



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**ANÁLISE DAS PRINCIPAIS VARIÁVEIS NA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL DO
COMPLEXO DE MINERAÇÃO DE TAPIRA - MG**

Fernando Brandão Rodrigues da Silva
Uberlândia – MG
2016



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**ANÁLISE DAS PRINCIPAIS VARIÁVEIS NA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL DO
COMPLEXO DE MINERAÇÃO DE TAPIRA - MG**

Fernando Brandão Rodrigues da Silva

**Dissertação de Mestrado apresentada à
Universidade Federal de Uberlândia como
parte dos requisitos necessários à obtenção do
título de Mestre em Engenharia Química, da
Faculdade de Engenharia Química, área de
concentração em Pesquisa e Desenvolvimento
de Processos Químicos.**

Uberlândia - MG

2016

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

S586a
2016 Silva, Fernando Brandão Rodrigues da, 1985-
 Análise das principais variáveis na flotação industrial do
 complexo de mineração de Tapira - MG / Fernando Brandão Rodrigues
 da Silva. - 2016.
 198 f. : il.

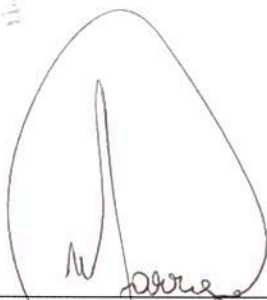
 Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo.
 Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.
 Inclui bibliografia.

 1. Engenharia Química - Teses. 2. Apatita - Teses. 3. Flotação -
 Teses. 4. Adubos e fertilizantes - Indústria - Teses. I. Barrozo, Marcos
 Antonio de Souza. II. Universidade Federal de Uberlândia, Programa de
 Pós-Graduação em Engenharia Química. III. Título.

CDU: 66.0

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE FERNANDO BRANDÃO RODRIGUES DA SILVA SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 07/03/2016.

BANCA EXAMINADORA:



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



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



Prof. Dra. Michelly dos Santos Oliveira
(Engenharia de Minas/CEFET-MG)



Prof. Dr. Ricardo Corrêa de Santana
(FEQUI/UFU)

À minha mãe,
Vera Maria Brandão

E à minha esposa,
Lidiane Goretti Brandão

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado forças para sempre seguir em frente, com muita humildade e vontade de aprender e, por finalmente, ter desenvolvido este trabalho e escrito esta dissertação.

À minha querida família: minha mãe, *Vera*, por ter me ensinado a ser persistente nos meus objetivos e por ter acreditado na minha capacidade; minha avó, *Maria Isabel* (Biluca) pelas orações e por sempre ter torcido pelo meu crescimento pessoal e profissional.

À minha amada esposa, *Lidiane* pelo apoio e incentivo para concluir este trabalho, e pela compreensão nos períodos de ausência.

Ao Prof. *Marcos Antonio de Souza Barrozo* por ter sido meu orientador, por ter me ensinado com paciência e ter acreditado na minha capacidade de desenvolver este trabalho.

Aos Prof. *Ricardo Corrêa de Santana* e *Luiz Gustavo Martins Vieira*, agradeço pela enorme contribuição para correção desta dissertação.

À Vale Fertilizantes de Catalão/GO e Tapira/MG, em especial aos gerentes de área *Júlio Cesar da Silva* e *Gláucio Ferreira de Castro* que me apoiaram nesta caminhada, valorizando a minha vontade de aprender e me dando condições de concluir este trabalho.

Aos funcionários da FEQUI/UFU *Cecília* e *Silvino* pela enorme atenção prestada durante todo o período de mestrado.

À Universidade Federal de Uberlândia e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química por me dado todo o suporte tecnológico para o desenvolvimento desta dissertação.

SUMÁRIO

Lista de Figuras	i
Lista de Tabelas	v
Lista de Símbolos	vii
Lista de Abreviaturas	ix
Resumo	x
Abstract	xii

CAPÍTULO I: INTRODUÇÃO 1

CAPÍTULO II: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 7

2.1. Minério de fosfato.....	7
2.1.1. O elemento fósforo e o mineral-minério apatita	7
2.1.2. Origem e Tipos de Depósitos Fosfáticos.....	11
2.1.3. Rochas Fosfáticas no Brasil e no Mundo	12
2.1.4. Mercado de Fertilizantes	13
2.1.5. Beneficiamento de Minério Fosfático	17
2.2. Complexo de Mineração de Tapira.....	19
2.2.1. A jazida de Tapira	19
2.2.2. Geologia e mineralização	21
2.2.3. Usina de concentração do Complexo de Mineração de Tapira.....	24
2.2.3.1. Circuito granulado	24
2.2.3.2. Circuito friável.....	26
2.2.3.3. Circuito ultrafino	30
2.3. Flotação de minério fosfático	33
2.3.1. Introdução.....	33
2.3.2. Mecanismo de Flotação.....	35
2.3.3. Equipamentos de Flotação	36
2.3.4. Reagentes de Flotação	40
2.3.5. Variáveis da Flotação	41
2.3.5.1. Dosagem e condicionamento de reagentes	42
2.3.5.2. Potencial de hidrogênio – pH	43

2.3.5.3. Vazão de ar e profundidade da espuma	43
2.3.5.4. Tempo de residência	43
2.3.5.5. Concentração de sólidos	44
2.3.5.6. Tamanho de bolha	44
2.3.5.7. Tamanho de partícula	45
2.4. Análise de regressão	46
2.4.1 Princípios Fundamentais	46
2.4.2. Regressão Múltipla.....	49
2.5. Estudos estatísticos realizados no Complexo de Mineração de Tapira	49
2.6. Estudos estatísticos realizados no Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia	51

CAPÍTULO III: MATERIAIS E MÉTODOS.....53

3.1. Etapas do trabalho.....	53
3.2. Estudo das pilhas de minério	53
3.2.1. Formação das pilhas de minério: descrição.....	53
3.2.2. Caracterização química da jazida mineral.....	55
3.2.2.1. Premissas adotadas na caracterização química da jazida	55
3.2.2.2. Preparação das amostras de caracterização de frente de lavra	56
3.2.2.3. Preparação dos reagentes utilizados nos testes de flotação de bancada	58
3.2.2.4. Execução do ensaio de flotação em bancada para caracterização da jazida.....	60
3.2.2.5. Preparação da amostra de concentrado dos testes de flotação.....	60
3.2.2.6. Resultados de frentes de lavra	61
3.2.3. Variáveis do estudo das pilhas de minério: descrição e forma de cálculo	61
3.2.3.1. Variáveis dependentes do estudo das pilhas de minério.....	62
3.2.3.2. Variáveis independentes do estudo das pilhas de minério	63
3.3. Estudo da flotação de bancada na planta piloto	65
3.3.1. Ensaio de flotação de bancada na planta piloto: descrição.....	65
3.3.2. Flotação de bancada na planta piloto: procedimento experimental	66
3.3.2.1. Premissas adotadas na flotação de bancada na planta piloto.....	67
3.3.2.2. Preparação das amostras para os ensaios de flotação de bancada	68
3.3.2.3. Preparação dos reagentes utilizados nos testes de flotação de bancada	70
3.3.2.4. Execução do ensaio de flotação em bancada.....	72
3.3.2.5. Preparação da amostra de concentrado dos testes de flotação de bancada.....	72

3.3.3. Metodologia do planejamento fatorial dos ensaios de flotação de bancada	73
3.3.4. Variáveis do estudo da flotação de bancada: descrição e forma de cálculo.....	75
3.3.4.1. Variáveis dependentes do estudo da flotação de bancada	75
3.3.4.2. Variáveis independentes do estudo da flotação de bancada	75
3.4. Estudo da flotação industrial.....	76
3.4.1. Flotação industrial do Complexo de Mineração de Tapira: descrição	76
3.4.2. Variáveis do estudo da flotação industrial: descrição e forma de cálculo	79
3.4.2.1. Variáveis dependentes do estudo da flotação industrial.....	81
3.4.2.2. Variáveis independentes do estudo da flotação industrial.....	82
3.5. Análise estatística global: técnica de superfície de resposta.....	90
CAPÍTULO IV: RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	95
4.1. Análise estatística global: técnica de superfície de respostas	95
4.1.1. Análise estatística das pilhas de minério.....	95
4.1.1.1. Recuperação mássica da usina na análise das pilhas de minério.....	96
4.1.1.2. Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina na análise das pilhas de minério	104
4.1.2. Análise estatística da flotação de bancada	113
4.1.2.1. Recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 na análise da flotação de bancada do circuito friável.....	114
4.1.2.2. Recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 na análise da flotação de bancada do circuito granulado	121
4.1.3. Análise estatística da flotação industrial	126
4.1.3.1. Flotação industrial do circuito friável.....	126
4.1.3.2. Flotação industrial do circuito granulado	137
4.1.3.3. Flotação industrial do circuito ultrafino	147
CAPÍTULO V: CONCLUSÕES	153
5.1. Principais conclusões	153
5.2. Sugestões para trabalhos futuros.....	159
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	160
APÊNDICE I: ANÁLISE ESTATÍSTICA DA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL	164
AP1.1. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável.....	164

AP1.2. Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável.....	168
AP1.3. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado	171
AP1.4. Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado ...	173
AP1.5. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino	175

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Vista geral do Complexo de Mineração de Tapira (Fonte: REIS, 2010).....	2
Figura 1.2 - Diagrama de blocos das etapas de beneficiamento do CMT.....	3
Figura 2.1 - Mineral apatita (Fonte: BEZERRA, 2011).....	10
Figura 2.2 - Mineral fosforita (Fonte: BEZERRA, 2011).....	10
Figura 2.3 - Saldo da balança comercial do Brasil (Fonte: CEPEA/CNA, 2015).....	14
Figura 2.4 - Consumo de fertilizantes por cultura (Fonte: ANDA, 2014).....	16
Figura 2.5 - Consumo de fertilizantes por região do Brasil (Fonte: ANDA, 2014).....	16
Figura 2.6 - Fluxograma do processo de beneficiamento de rocha fosfática em rota úmida (Fonte: CEKINSKI, 1990).....	18
Figura 2.7 - Vista geral do Complexo de Mineração de Tapira (Fonte: REIS, 2010).....	20
Figura 2.8 - Zonas de estéril e mineralizadas da jazida de Tapira (Fonte: REIS, 2010).....	22
Figura 2.9 - Moagem e separação magnética do circuito granulado.....	24
Figura 2.10 - Deslamagem, atrição e condicionamento do circuito granulado.....	25
Figura 2.11 - Flotação do circuito granulado.....	26
Figura 2.12 - Moagem e separação magnética do circuito friável.....	27
Figura 2.13 - Deslamagem do circuito friável.....	28
Figura 2.14 - Deslamagem do circuito friável.....	29
Figura 2.15 - Flotação do circuito friável fino.....	29
Figura 2.16 - Flotação do circuito de friável grosso.....	30
Figura 2.17 - Microdeslamagem do circuito ultrafino.....	31
Figura 2.18 - Microdeslamagem e condicionamento do circuito ultrafino.....	31
Figura 2.19 - Flotação do circuito ultrafino.....	32
Figura 2.20 - Filtragem e expedição de concentrado ultrafino.....	32
Figura 2.21 - Mineralização das bolhas de ar (Fonte: SUTULOV, 1963).....	36
Figura 2.22 - Representação esquemática da célula Wemco (Fonte: FLSMIDTH, 2010).....	37
Figura 2.23 - Célula mecânica industrial (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).....	38
Figura 2.24 - Esquema básico de uma coluna de flotação (Fonte: AQUINO <i>et al.</i> , 2004).....	38
Figura 2.25 - Coluna de flotação industrial (VALE FERILIZANTES, 2010).....	40
Figura 2.26 - Exemplos de gráficos de dispersão (Fonte: MAGALHÃES, 2007).....	48
Figura 2.27 - Efeito da concentração de sólidos na recuperação metalúrgica de P_2O_5 , na dosagem de coletor e no custo de reagentes (Fonte: ROCHA <i>et al.</i> , 2003).....	50

Figura 2.28 - Influência dos íons contaminantes na recuperação de apatita – alimentação de grossos (Fonte: SANTOS, 2010).....	52
Figura 3.1 - Pilha de minério homogeneizada do CMT.....	54
Figura 3.2 -Modelo de blocos da dureza do minério (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).....	64
Figura 3.3 - Etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito friável (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).....	68
Figura 3.4 - Etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito granulado (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).....	69
Figura 3.5 - Flotação do circuito friável.....	77
Figura 3.6 - Flotação do circuito granulado.....	77
Figura 3.7 - Flotação do circuito ultrafino.....	77
Figura 3.8 - Condicionamento industrial da flotação do circuito de ultrafino.....	78
Figura 3.9 - Densímetro e medidor de vazão.....	83
Figura 3.10 - Preparação do depressor do circuito granulado.....	84
Figura 3.11 - Preparação do coletor - saponificação do óleo vegetal e sintético.....	85
Figura 3.12 - Preparação do coletor – expansão do reagente.....	86
Figura 3.13 - Preparação de soda – diluição a 10%.....	86
Figura 3.14 - Válvula de controle de nível de polpa nas células mecânicas do circuito friável.....	87
Figura 3.15 - Descarga de rejeito em célula mecânica do circuito friável.....	87
Figura 3.16 - Sensor de nível de polpa em coluna de flotação do circuito ultrafino.....	88
Figura 3.17 - Válvula de controle de nível de polpa na coluna de flotação do circuito ultrafino.....	88
Figura 3.18 - Válvula de controle da vazão de ar nas colunas de flotação.....	89
Figura 3.19 - Manifold da coluna de flotação do circuito de ultrafino.....	89
Figura 4.1 - Superfície de resposta para a recuperação mássica global da usina de beneficiamento em função da participação de minério duro (p_{MD}) e do teor de P_2O_5 do minério ($t_{P_2O_5}$).....	102
Figura 4.2 - Superfície de resposta para a recuperação mássica global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 do minério ($t_{P_2O_5}$) da participação de minério da frente 02 (p_{F2}).....	103
Figura 4.3 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 do minério ($t_{P_2O_5}$) e do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}).....	110

Figura 4.4 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de Fe_2O_3 ($t_{Fe_2O_3}$) e de MgO (t_{MgO}) do minério.....	111
Figura 4.5 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 ($t_{P_2O_5}$) e de MgO (t_{MgO}) do minério.....	112
Figura 4.6 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).....	117
Figura 4.7 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).....	120
Figura 4.8 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito granulado em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).....	124
Figura 4.9 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).....	125
Figura 4.10 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função do número de pilhas de minério (n_{PM}) e da concentração de sólidos na alimentação nova da flotação (CS_{ANF}).....	129
Figura 4.11 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função do percentual de minério da frente de lavra 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 presente no minério que alimenta a usina de beneficiamento ($t_{P_2O_5}$).....	131
Figura 4.12 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função da dosagem de depressor (d_{DEPRE}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).....	132
Figura 4.13 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função do nível de polpa da etapa rougher (np_{ROUG}) e do nível de polpa da etapa cleaner (np_{CLEAN}).....	134
Figura 4.14 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função do nível de polpa da etapa cleaner	

