia superficial específica de partículas também aumenta a tendência de adsorção não-seletiva de reagentes e, conseqüentemente, pode causar a flotação de minerais indesejáveis. Isto implica que as propriedades adsorvíveis dos minerais, especialmente de ganga, dependem do tamanho de partícula. Normalmente, uma maior recuperação em frações finas é alcançada às custas de uma substancial queda no teor do concentrado (TRAHAR, 1981).

De acordo com FUERSTENAU (1980), o processo de recobrimento de superfícies por finos refere-se à anexação de partículas pequenas a partículas grandes revestindo a superfície, e é controlado por forças intermoleculares similares àsquelas que determinam as interações entre uma bolha e uma partícula. Este fenômeno pode ser prejudicial a flotação em vários aspectos. Se as partículas finas são de minerais de valor e as grossas são de minerais de ganga o teor do concentrado diminui. Quando os finos são minerais indesejáveis que revestem grossos de interesse, estas partículas impedem a anexação de bolhas de ar e a recuperação pode então decrescer significativamente. Entretanto, o revestimento com partículas finas nem sempre é prejudicial e indesejável na flotação, sendo por exemplo, a base do processo de *carrier flotation/ultraflotation*, no qual partículas finas podem revestir partículas mais grossas do mesmo mineral para que possam flotar. Algumas evidências para a flotação de finos desta maneira foi verificada por alguns autores na flotação de minérios fosfatados.

PEASE *et al.* (2006) fizeram uma abordagem diferente em relação a grande maioria dos autores que estudam os efeitos dos finos na flotação. Segundo eles, há muita discussão sobre o comportamento diferente de finos na flotação, e sobre a necessidade de uma atenção especial (máquinas de flotação de elevada energia, impelidores especiais na flotação mecânica, pequenos tamanho de bolha, atrição, diferentes reagentes, arraste em líquido intersticial). Afirmam que, embora os efeitos comuns aos finos tornem-se mais fortes conforme a granulometria diminui, não há nenhuma distinção aguda entre partículas grossas e finas. Ocorre “apenas” uma gradação permanente conforme partículas tornam-se menores. Os finos respondem diferentemente porque:

- ❖ têm maior área superficial por unidade de massa;
- ❖ têm menor quantidade de movimento. Por consequência, tendem a seguir a água mais facilmente que partículas grossas. Menor energia para fixação a bolha e maior tendência para arraste hidráulico;
- ❖ as taxas de flotação são mais lentas, e pode-se precisar de lavagem da espuma para opor-se ao arraste hidráulico;
- ❖ têm maior tendência a serem afetados nas camadas superficiais. Talvez porque a grande área superficial os torna mais reativos;
- ❖ tendem a ser mais afetados pela química da água e íons em solução;
- ❖ a cinética de flotação pode ser mais lenta e semelhante à taxa de partículas grossas. Eles podem flotar com bolhas grandes, mas bolhas menores aumentam a taxa de flotação.

Como mencionado, duas características começam a dominar quando o tamanho de partícula é reduzido, a área superficial torna-se grande e a massa da partícula torna-se muito pequena. A Figura 2.16 mostra um esquema das relações entre as propriedades físicas e químicas de partículas finas e a suas influências na flotação (FUERSTENAU, 1980). A baixa probabilidade de adesão atribuída aos finos pelo autor é questionável, e a literatura diverge em relação a este efeito.

O processo de deslamagem é comum quando existe grande quantidade de finos no circuito. Há numerosos exemplos de sistemas de processamento nos quais o minério deve ser deslamado, para reduzir o consumo de reagentes ou eliminar ineficiências na flotação resultantes da interferência de finos. A principal razão por um elevado consumo de reagentes é a tentativa de flotar frações de finos.

PEASE *et al.* (2006) afirmam que a flotação pode alcançar recuperações muito altas nas faixas de tamanho finos. Segundo estes autores, isto não exige equipamentos especiais ou reagentes exóticos. Requer, primeiramente, uma compreensão do efeito tamanho de partícula

- ❖ flotação carreadora (*carrier flotation*);
- ❖ flotação oleosa e extração líquido-líquido (modificações da flotação *bulk oil*);
- ❖ flotação de aglomerados/floto-floculação;
- ❖ eletroflotação;
- ❖ flotação a vácuo ou Flotação por alívio de pressão (*vacuum or pressure release flotation*);
- ❖ flotação por precipitação;
- ❖ floculação seletiva;
- ❖ aglomeração esférica;
- ❖ flotação com dispersão controlada;
- ❖ flotação em coluna.

Segundo FUERSTENAU (1980), os principais desenvolvimentos na flotação de partículas finas podem ser classificados em duas categorias. Aqueles processos que são baseados no aumento da probabilidade de colisão entre bolhas de ar e partículas minerais (aumentado o tamanho efetivo da partícula) e aqueles baseados em mudanças que propiciam condições mais favoráveis na eficácia do contato partícula-bolha.

O primeiro método, o aumento da colisão entre bolhas de ar e partículas minerais, pode ser obtido quando os sólidos desejáveis estão presentes como aglomerados ou são anexados a partículas (hidrofóbicas) grandes que atuam como transportador de partículas finas (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981). Outra possibilidade para aumentar a probabilidade de colisão entre bolhas de ar e partículas finas é produzir bolhas menores. Produção de bolhas pequenas no equipamento de flotação melhora a recuperação de partículas finas, possivelmente por estas bolhas apresentarem um maior tempo de residência no equipamento.

O tempo de residência das bolhas pode ser incrementado empregando, por exemplo, flotação em colunas. Também nas colunas, o escoamento contracorrente aumenta a chance de colisão, e a adição da água de lavagem ajuda a remover a ganga arrastada hidraulicamente, conduzindo a um produto com teor mais elevado, melhorando a flotação de finos.

O segundo procedimento é a utilização de coletores que atuam por quimissorção (TRAHAR, 1981). FUERSTENAU (1980) observa que aglomeração de finos é intensificada por coletores que atuam por quimissorção.

SIVAMOHAN (1990) observa que técnicas como flotação carreadora (*carrier flotation*), flotação por aglomeração, flotação por emulsificação e flotação óleo-em-água (*oil-in-water flotation*), sugeridas como caminhos para aumentar a taxa de flotação de ultrafinos, têm deficiências e não são amplamente aplicadas. Entretanto, destaca que estes avanços na

tecnologia de flotação de ultrafinos através de modificações em métodos já estabelecidos são considerados mais viáveis que o desenvolvimento de processos completamente novos.

Os finos podem gerar um problema de interação indesejada entre bolhas de ar (principalmente quando as bolhas não são pequenas), sendo incapazes de prever a coalescência de bolhas vizinhas. Partículas no tamanho ótimo, porém, podem atuar como um divisor entre duas bolhas evitando a união delas e consequentemente aumentar a estabilidade. Bolhas grandes flotam finos hidrofóbicos, só que lentamente.

A razão de finos não flotarem bem em muitos circuitos é devido a sua mistura com partículas grossas. As condições ótimas de flotação das partículas são diferentes para distintas granulometrias, mas normalmente são ajustadas às frações mais grossas. Finos e grossos não flotam bem no mesmo equipamento, pois é difícil encontrar condições que aperfeiçoam, ao mesmo tempo, as dosagens dos reagentes para ambos.

A Figura 2.17 apresenta uma solução conceitual adaptada às condições de flotação para diferentes distribuições de tamanho visando a alcançar elevada recuperação para diferentes faixas de tamanho. Verifica-se que finos não deveriam ser misturados com partículas grossas em flotação (PEASE *et al.*, 2006).

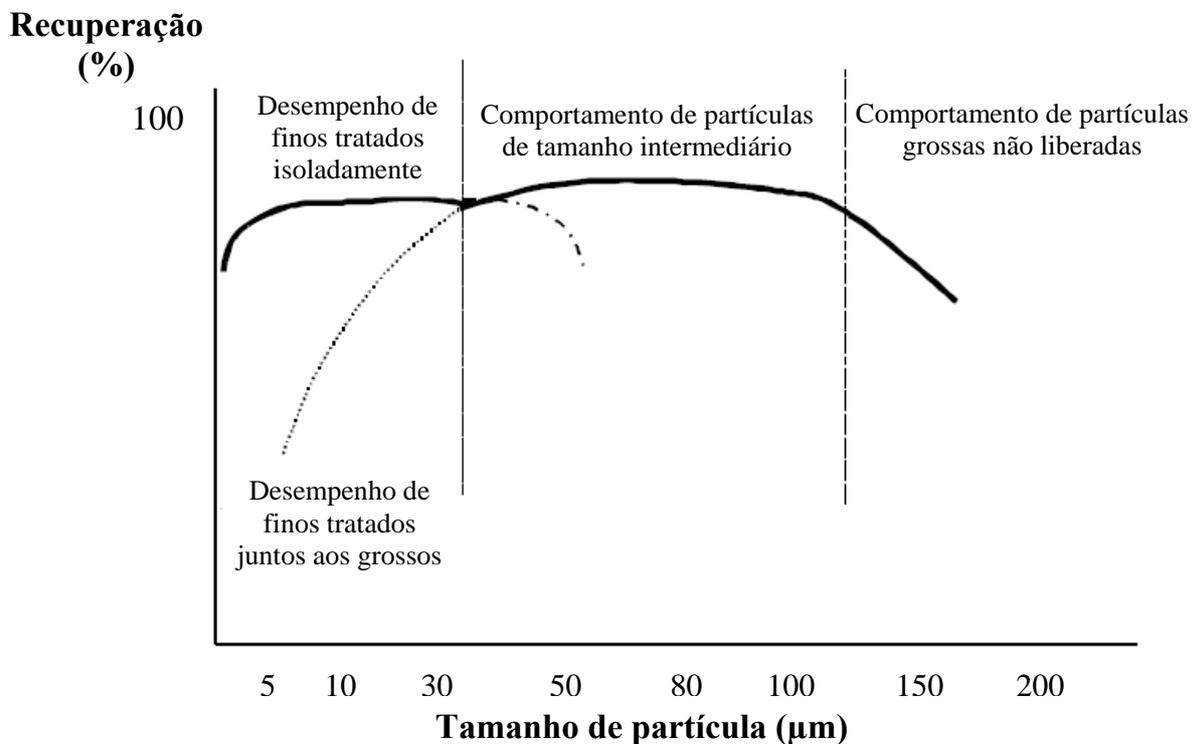


Figura 2.17 - Solução conceitual para melhorar a flotação de finos (PEASE *et al.*, 2006)

2.7.3.2 - Flotação de Partículas Grossas

A dificuldade de recuperar partículas grossas com as técnicas convencionais de flotação é bem conhecida. Várias modificações têm sido feitas nestes sistemas.

Há várias razões potenciais que explicam porque a recuperação diminui como o aumento de tamanho de partícula. Uma das principais possibilidades é o nível de turbulência no equipamento (principalmente na flotação mecânica). Outra é a existência de forças de arraste nas quais o agregado partícula-bolha está sujeito, conforme flui para a zona de espuma.

Partículas grossas flutam mal principalmente porque os agregados partículas-bolhas não são fortes o bastante para evitar a separação da partícula da superfície da bolha. Esta ruptura pode ser causada pelo peso da partícula e pela turbulência durante a ascensão dos agregados da fase polpa para a fase de espuma e então para a lavagem da espuma. A eficiência da estabilidade do conjunto partícula-bolha depende do tamanho de partícula, de forças externas de separação e da hidrofobicidade da partícula. Segundo BAZIN e PROULX (2001), partículas grossas precisam significativamente de maior cobertura pelo coletor para serem recuperadas por meio da flotação.

Conforme mencionou COWBURN *et al.* (2005), a literatura relata algumas condições necessárias para a flotação de partículas grossas e estabelece fatores que podem aumentar a recuperação de grossos. Tais fatores incluem o aumento da hidrofobicidade da superfície usando coletor e dosagem apropriados, flotação por agrupamentos de bolhas de ar, aumento da aeração, entre outros.

Em geral, a recuperação de partículas grossas é feita por flotação verdadeira com uma negligenciável contribuição de arraste hidrodinâmico. A recuperação de partículas grossas normalmente é menor que nos tamanhos intermediários, mas isto nem é sempre verdade (TRAHAR, 1981).

De acordo com TRAHAR (1981), excluindo os efeitos causados pelas condições de espuma ou aqueles relacionados ao fenômeno de revestimento de partículas, dois mecanismos são considerados no comportamento de partículas grossas (flotabilidade reduzida) em termos de competitividade de adsorção entre tamanhos de partículas:

- ❖ o grau de hidrofobicidade requerido para promover um elevado nível de flotabilidade aumenta com o tamanho de partícula;
- ❖ o presumido rápido e desproporcional consumo de coletor pelas partículas finas que conduz a uma cobertura hidrofóbica superficial incompleta das partículas grossas.

Quando no material a ser flotado a proporção de finos é grande, a elevada cobertura hidrofóbica requerida pelas partículas mais grossas para flotação pode não ser atingida. Deste modo, a recuperação alcançada será menor em relação àquela atingida se as partículas estivessem com uma completa e adequada cobertura.

Os primeiros sinais da deficiência de coletor ou ativador, de um excesso de depressor, ou ainda, de um pH desfavorável, são mostrados pela diminuição na taxa de flotação de partículas grossas. TRAHAR (1981) mostrou que a adição de coletor tem um grande efeito na recuperação, principalmente de grossos. Para pequenas adições de coletor, a região de máxima flotabilidade é estreita e está localizada em tamanhos pequenos. Conforme a quantidade de coletor aumenta, a faixa de tamanho onde a recuperação é máxima pode se tornar progressivamente mais ampla, bem como a fronteira entre partículas intermediárias e grossas pode mudar para tamanhos mais grossos. Um filme monomolecular completamente adsorvido na superfície mineral é requerido para flotar minerais mais grossos, o que não é necessário para finos (GAUDIN, 1927 *apud* TRAHAR, 1981).

BRAVO *et al.* (2005) investigaram o efeito do tamanho de partícula na flotação de ouro e de sulfeto em célula. Os resultados evidenciaram que é possível alcançar altas recuperações de partículas mais grossas, permitindo uma diminuição no tempo de moagem. Para uma flotação de partículas grossas e de tamanhos intermediários mais eficiente, foi necessário uma dosagem de coletor mais elevada, a fim de obter um grau de cobertura hidrofóbica maior nas partículas, favorecendo a estabilidade do agregado partícula-bolha.

Na flotação de agregados de partículas grossas (que pode ser interpretado como uma partícula grossa) a probabilidade de colisão provavelmente aproxima-se de 1 porque a bolha formada é pressionada contra o leito de partículas e de agregados de partículas. Entretanto, a estabilidade do conjunto agregado de partículas-bolha, é provavelmente reduzida de forma significativa, devido ao aumento da inércia (DRZYMALA, 1999).

Partículas grossas desestabilizam a espuma devido a sua massa. Segundo MOUDGIL e GUPTA (1989), a baixa recuperação de partículas grossas é devido à:

- ❖ pobre transporte de partículas da polpa para a espuma nesta faixa de tamanho;
- ❖ rápida drenagem de partículas da espuma para a polpa.

Estas limitações podem ser superadas pela adequada modificação das propriedades da espuma. Esta mudança na espuma pode ser alcançada com a ajuda de substâncias químicas (como os espumantes e coletores) e com a adição de partículas finas, permitindo assim, aumentar a recuperação nesta faixa de tamanho. Sugestões para alcançar alta eficiência de fosfatos grossos (MOUDGIL e GUPTA, 1989):

- ❖ hidrodinâmica do equipamento: mistura e tempo de residência adequados na polpa, e uma apropriada velocidade de ascensão do líquido. O tempo de residência influencia na probabilidade de colisão entre partícula e bolha.
- ❖ adição de espumante: os espumantes podem modificar as propriedades da química da superfície das partículas e bolhas, afetando a estabilidade do agregado partícula-bolha. Deste modo, decresce a taxa de drenagem de partículas grossas da espuma para a fase polpa podendo conduzir a um aumento na recuperação de partículas grossas;
- ❖ adição de partículas finas: a presença ou ausência de finos na alimentação influencia na formação da espuma. A quantidade e o tamanho de partículas, bem como a hidrofobicidade delas, são os principais fatores que governam o comportamento da espuma em presença de finos. Geralmente mudanças na espuma são atribuídas a modificação da viscosidade superficial pela adição de finos. Estudos mostram que a presença de finos melhora a eficiência da espuma e por isso eleva a recuperação de frações grossas. Mas há uma quantidade ideal, pois, um excesso de cobertura de finos na superfície das bolhas pode ser um obstáculo à anexação de partículas (grossas) às bolhas em uma amplitude que a recuperação dos grossos cai;
- ❖ emulsificação do coletor: considerando a utilização de *tall oil* (ácido graxo) e de mistura de óleos combustíveis como coletores para flotar apatita de sílica, emulsificação do coletor pode influenciar na recuperação.

A presença de espumantes não apenas pode facilitar o transporte de partículas grossas da polpa para a camada de espuma, como também, pode reduzir a taxa de drenagem da espuma para a polpa.

2.7.3.3 - Tamanho Máximo de Partículas Flotáveis

O tamanho máximo de um mineral recuperável por flotação depende principalmente de dois fatores: da reduzida estabilidade do agregado partícula-bolha, devido ao peso da partícula e da limitada capacidade da bolha de carrear partículas grandes para a superfície da polpa (LINS e ADAMIAN, 1991). O tamanho máximo de partícula flotável diminui para minerais mais densos (DOBBY e FINCH, 1987).

A força de ruptura do agregado partícula(s)-bolha, causada pelo peso de partículas aderidas individualmente ou pelo peso de agregados de partículas, influencia no tamanho máximo de partículas flotáveis, diminuindo este valor (DRZYMALA, 1999).

DRZYMALA (1999) apresentou modelos para o diâmetro máximo de partículas flotáveis em função, por exemplo, da tensão superficial da água, das densidades da partícula e da água, do raio da bolha, da aceleração gravitacional e indiretamente da hidrofobicidade. As equações citadas são complexas e podem ser simplificadas chegando a modelos mais simples.

Segundo LINS e ADAMIAN (1991), é sugerido na literatura que a despeito da dificuldade de se obter modelos teóricos apropriados à previsão da granulometria máxima de flotação, pouco esforço tem sido realizado para determinar o tamanho limite de flotação da partícula. Consequentemente, a indústria opera com granulometria muito menor do que aquela teoricamente possível. Verificaram que o tamanho máximo de partícula de ouro recuperado experimentalmente em célula de forma eficiente apresentou concordância com o previsto por equações que não consideram as condições de turbulência no interior da célula. De acordo com NGUYEN (2003), nas últimas décadas aconteceram avanços na análise das forças que influenciam a estabilidade e a quebra do agregado partícula-bolha.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 – Fluxograma do Trabalho

A Figura 3.1 apresenta um fluxograma das etapas do trabalho realizado. De forma resumida, foram realizados dois estudos distintos. Primeiro, efetuou-se um trabalho de flotação por ar disperso e, a partir da análise dos resultados (pior desempenho para finos), realizou-se um estudo de flotação por ar dissolvido. Para tal, foram obtidas duas amostras de minério. Uma grossa e outra fina. Para a etapa de flotação por ar disperso, a amostra grossa foi fracionada em três faixas de tamanho. Na segunda fase do trabalho (FAD) avaliou-se a segunda amostra coletada, ou seja, a fina. A descrição detalhada de cada etapa é apresentada ao longo deste capítulo.

3.2 – Obtenção do Minério Fosfático

Neste estudo as amostras de minério fosfático analisadas foram provenientes do complexo carbonatítico do Barreiro em Araxá em Minas Gerais, pertencente ao parque industrial da Vale Fertilizantes. O complexo industrial instalado junto à jazida conta com unidades para a lavra do minério, o beneficiamento da rocha fosfática e a fabricação de alguns tipos de fertilizantes a partir dos concentrados apatíticos obtidos. O beneficiamento da rocha fosfática é realizado por meio dos processos de cominuição, classificação, separação magnética, deslamagem, concentração por flotação, espessamento e filtragem.

Foram obtidas duas diferentes amostras, utilizadas cada uma, apenas em uma das duas distintas etapas do estudo. As amostras fornecidas pela Vale Fertilizantes foram coletadas na usina de concentração da empresa. A flotação industrial da Vale é realizada em duas condições de tamanho de partícula de minério, obtidas por ciclonagem, isto é, um circuito que flota uma fração de grossos e um outro circuito que processa finos. A coleta de uma das amostras foi em uma posição que corresponde à alimentação do circuito de grossos (chamada aqui de AG) de flotação em coluna da apatita e segunda amostra pertencia à alimentação do circuito de colunas que flota finos naturais (denominada neste estudo de AFN).

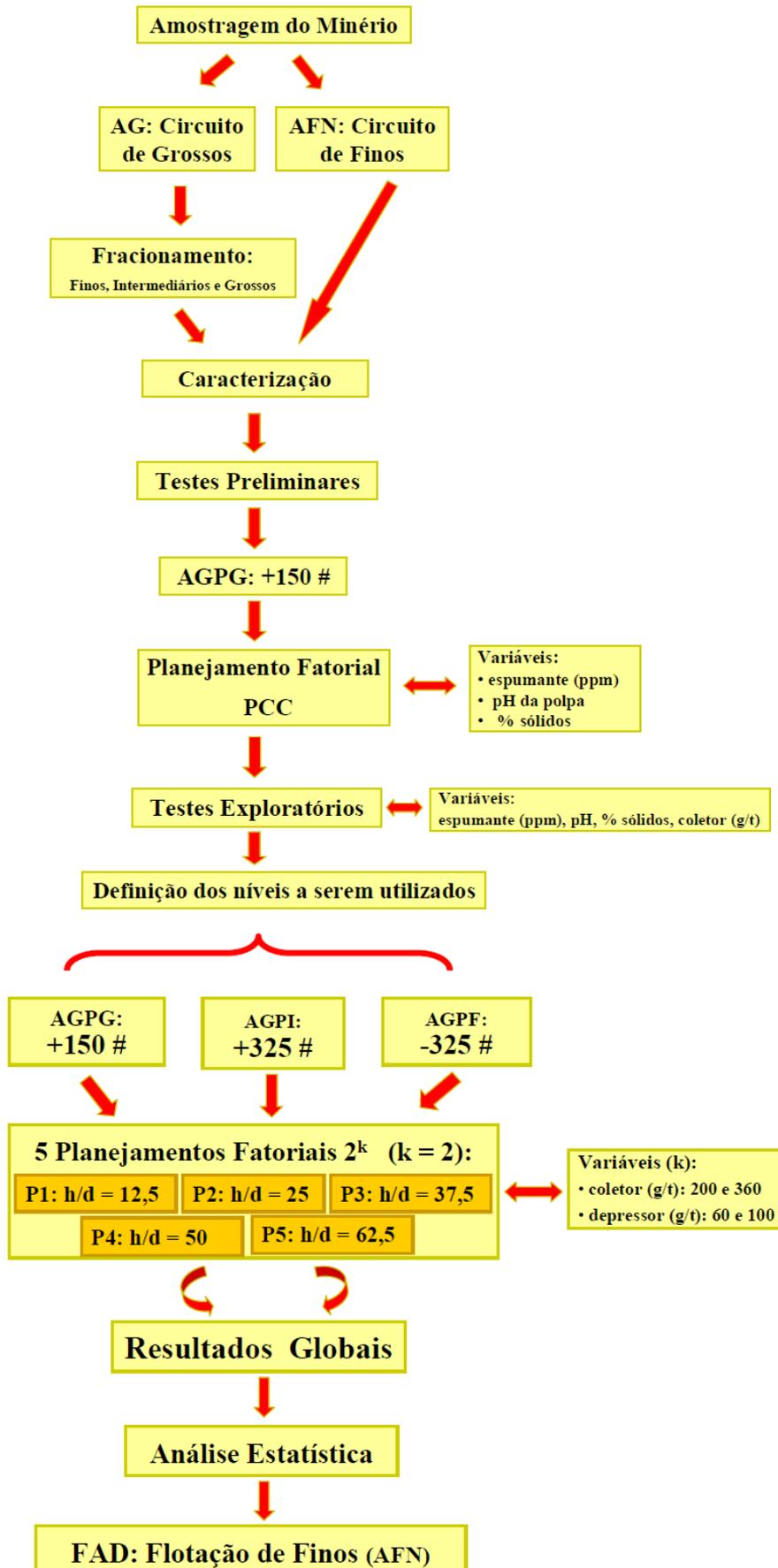


Figura 3.1 – Fluxograma do trabalho

O minério foi transportado para o Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento, do grupo de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia (FEQUI/UFU), local onde os ensaios de flotação foram conduzidos.

3.3 – Preparação das Amostras de Minério

Para realizar a flotação fracionada com uma avaliação mais ampla da influência da dimensão da partícula, a amostra inicial referente ao circuito de grossos foi separada, por peneiramento por via úmida, em três novas frações granulométricas. Nesta separação por tamanho de partícula foi empregado um conjunto de peneiras da série Tyler (Tabela 3.1). As frações obtidas foram denominadas, de acordo com a amostra do circuito de grossos peneirada e com a malha utilizada, em fração grossa (AGPG), intermediária (AGPI) e fina (AGPF).

Tabela 3.1- Faixas de tamanho das partículas do minério

Amostra	Malhas - Escala Tyler (Mesh)	Abertura da Peneira (mm)
AGPG	- 48 # + 150 #	- 0,297 + 0,105
AGPI	- 150 # + 325 #	- 0,105 + 0,044
AGPF	- 325 #	- 0,044

Após peneirar as amostras de minerais obtidas nos três intervalos de tamanho (assim como, a amostra referente ao circuito de finos) foram secadas, homogeneizadas, quarteadas, identificadas e armazenadas para o desenvolvimento do trabalho.

3.4 - Caracterização das Amostras de Alimentação da Flotação

A amostra proveniente do circuito de grossos (AG) foi o foco inicial do trabalho. As três frações de tamanho de partícula (AGPG, AGPI e AGPF) obtidas a partir desta amostra foram caracterizadas granulometricamente, quimicamente e mineralogicamente. Além disso, determinou-se a densidade real destas amostras por picnometria com deslocamento de gás hélio, por meio do picnômetro modelo Accupyc 1330 da Micromeritics. A amostra utilizada no estágio seguinte do trabalho, isto é, o minério oriundo do circuito de finos (AFN) passou por caracterização granulométrica e química.

3.4.1 – Caracterização Química

Para determinar o parâmetro de separação dado pela recuperação do mineral de interesse é necessário o conhecimento da composição da amostra de alimentação. Ademais, a do teor inicial é importante para se determinar o quão concentrado foi o mineral desejado.

A composição química das amostras de alimentação foi identificada por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) em um laboratório da Vale Fertilizantes em Araxá/MG, utilizando um espectrômetro Philips.

A fluorescência de raios-X é uma poderosa técnica semi-quantitativa. Permite qualitativamente identificar os elementos químicos presentes na amostra e também quantitativamente, estabelece a proporção em que cada elemento se encontra presente.

3.4.2 - Caracterização Mineralógica: Identificação dos Minerais

Segundo NEUMANN *et al.* (2004), a caracterização mineralógica engloba a identificação dos minerais de minério e de ganga e a sua quantificação (verificação da liberação do mineral). A identificação das fases minerais consiste em uma etapa que é imprescindível dentro da caracterização tecnológica e para tal, a indústria da mineração dispõe de uma variada gama de técnicas analíticas para a identificação dos minerais, sendo as mais difundidas a difratometria de raios-X e as microscopias óptica e eletrônica de varredura.

A difração de raios-X (DRX) foi utilizada como uma ferramenta de identificação da mineralogia principal das frações granulométricas de fosfato utilizadas no primeiro estágio do trabalho (AGPG, AGPI e AGPF). As análises foram realizadas em um laboratório do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN/CNEN) em Belo Horizonte/MG, utilizando-se difratômetro de raios-X de fabricação Rigaku, modelo Geigerflex, semi-automático, com monocromador de cristal de grafita curvo e tubo de cobre. Na Tabela 3.2 são apresentadas as condições de operação ajustadas no equipamento.

Tabela 3.2 – Condições de operação do difratômetro de raios-X

Parâmetro	Operação
fator de escala	8×10^3
constante de tempo	0,5 s
velocidade do registrador	40 mm/mim
velocidade do goniômetro	$8^\circ 2\theta/\text{min}$
intensidade de corrente	30 mA
tensão	40 KV

Além da identificação qualitativa da composição mineralógica (apatita e principais minerais de ganga associados) por DRX, utilizou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura (SEM ou MEV) acoplada à técnica de microanálise química por espectrometria de energia dispersiva (EDS ou EED) para caracterizar as frações grossa, intermediária e fina investigadas inicialmente.

A aplicação de MEV/EDS permite análises microquímicas semi-quantitativas pontuais e a observação de características microestruturais, isto é, possibilita definir a composição elementar e, conseqüentemente, a espécie mineral presente.

O estudo ao microscópio eletrônico de varredura/microsonda eletrônica (MEV/EDS) foi feito com o objetivo de contribuir com um detalhamento das fases presentes identificadas, bem como identificar fases mineralógicas minoritárias no minério fosfático a partir de lâminas delgadas polidas de grãos de cada fração granulométrica. As lâminas polidas de partículas foram preparadas misturando-se cerca de 3 g do material com uma resina sintética, seguido de seu desbaste até atingir a espessura de aproximadamente 0,03 mm.

O microscópio eletrônico utilizado foi o equipamento da marca JEOL, modelo JSM-5410 pertencente ao Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais em Belo Horizonte/MG. As microanálises químicas foram obtidas através do equipamento da marca Noran, modelo TN-M3055, composto de EDS – espectrometria energia dispersiva, acoplado ao MEV, que permite a detecção de todos os elementos de número atômico igual ou superior ao boro.

3.4.3 – Caracterização Granulométrica

Para as três faixas de tamanho nas quais a amostra coletada no circuito de grossos foi separada (AGPG, AGPI e AGPF), assim como, para o minério do circuito de finos (AFN), foram obtidas as distribuições de tamanho de partícula da alimentação, por meio da técnica de difração de raios *laser*, utilizando o equipamento analisador de tamanho de partícula Malvern Mastersizer Microplus MAF 5001[®]. A análise foi realizada em um laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

A velocidade da rotação foi de 2500 rpm, o suficiente para homogeneizar a amostra, e ao mesmo tempo evitar excesso de turbulência (bolhas). A fim de evitar a presença de aglomerados de partículas durante as análises, era feito a aplicação de um banho ultra-sônico (durante 30 s) e de um dispersante. Este procedimento prévio serviu para romper e evitar a

formação de possíveis aglomerados de partículas presentes na amostra, os quais poderiam provocar distorções na medida.

Para cada análise, a amostra era diluída em um béquer com água e solução de hexametáfosfato de sódio (dispersante) em um volume aproximado de 500 mL. A concentração aproximada de dispersante foi de 1 g/L de suspensão.

Feito isto, realizava-se a aquisição da distribuição granulométrica do material particulado em suspensão, mediante o uso do *software* do equipamento analisador de tamanho de partícula. Ao término de cada análise, o *software* fornecia os dados da distribuição granulométrica na forma de diâmetros de partículas e suas correspondentes frações volumétricas acumulativas.

Com as informações da distribuição granulométrica foi feita uma regressão não linear utilizando o *software* STATISTICA[®] 7.0, estimando assim, os parâmetros do modelo de distribuição de tamanho de partícula Rosin-Rammler-Bennett (RRB), dado pela Equação 3.1. No modelo, d_p é o diâmetro das partículas, X é a fração acumulativa e $d_{63,2}$ e n os parâmetros estimados.

$$X = 1 - \exp \left[- \left(\frac{d_p}{d_{63,2}} \right)^n \right] \quad (3.1)$$

3.5 - Reagentes

Os reagentes de flotação atuam executando funções específicas por meio da manipulação da química da polpa, promovendo uma modificação seletiva na superfície dos minerais, de modo a afetar e induzir as propriedades de hidrofobicidade e hidrofiliidade, possibilitando seletividade na separação.

Para os ensaios de flotação, coletor e depressor utilizados foram fornecidos pela Vale Fertilizantes de Araxá/MG. Os agentes químicos utilizados foram:

- ❖ coletor: reagente natural do tipo ácido graxo, preparado em uma reação de saponificação de óleo de soja;
- ❖ depressor: fubá de milho gelatinizado, obtido em uma reação com NaOH a 10% e água;
- ❖ espumante: um poliglicol (M537 - produto comercial fabricado pela Nalco) utilizado diluído em água e apenas na primeira bateria de experimentos (testes preliminares);
- ❖ regulador de pH: solução de hidróxido de sódio a 10 %.

3.5.1 – Saponificação do Óleo de Soja

A reação de saponificação do óleo de soja era realizada seguindo os procedimentos descritos a seguir (OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005).

Primeiramente, pesava-se 5 g de óleo de soja em um béquer e verificava-se a presença de sedimentos. Em caso positivo, o óleo era aquecido até a temperatura de 60 °C. Então, em outro béquer, pesava-se 7,85 g de água de processo e, em um terceiro béquer, pesava-se a quantidade 180 g de água de processo. Em seguida, eram pesados 7,15 g de solução de NaOH a 10 %. Depois os 7,85 g de água eram acrescentados à solução de NaOH.

Na sequência, o béquer contendo o óleo de soja e o béquer contendo a água e a solução de NaOH eram colocados sobre um tripé com uma manta de amianto para posterior aquecimento com o bico de Bunsen. Então, ajustava-se a hélice do agitador mecânico dentro do béquer contendo o óleo. Introduzia-se um termômetro dentro dentro de cada béquer e acendia-se a chama do bico de Bunsen, aquecendo, cautelosamente, até a temperatura de 65 °C. Atingindo esta temperatura, a solução de NaOH era adicionada ao béquer contendo o óleo e o líquido era aquecido rapidamente à temperatura de 70 °C, mantendo-se a temperatura constante durante 15 min sob agitação constante (1462 rpm).

Decorrido este tempo, a chama do bico de Bunsen era apagada e a água de diluição (180 g) adicionada ao produto da reação. Enfim, a solução do coletor era misturada com o agitador mecânico durante 10 min de forma constante (1614 rpm). A concentração da solução de sabão de óleo de soja era de 2,5 %.

3.5.2 – Gelatinização do Fubá de Milho

A obtenção do fubá de milho gelatinizado ocorria por meio da adição de hidróxido de sódio sob agitação. O procedimento utilizado nesta reação de gelatinização é mostrado a seguir (OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005).

Primeiramente, eram pesados 5 g de fubá de milho, 45,0 g de água de processo e uma quantidade de 104,16 g de água de processo em três diferentes bequeres. Depois, em outro recipiente, eram pesados 12,5 g de solução NaOH a 10%.

Na sequência, misturava-se a quantidade de 45 g de água de processo ao fubá de milho, promovendo a dissolução do milho na água, utilizando-se o agitador mecânico em uma rotação mínima (147 rpm) durante 3 min. Em seguida, era adicionada a quantidade de 12,5 g da solução de NaOH a 10%, sendo a suspensão agitada (1462 rpm) durante um tempo de

10 min, com agitador mecânico. Por fim, era adicionado a quantidade de 104,16 g de água à solução, mantendo-se a agitação (1614 rpm) durante mais 10 min. A concentração da suspensão do depressor era de 3 % (em peso).

3.6 – Condicionamento do Minério

Num procedimento anterior à alimentação do equipamento flotor, efetuou-se o condicionamento do minério, no qual as partículas minerais entram em contato com os reagentes. Esta etapa visou inibir a adsorção do coletor sobre a superfície da ganga (mantendo-a hidrofílica) e induzir hidrofobicidade à apatita.

A polpa minério-reagentes-água era preparada sob sistema de agitação, com adição das quantidades definidas dos agentes químicos a um béquer apropriado contendo o minério em uma determinada concentração em água. Durante o preparo da polpa, primeiro, para modular a coleta de partículas indesejáveis, adicionava-se o depressor, que era adsorvido seletivamente sobre a superfície dos principais minerais de ganga, que permanecia hidrofílica. Desta forma, diminui-se uma posterior interação destas espécies com o coletor. Na sequência, adicionava-se o coletor (e o espumante, utilizado apenas nos testes preliminares) que era adsorvido sobre a superfície da apatita. Assim, o coletor tornava a apatita hidrofóbica, propriedade necessária para posterior adesão a uma bolha de ar e coleta seletiva na coluna de flotação. O controle do pH foi feito de modo cauteloso. Ao final da etapa de condicionamento da polpa, o valor do pH era ajustado e mantido conforme o estabelecido pelo planejamento.

O minério era condicionado com os reagentes de acordo com o procedimento citado a seguir (OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005). Uma vez que foi variada a concentração de sólidos, no primeiro planejamento executado, os volumes de água e a massa de minério foram diferentes dos valores descritos a seguir, porém, o procedimento foi o mesmo.

Primeiro, eram colocados 225 mL de água de processo em um béquer, 1700 mL em outro béquer e 225 mL em uma pisseta. As massas do depressor e do coletor, requeridas de acordo com as dosagens definidas no planejamento experimental, eram pesadas em diferentes béqueres, bem como 340 g do minério.

Em seguida, uma hélice adequada era inserida no agitador e este era colocado em um béquer de 2 L juntamente com a referida massa do minério e 225 mL de água de processo. Montou-se então o suporte universal com a bureta contendo a solução de NaOH a 10 %. Após o início da mistura da suspensão (agitador IKA Labortechnik RW20.n) com rotação em torno

de 1614 rpm, por meio da adição da solução de NaOH contida na bureta, ajustava-se o pH a um valor próximo ao definido pelo planejamento, monitorando-se o pH neste valor durante 5 min. As leituras de pH foram realizadas em um medidor pH-metro Tecnal, acoplado a um eletrodo combinado de vidro.