(np_{CLEAN}) e do nível de polpa da etapa recleaner ($np_{\text{REC CLEAN}}$).....	135
Figura 4.15 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função da concentração de sólidos na alimentação nova da flotação (cs_{ANF}) e do nível de polpa da etapa scavenger (np_{SCAV}).....	136
Figura 4.16 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do nível de polpa da etapa scavenger (np_{SCAV}).....	139
Figura 4.17 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa rougher (np_{ROUG}) e da etapa cleaner (np_{CLEAN}).....	140
Figura 4.18 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa recleaner ($np_{\text{REC CLEAN}}$) e da dosagem de depressor (d_{DEPRE}).....	142
Figura 4.19 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).....	144
Figura 4.20 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa recleaner ($np_{\text{REC CLEAN}}$) e da etapa rougher (np_{ROUG}).....	145
Figura 4.21 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e da dosagem de coletor (d_{COL}).....	146
Figura 4.22 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da dosagem de depressor (d_{DEPRE}) e da dosagem de coletor (d_{COL}).....	149
Figura 4.23 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da vazão de ar das colunas de flotação das etapas rougher (va_{ROUG}) e cleaner (va_{CLEAN}).....	150
Figura 4.24 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).....	152

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 - Variabilidade das recuperações da usina de beneficiamento e da flotação industrial dos circuitos granulado, friável e ultrafino do CMT.....	4
Tabela 2.1 - Reservas oficiais de rocha fosfática (Fonte: DNPM, 2014).....	12
Tabela 2.2 - Fertilizantes entregues ao consumidor entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).....	15
Tabela 2.3 - Importação de fertilizantes entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).....	15
Tabela 2.4 - Exportação de fertilizantes entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).....	15
Tabela 2.5 - Minerais presentes na rocha fosfática de Tapira (Fonte: REIS, 2010).....	22
Tabela 3.1 - Variáveis do estudo das pilhas de minério.....	61
Tabela 3.2 - Escala de dureza do minério (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).....	64
Tabela 3.3 - Variáveis independentes codificadas e parâmetros de interação utilizados no planejamento fatorial dos ensaios de flotação de bancada.....	73
Tabela 3.4 - Algoritmo de Yates utilizado para cálculo dos efeitos das variáveis independentes sobre a variável dependente.....	74
Tabela 3.5 - Variáveis da flotação de bancada do circuito friável e granulado.....	75
Tabela 3.6 - Intervalo dos reagentes utilizados nos ensaios de flotação de bancada dos circuitos friável e granulado.....	76
Tabela 3.7 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito friável.....	80
Tabela 3.8 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito granulado.....	81
Tabela 3.9 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito ultrafino.....	81
Tabela 4.1 - Variáveis independentes estudadas na análise das pilhas de minério.....	97
Tabela 4.2 - Variáveis independentes estudadas na análise da flotação de bancada do circuito friável.....	114
Tabela 4.3 - Variáveis independentes estudadas na análise da flotação de bancada do circuito granulado.....	115
Tabela 4.4 - Variáveis independentes estudadas da análise da flotação industrial do circuito friável.....	128
Tabela 4.5 - Variáveis independentes estudadas na análise da flotação industrial do circuito granulado.....	138
Tabela 4.6 - Variáveis independentes estudadas na análise da flotação industrial do circuito ultrafino.....	148

LISTA DE SÍMBOLOS

#	Mesh (série Tyler)
r	Coefficiente de correlação
M	Massa (g)
t	Teor (%)
d_s	Densidade do sólido (t/m ³)
d_f	Densidade do fluido (t/m ³)
d_p	Densidade da polpa (t/m ³)
% _{SOL}	Concentração de sólidos (%)
\hat{y}	Variável dependente na forma canônica
\hat{y}_o	Variável dependente no ponto estacionário
x	Matriz das variáveis independentes
x'	Matriz transposta das variáveis independentes
b	Matriz dos vetores de primeira ordem
B	Matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação
x_0	Matriz das variáveis independentes no ponto estacionário
λ	Raíz característica
I	Matriz identidade
w	Matriz das variáveis independentes na forma canônica
M'	Matriz ortogonal transposta dos vetores associados a cada λ
m	Vetor associado a cada λ

LISTA DE ABREVIATURAS

SMBI	Separação magnética de baixa intensidade
SMAI	Separação magnética de alta intensidade
CMT	Complexo de Mineração de Tapira
Ec	Eficiência da concentração
RMASS	Recuperação mássica
AN	Alimentação nova da flotação
RMASS _{AL}	Recuperação mássica do avanço de lavra
RMET _{AL}	Recuperação metalúrgica de P ₂ O ₅ do avanço de lavra
A _{PL}	Alimentação da flotação de bancada da planta piloto
CF _{PL}	Concentrado fosfático da flotação de bancada planta piloto
RMASS _{PM}	Recuperação mássica da pilha de minério
RMET _{PM}	Recuperação metalúrgica de P ₂ O ₅ da pilha de minério
MASS _{AL}	Massa do avanço de lavra
RCP	Relação CaO / P ₂ O ₅
FC	Fator caçamba
MTM	Massa total de minério
NVM	Número de viagens de minério
P _{MINF2}	Percentual de minério da frente de minério 02
NVF2	Número de viagens de minério da frente 02
MTP	Massa total da pilha
RMASS _{FB}	Recuperação mássica da flotação de bancada
MC _{FB}	Massa de concentrado da flotação de bancada
MAN _{FB}	Massa de alimentação nova da flotação de bancada
RMET _{FB}	Recuperação metalúrgica de P ₂ O ₅ da flotação de bancada
C _{FB}	Concentrado da flotação de bancada
AN _{FB}	Alimentação nova da flotação de bancada
RMASSFI _{FR}	Recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável
RMETFI _{FR}	Recuperação metalúrgica de P ₂ O ₅ da flotação do circuito friável
A _{FR}	Alimentação da flotação industrial do circuito friável
C _{FR}	Concentrado da flotação industrial do circuito friável
R _{FR}	Rejeito da flotação industrial do circuito friável

$RM_{SSFI_{GR}}$	Recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado
$RM_{MET_{GR}}$	Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação do circuito granulado
A_{GR}	Alimentação da flotação industrial do circuito granulado
C_{GR}	Concentrado da flotação industrial do circuito granulado
R_{GR}	Rejeito da flotação industrial do circuito granulado
$RM_{SSFI_{UF}}$	Recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino
AN_{UF}	Alimentação nova da flotação industrial do circuito ultrafino
C_{UF}	Concentrado da flotação industrial do circuito ultrafino
d_{DEPRE}	Dosagem de depressor
d_{COL}	Dosagem de coletor
A_{UB}	Alimentação da usina de beneficiamento
FM	Fator multiplicador

RESUMO

Diante de um cenário de expansão do agronegócio e do aumento do consumo de fertilizantes em função do crescimento exponencial da população, torna-se necessário um melhor aproveitamento das reservas minerais existentes, através da obtenção de produtos de melhor qualidade e em quantidades adequadas para atender à demanda nacional. No Complexo de Mineração de Tapira, da Vale Fertilizantes, é produzido o concentrado fosfático com teor de 35,0% de P_2O_5 a partir do minério com teor de P_2O_5 da ordem de 8,0% de P_2O_5 , que são destinados ao suprimento do Complexo Industrial de Uberaba e do Complexo Minero químico de Araxá para fabricação de fertilizantes. A flotação industrial, etapa responsável pela recuperação do P_2O_5 e, consequentemente, pela viabilidade do negócio, é dividida nos circuitos friável, granulado e ultrafino, sendo que, o concentrado friável e granulado compõem o concentrado convencional. Hoje somente 14,7% da massa que alimenta a usina se torna produto, sendo o restante considerado perdas no processo, sendo que, as maiores perdas de massa estão localizadas no rejeito das flotações, representando 42,3%. De 2012 a 2014, a recuperação mássica global diária da usina de beneficiamento variou de 12,4 a 15,9% enquanto a recuperação metalúrgica diária de P_2O_5 de 48,7 a 82,4%. Pelo grau de variabilidade, é visível que a usina operou em diferentes condições. Visto isto, este trabalho teve como objetivos analisar a influência das variáveis operacionais e de processo nas recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial dos circuitos granulado, friável e ultrafino. E adicionalmente foi feito uma análise do efeito das variáveis do minério, tais como teores, dureza e percentual de minério da frente 02, nas recuperações globais da usina de beneficiamento e do efeito das dosagens de reagentes nas recuperações obtidas na flotação de bancada, utilizando a metodologia de planejamento de experimentos. Todo trabalho foi realizado utilizando o banco de dados histórico da Vale Fertilizantes de Tapira-MG, onde todas as variáveis independentes foram adimensionalizadas conforme a faixa experimental utilizada. Para fazer as análises estatísticas foi utilizada a técnica de superfície de respostas e os valores das variáveis independentes que maximizam as recuperações foram encontrados através da análise canônica. No estudo da flotação industrial do circuito friável foram obtidos 41,3% de recuperação mássica e 91,3% de recuperação metalúrgica de P_2O_5 , valores bons para o circuito, sendo que as maiores recuperações ocorrem para concentração de sólidos da alimentação nova da flotação entre 45 e 50%, cujos valores estão atribuídos ao tempo de residência da polpa nas células e colunas de flotação industriais. Quanto maior o número de pilhas de minério retomadas no dia, maior a recuperação mássica, porém, neste cenário, a flotação se torna instável, pois há enorme variação de massa na alimentação. Maiores recuperações mássicas são obtidas para dosagem de depressor superior a 120 g/t e para dosagem de coletor sintético de 11,6%. No estudo da flotação industrial do circuito granulado foram obtidos 28,3% de recuperação mássica e 79,4% de recuperação metalúrgica de P_2O_5 , sendo considerados valores bons para o circuito. Maiores recuperações são obtidas quando o percentual de minério da frente 02 se encontra acima de 90%, pelo fato do minério desta frente possuir apatitas mais recuperáveis na flotação. Da mesma forma as recuperações aumentam quando o nível de polpa da etapa *rougher* está mais alto em função da elevada massa de cargas circulantes que a etapa recebe. Já na análise da flotação industrial do circuito ultrafino, foram obtidos 23,95% de recuperação mássica, sendo que a mesma é maximizada para dosagem de depressor e coletor superior a 420 e 300 g/t, respectivamente. Na análise da influência das variáveis do minério, foi observado que maiores recuperações são obtidas para minérios com teor de P_2O_5 acima de 8,0%, teor de Fe_2O_3 na ordem de 28% e percentual de minério da frente 02 de 83%. O percentual de minério duro apresentou forte influência nas recuperações, devido à divisão de massas no circuito que está atrelada a esta variável. No

entanto, o percentual de minério duro que maximiza as recuperações ficou bastante próximo da capacidade de projeto da usina de beneficiamento, que é de 20%. Finalmente, no estudo da flotação de bancada, foi notado que nos circuitos friável e granulado as maiores recuperações são atingidas para uma dosagem de coletor superior a 250 g/t e que o aumento simultâneo da dosagem de coletor e do percentual de coletor sintético contribui para o aumento de recuperação na flotação. Porém, neste cenário, está propício a produzir um concentrado mais pobre em termos de teor de P_2O_5 , mostrando que nem sempre a maior recuperação representa o cenário ideal. Desta forma, os resultados apresentados mostraram os valores das variáveis que propiciam maiores recuperações na flotação e, conseqüentemente, menores perdas no rejeito.

Palavras-chave: apatita; variáveis da flotação; regressão; flotação industrial; recuperação; otimização.

ABSTRACT

Faced with an agribusiness expansion scenario and the increase in fertilizer consumption due to the exponential growth of the population, it is necessary to make better use of existing reserves, by obtaining products of better quality and in adequate quantities to meet demand national. In Tapira Mining Complex, Vale Fertilizantes, the phosphate concentrate is produced with content of 35.0% P_2O_5 from ore with content of about 8.0% P_2O_5 , which are intended to supply Complex Industrial Uberaba and Araxá Minero Chemical Complex for the production of fertilizers. The industrial flotation step responsible for the recovery of P_2O_5 and hence the viability of the business is divided into the crumbly, grainy and ultrathin circuits, and, friable and granular concentrate comprise the conventional concentrated. Today only 14.7% of the mass which feeds the mill product becomes, the remainder being considered losses in the process, and the larger mass losses are located in the waste of flotation, representing 42.3%. From 2012 to 2014, the daily global mass recovery processing plants varied from 12.4 to 15.9% while the daily metallurgical recovery of P_2O_5 from 48.7 to 82.4%. By the degree of variability, it appears that the plant operated under different conditions. Seen this, this study aimed to analyze the influence of operational and process variables in P_2O_5 mass and metallurgical recoveries of industrial flotation circuits of grainy, crumbly and ultrathin. And besides was made an analysis of the effect of ore variables, as degrees, hardness and the ore front 02 percentage, in global recoveries of processing plant and the effect of dosages of reagents in the recoveries obtained from the bench flotation using the experimental design methodology. All work was performed using the historical database of Vale Fertilizantes of Tapira-MG, where all independent variables were dimensionless as the experimental range used. To make the statistical analysis it used the response surface technique and the values of the independent variables that maximize recoveries were found by canonical analysis. In the study of industrial flotation circuit crispy were obtained from 41.3% mass recovery and 91.3% metallurgical recovery P_2O_5 , good values for the circuit, and the highest recoveries occur for solids concentration of the new flotation power between 45 and 50%, which values are assigned to the residence time of the pulp in cells and industrial flotation columns. The greater the number of ore heaps resumed on the higher the mass recovery, but in this scenario flotation becomes unstable because there is enormous weight variation in the feed. Higher recoveries are obtained for mass depressant dosage exceeding 120 g / t for synthetic collector dosage of 11.6%. In the study of industrial flotation circuit of the granulate were obtained 28.3% to 79.4% mass recovery and metallurgical recovery of P_2O_5 being considered good values for the circuit. Higher recoveries are obtained when the front ore 02 percentage is above 90%, because the ore of this front have more clear apatite. Likewise recoveries increase when the level of pulp rougher step is highest due to the high mass of circulating step receives loads. In the analysis of industrial flotation circuit of the ultrafine were obtained 23.95% of mass recovery, and the same is maximized to depressant dosage and the top collector 420 and 300 g / t, respectively. The analysis of the influence of variables ore, it was observed that higher recoveries are obtained for ores with P_2O_5 content above 8.0%, Fe_2O_3 content in the order of 28% forward and 02 of ore percentage of 83%. Hard ore percentage has strong influence on recoveries due to mass division in the circuit that is linked to this variable. However, the hard ore percentage that maximizes recoveries was very close to the design capacity of the processing plant, which is 20%. Finally, the study of the bench flotation, has noted that in friable and granular circuits the highest recoveries are achieved for a collector dosage exceeding 250 g / t and the simultaneous increase of collector dosage and synthetic collector percentage contributes to the increase recovery in the flotation, but this scenario is suitable to produce a concentrate poorer

in terms of P_2O_5 content, showing that higher recovery is not always the ideal scenario. Thus, the results show the values of variables that provide higher recoveries in the flotation and hence lower losses in the waste.

Keywords: apatite; flotation variables; regression; industrial flotation; recovery; optimization.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

O fósforo (símbolo químico P) apresenta-se abundantemente distribuído no globo terrestre, através de seus diversos compostos, sendo mais comum na forma de fosfatos. Por ser um dos três macronutrientes principais, o fósforo juntamente com o nitrogênio e o potássio, é um elemento químico fundamental para a agricultura, fabricação de ração animal e como insumo nas indústrias farmacêutica e alimentícia. Devido à população que aumenta consideravelmente, o ritmo de produção passou a exigir o seu crescente emprego na agricultura. A principal aplicação do fósforo é na fabricação de ácido fosfórico para fertilizantes que, tanto em escala mundial quanto nacional, consome cerca de 90% da sua produção. Portanto, apenas 10% destinam-se a outras aplicações como fabricação de ração animal, produtos de limpeza, inseticidas, produtos cerâmicos, tratamento de água, metalurgia e indústria farmacêutica. Seus minérios são rochas naturais que se formam em ambientes geológicos variados. Habitualmente, contém mais de um tipo de fosfato, sendo os mais comuns os fosfatos de cálcio do grupo da apatita, chamados de rochas fosfáticas. Quando em quantidade e concentração suficientes, formam depósitos de valor econômico.(LAPIDO - LOUREIRO e NASCIMENTO, 2003).

A rocha fosfática é a única fonte de fósforo viável, estando contida nos depósitos de origens sedimentares (em torno de 85% da oferta mundial), ígneas (próximo de 15%) e biogênicas. Os depósitos sedimentares e os depósitos de origem ígnea são os mais importantes do ponto de vista econômico. Em termos mundiais, a China, os Estados Unidos e o Marrocos são os três maiores produtores de concentrado fosfático, responsáveis por mais de 60% do total produzido, sendo que o Marrocos possui a maior reserva, com 42,3% (DNPM, 2008). O Brasil possui somente 0,5% da reserva mundial e Tapira-MG é o maior detentor de fosfato, com 32,6% (SOUZA e FONSECA, 2009).

Mediante a necessidade de aumento da produção nacional de alimentos, considerando que as reservas de fosfato possuem vida útil estimada e são bastante heterogêneas em termos de mineralogia e com baixos teores de P_2O_5 , torna-se necessário um melhor aproveitamento das reservas existentes, através da obtenção de produtos de melhor qualidade e em quantidades adequadas para atender à demanda nacional.

Nas reservas, antigamente, recuperava-se apenas a rocha fosfática grossa com elevado teor de fósforo e desprezavam-se os finos. Ao passar dos anos e com a evolução dos processos, desenvolveu-se técnicas capazes de elevar o teor de fósforo nos finos. Uma das técnicas mais importantes, das mais utilizadas na indústria mineral e que mais aumentam esse teor é o processo de flotação, que pode elevar um teor de 8% de P_2O_5 , ou menos, para até 40%. Porém ressalta-se, que as perdas no rejeito das etapas de flotação de fosfato ainda são bastante elevadas, calculadas em, aproximadamente, 40% da massa total que alimenta uma usina de concentração. Têm-se ainda as perdas do fósforo antes e após a etapa de beneficiamento. De acordo com BARROS (1997) *apud* GUIMARÃES *et al.* (2004), perde-se 15 % na lavra, e de 2 a 5 % no transporte e manuseio do concentrado fosfático. A maior perda na etapa de beneficiamento mostra a necessidade de mais aprimoramentos no processo de concentração buscando um melhor aproveitamento.

O Complexo de Mineração de Tapira (CMT) está localizado no Município de Tapira, na região oeste do Estado de Minas Gerais, no vale do Paranaíba. Na Figura 1.1 tem-se uma visão aérea do complexo, o qual engloba atividades de lavra a céu aberto, beneficiamento de minério fosfático e transporte de concentrado fosfático via mineroduto. Os produtos são o concentrado fosfático convencional com teor de 35,0% de P_2O_5 obtido a partir do minério com teor de P_2O_5 da ordem de 8,0% e o concentrado fosfático ultrafino com teor de 35,0% de P_2O_5 obtido a partir de lamas do processo.



Figura 1.1 - Vista geral do Complexo de Mineração de Tapira (Fonte: REIS, 2010).

Os concentrados produzidos destinam-se ao suprimento do Complexo Industrial de Uberaba e do Complexo Minero-químico de Araxá para fabricação de fertilizantes, sendo o concentrado convencional transportado sob a forma de polpa via mineroduto com extensão de

aproximadamente 120 km e o concentrado ultrafino via transporte rodoviário. A capacidade produtiva atual é da ordem de 1.850.000 t/ano de concentrado fosfático convencional e 150.000 t/ano de concentrado fosfático ultrafino, totalizando uma capacidade global de 2.000.000 t/ano.

A usina de concentração contém diversas etapas de beneficiamento, cujo objetivo é a separação entre o mineral de interesse (apatita) e suas impurezas (minerais de ganga) e materiais não fosfatados, entre elas: britagem, moagem, separação magnética, classificação, flotação e filtragem. Atualmente, de acordo com o balanço de massas de 2010, somente 14,7% da massa que alimenta a usina torna-se produto (concentrado convencional e ultrafino), sendo o restante considerado perdas no processo, divididas em 33,7% para as lamas naturais e geradas, 9,3% para os rejeitos da separação magnética e 42,3% para os rejeitos da flotação, conforme visto no diagrama de blocos das etapas de beneficiamento de CMT apresentado na Figura 1.2.

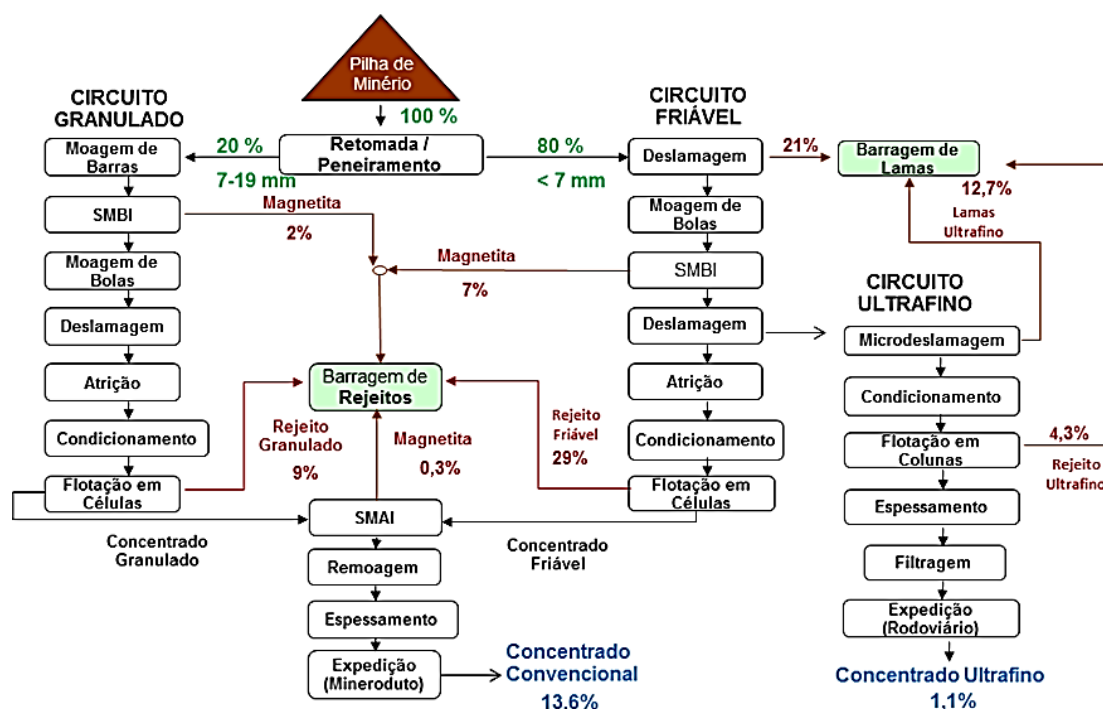


Figura 1.2 - Diagrama de blocos das etapas de beneficiamento do CMT (VALE FERTILIZANTES, 2010).

Como as maiores perdas no processo ocorrem na flotação, além do elevado custo com reagentes e complexidade desta etapa, os circuitos de flotação são monitorados diariamente através de análise química dos fluxos de alimentação, concentrado e rejeito, em termos de teores de P_2O_5 e Fe_2O_3 , cujas especificações no concentrado são de 35% e 2,5%,

respectivamente. Da mesma forma, as recuperações mássicas e metalúrgicas de cada circuito de flotação são monitoradas, visando ao acompanhamento da eficiência destas etapas.

Pelo banco de dados histórico do CMT, do ano de 2012 a 2014, considerando os dias em que a usina operou acima de 23 horas e com taxa de alimentação de 2100 t/h, a recuperação mássica global diária da usina de beneficiamento variou de 12,4 a 15,9% enquanto a recuperação metalúrgica diária de P_2O_5 variou de 48,7 a 82,4%. Pelo grau de variabilidade, fica evidente que a usina operou em diferentes condições. Da mesma forma, as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 dos circuitos individuais de flotação industrial também acompanharam este grau de variabilidade, conforme mostra na Tabela 1.1.

Tabela 1.1 - Variabilidade das recuperações da usina de beneficiamento e da flotação industrial dos circuitos granulado, friável e ultrafino do CMT.

Tipo	Recuperação mássica (%)	Recuperação Metalúrgica de P_2O_5 (%)
Usina de beneficiamento	12,4 a 15,9	48,7 a 82,4
Flotação do circuito granulado	10,6 a 38,4	40,6 a 88,5
Flotação do circuito friável	13,6 a 42,8	54,5 a 90,9
Flotação do circuito ultrafino	10,1 a 25,7	38,7 a 76,5

As diferentes condições que afetam as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 estão relacionadas a três fatores principais:

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

O minério atualmente lavrado no CMT é o manto de intemperismo, onde ocorre o aumento dos teores de titânio, fosfato, nióbio, terras raras e vermiculita, por concentração residual. Atualmente são minerados apenas fosfato e titânio, e somente o fosfato tem aproveitamento comercial, ficando o minério de titânio estocado no aguardo do desenvolvimento de um processo tecnológico para seu beneficiamento. Devido à complexidade mineralógica e tipológica do fosfato originado de depósitos ígneos, a mina é classificada em frentes de lavra e estas subdivididas em avanços. O minério, proveniente do avanço de uma frente de lavra, antes de ser lavrado e direcionado à usina de beneficiamento,

passa pela caracterização tecnológica que contempla: determinação dos teores de P_2O_5 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , entre outros, utilizando o método de fluorescência de raios-X, e determinação do percentual de material duro pelas descrições geológicas dos testemunhos de sondagem. A dureza do minério afeta diretamente na divisão de massas para o circuito friável e granulado, cujos equipamentos são dimensionados para proporções de massa de aproximadamente 80% e 20%, respectivamente. Além da obtenção dos teores e do percentual de material duro do minério, os avanços das frentes de lavra passam por ensaios de flotação em bancada para caracterização tecnológica da jazida, em termos de recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 . Através do ensaio de flotação em bancada, torna-se possível conhecer o potencial do minério, ou seja, a eficiência esperada para o mesmo na escala industrial. Em função da variabilidade das características do minério, torna-se importante avaliar a influência de suas variáveis nas recuperações mássica e metalúrgica globais da usina de beneficiamento.

De acordo com BARROS (1997), ensaios de flotação de bancada em escala piloto mostraram serem benéficos flotar os tipos "Granulado" e "Friável" em separado. Os do tipo "Granulado" demandaram um novo sistema de coletores baseado em misturas de reagentes, sintéticos (sulfosuccinatos, sulfosuccinamatos) e óleos vegetais (ácidos graxos), enquanto que os minérios do tipo "Friável" demandaram a flotação em separado das frações granulométrica grossa e fina. Com o objetivo de investigar os efeitos da variação simultânea dos reagentes a fim de otimizar as recuperações da flotação, são realizados ensaios de flotação em bancada, em escala piloto, que ocorrem somente para o circuito friável e granulado. As variáveis independentes são dosagem de coletor (g/t) e a participação de coletor sintético (%), e as variáveis dependentes são as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação (%). Atualmente o custo variável da usina de beneficiamento do CMT inclui gastos com insumos de flotação (óleo vegetal e reagente sintético, amido depressor e NaOH a 50% de concentração) e de moagem (corpos moedores). Somente o óleo vegetal e reagente sintético, matéria-prima dos coletores, abrange aproximadamente 60% do custo variável. Isto mostra a importância da flotação em bancada, que avalia a dosagem adequada de reagentes que maximiza as recuperações, além de racionalizar os custos variáveis.

A flotação industrial do CMT consiste em três circuitos, denominados granulado, friável e ultrafino. Em ambos os circuitos há a etapa do condicionamento, onde são adicionados o depressor (amido de milho gelatinizado), NaOH com concentração de 10%, e

coletores (óleo vegetal e sintético saponificado), cujas dosagens são definidas pelo teste de flotação em bancada na planta piloto, podendo ser alteradas na escala industrial mediante observações de campo operacionais. Na flotação do circuito friável utilizam-se células mecânicas e colunas, enquanto que no circuito granulado utilizam-se somente células mecânicas, e no circuito ultrafino somente colunas. Na flotação dos três circuitos há diferentes estágios de flotação (*rougher*, *cleaner* e *scavenger*), nos circuitos friável e granulado há um terceiro estágio (*recleaner*). Todos os estágios possuem a variável de controle de nível de polpa, que influencia diretamente na altura da camada de espuma da flotação e, consequentemente, no teor de P_2O_5 no concentrado. Quando a usina é alimentada no mesmo dia por pilhas de minério distintas, a massa de alimentação da flotação varia significativamente e gera uma instabilidade operacional no circuito, impactando na recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 da etapa. A concentração de sólidos está diretamente ligada ao tempo de residência da polpa nas células e colunas de flotação e no contato entre as bolhas de ar e as partículas hidrofóbicas adsorvidas com reagente coletor. Na flotação do circuito ultrafino, a vazão de ar é uma das variáveis mais utilizadas, pelo fato do tempo de resposta ser menor, além do baixo custo de atuação nesta variável. Resumindo, as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação dos circuitos friável, granulado e ultrafino são influenciadas pelas variáveis operacionais citadas. Não há histórico de estudos, com base em banco de dados da flotação industrial, que mostrem esta influência através de análise estatística. Diante do exposto, este estudo se baseou na utilização do banco de dados histórico do CMT para uma análise da influência das principais variáveis independentes do processo sobre o desempenho da flotação, bem como por meio de ensaios realizados na planta piloto da unidade, tendo os seguintes objetivos principais:

- ❖ Analisar o efeito das variáveis do minério nas recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 globais da usina de beneficiamento;
- ❖ Investigar o efeito das dosagens de reagentes nas recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação dos circuitos friável e granulado na planta piloto, realizada em bancada utilizando a metodologia de planejamento de experimentos;
- ❖ Analisar a influência das variáveis operacionais e de processo nas recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação em escala industrial dos circuitos granulado, friável e ultrafino; e
- ❖ Encontrar os valores das variáveis que maximizam as respostas dos três estudos citados.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Minério de fosfato

2.1.1. O elemento fósforo e o mineral-minério apatita

O fósforo, símbolo químico P, é um elemento pertencente ao grupo dos metalóides, integrante do grupo V da Tabela Periódica dos Elementos, com número atômico 15. Esse elemento apresenta-se abundantemente distribuído no globo terrestre, através de seus diversos compostos, mais comumente na forma de sais, denominados fosfatos, sendo esses compostos muito ativos, mesmo a baixas temperaturas. O fósforo, um dos três macronutrientes principais, juntamente com o nitrogênio e o potássio, é elemento fundamental no processo de conversão da energia solar em alimento, fibra e óleo pelas plantas.