Após 5 min, o depressor era adicionado à suspensão, de forma completa, enxaguando-se o béquer com água contida na pisseta. A agitação da suspensão era mantida durante 5 min, com o controle do pH no valor estabelecido para o experimento.

Decorrido este tempo, era feita a adição do coletor, enxaguando-se o béquer com água da pisseta. Continuava-se agitando a suspensão durante 5 min, mantendo-se o pH.

Por fim, a água de diluição (1700 mL) foi adicionada à polpa, aumentou-se a velocidade do agitador (aproximadamente 2000 rpm) e o pH da polpa diluída foi ajustado.

Uma vez que o condicionamento foi feito, a polpa era alimentada na coluna.

3.7 - Descrição do Equipamento e da Unidade Experimental: Flotação por Ar Disperso

Para a execução dos experimentos de flotação em coluna convencional foi utilizada a unidade experimental montada em um laboratório de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU. As Figuras 3.2 e 3.3 apresentam um esquema e uma foto da unidade experimental, respectivamente.

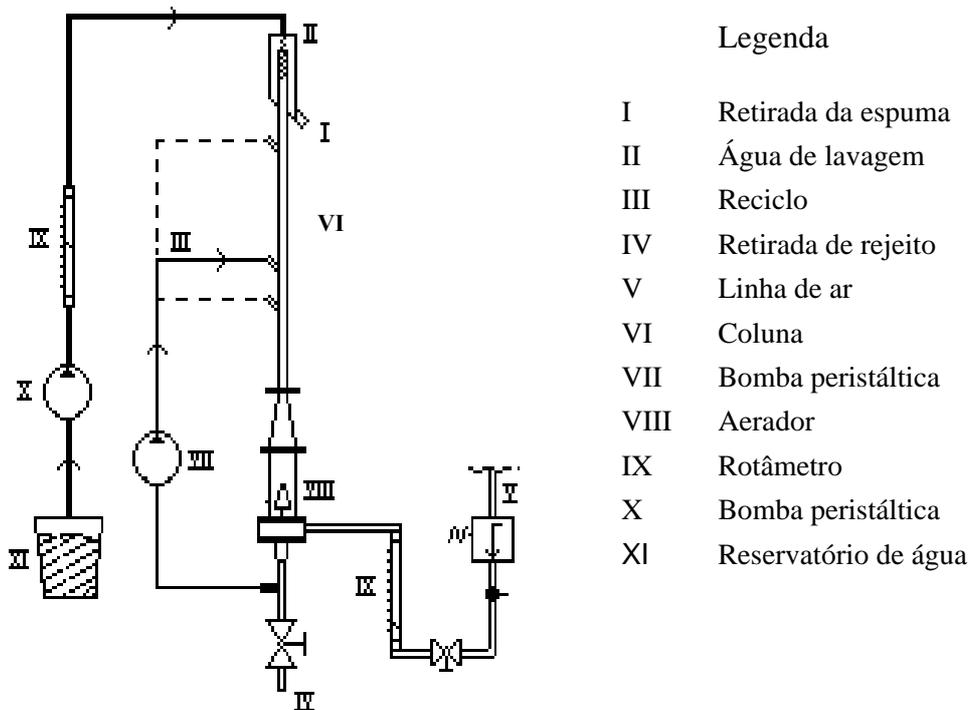


Figura 3.2 – Esquema detalhado da unidade experimental



I	Despejo da espuma	II	Chuveiro (água de lavagem)	III	Reciclo
IV	Descarga do rejeito	V	Aerador	VI	Coluna de flotação
VII	Bomba peristáltica do reciclo	VIII	Bomba peristáltica da água de lavagem	IX	Rotômetro da água de lavagem
X	Rotômetro do ar comprimido	XI	Filtro de ar	XII	Coleta do concentrado

Figura 3.3 – Unidade experimental de flotação por ar disperso

O equipamento em escala de bancada utilizado na realização deste trabalho consiste numa coluna (tubo cilíndrico disposto na vertical) modular, que permite a variação da altura total pela simples adição ou retirada de módulos. Para facilitar a observação visual do processo, principalmente a interface entre zona de coleta e zona de espuma (fator determinante para o término de cada batelada), a coluna de flotação foi construída em acrílico. O equipamento possui altura total (incluindo o módulo de aeração na base) que variava de 0,80 a 2,80 m e 0,04 m de diâmetro interno (fixo), sendo que o módulo aerador tem 0,30 m de altura e 0,09 m de diâmetro. No topo da coluna sempre fica o módulo com despejo no qual a

espuma é removida, seguindo por gravidade até um reservatório. Doravante, na continuação do trabalho, a dimensão altura da coluna se refere à região do equipamento com diâmetro interno de 0,04 m, ou seja, o termo altura da coluna não considera o módulo de aeração e apresenta uma medida entre 0,5 e 2,5 m (que corresponde a 5 módulos de 0,5 m de comprimento cada).

A vazão de ar era suprida por uma linha de ar comprimido e ajustada pela manipulação do rotâmetro de ar. Na parte inferior da coluna foi acoplado um dispositivo cônico poroso (aerador) constituído de partículas finas de bronze sinterizadas, que promovia a distribuição do ar.

Para melhorar o contato em sentido contracorrente de partículas hidrofóbicas e bolhas de ar, a operação era realizada com carga circulante. Deste modo, os minerais alimentados eram suspensos, assegurando a passagem de todas as partículas pela zona de coleta. O reciclo era realizado a 0,50 m da base da coluna, por meio de um tubo ligado a uma bomba peristáltica que fazia a captação do rejeito na base inferior da coluna, recirculando-o para a posição superior.

Um chuveiro, ou seja, um lavador de espuma adicionava a água de lavagem. Este dispositivo consiste em um tubo (0,003 m de diâmetro) de cobre conectado à linha de água e fixado no topo da coluna. A água de lavagem era alimentada neste lavador por meio de uma bomba peristáltica.

As medidas da vazão do ar e da água de lavagem eram feitas, de forma contínua, com rotômetros previamente calibrados, enquanto a vazão da carga circulante era ajustada em teste específico.

3.8 - Operação da Coluna de Flotação por Ar Disperso

O estudo experimental de flotação foi realizado com o equipamento funcionado em operação descontínua. A operação da flotação em batelada é usada extensivamente para investigar os efeitos de vários parâmetros que influenciam no desempenho da separação. Isto ocorre principalmente porque os testes em batelada podem ser realizados rapidamente e é uma maneira de avaliar a resposta da flotação mineral, em diferentes condições de operação com menor custo (MATHE *et al.*, 2000).

Antes do início de cada teste, alguns procedimentos preliminares eram realizados. Primeiramente, verificava-se o suprimento de ar manipulando o rotâmetro de ar e, então, a vazão de ar era ajustada em 40 L/h (valor mantido durante a alimentação em todos os testes).

Em seguida, a bomba peristáltica da água de lavagem era ligada para verificar o seu funcionamento e eliminar o ar da tubulação. Variava-se a velocidade da bomba para verificar o funcionamento do rotâmetro. Então, a vazão de água era ajustada ao valor requerido. Ainda antes da alimentação da polpa, a bomba peristáltica do reciclo era ligada, e a sua vazão era calibrada coletando água passando na linha de reciclo durante 1 min numa proveta de 1 L. Encontrada e marcada no controlador da bomba a posição que fornecia o valor desejado, a vazão da carga circulante era ajustada a 1,5 L/min (valor mantido durante a alimentação em todos os testes), para evitar entupimentos. Por fim, a água da coluna era descarregada e a válvula de descarga fechada. Os recipientes para a coleta do produto de fundo e do concentrado eram colocados nas posições adequadas.

Realizado este procedimento prévio então, manualmente e com o auxílio de um funil e uma pisseta contendo em torno de 225 mL de água, a polpa previamente condicionada era alimentada no topo da coluna. Uma vez que a polpa era transferida do béquer para a coluna, o funil e o béquer eram enxaguados com o restante da água contida na pisseta. Após a alimentação de todo minério, as vazões do reciclo e do ar, eram levadas aos valores pré-estabelecidos no planejamento. Quando a superfície da espuma atingia a posição de 25 cm do nível de transbordo, o chuveiro era ligado a fim de promover a lavagem da espuma.

O material flotado removido da coluna no módulo com despejo, por ação da gravidade seguia para o balde de coleta do concentrado. Quando a interface polpa-espuma atingia o topo da coluna, a válvula de descarga era aberta encerrando-se o teste. A polpa restante na coluna era coletada no balde como rejeito. A coluna era enxaguada com água, coletando-se o material residual do concentrado e do rejeito, nos seus respectivos reservatórios.

Nos testes de flotação colunar convencional, bem como na preparação dos reagentes e no condicionamento da polpa, no estágio do trabalho que utilizou a amostra de minério AG, foi utilizada água de processo oriunda da usina de concentração da Vale Fertilizantes, em Araxá/MG. Na etapa seguinte do trabalho (FAD) foi utilizado água de abastecimento público.

3.9 - Caracterização Química dos Produtos da Flotação

Após sedimentação dos produtos da flotação por aproximadamente 12 h, o excesso de água contida nos reservatórios era retirado cautelosamente, e o sólido transferido para cápsulas de evaporação de porcelana com bico, previamente identificadas. As cápsulas com o concentrado e com o rejeito eram levadas para uma estufa a uma temperatura de 110 °C

durante 24 h. Decorrido este tempo, as cápsulas, já secas, eram retiradas da estufa. Após o resfriamento até temperatura ambiente durante aproximadamente 30 min, determinava-se a quantidade em massa dos produtos. A determinação da massa de flotado e de rejeito era feita pela diferença entre o peso das cápsulas contendo os produtos já secos e a tara das cápsulas. Na sequência, o material era transferido aos sacos de plástico já com identificação do referente teste.

A determinação do teor das espécies químicas presentes nas amostras foi realizada utilizando-se o espectrômetro de fluorescência de raios-X no Laboratório de Análises da Vale Fertilizantes em Araxá/MG.

Além da determinação da indentificação da composição química, os produtos da flotação foram caracterizados granulometricamente.

3.10 - Planejamento Experimental: Flotação por Ar Disperso

O planejamento das condições experimentais deste estudo foi realizado utilizando a técnica do planejamento fatorial de experimentos (BOX *et al.*, 1978). O planejamento de experimentos é uma abordagem sistemática e rigorosa para solução de problemas de engenharia, que aplica princípios e técnicas à etapa de coleta de dados, de modo a assegurar a geração de conclusões válidas e exatas (XIAO e VIEN, 2004). Uma das principais razões para a utilização do planejamento fatorial de experimentos é a abrangente investigação das condições ótimas das variáveis e de seus efeitos nas respostas do processo, e a obtenção de rigorosos modelos estatísticos e, conseqüentemente, de modelos não lineares multivariáveis (ÇILEK e YILMAZER, 2003). A combinação desta técnica com a metodologia de superfície de resposta é adequada para a predição do desempenho da flotação (ASLAN e FIDAN, 2008).

3.10.1 – Testes Preliminares

SANTANA (2007) em um estudo do efeito da granulometria no rendimento da flotação com uma amostra de minério mais fracionada (sete faixas de tamanho) verificou que, entre as faixas de tamanho analisadas, nas duas frações de tamanho de partículas mais finas (-325 # +400 # e -400#) houve dificuldade em obter teores de fósforo satisfatórios e que, para os três intervalos de tamanho de partículas grossas (-48 # +65 #, -65 # +100 # e -100 # +150 #), a recuperação de apatita foi inferior ao desejado. Baseado nos resultados e nas condições investigadas neste trabalho, e em função da maior quantidade de material

disponível na primeira amostra analisada ser de minério na granulometria -48 # +150 # (AGPG), optou-se em estudar, nos testes preliminares, esta faixa de tamanho com partículas maiores. Foram investigadas variáveis documentadas na literatura como possíveis contribuintes para aumentar a recuperação de grossos e, também, variáveis amplamente relatadas por apresentarem efeito no desempenho do processo de flotação, e que ainda não haviam sido estudadas nos trabalhos prévios de flotação colunar da apatita na FEQUI/UFU.

Estes ensaios visaram a obter resultados satisfatórios para a recuperação de grossos, assim como, verificar a operabilidade da coluna e da unidade, recém-montadas. Os testes conduzidos nesta etapa serviram também para definir, juntamente com os trabalhos anteriores (QUEIROZ, 2003; OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005; SANTANA, 2007; SANTOS, 2010) de flotação da FEQUI/UFU, os valores do conjunto de fatores químicos e operacionais a serem fixados na posterior análise do efeito da granulometria e da geometria da coluna.

Foi elaborado um planejamento composto central (PCC). As variáveis e os níveis estudados estão apresentados nas Tabelas 3.3. As demais condições utilizadas na realização deste PCC podem ser observadas na Tabela 3.4.

Tabela 3.3 - Planejamento preliminar: PCC para a fração grossa +150 #

Teste	Porcentagem de sólidos (%) (x_1)	Valor de pH (x_2)	Concentração de espumante (ppm) (x_3)	x_1	x_2	x_3
1	24	11,5	200	+1	+1	+1
2	24	11,5	100	+1	+1	-1
3	24	9,0	200	+1	-1	+1
4	24	9,0	100	+1	-1	-1
5	14	11,5	200	-1	+1	+1
6	14	11,5	100	-1	+1	-1
7	14	9,0	200	-1	-1	+1
8	14	9,0	100	-1	-1	-1
9	19	10,3	150	0	0	0
10	19	10,3	150	0	0	0
11	13	10,3	150	-1,287	0	0
12	25	10,3	150	+1,287	0	0
13	19	8,6	150	0	-1,287	0
14	19	11,9	150	0	+1,287	0
15	19	10,3	86	0	0	-1,287
16	19	10,3	214	0	0	+1,287

Ainda nesta etapa preliminar, após a análise dos resultados do PCC, foram realizados outros testes buscando explorar a região onde os resultados foram melhores (efeito do pH e da porcentagem de sólidos), ou visando a identificar melhorias nos resultados com a adição do

espumante. No planejamento fatorial a dois níveis, Tabela 3.5, além das condições mostradas na Tabela 3.4, manteve-se a concentração de espumante em 200 ppm.

Tabela 3.4 – Condições operacionais fixas

Condição	Valor
Fração granulométrica	+150 #
Altura da coluna	1 m
Dosagem de depressor	100 g/t
Dosagem de coletor	360 g/t
Vazão de ar	80 L/h
Pressão da linha de ar	3 bar
Vazão de água de lavagem	0,15 L/min
Vazão de reciclo	0,50 L/min
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
Rotação no condicionamento	1614 rpm

Tabela 3.5 – Testes exploratórios para efeito da porcentagem de sólidos e pH

Teste	Porcentagem de sólidos (%) (x_1)	Valor de pH (x_2)	x_1	x_2
17	10	9	-1	+1
18	10	8	-1	-1
7	14	9	+1	+1
19	14	8	+1	-1

A Tabela 3.6 apresenta dois planejamentos fatoriais a dois níveis, nos quais avalia-se o efeito da concentração de espumante para menores dosagens de coletor (quando comparado ao nível deste reagente utilizado no PCC).

Tabela 3.6 – Efeito do espumante para baixas dosagens de coletor

Teste	Concentração de espumante (ppm) (x_3)	Dosagem de coletor (g/t) (x_4)	x_3	x_4
20	0	80	-1	-1
21	0	120	-1	+1
22	25	80	+1	-1
23	25	120	+1	+1
22	25	80	-1	-1
23	25	120	-1	+1
24	50	80	+1	-1
25	50	120	+1	+1
26	75	120	-	-
27	100	120	-	-
28	150	120	-	-

Também na Tabela 3.6, encontram-se três experimentos adicionais variando a concentração de espumante para uma dosagem de coletor de 120 g/t. Estes experimentos (Tabela 3.6) foram executados com pH em 9 e 14 % de sólidos na flotação, de acordo com os melhores resultados no efeito do pH e da concentração de sólidos. Com exceção da dosagem do coletor que foi variada, mantiveram-se os parâmetros da Tabela 3.4.

3.10.2 – Efeito do Tamanho de Partícula e da Relação entre Altura e Diâmetro da Coluna

A partir dos resultados dos experimentos preliminares e da análise de resultados obtidos em outros trabalhos (QUEIROZ, 2003; OLIVEIRA, 2004; SILVA, 2005; SANTANA, 2007; SANTOS, 2010), definiu-se as condições que foram fixadas no estudo do efeito da variação da altura (ou da relação entre a altura e o diâmetro) da coluna na flotação fracionada. Os níveis destas variáveis investigadas são mostrados na Tabela 3.7.

Tabela 3.7 – Efeito da gradunometria e da altura da coluna

Fração Granulométrica (#)			Relação entre Altura e Diâmetro da Coluna	Dosagem de Coletor (g/t) (x_4)	Dosagem de Depressor (g/t) (x_5)	x_4	x_5
-48 +150 (Grossa)	-150 +325 (Intermediária)	-325 (Fina)					
Teste	Teste	Teste					
29	49	69	0,50/0,04 = 12,5	200	60	-1	-1
30	50	70		360	60	+1	-1
31	51	71		200	100	-1	+1
32	52	72		360	100	+1	+1
33	53	73	1,00/0,04 = 25	200	60	-1	-1
34	54	74		360	60	+1	-1
35	55	75		200	100	-1	+1
36	56	76		360	100	+1	+1
37	57	77	1,50/0,04 = 37,5	200	60	-1	-1
38	58	78		360	60	+1	-1
39	59	79		200	100	-1	+1
40	60	80		360	100	+1	+1
41	61	81	2,00/0,04 = 50	200	60	-1	-1
42	62	82		360	60	+1	-1
43	63	83		200	100	-1	+1
44	64	84		360	100	+1	+1
45	65	85	2,50/0,04 = 62,5	200	60	-1	-1
46	66	86		360	60	1	-1
47	67	87		200	100	-1	+1
48	68	88		360	100	+1	+1

Para cada uma das três faixas (fina, intermediária e grossa) de tamanho de partícula foram analisadas cinco alturas de colunas, sendo que para cada dimensão do equipamento foi elaborado um planejamento fatorial a dois níveis, tendo como variáveis a dosagem de coletor e a dosagem de depressor.

Nestes planejamentos, as três frações granulométricas são referentes à primeira amostra de minério coletada e separada por tamanho (AGPG, AGPI e AGPF). As demais condições utilizadas na realização desta etapa do trabalho podem ser observadas na Tabela 3.8.

Tabela 3.8 – Condições operacionais fixas

Condição	Valor
Vazão de ar	80 L/h
Pressão da linha de ar	3 bar
Vazão de água de lavagem	0,15 L/min
Vazão de reciclo	0,50 L/min
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
Rotação no condicionamento	1614 rpm
Porcentagem de sólidos no condicionamento	60 %
Porcentagem de sólidos na flotação	14 %
pH	9

3.11 – Flotação por Ar Dissolvido

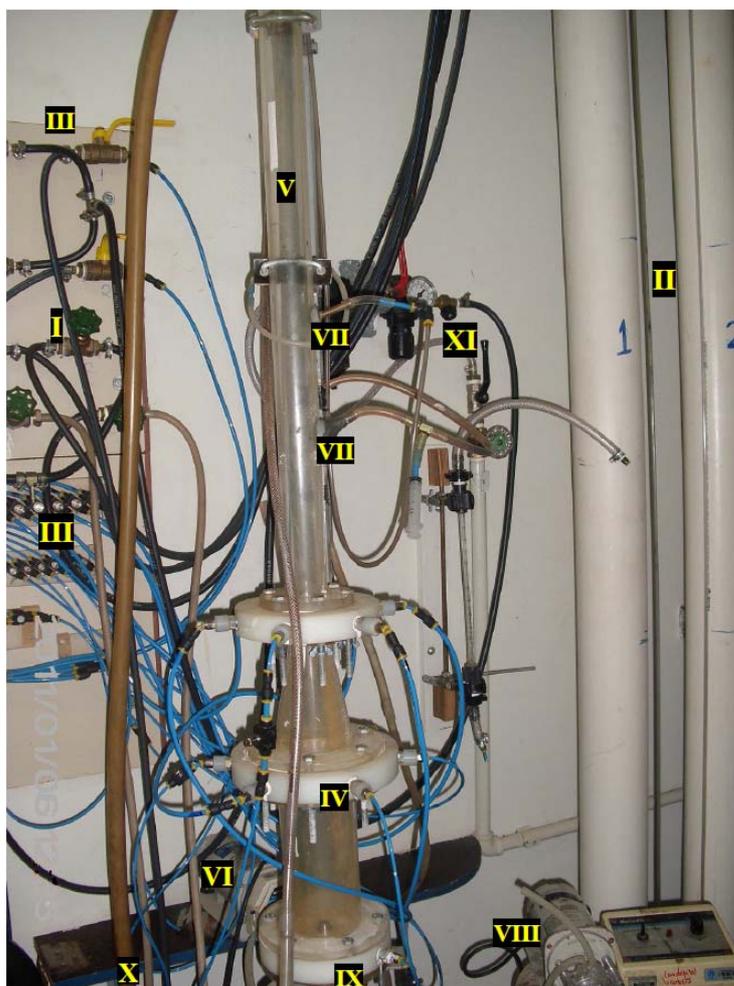
Após a realização dos experimentos (efeito da altura e da granulometria) na coluna de flotação convencional (por ar disperso), efetuou-se uma outra etapa, na qual foi avaliado o desempenho de uma coluna de flotação por ar dissolvido.

A unidade (montada na FEQUI/UFU) de flotação por ar dissolvido é mostrada na Figura 3.4. A coluna em acrílico, possui altura de 1,3 m (sendo que deste total, 0,3 m corresponde ao módulo de aeração) e diâmetro de 0,04 m (o módulo de aeração tem 0,09 m de diâmetro).

Além da coluna, a unidade experimental, contém dois tanques reservatórios (com volume útil de 6,3 L cada) para pressurização e solubilização do ar em água (elevada pressão) e armazenamento desta mistura de água saturada. A coluna operava com reciclo e água de lavagem, movimentados por meio de bombas peristálticas.

Primeiramente, água era saturada com o fornecimento de ar às duas câmaras de saturação, mantendo a pressão em torno de 5 atm. Feito isso, uma válvula era aberta,

permitindo o escoamento da corrente aquosa saturada a partir desta câmara, para o interior da coluna de flotação. Imediatamente antes de ser introduzida na coluna (sob pressão atmosférica), esta mistura ar e água ao passar pela constrição de escoamento (bico do tipo agulha de injeção) sofria a descompressão súbita e então, o ar precipitava na forma de microbolhas.



I	Válvulas de alimentação de água nas câmaras	II	Câmaras de saturação	III	Válvulas de alimentação da água saturada na coluna
IV	Bicos injetores da água saturada	V	Coluna de flotação	VI	Bomba peristáltica do reciclo
VII	Entrada do reciclo	VIII	Bomba peristáltica da água de lavagem	IX	Retirada do rejeito
X	Coleta do flotado	XI	Linha de ar comprimido		

Figura 3.4 – Unidade experimental de flotação por ar dissolvido

Na sequência, após a coluna estar preenchida com o volume determinado de água e microbolhas, iniciava-se o reciclo (corrente que, assim como a de água de lavagem era anteriormente calibrada com o uso de um cronômetro). Em seguida, a polpa previamente

condicionada, era alimentada no topo da coluna com o auxílio de um funil e uma pisseta e então, fornecia-se a água de lavagem da espuma. Feito isso, promovia-se novamente a aeração da polpa por meio da abertura da válvula da água saturada com ar. Uma vez que a interface polpa-espuma atingia o topo da coluna, a válvula de descarga era aberta e o teste finalizado. A polpa restante na coluna era coletada no balde como rejeito. Assim, rejeito e flotado (coletados em baldes) eram secados, pesados e enviados para análise, para a determinação dos parâmetros de separação.

Em função do problema amplamente reportado na literatura relacionado à dificuldade na recuperação de finos, neste estágio do trabalho, foi estudada a flotação da amostra AFN por ser mais fina quando comparada com a amostra AGPF.

Os reagentes e os procedimentos de preparação e condicionamento foram os mesmos descritos anteriormente.

Nos testes executados variaram-se as seguintes condições:

- ❖ pH da polpa no condicionamento: 9,0; 11,5;
- ❖ vazão de água de lavagem (L/min): 0; 0,15; 0,45;
- ❖ vazão de reciclo (L/min): 0,50; 1,0; 1,25;
- ❖ concentração de sólidos ao alimentar a coluna (%): 11,2; 12,0; 12,4; 13,5; 14,5;
- ❖ posição de entrada do reciclo na coluna em relação à base da coluna (cm): 60,5; 73,5; 110,0;
- ❖ posição do bico injetor da água saturada na coluna em relação à base da coluna (cm): 21; 39.

As demais condições utilizadas na realização deste estágio do estudo são mostradas na Tabela 3.9.

Tabela 3.9 – Condições operacionais fixas na FAD

Condição	Valor
Dosagem de coletor	120 g/t
Dosagem de depressor	900 g/t
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
Rotação no condicionamento	1614 rpm
Porcentagem de sólidos no condicionamento	60 %

3.12 – Rendimento da Flotação

A qualidade dos concentrados obtidos foi avaliada com base no teor de fósforo nos produtos da flotação, bem como, pela seletividade da separação da apatita em relação aos

principais minerais de ganga. Já a produtividade do processo para cada batelada foi determinada pela recuperação de apatita na massa flotada. Como mencionado anteriormente, são considerados satisfatórios os teores de P_2O_5 acima de 30-33 % (preferencialmente 33 %), e as recuperações maiores que 60 %.

A recuperação de apatita ($R_{apatita}$) nas amostras flotadas foi calculada de acordo com a Equação 3.2. Foi considerado o teor de óxido de cálcio para o cálculo da recuperação, devido ao fato de que o tipo coletor utilizado para concentrar o mineral apatita [$Ca_5(PO_4)_3F$] adsorve na superfície dos íons Ca^+ , coletando indiretamente o fósforo contido no mesmo mineral (OLIVEIRA, 2004; SANTOS, 2010).

$$R_{apatita} (\%) = \frac{M_F \cdot x_{CaO,F}}{M_A \cdot x_{CaO,A}} \times 100 \quad (3.2)$$

em que:

M : é massa (g);

x : é teor (%);

F : índice que indica flotado;

A : índice que indica alimentação.

A seletividade foi analisada para os principais minerais de ganga associados com a apatita, sendo encontrados em maior proporção, ou seja, a seletividade da apatita (P_2O_5) foi determinada em relação aos minerais de ferro (Fe_2O_3) e de silício (SiO_2). Eventualmente, dependendo da concentração, também pode causar problemas na concentração do fosfato de Araxá/MG a presença de minerais de Ba e Mg. Foi calculada uma razão de seletividade como indicado nas Equações 3.3 e 3.4 para estas espécies indesejáveis (Fe_2O_3 e SiO_2). A razão de seletividade indica quantas vezes o teor de P_2O_5 é maior que o teor das espécies contaminantes. Quanto maior a relação entre os teores, melhor é a seletividade do processo. Os critérios de referência são: razões de seletividade para separação do fósforo em relação ao ferro acima de 4,7; e maiores que 11 em relação ao silício. Esses valores foram estabelecidos considerando um teor mínimo de P_2O_5 de 33 %, requerido no concentrado; e, limites máximos para a ocorrência de Fe_2O_3 e SiO_2 de 7 e 3, respectivamente.

$$RS_{Fe_2O_3} = \frac{\text{Teor de } P_2O_5}{\text{Teor de } Fe_2O_3} \quad (3.3)$$

$$RS_{SiO_2} = \frac{Teor\ de\ P_2O_5}{Teor\ de\ SiO_2} \quad (3.4)$$

A avaliação das respostas obtidas foi feita com suporte do *software* STATISTICA®

7.0.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS DISCUSSÕES

4.1 – Caracterização das Amostras de Alimentação

4.1.1 – Caracterização Química

O teor das espécies (composição química) das amostras de alimentação utilizadas neste trabalho (AGPG, AGPI, AGPF e AFN) foi determinado por espectrometria de fluorescência de raios-X em um laboratório da empresa Vale Fertilizantes em Araxá/MG, cujos valores são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Caracterização química das amostras de alimentação da flotação

Amostra	AGPG	AGPI	AGPF	AFN	
Fração Granulométrica (#)	-48 +150 (Grossa)	-150 +325 (Intermediária)	-325 (Fina)	(Fina)	
Composição Química (%)	P₂O₅	19,74	18,11	16,99	16,68
	CaO	25,85	22,11	19,83	17,93
	Fe₂O₃	18,89	27,81	25,79	18,54
	SiO₂	13,83	8,55	10,49	19,59
	Al₂O₃	1,25	0,83	1,39	-
	MgO	0,35	0,40	0,70	0,94
	BaSO₄	0,03	0,00	0,01	2,90
	TiO₂	-	10,58	9,91	-
	BaO	-	0,00	1,62	-
	Nb₂O₅	-	0,36	0,47	-
CeO₂	-	0,33	0,42	-	
Densidade real (g/cm³)	3,3	3,4	3,4		

Na amostra peneirada nas frações AGPG, AGPI e AGPF verifica-se, à medida que o tamanho de partícula diminui, uma tendência de redução do teor de P₂O₅. Na fração fina a redução da presença do fósforo é acompanhada por uma tendência de aumento na concentração de minerais de ferro, quando comparado à fração grossa. Os principais minerais de ganga ocorrendo em maior proporção são os minerais de ferro e silício. Os teores de fósforo estão bem abaixo do requerido (30-33 %), e os teores de ferro e de silício estão muito

acima dos valores limites desejados, isto é, 7 para Fe₂O₃ e 3 para SiO₂. Na amostra fina AFN observa-se que o teor de P₂O₅ é baixo, com um valor próximo ao da fração AGPF. Observa-se que há uma maior dificuldade de se obter concentrados ricos em apatita nas frações mais finas (menor teor de fósforo e elevada presença de ferro). No que diz respeito à densidade, de acordo também com a Tabela 4.1, nota-se um menor valor na fração grossa, possivelmente devido à menor presença do elemento químico ferro.

4.1.2 – Caracterização Mineralógica

A identificação mineralógica é importante, pois a presença de determinados minerais de ganga influencia no processamento, podendo afetar a seletividade e, conseqüentemente, o teor do concentrado. A identificação das fases minerais presentes nas frações granulométricas AGPG (grossa), AGPI (intermediária) e AGPF (fina) foi realizada qualitativamente, por difratometria de raios-X, conforme é mostrado na Tabela 4.2. Observa-se pelas análises que as diferentes frações são compostas basicamente pelos mesmos minerais.

Tabela 4.2 – Caracterização mineralógica da amostra de alimentação por fração

Fração (#)	Mineral Identificado		
	Predominante	Intermediário	Minoritário
-48 +150	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Magnetita, Moscovita, Rutilo, Vermiculita, Camada mista, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Mica
-150 +325	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Magnetita, Mica, Vermiculita, Camada mista
-325	Apatita	Goethita, Quartzo	Anatásio, Goiazita, Vermiculita, Camada mista, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Magnetita, Mica, Rutilo

Nota-se que a apatita é o mineral predominante nas três frações. De uma forma geral, a segunda maior proporção é do mineral quartzo. Porém, na fração fina (- 325 #), verifica-se a identificação do mineral goethita, juntamente com o quartzo, como os minerais nesta condição de predominância intermediária. Já em proporções minoritárias foram identificados vários minerais nos três intervalos de tamanho de partícula, valendo destacar a identificação, do mineral dolomita. Na flotação da apatita entre os minerais de ganga, um dos maiores problemas é a ocorrência de minerais carbonatos como a dolomita, pois podem causar

problemas na concentração devido à pobre seletividade da apatita em relação a estes minerais indesejáveis quando, como neste trabalho, são utilizados óleos vegetais saponificados como coletor. Como já dito, a adsorção destes coletores ocorre em função do íon cálcio, presente na apatita e também na dolomita. Além deste problema, a presença do magnésio leva a um aumento no consumo de NaOH (SANTOS, 2010).

Estes resultados estão em acordo e confirmam a análise por espectrometria de fluorescência de raios-X. A análise da composição química também mostrou uma grande proporção das espécies presentes na apatita (mineral de cálcio e fósforo) nas três faixas, havendo uma considerável presença de silício (identificado na difração como quartzo). Ainda que não tenha sido identificado um mineral de ferro em proporção considerável nas frações grossa e intermediária, justificando o elevado teor deste elemento químico (Tabela 4.1), diferentes minerais de ferro como goethita, hematita e magnetita, além da ilmenita (mineral de ferro e titânio) foram identificados em proporções minoritárias e juntos, devem ser responsáveis pelos altos níveis desta espécie encontrados na fluorescência de raios-X.

Na Tabela 4.3 encontram-se, por ordem alfabética, as fórmulas químicas das fases minerais identificadas na difração de raios-X. A camada mista identificada é formada por filossilicatos alternando-se por flogopita e vermiculita.

Tabela 4.3 –Fórmula química das fases minerais identificadas por difração de raios-X

Mineral	Fórmula Química
Anatásio	TiO ₂
Apatita	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (Cl,F,OH)
Camada Mista	-
Crandallita*	(Ca,Sr,Pb) ₂ Al ₇ (PO ₄) ₃ (OH) ₁₆ .3H ₂ O
Diopsídio	CaMg(SiO ₃) ₂
Dolomita	(Ca,Mg)(CO ₃) ₂
Florencita*	CeAl ₃ (PO ₄) ₂ (OH) ₆
Goethita	FeO.OH
Goiazita*	SrAl ₃ (PO ₄) ₂ (OH) ₅ .2H ₂ O
Gorceixita*	BaAl ₃ (PO ₄)(PO ₃ .OH)(OH) ₆
Hematita	Fe ₂ O ₃
Ilmenita	FeTiO ₃
Magnetita	Fe ₃ O ₄
Mica (Flogopita/Moscovita)	KMg ₃ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂ /KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂
Quartzo	SiO ₂
Rutilo	TiO ₂
Vermiculita	Mg ₃ (Al,Si) ₄ O ₁₀ .OH ₂ .4,5H ₂ O

*Série isomorfos de fosfatos secundários

Um detalhamento na caracterização mineralógica das fases minerais minoritárias, presentes na amostra de alimentação (AG), foi obtido por meio de análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microanálise química (EDS). O estudo das frações granulométricas AGPG, AGPI e AGPF no microscópio eletrônico de varredura teve como foco principal a apatita, o mineral de interesse no minério fosfatado. Verificou-se a composição química da apatita identificada, bem como, as inclusões e sua associação com os demais minerais. Basicamente a apatita identificada é formada por fosfato de cálcio, com presença de outros minerais como terras raras.

A análise das amostras por microscopia eletrônica de varredura junto a microanálise química confirmou algumas fases já identificadas por difração de raios-X e, além disso, possibilitou a identificação de outras fases mineralógicas minoritárias presentes, tais como: badeleita, barita, monazita, pirocloro, romanexita ou rolandita.

Nas Figuras 4.1 e 4.2, são mostrados os resultados obtidos pela MEV, em forma de Eletron-micrografias. Em cada figura foram selecionadas diferentes áreas, nas quais foram determinadas as espécies químicas presentes, utilizando microanálises por EDS, cuja composição obtida permite a identificação das diversas fases minerais presentes na amostra. Deste modo, foi possível a determinação mineralógica em cada área escolhida. Estas análises, neste trabalho, foram apenas qualitativas e foram feitas com o objetivo de encontrar uma visão da diversidade mineralógica apresentada no minério estudado. Nas Tabelas de 4.4 e 4.5 estão os resultados. Para cada área é possível observar a composição química e através desta, obtém-se a interpretação sobre qual espécie mineral ocorre naquela área especificada.

A Figura 4.1 mostra as Eletron-micrografias obtidas para a fração +150 # (AGPG) e na Tabela 4.4 pode-se observar a microanálise EDS de cada área selecionada. Como já era esperado, nota-se a presença de apatita (associada a outros minerais) e minerais de silício e de ferro. Verifica-se que há a ocorrência do mineral apatita na presença de outras fases minerais tais como, quartzo, hematita, goethita, vermiculita. Verifica-se também, a presença dos minerais barita, pirocloro e badeleita que não foram identificados na difração de raios-X.

Observando a Figura 4.1(c) percebe-se que, dependendo das operações de redução de tamanho, partículas como esta poderiam ser quebradas melhorando a liberação da apatita (presente no ponto 5) em relação a ganga (no caso o pirocloro que ocorre no ponto 6). O mesmo poderia ocorrer com a apatita presente no ponto 10 na Figura 4.1(e) associada nesta partícula com o mineral hematita, no ponto 11, na mesma imagem. Quando a apatita aparece como no ponto 3 na Figura 4.1(b), melhorar a liberação com a quebra é mais difícil, pois o mineral encontra-se com inclusões de barita (ponto 4).