O fósforo é um elemento químico essencial para a agricultura, mas é também utilizado para a preparação de ração animal e na indústria alimentícia. O principal mineral-minério de fósforo é a apatita. A apatita ocorre em abundância significativamente alta em ambientes sedimentares e magmáticos. As principais fontes de apatita são as rochas denominadas fosforitos ou rochas fosfáticas, que são originadas por processos sedimentares. Em menor escala, ocorrem minérios de fósforo associados a complexos magmáticos que contêm carbonatitos (ZAPATA e ROY, 2004).

Embora o fósforo esteja presente em numerosos minerais, apenas os da série da apatita constituem minerais de minério. As variedades fluorapatita $[\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3, \text{OH})_3(\text{F}, \text{OH})]$, a hidroxiapatita $[\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F})]$ e, mais raramente, a cloroapatita $[\text{Ca}_5(\text{PO})_3(\text{Cl}, \text{OH})]$ ocorrem nas rochas de origem ígnea, principalmente em carbonatitos. Já na maioria dos depósitos sedimentares predominam as variedades de carbonatoapatita $[\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3(\text{OH}, \text{F})]$ e carbonato-fluorapatita $[\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3(\text{F}, \text{OH})]$ – francolita (ZAPATA e ROY, 2004).

Da mina de rochas fosfatadas até aos produtos industriais e aos campos de cultivo (fertilizantes), o fósforo segue vários caminhos em função da tipologia do minério, da distribuição geográfica das jazidas e centros de consumo, das substâncias fabricadas, das características do parque industrial e da recuperação de subprodutos com valor comercial a que se associa redução/eliminação de agentes causadores de impactos ambientais, nomeadamente metais pesados e elementos radioativos (LAPIDO - LOUREURO e NASCIMENTO, 2003).

O ciclo de suprimento do fósforo, elemento indispensável à vida, porque entra na composição do núcleo das células de todos os seres vivos, inicia-se nos fosfatos naturais (a apatita é o principal), passa para o solo por solubilização, continua-se ao ser absorvido pelas plantas, entra na vida animal pela alimentação dos herbívoros e onívoros, havendo forte decaimento no seu retorno normal ao solo. Se a vegetação, natural ou de cultura, for constantemente removida (plantio - colheitas), é necessário compensar a perda de fósforo e outros oligo-elementos pela aplicação de fertilizantes (LAPIDO - LOUREURO e NASCIMENTO, 2003).

O ritmo de produção necessário para suprir de alimentos a população nacional passou a exigir o seu crescente emprego na agricultura. Carência de fertilizantes fosfatados nos terrenos de cultura traduz-se em atraso de crescimento e fraco desenvolvimento das plantas, isto é, rendimento e produção agrícolas reduzidos (LAPIDO - LOUREURO e NASCIMENTO, 2003).

A prática de usar materiais fosfáticos como fertilizantes é tão antiga que não há registro de seu início. Excrementos de aves eram usados pelos cartagineses mais de 200 anos A.C. e os incas utilizavam guano muito antes da chegada dos espanhóis (WAGGAMAN, 1969).

O fósforo foi isolado pela primeira vez em 1669 pelo alquimista alemão Henning Brandt ao evaporar grandes quantidades de urina humana. Só cem anos mais tarde o químico sueco Gahn descobre sua presença nos ossos e dez anos depois no mineral piromorfita (fosfato de chumbo). Foi somente em 1840 que o químico alemão Justus von Liebig formulou a base científica de produção de ácido fosfórico. Em 1842, o fazendeiro inglês Bennet Lawes

patenteou um processo de acidulação de nódulos fosfatados (coprólitos) e deu a este produto o nome de superfosfato, que se mantém até hoje (WAGGAMAN, 1969).

A apatita é um mineral-minério de fósforo que se encontra quase sempre presente nas rochas carbonatíticas. A maioria dos minérios de fósforo dessas rochas pertence ao grupo da apatita, representado pela fórmula: $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F}, \text{Cl})$ – que é um fosfato cristalino de cálcio com flúor, de cor variável, brilho vítreo, dureza cinco, densidade entre 3,1 a 3,2 g/cm³, apresentando fratura conchoidal, com teor de P_2O_5 , nesse tipo de depósito, oscilando de 4% a 15%. Às vezes, mostra fluorescência amarela-laranjada e termoluminescência branco-azulada. Quando bem cristalizada pode chegar ao estágio, de ser considerada como gema e ser confundida com outros minerais. Os depósitos de apatita têm uma mineralogia extremamente complexa, tendo impurezas contaminantes de influência marcante no rendimento (recuperação) de fósforo nas plantas (usinas) de beneficiamento desses minérios, resultando em altos custos de produção, muito embora já tenham ocorrido avanços tecnológicos, para aproveitamento dessa apatita. Seus minérios são rochas naturais que se formam em ambientes geológicos variados. Habitualmente, contém mais de um tipo de fosfato, sendo os mais comuns os fosfatos de cálcio do grupo da apatita. Quando em quantidade e concentração suficientes, formam depósitos de valor econômico. Estes minérios podem então ser utilizados diretamente, ou após beneficiamento, na manufatura de produtos comerciais (LAPIDO - LOUREURO e NASCIMENTO, 2003).

Devido ao componente fósforo, a principal aplicação da apatita é na fabricação de ácido fosfórico para fertilizantes que, tanto em escala mundial quanto nacional, consome cerca de 90% da sua produção; portanto apenas 10% destinam-se a outras aplicações. Dos fertilizantes fosfatados, 90% são obtidos por via química, 2% por via térmica e 6% são aplicados sob a forma natural. Os restantes 2% são obtidos de forma específica para outras aplicações (LAPIDO - LOUREURO e NASCIMENTO, 2003).



Figura 2.1 - Mineral apatita (Fonte: BEZERRA, 2011).

A fosforita é uma variedade fibrosa da apatita, constituindo-se num fosfato tricálcico, de origem sedimentar, geralmente associada a carbonatos de cálcio e magnésio, óxidos de ferro e alumínio e traço de urânio. É amorfa ou criptocristalina, de consistência arenosa ou argilosa, ocorrendo em bandeamentos de folhelhos, calcários e arenitos (SOUZA e FONSECA, 2009).



Figura 2.2 - Mineral fosforita (Fonte: BEZERRA, 2011).

No rol dos minerais conhecidos, figura uma lista com 370 deles que detêm teores de fósforo superiores a 10%, e desta, 96 apresentam teores superiores aos da apatita (18,4% de P), porém na sua maioria têm apenas significado científico e mineralógico. Embora nesses minerais esteja presente o fósforo, apenas os da série da apatita constituem minerais-minérios. Essa questão deve ser considerada, pois são as características mineralógicas, químicas e

texturais dos minérios fosfáticos que determinam: a melhor opção para seu beneficiamento e remoção de impurezas, o melhor processo químico para se saber a vantagem de sua utilização ou não, como rocha fosfática de aplicação direta (adubo) (SOUZA e FONSECA, 2009).

2.1.2. Origem e Tipos de Depósitos Fosfáticos

Em termos mundiais, a rocha fosfática é a única fonte de fósforo viável, estando contida nos depósitos de origens sedimentares (em torno de 85% da oferta mundial), ígneas (próximo de 15%) e biogenéticas. Os depósitos sedimentares e os depósitos de origem ígnea são os mais importantes do ponto de vista econômico. Já os depósitos biogenéticos são concentrações orgânicas nitrogenadas, originadas pelos dejetos de aves e constitui-se de menor importância econômica. Os minérios de fosfatos originados de sedimentos marinhos estão localizados nos Estados Unidos, sudeste do México, Marrocos e Noroeste do Saara e Oriente Médio. Já os minérios de fosfatos originários de depósitos ígneos estão presentes na África do Sul, Rússia, Finlândia e Brasil, entre outros (SOUZA e FONSECA, 2009).

No Brasil, cerca de 80% das jazidas fosfáticas naturais (fosfatos) são de origem ígnea com presença acentuada de rocha carbonatítica e de minerais micáceos, com baixo teor (é o conteúdo de fósforo de uma rocha ou concentrado), em geral expresso em P_2O_5 , enquanto que em termos mundiais esse percentual é maior e está em torno de 17%. Além dos depósitos de apatita e fosforita, são explorados como material fertilizante os jazimentos de alumínio fosfato e os de guano. Os alumínios-fosfatos são materiais igualmente amorfos, constituídos por fosfato de alumínio hidratado, com presença de fosfato de ferro, originados pela ação de dejetos de aves sobre bauxitas, lateritas ou rochas contendo feldspato. Os fosfatos desse tipo são assimiláveis, necessitando ser previamente tratados, para sua posterior aplicação como fertilizante. O guano, fosfato de origem orgânica, usado para incorporação direta em adubos nos quais se pretende obter misturas de matéria orgânica e nitrogênio, em adição ao fósforo, são de pouca importância comercial, pois, com exceção de algumas poucas regiões, formam depósitos de pequena expressão (SOUZA e FONSECA, 2009).

Aproveitar o fósforo sob a forma de pentóxido de fósforo (P_2O_5) é uma necessidade única e imperiosa, para que se possa, através de processos mecânicos, após utilizar esse produto em várias proporções bem definidas com outros compostos, resultar numa mistura, denominada de fertilizantes (adubos) minerais ou orgânicos, que levado ao solo, substitua as

quantidades dos elementos vitais, os nutrientes (oxigênio, carbono, nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio, magnésio, enxofre, ferro, cobre, zinco, manganês, boro, molibdênio e hidrogênio – água) que foram retirados pelas plantas, tornando-o apto para novas plantações ou utilizações. E assim se procedendo, no Brasil e no mundo, garantir solos férteis para a indústria da agropecuária mundial, as condições de manter o contingente de mais de 6,5 bilhões de seres humanos, de modo sustentável, e preservando a fauna, o ar e a flora do globo terrestre (SOUZA e FONSECA, 2009).

2.1.3. Rochas Fosfáticas no Brasil e no Mundo

A produção mundial de rocha fosfática em 2013 foi ligeiramente maior que no ano anterior, sendo que apenas três países, China, Estados Unidos e Marrocos (incluindo Saara Ocidental), foram responsáveis por 70% da produção mundial (USGS, 2014). Na Tabela 2.1 seguem as reservas oficiais de rocha fosfática do ano de 2013.

Tabela 2.1 – Reservas oficiais de rocha fosfática (Fonte: DNPM, 2014).

Discriminação	Reservas (10^3 t P_2O_5)	Produção (10^3 t)		
Países	2013 ^{(p)(1)}	2012 ^(r)	2013 ^(p)	%
Brasil ⁽²⁾	315.000	6.750	6.715	3,0
China	3.700.000	95.300	97.000	43,4
Estados Unidos da América	1.100.000	30.100	32.300	14,4
Marrocos (inclui Saara Ocidental)	50.000.000	28.000	28.000	12,5
Rússia	1.300.000	11.200	12.500	5,6
Jordânia	1.300.000	6.380	7.000	3,1
Egito	100.000	6.240	6.000	2,7
Tunísia	100.000	2.600	4.000	1,8
Peru	820.000	3.210	3.900	1,7
Israel	130.000	3.510	3.600	1,6
Arábia Saudita	211.000	3.000	3.000	1,3
Outros países	7.727.000	20.500	19.570	8,8
TOTAL	66.803.000	216.790	223.585	100,0

Ao contrário das reservas mundiais, que ocorrem principalmente em rochas sedimentares, com teores entre 25% e 33% de P_2O_5 e com maior uniformidade e mineralogia mais simples, as reservas brasileiras ocorrem em rochas ígneas carbonatíticas, com teores médios de 7 a 11% de P_2O_5 e com mineralogia mais complexa e baixo grau de uniformidade, resultando em um aproveitamento industrial mais complexo e, conseqüentemente, com custos mais elevados (DNPM, 2014).

Em 2013, foram mineradas 39 milhões de toneladas de rochas fosfáticas, em 10 minas brasileiras. O teor médio desse minério foi de 9,6% de P_2O_5 . Essa produção, beneficiada, resultou em 6,7 milhões de toneladas a um teor médio de 37% de P_2O_5 . O Estado de Minas Gerais foi responsável, em 2013, por produzir 49% do fosfato nacional, seguido de Goiás, com 36%, São Paulo, com 10%, Bahia, com 4%, e Tocantins com o restante. Em Minas Gerais, as operações estão localizadas nos municípios de Tapira, Araxá, Patos de Minas e Lagamar. Tapira é o maior produtor de rocha fosfática do Brasil, e os municípios mineiros de Patrocínio e Serra do Salitre, apesar das extensas reservas, ainda não iniciaram a produção. Em Goiás, as operações estão localizadas nos municípios de Catalão e Ouvidor; em São Paulo, no município de Cajati; e, na Bahia, em Campo Alegre de Lourdes. A empresa Vale foi responsável por 71% da produção nacional em 2013, seguida por Anglo/Copebrás, com 21%, Galvani, com 7,2%, e as empresas MBAC e Socal completaram a produção (DNPM, 2014).

2.1.4. Mercado de Fertilizantes

A formulação básica dos fertilizantes é uma combinação de três elementos químicos chamados de macronutrientes para as plantas: nitrogênio (N), fósforo (P) e potássio (K). As formulações são compostas basicamente de acordo com a cultura a ser aplicada, tipo e origem do solo, condições físico-químicas da terra, região geográfica e a produtividade desejada. Além dos macronutrientes (NPK), os fertilizantes podem ser formulados conforme as condições de solo, região e produtividade com macronutrientes secundários: enxofre, magnésio e cálcio; e micronutrientes: ferro, manganês, zinco, cobre, cobalto, molibdênio, boro, cloro e silício. O agro-business é um dos maiores negócios da economia brasileira e mundial e segundo o relatório anual Perspectivas Agrícolas 2010-2019, o Brasil terá a maior produção agrícola do mundo na próxima década e será o principal fornecedor mundial de produtos agropecuários (TAVARES *et al.*, 2011).

De acordo com Nassar (2011), se a participação do Brasil como fornecedor mundial continuar aumentando, o crescimento do país será de 49% na carne bovina, 48% na carne suína, 77% na carne de frango, 65% no açúcar, 16% no arroz, 83% no milho e 98% na soja (comparando a produção atual com a estimada para 2030).

Com o aumento do PIB do Agronegócio de 2014 em relação a outros setores da economia, o agronegócio aumentou sua participação no PIB Brasil em 3,8%, alcançando 21,3% do total, divididos em insumos agropecuários (11,7%), produção agropecuária (29,6%), agroindústria (27,8%) e distribuição (31,1%). Toda essa grandeza significou um montante de 1,178 trilhão de reais. Em 2014, o agronegócio continuou a crescer em importância dentro da economia brasileira. As safras recordes de cereais, fibras e oleaginosas atingiram a incrível produção de 193,4 milhões de toneladas. As safras de soja e de milho atingiram 86,1 e 79,9 milhões de toneladas, respectivamente. O Brasil também vem se destacando na produção de suco de laranja, que obteve a participação em 77% na exportação do produto, liderando o ranking do comércio mundial, seguido por açúcar (45%) e soja em grãos (39%). Vale também citar o valor bruto da produção pecuária nacional, que atingiu R\$ 169,37 bilhões. O valor bruto da agropecuária foi de R\$ 451,42 bilhões em 2014. Na Figura 2.3, tem-se o saldo da balança comercial do Brasil.

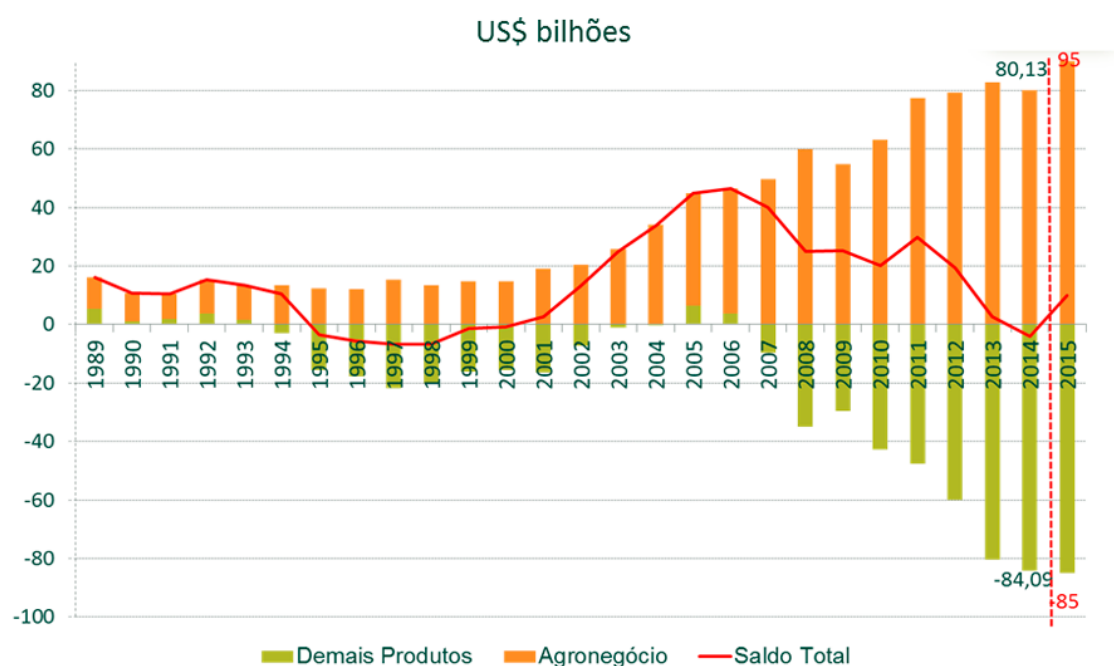


Figura 2.3 - Saldo da balança comercial do Brasil (Fonte: CEPEA/CNA, 2015).

O mercado nacional de fertilizantes movimentou em 2014 cerca de 32,2 milhões de toneladas, sendo 9% maior do que em 2013. As maiores movimentações de 2014 ocorreram no segundo semestre. A Tabela 2.2 mostra a massa de fertilizantes entregue ao consumidor final entre 2011 e 2014. Em 2014 houve um aumento na importação de fertilizantes de 263 mil toneladas em relação a 2013, que representa 19,9%, conforme visto na Tabela 2.3. Já a

exportação reduziu 5,8% no mesmo período, conforme Tabela 2.4 que mostra os dados de exportação de fertilizantes entre 2011 e 2014.

Tabela 2.2 – Fertilizantes entregues ao consumidor entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).

Fertilizantes Entregues ao Consumidor Final (em toneladas de produto)					
	2011	2012 (*)	2013 (*)	2014	2014x2013
Janeiro	1.720.856	1.851.580	1.996.938	2.175.907	9,0%
Fevereiro	1.739.161	1.722.542	1.718.963	2.045.629	19,0%
Março	1.499.974	1.691.793	1.614.056	1.669.626	3,4%
Abril	1.377.007	1.531.578	1.742.537	1.755.497	0,7%
Maio	2.192.847	2.370.133	2.314.852	2.629.361	13,6%
Junho	2.578.738	2.451.284	2.579.563	2.682.830	4,0%
Julho	2.745.061	2.600.812	2.953.940	3.262.552	10,4%
Agosto	3.117.602	3.450.239	3.635.812	3.606.064	-0,8%
Setembro	3.421.724	3.422.926	3.579.249	3.914.292	9,4%
Outubro	3.391.235	3.597.133	3.822.892	3.706.099	-3,1%
Novembro	2.725.334	2.753.969	2.817.855	2.772.825	-1,6%
Dezembro	1.816.716	1.811.786	1.923.740	1.988.384	3,4%
Total	28.326.255	29.255.775	30.700.397	32.209.066	4,9%

Tabela 2.3 – Importação de fertilizantes entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).

Importação de Fertilizantes Intermediários (em toneladas de produto)					
	2011	2012	2013	2014	2014x2013
Janeiro	1.556.861	1.306.023	1.324.901	1.588.722	19,9%
Fevereiro	1.228.778	791.340	1.073.056	1.463.735	36,4%
Março	1.371.108	939.092	1.183.820	2.002.056	69,1%
Abril	1.511.248	1.230.921	1.890.331	1.939.171	2,6%
Maio	1.738.641	1.540.574	2.132.354	1.894.689	-11,1%
Junho	1.660.908	2.062.762	2.081.518	2.081.333	0,0%
Julho	2.053.090	2.558.544	2.048.952	2.433.561	18,8%
Agosto	1.857.000	2.244.961	2.275.371	2.502.535	10,0%
Setembro	2.025.838	2.079.357	2.197.032	2.166.296	-1,4%
Outubro	1.969.871	1.553.573	2.193.848	2.548.063	16,1%
Novembro	1.672.330	1.733.080	1.744.617	1.960.305	12,4%
Dezembro	1.205.396	1.505.007	1.473.022	1.455.134	-1,2%
Total	19.851.069	19.545.234	21.618.822	24.035.600	11,2%

Tabela 2.4 – Exportação de fertilizantes entre 2011 e 2014 (Fonte: ANDA, 2015).

Principais Exportações de Fertilizantes e Formulações NPK (em toneladas de produto)					
	2011	2012	2013	2014	2014x2013
Janeiro	44.540	33.203	57.357	54.010	-5,8%
Fevereiro	48.068	24.669	40.104	50.466	25,8%
Março	37.660	22.040	35.312	52.893	49,8%
Abril	46.738	15.073	54.850	69.241	26,2%
Maio	56.400	57.345	85.679	66.393	-22,5%
Junho	75.481	56.128	68.465	70.942	3,6%
Julho	77.041	47.427	74.660	72.290	-3,2%
Agosto	64.355	57.435	61.595	53.920	-12,5%
Setembro	54.874	57.319	37.273	32.225	-13,5%
Outubro	43.900	44.734	33.745	35.900	6,4%
Novembro	74.563	51.751	50.833	60.419	18,9%
Dezembro	51.417	50.182	57.110	57.902	1,4%
Total	675.037	517.306	656.983	676.601	3,0%

O mercado disponível para consumo de fertilizantes por cultura está representado na Figura 2.4.

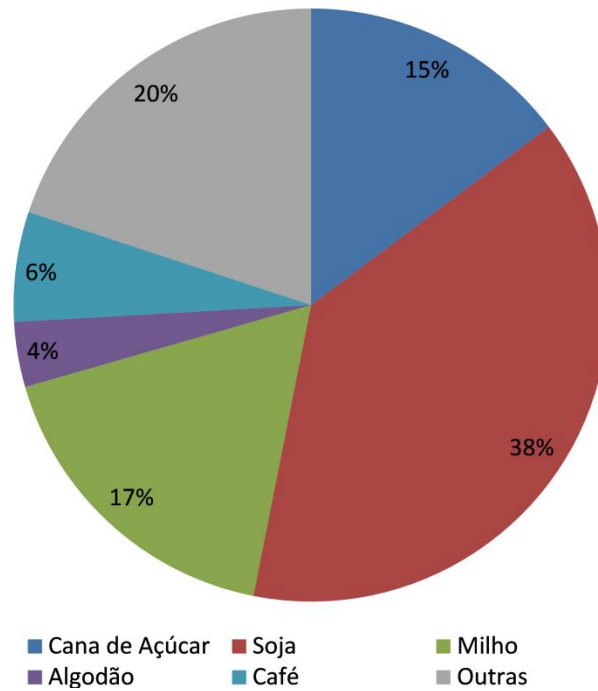


Figura 2.4 - Consumo de fertilizantes por cultura (Fonte: ANDA, 2014).

A cultura que mais consome fertilizantes no Brasil é a soja, atingindo 38% do total entregue no País. Outras culturas, como milho, cana-de-açúcar, café e algodão totalizam 42% das vendas de fertilizantes no mercado brasileiro. Quanto à segmentação por região brasileira, nota-se a representatividade na Figura 2.5 (ANDA, 2014).



Figura 2.5 - Consumo de fertilizantes por região do Brasil (Fonte: ANDA, 2014).

A representatividade da região Centro-Oeste deve-se ao fato de o Estado do Mato Grosso ser o maior consumidor de fertilizantes do País. Trata-se do maior polo agrícola brasileiro, com altas taxas de produtividade e áreas disponíveis para crescimento, tanto em pastagem quanto abertura de novas áreas (ANDA, 2014).

2.1.5. Beneficiamento de Minério Fosfático

Nas reservas minerais, antigamente, recuperava-se apenas a rocha fosfática grossa, com elevado teor de fosfato tricálcio e desprezavam-se os finos. Ao passar dos anos e a evolução dos processos, desenvolveu-se técnicas capazes de elevar o teor de fosfato tricálcio nos finos, uma das técnicas mais importantes e que mais elevam esse teor é o processo de flotação, podendo chegar a um teor de 40%. Esse processo é conhecido como beneficiamento e trata-se de operações de concentração de grande alcance e importância, pois as reservas, não só de rochas fosfática, mas também de outros minerais, são facilmente exploradas levando ao seu esgotamento. O beneficiamento proporciona um produto de maior qualidade, possibilita a recuperação e a utilização de maiores quantidades de material de baixo custo.

O minério lavrado é descarregado em uma moega, onde a partir daí iniciam as operações de beneficiamento. Primeiramente, a rocha é fragmentada em um britador e classificada em um diâmetro compatível com o resto do circuito produtivo. Antes de o material seguir o circuito, deve passar por uma etapa de homogeneização. Tal necessidade é proveniente da relativa variabilidade da composição mineralógica da rocha fosfatada.

Após as etapas de britagem e homogeneização, o material segue para as operações de moagem, desmagnetização, deslamagem, condicionamento, flotação, desaguamento, filtração e secagem. Cekinski (1990) mostra a sequência típica das operações de beneficiamento, bem como os fluxos de entradas de cada etapa do circuito conforme apresentado na Figura 2.6.

A moagem da rocha é realizada a úmido, normalmente em moinhos de barras. Nesta etapa a granulometria do material é definida pelo grau de moabilidade, que estabelece o percentual de separação entre os grãos de apatita e os dos demais componentes da rocha fosfática. Silva (1998) *apud* Kulay(2004) adverte que a definição do grau de moabilidade está intimamente relacionada ao consumo de energia despendido durante a moagem. Deve ser

ressaltado ainda que a determinação deste parâmetro está diretamente ligada às características físico-química da rocha fosfática.

Após a etapa de moagem/classificação, o material segue para a etapa de separação magnética, na qual os minerais de magnetita presente na rocha estudada são removidos.

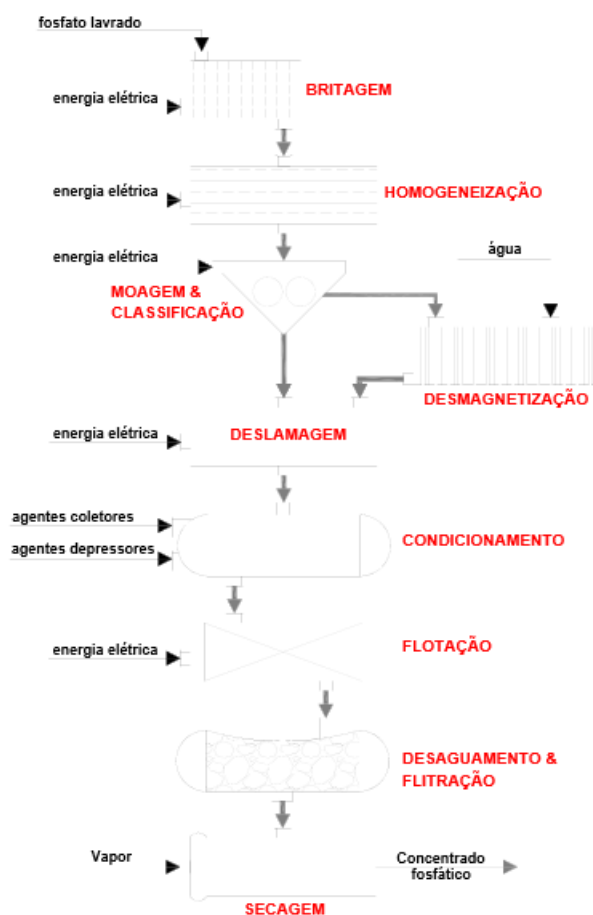


Figura 2.6 - Fluxograma do processo de beneficiamento de rocha fosfática em rota úmida (Fonte: CEKINSKI, 1990).

A desmagnetização inicia-se pelo transporte do material moído por esteiras rolantes até um tanque de armazenamento, no qual será adicionada água suficiente para formar uma suspensão. A desmagnetização é realizada a úmido, colocando-se a suspensão minério-água em contato com um cilindro imantado que, valendo-se das propriedades magnéticas da magnetita, separa esse mineral dos demais constituintes da rocha. Segue-se à desmagnetização a operação de deslamagem na qual se processa a separação de partículas de tamanho reduzido - geralmente com diâmetro aparente inferior a 20 μm - pela passagem da suspensão minério-água por hidrociclones.

O estágio seguinte, a flotação, tem por objetivo separar a apatita dos demais minerais acessórios ainda presentes na rocha fosfática, dentre os quais, irá merecer especial destaque a calcita. Para realizar a referida separação, faz-se necessário o condicionamento prévio do meio no qual os minerais encontram-se em suspensão. LEAL (1991) descreve o condicionamento como a adição à suspensão minério-água dos chamados agentes coletores e depressores, os quais por agirem modificando as propriedades superficiais do sistema, garantem que a concentração dos minerais de minério de fósforo ocorra com maior grau de eficiência.

O mecanismo usualmente empregado para a separação da apatita é a flotação, geralmente em três estágios consecutivos. Assim, a polpa condicionada é alimentada a baterias de células ou colunas de flotação, nas quais é introduzido ar atmosférico. A fração sobrenadante proveniente da flotação é submetida a uma operação de espessamento, de onde será transferida para um filtro a vácuo. Por outro lado, a calcita, que deixa o sistema pelo fundo do flotador é enviada a um pátio de estocagem para ser eventualmente comercializada.

Finalmente, o material concentrado é encaminhado para etapa de secagem, onde um secador rotativo deixa o produto com a umidade ideal. Ao término do processo de beneficiamento é obtido o concentrado fosfático, cujo teor de P_2O_5 varia entre 32 e 36%.

2.2. Complexo de Mineração de Tapira

2.2.1. A jazida de Tapira

O Complexo de Mineração de Tapira – CMT está localizado no Município de Tapira, na região oeste do Estado de Minas Gerais, no vale do Paranaíba, ocupando uma área de 78.403.000 m². O complexo engloba atividades de lavra a céu aberto, beneficiamento do minério, mineroduto e instalações de suporte. A Figura 2.7 mostra a visão aérea do CMT.