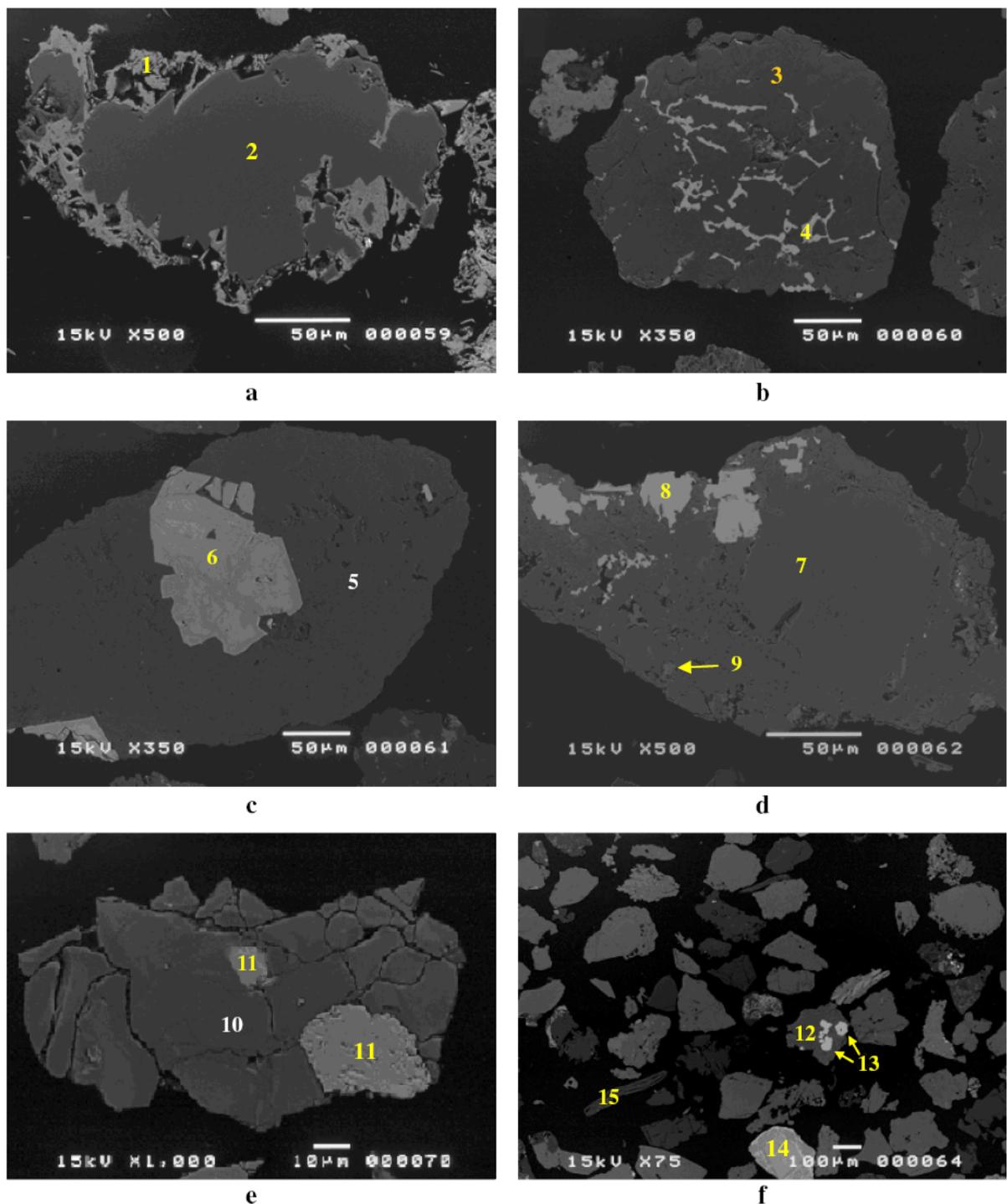


Figura 4.1 – Eletron-micrografias para a fração -48 # +150 # (AGPG) obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletron-micrografia a: quartzo associado à apatita. Eletron-micrografia b: apatita com inclusões de barita. Eletron-micrografia c: apatita associada com pirocloro. Eletron-micrografia d: apatita associada com badeleita e goethita. Eletron-micrografia e: apatita associada com hematita. Eletron-micrografia f: apatita associada com barita, mais partículas isoladas de pirocloro e vermiculita

Tabela 4.4 – Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra +150 # (AGPG)

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	Nb ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	ZrO ₂	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	57,63	0,17	0,80	0,11	-	-	40,2	0,70	-	-	-	-	-	0,41	-	apatita
2	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
3	54,41	0,11	0,12	0,25	3,74	-	39,02	2,08	-	-	-	-	-	-	0,26	apatita
4	1,03	-	-	-	0,10	67,24	-	-	-	-	31,63	-	-	-	-	barita
5	51,43	7,77	0,08	0,44	2,50	2,00	34,34	0,80	-	-	-	-	-	-	0,65	apatita
6	7,87	1,78	-	-	4,03	7,64	-	5,15	66,92	-	-	-	-	6,60	-	pirocloro
7	55,75	-	0,13	-	1,19	-	42,18	0,53	-	-	-	0,07	-	-	0,17	apatita
8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100,0	-	-	badeleita
9	1,07	94,08	4,26	-	-	-	-	-	-	0,59	-	-	-	-	-	goethita
10	53,71	0,63	0,76	0,20	2,06	0,24	40,62	1,07	-	-	-	-	-	0,13	0,57	apatita
11	-	99,56	0,44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	hematita
12	60,39	-	0,05	0,24	0,61	-	37,91	0,58	-	-	-	-	0,19	0,04	-	apatita
13	0,53	-	-	-	0,52	69,08	-	-	-	29,87	-	-	-	-	-	barita
14	2,65	-	-	-	-	22,77	-	2,59	64,92	-	-	7,08	-	-	-	pirocloro
15	2,00	13,30	46,94	19,46	-	-	-	-	-	-	10,29	2,10	5,92	-	-	vermiculita

ETR = elementos terras-raras (La₂O₃, Ce₂O₃, Nd₂O₃ e Pr₂O₃)

Na Figura 4.2 estão apresentadas as Eletron-micrografias obtidas para a fração +325 # (AGPI) e -325 # (AGPF). A Tabela 4.5 contém os resultados da identificação mineralógica predominante em cada ponto selecionado destas imagens. Percebe-se a associação da apatita com outros minerais como goethita, monazita (presença de elementos terras-raras), romanexita ou rolandita e gorceixita (este três últimos até então não tinham sido identificados). Como romanexita e rolandita apresentam a mesma composição química, não é possível determinar, por microanálise EDS, qual entre esses dois minerais de manganês ocorre no ponto 3. Para a distinção seria necessário uma análise de propriedades de hidratação.

Tabela 4.5 – Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para as amostras +325 # (AGPI) e -325 # (AGPF)

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	K ₂ O	MnO	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	53,55	5,83	-	0,07	0,32	-	38,36	1,04	0,02	-	-	0,73	0,09	apatita
2	11,57	0,01	0,34	-	3,35	1,12	27,61	56,00	-	-	-	-	-	monazita
3	-	-	-	-	-	22,21	-	-	0,17	77,62	-	-	-	romanexita ou rolandita
4	55,28	2,23	0,36	0,21	1,11	0,75	38,71	0,81	0,24	-	-	-	0,30	apatita
5	-	-	1,56	-	-	22,85	-	-	0,28	75,31	-	-	-	romanexita ou rolandita
6	56,82	1,75	0,63	0,17	0,69	0,59	38,77	-	0,31	-	-	-	0,26	apatita
7	-	95,38	3,83	-	-	-	-	-	-	-	0,79	-	-	goethita
8	58,29	39,65	0,52	0,05	-	0,29	39,65	-	0,15	-	-	0,39	-	apatita
9	2,63	13,98	-	-	-	30,85	29,46	-	-	-	23,08	-	-	gorceixita

ETR = elementos terras-raras (La₂O₃, Ce₂O₃, Nd₂O₃ e Pr₂O₃)

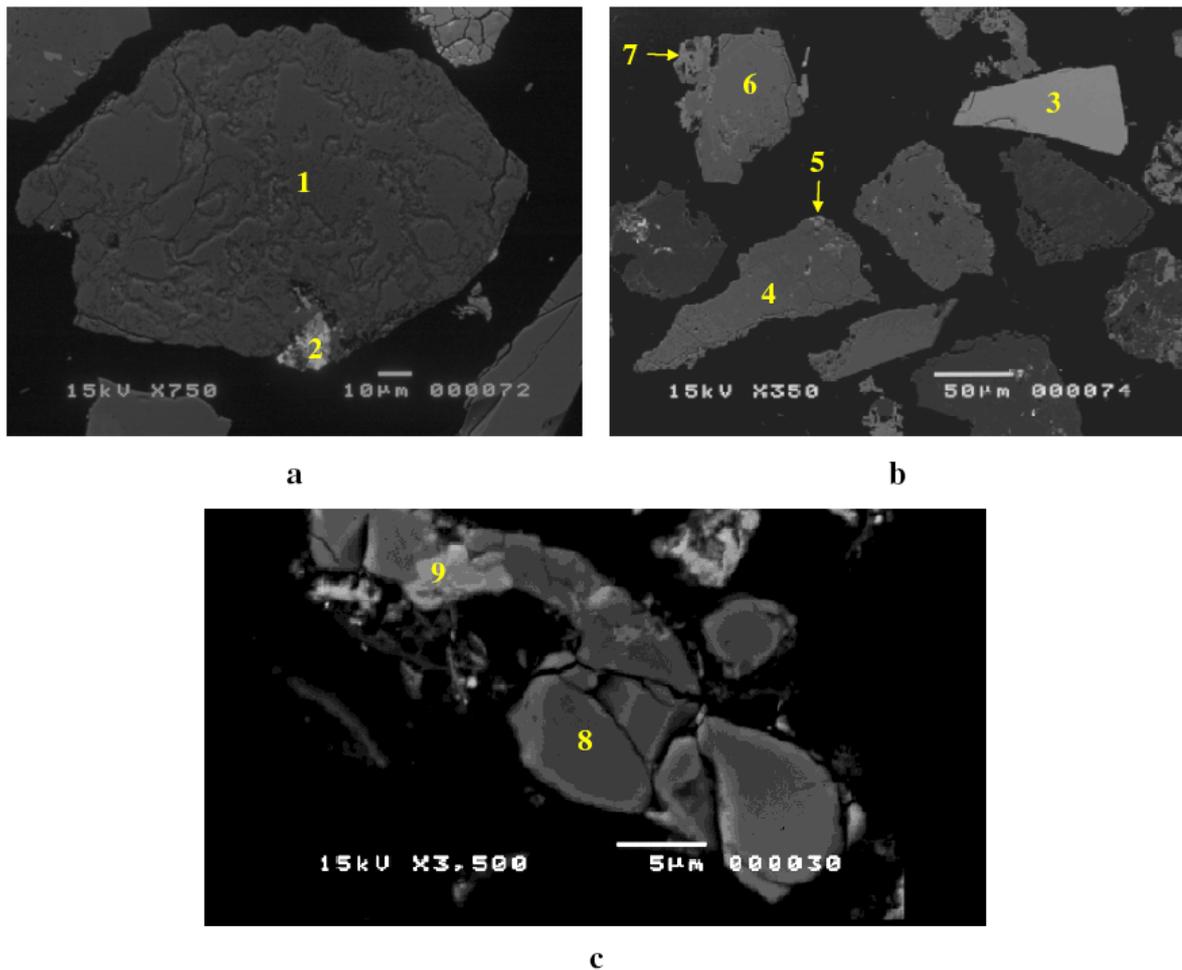


Figura 4.2 – Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletron-micrografia a (fração -150 # +325 # da AGPI): apatita associada com monazita. Eletron-micrografia b (fração -150 # +325 # da AGPI): partícula de romanexita (quando hidratada) ou rolandita, apatita associada com romanexita ou rolandita e apatita com goethita. Eletron-micrografia c (fração -325 # da AGPF): apatita associada com gorceixita

4.1.3 – Caracterização Granulométrica

A distribuição granulométrica do minério estudado (AGPG, AGPI, AGPF e AFN) foi determinada pela técnica de difração de raios *laser*. Com os resultados da distribuição granulométrica testaram-se os modelos clássicos de distribuição granulométrica, sendo que o modelo RRB (Rosin-Rammler-Bennett) foi o que apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais. Os resultados da regressão, com quadrado do coeficiente de correlação, parâmetros do modelo e desvio padrão, são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Resultados da regressão para o modelo RRB

Fração (#)	Amostra	Resultado da Regressão		
		r^2	0,993	
-48 +150	AGPG	Parâmetro ajustado	$d_{63,2}$ (μm)	n
		Valor	214,5	2,7
		Desvio padrão	3,6	0,1
		r^2	0,999	
-150 +325	AGPI	Parâmetro ajustado	$d_{63,2}$ (μm)	n
		Valor	99,0	2,9
		Desvio padrão	0,7	0,0
		r^2	0,999	
-325	AGPF	Parâmetro ajustado	$d_{63,2}$ (μm)	n
		Valor	51,9	2,3
		Desvio padrão	1,9	0,1
		r^2	0,999	
-	AFN	Parâmetro ajustado	$d_{63,2}$ (μm)	n
		Valor	21,4	1,2
		Desvio padrão	0,2	0,1
		r^2	0,999	

A Figura 4.3 apresenta o ajuste obtido para as diferentes amostras de minério. Verifica-se que as amostras apresentam distribuições de tamanho de partícula bem distintas.

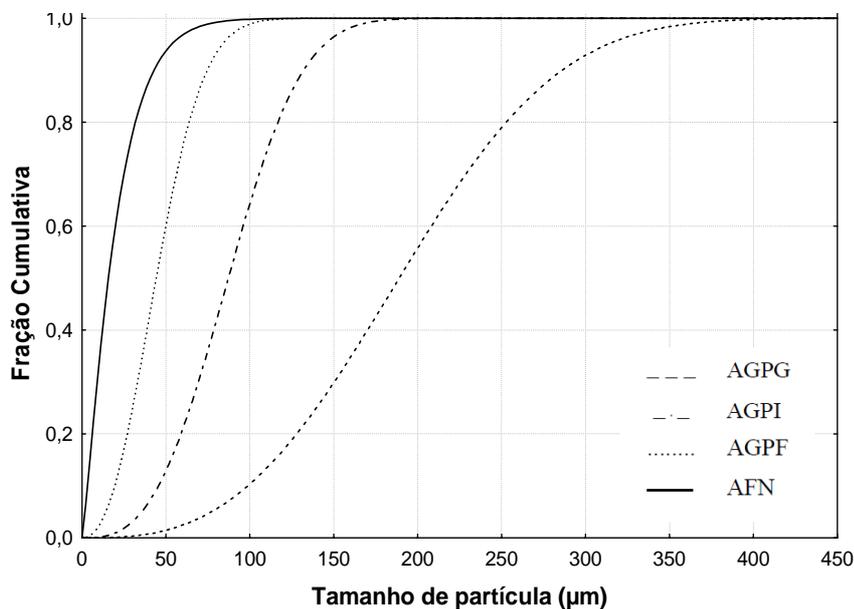


Figura 4.3 – Distribuição granulométrica fornecida pelo modelo RRB

4.2 – Resultados de Flotação em Coluna Convencional

4.2.1 – Testes Preliminares

A Tabela 4.7 apresenta os resultados do planejamento composto central realizado na primeira bateria de ensaios (testes preliminares, ou seja, para a amostra do tipo AGPG).

Analisando estes resultados, observa-se que nas condições estudadas apenas 4 experimentos (7, 8, 11 e 13) conduziram ao desempenho requerido, isto é, simultaneamente teor acima de 33 % e recuperação maior que 60 %. Todos os demais ensaios forneceram ao menos uma das respostas com valor inferior ao especificado. Os melhores resultados foram encontrados para menores níveis de porcentagem de sólidos e de pH.

Tabela 4.7 – Planejamento preliminar

Teste	Concentração de Sólidos (%)	Valor de pH	Concentração de Espumante (ppm)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação de Apatita (%)
01	24	11,5	200	29,8	51,2
02	24	11,5	100	29,4	51,6
03	24	9	200	33,7	53,7
04	24	9	100	34,8	47,8
05	14	11,5	200	26,8	66,8
06	14	11,5	100	28,3	70,5
07	14	9	200	34,9	70,0
08	14	9	100	34,0	65,5
09	19	10,3	150	34,0	53,4
10	19	10,3	150	33,8	50,9
11	13	10,3	150	35,0	66,2
12	25	10,3	150	31,9	74,9
13	19	8,6	150	33,6	59,9
14	19	11,9	150	29,4	53,8
15	19	10,3	86	33,4	52,3
16	19	10,3	214	33,8	54,7

Ainda na Tabela 4.7, ao se comparar os experimentos 15 e 16, é possível observar que a variação da concentração de espumante do nível mais baixo (86 ppm) para o mais alto (214 ppm), teve um efeito insignificante no teor de P₂O₅ e na recuperação de apatita. Esta observação e a comparação entre outros experimentos (por exemplo, 1 e 2) variando apenas este reagente indicam que nas condições e faixas experimentais avaliadas, a adição do espumante pode não ter tido um efeito significativo no desempenho da flotação.

A influência das variáveis estudadas no planejamento composto central pode ser mais facilmente visualizada através da estimação dos efeitos isolados e suas interações conforme apresentado na Tabela 4.8. Foram desconsiderados os parâmetros que apresentaram nível de significância maior que 10 %, ou seja, no teste de hipótese com a tabela *t de Student* foi considerada a probabilidade máxima de erro de 10 %.

Na Tabela 4.8, nota-se que a variável porcentagem de sólidos foi a que mais influenciou na recuperação da apatita. O teor de fósforo foi mais afetado pela variável pH. Já a variável concentração de espumante não influenciou de forma significativa em nenhuma das respostas. O sinal dos efeitos e os resultados apresentados do PCC mostram que na faixa experimental estudada, a recuperação tendeu a diminuir com o aumento da porcentagem de sólidos e que uma elevação no pH diminuiu o teor.

Tabela 4.8 – Quantificação dos efeitos relacionados às variáveis do PCC

Variável	Efeito	
	Teor de P ₂ O ₅	Recuperação de Apatita
Média	34,09	55,09
% de sólidos na Flotação (linear)	-	-10,13
pH da polpa (linear)	-5,04	-
% de sólidos na Flotação (quadrático)	-	16,01
pH da polpa (quadrático)	-3,36	-

Para explorar a região na qual os níveis utilizados para pH e concentração de sólidos forneceram os melhores resultados, foram realizados testes exploratórios em torno destes valores (fixando 200 ppm de espumante), conforme mostrado na Tabela 4.9. Observa-se que a diminuição do pH de 9 para 8 levou o teor de P₂O₅ a cair.

Tabela 4.9 – Testes exploratórios para efeito de concentração de sólidos e pH

Teste	Porcentagem de sólidos (%)	Valor de pH	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação de Apatita (%)
17	10	9	33,9	72,4
18	10	8	32,9	69,2
7	14	9	34,9	70,0
19	14	8	32,2	76,1

A baixa sensibilidade do rendimento à adição do espumante (Tabelas 4.7 e 4.8) pode ser devido a alta dosagem de coletor (360 g/t). Alguns reagentes utilizados como coletores, por exemplo, ácidos graxos como o óleo de soja, também possuem o poder ou ação de espumante. Assim, a elevada concentração de coletor utilizada, modificou a tensão superficial e, produziu uma intensa e resistente espuma com tamanho de bolha mais adequado (bolhas menores), e necessário para manter e transportar o agregado partícula-bolha (ARAÚJO e PERES, 1995), inibindo o efeito da adição do espumante. BULATOVIC (2007) reportou que

os melhores agentes espumantes não são, necessariamente, os melhores espumantes da flotação, e que a importância da interação entre espumantes e coletores na anexação entre partícula e bolha não pode ser negligenciada.

Para verificar uma possível influência do agente espumante na flotação de partículas grossas de fosfato, foram realizados ensaios utilizando dosagens de coletor mais baixas (80 e 120 g/t), de acordo com a Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Efeito do espumante para baixas dosagens de coletor

Teste	Concentração de espumante (ppm)	Dosagem de coletor (g/t)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação de Apatita (%)
20	0	80	36,5	20,1
21	0	120	39,5	24,8
22	25	80	38,7	29,9
23	25	120	39,6	31,1
22	25	80	38,7	29,9
23	25	120	39,6	31,1
24	50	80	38,4	52,2
25	50	120	37,8	43,2
26	75	120	35,8	55,2
27	100	120	34,5	57,9
28	150	120	34,8	51,9

Como se pode observar na Tabela 4.10, ao contrário do obtido no PCC, a adição de espumante influenciou de forma significativa nas respostas estudadas. Percebe-se, tanto para 80 quanto para 120 g/t de concentração de coletor, uma tendência de elevação na recuperação de apatita com o aumento da concentração de espumante. O teor foi sempre maior que o mínimo requerido, mas nenhuma recuperação alcançou o valor desejado. O melhor resultado foi o experimento 27 (57,9 % de recuperação).

A Figura 4.4 mostra curvas para teor e recuperação em função da concentração de espumante para uma dosagem de coletor de 120 g/t. Embora o teor de P₂O₅ diminua com o aumento da dosagem de espumante, os valores são sempre superiores ao requerido. Também pôde ser visto que, à medida que se eleva a concentração de espumante, a recuperação cresce até um limite, isto é, a recuperação atingiu um valor máximo para 100 ppm de espumante, entretanto, este máximo é inferior a 60 %. A literatura reporta que existe uma concentração ótima de espumante na qual uma espuma mais estável é obtida (BULATOVIC, 2007). Espumantes aumentam a resistência das bolhas e a estabilidade da espuma (agregado partícula-bolha) formada por meio da modificação das propriedades de superfície das

partículas e das bolhas. Isto resulta num decréscimo na taxa de drenagem de partículas grossas da camada de espuma para a polpa elevando a recuperação (MOUDGIL e GUPTA, 1989).

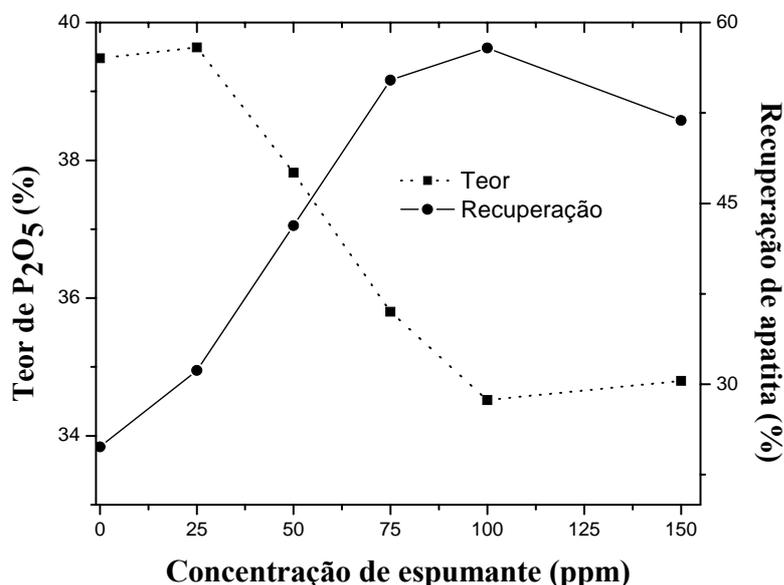


Figura 4.4 - Teor e recuperação de apatita em função da concentração de espumante para 120 g/t de coletor

A partir da análise destes resultados e de trabalhos anteriores, definiram-se os valores dos parâmetros a serem mantidos fixos no estudo do efeito da relação entre altura e diâmetro da coluna e da granulometria do minério. Por exemplo, os experimentos foram conduzidos sem a adição de um agente espumante, maiores dosagens de coletor, 14 % de sólidos e com pH 9.

4.2.2 – Efeito da Dimensão da Coluna e da Granulometria do Minério

Nas Tabelas 4.11, 4.12 e 4.13 estão apresentados os resultados do rendimento da flotação em termos de teor de P₂O₅ e recuperação de apatita obtidos nos concentrados, assim como, as razões de seletividade entre a apatita e as principais espécies contaminantes de ganga (Fe₂O₃ e SiO₂). Uma análise destas Tabelas revela que, para as condições estudadas, é possível obter e identificar condições de altura da coluna (h/d), de granulometria do minério e de dosagens dos reagentes que sejam adequadas para a obtenção de concentrados com as especificações desejadas, isto é, teor de P₂O₅ e recuperação de apatita, superiores a 33 e 60 %, respectivamente.

A Tabela 4.11 mostra o desempenho do processo na fração granulométrica grossa (amostra AGPG) para as diferentes relações entre a altura e o diâmetro da coluna (h/d), variando-se as dosagens dos reagentes.

Tabela 4.11 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula grossos

Teste	Malha (#)	h/d	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recup. de Apatita (%)	Razão de Seletividade	
							P ₂ O ₅ /Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅ /SiO ₂
29	-48 +150 (Grossa)	12,5	200	60	36,9	35,5	12,7	19,9
30			360	60	33,0	61,0	5,2	14,6
31			200	100	37,0	34,4	13,4	20,1
32			360	100	33,4	53,9	6,5	15,7
33		25	200	60	37,7	38,1	12,8	20,8
34			360	60	35,3	62,3	6,3	17,5
35			200	100	38,0	40,0	13,8	21,1
36			360	100	35,4	61,7	7,7	18,1
37		37,5	200	60	36,4	31,2	19,0	20,3
38			360	60	36,7	53,5	9,0	19,1
39			200	100	37,1	31,1	19,0	21,1
40			360	100	37,3	39,8	16,6	21,0
41		50	200	60	38,4	22,9	19,7	21,2
42			360	60	36,6	46,5	8,3	19,1
43			200	100	37,0	26,2	20,0	21,1
44			360	100	37,6	37,2	9,9	20,2
45	62,5	200	60	38,0	25,9	20,8	21,5	
46		360	60	37,3	34,5	14,1	20,6	
47		200	100	38,7	24,5	21,4	22,1	
48		360	100	36,8	35,2	21,4	20,8	

Para as partículas grossas (faixa +150 #), o teor mais elevado (38,7 % - o maior entre as três faixas) foi alcançado no teste 47, referente à maior altura do equipamento flotador e ao menor nível de coletor. Ainda que nesta fração grossa todos os resultados de teor sejam satisfatórios, apenas em três ensaios encontrou-se recuperações que atingissem 60 %. Estes testes (30, 34 e 36), apresentaram o desempenho desejado e são referentes a uma maior dosagem de coletor e as duas menores relações entre a altura e o diâmetro do equipamento. A menor recuperação (22,9 %) dentre as três faixas de tamanho de partícula foi obtida nesta granulometria (experimento 41) para o nível inferior de coletor (200 g/t) e uma elevada altura (2,0 m). Para este intervalo de tamanho de partícula os melhores resultados foram atingidos para uma relação altura/diâmetro da coluna de 25. Nesta dimensão do equipamento (1,0 m de altura) obteve-se em dois experimentos, com nível superior de coletor (360 g/t), valores de teor e recuperação ao mesmo tempo superiores ao que é especificado.

A Tabela 4.12 mostra o desempenho do processo na fração granulométrica de tamanho de partícula intermediário (amostra AGPI) para as diferentes relações entre a altura e o diâmetro da coluna (h/d) variando as dosagens dos reagentes.

Tabela 4.12 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula intermediários

Teste	Malha (#)	h/d	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recup. de Apatita (%)	Razão de Seletividade	
							P ₂ O ₅ /Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅ /SiO ₂
49	-150 +325 (Intermediária)	12,5	200	60	30,7	64,5	2,5	11,9
50			360	60	26,0	68,3	1,4	6,2
51			200	100	32,2	64,5	3,3	13,7
52			360	100	27,7	68,7	1,9	9,0
53		25	200	60	33,3	65,4	3,1	14,6
54			360	60	26,8	65,4	1,5	7,9
55			200	100	33,4	60,3	3,8	11,3
56			360	100	30,6	68,1	2,1	10,3
57		37,5	200	60	34,2	56,0	3,8	11,3
58			360	60	31,6	65,2	2,3	13,1
59			200	100	36,9	59,2	6,0	19,1
60			360	100	32,7	66,7	2,8	12,2
61		50	200	60	35,9	53,3	4,1	30,7
62			360	60	32,2	68,6	2,1	15,4
63			200	100	36,2	55,8	6,6	17,3
64			360	100	34,2	68,0	3,1	20,0
65	62,5	200	60	37,0	47,4	7,4	20,2	
66		360	60	33,7	67,8	2,9	24,1	
67		200	100	36,7	53,5	7,3	19,8	
68		360	100	34,4	66,1	3,7	17,2	

Na fração intermediária (+325 #) vários experimentos forneceram desempenho acima ou muito próximo aos requerimentos industriais. Apenas na menor altura não se alcançou pelo menos um teste com rendimento superior ao exigido. Nesta faixa de tamanho foi alcançado o melhor rendimento deste estudo (dentre as Tabelas 4.11, 4.12 e 4.13) com o teste 64, o qual foi um ensaio com teor de fósforo (34,2 %) acima do desejado, com a menor perda de apatita (68,0 % recuperada). Ao contrário do obtido na faixa grossa, alguns experimentos forneceram teores de P₂O₅ menores que 33 %, exceto na maior altura. Na menor relação altura/diâmetro, nenhum teor chegou ao desejado, porém, todas as recuperações foram mais elevadas que 60 %.

A Tabela 4.13 mostra o desempenho do processo na fração granulométrica fina (amostra AGPF) para as diferentes relações entre a altura e o diâmetro da coluna (h/d) variando as dosagens dos reagentes.

Tabela 4.13 – Desempenho da flotação para tamanhos de partícula finos

Teste	Malha (#)	h/d	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	Teor de P_2O_5 (%)	Recup. de Apatita (%)	Razão de Seletividade	
							P_2O_5/Fe_2O_3	P_2O_5/SiO_2
69	-325 (Fina)	12,5	200	60	22,9	87,3	1,2	4,5
70			360	60	21,4	89,1	0,9	3,3
71			200	100	24,1	84,2	1,3	6,1
72			360	100	21,7	85,3	1,1	3,5
73		25	200	60	24,2	85,7	1,3	5,7
74			360	60	21,8	89,3	1,0	3,7
75			200	100	23,4	86,3	1,2	4,8
76			360	100	21,6	90,6	1,0	3,5
77		37,5	200	60	24,0	83,8	1,3	5,7
78			360	60	22,3	86,6	1,1	4,0
79			200	100	24,3	85,9	1,3	6,7
80			360	100	22,5	84,0	1,2	4,8
81		50	200	60	24,0	84,4	1,3	6,2
82			360	60	22,4	83,1	1,1	4,6
83			200	100	23,8	82,2	1,2	6,5
84			360	100	22,9	85,6	1,1	4,6
85	62,5	200	60	24,5	79,1	1,3	7,1	
86		360	60	21,5	84,6	1,0	3,8	
87		200	100	26,6	72,2	1,7	11,5	
88		360	100	23,4	80,8	1,2	5,2	

Para as partículas finas (fração -325 #), o teste 70 conduziu ao menor teor (21,4 %) dentre todos os experimentos do planejamento experimental. Este ensaio refere-se à maior dosagem de coletor (360 g/t) e ao menor nível de altura (0,50 cm). Nesta fração fina independentemente da dosagem de coletor e de depressor, o produto obtido não foi de boa qualidade, isto é, em nenhuma das alturas de coluna o teor de P_2O_5 foi próximo ao requerido. Embora ainda distante de 30-33 %, o maior valor de teor (26,6 %) foi alcançado para a altura mais elevada (2,5 m). Neste mesmo experimento (número 87), obteve-se a menor recuperação para os finos (72,2 %), evidenciando que as condições que elevam uma resposta são as mesmas que deterioram a outra. TRAHAR (1981) mostrou que uma maior recuperação em frações finas é alcançada às custas de uma substancial queda no teor do concentrado. Em todos os experimentos para esta granulometria a recuperação foi maior que o valor desejado.

Também nesta faixa de tamanho o experimento 76 forneceu a maior recuperação (90,59 %) deste estudo.

Analisando ao mesmo tempo os resultados para as três frações granulométricas percebe-se que os concentrados obtidos possuem teores de fósforo na faixa de 21,4 a 38,7 % e recuperações de apatita variando de 22,9 a 90,6 %. Na fração grossa, o teor do concentrado ficou entre 67,4 (na menor altura - $h/d = 12,5$) e 95,8 % (na maior altura - $h/d = 62,5$), maior em relação ao teor da alimentação (Tabela 4.1). Na fração intermediária esse percentual variou de 43,79 ($h/d = 12,5$) a 104,5 % ($h/d = 62,5$) e na fração fina entre 26,1 ($h/d = 12,5$) e 56,6 % ($h/d = 62,5$). Nas três frações o maior teor do concentrado em relação à alimentação foi obtido na coluna mais alta e o menor valor foi encontrado na menor altura. Fica claro que independentemente do teor inicial, a concentração de partículas finas foi mais difícil e que foi mais fácil obter teores mais elevados em colunas maiores.

Como suporte na interpretação dos dados experimentais, construiu-se gráficos (Figuras 4.5 a 4.16), permitindo deste modo, uma melhor visualização do efeito das variáveis estudadas nas respostas encontradas.

Tendo em vista teor e recuperação com níveis satisfatórios de forma simultânea, de acordo com as Tabelas 4.11 a 4.13, os melhores resultados foram obtidos para a granulometria intermediária (+325 #), quando se avalia o tamanho de partícula, e para uma relação entre altura e diâmetro da coluna (h/d) igual a 25 (1,0 m / 0,04 m), quando o foco é o efeito da dimensão do equipamento. Devido a esta observação, construiu-se gráficos de teor por recuperação para a fração +325 # (Figura 4.5) e para $h/d = 25$ (Figura 4.6).

Na Figura 4.5 visualiza-se que na fração intermediária de tamanho de partícula, em diferentes combinações de condições de altura e de dosagens de coletor e depressor, 5 experimentos conduziram ao mesmo tempo a teor e recuperação acima das especificações exigidas pelo mercado.

Também na Figura 4.5 é possível observar que, quando se trabalhou com concentrações de coletor mais elevadas, o efeito da variação da altura da coluna foi pequeno de tal forma que, não é visualizado o comportamento típico esperado na flotação quando se constrói um gráfico de teor por recuperação, isto é, quando uma resposta aumenta a outra tende a diminuir. Este comportamento pode ser verificado nesta Figura 4.5 para 200 g/t de coletor e também na Figura 4.6. Nota-se ainda que, para uma faixa de tamanho intermediário de partícula, mesmo no nível inferior de reagentes, a quantidade de coletor foi o suficiente para se obter boas recuperações, sem a necessidade de altas dosagens de depressor para

manter um teor desejado, o que significa redução de consumo e de custos, com resultados economicamente atrativos.

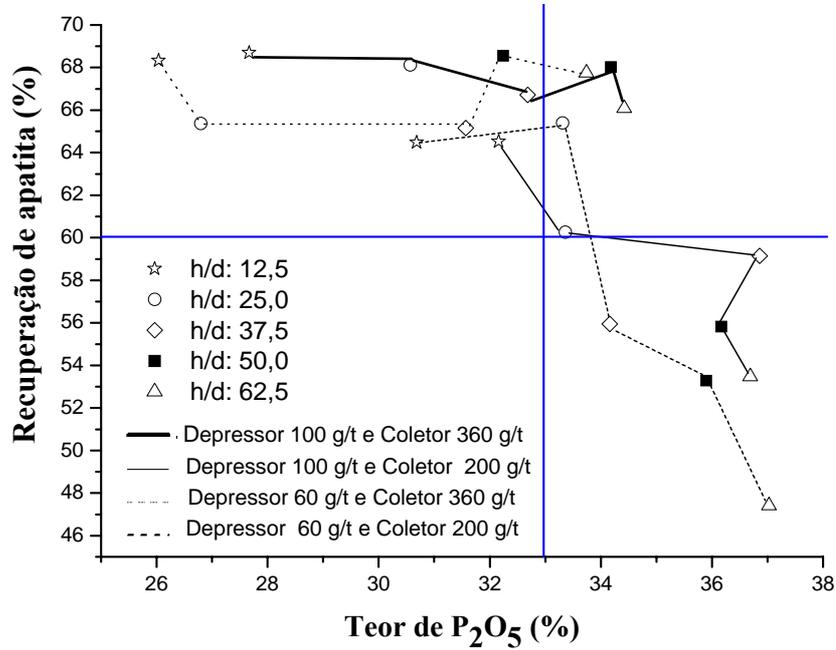


Figura 4.5 – Teor de P₂O₅ por recuperação de apatita na fração intermediária de tamanho de partícula variando a relação entre altura e diâmetro da coluna e a dosagem dos reagentes

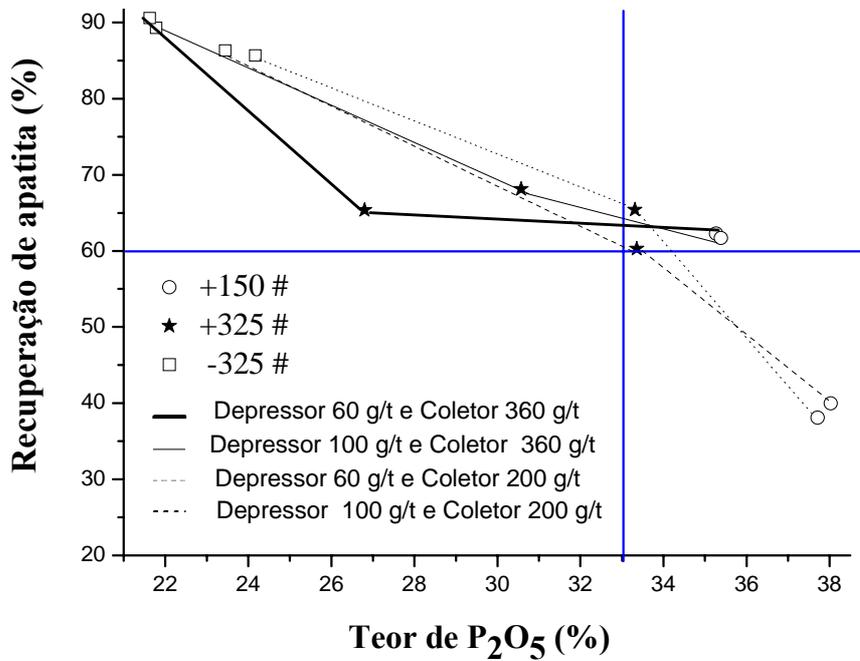


Figura 4.6 – Teor de P₂O₅ por recuperação de apatita para a relação entre altura e diâmetro da coluna igual a 25 variando o tamanho de partícula e a dosagem dos reagentes

Por outro lado, quando se focaliza na altura, percebe-se que, para 1 m de coluna, conforme apresentado na Figura 4.6, em diferentes condições de tamanho de partícula e de reagentes, 4 ensaios estão em acordo com o requerido.