Figura 2.7 - Vista geral do Complexo de Mineração de Tapira (Fonte: REIS, 2010).

O CMT é destinado à produção de concentrado fosfático convencional com teor de 35,0% de P_2O_5 e de concentrado fosfático ultrafino com teor de 35,0% de P_2O_5 .

Os concentrados produzidos destinam-se ao suprimento do Complexo Industrial de Uberaba para fabricação de fertilizantes, sendo o concentrado convencional transportado sob a forma de polpa via mineroduto com extensão de aproximadamente 120 km, e o concentrado ultrafino via transporte rodoviário. A capacidade produtiva atual (em 2016) é da ordem de 1.850.000 t/ano de concentrado fosfático convencional e 150.000 t/ano de concentrado fosfático ultrafino, totalizando uma capacidade global de 2.000.000 t/ano.

O Complexo de Tapira é uma chaminé ultramáfica-alcálica e está relacionado ao evento magmático relacionado à abertura do Oceano Atlântico que afetou a plataforma brasileira do fim do jurássico ao terciário inferior e que teve início com os derrames basálticos da bacia do Paraná, e encontra-se encaixada em rochas Pré-cambrianas do Grupo Canastra. Estudos geocronológicos colocaram a intrusão de Tapira no Cretáceo superior, sendo que a datação realizada pelo método K/Ar aplicado às flogopitas existente na rocha ultramáfica mostrou uma idade de 70 milhões de anos para a intrusão (HASUI e CORDANI, 1968).

Nos 34 km² da chaminé, distribuídos em aproximadamente 7,2 x 4,7 km, nos eixos NS e EW, respectivamente, são raros os afloramentos. Em grande parte, ocorre uma cobertura ou manto laterítico (profundidade média de 30 m), essencialmente argiloso, que mascara completamente o material subjacente. Quando isto não acontece, as rochas mostram um adiantado estágio de alteração.

A intrusão de Tapira é associada à presença de sucessivos pulsos magmáticos, estes causando um típico zoneamento de ordem litológica, onde as rochas ultrabásicas ocupam suas bordas e os carbonatitos, sienitos e as rochas hidrotermais sua parte central.

2.2.2. Geologia e mineralização

Os minérios de fosfato, titânio e nióbio de Tapira foram concentrados através de processos supergênicos, que deram origem ao espesso manto laterítico que cobre a chaminé. Nestes processos, os mecanismos de subtração predominam e por meio deles há a lixiviação dos elementos mais móveis, tendo como resultado uma acumulação residual relativa dos menos móveis (REIS, 2010).

O minério de fosfato ocorre sob a forma de uma camada ou nível sobre a rocha matriz, acompanhando também a topografia atual; encontra-se sempre abaixo ao titânio, sendo o contato entre ambos geralmente caracterizados por uma faixa de mistura entre ambos (Zona de Transição Titânio/Fosfato) (REIS, 2010).

A apatita ocorre como mineral primário na rocha matriz, formando bolsões ou níveis de enriquecimento concordante com a rocha encaixante, ou disseminada como acessórios (contendo entre 5% a 10% em volume) (REIS, 2010). Na Tabela 2.5 têm-se os principais minerais presentes na rocha fosfática de Tapira.

Tabela 2.5 – Minerais presentes na rocha fosfática de Tapira (Fonte: REIS, 2010).

Mineral	Fórmula Química
Apatita	$\text{Ca}_5(\text{F, Cl, OH})(\text{PO}_4)_3$
Anatásio	TiO_2
Calcita	CaCO_3
Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
Perovskita	CaTiO_3
Schorlomita	$\text{Ca}_3(\text{Al, Fe, Ti})_2((\text{Si, Ti})\text{O}_4)_3$
Vermiculita	$(\text{Mg, Fe})_3((\text{Si, Al})_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2 4\text{H}_2\text{O}$
Flogopita	$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$
Biotita	$\text{K}(\text{Mg, Fe})_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$
Piroxênio	$\text{Mg, Fe, Ca}(\text{SiO}_3)$
Quartzo	SiO_2
Goethita	HFeO_2
Magnetita	Fe_3O_4
Hematita	Fe_2O_3
Diopsídio	$\text{CaMg}(\text{Si}_2\text{O}_6)$

Em função de características mineralógicas, químicas e petrográficas verificadas nos estudos realizados na pesquisa mineral, o manto de intemperismo, foi subdividido em cinco zonas, conforme é mostrado na Figura 2.8.

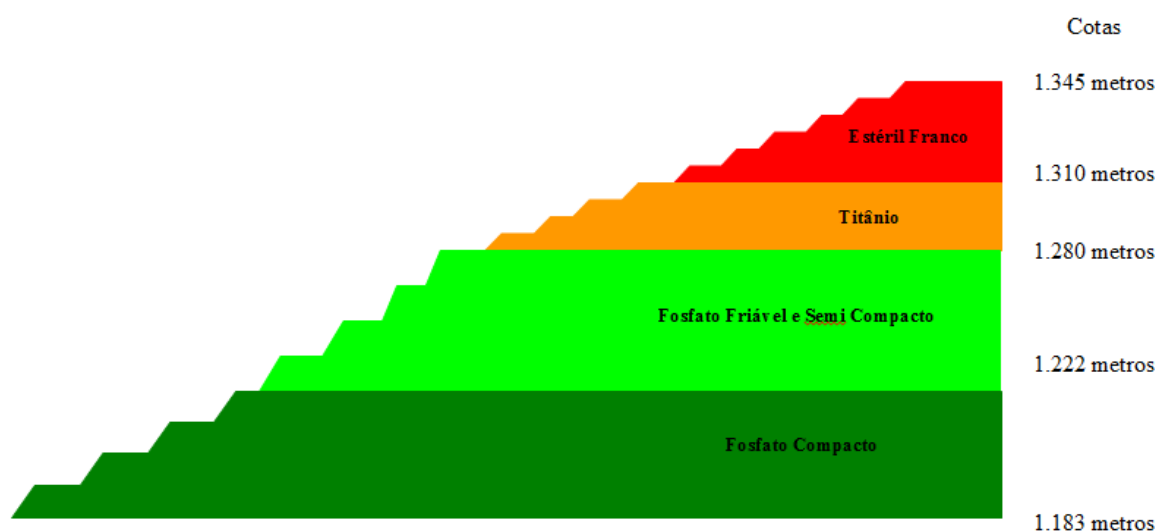


Figura 2.8 - Zonas de estéril e mineralizadas da jazida de Tapira (Fonte: REIS, 2001).

A zona de estéril contém todo o material com teores abaixo de 5% de P_2O_5 solúvel e menor que 10% de TiO_2 . Este material possui características físicas bastante especiais: solo de coloração amarelo-avermelhado de consistência acentuadamente argilosa, coerente e de aspecto granular. A olho nu distinguem pequenos fragmentos de rocha silicificada, nódulos milimétricos de limonita e raríssimas palhetas de vermiculita (REIS, 2010).

Na zona mineralizada de titânio foi classificado todo material contendo mais que 10% de TiO_2 e menos que 5% de P_2O_5 solúvel. Tal material normalmente ocorre imediatamente abaixo da zona de estéril, notadamente entre as cotas 1300 e 1275 metros. A principal distinção entre esta zona e a precedente, é a diminuição em frequência dos componentes argilosos, e o conteúdo de TiO_2 aumenta consideravelmente, sendo superior a 10%, a maior parte dele estando relacionado a anatásio e ou leucoxênio (REIS, 2010).

Já na zona mineralizada de fosfato, o intemperismo é menor que nas partes superiores, sendo um fato marcante a passagem das zonas de anatásio, para uma zona de mineralização essencialmente de apatita. Nesta zona tem-se TiO_2 menor que 10% e P_2O_5 solúvel maior que 5%, aparecendo geralmente nas cotas inferiores a 1250 metros, até atingir a rocha fresca em profundidade. Há uma tendência em se encontrar teores mais altos de P_2O_5 nos níveis mais elevados decrescendo em profundidade, ocorrendo também uma queda nos teores de TiO_2 , passando a existir predominância de perovskita e outros minerais de titânio sobre o anatásio; a magnetita firma-se como o mineral de ferro mais comum e entre os silicatos são observados, serpentina, vermiculita, flogopita, piroxênios, olivinas, sendo a mais frequente a flogopita. O teor de CaO acompanha o de P_2O_5 , estando relacionado também ao percentual de perovskita e calcita, que aumentam em profundidade (REIS, 2010).

Em termos físicos as porções superiores desta zona, que apresentam maior grau de alteração, possuem aspecto friável, sendo que com o aumento de profundidade (e a conseqüente diminuição no grau de alteração nas rochas), aparecem termos de aspecto semi-compacto e compacto, respectivamente. Estes litotipos apresentam também diferenças quanto à química e condição de beneficiamento (REIS, 2010).

2.2.3. Usina de concentração do Complexo de Mineração de Tapira

A usina de concentração do Complexo de Mineração de Tapira – CMT contempla três circuitos de minério, sendo eles: granulado, friável e ultrafino.

Para cada circuito é obtido um concentrado, sendo que o granulado juntamente ao friável constitui o concentrado chamado de convencional que é expedido, via mineroduto, para o Complexo Industrial de Uberaba – CIU. Já o concentrado ultrafino é expedido através de carretas para o Complexo Industrial de Uberaba e para o Complexo Minerador químico de Araxá - CMA. Nos tópicos seguintes seguem as etapas de processo para a obtenção do concentrado convencional e ultrafino.

2.2.3.1. Circuito granulado

O minério granulado alimenta dois moinhos de barras que trabalham em paralelo. Os produtos desses moinhos, após se misturarem, alimentam uma bateria de separação magnética de baixo campo empregando separadores do tipo tambor (via úmida), onde a fração magnética é descartada e a não magnética alimenta uma classificação em hidrociclones de 26 polegadas, cujo *underflow* fecha o circuito do moinho de bolas. A Figura 2.9 mostra as etapas de moagem e separação magnética do circuito granulado.

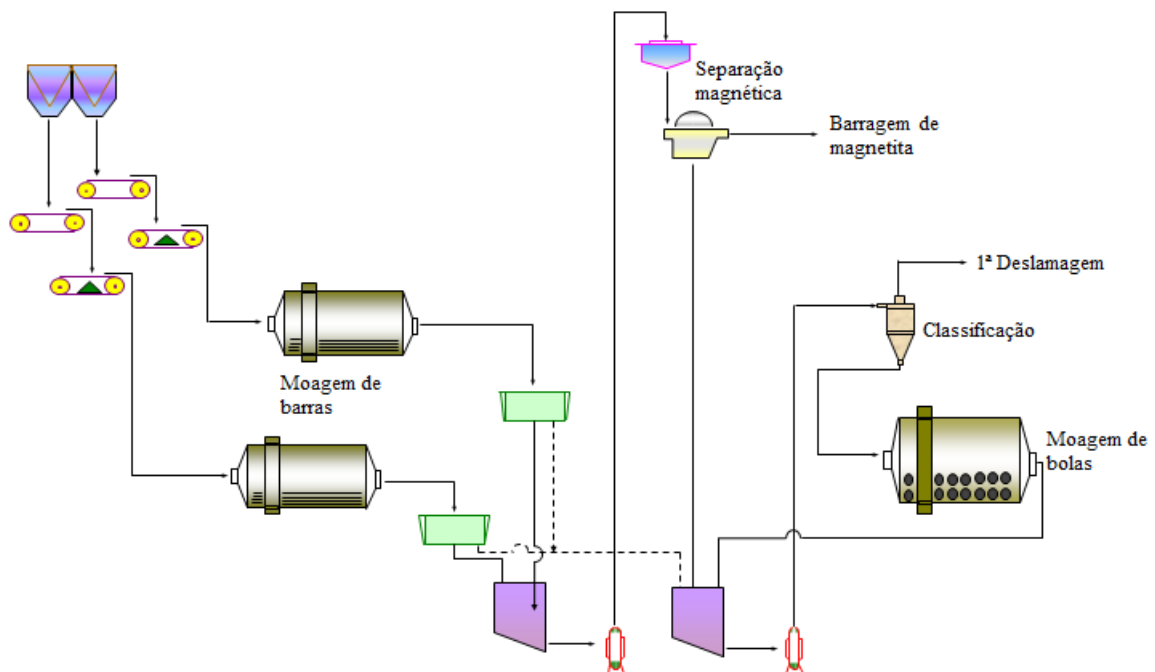


Figura 2.9 - Moagem e separação magnética do circuito granulado.

O fluxo dos minérios é tal que o *overflow* alimenta a 1ª bateria de deslamagem, com hidrociclones de 26 polegadas. O *underflow* dessa etapa, após atrição em células mecânicas em presença de soda cáustica, alimenta a 3ª bateria de deslamagem, empregando hidrociclones de 15 polegadas, cujo *overflow* juntamente com o *overflow* da 1ª deslamagem alimentam a 2ª deslamagem, usando hidrociclones de 6 polegadas. O *overflow* dessa etapa concentra um material que são as lamas do circuito, sendo, em seguida, descartado.

O *underflow* da 2ª deslamagem é, no entanto, submetido a mais uma etapa de deslamagem, utilizando hidrociclones de 4 polegadas. O *underflow* da 3ª deslamagem constitui a massa de alimentação nova da flotação do circuito granulado. Na Figura 2.10 tem-se a deslamagem bem como as etapas de atrição e condicionamento do circuito granulado.

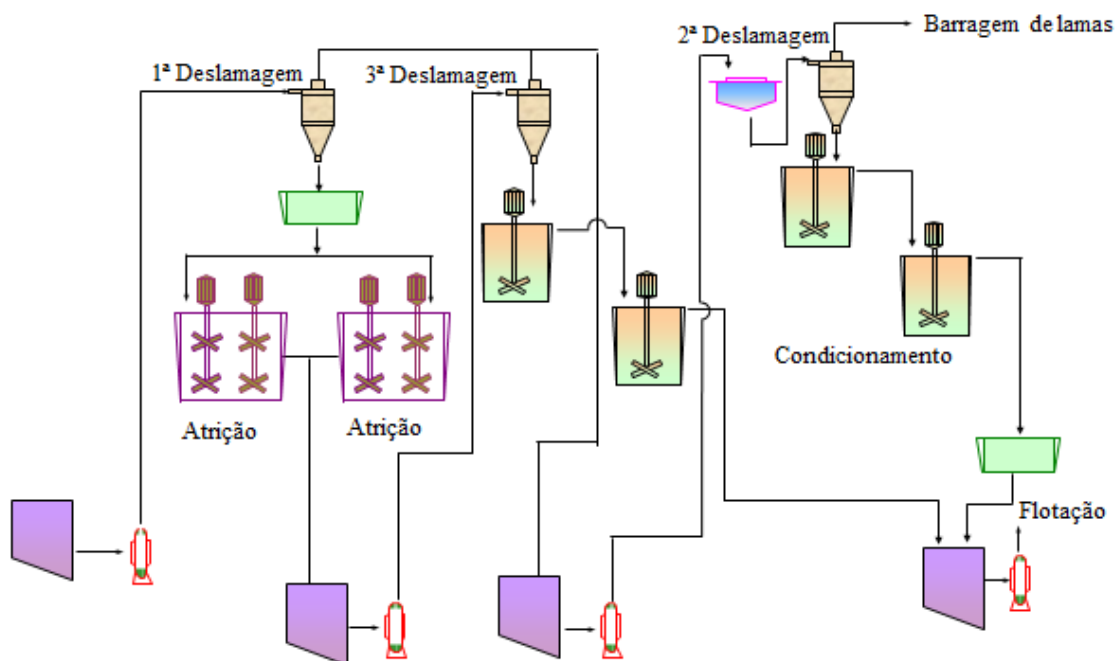


Figura 2.10 - Deslamagem, atrição e condicionamento do circuito granulado.

Após condicionamento com amido de milho gelatinizado (depressor) e reagente coletor, a massa alimenta o circuito de flotação de granulado, desenvolvida em células mecânicas convencionais, em estágios *rougher*, *scavenger*, *cleaner* e *recleaner*, sendo o material flotado deste último estágio o concentrado final do circuito. Na Figura 2.11 observam-se os estágios de flotação do circuito granulado.

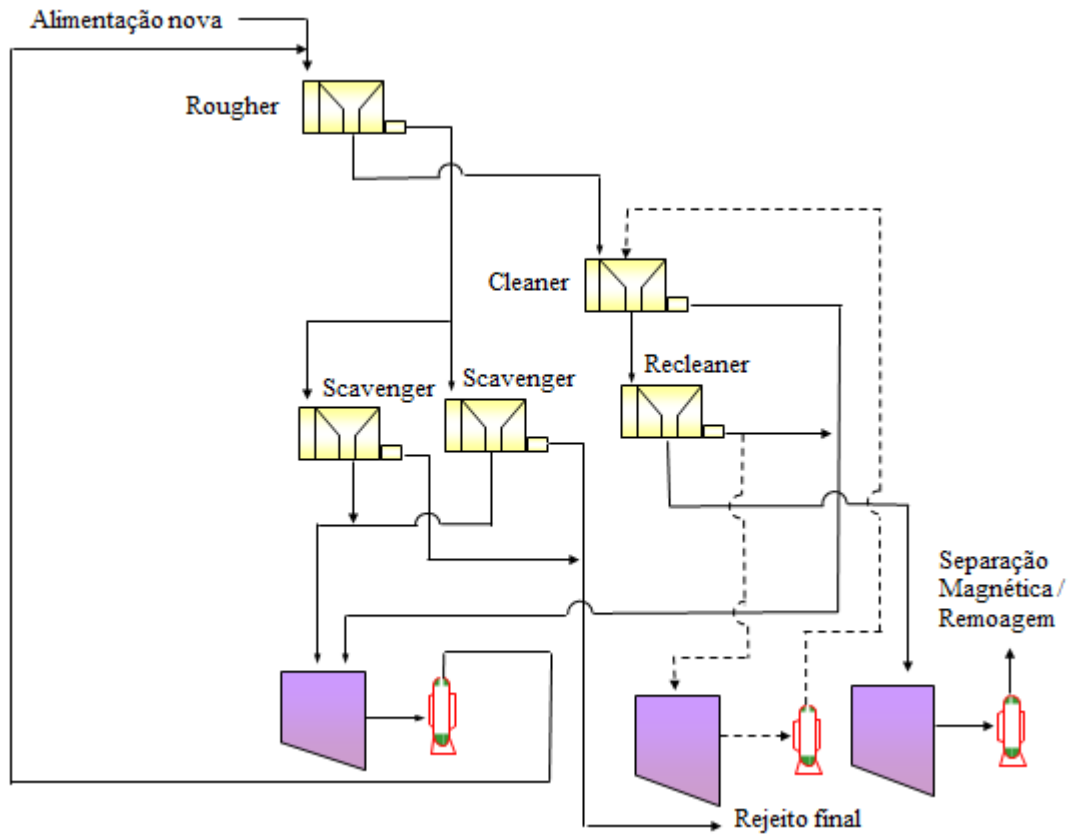


Figura 2.11 - Flotação do circuito granulado.

2.2.3.2. Circuito friável

O circuito friável é constituído de quatro linhas de moagem associadas a separadores magnéticos, sendo todas independentes e idênticas. A partir de um distribuidor de massas, uma pré-classificação, com hidrociclones de 20 polegadas, é alimentada, sendo o *underflow* a alimentação nova dos moinhos de bolas.

A descarga do moinho segue para a separação magnética em dois estágios (*rougher* e *cleaner*), onde o material magnético é descartado e o não magnético segue para a classificação em hidrociclones de 26 polegadas cujo *underflow* fecha o circuito de moagem, formando a carga circulante.

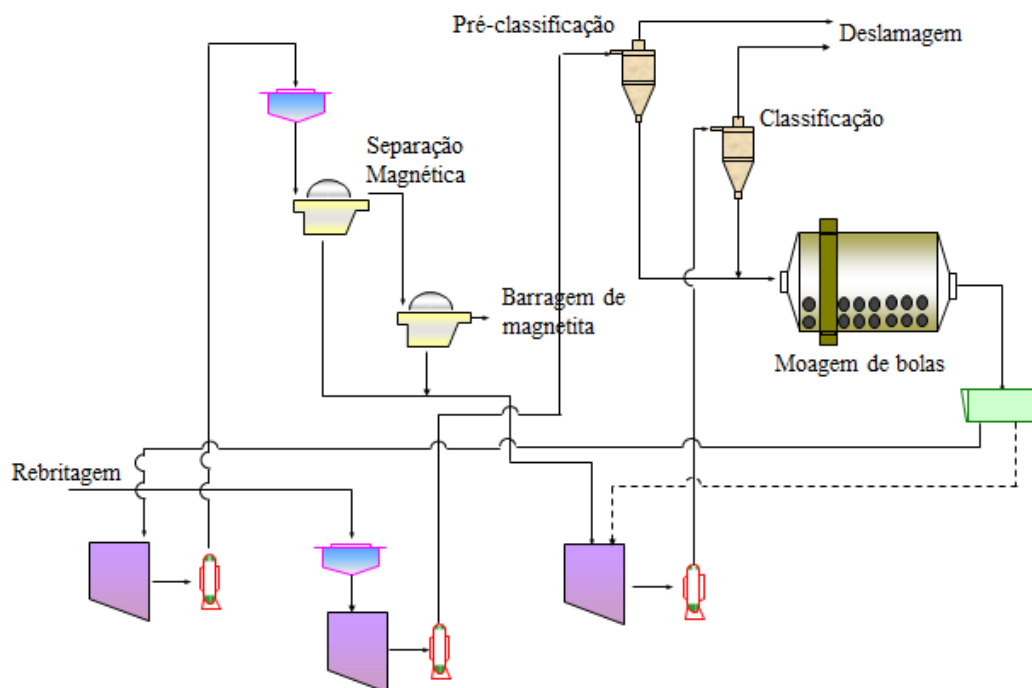


Figura 2.12 - Moagem e separação magnética do circuito friável.

O *overflow* da pré-classificação alimenta a 2ª deslamagem com hidrociclones de 6 polegadas cujo *overflow* constitui os finos naturais (sendo descartado) e o *underflow* juntamente com o *overflow* da classificação alimentam a 1ª deslamagem com hidrociclones de 26 polegadas. Nesta etapa os produtos de moagem se juntam dois a dois, formando duas linhas de deslamagem.

O *underflow* da 1ª deslamagem segue para atrição em presença de soda cáustica e, em seguida, alimenta a 3ª deslamagem com hidrociclones de 15 polegadas. O *underflow* desta etapa alimenta o circuito de flotação do friável grosso, após condicionamento com depressor, soda cáustica e coletor.

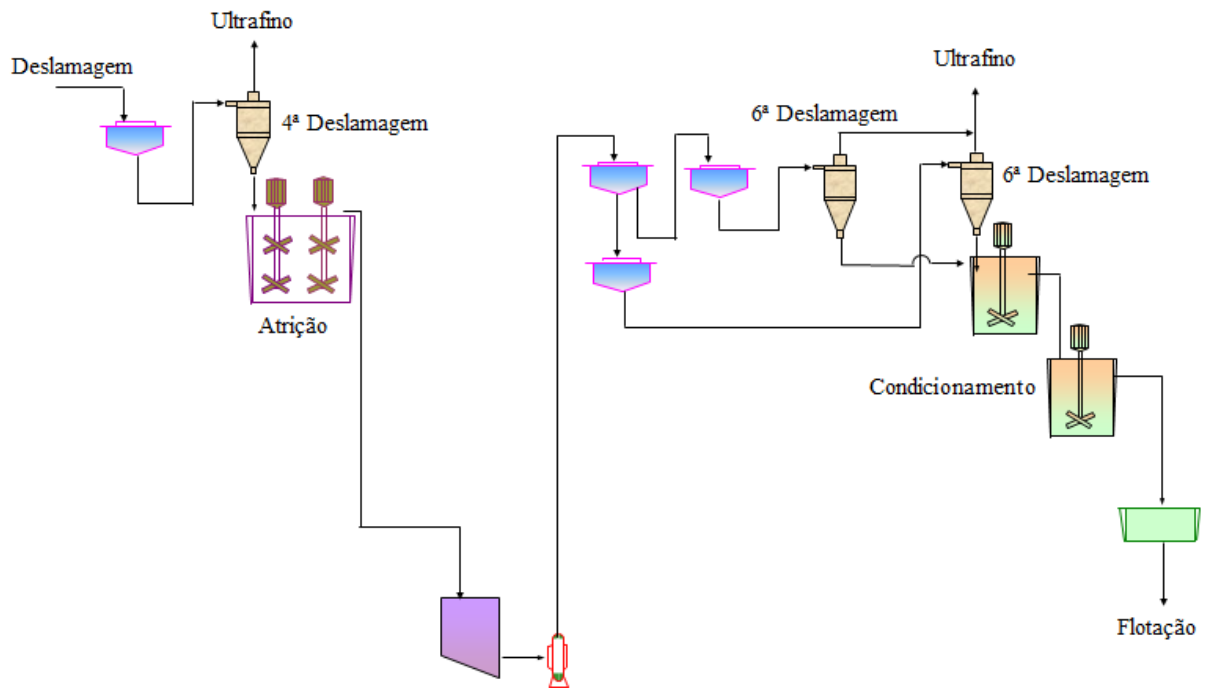


Figura 2.14 - Deslamagem do circuito friável.

O circuito de flotação friável fino possui apenas duas etapas, *rougher* e *scavenger*, onde o rejeito desta etapa é o rejeito fino final e o concentrado da etapa *rougher*, juntamente com o *underflow* da 3ª deslamagem, alimentam o circuito de flotação do friável grosso.

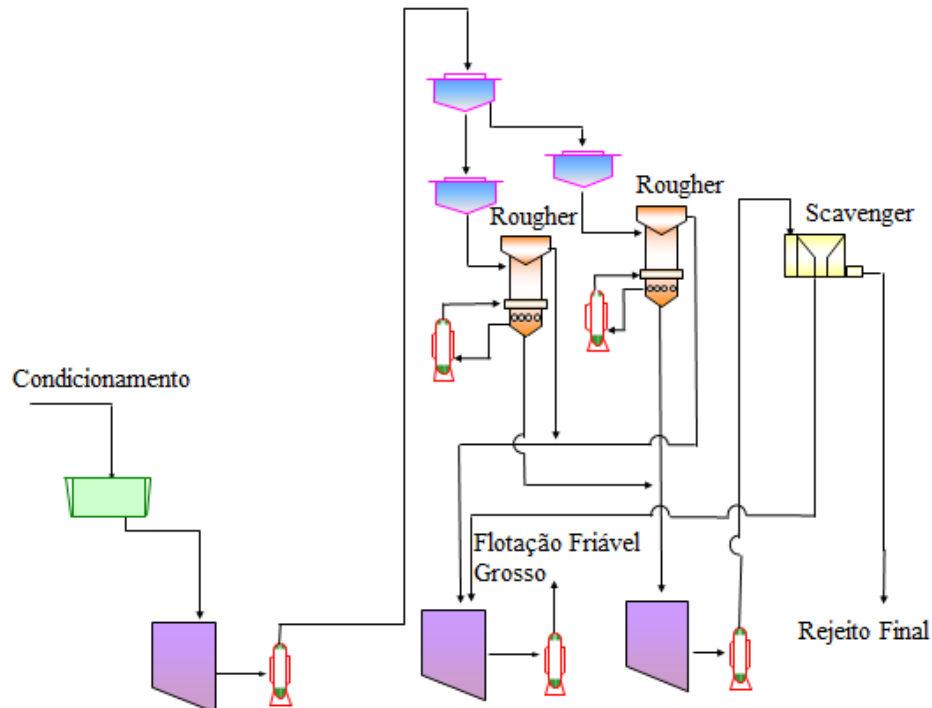


Figura 2.15 - Flotação do circuito friável fino.

Este circuito é composto pelos estágios *rougher*, *scavenger*, *cleaner* e *recleaner*. O concentrado grosso final é obtido na etapa *recleaner* e o rejeito grosso final na *scavenger*.

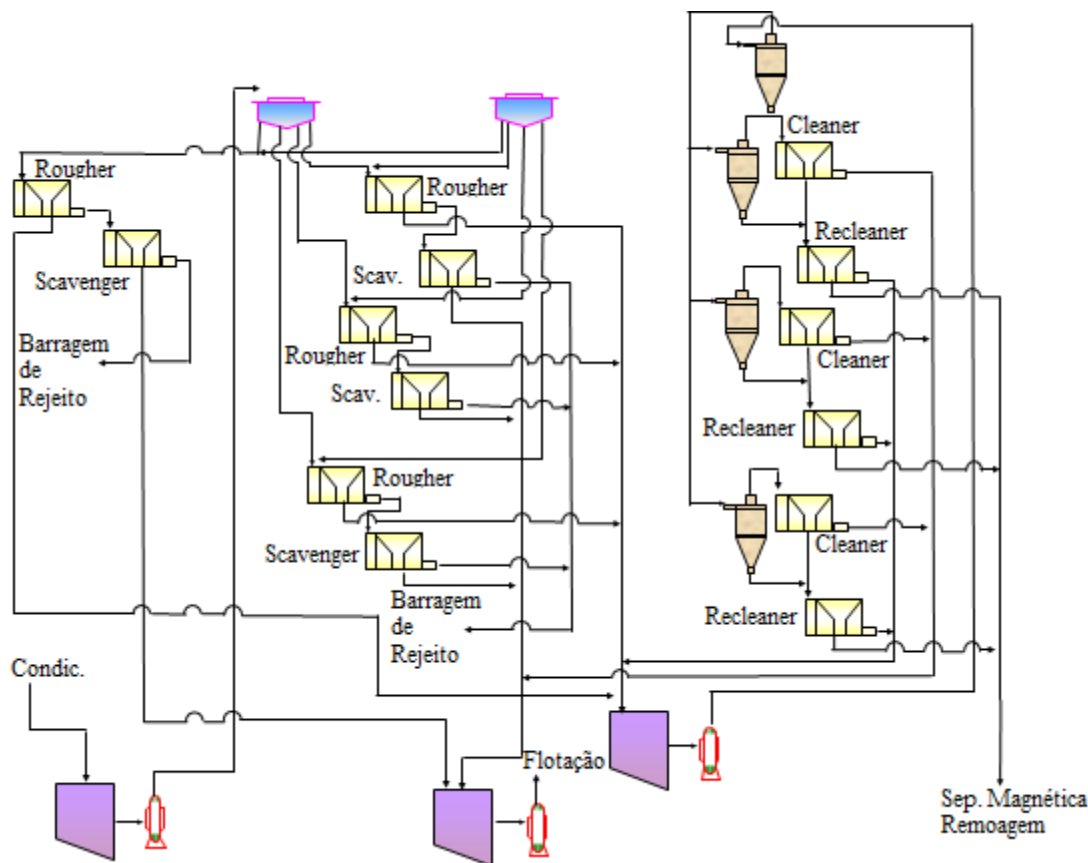


Figura 2.16 - Flotação do circuito de friável grosso.