As Figuras 4.7 e 4.8 mostram a influência da altura da coluna na faixa de tamanho intermediária (+325 #), para os diferentes níveis de dosagens dos reagentes, respectivamente, no teor de P_2O_5 e na recuperação de apatita.

Na Figura 4.7 observa-se que o uso de colunas mais altas teve como consequência a obtenção de teores de fósforo mais elevados. Isto pode ter ocorrido porque o maior tempo da camada de espuma dentro do equipamento talvez tenha permitido uma lavagem mais eficiente, e conseqüentemente, uma maior drenagem de partículas hidrofílicas arrastadas de forma não seletiva, principalmente por arraste hidráulico (FENG e ALDRICH, 1999; GEORGE *et al.*, 2004; PEASE *et al.*, 2006). A Figura 4.9 mostra que, para maiores relações altura/diâmetro da coluna, a camada de espuma (agregado partícula-bolha) levou um tempo maior para percorrer, contra a gravidade, o percurso necessário para atingir a posição de transbordo do equipamento. Ainda na Figura 4.7 percebe-se que o uso de maiores dosagens de depressor e menores concentrações de coletor tendeu a conduzir aos teores mais adequados.

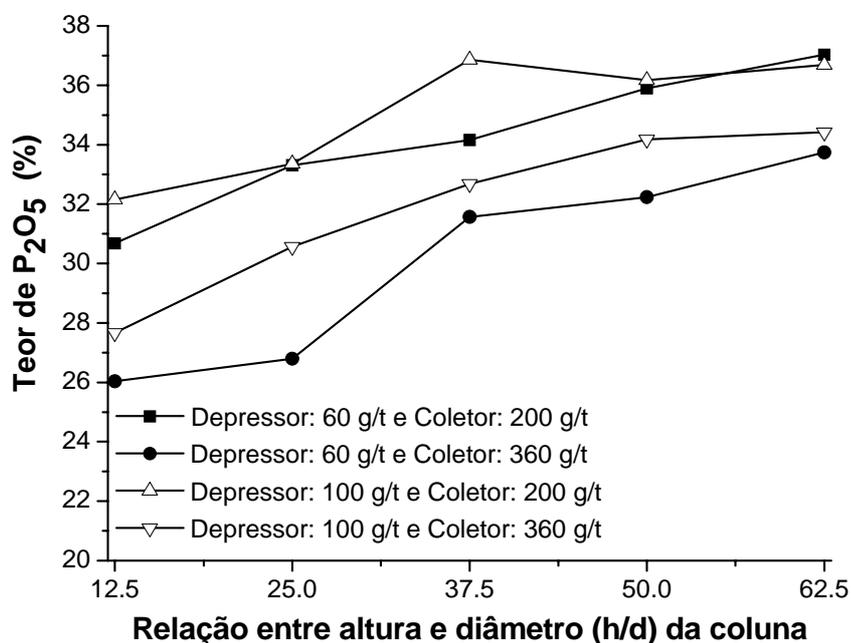


Figura 4.7 - Efeito da altura da coluna no teor de P_2O_5 para a fração intermediária variando a dosagem dos reagentes

Os resultados da Figura 4.8 mostram que, para a maior dosagem de coletor (360 g/t) a cobertura hidrofóbica é apropriada para propiciar uma estabilidade suficiente para evitar (ou

minimizar) a ruptura do agregado partícula-bolha (BRAVO *et al.*, 2005), mesmo para maiores tempos de permanência (tamanhos mais elevados da coluna) da camada de espuma (agregado) no equipamento, atingindo assim, recuperações mais elevadas e praticamente independentes da altura da coluna. Nesta condição de reagente, o efeito da variação de h/d foi visualmente insignificante. Não obstante, maiores relações entre a altura e o diâmetro da coluna favorecem um escoamento mais próximo do laminar (SANTOS, 2005), diminuindo um efeito desestabilizador. Com uma menor concentração de coletor (200 g/t) a cobertura adsorvida do reagente não fornece a hidrofobicidade suficiente para manter o agregado estável que, então, se separa à medida que aumenta a relação altura/diâmetro e, conseqüentemente, o tempo de residência (SANTOS, 2005; MAZON, 2006) do conjunto, reduzindo a recuperação. Logo, uma maior altura traduziu-se em uma maior chance de desligamento de partículas de agregados não estáveis devido por exemplo, a uma deficiência em cobertura hidrofóbica.

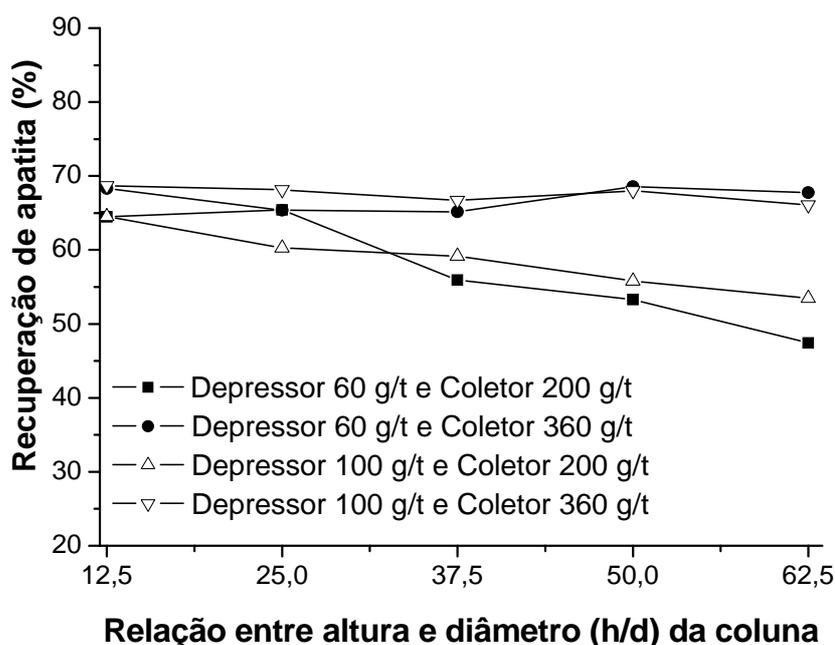


Figura 4.8 - Efeito da altura da coluna na recuperação de apatita para a fração intermediária (+325 #) variando a dosagem dos reagentes

Estudos sobre o efeito da altura reportam que, uma maior altura (maior tempo de residência) significa maior chance de coleta e arraste, aumentando recuperação e diminuindo teor. Neste trabalho em operação batelada, a elevação da altura quando afetou a recuperação, resultou com o maior tempo na coluna, em uma maior possibilidade de drenagem de partículas da região de espuma para a fase polpa, reduzindo a recuperação. Poderia-se esperar que a recuperação aumentasse com o incremento da altura de acordo com os trabalhos de

YIANATOS *et al.* (1988), MAKSIMOV *et al.* (1991) *apud* RUBINSTEIN (1995), GARIBAY *et al.* (2002) e MAZON (2006). Esse efeito é justificado pelos autores devido às consequências do aumento da zona de coleta. No entanto, deve-se ressaltar que os estudos acima citados foram realizados em diferentes sistemas de minérios e em processo contínuo e regime permanente, operação em que a camada de espuma para cada ensaio é constante, independentemente da altura total do equipamento. Na operação em batelada realizada neste trabalho, em cada ensaio e/ou em cada altura de coluna não existe uma relação h_c/d fixa, uma vez que a zona de recuperação vai aumentando com o tempo, à medida que a camada de espuma vai sendo coletada, chegando a ocupar toda a altura da coluna ao fim de cada ensaio. Neste sentido, fica difícil fazer comparações.

Por meio das Figuras 4.7 e 4.8 verifica-se que o incremento da dosagem de coletor tendeu a aumentar a recuperação de apatita, entretanto, com uma concomitante diminuição no teor de P_2O_5 . A elevação da dosagem de depressor teve também, em alguns testes, o comportamento esperado, ou seja, resultou em um aumento no teor de fósforo e em uma redução na recuperação.

Os testes realizados, ao mesmo tempo, com o menor nível de depressor e a maior dosagem de coletor, independentemente da altura da coluna, tenderam a conduzir aos melhores valores de recuperação e aos piores do teor de P_2O_5 , quando comparados às outras combinações de dosagens de reagentes. Isto ocorreu porque a quantidade de depressor é insuficiente para inibir a ação do coletor sobre a ganga, e promover uma adsorção e uma coleta mais seletiva da apatita. Além disso, maiores dosagem de coletor facilita a coleta de partículas indesejáveis, em concordância com o reportado por QUEIROZ (2003).

Os ensaios que foram executados, simultaneamente, com o nível superior de dosagem de depressor e o nível inferior de dosagem de coletor, independentemente da relação h/d , deveriam fornecer os piores valores de recuperação de apatita e os melhores do teor de P_2O_5 , quando comparados com as demais dosagens. Neste caso, espera-se que uma maior quantidade de depressor promova uma intensa inibição da flotação das partículas presentes, prejudicando também a recuperação da apatita, efeito intensificado pela baixa dosagem de coletor disponível na polpa. Este efeito não foi verificado para o depressor, provavelmente, em função da pequena variação utilizada na faixa experimental, entre o nível inferior e o superior para este reagente, e pelo fato das concentrações serem baixas (60 e 100 g/t).

A Figura 4.9 apresenta o tempo necessário para a camada de espuma atingir o topo do equipamento e começar a transbordar, em função da altura da coluna e da granulometria do minério, para uma dosagem de coletor de 200 g/t e para 60 g/t de depressor. A Figura 4.10

mostra considerando partículas finas e grossas o tempo que a camada de espuma teve de transbordar após atingir o topo da coluna, em função da relação h/d e da dosagem de coletor, para 60 g/t de depressor. Já a Figura 4.11 exibe o tempo de flotação (definido aqui como o tempo entre o fim da alimentação da polpa na coluna, até a chegada da interface polpa/espuma no topo do equipamento) em função da altura da coluna e da granulometria do minério, para uma dosagem de coletor de 200 g/t e para 60 g/t de depressor. É importante enfatizar que não foi realizado nenhum estudo de determinação de distribuição de tempo de residência ou de tempo de residência médio das partículas. Em cada teste, foram realizadas apenas medidas de tempo, relacionadas à camada de espuma buscando acompanhar o comportamento desta camada desde a formação até o fim.

Conforme apresentado na Figura 4.9, devido a menor velocidade de ascensão do agregado, as partículas grossas (+150 #) associadas às mais elevadas relações h/d , demoram um maior tempo para chegarem ao topo da coluna. Assim, podem se separar das bolhas e retornar a polpa, principalmente se a partícula tiver uma cobertura hidrofóbica insuficiente (menor dosagem de coletor) gerando instabilidade. Isso leva a perdas de fósforo pela redução na recuperação. Por outro lado, esse maior tempo para começar o despejo do concentrado, permite uma melhor drenagem de partículas que não são de interesse, elevando o teor. Este comportamento que mostra o teor de P_2O_5 aumentando e a recuperação de apatita diminuindo, para determinadas condições, pode ser visualizado nas Figuras 4.5 e 4.6.

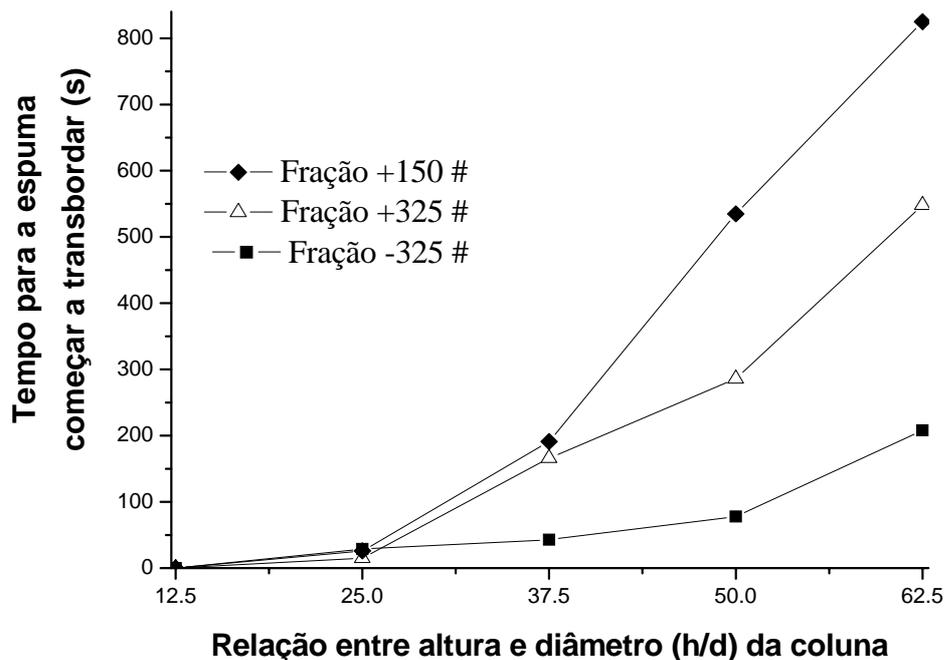


Figura 4.9 - Efeito da altura da coluna e do tamanho de partícula no tempo necessário para a espuma começar a transbordar, para 200 g/t de coletor e para 60 g/t de depressor

Conforme mostra a Figura 4.10, quando se trabalhou com maiores alturas, menores granulometrias e concentrações mais elevadas de coletor, o tempo de transbordo da espuma da coluna foi maior. Uma menor dosagem de coletor pode significar menor cobertura hidrofóbica, menos partículas hidrofobizadas pela adsorção desse reagente, menos formação de agregados partículas-bolhas e, portanto, menor camada de espuma, a qual transborda mais rápido da coluna. Além disso, com a menor concentração do tensoativo (no caso, o coletor), a espuma gerada é menos intensa e estável (devido à maior tensão superficial) com bolhas maiores, conduzindo à quebra delas e, conseqüentemente, resultando em uma menor camada de espuma que é despejada em menor tempo da coluna. Estes efeitos do menor nível de coletor (menor tempo de transbordo) foram intensificados em maiores tamanhos de partículas e em colunas mais altas. Este menor tempo de transbordo da espuma da coluna pode ser traduzido em menores recuperações. Por outro lado, partículas finas necessitam de uma menor cobertura hidrofóbica para atingirem uma determinada flotabilidade quando comparado com grossas (Figura 2.12), contribuindo para uma maior coleta e, por conseguinte, um maior tempo.

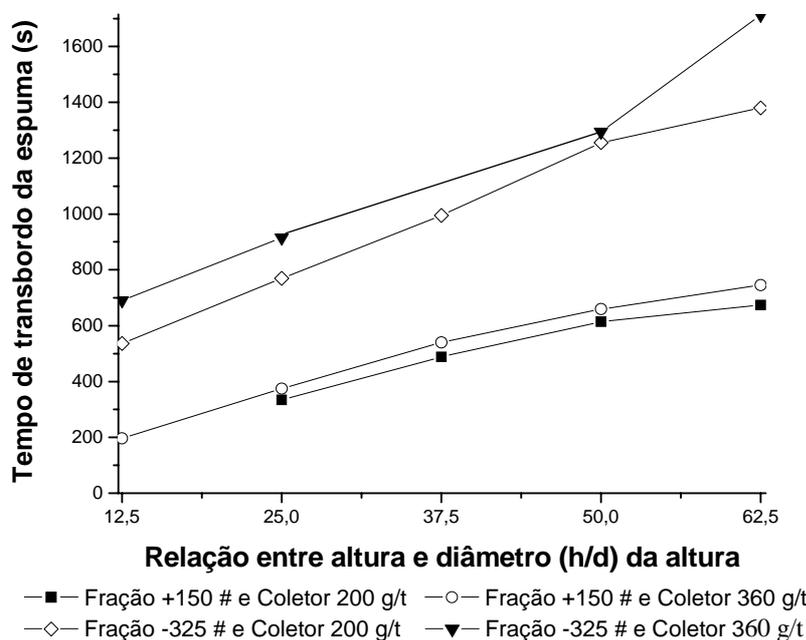


Figura 4.10 - Efeito da altura da coluna, do tamanho de partícula e da dosagem de coletor no tempo de transbordo da camada de espuma para 60 g/t de depressor

Na Figura 4.11 verifica-se que, relações mais elevadas entre altura e diâmetro da coluna, por resultarem em um maior percurso para a camada de espuma (agregado partícula-bolha) percorrer dentro do equipamento, conduziram a um maior tempo da batelada. Ademais, na flotação da fração fina, por transportar mais partículas (é necessário menor cobertura pelo

coletor e ocorre mais arraste não seletivo), inclusive de ganga, e por gerarem bolhas menores, em maior volume e mais estáveis (FENG e ALDRICH, 1999), ocorre a formação de uma espuma que demorou mais tempo para a sua interface com a fase polpa atingir o topo da coluna e finalizar o teste conduzido nesta granulometria. Os maiores tempo e quantidade de partículas transportadas na faixa fina forneceram produtos com menores teores e maiores recuperações.

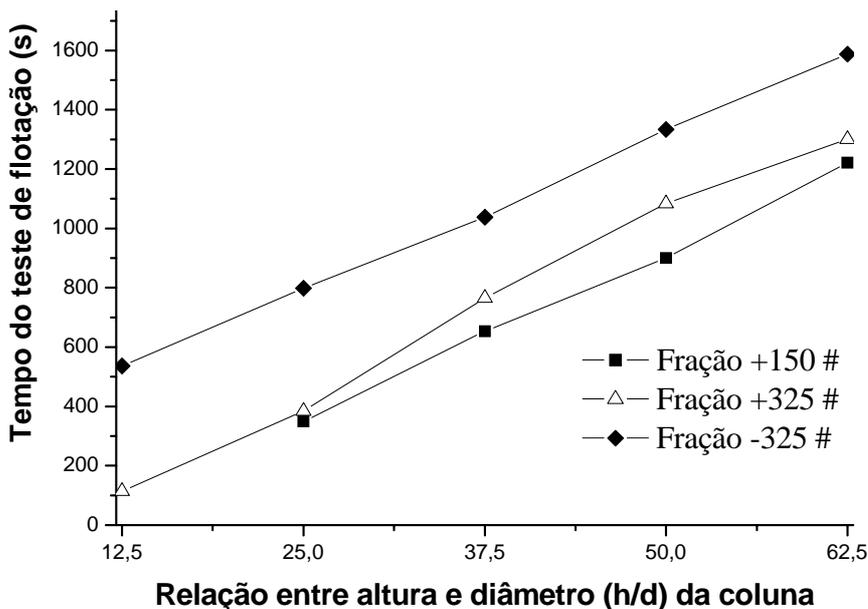


Figura 4.11 - Efeito da altura da coluna e do tamanho de partícula no tempo de flotação para 200 g/t de coletor e para 60 g/t de depressor

As Figura 4.12 e 4.13 exibem o efeito da altura da coluna, respectivamente, no teor de P_2O_5 e na recuperação de apatita, em função da granulometria e da dosagem de coletor, para 60 g/t de depressor.

Examinando a Figura 4.12, nota-se uma tendência de elevação do teor (também mostrada na Figura 4.7) com o aumento da altura da coluna. Isto ocorreu, conforme já mencionado, devido ao maior tempo de permanência da camada de espuma dentro do equipamento (Figuras 4.9, 4.10 e 4.11), resultando em uma maior drenagem de partículas hidrofílicas principalmente pela ação da água de lavagem. Segundo SREENIVASARAO *et al.* (1993) *apud* TOREM e CASQUEIRA (2003), quando uma coluna menor é utilizada, pode-se observar que o tempo de residência das bolhas é pequeno e, conseqüentemente, o tempo de drenagem não é adequado, isto é, capaz de drenar todo o líquido (e a ganga arrastada), antes da coleta da espuma. Este efeito foi menor na fração fina (-325#) porque nesta granulometria o arraste não seletivo é mais intenso, de forma que a adição da água de lavagem foi incapaz de drenar com mais eficiência, ainda que a coluna fosse maior.

Maiores dosagens de coletor resultaram em menores teores. Isto pode ser explicado devido ao fato de que, uma maior quantidade e disponibilidade deste reagente é adsorvida também em espécies contaminantes, o que resulta em coleta não seletiva da ganga. Esta adsorção não seletiva do coletor é intensificada para partículas finas (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981) (causando a recuperação de minerais indesejáveis), e também pelo fato do baixo nível de depressor disponível na polpa não ser o bastante para impedir a coleta dos minerais que não são de interesse. O efeito de diminuição na seletividade da adsorção dos reagentes para partículas de menores tamanhos é comprovado pelas baixas razões de seletividade na fração granulométrica fina (Figura 4.16).

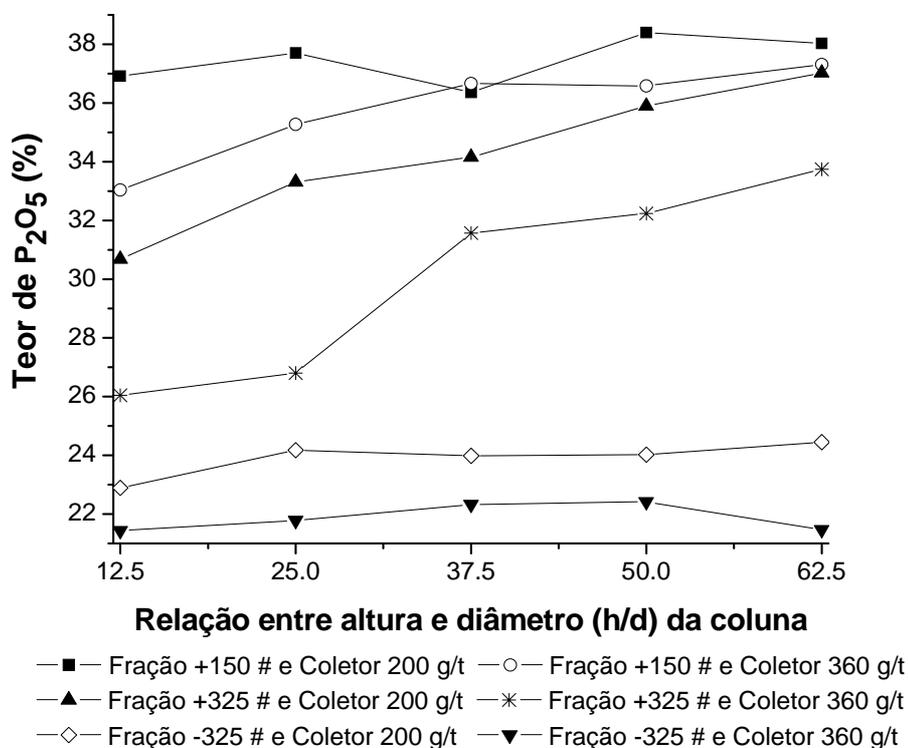


Figura 4.12 – Efeito da altura da coluna no teor de P_2O_5 variando a granulometria e a dosagem de coletor para 60 g/t de depressor

Deste modo, o teor de fósforo tendeu a ser mais elevado para maiores alturas e concentrações de depressor, partículas mais grossas e para o menor nível de coletor (Figuras 4.7 e 4.12). Menores relação altura/diâmetro da coluna e dosagem de depressor, associados à maior concentração de coletor foram condições mais propensas a levarem a menores teores.

Ao contrário do ocorrido para o teor (Figura 4.12), percebe-se nos resultados da Figura 4.13 que à medida que a relação entre altura e diâmetro da coluna cresce, há uma tendência de diminuição na recuperação. A combinação de partículas mais finas, junto com

uma maior dosagem de coletor e menores dimensões da coluna, conduziram às recuperações mais elevadas. A recuperação foi inferior para maiores alturas, partículas mais grossas e menor dosagem de coletor. Isto porque com o maior tempo para a espuma atingir o transbordo (remoção do agregado partícula-bolha) no equipamento de flotação, a menor cobertura hidrofóbica pode não ser suficiente para manter o agregado partícula-bolha ligado, desestabilizando e rompendo devido ao maior peso das partículas.

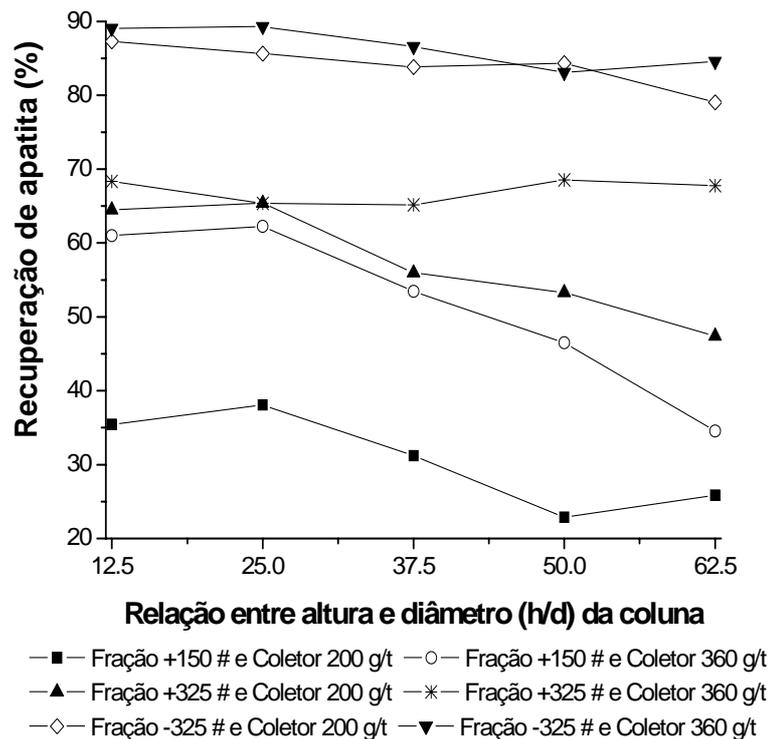


Figura 4.13 – Efeito da altura da coluna na recuperação de apatita variando a granulometria e a dosagem de coletor para 60 g/t de depressor

Uma maior altura, devido a um maior tempo para a partícula chegar no fundo da coluna após o agregado romper, propicia uma maior chance para as partículas, ao caírem através zona de recuperação, colidirem e serem coletadas novamente por outras bolhas (SANTOS, 2005), melhorando a recuperação. Entretanto, este efeito não teve uma contribuição determinante na recuperação, que diminui com colunas mais altas, principalmente para as partículas grossas que ao se desligarem da bolha, por apresentarem um menor tempo de residência (OLIVEIRA e AQUINO, 2006), chegando mais rápido ao fundo do equipamento, têm uma menor chance de serem “recoletadas”. Segundo KOUTLEMANI *et al.* (1995), é possível que a queda na recuperação quando se operou com colunas mais altas seja devido a fatores hidrodinâmicos associados a um maior tempo de permanência no equipamento. O efeito prejudicial parece ocorrer porque aumentou a chance da partícula não

permanecer unida à bolha. EGIEBOR *et al.* (1997) demonstraram que para grossos, uma coluna com zona de coleta curta pode ser usada para alcançar elevadas recuperações, o que está em acordo com os resultados satisfatórios aqui obtidos (Tabela 4.11 e Figura 4.13) para a fração + 150 #, apenas nas menores alturas. Uma coluna curta diminui o tempo para drenagem de partículas arrastadas (inclusive de apatita) por mecanismos não seletivos, diminuindo a recuperação.

Do mesmo modo que no efeito da relação h/d , verifica-se um comportamento adverso entre o teor e a recuperação com a mudança da granulometria. O aumento da dimensão da partícula levou a uma elevação do teor de P_2O_5 , mas com queda da recuperação de apatita. Partículas grossas, pela maior intensidade dos efeitos de forças gravitacionais e inerciais as quais estão sujeitas (FUERSTENAU, 1980; MAZON, 2006), ao serem alimentadas no equipamento apresentam uma maior velocidade de sedimentação e, portanto, levam menos tempo para chegarem à base do equipamento (o tempo de residência ao longo da coluna é menor) e, têm menor chance de colidir com bolhas de ar ascendentes durante este percurso, reduzindo a recuperação.

A observação simultânea das Figuras 4.12 e 4.13 evidencia que o aumento da altura da coluna exerceu pouco efeito no rendimento (teor e recuperação) quando se realizou a operação com partículas finas. Independentemente da condição de reagente, quando se flotou partículas na fração -325 #, devido à intensa ação de mecanismos não seletivos como arraste hidráulico e (um possível) aprisionamento mecânico (SANTOS, 2005), o teor de P_2O_5 foi baixo, a recuperação de apatita foi elevada, e ambas as respostas tenderam a não variar nas diferentes dimensões do equipamento. Como já exposto, este comportamento (menor influência da relação altura/diâmetro) tendeu a ocorrer também para a recuperação na fração intermediária quando da operação com um maior nível de coletor.

Uma vez que, nas amostras estudadas, a recuperação na fração de tamanho -325 # foi sempre maior que na fração intermediária, não foi observado o comportamento característico reportado na literatura de uma pobre recuperação das partículas mais finas (Figura 2.12). Provavelmente, isto ocorreu porque a fração de menor tamanho de partícula analisada ($d_{63,2} = 51,9 \mu\text{m}$) não era fina o bastante para deteriorar a recuperação. Neste sentido, cabe ressaltar que esta dificuldade na recuperação de partículas finas é normalmente relatada para faixas de tamanho abaixo de 20 e até 10 μm , granulometria inferior a encontrada neste trabalho, sendo a coluna de flotação (equipamento utilizado) sugerida (FUERSTENAU, 1980; SIVAMOHAM, 1990) como um dos métodos para se melhorar a recuperação de finos.

Dependendo da altura da coluna e da dosagem de coletor, a recuperação diminui muito acima da faixa intermediária de tamanho de partícula. Isto pode ter ocorrido devido à habilidade decrescente das bolhas ascenderem com partículas mais grossas (CHATTERJEE, 1998). A força de atração exercida pelo coletor na formação do agregado partícula-bolha não é forte o suficiente para evitar a desestabilização do agregado e, por consequência, a ruptura e separação entre a partícula e a bolha. Este efeito desestabilizador e a posterior quebra do agregado podem ser causados pelo peso da partícula e por uma possível turbulência do escoamento no sistema (NGUYEN, 2003).

Também pode ser deletério para recuperar partículas maiores, o fato da operação de redução de tamanho não ter sido o suficiente para liberar fisicamente o mineral desejado mais adequadamente (PEASE *et al.*, 2006), de forma que a apatita neste caso, possivelmente, ocorreu em uma mesma partícula com outros minerais (como exibido nas Figuras 4.1 e 4.2) com uma maior frequência. Assim, a partícula é menos hidrofóbica e, conseqüentemente, menos estável. Além disso, nestas faixas de tamanho, embora a probabilidade de colisão entre partículas e bolhas seja maior (TRAHAR, 1981), segundo alguns autores, a eficiência de adesão é menor (DUAN *et al.*, 2003). Isto acontece porque partículas grandes, necessitam de maior cobertura hidrofóbica e apresentam um maior tempo de indução, tempo necessário para romper a camada hidratada que separa partícula e bolha possibilitando nesta situação, o contato trifásico e a adesão partícula-bolha (DOBBY e FINCH, 1987). Em frações de partículas maiores também contribui para reduzir a eficiência de anexação, o maior peso e quantidade de movimento das partículas, que proporcionam uma maior velocidade de deslizamento destas partículas grandes sobre as bolhas, resultando, por consequência, em um menor tempo de contato. Como para a adesão acontecer é necessário que o tempo de contato seja maior que o tempo de indução, neste caso a anexação pode não ocorrer.

Para recuperar mais eficientemente partículas grossas é necessário adicionar uma maior dosagem de coletor, visando a promover uma maior e mais adequada cobertura hidrofóbica por meio da adsorção seletiva deste reagente sobre a superfície do mineral apatita. Nesta condição, a chance da partícula aderir e ficar presa a uma bolha de ar aumenta, e proporciona-se uma maior estabilidade do agregado (FENG e ALDRICH, 1999) conduzindo então, a uma elevação na recuperação da apatita. Por exemplo, para uma relação h/d de 12,5 na fração intermediária (+325 #), com uma dosagem de coletor de 200 g/t o teste 49 apresentou uma recuperação de 64,48 %, ao passo que com estas mesmas condições de altura da coluna e de concentração de coletor na fração grossa (+150 #) obteve-se uma recuperação de 35,46 % (experimento 29), sendo necessário nesta faixa grossa elevar o nível de coletor

para 360 g/t para se alcançar uma recuperação de 61 % (ensaio 30) próximo ao valor atingido no teste 49.

TRAHAR (1981) propôs uma interação tripla entre o grau de hidrofobicidade, o tamanho de partícula mineral e a flotabilidade (Figura 2.12). A redução no nível de coletor de 360 g/t para 200 g/t diminuiu a recuperação da apatita em uma proporção muito maior na fração granulométrica grossa, em relação às frações intermediária e fina. Por exemplo, fazendo esta mudança de nível do coletor (e mantendo fixos os valores da altura e do depressor), na fração grossa, no teste 30 a recuperação é 72 % maior que no teste 29; enquanto que, na faixa intermediária, a recuperação do teste 50 é apenas 5,97 % maior que no teste 49. No mesmo sentido, comparando os testes 33 e 34, na faixa grossa (nos quais o incremento na dosagem de coletor elevou a recuperação em 63,45 %), com os testes 73 e 74, na faixa fina (nos quais o aumento no nível de coletor elevou a recuperação em 4,26 %), o ganho na recuperação com o aumento no coletor foi muito maior na fração +150 # que a elevação observada na fração -325 #. De acordo com a interação acima mencionada, este comportamento de um maior aumento na recuperação com a variação do coletor na fração com partículas de maior tamanho em relação as demais frações ocorre pelo fato de que, minerais mais grossos, para atingirem uma mesma flotabilidade que os finos, necessitam de uma maior cobertura hidrofóbica. O comportamento proposto pela tripla interação pode ser visualizado na Figura 4.14.

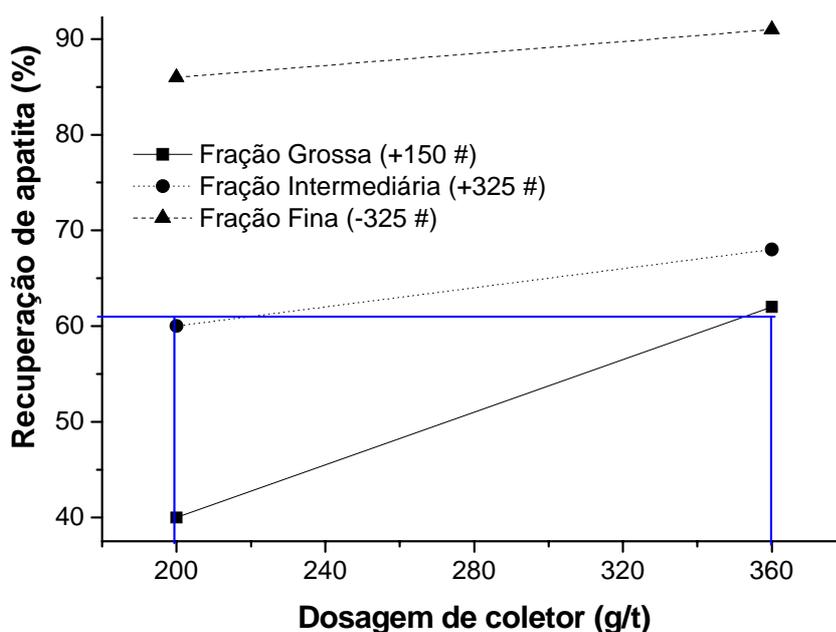


Figura 4.14 – Interação tripla entre hidrofobicidade, tamanho de partícula e flotabilidade

Percebe-se na Figura 4.14 (para 25 de h/d e 100 g/t de depressor), comparando as frações +150 # (experimentos 35 e 36) e +325 # (experimentos 55 e 56) que para se alcançar em torno de 60 % de recuperação, a fração grossa necessitou de uma cobertura hidrofóbica consideravelmente maior (360 g/t) em relação ao que foi preciso (200 g/t) na fração intermediária.

A seletividade do processo afeta diretamente a qualidade do produto flotado. Uma baixa seletividade resulta em um concentrado com teor inadequado ao processo industrial subsequente, enquanto que uma alta seletividade conduz a um produto rico no mineral de valor.

A razão de seletividade é um bom indicador do grau de dificuldade da separação, mostrando o quanto o teor de P_2O_5 é maior que o teor das espécies indesejáveis (Fe_2O_3 e SiO_2). Cabe lembrar que existem limites para a presença dos contaminantes para que o produto seja comercialmente viável. Na flotação industrial do minério fosfatado são considerados satisfatórios, razões de seletividade para separação da apatita em relação ao ferro acima de 4,7 e maiores que 11 em relação ao silício.

Na fração grossa (Tabela 4.11), todos os experimentos apresentaram razões de seletividade em níveis aceitáveis, sempre acima de 4,7 para o Fe_2O_3 e de 11 para o SiO_2 . Para tamanhos de partícula intermediários (Tabela 4.12), em relação ao SiO_2 , para relações h/d igual ou maior que 37,5 a drenagem desta ganga foi suficiente para que todos os resultados atingissem o desejado, entretanto, para as colunas mais curtas, quando se trabalhou com uma maior dosagem de coletor, a recuperação de silício levou a resultados de razões de seletividade menores que 11. Ainda nesta granulometria (+325 #), quando se observa os valores de P_2O_5/Fe_2O_3 , nota-se que só foram alcançados os valores requeridos na condição de menor nível de coletor (200 g/t) associada com as duas maiores relações altura/diâmetro da coluna (50 e 62,5). Já na fração fina (Tabela 4.13), apenas 1 ensaio (teste 87) na maior altura e para o menor nível de coletor, a razão de seletividade para o SiO_2 foi maior que o requerido. Todos os demais ensaios, tanto SiO_2 para quanto para Fe_2O_3 , foram insatisfatórios em relação às razões de seletividade, mostrando a dificuldade em se encontrar produtos de boa qualidade para partículas finas.

No que diz respeito à redução do teor das espécies Fe_2O_3 e SiO_2 (minerais de ganga em maior proporção na alimentação) em relação ao minério alimentado, esta diminuição para o Fe_2O_3 foi de 66,49 ($h/d = 12,5$) a 90,89 % ($h/d = 62,5$), 31,57 ($h/d = 12,5$) a 82,02 % ($h/d = 62,5$) e 11,48 ($h/d = 12,5$) a 40,21 % ($h/d = 62,5$), respectivamente, nas frações +150 #, +325 # e -325 #; já para SiO_2 a redução foi de 83,59 ($h/d = 12,5$) a 87,35 % ($h/d = 62,5$),

50,64 ($h/d = 12,5$) a 83,63 % ($h/d = 62,5$) e 37,37 ($h/d = 12,5$) a 77,88 % ($h/d = 62,5$), respectivamente, nas frações +150 #, +325 # e -325 #. Embora o teor de ferro seja maior na alimentação, de uma maneira geral, reduzir o teor de silício foi mais fácil. Isso ocorre talvez por uma possível maior presença do ferro numa mesma partícula com a apatita (como visualizado na Figura 4.1e) e por uma melhor ação do depressor sobre o silício, e/ou do coletor sobre o ferro. Reduzir o teor de ferro e também de silício foi especialmente mais complicado na fração fina e em menores colunas. As razões de seletividade entre a apatita e os principais contaminantes foram influenciados pela altura da coluna e principalmente pelo tamanho das partículas. Os resultados obtidos de razões de seletividade, do mesmo modo que o verificado para teor e recuperação, apresentaram uma grande variação, com valores na faixa de 0,94 a 21,35 para Fe_2O_3 e na faixa de 3,26 a 30,68 para SiO_2 .

A Figura 4.15 mostra a razão de seletividade da apatita em relação ao Fe_2O_3 em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna, da dimensão da partícula e da dosagem de coletor para 60 g/t de depressor. A Figura 4.16 exibe para uma dosagem de depressor de 100 g/t, a razão de seletividade de P_2O_5 em relação ao SiO_2 , em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna, da granulometria do minério e da dosagem de coletor. A Figuras 4.17 apresenta a razão de seletividade do fósforo em relação ao ferro em função da granulometria, variando a altura da coluna e a dosagem dos reagentes.

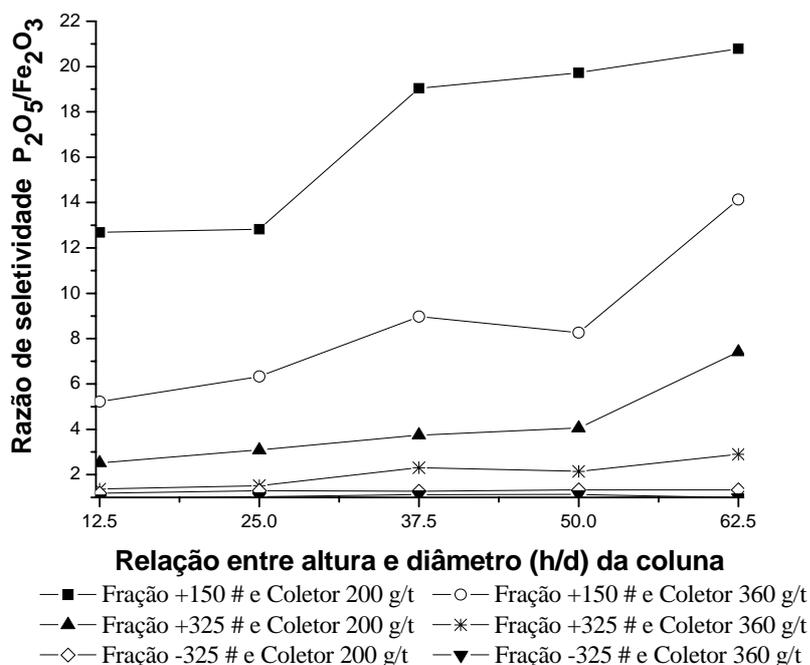


Figura 4.15 - Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da relação altura/diâmetro da coluna, da granulometria do minério e da dosagem de coletor

Uma observação nas Figuras 4.15, 4.16 e 4.17 revela que a variável que mais influenciou nas razões de seletividade foi o tamanho de partícula mineral, sendo que esta resposta aumentou com o incremento no diâmetro de partícula. A operação da coluna em maiores alturas do equipamento teve como consequência um crescimento nas razões de seletividade, principalmente para partículas de tamanhos intermediário e grande. Também com exceção das partículas finas, um menor nível de dosagem de coletor tendeu a favorecer a seletividade e um maior da concentração de depressor foi benéfica para a obtenção de concentrados apatíticos com menor teor de ganga.

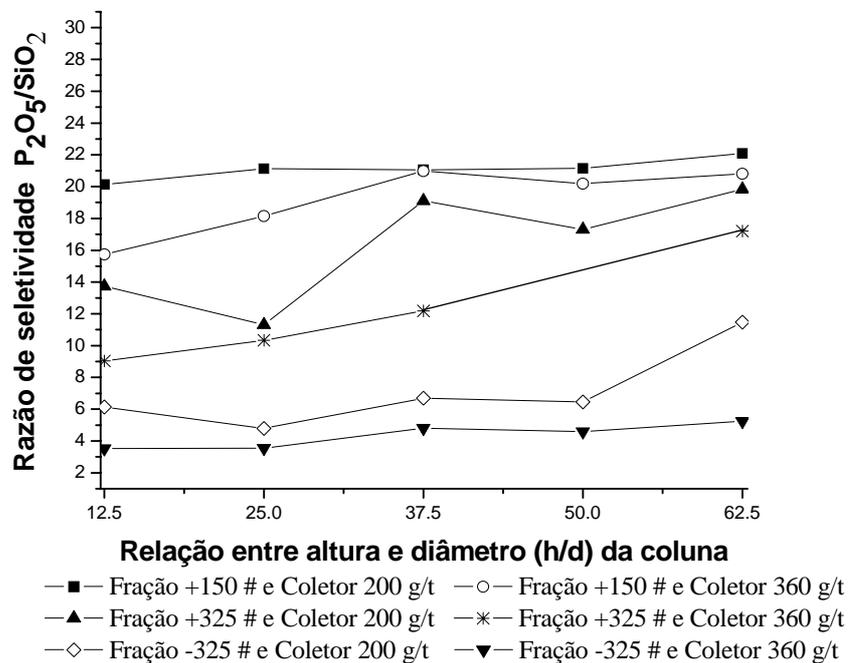


Figura 4.16 – Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da relação altura/diâmetro da coluna, da granulometria do minério e da dosagem de coletor

Elevadas relações h/d foram mais propensas a fornecer melhores razões de seletividade uma vez que, por exigirem um tempo maior (Figura 4.9) para a camada de espuma chegar à posição de despejo da coluna, a possibilidade das partículas indesejáveis serem drenadas foi maior. Esta drenagem ao longo de um maior comprimento da coluna pode ser resultado da ação da água de lavagem devolvendo à polpa partículas de ferro e silício arrastadas por mecanismos não seletivos, e da desestabilização e ruptura de agregados formados por partículas e bolhas com partículas não completamente liberadas (hidrofobizadas), e contendo em sua composição além da apatita, minerais de ferro e de silício, conforme visualizado nas Figura 4.1(a) e 4.1(e). Esta falta de estabilidade ocorre devido, além do grau de hidrofobicidade inapropriado, ao peso da partícula e à possível

turbulência no escoamento, e está mais relacionada à presença de partículas grossas, como visualizado na melhor qualidade da separação na faixa +150 # (Figuras 4.15, 4.16 e 4.17). Menor dosagem de coletor (200 g/t) coleta preferencialmente partículas mais liberadas.

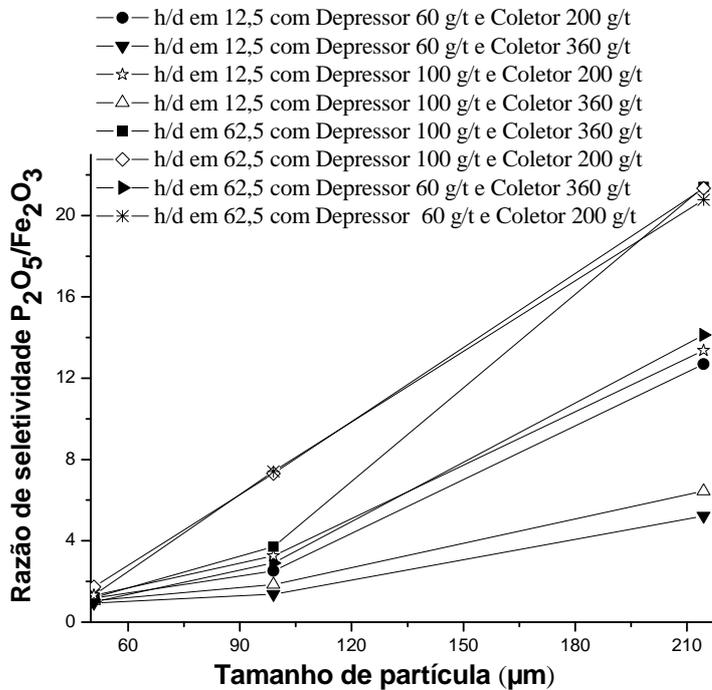


Figura 4.17 – Razão de seletividade de P_2O_5 em relação a Fe_2O_3 em função da granulometria do minério, da relação entre a altura e o diâmetro da coluna, e da dosagem dos reagentes

Observando as Figuras 4.15, 4.16 e 4.17 percebe-se que para partículas grandes, a razão de seletividade é maior e que o efeito das diferentes condições de altura e dos reagentes também, mostrando que partículas grossas fazem uma adsorção mais seletiva. Partículas finas levaram a menores razões de seletividade devido à adsorção e ao arraste não seletivos.

Na flotação de finos, a quantidade de coletor necessária para atingir uma determinada recuperação é menor (TRAHAR, 1981; BAZIN e PROULX, 2001, SANTANA, 2007). O problema é que nesta fração flota-se também mais facilmente a ganga. Nesta região de tamanho existe uma propensão da adsorção dos reagentes não ser seletiva, havendo assim uma maior facilidade para o coletor ser adsorvido sobre a superfície da ganga, coletando-a. FUERSTENAU (1980) mencionou que devido à elevada área superficial em frações finas, as partículas apresentam uma elevada energia superficial e, conseqüentemente, ocorre um aumento da dissolução da superfície dos minerais (introduzindo impurezas na polpa). Esta elevada energia superficial também causa a tendência de adsorção não específica na superfície dos minerais e, induz a flotação de partículas indesejáveis.

As propriedades adsorptivas dos minerais, especialmente da ganga, são dependentes do tamanho de partícula. Este efeito prejudicial nos finos é agravado se o coletor não for naturalmente muito seletivo, como é o caso do óleo vegetal utilizado neste estudo. A proximidade das curvas (Figura 4.17) na faixa granulométrica de menores tamanhos de partícula significa um menor efeito na seletividade com a variação das dosagens dos reagentes e da altura da coluna, para este intervalo de tamanho de partícula.

Quando se compara razões de seletividade fósforo/ferro entre partículas finas e grossas, contribui para as diferenças o fato de que na amostra de alimentação na fração -325 # o teor de P_2O_5 é menor que o teor de Fe_2O_3 , enquanto que na fração +150 # o teor de P_2O_5 é maior que o teor do elemento químico ferro.

Nas amostras de alimentação da flotação, observa-se também que ocorre uma tendência oposta do teor de ambas as espécies com a redução da granulometria, ou seja, o teor de P_2O_5 diminui com a redução de tamanho das partículas, enquanto o teor de Fe_2O_3 aumenta. O teor inicial de quartzo (basicamente o mineral de silício encontrado nas amostras), assim como o de apatita e ao contrário do teor do elemento ferro, tende a diminuir com o tamanho de partícula (Tabela 4.1). Deste modo, após a flotação da fração fina, os teores mais elevados de ferro e, por conseguinte, as menores razões de seletividade desta espécie quando comparados aos valores da sílica, indicam que para partículas menores, o P_2O_5 é mais difícil de ser separado do Fe_2O_3 de que do SiO_2 .

A maior dificuldade da separação das espécies na faixa fina pode ser melhor caracterizada por exemplo no teste 70, no qual em relação à alimentação, o fósforo aumentou apenas 26,13 % e o teor de ferro foi reduzido em somente 11,48 %. Para critério de comparação, no teste 30, similar a este (70) na fração grossa (só a granulometria varia entre eles), após a concentração o teor de P_2O_5 cresceu 67,38 % e o teor de Fe_2O_3 diminuiu 66,49 % em relação à amostra alimentada.

Ainda no que diz respeito aos contaminantes de ganga, a presença da espécie MgO, a qual segundo a literatura (SIS e CHANDER, 2003), para atender as especificações da indústria de fertilizantes deve estar presente em menos de 1 % no concentrado apatítico, mesmo nas amostras de alimentação, a sua ocorrência não foi superior a este critério.

O teor de MgO tendeu a diminuir com a redução do tamanho de partícula. Conforme visto na Tabela 4.1, ainda que, a porcentagem de MgO tenha sido pequena nas três frações de tamanho (AGPG, AGPI e AGPF), no intervalo com partículas finas (AGPF), o teor foi 100 % maior que o valor na fração grossa (AGPG). Isso pode ter se refletido no maior consumo do reagente regulador de pH (NaOH) durante a etapa de condicionamento do minério nessa faixa

de tamanho com partículas menores. De acordo com SANTOS (2010), uma maior concentração de magnésio resulta em um maior gasto de hidróxido de sódio no ajuste e controle do pH. A Figura 4.18 exibe o consumo de NaOH (média aritmética dos 20 ensaios) em função da granulometria mineral, na qual se observa o maior volume do hidróxido de sódio gasto no condicionamento na fração -325 # ($d_{63,2} = 51,9 \mu\text{m}$).

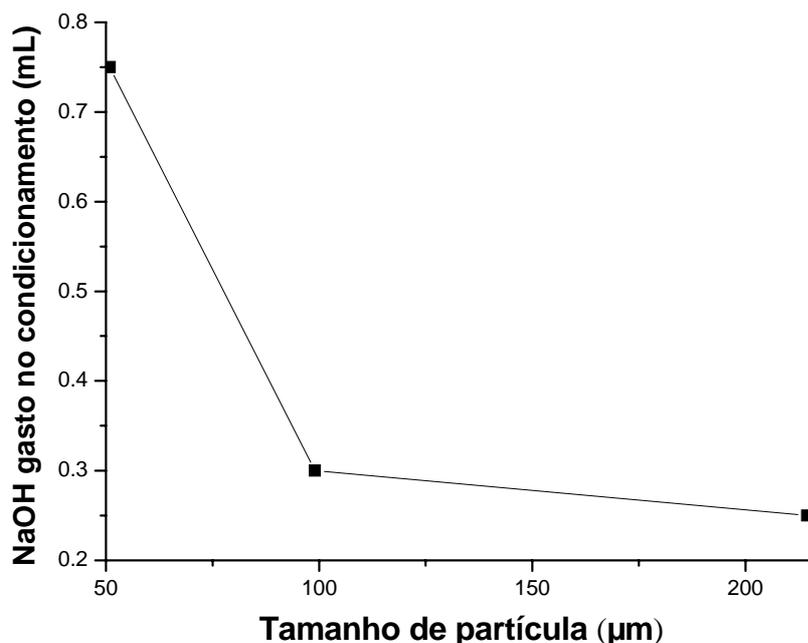


Figura 4.18 – Consumo de NaOH médio em função da granulometria mineral

4.2.3 – Caracterização Granulométrica dos Produtos da Flotação

Para cada teste de flotação referente às frações grossa (AGPG) e fina (AGPF) foram avaliados três parâmetros, obtidos a partir da distribuição de tamanho de partícula, isto é, d_{90} , d_{sauter} e $d_{63,2}$. Esta análise foi feita para os produtos flotado e rejeito, que foram comparados entre si e com os parâmetros obtidos para as amostras de alimentação da flotação. Ademais, foi realizada uma regressão múltipla para verificar e quantificar a influência das variáveis estudadas na flotação sobre estes parâmetros. A Tabela 4.14 apresenta os valores da média geral e do desvio dos parâmetros para alimentação, flotado e rejeito, para as duas faixas granulométricas.

Foi aplicado um teste de hipótese da diferença entre as médias considerando um nível de significância de 10 %. Esta análise revelou no que diz respeito à comparação entre flotado e rejeito que para os três parâmetros, para ambas as frações, os valores das dimensões características são diferentes, sendo que as amostras de flotado apresentaram um menor

tamanho de partícula. As partículas mais finas consomem a maioria do coletor disponível e flutam, deixando as partículas mais grossas insuficientemente cobertas pelo coletor, menos estáveis e flotáveis (menor cobertura hidrofóbica) e mantidas no rejeito (SANTANA, 2007).

Tabela 4.14 - Comparação entre os parâmetros da distribuição granulométrica

	Média e Desvio Padrão								
	d_{90} (μm)			d_{sauter} (μm)			$d_{63,2}$ (μm)		
	Alimentação	Flotado	Rejeito	Alimentação	Flotado	Rejeito	Alimentação	Flotado	Rejeito
+150 #	327,9 ± 4,4	227,2 ± 13,9	330,3 ± 3,7	163,5 ± 2,3	137,0 ± 6,0	155,4 ± 2,7	214,5 ± 3,6	168,7 ± 5,9	208,7 ± 4,5
-325 #	74,0 ± 5,4	68,5 ± 2,7	76,9 ± 5,3	33,3 ± 0,9	25,8 ± 1,8	33,4 ± 1,8	51,9 ± 1,9	48,9 ± 3,2	53,9 ± 2,6

Da mesma forma, comparando os parâmetros entre as amostras de alimentação e de flotado, com exceção do parâmetro $d_{63,2}$ na faixa -325 #, no qual o teste de diferença mostrou que os valores são iguais, para os demais parâmetros, tanto para a fração fina quanto para a grossa, os diâmetros característicos foram diferentes, sendo menores no concentrado. Também neste caso, o menor valor do parâmetro no produto flotado mostra que, na amostra alimentada, flotou-se preferencialmente as menores partículas, deixando o produto flotado com um menor tamanho de partícula que a alimentação. Partículas mais finas além de formarem agregados mais estáveis com as bolhas, de consumirem o reagente primeiro, e de necessitarem de uma menor cobertura hidrofóbica para flatarem (TRAHAR, 1981; BAZIN e PROULX, 2001), são mais susceptíveis ao arraste hidráulico (principalmente para a fração -325 #) (FUERSTENAU, 1980; FENG e ALDRICH, 1999; PEASE *et al.*, 2006). No caso do $d_{63,2}$ para a fração -325 #, provavelmente o resultado de médias iguais se deve ao fato de que nesta faixa de tamanho fina, a flotação (principalmente não verdadeira), foi numa intensidade (massa flotada bem maior em relação à fração grossa) tal que a proporção de partículas em diferentes tamanhos foi próxima no concentrado e na alimentação.

É possível que o menor valor médio dos parâmetros no flotado quando comparado à alimentação e ao rejeito e, por conseguinte, a menor presença das partículas mais grossas

nesse produto concentrado, tenha se refletido na menor recuperação (e coleta) observada nas maiores colunas (como exibido na Figura 4.13), principalmente para a fração +150 #.

Já a análise entre alimentação e rejeito, apresentou como resultado mais frequente (para os três parâmetros na faixa -325 # e para o d_{90} na fração +150 #), valores iguais das médias. Isto indica que os diâmetros apresentaram o mesmo valor em ambas as amostras. No caso da fração grossa, isso ocorreu porque a massa flotada foi proporcionalmente pequena em relação à massa alimentada, deixando grande parte da massa no produto de fundo e não acarretando em diferença nos valores dos parâmetros entre rejeito e alimentação.

Para a distribuição granulométrica do produto concentrado da flotação, o resultado da estimação dos efeitos relacionados às variáveis estudadas é apresentado na Tabela 4.15. A adimensionalização é a mesma mostrada na Tabela 4.16. Considerou-se probabilidade máxima de erro de 10 % no teste de hipótese com a tabela *t de Student*.

Tabela 4.15 - Efeitos relacionados as variáveis na análise granulométrica para o flotado

Variável	Efeito			
	-48 # +150 #		-325 #	
	d_{90}	$d_{63,2}$	d_{90}	$d_{63,2}$
Média	226,19	166,02	69,02	50,05
Coletor (linear)	-	-	-	-
Depressor (linear)	-	-	-1,40	-
Altura da coluna (linear)	-33,96	-10,10	-2,90	-2,76
Coletor X Depressor	-	-	1,57	1,38
Coletor X Altura da coluna	-	-	1,52	-
Altura da coluna (quadrático)	-	-	-3,38	-5,97

Percebe-se na Tabela 4.15 que, para a fração fina (-325 #), além de algumas interações, isoladamente influenciaram nos parâmetros as variáveis altura da coluna e dosagem de depressor (esta última apenas no d_{90}). Por outro lado, para fração grossa (+150 #), a única variável que teve efeito significativo nos parâmetros d_{90} e $d_{63,2}$ foi a altura da coluna de flotação. O sinal negativo deste efeito, em ambas as dimensões características (para as duas frações granulométricas), indica que na faixa experimental investigada, o tamanho de partícula tendeu a diminuir no produto flotado à medida que a coluna foi ficando maior. Pelos valores dos efeitos (maiores para +150 #), verifica-se que a altura da coluna interferiu mais no tamanho dos diâmetros característicos na fração grossa que na fina. Isso pode justificar o fato de que a recuperação de apatita tenha sido mais fortemente influenciada (de forma deteriorante) pela altura da coluna no intervalo de tamanho com partículas mais grossas, conforme exposto na Figura 4.13 (interação tripla).

A partir modelo empírico obtido com a estimação (regressão múltipla) dos parâmetros relacionados às variáveis, construíram-se superfícies de resposta para a observação do comportamento do d_{90} em função das variáveis significativas.

A Figura 4.19 exibe a superfície de resposta para a variação do d_{90} no produto concentrado para a fração granulométrica -325 # em função da relação altura/diâmetro da coluna e da dosagem de depressor, para uma dosagem de coletor de 280 g/t (nível zero para esta variável na forma codificada). Já na superfície de resposta apresentada na Figura 4.20, observa-se a variação do parâmetro d_{90} no produto concentrado em função da relação h/d da coluna e da dosagem de coletor, para 80 g/t de dosagem de depressor na fração -325 #.

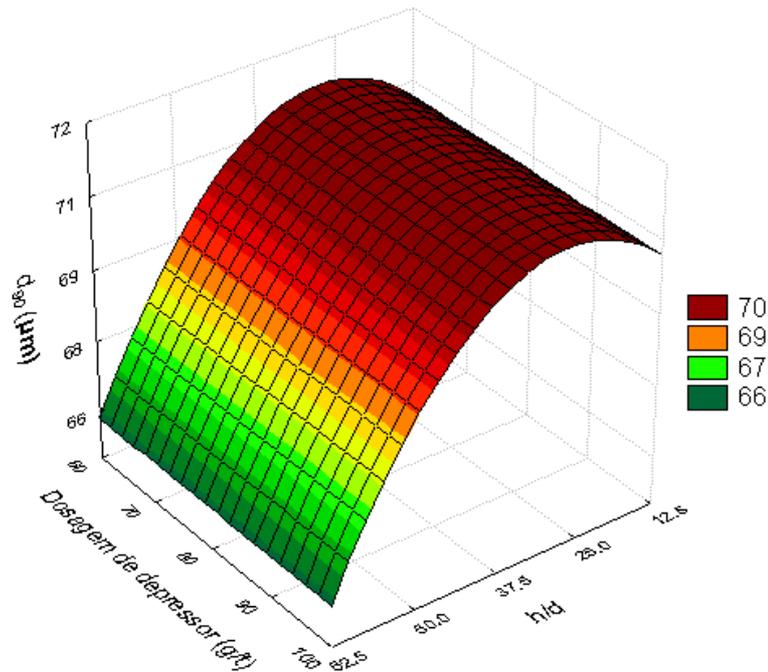


Figura 4.19 - Superfície de resposta para o parâmetro d_{90} no produto concentrado para a fração granulométrica -325 # em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e da dosagem de depressor, para 280 g/t de dosagem de coletor

Verifica-se na Figura 4.19, assim como na Figura 4.20, que independentemente da dosagem dos reagentes, a medida que se elevou a relação entre a altura e o diâmetro da coluna, o valor do d_{90} tendeu a cair. Provavelmente, isto se deve ao fato de que partículas mais grossas são menos hidrofóbicas e formam agregados partícula-bolha menos estáveis, e em razão da desestabilização causada pelo peso destas partículas. Por conseguinte, é mais elevada a chance da partícula mais grossa se romper da superfície da bolha voltando para a fase polpa à proporção que a coluna se torna maior. Assim, para as partículas maiores é mais difícil

flotar até atingir a posição de transbordo da coluna mais alta, resultando em um concentrado apatítico com um menor diâmetro característico para operações em equipamentos nestas maiores dimensões. Colunas mais curtas tenderam a produzir produtos flotados com partículas mais grossas. O efeito da altura foi tão pronunciado que a influência dos reagentes não é visualizada nas superfícies.

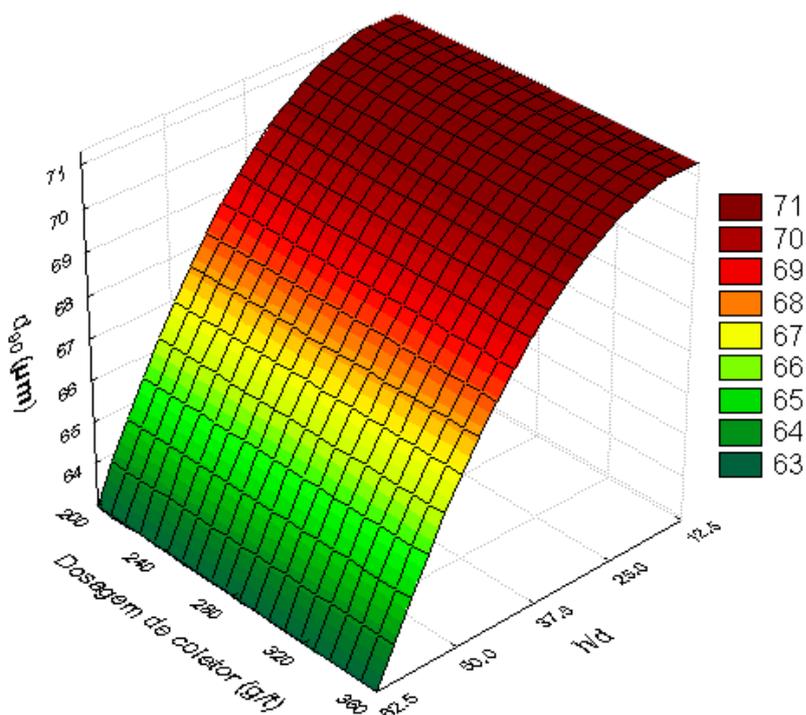


Figura 4.20 - Superfície de resposta para o parâmetro d_{90} no produto concentrado para a fração granulométrica -325 # em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e da dosagem de depressor, para 80 g/t de dosagem de depressor

4.2.4 – Análise Estatística Global

Com exceção dos testes preliminares, os demais experimentos de flotação (Tabelas 4.11, 4.12 e 4.13) realizados, variando a relação entre a altura e o diâmetro da coluna, as dosagens dos reagentes e o tamanho de partícula foram agrupados com objetivo de realizar uma análise estatística. A análise estatística global permite quantificar os efeitos de cada variável independente nas respostas estudadas: teor de fósforo e recuperação de apatita no concentrado; e, razões de seletividade na separação de P_2O_5 em relação aos principais contaminantes da ganga (Fe_2O_3 e SiO_2).

Para a análise global, foi efetuada uma regressão múltipla, obtendo-se os parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos. As variáveis

independentes avaliadas foram adimensionalizadas, conforme mostram as Equações 4.1, 4.2, 4.3 e 4.4, presentes da Tabela 4.16, a qual apresenta também as respectivas faixas experimentais das variáveis. Estas variáveis são: x_4 , que se refere à dosagem de coletor (C); x_5 , que se refere à dosagem de depressor (D); x_6 , que se refere ao tamanho de partícula ($d_{63,2}$) e; x_7 , que se refere à relação entre altura e diâmetro da coluna (H).

Tabela 4.16 – Faixa experimental das variáveis estudadas

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Dosagem de coletor (C)	200 g/t a 360 g/t	$x_4 = \frac{(C - 280 \text{ g/t})}{80 \text{ g/t}}$ (4.1)
Dosagem de depressor (D)	60 g/t a 100 g/t	$x_5 = \frac{(D - 80 \text{ g/t})}{20 \text{ g/t}}$ (4.2)
Tamanho de partícula ($d_{63,2}$)	51,9 μm a 214,5 μm	$x_6 = \frac{(d_{63,2} - 99 \mu\text{m})}{65 \mu\text{m}}$ (4.3)
Relação entre altura e diâmetro da coluna (H)	12,5 a 62,5	$x_7 = \frac{(H - 40)}{20}$ (4.4)

A determinação dos parâmetros significativos da regressão foi realizada por meio de um teste de hipótese utilizando uma t de *Student* com nível de significância de 10 %, sendo desconsiderados os parâmetros com nível de significância maior que este valor.

O resultado de F calculado (F_c) foi superior ao tabelado (F_T), considerando um nível de significância de 1 %, para todas as respostas avaliadas. Esta comparação pode ser interpretada através de um teste de hipótese. A hipótese de nulidade (H_0) diz que o modelo não é significativo, enquanto que a hipótese alternativa (H_1) afirma que o modelo é significativo. Os resultados do teste F mostraram que pode-se rejeitar H_0 no nível de significância de 1 %, ou seja, tem-se uma confiança de 99 % que o modelo é significativo.

As equações empíricas obtidas por regressão múltipla, para representar a variação do teor de fósforo e da recuperação de apatita no concentrado, bem como, das razões de seletividade da separação em relação às espécies Fe_2O_3 e SiO_2 , em função das variáveis independentes estudadas são apresentadas nas Equações 4.5, 4.6, 4.7, e 4.8, respectivamente. Os parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos são apresentadas na forma matricial como mostrado na sequência das equações.

Para equação do teor de fósforo no flotado foi encontrado um valor de 0,96 para o quadrado do coeficiente de correlação da regressão. Este valor indica que 96 % da variabilidade dos dados de teor de P_2O_5 no flotado foram explicados pela Equação 4.5. Os resíduos da regressão foram aleatórios e normalmente distribuídos.

Para a regressão relativa à recuperação de apatita no concentrado, os resíduos também foram aleatórios e normalmente distribuídos. O r^2 encontrado foi de 0,97, indicando que 97 % da variabilidade dos dados de recuperação de apatita no concentrado foram explicados pela Equação 4.6. Já para as razões de seletividades, o quadrado do coeficiente de correlação da regressão foi igual a 0,96 e 0,86 respectivamente, para Fe_2O_3 e SiO_2 , com distribuição dos resíduos aleatória e normal para ambas respostas.

Nas equações empíricas apresentadas na sequência, \hat{y}_1 é a resposta estimada para o teor, \hat{y}_2 é a recuperação, \hat{y}_3 é a razão de seletividade do P_2O_5 em relação aos minerais de ferro e \hat{y}_4 é a razão de seletividade do fósforo em relação à espécie SiO_2 .

$$\hat{y}_1 = 33,30 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{b}}_1 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{B}}_1 \underline{\mathbf{x}} \quad (4.5)$$

$$\text{na qual: } \underline{\mathbf{b}}_1 = \begin{bmatrix} -1,26 \\ 0,39 \\ 1,47 \\ 9,86 \end{bmatrix} \text{ e } \underline{\mathbf{B}}_1 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -0,56 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -4,30 \end{bmatrix} \quad \underline{\mathbf{x}} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_2 = 62,47 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{b}}_2 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{B}}_2 \underline{\mathbf{x}} \quad (4.6)$$

$$\text{em que: } \underline{\mathbf{b}}_2 = \begin{bmatrix} 3,98 \\ 0 \\ -4,01 \\ -24,70 \end{bmatrix} \text{ e } \underline{\mathbf{B}}_2 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 1,41 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1,04 \\ 1,41 & 0 & -1,04 & 6,63 \end{bmatrix} \quad \underline{\mathbf{x}} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_3 = 3,71 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{b}}_3 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{B}}_3 \underline{\mathbf{x}} \quad (4.7)$$

$$\text{em que: } \underline{\mathbf{b}}_3 = \begin{bmatrix} -1,12 \\ 0,39 \\ 1,23 \\ 4,01 \end{bmatrix} \text{ e } \underline{\mathbf{B}}_3 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & -0,64 \\ 0 & 0 & 0 & 0,20 \\ 0 & 0 & 0 & 0,76 \\ -0,64 & 0,20 & 0,76 & 1,02 \end{bmatrix} \underline{\mathbf{x}} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_4 = 15,74 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{b}}_4 + \underline{\mathbf{x}}' \underline{\mathbf{B}}_4 \underline{\mathbf{x}} \quad (4.8)$$

$$\text{em que: } \underline{\mathbf{b}}_4 = \begin{bmatrix} -1,36 \\ 0 \\ 2,56 \\ 10,27 \end{bmatrix} \text{ e } \underline{\mathbf{B}}_4 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -4,34 \end{bmatrix} \underline{\mathbf{x}} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

No que diz respeito à análise dos parâmetros das equações de regressão, nota-se que, com exceção do depressor em relação à recuperação de apatita e à razão fósforo/silício, todas as demais variáveis influenciaram as respostas, sejam através dos parâmetros relacionados às variáveis isoladas, ou às suas interações, ou ainda aos termos quadráticos. Conforme afirmado anteriormente (Figuras 4.5 e 4.6), este efeito, na maioria das vezes atua em sentidos opostos para teor e recuperação, ou seja, as condições que promovem baixas recuperações de apatita no concentrado são as mesmas que conduzem a elevados teores de fósforo no produto flotado. Esta influência oposta pode ser verificada nos sinais dos parâmetros para cada resposta.

O efeito das variáveis sobre o teor e a recuperação de apatita no concentrado é mais facilmente visualizado por meio de superfícies de resposta, as quais são mostradas nas Figuras de 4.21 a 4.27. Estas figuras, para cada resposta, foram obtidas a partir das respectivas equações de regressão, mostradas nas Equações de 4.5 a 4.8.

A Figura 4.21 apresenta a superfície de resposta para o teor de P_2O_5 em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula, para uma dosagem de coletor de 280 g/t e uma dosagem de depressor de 80 g/t, ou seja, reagentes no nível zero para a variável na forma codificada. Observa-se que os melhores teores foram alcançados para a combinação de partículas grossas e um maior equipamento. A qualidade da separação foi pior para menores tamanhos de partícula e relações altura/diâmetro.

Na Figura 4.21 percebe-se, à medida que a relação altura/diâmetro aumentou, uma tendência de elevação no teor de P_2O_5 , ou seja, a operação com maiores alturas do equipamento de flotação resultou na obtenção de teores de fósforo mais elevados. O melhor desempenho do teor para alturas mais elevadas talvez tenha ocorrido porque o maior tempo de

permanência da espuma dentro da coluna (veja Figura 4.9) permite uma atuação mais eficiente da água de lavagem e, conseqüentemente, uma drenagem mais intensa (SREENIVASARAO *et al.* 1993 *apud* TOREM e CASQUEIRA, 2003) de partículas hidrofílicas carregadas de forma não seletiva, principalmente por arraste hidráulico (*entrainment*).

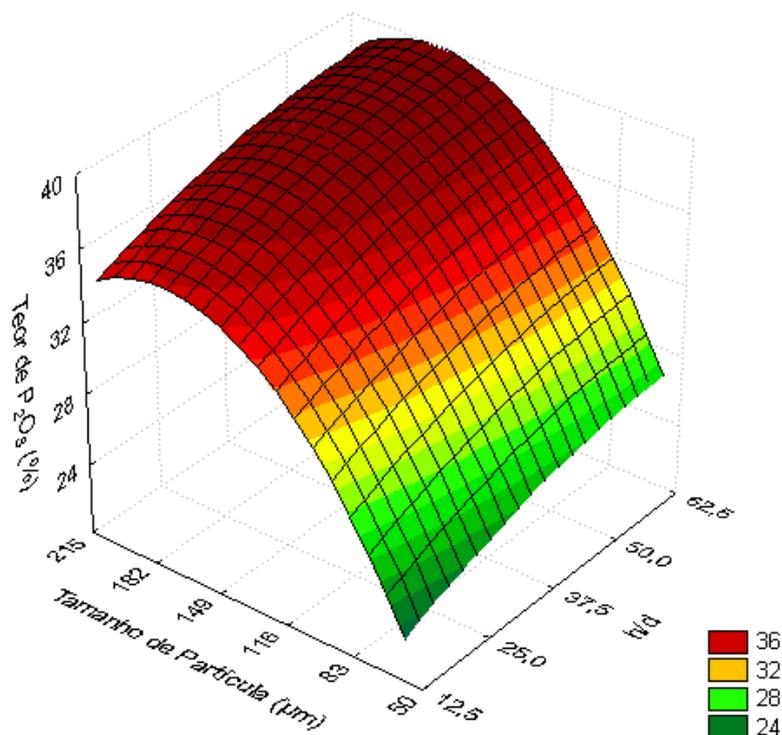


Figura 4.21 - Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula para uma dosagem de coletor de 280 g/t e 80 g/t de depressor

Ainda na Figura 4.21 observa-se que, à proporção que o tamanho de partícula aumenta, o teor do mesmo modo fica maior, até uma região de máximo, a partir do qual começa a decrescer. A queda na região de maior granulometria pode ser consequência de um menor grau de liberação física.

Para granulometrias mais finas diminui a contribuição da flotação verdadeira (mecanismo de adesão e coleta seletiva do agregado formado entre partículas hidrofobizadas e bolhas) e aumenta os mecanismos não seletivos como o arraste hidráulico de partículas hidrofílicas em líquido intersticial (FENG e ALDRICH, 1999; PEASE *et al.*, 2006), o carregamento de ganga por revestimento de superfície (TORTORELLI, 1997) e o aprisionamento mecânico de partículas indesejadas (GEORGE *et al.*, 2004, SANTOS, 2005)

entre aglomerados com partículas flotáveis maiores. A diminuição da flotação verdadeira se deve, por exemplo, ao fato do menor peso e da pequena quantidade de movimento dos finos resultarem em uma baixa probabilidade de colisão entre bolha e partícula (TRAHAR, 1981). O aumento dos mecanismos não seletivos é refletido no menor teor de fósforo obtido nesta granulometria.

Segundo FUERSTENAU (1980), partículas de menores tamanhos resultam em grande área superficial e, por consequência, elevada energia superficial, o que pode levar o reagente a ser adsorvido de forma não específica. Isto significa que, principalmente para uma alta dosagem de coletor, o reagente é adsorvido também sobre a superfície de minerais indesejados, levando a sua coleta. Nesta região de tamanho de partícula, além do fenômeno de adsorção não seletiva dos reagentes, com a elevada energia superficial, também pode acontecer um aumento na dissolução da superfície dos minerais introduzindo impurezas na polpa e afetando as interações entre coletor e mineral. O rendimento do teor de P_2O_5 foi mais prejudicado para colunas curtas associadas à alimentação de partículas finas, porque nesta condição, diminuiu o tempo para drenar e impedir o transporte da intensa flotação por arraste.

Na Figura 4.22 observa-se a superfície de resposta do teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula, para uma coluna de altura 1,6 m (nível central adimensional) e uma dosagem de depressor de 80 g/t.

Esta superfície de resposta (Figura 4.22) mostra que para partículas nas faixas granulométricas intermediária e fina, para qualquer dosagem de coletor, o teor de fósforo é sempre inferior ao alcançado para a fração grossa, e que menores concentrações de coletor levam a teores mais elevados. Em níveis superiores de granulometria, o teor é sempre maior que o requerido pela indústria (33 %). Percebe-se ainda que há uma granulometria, entre o tamanho de partícula intermediário ($d_{63,2} = 99 \mu\text{m}$) e o maior tamanho de partícula ($d_{63,2} = 214,5 \mu\text{m}$), na qual o teor é maximizado. Este comportamento de um teor máximo em um tamanho de partículas antes da maior granulometria, também foi mostrado em trabalhos com diferentes sistemas de flotação (WOODBURN *et al.*, 1971; TRAHAR, 1981; FENG e ALDRICH, 1999).

Conforme mencionado anteriormente, os maiores teores obtidos para frações grossas quando comparados aos atingidos nas finas podem ser explicados pela menor ação dos mecanismos de arraste não seletivo (FUERSTENAU, 1980), e pelos maiores teores iniciais, indicando menor presença de ganga na alimentação. Também contribui o fato de partículas com presença de ganga, ou seja, com menor grau de liberação e menos hidrofóbicas, terem menor eficiência de adesão que o mineral de interesse, principalmente em frações grossas

onde esta eficiência, de uma forma geral, é menor. Este fato, associado ao maior peso da partícula, causa instabilidade, quebra do agregado e o transporte destas partículas mistas da espuma para a fase polpa aumentando o teor.

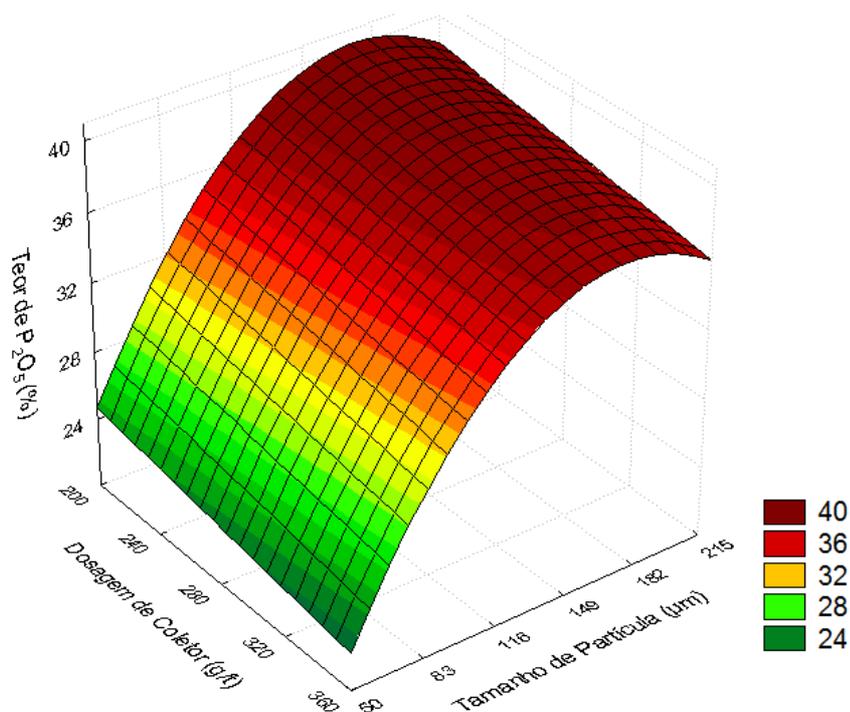


Figura 4.22 - Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula para, uma coluna de altura 1,6 m e uma dosagem de depressor de 80 g/t

Na Figura 4.23 é apresentada a superfície de resposta para a recuperação de apatita em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula, para uma dosagem de coletor de 280 g/t e uma dosagem de depressor de 80 g/t. Nota-se que, quando se diminuiu a altura da coluna e quando se reduziu a granulometria, a recuperação tendeu a crescer, isto é, os testes conduzidos na condição de colunas mais curtas e de partícula mais finas forneceram os resultados mais satisfatórios e a separação foi mais produtiva.

As recuperações mais elevadas nas menores colunas, são consequência de uma maior coleta de partículas, inclusive mais grossas, nestas dimensões de equipamento, o que pode ser verificado pelos maiores valores das dimensões características do flotado nestas condições (Figuras 4.19 e 4.20 e Tabela 4.15). As Figuras 4.9, 4.10 e 4.11 mostram que nestas condições de colunas mais curtas, as partículas levam menos tempo para chegarem a posição de despejo e a camada de espuma (agregado partícula-bolha) fica menor tempo dentro do equipamento (flotam mais rápido), reduzindo, assim, a possibilidade de desligamento da partícula aderida à

superfície da bolha com seu posterior retorno para a fase líquida e, por conseguinte, a recuperação é melhor. Reduz também, a drenagem pela água de lavagem, de partículas arrastadas sem seletividade, inclusive de apatita. A condição oposta (partículas grossas e maior relação altura/diâmetro) levou aos níveis inferiores da resposta recuperação. ITYOKUMBUL (1992) sugeriu que um aumento na resistência à flotação com o incremento da altura é devido a fatores hidrodinâmicos ou a mudanças na constante da taxa de flotação, e que apenas uma coluna curta é requerida para o processo. Percebe-se ainda um maior efeito da variação altura da coluna na recuperação para partículas mais grossas.

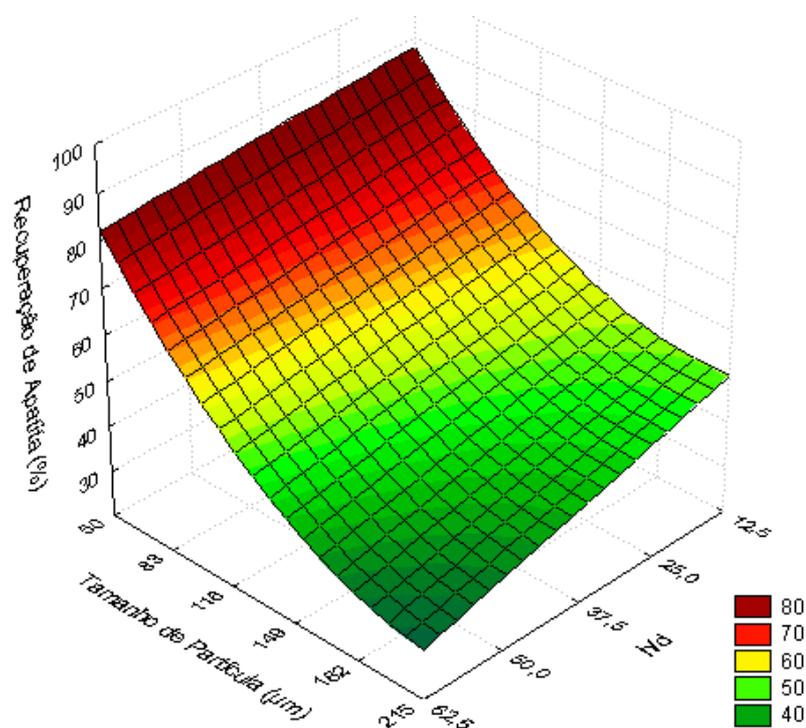


Figura 4.23 - Superfície de resposta para a recuperação de apatita em função da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e do tamanho de partícula para uma dosagem de coletor de 280 g/t e 80 g/t de depressor

Na combinação de partículas grossas com maior dimensão do equipamento, o resultado de recuperação caiu porque o maior peso da partícula desestabiliza e favorece a quebra do agregado formado entre partícula e bolha, principalmente quando este agregado, devido a altura mais elevada da coluna, tem um maior tempo de residência (SANTOS, 2005; MAZON, 2006) na coluna. Maiores colunas conduzem a um maior tempo de retenção das bolhas dentro do equipamento, podendo elevar a probabilidade da partícula não ficar aderida à bolha, devido por exemplo, a uma possível turbulência na dispersão (KOUTLEMANI *et al.*, 1995). Partículas maiores para melhor flotarem necessitam de uma maior cobertura

hidrofóbica (SANTANA, 2007), dando mais estabilidade ao agregado (BRAVO *et al*, 2005) e evitando assim, o desligamento da partícula da superfície da bolha. A menor ocorrência de partículas grossas em maiores alturas de coluna pode ser verificada pelo menor valor médio dos parâmetros da distribuição granulométrica para o flotado em relação ao rejeito e à alimentação (Tabela 4.14) e também pela quantificação do efeito da variável relação altura/diâmetro (Tabela 4.15) nestes parâmetros. A medida que se aumentou h/d os valores de d_{90} , e $d_{63,2}$ caíram, mostrando que as partículas grossas não conseguiram chegar ao ponto de transbordo, levando à redução da recuperação de apatita. Provavelmente, este comportamento de queda da recuperação de apatita para partículas de maiores tamanhos, se deve ainda à diminuição da flotação por arraste nesta região de tamanho. Esta redução no transporte não seletivo foi proporcionada pelo maior tempo de contato da camada de espuma com a água de lavagem e, portanto por uma melhor drenagem de partículas arrastadas. Também, segundo MAZON (2006), para as partículas grossas aumentam os efeitos de forças de esforços (inércia e gravidade) facilitando o fato de que as forças de repulsão (mecânica) sejam maiores que as forças de atração (interfaciais), resultando em quebra do agregado e redução da recuperação.

Ainda na Figura 4.23, as maiores recuperações visualizadas com a mudança na granulometria de partículas grossas para finas, acontecem principalmente pelo fato de que em frações de menores tamanhos, as partículas (inclusive de valor) são propensas aos mecanismos não seletivos, ou seja, tendem a ser: arrastadas hidraulicamente (*entrainment*), revestidas por outras partículas em suas superfícies (*slime coatings*) e mecanicamente presas (*entrapment*). A recuperação aumenta, mas ao custo de uma pior qualidade no concentrado.

A Figura 4.24 mostra a recuperação de apatita no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula para uma coluna de altura 1,6 m e uma dosagem de depressor de 80 g/t.

Na superfície de resposta da Figura 4.24 verifica-se que, partículas mais finas conduzem à recuperações elevadas, independentemente da dosagem de coletor. Nota-se também que a flotação das partículas grossas, de uma maneira geral, resulta em baixas recuperações, embora esta resposta possa ser melhorada com o aumento da quantidade de coletor.

Como exposto anteriormente, na literatura são reportadas diversas justificativas para explicar porque a recuperação é menor para partículas grandes, como obtido na Figura 4.24. Por exemplo, pode-se citar, a limitada capacidade da bolha de carrear partículas grandes para a superfície da fase polpa (LINS e ADAMIAN, 2000), o nível de turbulência no equipamento (melhor associado a agitação na flotação mecânica) (NGUYEN, 2003) associado ao peso da

partícula (DRZYMALA, 1998), que podem desestabilizar o agregado partícula-bolha levando ao desligamento entre partícula e bolha, a existência das forças de arraste a que está sujeito o agregado conforme este flui para a zona de espuma (COWBURN *et al.*, 2005), a necessidade de uma maior cobertura hidrofóbica proporcionada pelo coletor (TRAHAR, 1981; BRAVO *et al.*, 2005), grande tempo de indução (DOBBY e FINCH, 1987), resultando em menor eficiência de adesão (DUAN *et al.*, 2003), a rápida drenagem de partículas da espuma para a polpa, e ausência de uma espuma mais adequada (MOUDGIL e GUPTA, 1989), menor tempo de residência (OLIVEIRA e AQUINO, 2006) ao sedimentar mais rápido, diminuindo a chance de colisão e de (re)coleta. Também, talvez isto ocorra por motivo de liberação física inadequada nos intervalos de tamanhos com partículas maiores (PEASE *et al.*, 2006). A adsorção não seletiva do coletor (coletando mais partículas mistas) sobre a superfície dos minerais (FUERSTENAU, 1980) e a menor necessidade de cobertura hidrofóbica para flotar (Figura 4.14) explicam o menor efeito da variação da dosagem de coletor sobre a recuperação na região de tamanho de partículas mais finas quando comparado com a influência do reagente em intervalos de tamanho com partículas grossas.

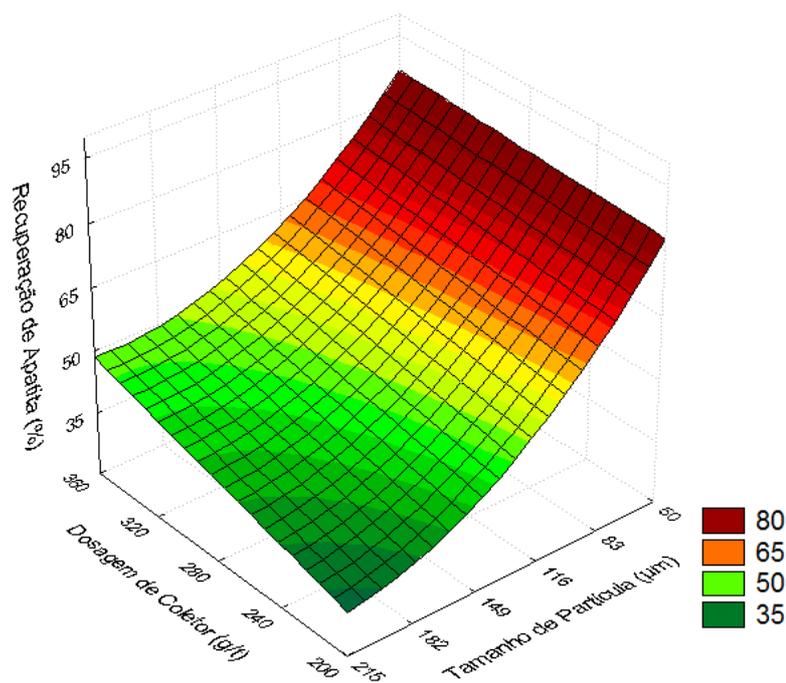


Figura 4.24 - Superfície de resposta para a recuperação de apatita no concentrado em função da dosagem de coletor e do tamanho de partícula para, uma coluna de altura 1,6 m e uma dosagem de depressor de 80 g/t

Examinando de forma simultânea as Figuras 4.21 e 4.23, verifica-se que para um determinado tamanho intermediário de partícula é possível identificar, ao mesmo tempo,

níveis de teor e recuperação em torno dos valores desejados, isto é, teores de fósforo na região de 30-33 % (ou acima) e recuperações de apatita próximas a 60 %. Demais, observa-se resultados bastante distintos no desempenho para as frações fina e grossa. Para melhor observar-se este comportamento, as superfícies de resposta fornecidas pelas Figuras 4.25, 4.26 e 4.27 exibem o teor e a recuperação de apatita em função da relação entre as dimensões da coluna de flotação e da dosagem de coletor para 80 g/t de depressor nas três diferentes faixas de tamanho.

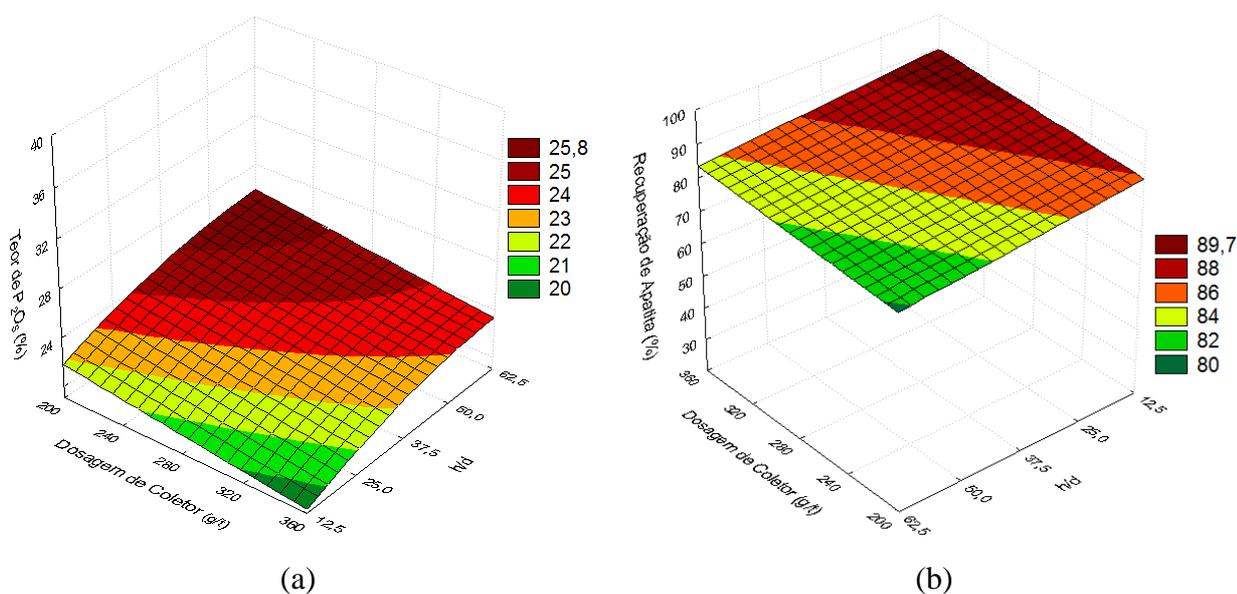


Figura 4.25 - Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula fino ($d_{63,2} = 51,9 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita

No desempenho da flotação para um tamanho de partícula fino ($d_{63,2} = 51,9 \mu\text{m}$), apresentado na Figura 4.25, mais uma vez fica claro que, nas condições investigadas, independentemente da altura do equipamento e da dosagem de coletor, as recuperações foram sempre superiores ao especificado (60 %) e o teor não alcançou níveis próximos ao requerido (30-33 %). Este desempenho não é desejado porque embora a maior fração da apatita tenha sido recuperada no concentrado, isso ocorre às custas de uma baixa seletividade, sendo boa parte da recuperação devido à contribuição da flotação por arraste. O desejado é que a recuperação seja principalmente devido à flotação verdadeira e que o arraste seja minimizado. Uma maior dosagem de coletor juntamente com o nível superior de altura conduziu a uma recuperação mais elevada, entretanto, também a um teor mais baixo.

As superfícies de resposta dadas pela Figura 4.26 (a) e (b) expõem respectivamente, o teor e a recuperação de apatita em função da relação entre as dimensões da coluna de

flotação e da dosagem de coletor, para um tamanho de partícula intermediário ($d_{63,2} = 99 \mu\text{m}$) e para 80 g/t de depressor. Analisando estas superfícies ao mesmo tempo nota-se que, na fração intermediária de tamanho de partícula +325 #, dependendo da altura e da dosagem de coletor, atingiu-se um desempenho satisfatório de forma simultânea para teor e recuperação de fósforo. Visualiza-se nesta granulometria, para uma relação entre altura e diâmetro intermediária (entre 25 e 37,5) para diferentes condições de coletor, ao mesmo tempo, o teor pode estar em 33 % (ou mais) e a perda de fósforo pode ser inferior a 40 % (a recuperação pode ser 60 %, ou superior).

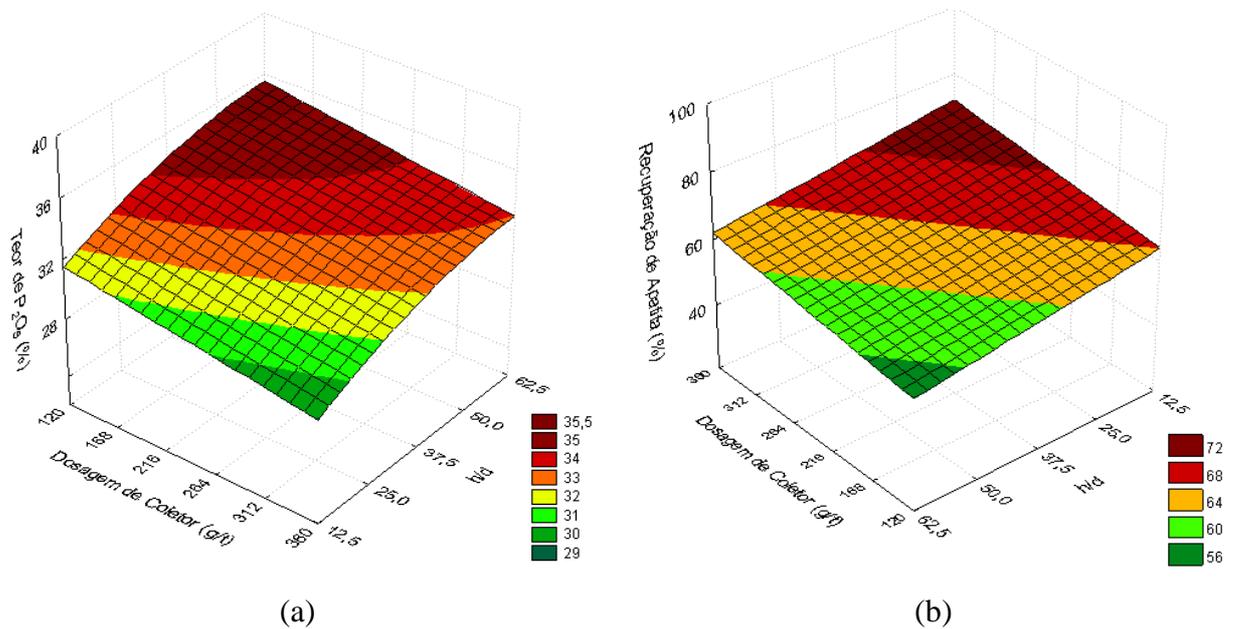


Figura 4.26 - Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula intermediário ($d_{63,2} = 99 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita

Ademais, a análise destas superfícies na Figura 4.26 revela que, um incremento na dosagem de coletor adicionado promove uma diminuição no teor, embora, forneça uma elevação na recuperação. Uma maior quantidade deste reagente proporcionou uma cobertura hidrofóbica maior e mais adequada e, por conseguinte, uma maior estabilidade do agregado partícula-bolha, o que foi suficiente para evitar um possível destacamento da partícula da superfície da bolha, mesmo com o maior tempo de permanência que acontece no equipamento, a medida que aumenta a altura. Todavia, uma alta dosagem de coletor significa também mais reagente disponível para ser adsorvido e facilita a coleta de partículas não totalmente liberadas, e/ou não corretamente hidrofilizadas pelo depressor.

A Figura 4.27 mostra as superfícies de resposta para o rendimento da flotação (teor e a recuperação), em função da relação entre as dimensões da coluna de flotação e da dosagem de coletor, para um tamanho de partícula grosso ($d_{63,2} = 214,5 \mu\text{m}$) e de 80 g/t de depressor.

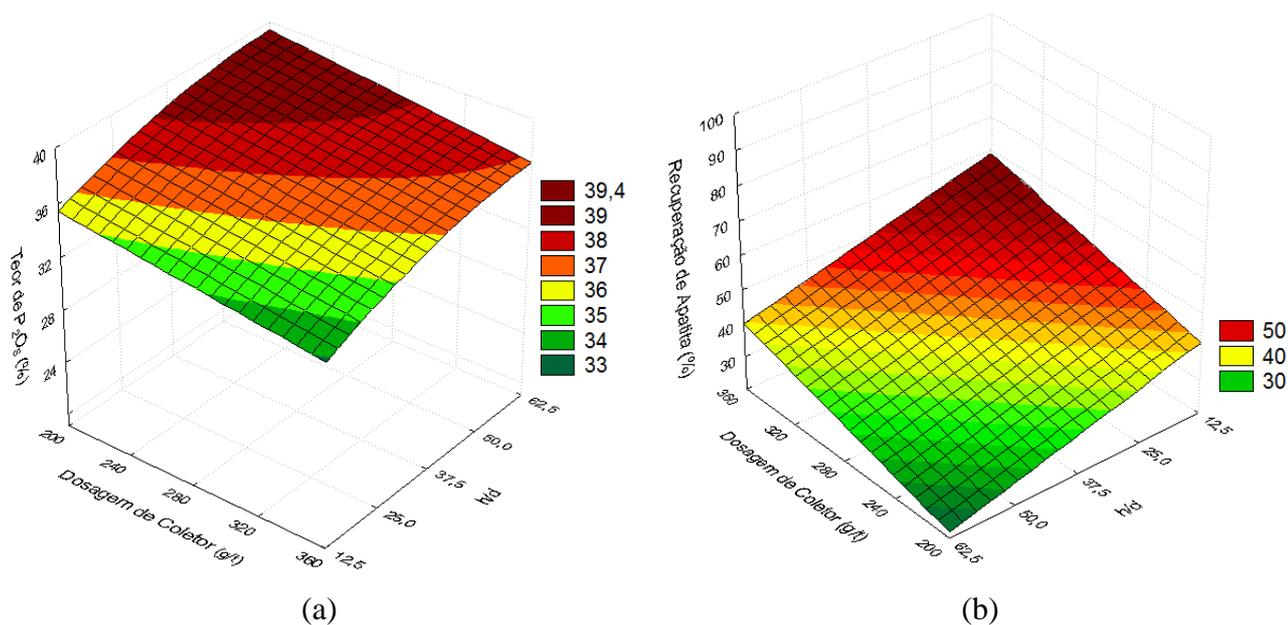


Figura 4.27 - Superfície de resposta para o efeito da relação entre a altura e o diâmetro da coluna e dosagem de coletor para um tamanho de partícula grosso ($d_{63,2} = 214,5 \mu\text{m}$) e 80 g/t de depressor: (a) teor de P_2O_5 ; (b) recuperação de apatita

Na Figura 4.27 observa-se que não fração grossa, em comportamento oposto ao encontrado na fração fina (Figura 4.25), o teor de fósforo foi sempre superior ao desejado. Entretanto, houve dificuldade em se atingir 60 % de apatita recuperada. É requerido encontrar condições que forneçam um equilíbrio no desempenho de teor e recuperação (como visualizado na Figura 4.26), resultando em níveis dos parâmetros de separação simultaneamente superiores aos critérios estabelecidos.

4.3 – Resultados de Flotação por Ar Dissolvido

A Tabela 4.17 mostra os resultados do rendimento da flotação por ar dissolvido em termos de teor de P_2O_5 e recuperação de apatita obtidos nos concentrados.

Os resultados experimentais de FAD também foram analisados estatisticamente com suporte do *software* Statistica® 7.0. Por meio de uma regressão múltipla, parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos foram encontrados. A determinação dos parâmetros significativos da regressão foi realizada por meio de um teste de hipótese utilizando uma t de *Student* com nível de significância de 10 %. As Equações de

4.9 a 4.14, exibidas na Tabela 4.18, representam as variáveis independentes investigadas. Estas variáveis são: x_8 , que se refere ao pH da polpa (P); x_9 , que se refere à vazão de água de lavagem (W); x_{10} , que se refere à vazão de reciclo (V); x_{11} , que se refere à porcentagem inicial de sólidos na coluna (S); x_{12} , que se refere à posição do reciclo na coluna (L); e, x_{13} , que se refere à posição da injeção da água saturada (I).

Tabela 4.17 - Desempenho da flotação por ar dissolvido

Exp.	pH	Vazão de Água de Lavagem (L/mim)	Porcentagem inicial de sólidos (%)	Vazão de Reciclo (L/min)	Posição do reciclo (cm)	Posição do bico injetor (cm)	Teor de P_2O_5 (%)	Recup. de Apatita (%)
89	9	0,15	12,0	0,50	60,5	39	26,5	47,4
90	9	0,46	12,0	0,50	60,5	39	24,4	45,0
91	9	0	13,5	1,00	60,5	39	24,2	64,1
92	9	0,15	13,5	1,00	60,5	39	28,8	60,7
93	9	0	13,5	1,00	110,0	39	29,8	77,2
94	9	0,15	14,5	1,00	60,5	21	26,6	80,5
95	9	0,15	14,5	0,50	60,5	21	22,7	83,7
96	9	0,46	13,5	1,00	60,5	39	26,2	75,6
97	9	0,15	14,5	0,50	110,0	21	25,4	80,2
98	9	0,15	14,5	0,50	73,5	21	26,9	61,0
99	9	0	14,5	1,00	60,5	39	30,1	63,3
100	9	0,15	14,5	1,00	60,5	39	29,9	57,3
101	9	0	14,5	1,25	60,5	39	30,9	58,0
102	9	0,15	14,5	1,25	60,5	39	32,0	48,0
103	9	0	12,4	1,00	60,5	39	31,1	67,3
104	9	0,15	12,4	1,00	60,5	39	31,4	50,0
105	9	0	12,4	1,25	60,5	39	28,7	59,0
106	9	0,15	12,4	1,25	60,5	39	31,3	69,6
107	11,5	0,15	14,5	1,00	60,5	39	31,3	64,4
108	9	0,15	14,5	1,00	73,5	39	30,1	54,9
109	11,5	0,15	14,5	1,00	73,5	39	33,1	63,3
110	11,5	0,15	14,5	1,25	60,5	39	30,6	60,9
111	11,5	0,15	12,4	1,25	60,5	39	31,8	73,4
112	11,5	0,15	14,5	1,25	73,5	39	30,5	57,6
113	11,5	0,15	12,4	1,25	73,5	39	30,1	57,8

A forma matricial da superfície ajustada (por meio da metodologia de superfície de resposta) da resposta investigada (\hat{y}) em função das variáveis independentes (x) é mostrada nas equações 4.15 e 4.16, para o teor (\hat{y}_5) e para a recuperação (\hat{y}_6) de apatita,

respectivamente. Nestas equações, \underline{b} é a matriz dos parâmetros relacionados às variáveis isoladas e \underline{B} é a matriz dos parâmetros relacionados às interações e aos termos quadráticos.

Tabela 4.18 – Faixa experimental das variáveis estudadas na flotação por ar dissolvido

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
pH (P)	9 a 11,5	$x_8 = \frac{(P-10,25)}{1,25}$ (4.9)
Vazão de água de lavagem (W)	0 L/min a 0,46 L/min	$x_9 = \frac{(W - 0,25 \text{ L / min})}{0,20 \text{ L / min}}$ (4.10)
Vazão de Reciclo (V)	0,5 L/min a 1,25 L/min	$x_{10} = \frac{(V - 0,75 \text{ L / min})}{0,6 \text{ L / min}}$ (4.11)
Porcentagem inicial de sólidos (S)	12 % a 14,5 %	$x_{11} = \frac{(S - 13 \%)}{1,5 \%}$ (4.12)
Posição do reciclo (L)	60,5 cm a 110 cm	$x_{12} = \frac{(L - 85 \text{ cm})}{24 \text{ cm}}$ (4.13)
Posição do bico injetor (I)	21 cm a 39 cm	$x_{13} = \frac{(I - 30 \text{ cm})}{9 \text{ cm}}$ (4.14)

Após desconsiderar os experimentos que apresentaram os maiores resíduos (análise residual) na regressão múltipla, e eliminar as variáveis com nível de significância superior a 10 %, os coeficientes de correlação quadráticos (r^2) foram de 0,96 e 0,93 para o teor e para recuperação de apatita, respectivamente. Assim, os resíduos foram aleatórios e normalmente distribuídos. Com relação à análise dos parâmetros das equações de regressão, observa-se que todas as variáveis influenciaram nas respostas, individualmente e/ou por meio de interação.

$$\hat{y}_5 = 29,5 + \underline{x}' \underline{b}_5 + x' \underline{B}_5 \underline{x} \quad (4.15)$$

na qual: $\underline{b}_5 = \begin{bmatrix} 1,24 \\ 0 \\ 13,66 \\ 0 \\ 1,96 \\ 0 \end{bmatrix}$ e $\underline{B}_5 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & -0,55 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -0,59 & -0,99 & 0 \\ 0 & 0 & -16,68 & 1,37 & 3,03 & 0 \\ 0 & -0,59 & 1,37 & 0 & 0 & -1,37 \\ -0,55 & -0,99 & 3,03 & 0 & 0 & -2,03 \\ 0 & 0 & 0 & -1,37 & -2,03 & 0 \end{bmatrix}$ $\underline{x} = \begin{bmatrix} x_8 \\ x_9 \\ x_{10} \\ x_{11} \\ x_{12} \\ x_{13} \end{bmatrix}$

$$\hat{y}_6 = 69,8 + \underline{x}' \underline{b}_6 + \underline{x}' \underline{B}_6 \underline{x} \quad (4.16)$$

$$\text{em que: } \underline{b}_6 = \begin{bmatrix} 4,71 \\ -6,85 \\ -35,04 \\ 29,00 \\ -12,87 \\ 0 \end{bmatrix} \text{ e } \underline{B}_6 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 9,09 & 0 & -5,95 & 0 \\ 0 & 9,09 & 43,38 & -10,15 & 0 & 0 \\ 0 & -10,15 & 0 & 0 & -2,74 & 0 \\ 0 & -5,95 & 0 & -2,74 & 0 & 7,01 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 7,01 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_8 \\ x_9 \\ x_{10} \\ x_{11} \\ x_{12} \\ x_{13} \end{bmatrix}$$

Para facilitar a visualização do efeito das variáveis sobre os parâmetros de separação da FAD, algumas superfícies de resposta foram construídas a partir das equações de regressão e são mostradas nas Figuras 4.28 a 4.34. Em todas as superfícies apresentadas as demais variáveis encontram-se no nível zero em sua forma codificada.

Por meio da superfície de resposta, Figura 4.28, observa-se o comportamento do teor de P_2O_5 na FAD em função da variação da vazão de reciclo e do pH da polpa alimentada.

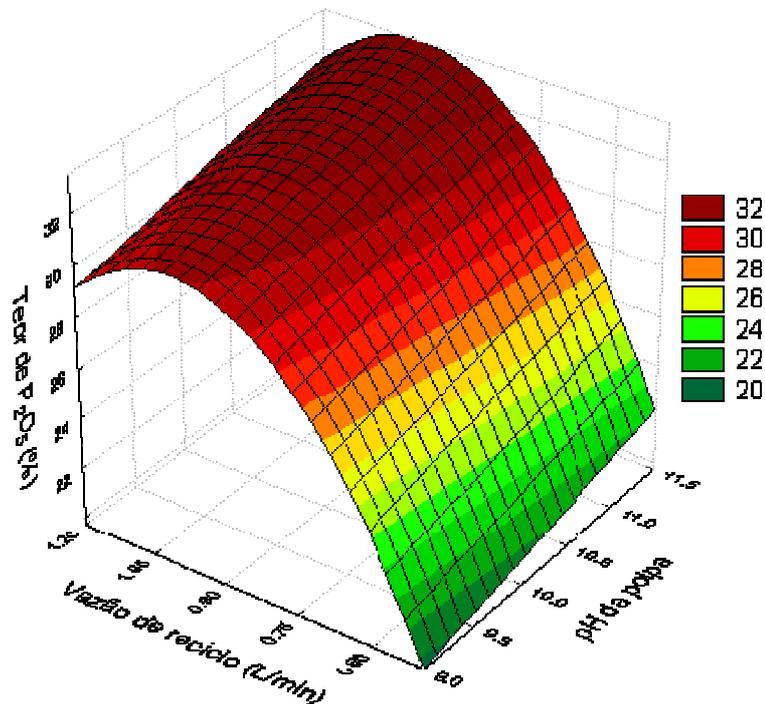


Figura 4.28 - Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

Percebe-se na Figura 4.28 que o teor tendeu a crescer com o aumento do pH. Para que a superfície dos minerais tenha uma carga mais adequada, existe um pH ideal. O valor do pH afeta o ângulo de contato, as características da solução e as cargas das espécies presentes

na polpa (ionização, dissociação e dissolução), influenciando na hidratação da superfície do mineral, nas propriedades dos reagentes e conseqüentemente na adsorção e na coleta (MONTE e PERES, 2004; GUIMARÃES, 2004). Interfere de forma relevante a seletividade da separação. Já em relação à vazão de reciclo, a figura exhibe uma propensão de incremento do teor com a elevação da carga circulante, até uma região de máximo, desde onde começa a decrescer. A corrente de carga circulante, além de propiciar que partículas de interesse sedimentadas no fundo da coluna sejam suspensas, passando novamente pela zona de recuperação podendo ser (re)coletadas, acabou servindo também (principalmente em posições mais elevadas de reciclo) como um lavador de espuma, uma vez que introduzia uma força dinâmica sobre a espuma, drenando parte da ganga arrastada hidraulicamente. Segundo TAO *et al.* (2000), quando o ponto de adição da lavagem é movido do topo da espuma para uma posição dentro do equipamento, o conteúdo de partículas hidrofílicas no flotado pode diminuir, melhorando o teor do mineral desejado. Não obstante, a partir de um determinado valor de vazão de reciclo o teor cai, indicando que o efeito de drenagem de ganga pode ser menor que o efeito da ruptura de agregados partículas (hidrofóbicas)-bolhas.

Verifica-se na, superfície de resposta na Figura 4.29, a variação do teor de P_2O_5 na FAD com a alteração dos níveis de pH da polpa e da posição do reciclo.

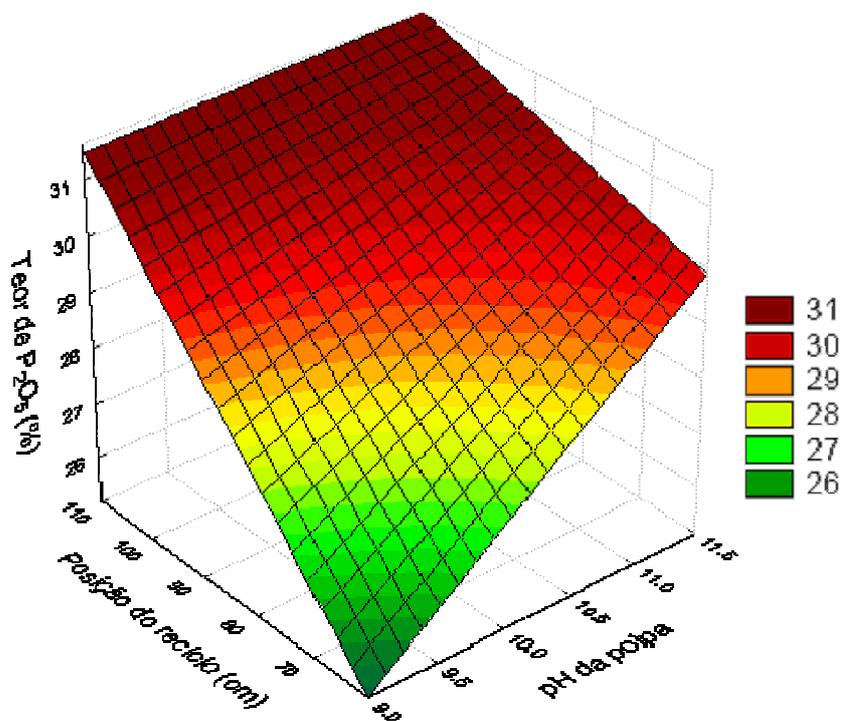


Figura 4.29 - Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função do pH da polpa e da posição do reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

Nota-se, na Figura 4.29, que o aumento do pH da polpa elevou o teor, sendo este efeito mais intensificado para o reciclo nas posições inferiores. Maiores níveis da posição do reciclo tenderam a conduzir a melhores teores, sendo que esta modificação foi mais pronunciada para menores valores de pH. O teor foi maior, associando um pH da polpa mais alto com um reciclo, localizado mais próximo do topo da coluna. O reciclo em uma posição mais elevada na coluna significou que uma menor camada de espuma transbordava após este ponto. Como já mencionado, o reciclo funcionava também como um lavador de espuma, drenando partículas de ganga para a fase polpa. O reciclo no nível superior ocasionava um maior percurso disponível para as partículas arrastadas serem drenadas pelo escoamento em contracorrente da carga circulante, fornecendo melhor qualidade ao produto concentrado.

A Figura 4.30 mostra a superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função da vazão de reciclo e da concentração inicial de sólidos na coluna.

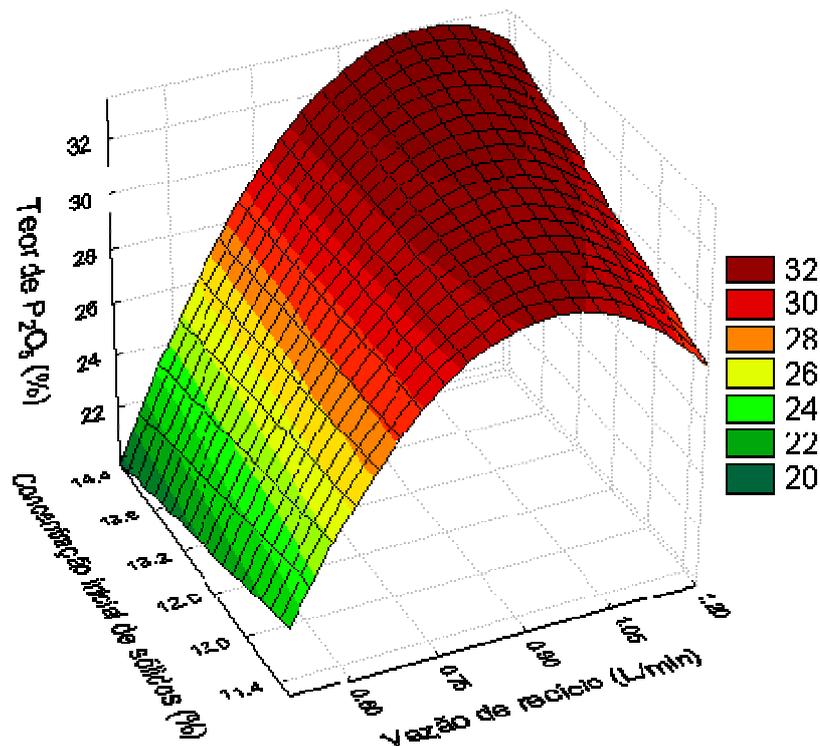


Figura 4.30 - Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 na FAD em função da vazão de reciclo e da concentração inicial de sólidos na coluna e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

Assim como exposto anteriormente (superfície da Figura 4.28), observa-se na Figura 4.30 que o teor cresceu com a elevação da vazão de carga circulante até uma região de máximo a partir da qual passou a deteriorar. No que diz respeito à porcentagem inicial de

sólidos na coluna, observa-se que um incremento nesta variável conduziu a um teor mais elevado, exceto para menores vazões de reciclo, condição na qual o comportamento é o oposto. Normalmente, uma polpa mais densa fornece menores teores, como ocorrido para menores níveis de vazão de reciclo. Provavelmente, isso não ocorreu para maiores vazões de reciclo por um efeito mais significativo da carga circulante. Por outro lado, um crescimento na concentração inicial de sólidos aumentou a recuperação (em acordo com o sinal do efeito mostrado na equação 4.16), pois, com uma maior densidade de polpa os reagentes tem uma ação mais efetiva, e a probabilidade de colisão aumenta (LINS e ADAMIAN, 1991). No trabalho destes autores, o efeito da concentração de sólidos é reportado como não muito compreendido, havendo resultados contraditórios em relação a teor e recuperação.

A Figura 4.31 apresenta a superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função do pH da polpa e da vazão de água de lavagem.

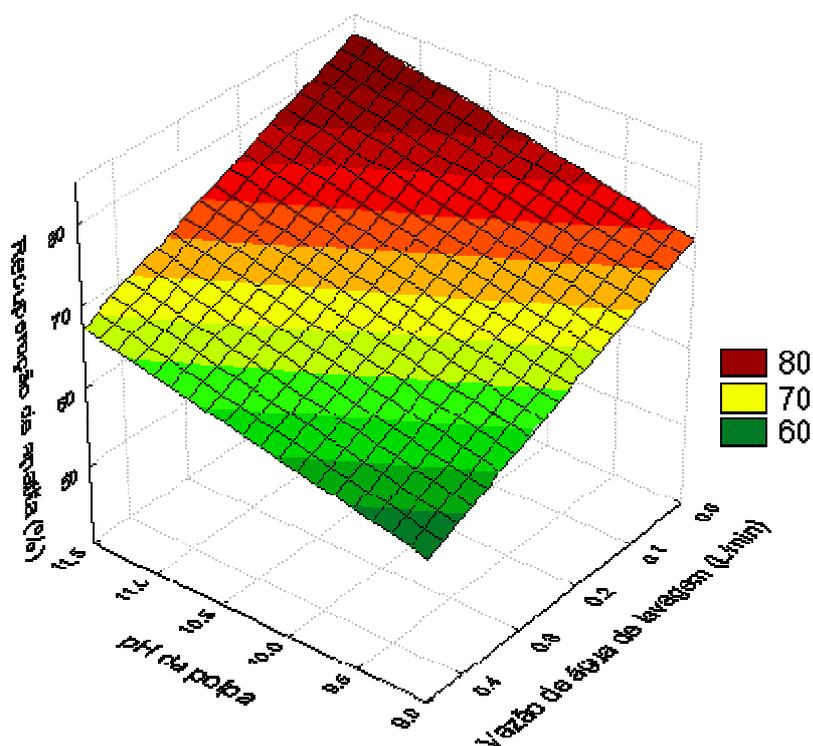


Figura 4.31 - Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função da vazão de água de lavagem e do pH da polpa e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

É possível observar na Figura 4.31 que a recuperação de apatita tendeu a aumentar com a mudança do pH de níveis inferiores para superiores. De modo contrário ao efeito do pH, a recuperação cresceu, alterando a vazão de água de lavagem da espuma de valores mais altos para mais baixos. A recuperação foi maior, combinando o nível inferior de vazão de

água de lavagem com o maior valor de pH da polpa. Nos menores níveis de água de lavagem o desligamento de partículas valiosas pouco hidrofóbicas ou mistas da superfície da bolha, seguido de drenagem para a fase polpa, deve ter sido menor, levando a uma maior recuperação de apatita. Também diminui a drenagem de apatita flotada por arraste hidráulico de forma não seletiva. Provavelmente, este efeito de drenagem foi dominante em relação ao benefício de uma maior estabilidade na espuma e de uma menor coalescência que a corrente de lavagem de espuma pode garantir à flotação.

Na superfície de resposta mostrada na Figura 4.32 é exibida a recuperação de apatita na FAD variando o pH da polpa e a vazão de reciclo.

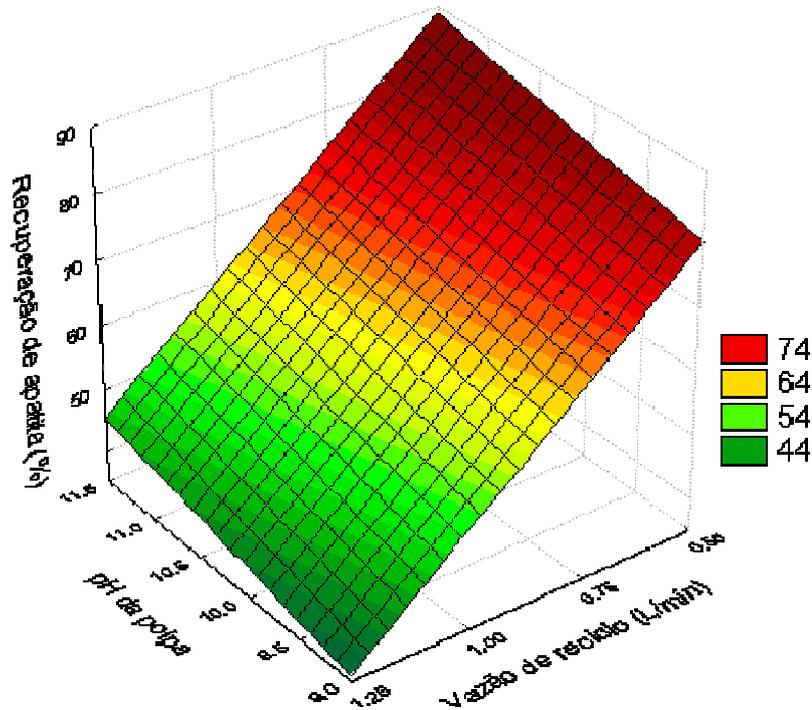


Figura 4.32 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

A recuperação na Figura 4.32 cresceu com o incremento do valor de pH da polpa. Por outro lado, a perda de fósforo também diminuiu com a redução da vazão da carga circulante. É possível que a corrente de reciclo forneça uma força dinâmica e separe partículas e bolhas unidas com menor estabilidade e que, também, destrua bolhas e, ainda, que devolva à polpa partículas de interesse flotadas, junto com a ganga por arraste hidráulico. Nas faixas experimentais estudadas, mantendo as demais variáveis codificadas no nível zero, a recuperação tendeu a ser maximizada quando se operou com uma menor vazão de reciclo

junto com um maior pH da polpa. Percebe-se, ainda, analisando ao mesmo tempo as Figuras 4.32 e 4.28 (e o sinal dos parâmetros nas Equações 4.15 e 4.16) que a vazão de reciclo tendeu a ter um efeito contrário no teor e na recuperação.

A Figura 4.33 apresenta a superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função da vazão de reciclo e da vazão de água de lavagem. Observa-se que nestas condições, modificações na vazão de água de lavagem não causaram alterações na recuperação de apatita. Com relação à vazão de reciclo, nota-se que quando se elevou esta variável a partir do nível inferior, à recuperação tendeu a cair até uma região de mínimo desde onde começou a crescer.

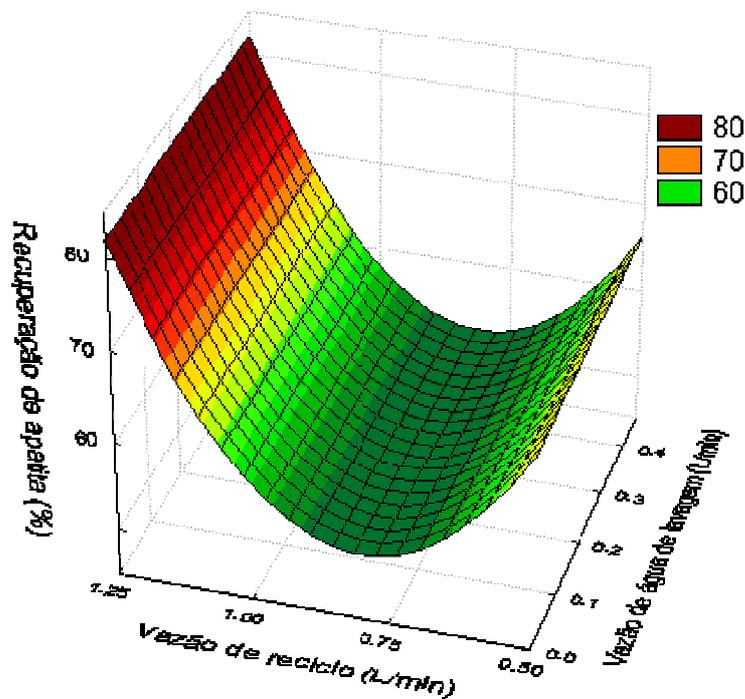


Figura 4.33 – Superfície de resposta para a recuperação de apatita na FAD em função do pH da polpa e da vazão de reciclo e para as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

Uma análise geral dos resultados (Tabela 4.17) de teor e recuperação revela que, embora apenas um experimento tenha atingido 33 % de teor de fósforo, quando se considera como referência níveis de P_2O_5 superiores a 30 % (valor já aceitável), vários ensaios atingiram este alvo. Em média, o teor teve um valor de 29,0 %. No que diz respeito à recuperação, vários testes alcançaram 60 % de apatita no produto concentrado. Em média, a recuperação obtida foi de 63,2 %, sendo que o maior valor foi 83,7 %. Para a recuperação de apatita, os melhores resultados foram obtidos para uma menor vazão de reciclo (0,5 L/min), um maior valor de pH da polpa (11,5) e ausência de água de lavagem. O teor de P_2O_5 foi mais

alto para o reciclo posicionado em um ponto mais elevado da coluna (110 cm), um pH da polpa mais alcalino (11,5), uma vazão da carga circulante próxima (mas antes) ao máximo (em torno de 1,0 L/min) estudado, uma maior concentração de sólidos na flotação e, com o reciclo em uma posição inferior na coluna. SANTOS (2010) em um estudo de flotação colunar por ar disperso, flotando a mesma amostra de minério (AFN), obteve em média teor e recuperação respectivamente, de 28,7 % e 83,4 %. A comparação qualitativa com resultados de SANTOS (2010) indica que é possível obter um desempenho próximo (de teor ou recuperação) entre os dois distintos processos. Entretanto, para a FAD ser competitiva com a flotação mineral em coluna convencional, é necessário uma melhoria nos parâmetros de separação.

A flotação com microbolhas aumenta o tempo de residência das bolhas (FUERSTENAU, 1980), o número e a área superficial de bolhas por volume de ar, podendo conduzir assim a maiores eficiência de colisão bolha-partícula, cinética e por consequência, maior captura de finos pelas bolhas. Apesar disso, RODRIGUES e RUBIO (2007) reportaram que é posto na literatura que é improvável que a flotação mineral com microbolhas possa encontrar alguma aplicação prática, a menos que possam ser tomadas medidas para reduzir o arraste hidráulico de ganga fina. Bolhas menores também apresentam baixa velocidade de ascensão, sendo arrastadas para o rejeito. VIEIRA (2005) mencionou que alguns autores advertem que a vantagem de usar bolhas pequenas em coluna de flotação não se mostrou direta quanto indicaria a primeira impressão. Trabalhos prévios sugerem que apenas bolhas finas não melhoram a flotação de finos e a combinação de microbolhas e bolhas convencionais pode aumentar a recuperação global da flotação, especialmente de finos (RODRIGUES e RUBIO, 2007).

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

5.1 – Principais Conclusões

- ❖ Em geral, a recuperação da apatita, ao contrário do teor, tendeu a aumentar com a elevação da dosagem do coletor; e, com a diminuição do tamanho da partícula, da relação entre altura e diâmetro da coluna e da dosagem de depressor na polpa.
- ❖ Como consequência, por exemplo, de um maior tempo de permanência da espuma e de drenagem de ganga, uma menor propensão a arraste não seletivo de ganga e de uma adsorção mais seletiva, os maiores teores obtidos foram alcançados para maiores alturas de coluna, partículas grossas e concentrações mais baixas de coletor.
- ❖ A recuperação, foi mais satisfatória com a combinação de menores relações entre a altura e o diâmetro do equipamento flotor, partículas finas e dosagens de coletor mais elevadas, devido a fatores como menor drenagem de partículas da camada de espuma para a zona de coleta, menor peso da partícula desestabilizando o agregado partícula-bolha e cobertura hidrofóbica mais adequada.
- ❖ A recuperação foi mais sensível a alterações na dosagem dos reagentes e a mudanças na altura da coluna, quando se flotou a fração granulométrica grossa, pois, partículas com maiores dimensões necessitam de maior cobertura hidrofóbica para flotação e foram mais afetadas pelas condições hidrodinâmicas ao longo do equipamento.
- ❖ Na flotação de partículas grossas, colunas curtas são suficientes para se obter recuperações de apatita satisfatórias com um teor adequado.
- ❖ Na fração intermediária para uma maior dosagem de coletor (360 g/t) a cobertura hidrofóbica foi apropriada para propiciar uma estabilidade suficiente para evitar (ou minimizar) a ruptura do conjunto partícula-bolha, mesmo para maiores tempos de

permanência (tamanhos mais elevados da coluna) do agregado no equipamento, atingindo assim, recuperações mais elevadas e praticamente independentes da altura da coluna.

- ❖ Para a flotação de partículas finas, nem mesmo uma coluna mais longa foi o bastante para minimizar de forma desejada a deterioração do teor de P_2O_5 causada, principalmente, pela flotação por arraste.
- ❖ A separação tendeu a ser mais seletiva, isto é, levou a maiores razões de seletividade, para partículas grossas, maiores alturas do equipamento de flotação e para menores dosagens de coletor.
- ❖ Foi possível identificar condições que conduziram ao mesmo tempo a um processo com uma alta produtividade e com a qualidade desejada do concentrado. Para um tamanho de partícula intermediário (fração -150 # +325 # ou $d_{63,2} = 99,0 \mu m$), uma relação entre altura e diâmetro da coluna também intermediária (entre 25 e 37,5), e diversas combinações de reagentes, obteve-se o rendimento requerido para a flotação da apatita, isto é, de forma simultânea o teor de fósforo foi de 30-33 % ou maior e, a recuperação de apatita foi superior a 60 %.
- ❖ Na flotação por ar dissolvido de partículas finas foi possível obter parâmetros de separação (teor e recuperação) com valores próximos aos encontrados na flotação por ar disperso. Neste estudo, dentre as variáveis e faixas experimentais analisadas, a vazão de reciclo foi a que mais afetou o desempenho do processo.

5.2 – Sugestões para Trabalhos Futuros

Como trabalho futuro, sugere-se:

- ❖ Avaliar, além da influência da altura, o efeito da variação do diâmetro do equipamento.
- ❖ Analisar o efeito da variação das dimensões da coluna com operação em processo contínuo, investigando o efeito em parâmetros hidrodinâmicos do equipamento.
- ❖ Realizar simulações da coluna de flotação utilizando a técnica de fluidodinâmica computacional (CFD).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABOUZEID, A.-Z. M. Physical and thermal treatment of phosphate ores - an overview. *International Journal of Mineral Processing*, v. 85, p. 59-84, 2008.
- ABOUZEID, A.-Z.M.; NEGM, A.T.; ELGILLANI, D. A. Upgrading of calcareous phosphate ores by flotation: Effect of ore characteristics. *International Journal of Mineral Processing*, vol. 90, p. 81–89, 2009.
- ALBUQUERQUE, C. M. Clarificação de suco de laranja “*core wash*” por processo de flotação auxiliado por enzimas pectinolíticas e agentes clarificantes, Dissertação de Mestrado, IBILCE/UNESP - São José do Rio Preto/SP, 2009, 117p.
- AQUINO, J. A., OLIVEIRA, M. L. M., FERNANDES, M. D. Flotação em coluna. In: LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A., MONTE, M. B. de M., ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. Rio de Janeiro, CETEM/MCT. 4 ed. 2004. p. 459-498.
- ARAÚJO, A. C.; PERES, A. E. C. Froth flotation: relevant facts and the Brazilian case, *Série Tecnologia Mineral*, Rio de Janeiro, CETEM/CNPq, 70, 1995.
- ASLAN, N.; FIDAN, R. Optimization of Pb flotation using statistical technique and quadratic programming. *Separation and Purification Technology*, vol. 62, p. 160–165, 2008.
- AUSTRALIAN MINES ATLAS, acessado na URL: <http://www.australianminesatlas.gov.au/aimr/commodity/phosphate.jsp>., acessado em Agosto de 2009.
- BAZIN, C.; PROULX, P. Distribution of reagents down a flotation bank to improve the recovery of coarse particles, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 61, p. 1-12, 2001.
- BERGH, L. G.; YIANATOS, J. B.; LEÓN, A. Multivariate projection methods applied to flotation columns, *Minerals Engineering*, vol. 18, nº 7, p. 721-723, 2005.
- BOX, M. J.; HUNTEL, W. G; HUNTEL, J. S. *Statistics for experimenters. An introduction to design, data analysis, and model building*, John Wiley and Sons, New York 1978.
- BOX, G. E.; WILSON, K. B. On the experimental attainment of optimum conditions. *J Roy. Statist. Soc. B* 13, 1. 1951. Citado em MYERS, R.H.
- BRAVO, S. V. C.; MONTE, M. B. M.; TOREM, M. L.; DUTRA, A. J. B.; TONDO, L. A. The influence of particle size and collector on the flotation of a very low grade auriferous ore, *Minerals Engineering*, vol. 18, p. 459-461, 2005.
- BULATOVIC, S. M. *Handbook of flotation reagents: chemistry, theory and practice: flotation of sulfide ores*, Elsevier Science, vol. 1, 2007, 458 p.

- CAPPONI, F. Avanços na recuperação de finos de minérios pelo processo de flotação “extensora”, o caso da mina de chuquicamata, Tese de Doutorado, PPGEM/UFRGS – Porto Alegre/RS, 2005, 93p.
- CARVALHO, W. R. Flotação colunar reversa de minério de ferro: o efeito da granulometria da sílica, Dissertação de Mestrado, PPG-EM/UFOP – Ouro Preto/ MG, 2003a, 80p.
- CARVALHO, M. R. Interferência de Cátions Ca^{2+} nas Etapas de Deslamagem e Flotação de Minério de Ferro, Dissertação de Mestrado, PPG-EM/UFOP – Ouro Preto/MG, 2003b, 57p.
- CHATTERJEE, A. Role of particle size in mineral processing at Tata Steel, International Journal of Mineral Processing, vol. 53, p.1-14, 1998.
- CHAU, T. T.; BRUCKARD, W. J.; KOH, P. T. L.; NGUYEN, A.V. A review of factors that affect contact angle and implications for flotation practice. Advances in Colloid and Interface Science, vol. 150, p. 106–115, 2009.
- CHAVES, A. P.; CHIEREGATI, A. C. Estado da Arte em Tecnologia Mineral no Brasil em 2002, CGEE - Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 83p.
- CHAVES, A. P.; LEAL FILHO, L. S. Flotação. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. 4 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2004, p. 411-458.
- CHAVES, A. P.; OBA, C. A. I. Crítica ao modelo brasileiro de fertilizantes fosfatados de alta solubilidade, Série Estudos e Documentos, 63, CETEM/MCT, 2004.
- CHULA, A. M. D. Caracterização mineralógica do minério fosfático da mina de Tapira-MG, Tese de Doutorado, UFMG-Belo Horizonte/MG, 2004, 336p.
- ÇILEK, E. C.; YILMAZER, B. Z. Effects of hydrodynamic parameters on entrainment and flotation performance. Minerals Engineering, vol. 16, p. 745–756, 2003.
- CLARK, M. E.; BRAKE, I.; HULS, B. J.; SMITH, B. E.; YU, M. Creating value through application of flotation science and technology, Minerals Engineering, vol. 19, p. 758-765, 2006.
- COWBURN, J.; HARBORT, G.; MANLAPIG, E.; POKRAJCIC, Z. Improving the recovery of coarse coal particles in a Jameson cell, Minerals Engineering, 2005.
- DENG, H.; MEHTA, R. K.; WARREN, G. W. Numerical modeling of flows in flotation columns. International Journal of Mineral Processing, vol. 48, p. 61-72, 1996.
- DNPM, Sumário Mineral Brasileiro 2008, página eletrônica, acessada na URL <http://www.dnpm.gov.br/>, em Março de 2010.
- DOBBY, G. S., FINCH, J. A. Particle size dependence in flotation derived from a fundamental model of the capture process, International Journal of Mineral Processing, vol. 21, p. 241– 260, 1987.

- DRZYMALA, J. Characterization of materials by Hallimond tube flotation, Part 3. Maximum size of floating and interacting particles, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 55, p. 203-218, 1999.
- DUAN, J.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Calculation of the flotation rate constant of chalcopyrite particles in an ore, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 32, p. 227-237, 2003.
- DUARTE, A. C. P.; GRANO, S. R. Mechanism for the recovery of silicate gangue minerals in the flotation of ultrafine sphalerite, *Minerals Engineering*, vol. 20, p. 766-775, 2007.
- EGIEBOR, N. O.; ZHOU, Z. A.; NYAVOR, K. Development of a Particle-Bubble Collision Model for Flotation Columns, *Developments in Chemical Engineering and Mineral Processing*, vol. 1 / 2, p. 21-42, 1997.
- ENGLERT, A. H. Flotação por ar dissolvido (FAD) de micropartículas, caracterização de microbolhas e medidas de força de interação bolha-partícula, Tese de Doutorado, PPGEM/UFRGS – Porto Alegre/RS, 2008, 139p.
- FENG, D; ALDRICH, C. Effect of particle size on flotation performance of complex sulphide ores, *Minerals Engineering*, vol. 12, no7, p. 721-731, 1999.
- FORSLING, W.; SUN, Z. Use of surface complexation models in sulphidemineral flotation, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 51, p.81-95, 1997.
- FUERSTENAU, D. W. Fine particle flotation. In: Somasundaram, P. (Ed.), *Fine Particles Processing*. p. 669-705, 1980.
- FUERSTENAU, D. W. Froth flotation 50th anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1963.
- GARIBAY, R. P.; GALLEGOS, A. P. M.; URIBE, S. A.; NAVA, A. F. Effect of collection zone height and operating variables on recovery of overload flotation columns, *Minerals Engineering*, vol. 15, p. 325-331, 2002.
- GAUDIN, A. M.; SCHLECHTEN, A. W.; SCHUHMANN, R. Jr. The effect of size on the behavior of galena particles, Department of Metallurgy, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Massachusetts, 1942.
- GEOHIVE, acessada na URL <http://www.geohive.com/>, em Março de 2010.
- GEORGE, P.; NGUYEN, A.V.; JAMESON, G. J. Assessment of true flotation and entrainment in the flotation of submicron particles by fine bubbles, *Minerals Engineering*, vol. 17, p. 847-853, 2004.
- GOUVEIA, D. S. Obtenção de pós nanométricos de hidroxiapatita sintetizados com magnésio utilizando ultra-som, Tese de Doutorado, USP – São Paulo/SP, 2008, 129p.

- GUIMARÃES, R. C. Separação de barita em minério fosfático através de flotação em coluna, Dissertação de Mestrado, USP-São Paulo/SP, 1995, 271p.
- GUIMARÃES, R. C. Aspectos relevantes da separação de barita em minérios fosfáticos através de flotação, Tese de Doutorado, Escola de Engenharia/UFMG - Belo Horizonte/MG, 1997, 249p.
- GUIMARÃES, G. C. Flotação de diferentes tipologias de minério fosfático de Tapira/MG, Tese de Doutorado, PPG-EM/UFOP – Ouro Preto/MG, 2004, 249p.
- GUIMARÃES, G. C.; LIMA, R. M. F.; OLIVEIRA, M. L. M. Flotação de diferentes tipologias de minério fosfático de Tapira/MG, usando o coletor óleo de soja hidrogenado, Escola de Minas, Ouro Preto, vol. 57, p. 203-207, 2004.
- GUO, J. X. Development and theory of centrifugal flotation cells, Tese de Doutorado, Queen's University, Kingston, Ontario, Canadá, 2001, 211p.
- HACIFAZLIOGLU, H.; SUTCU, H. Optimization of some parameters in column flotation and a comparison of conventional cell and column cell in terms of flotation performance. *Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers*, vol. 38, p. 287–293, 2007.
- HARRIS, G. H.; JIA, R. An improved class of flotation frothers. *International Journal of Mineral Processing*, vol. 58, p.35–43, 2000.
- HERNÁINZ, F.; CALERO, M.; BLÁZQUEZ, G. Flotation of low-grade phosphate ore, *Advanced Powder Technol.*, vol. 15, p. 421–433, 2004.
- INPI - International Plant Nutrition Institute. Página eletrônica, acessada na URL [http://www.ipni.org.br/ppiweb/brazil.nsf/\\$webindex/CB705D2F10296E5283256B12005E2FA0](http://www.ipni.org.br/ppiweb/brazil.nsf/$webindex/CB705D2F10296E5283256B12005E2FA0), em Março de 2010.
- ITYOKUMBUL, M. T. A mass transfer approach to flotation column design, *Chemical Engineering Science*, v. 47, p. 3605-3612, 1992.
- ITYOKUMBUL, M. T. Selection of recovery zone height in flotation column design, *Chemical Engineering Science*, v. 32, p. 77-82, 1993.
- JASINSKI, S. M. Phosphate rock statistics and information. In U.S. Geological Survey, 2008 Minerals Yearbook, página eletrônica, acessada na URL http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/phosphate_rock/, em Março de 2010.
- KOSTOGLU, M.; KARAPANTSIOS, T. D.; MATIS, K. A. Modeling local flotation frequency in a turbulent flow field. *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 122, p. 79–91, 2006.
- KOUTLEMANI, P.; MAVROS, P.; ZOUBOULIS, A. I. Recovery of Co²⁺ Ions from Aqueous Solutions by Froth Flotation, *Separation Science and Technology*, v. 30, p. 263-284, 1995.

- KULAIIF, Y. A Nova Configuração da Indústria de Fertilizantes Fosfatados no Brasil, Série Estudos e Documentos, nº 0, Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 299p., 1999.
- LANGSCH, J. E.; PAIVA, P. R. P.; MONTE, M. B. M.; GASPAR, J. C.; BARROS, L. A. F. Efeito do tempo de residência e do percentual de sólidos da polpa na dissolução de cálcio e magnésio presentes em minérios carbonatados. In: VII Meeting of the Southern Hemisphere on mineral technology e XXIII Encontro nacional de tratamento de minérios e metalurgia extrativa, Ouro Preto, 2007, Anais, Ouro Preto/MG, UFOP, UFMG e CDTN, 2007, p.281-287.
- LAPIDO-LOUREIRO, F. E. V.; MELAMED, R. O fósforo na agricultura brasileira: uma abordagem minero-metalúrgica, Série Estudos e Documentos, CETEM/MCT, 67, 2006.
- LÁPIDO-LOUREIRO, F. E. V.; MONTE, M. B. M.; NASCIMENTO, M. Agrominerais - Fosfato. In: Rochas e Minerais Industriais. 2 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, p. 141-180, 2008.
- LINS, F. F.; ADAMIAN, R. Influência de algumas variáveis físicas na flotação de partículas de ouro, Série Tecnologia Mineral, Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 1991.
- LOUZADA, J. C. G. Flotação seletiva entre calcita e apatita utilizando-se ácido fosfórico e ácido cítrico como depressores, Dissertação de Mestrado, PPG-EMM-COPPE/UFRJ – Rio de Janeiro/RJ, 58p., 2008.
- LUZ, A. B.; LINS, F. F. Introdução ao Tratamento de Minérios. In: LUZ, A.B.; SAMPAIO, J.A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. 4 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2004, p. 1-15.
- MAO, L. Application of extended DLVO theory: modeling of flotation and hidrofobicity of dodecane, Tese de Doutorado, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, EUA, 1998, 202p.
- MARTÍNEZ-CARRILLO, D.; URIBE-SALAS, A. An experimental study of the recovery of hydrophilic silica fines in column flotation. Minerals Engineering, vol.21, p.1102-1108, 2008.
- MARTINS, A. L. S. Remoção de Chumbo e Bário de um efluente aquoso via flotação por ar dissolvido, Dissertação de Mestrado, PPGEQ/UFRRJ – Seropédica/RJ, 2009, 80p.
- MATHE, Z. T.; HARRIS, M. C.; O'CONNOR, C. T. review of methods to model the froth phase in non-steady state flotation systems, Minerals Engineering, vol. 13, p. 127-140, 2000.
- MATIOLO, E.; RUBIO, J. Flotação avançada para o tratamento e reaproveitamento de águas poluídas. XIX Prêmio Jovem Cientista –Água: fonte de vida, 2003.
- MATIS, K.A. Flotation science and engineering, Marcel Dekker, Sep, 1994.

- MAZON, R. Efeito do tempo de residência sobre a recuperação metálica da flotação colunar reversa de minério de ferro, Dissertação de Mestrado, PPG-EM/UFOP – Ouro Preto/MG, 2006, 112p.
- MELOY, J. R.; NEETHLING, S. J.; CILLIERS, J. J. Modelling the axial dispersion of particles in froths. *International Journal of Mineral Processing*, vol. 84, p. 185–191, 2007.
- MONTE, M. B. M.; PERES, A. E. C. Química de Superfície na Flotação. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. 4 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2004, p. 339-410.
- MORUZZI, R. B. Avaliação da influência da distribuição de tamanho de partículas e do binômio velocidade/tempo de detenção na zona de reação no desempenho da flotação com emprego de sonda ultra-sônica e de técnica de análise por imagem, Tese de Doutorado, PPG-SHS/USP – São Carlos/SP, 2005, 240p.
- MOUDGIL, B. M.; GUPTA, D. Flotation of coarse phosphate particles. In: CHANDER, S.; KLIMPEL, R.R. *Advances in Coal and Mineral Processing Using Flotation*, p. 164–168, 1989.
- MYERS, R.H. Response surface methodology. Virginia, Ann Arbor, 1976.
- NEUMANN, R.; SCHNEIDER, C. L.; ALCOVER NETO, A. Caracterização Tecnológica de Minérios. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. 4ª edição revisada, Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2004, p. 55-112.
- NGUYEN, A.V.; SCHULZE, H. J.; RALSTON, J. Elementary steps in particle-bubble attachment. *International Journal of Mineral Processing*, vol. 51, p. 183-195, 1997.
- NGUYEN, A.V. New method and equations for determining attachment tenacity and particle size limit in flotation, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 68, p. 167– 182, 2003.
- NGUYEN, A.V.; EVANS, G. M.; Movement of fine particles on an air bubble surface studied using high-speed video microscopy. *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 273, p. 271–277, 2004.
- NGUYEN A.V.; GEORGE, P.; JAMESON G. J. Demonstration of a minimum in the recovery of nanoparticles by flotation: Theory and experiment, *Chemical Engineering Science*, vol. 61, p. 2494 – 2509, 2006.
- NUNES, A. P. L. Flotação de fosfatos presentes em minérios de ferro brasileiros, Dissertação de Mestrado, PPG-EMM/UFMG – Belo Horizonte/MG, 2009, 171p.
- OLIVEIRA, M. L. M.; AQUINO, J.A. Aspectos relevantes das colunas de flotação. In: XXI Encontro nacional de tratamento de minérios e metalurgia extrativa, Natal, 2005, Anais, Natal, 2006, p.44-52.

- OLIVEIRA, M. S. Flotação em coluna do rejeito remoído do processo de concentração da apatita, Dissertação de Mestrado, PPG-EQ/UFU-Uberlândia/MG, 2004.
- OLIVEIRA, M. S. Minério Fosfático Sílico-Carbonatado: Estudo Fundamental, Tese de Doutorado, UFMG-Belo Horizonte/MG, 2007.
- PAREKH, B. K.; BLAND, A. E.; GROppo J. G.; YINGLING, J. A Parametric study of column flotation for fine coal cleaning, *Coal Preparation*, vol. 8, p.49-60 , 1990.
- PEASE, J. D.; CURRY, D. C.; YOUNG, M. F. Designing flotation circuits for high fines recovery, *Minerals Engineering*, vol. 19, p. 831-840, 2006.
- PERSECHINI, M. A. M.; JOTA, F. G.; PERES, A. E. C. Dynamic model of a flotation column. *Minerals Engineering*, v. 13, p. 1465-1481, 2000.
- PIOLTINE, A. Avaliação do desempenho de bomba multifásica na geração de microbolhas de ar para o processo de flotação por ar dissolvido aplicado ao pré-tratamento de efluente de indústria têxtil, Dissertação de Mestrado, PPG-SHS/USP – São Carlos/SP, 2009, 96p.
- PIRSA - Primary Industries and Resources SA - Government of South Australia agency, Minerals, acessado na URL: http://outernode.pir.sa.gov.au/minerals/geology/minerals_mines_and_quarries/commodities/phosphate, em Agosto de 2009.
- PITA, F. A. G. Influência do equipamento na flotação por espuma: Célula mecânica versus coluna, *Série Rochas Minerais e Industriais*, Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2001.
- PORMIN – Portal do Pequeno Produtor Mineral. Página eletrônica, acessada na URL http://www.pormin.gov.br/biblioteca/arquivo/beneficiamento_de_minerio.pdf, acessada em Março de 2010, Beneficiamento de Minérios, 10p., 2008.
- QUEIROZ, G. M. Estudo da cinética de flotação da apatita em coluna, Dissertação de Mestrado, PPG-EQ/UFU – Uberlândia/MG, 2003.
- RALSTON, J.; FORNASIERO, D.; HAYES, R. Bubble–particle attachment and detachment in flotation, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 56, p. 136–164, 1999.
- RODRIGUES, R. T. Desenvolvimento da técnica LTM-BSizer para a caracterização de bolhas e avaliação de parâmetros no processo de flotação, Tese de Doutorado, PPGEM/UFRGS – Porto Alegre/RS, 2004, 116p.
- RODRIGUES, R. T.; RUBIO, J. DAF–dissolved air flotation: Potential applications in the mining and mineral processing industry, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 82, p. 1–13, 2007.
- RUBINSTEIN, J. B. Column Flotation: processes, designs and practices. Suíça, Ed. Gordon and Breach Science Publishers S.A., 1995. 296p.

- SANTANA, R. C., análise da influência do tamanho da partícula na flotação da apatita, dissertação de mestrado, PPG-EQ/UFU – Uberlândia/MG, 2007, 166p.
- SANTANA, R. C.; FARNESE, A. C. C.; CEOLIN, S. P.; DOMINGUES, R. C. C; FORTES, M. C. B.; ATAÍDE, C. H.; BARROZO, M. A. S. Looking for an ideal particle size for apatite flotation, *Materials Science Forum*, vol. 591-593, p. 805-810, 2008a.
- SANTANA, R. C.; FARNESE, A. C. C.; FORTES, M. C.B.; ATAÍDE, C. H.; BARROZO, M. A.S. Influence of particle size and reagent dosage on the performance of apatite flotation, *Separation and Purification Technology*, vol. 64, p. 8–15, 2008b.
- SANTOS, A. R. Estudo do comportamento dinâmico de colunas de flotação utilizando técnicas nucleares, PPG/CDTN – Belo Horizonte/MG, 2005, 134p.
- SANTOS, M. A. Estudo da influência de íons contaminantes na flotação em coluna de apatita, dissertação de mestrado, PPG-EQ/UFU – Uberlândia/MG, 2010, 137p.
- SATTOUF, M. Identifying the origin of rock phosphates and phosphorus fertilisers using isotope ratio techniques and heavy metal patterns, Tese de Doutorado, Carolo-Wilhelmina Technical University, Braunschweig, Alemanha, 2007, 178p.
- SCHUBERT, H. On the turbulence-controlled microprocesses in flotation machines, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 56, p. 257–276, 1999.
- SCHOENHALS, M. Avaliação da eficiência do processo de flotação aplicado ao tratamento primário de efluentes de abatedouro avícola, Dissertação de Mestrado, UFSC-Florianópolis/SC, 2006, 99p.
- SENA, R. F. Avaliação da biomassa obtida pela otimização da flotação de efluentes da indústria de carnes para geração de energia, Dissertação de Mestrado, UFSC-Florianópolis/SC, 2005, 94p.
- SEAMAN, D. R.; MANLAPIG, E. V.; FRANZIDIS, J. -P. Selective transport of attached particles across the pulp–froth interface. *Minerals Engineering*, vol. 19, p. 841–851, 2006.
- SILVA, A. A. M. Estudo sobre a flotação de silicatos em coluna para o processo de concentração da apatita, dissertação de mestrado, PPG-EQ/UFU – Uberlândia/MG, 2005, 121p.
- SIS, H.; CHANDER, S. Reagents used in the flotation of phosphate ores: a critical review. *Minerals Engineering*, vol. 16, p. 577–585, 2003.
- SIVAMOHAM, R. The problem of recovering very fine particle, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 28, p.247-288, 1990.
- SONG, S.; LOPEZ-VALDIVIESO, A.; REYES-BAHENA, J.L.; LARA-VALENZUELA, C. Floc flotation of galena and sphalerite fines, *Minerals Engineering*, vol. 14, no. 1, p. 87-98, 2001.

- SOUZA, A. E. DNPM, Balanço Mineral Brasileiro 2001, Fosfato, 31p., 2001.
- TABOSA, E. O.; RODRIGUES, R. T.; VARELA, J. J.; RUBIO, J. Nova técnica para avaliação da distribuição de tamanho de bolhas na flotação.. In: XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Florianópolis, XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, v. 2. p. 79-86, 2004.
- TAO, D.; LUTTRELL, G. H.; YOON, R. -H. A parametric study of froth stability and its effect on column flotation of fine particles, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 59, p. 25–43, 2000.
- TESTA, F. G. Avanços na flotação de finos de minério com condicionamento de alta intensidade, Tese de Doutorado, PPGEM/UFRGS – Porto Alegre/RS, 2008, 82p.
- TOREM, M. L.; CASQUIRA, R. G. Flotação aplicada à remoção de metais pesados, *Série Tecnologia Ambiental*, 28, CETEM/MCT, 2003.
- TORTORELLI, J. P. The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles, Dissertação de Mestrado, Department of Metallurgy and Materials Science, University of Toronto, Toronto, Canadá, 1997. 130p.
- TRAHAR, W. J. The selective flotation of galena from sphalerite with special reference to the effects of particle size, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 3, no. 2, p. 151-166, 1976.
- TRAHAR, W. J. A rational interpretation of the role of particle size in flotation, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 2, no 8, p. 289-327, 1981.
- UÇURUM, M.; BAYAT, O. Effects of operating variables on modified flotation parameters in the mineral separation. *Separation and Purification Technology*, vol. 55, p. 173–181, 2007.
- VENTURA-MEDINA, E.; BARBIAN, N.; CILLIERS, J.J. Solids loading and grade on mineral froth bubble lamellae, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 74, p. 189– 200, 2004.
- VIEIRA, A. M. Efeito da granulometria na flotação de quartzo, Tese de Doutorado, CPGEM/UFMG - Belo Horizonte/MG, 2005, 154p.
- YEKELER, M.; SÖNMEZ, I. Effect of the hydrophobic fraction and particle size in the collectorless column flotation kinetics, *Colloids and Surfaces*, vol. 121, p. 9-13, 1997.
- WOODBURN, E. T.; KING, R. P.; COLBORN, R. P. The effect of particle size distribution on the performance of a phosphate flotation process, *Metallurgical Transactions*, vol. 2, p. 3163-3173, 1971.
- XIAO, Z.; VIEN, A. Experimental designs for precise parameter estimation for non-linear models. *Minerals Engineering*, v.17, p. 431–436, 2004.

YIANATOS, J. B.; FINCH, J. A.; DOBBY, G. S.; LAPLANTE, A. R. Effect of column height on flotation column performance, *Minerals and Metallurgical Process*, vol. 4, p. 11–14, 1988.

YIANATOS, J. B. Fluid flow and kinetic modelling in flotation related processes: columns and mechanically agitated cells - a review. *Transactions of IChemE, Part A, Chemical Engineering Research and Design*, vol. 85, p. 1591-1603, 2007.

ZAPATA, F.; ROY, R.N. Use of phosphate rocks for sustainable agriculture. In *FAO fertiliser and plant nutrition, Bulletin No.13*, FAO, Rome, Italy, 2004.

APÊNDICE

**Teores das espécies químicas
em ordem crescente
dos experimentos**

Tabela AP1 - Teores das espécies químicas em ordem crescente dos experimentos.

Exp. Nº	Amostra	Composição Química (%)										
		P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	BaSO ₄	TiO ₂	BaO	Nb ₂ O ₅	CeO ₂
1	Concentrado	29,75	41,23	8,32	4,1	0,18	0,71	0,97	2,91	0,71	0,12	0,39
	Rejeito	16,03	17,59	22,06	17,71	1,19	0,67	0,22	8,8	0,94	0,6	0,43
2	Concentrado	29,41	39,74	7,81	4,12	0,21	0,82	0,97	2,79	0,86	0,13	0,39
	Rejeito	15,41	17,15	22,17	18,67	1,15	0,55	0,15	8,8	1,03	0,61	0,44
3	Concentrado	33,67	45,36	5,7	1,73	0,11	0,47	0,99	1,88	0,7	0,1	0,38
	Rejeito	15,35	16,84	22,43	18,97	1,18	0,57	0,27	8,87	0,96	0,58	0,43
4	Concentrado	34,82	45,84	5,17	1,54	0,06	0,48	0,96	1,56	0,59	0,07	0,38
	Rejeito	16,13	17,37	19,83	19,91	1,12	0,6	0,21	7,62	0,96	0,47	0,43
5	Concentrado	26,75	37,4	9,65	5,45	0,19	0,55	1	3,71	0,82	0,17	0,39
	Rejeito	13,77	14,8	21,41	21,48	1,24	0,59	0,11	8,48	0,93	0,56	0,44
6	Concentrado	28,32	40,03	8,01	4,92	0,11	0,58	0,93	2,99	0,73	0,13	0,38
	Rejeito	12,35	13,06	25,94	19,96	1,36	0,53	0,07	10,37	1,1	0,71	0,45
7	Concentrado	34,89	46,75	5,44	1,37	0,07	0,34	0,98	1,93	0,74	0,11	0,39
	Rejeito	11,65	12,09	23,42	21,87	1,38	0,69	0,19	9,23	0,89	0,55	0,43
8	Concentrado	34,99	46,75	5,21	1,22	0,05	0,31	1,03	1,76	0,74	0,09	0,39
	Rejeito	11,73	12,31	24,16	27,08	1,45	0,63	0,01	9,67	0,91	0,63	0,44
9	Concentrado	33,97	44,77	5,19	2,09	0,1	0,58	0,94	1,73	0,65	0,08	0,38
	Rejeito	15,57	17,31	20,37	20,7	1,14	0,54	0,07	7,96	1,02	0,53	0,44
10	Concentrado	33,78	43,76	5,31	2,01	0,1	0,49	0,94	1,8	0,67	0,09	0,38
	Rejeito	15,89	17,47	20,95	20,49	1,15	0,5	0,03	8,01	1,02	0,51	0,44
11	Concentrado	35,00	46,63	4,98	1,37	0,04	0,39	0,93	1,76	0,7	0,09	0,38
	Rejeito	12,79	13,78	23,15	23,27	1,37	0,65	0,04	9,08	0,98	0,6	0,45
12	Concentrado	31,86	43,15	5,92	2,44	0,13	0,55	0,95	1,91	0,68	0,09	0,38
	Rejeito	14,43	16,21	23,22	18,35	1,18	0,6	0,09	9,49	1,01	0,64	0,43
13	Concentrado	33,57	44,57	6,49	1,85	0,1	0,45	0,92	2,34	0,74	0,12	0,39
	Rejeito	14,45	15,67	19,61	23,75	1,17	0,65	0,08	7,38	0,91	0,49	0,43
14	Concentrado	29,36	40,24	7,51	4,77	0,13	0,59	0,97	2,72	0,76	0,12	0,39
	Rejeito	15,41	16,98	21,94	17,32	1,12	0,65	0,05	8,67	0,94	0,58	0,43
15	Concentrado	33,41	44,14	6,06	2,26	0,09	0,52	0,93	2,06	0,72	0,09	0,38
	Rejeito	15,15	17,09	23,36	18,88	1,28	0,61	0,05	9,42	1,09	0,66	0,44
16	Concentrado	33,75	45,69	6,38	2,28	0,11	0,53	0,91	2,2	0,73	0,11	0,38
	Rejeito	14,88	16,35	22,66	19	1,17	0,53	0,06	8,92	0,96	0,59	0,43
17	Concentrado	33,86	45,38	6,22	1,35	0,02	0,21	0,90	2,25	0,74	0,12	0,69
	Rejeito	9,65	10,24	27,10	32,83	1,16	0,61	0,00	10,50	0,04	0,45	1,53
18	Concentrado	32,94	43,79	7,36	1,48	0,03	0,30	0,91	2,58	0,79	0,14	0,72
	Rejeito	10,35	11,46	27,31	24,92	1,01	0,48	0,00	10,80	0,04	0,46	1,45
19	Concentrado	32,19	44,14	8,25	2,04	0,04	0,27	0,91	3,28	0,84	0,17	0,81
	Rejeito	9,48	10,49	27,33	25,24	0,92	0,44	0,00	10,64	0,04	0,46	1,43

continua

continuação

20	Concentrado	36,53	48,91	1,76	0,57	0,00	0,15	0,88	0,42	0,49	0,02	0,43
	Rejeito	18,17	21,06	21,17	16,93	0,87	0,46	0,00	7,72	0,03	0,35	1,15
21	Concentrado	39,48	53,48	1,81	0,54	0,00	0,27	0,91	0,41	0,55	0,03	0,46
	Rejeito	17,64	20,32	20,95	16,83	0,88	0,41	0,00	7,66	0,03	0,36	1,12
22	Concentrado	38,74	51,04	2,36	0,66	0,00	0,17	0,86	0,59	0,47	0,03	0,46
	Rejeito	17,40	20,51	22,90	20,47	0,88	0,48	0,00	8,31	0,03	0,37	1,22
23	Concentrado	39,64	47,00	2,71	0,64	0,00	0,36	0,93	0,72	0,63	0,04	0,50
	Rejeito	16,07	19,04	23,32	19,82	0,97	0,29	0,00	8,50	0,03	0,37	1,24
24	Concentrado	38,40	51,11	3,58	0,75	0,00	0,26	0,91	1,03	0,67	0,07	0,54
	Rejeito	13,59	16,20	26,09	20,25	0,91	0,45	0,00	9,86	0,03	0,42	1,35
25	Concentrado	37,82	49,50	3,14	0,77	0,00	0,24	0,88	0,88	0,56	0,06	0,53
	Rejeito	14,94	17,58	22,42	22,17	1,05	0,38	0,00	8,51	0,03	0,41	1,31
26	Concentrado	35,80	49,21	9,98	1,23	0,54	0,02	0,22	1,54	0,01	0,11	0,43
	Rejeito	12,60	15,45	22,49	34,23	1,72	0,30	0,00	9,27	0,03	0,38	1,29
27	Concentrado	34,52	48,33	9,96	1,22	0,50	0,00	0,24	1,60	0,01	0,11	0,42
	Rejeito	13,24	15,94	23,94	20,01	1,46	0,51	0,00	9,96	0,04	0,41	1,31
28	Concentrado	34,80	47,00	10,08	1,31	0,50	0,10	0,25	1,64	0,01	0,12	0,45
	Rejeito	12,91	15,73	24,21	19,81	1,43	0,47	0,00	10,25	0,04	0,41	1,34
29	Concentrado	36,92	47,99	2,91	1,86	0,29	0,26	-	-	0,61	-	-
	Rejeito	15,83	19,85	20,99	17,23	1,27	0,66	-	-	0,03	-	-
30	Concentrado	33,04	43,88	6,33	2,27	0,31	0,35	1,07	2,18	0,77	0,13	0,78
	Rejeito	13,13	14,19	19,97	24,29	1,37	0,57	0,00	9,36	0,03	0,40	0,36
31	Concentrado	37,04	47,92	2,77	1,84	0,29	0,24	-	-	0,66	-	-
	Rejeito	15,03	18,96	19,10	26,14	1,45	0,72	-	-	0,03	-	-
32	Concentrado	33,37	43,66	5,17	2,12	0,32	0,37	-	-	0,73	-	-
	Rejeito	12,37	15,47	23,34	22,90	1,55	0,70	-	-	0,03	-	-
33	Concentrado	37,71	49,17	2,94	1,81	0,27	0,28	1,12	0,52	0,64	0,06	0,62
	Rejeito	16,63	18,23	19,67	21,50	1,26	0,61	0,00	8,75	0,02	0,36	0,34
34	Concentrado	35,27	46,87	5,57	2,02	0,29	0,42	1,08	1,84	0,70	0,10	0,71
	Rejeito	13,79	14,61	20,35	25,33	1,35	0,56	0,00	9,13	0,03	0,38	0,36
35	Concentrado	38,03	49,48	2,76	1,80	0,27	0,30	1,11	0,71	0,64	0,06	0,60
	Rejeito	16,13	17,89	20,39	19,78	1,27	0,51	0,00	9,24	0,03	0,38	0,35
36	Concentrado	35,38	46,40	4,60	1,95	0,29	0,37	-	-	0,72	-	-
	Rejeito	11,53	14,09	25,25	20,71	1,51	0,69	-	-	0,04	-	-
37	Concentrado	36,36	47,24	1,91	1,79	0,26	0,16	-	-	0,45	-	-
	Rejeito	15,43	19,65	21,47	16,60	1,39	0,85	-	-	0,03	-	-
38	Concentrado	36,67	47,08	4,09	1,92	0,28	0,40	-	-	0,52	-	-
	Rejeito	12,86	15,59	21,73	22,02	1,52	0,70	-	-	0,03	-	-
39	Concentrado	37,09	48,81	1,95	1,76	0,27	0,40	-	-	0,37	-	-
	Rejeito	16,23	20,56	20,31	17,40	1,36	0,84	-	-	0,03	-	-
40	Concentrado	37,33	48,71	2,25	1,78	0,27	0,34	-	-	0,49	-	-
	Rejeito	15,47	18,69	20,72	19,32	1,43	0,43	-	-	0,03	-	-

Continua

continuação

41	Concentrado	38,40	49,85	1,98	1,78	0,26	0,28	1,05	0,59	0,43	0,02	0,57
	Rejeito	18,03	20,93	18,46	19,33	1,16	0,49	0,00	8,21	0,02	0,37	0,35
42	Concentrado	36,58	48,80	4,43	1,92	0,27	0,35	-	-	0,50	-	-
	Rejeito	14,43	17,68	20,66	20,32	1,55	0,37	-	-	0,03	-	-
43	Concentrado	37,00	48,05	1,85	1,75	0,27	0,21	-	-	0,40	-	-
	Rejeito	16,58	21,05	20,68	17,35	1,28	0,67	-	-	0,03	-	-
44	Concentrado	37,55	48,70	3,81	1,86	0,27	0,40	-	-	0,56	-	-
	Rejeito	14,58	17,58	18,86	23,66	1,61	0,37	-	-	0,03	-	-
45	Concentrado	38,03	49,44	1,83	1,77	0,26	0,22	-	-	0,30	-	-
	Rejeito	16,79	21,37	19,96	16,41	1,27	0,73	-	-	0,03	-	-
46	Concentrado	37,31	48,51	2,64	1,81	0,27	0,33	-	-	0,43	-	-
	Rejeito	15,57	19,47	21,66	17,70	1,35	0,52	-	-	0,03	-	-
47	Concentrado	38,65	49,25	1,81	1,75	0,26	0,32	-	-	0,31	-	-
	Rejeito	16,71	21,08	15,91	25,20	1,65	0,37	-	-	0,03	-	-
48	Concentrado	36,83	49,32	1,72	1,77	0,27	0,31	-	-	0,38	-	-
	Rejeito	15,81	19,58	20,91	17,11	1,31	0,63	-	-	0,03	-	-
49	Concentrado	30,68	40,12	12,18	2,59	0,31	0,42	1,03	4,39	0,98	0,25	1
	Rejeito	10,88	12,43	34,3	14,06	1,44	0,6	0	13,05	0	0,39	0,35
50	Concentrado	26,04	31,85	19,03	4,22	0,77	0,34	0	7,85	0	0,29	0,32
	Rejeito	10,93	12,46	36,16	13,35	0,94	0,58	0	12,89	0	0,39	0,33
51	Concentrado	32,16	42,32	9,9	2,34	0,29	0,5	1	3,76	0,82	0,24	0,99
	Rejeito	9,81	11,07	35,35	11,87	0,96	0,49	0	13,59	0	0,4	0,36
52	Concentrado	27,67	36,81	14,92	3,06	0,31	0,61	0,99	5,97	1,03	0,34	1,14
	Rejeito	9,61	10,82	37,45	13,35	0,93	0,6	0	13,96	0	0,41	0,36
53	Concentrado	33,31	43,79	10,77	2,29	0,29	0,56	1,03	4,12	0,8	0,25	0,9
	Rejeito	10,44	11,81	35,25	13,25	1,23	0,56	0	13,08	0	0,38	0,37
54	Concentrado	26,8	33,29	17,64	3,41	0,68	0,39	0	6,95	0	0,29	0,3
	Rejeito	10,48	11,61	35,17	14,64	1,04	0,49	0	12,7	0	0,37	0,36
55	Concentrado	33,36	44,45	8,75	2,95	0,41	0,7	1,01	3,12	0,67	0,2	0,8
	Rejeito	10,94	12,23	35,76	13,01	1,07	0,54	0	15,05	0	0,37	0,38
56	Concentrado	30,57	38,04	14,27	2,96	0,64	0,33	0	5,89	0	0,26	0,29
	Rejeito	9,72	10,72	37,41	13,54	1,05	0,53	0	13,83	0	0,4	0,37
57	Concentrado	34,16	44,87	9,11	3,03	0,47	0,64	1,03	3,12	0,65	0,2	0,71
	Rejeito	10,98	12,48	34,88	11,74	1,01	0,45	0	13,48	0	0,4	0,38
58	Concentrado	31,57	39,25	13,69	2,41	0,59	0,39	0	4,93	0	0,21	0,26
	Rejeito	10,61	11,63	35,5	13,31	1,1	0,52	0	13,72	0	0,41	0,38
59	Concentrado	36,86	48,11	6,19	1,93	0,26	0,43	1,01	2,32	0,56	0,16	0,71
	Rejeito	11,1	12,58	35,31	12,22	1,08	0,42	0	13,38	0	0,4	0,38
60	Concentrado	32,68	40,89	11,66	2,68	0,61	0,35	0	4,57	0	0,21	0,26
	Rejeito	9,6	10,4	36,11	13,25	1,03	0,48	0	14,06	0	0,41	0,37
61	Concentrado	35,9	43,92	8,86	1,17	0,3	0,17	0	3,51	0	0,16	0,2
	Rejeito	11,27	12,59	34,58	12,08	1,11	0,45	0	13,71	0	0,43	0,38

Continua

continuação

62	Concentrado	32,24	40,38	15,04	2,1	0,61	0,41	0	5,1	0	0,23	0,25
	Rejeito	10,2	10,93	34,11	13,31	1,09	0,35	0	14,27	0	0,42	0,39
63	Concentrado	36,17	46,83	5,51	2,09	0,34	0,39	1,04	2,13	0,5	0,14	0,64
	Rejeito	11,08	12,37	35,33	12,61	1,1	0,42	0	14,28	0	0,45	0,4
64	Concentrado	34,18	42,68	10,88	1,71	0,44	0,2	0	4,16	0	0,19	0,24
	Rejeito	9,28	10,16	37,33	13,52	1,09	0,39	0	14,65	0	0,43	0,41
65	Concentrado	37,03	48,08	5	1,83	0,25	0,38	0,99	1,86	0,48	0,13	0,68
	Rejeito	11,95	13,7	32,97	11,43	0,99	0,35	0	12,73	0	0,4	0,37
66	Concentrado	33,74	42,21	11,64	1,4	0,39	0,21	0	4,05	0	0,18	0,22
	Rejeito	12,71	14,65	33,27	12,77	1,03	0,43	0	12,53	0	0,38	0,38
67	Concentrado	36,69	47,32	5,02	1,85	0,26	0,47	1,01	1,94	0,52	0,13	0,7
	Rejeito	11,33	12,71	34,69	13,07	1,15	0,58	0	13,17	0	0,4	0,38
68	Concentrado	34,42	45,03	9,3	2	0,27	0,56	1	3,14	0,64	0,21	0,81
	Rejeito	10,09	10,91	35,09	13,57	1,08	0,5	0	13,7	0	0,42	0,38
69	Concentrado	22,89	27,59	19,47	5,11	1,22	0,42	0,00	9,00	1,59	0,47	0,42
	Rejeito	8,07	8,41	32,71	16,45	1,63	1,58	0,24	10,61	1,41	0,43	0,41
70	Concentrado	21,43	25,50	22,83	6,57	1,27	0,44	0,00	6,99	1,60	0,48	0,43
	Rejeito	9,01	9,38	31,69	20,35	1,62	0,88	0,00	10,80	1,35	0,41	0,38
71	Concentrado	24,08	29,17	18,30	3,93	1,18	0,42	0,00	8,46	1,52	0,44	0,40
	Rejeito	7,76	7,86	33,24	19,70	1,54	0,72	0,00	11,81	1,37	0,45	0,39
72	Concentrado	21,74	26,01	20,66	6,16	1,24	0,43	0,00	9,21	1,55	0,47	0,41
	Rejeito	8,74	9,30	33,31	19,04	1,65	0,97	0,00	11,02	1,43	0,41	0,38
73	Concentrado	24,17	29,38	18,61	4,28	1,20	0,39	0,00	8,98	1,63	0,48	0,42
	Rejeito	7,65	7,70	34,57	20,15	1,76	1,15	0,00	10,83	1,41	0,43	0,41
74	Concentrado	21,78	25,88	21,15	5,94	1,22	0,43	0,00	9,63	1,56	0,48	0,41
	Rejeito	7,24	7,31	34,10	21,49	1,80	1,19	0,00	10,40	1,39	0,38	0,39
75	Concentrado	23,44	28,19	19,50	4,89	1,21	0,37	0,47	9,26	1,60	0,47	0,41
	Rejeito	7,9	7,87	32,92	20,82	1,75	1,07	0,00	10,72	1,41	0,42	0,4
76	Concentrado	21,63	26,13	21,63	6,11	1,22	0,44	0,00	9,63	1,62	0,50	0,43
	Rejeito	7,25	7,18	32,45	22,31	1,69	0,86	0,00	10,74	1,33	0,39	0,38
77	Concentrado	23,98	29,30	18,91	4,22	1,21	0,45	0,00	8,85	1,63	0,47	0,42
	Rejeito	7,86	7,93	34,79	19,81	1,59	0,95	0,00	11,86	1,43	0,45	0,40
78	Concentrado	22,32	26,74	19,88	5,61	1,21	0,35	0,00	9,08	1,61	0,48	0,42
	Rejeito	8,39	8,56	33,47	20,10	1,56	0,79	0,00	11,36	1,36	0,41	0,39
79	Concentrado	24,26	28,87	18,61	3,62	1,15	0,77	0,85	9,15	1,6	0,47	0,43
	Rejeito	7,02	6,93	32,02	19,91	1,58	1,76	0,11	10,96	1,3	0,42	0,39
80	Concentrado	22,50	27,38	19,53	4,68	1,23	0,28	0,00	9,25	1,49	0,49	0,42
	Rejeito	8,21	8,32	32,80	20,01	1,59	0,80	0,00	11,18	1,32	0,40	0,39
81	Concentrado	24,02	29,10	18,06	3,89	1,19	0,22	0,00	8,70	1,53	0,48	0,42
	Rejeito	7,22	7,12	33,01	20,08	1,72	0,99	0,00	10,57	1,34	0,41	0,40
82	Concentrado	22,41	27,06	19,81	4,93	1,25	0,33	0,00	9,44	1,57	0,51	0,41
	Rejeito	8,23	8,49	33,22	19,58	1,72	0,91	0,00	10,51	1,31	0,39	0,39

Continua

continuação

83	Concentrado	23,78	28,99	19,14	3,68	1,19	0,40	0,00	9,08	1,64	0,50	0,43
	Rejeito	7,65	7,69	33,72	19,71	1,60	0,90	0,00	11,16	1,34	0,43	0,40
84	Concentrado	22,93	27,29	21,11	5,00	1,22	0,48	0,01	9,71	1,68	0,52	0,44
	Rejeito	7,95	8,09	32,96	19,47	1,65	0,83	0,00	10,78	1,27	0,40	0,37
85	Concentrado	24,45	29,78	18,38	3,45	1,18	0,45	0,00	9,01	1,67	0,49	0,43
	Rejeito	8,42	8,71	33,11	18,29	1,59	0,87	0,00	10,96	1,32	0,42	0,4
86	Concentrado	21,46	25,89	21,67	5,57	1,23	0,41	0,00	9,82	1,62	0,50	0,44
	Rejeito	8,19	8,44	32,51	19,88	1,66	0,84	0,00	10,46	1,27	0,39	0,37
87	Concentrado	26,61	31,51	15,42	2,32	1,16	0,74	0,85	8,17	1,61	0,49	0,43
	Rejeito	6,06	5,8	33,72	19,29	1,52	1,63	0,3	11,16	1,34	0,42	0,39
88	Concentrado	23,41	28,30	19,52	4,47	1,26	0,39	0,00	9,49	1,70	0,52	0,44
	Rejeito	8,74	8,98	33,77	18,47	1,64	0,83	0,00	11,18	1,34	0,40	0,38
89	Concentrado	26,47	35,84	12,03	5,48	2,79	0,34	5,22	5,19	4,58	-	-
	Rejeito	15,16	20,73	10,18	35,24	0,38	0,61	0,60	3,22	1,12	-	-
90	Concentrado	24,42	32,05	12,39	6,02	2,63	0,35	4,54	5,40	4,43	-	-
	Rejeito	22,92	33,48	13,37	18,28	0,71	0,57	1,11	4,81	1,21	-	-
91	Concentrado	24,23	26,06	16,56	6,86	-	0,07	2,84	5,38	4,61	-	-
	Rejeito	9,92	9,36	22,64	26,21	-	0,61	1,14	6,27	3,08	-	-
92	Concentrado	28,79	31,99	12,67	4,62	-	0,00	3,80	4,07	4,62	-	-
	Rejeito	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
93	Concentrado	29,77	34,38	11,47	3,95	-	0,05	4,26	3,88	4,63	-	-
	Rejeito	9,66	8,82	23,36	26,00	-	0,61	1,14	6,43	3,11	-	-
94	Concentrado	26,55	29,55	15,11	5,82	-	0,09	3,61	4,83	4,68	-	-
	Rejeito	8,8	8,00	22,12	27,84	-	0,66	0,89	5,87	2,70	-	-
95	Concentrado	22,71	24,29	17,91	8,09	-	0,09	3,09	5,28	4,4	-	-
	Rejeito	9,59	9,5	18,66	31,73	-	0,84	1,13	4,87	2,60	-	-
96	Concentrado	26,16	28,80	15,68	6,00	-	0,03	3,37	5,03	4,72	-	-
	Rejeito	9,18	8,56	22,14	29,02	-	0,71	0,96	5,86	2,69	-	-
97	Concentrado	25,37	28,16	15,97	6,81	-	0,08	3,54	5,00	4,59	-	-
	Rejeito	7,78	7,41	20,12	33,57	-	0,85	0,82	5,13	2,24	-	-
98	Concentrado	26,88	30,65	13,51	5,25	-	0,11	3,92	4,44	4,62	-	-
	Rejeito	10,55	9,75	21,62	25,40	-	0,57	0,94	5,99	2,97	-	-
99	Concentrado	30,12	32,07	9,05	2,52	2,31	0,18	3,74	3,14	3,27	-	-
	Rejeito	10,49	9,24	23,52	25,23	2,38	1,07	1,45	6,69	3,07	-	-
100	Concentrado	29,94	31,88	10,12	2,81	2,47	0,25	3,75	3,28	3,31	-	-
	Rejeito	13,01	12,25	22,03	22,20	2,30	0,94	2,16	6,58	3,53	-	-
101	Concentrado	30,85	33,47	8,71	2,34	1,99	0,21	4,06	2,82	3,20	-	-
	Rejeito	11,25	10,13	22,64	23,81	2,36	0,97	1,85	6,72	3,26	-	-
102	Concentrado	31,95	36,44	7,65	1,84	1,73	0,12	4,16	2,43	3,21	-	-
	Rejeito	11,40	10,52	22,45	23,75	2,38	0,97	1,93	6,50	3,24	-	-
103	Concentrado	31,08	34,21	9,05	2,68	2,02	0,18	4,17	2,97	3,30	-	-
	Rejeito	11,10	9,93	22,95	24,21	2,39	0,99	1,89	6,61	3,23	-	-

Continua

continuação

104	Concentrado	31,35	35,30	7,68	1,90	1,65	0,13	4,27	2,46	3,15	-	-
	Rejeito	12,60	11,69	21,47	21,61	2,20	0,93	2,07	6,36	3,33	-	-
105	Concentrado	28,70	29,84	10,23	3,76	2,08	0,23	3,47	3,15	3,14	-	-
	Rejeito	10,46	9,41	22,94	24,92	2,46	1,05	1,41	6,57	3,16	-	-
106	Concentrado	31,09	34,21	8,52	2,18	1,92	0,18	4,14	2,61	3,15	-	-
	Rejeito	10,77	9,81	22,80	25,44	2,38	0,99	1,52	6,56	3,11	-	-
107	Concentrado	31,29	35,87	9,01	3,91	1,27	0,20	2,05	2,09	2,10	-	-
	Rejeito	10,44	8,47	23,23	22,96	2,56	0,95	2,73	7,40	4,46	-	-
108	Concentrado	30,07	32,24	10,06	3,00	2,13	0,16	3,68	3,22	3,11	-	-
	Rejeito	12,24	11,40	22,41	22,96	2,31	0,91	1,84	6,63	3,42	-	-
109	Concentrado	33,10	39,39	7,51	2,83	1,09	0,11	1,80	1,76	1,95	-	-
	Rejeito	10,38	8,55	22,78	22,44	2,55	1,00	2,76	7,23	4,48	-	-
110	Concentrado	30,59	38,6	7,13	2,35	-	0,17	1,92	1,65	2,05	-	-
	Rejeito	10,62	8,74	22,06	21,79	-	0,98	2,29	7,33	4,35	-	-
111	Concentrado	31,77	40,06	6,45	2,44	-	0,14	1,74	1,48	1,78	-	-
	Rejeito	10,32	8,79	21,53	21,80	-	1,00	2,51	7,21	4,53	-	-
112	Concentrado	30,5	37,53	7,69	3,01	-	0,19	1,49	1,70	1,87	-	-
	Rejeito	10,85	9,17	22,55	22,04	-	1,00	2,60	7,38	4,60	-	-
113	Concentrado	30,06	37,77	7,85	3,21	-	0,20	1,59	1,80	1,93	-	-
	Rejeito	9,95	8,18	22,32	22,11	-	0,93	2,43	7,40	4,63	-	-