O concentrado final do circuito friável juntamente com o concentrado final do circuito granulado é enviado à separação magnética de alta intensidade e, posteriormente, à remoagem para adequação ao transporte via mineroduto.

2.2.3.3. Circuito ultrafino

O *overflow* da 4ª e 6ª deslamagem do circuito friável alimenta uma peneira (*cush-cush*), cuja finalidade é retirar os materiais orgânicos. O passante desta peneira alimenta as baterias de hidrociclones da 1ª microdeslamagem com hidrociclones de 2 polegadas. O *overflow* desta etapa é descartado e segue para o canal de lama. Seu *underflow* alimenta a 2ª microdeslamagem.

O *overflow* da 2ª microdeslamagem é descartado e o *underflow* alimenta a última e 3ª etapa de microdeslamagem. O *overflow* da 3ª juntamente com o *underflow* da 1ª microdeslamagem alimentam a 2ª microdeslamagem.

Já o *underflow* da 3ª microdeslamagem depois de condicionado com depressor, soda cáustica e coletores, constitui a alimentação nova da flotação do circuito ultrafino.

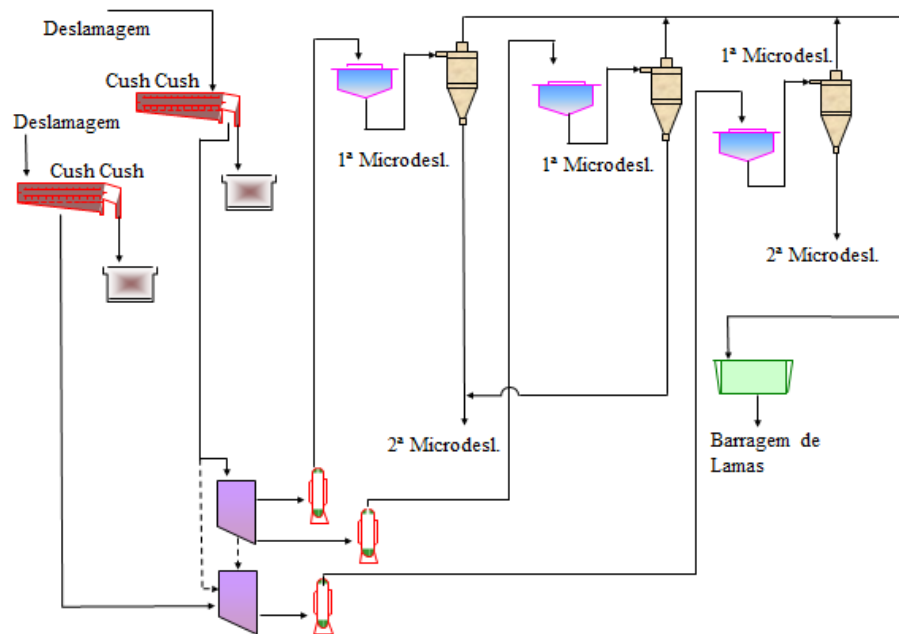


Figura 2.17 - Microdeslamagem do circuito ultrafino.

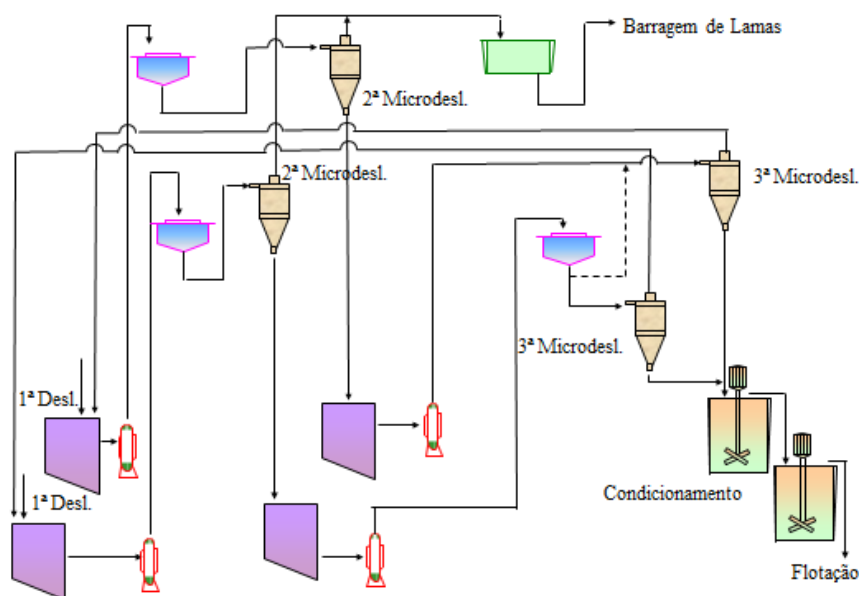


Figura 2.18 - Microdeslamagem e condicionamento do circuito ultrafino.

Este é composto por três estágios: *rougher*, *cleaner* e *scavenger*, onde os dois primeiros são realizados em colunas e o último estágio é realizado em células mecânicas convencionais. O material flotado no estágio *cleaner* é o concentrado final e o rejeito do estágio *scavenger* é o rejeito final.

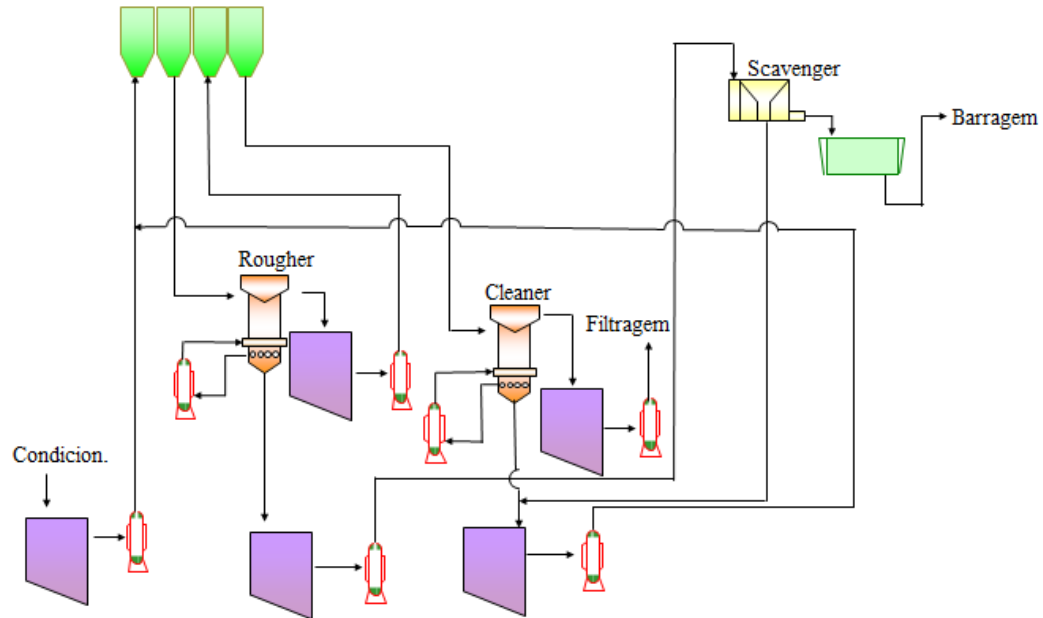


Figura 2.19 - Flotação do circuito ultrafino.

O concentrado ultrafino segue para um espessador para adensamento e, em seguida, é filtrado e estocado em pilhas para posterior expedição via transporte rodoviário.

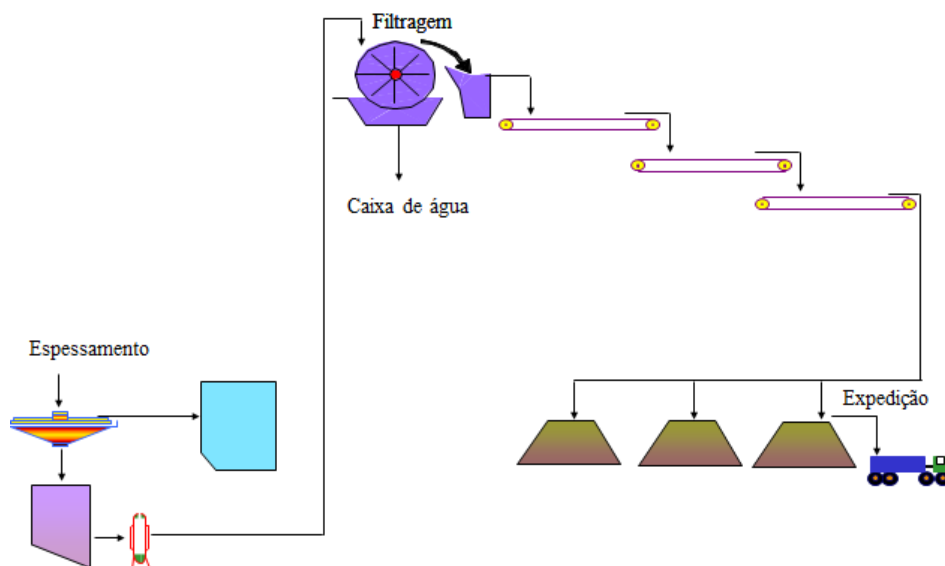


Figura 2.20 - Filtragem e expedição de concentrado ultrafino.

2.3. Flotação de minério fosfático

2.3.1. Introdução

A flotação é um processo de concentração dos mais utilizados na indústria mineral, e se baseia na separação seletiva dos constituintes através da diferença entre as propriedades de superfície das substâncias minerais contidas no minério e previamente liberadas. Patentado em 1906, esse processo tem tornado possível o aproveitamento econômico de minérios complexos e com baixo teor. Sua aplicação estende-se a uma grande variedade de minérios com características diversas no que diz respeito à granulometria, à composição química e mineralógica e, principalmente, às diferentes propriedades físico-químicas de superfície dos minerais constituintes.

Vários parâmetros podem ser usados como medida da seletividade de separação, tais como: relação de enriquecimento (razão entre teor de concentrado e de alimentação) ou pela eficiência. Costuma-se definir a eficiência da operação (E_c) por:

$$E_c (\%) = \frac{R (c - a)}{(c_{\text{máx}} - a)} \times 100$$

em que:

R – recuperação;

c – teor no concentrado;

a – teor na alimentação;

$c_{\text{máx}}$ – teor máximo no concentrado para recuperação de 100% (ou máxima).

Naturalmente, a eficiência depende da seletividade do processo de flotação, a qual se baseia no fato de diferentes espécies minerais poderem apresentar (naturalmente ou de modo induzido) diferentes graus de hidrofobicidade – ou de hidrofiliicidade. O conceito de hidrofobicidade de uma partícula está associado à “molhabilidade” desta partícula pela água.

Existem partículas que apresentam uma grande afinidade pela água e, portanto, tendem a ficar em solução – partículas hidrofílicas. No entanto, outras, na presença de uma corrente de ar, tendem a ir para superfície da solução justamente por não apresentarem

afinidade com a água – partículas hidrofóbicas. Os conceitos de hidrofobicidade e de hidrofiliidade estão associados à polaridade dos compostos químicos.

Uma substância pode ser classificada como polar ou apolar em função de apresentar ou não um dipolo permanente (ou instantâneo, devido a flutuações quânticas das nuvens eletrônicas e orbitais moleculares). A água, por exemplo, é uma substância polar, uma vez que o somatório de suas cargas internas não se anula, ao passo que o ar é uma substância apolar. Não existe afinidade entre uma substância polar e outra apolar, mas duas substâncias apolares ou duas polares apresentam uma grande afinidade entre si. Nos sistemas de flotação, a fase líquida é sempre a água e a fase gasosa é quase sempre o ar. Assim, pode-se dizer que uma substância hidrofílica é aquela cuja superfície é polar, apresentando, portanto, maior afinidade pela água que pelo ar, ao passo de que uma substância hidrofóbica é essencialmente não polar, tendo mais afinidade com o ar do que com a água.

Teoricamente, é possível se separar partículas hidrofóbicas de partículas hidrofílicas pela passagem de um fluxo gasoso (em geral ar) através de uma suspensão aquosa contendo os dois tipos de partículas. As hidrofílicas permaneceriam na suspensão e as hidrofóbicas seriam arrastadas pelo ar. No entanto, se os surfactantes e modificadores presentes não forem eficazes para o devido abaixamento da tensão superficial, o fluxo de ar não será suficiente para realizar essa separação, sendo necessária a adição de reagentes conhecidos como espumantes, os quais permitem a formação de uma espuma estável e, conseqüentemente, dão condições à realização da separação.

Os conceitos de adsorção e de interface são fundamentais para melhor compreensão dos mecanismos do processo de flotação. A adsorção pode ser definida como a adesão de uma determinada espécie química na interface, sendo esta a região limite entre duas fases da matéria. As interfaces podem ser: sólido-sólido, sólido-líquido, sólido-gás, líquido-líquido e líquido-gás.

A grande maioria dos minerais encontrados na natureza é naturalmente hidrofílica. Citam-se a molibdenita (MoS_2), a grafita e o talco ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) como por exemplo de minerais naturalmente hidrofóbicos. Minerais naturalmente hidrofílicos podem ter suas superfícies tornadas hidrofóbicas via adsorção de reagentes conhecidos como coletores. Tipicamente os coletores atuam na interface sólido-líquido e os espumantes atuam na

interface líquido-gás. Existem, ainda, reagentes denominados modificadores ou reguladores, que podem aumentar a seletividade da interação entre coletores e partículas minerais. É justamente a seletividade o que se busca em qualquer separação. Por esse motivo, os coletores devem ser seletivos, atuando apenas nas partículas minerais que devem ser separadas por flotação, deixando as demais na suspensão aquosa.

Um dos reagentes reguladores que auxiliam nessa separação é o depressor, o qual tem caráter hidrofílico e, ao se adsorver na superfície das partículas que devem permanecer na suspensão, aumenta sua afinidade pela água, impedindo, com isso, a ação dos coletores e aumentando, portanto, sua seletividade. Assim como os coletores, os depressores também atuam na interface sólido-líquido. Outros exemplos de agentes reguladores são os reguladores de pH, dispersantes e reforçadores de coleta ou extensores de cadeia. Torna-se importante lembrar que a seletividade do processo de flotação também está intrinsecamente relacionada à liberação do material de interesse. Logicamente, é necessário que os minerais de interesse se apresentem liberados dos minerais de ganga, para se efetuar a flotação.

2.3.2. Mecanismo de Flotação

A flotação envolve uma série de mecanismos de transporte de massa os quais afetam tanto o teor quanto a recuperação do concentrado. Os principais mecanismos de transporte de massa são adesão da partícula na superfície da bolha e o arraste mecânico. A Figura 2.21, a seguir, mostra o mecanismo da flotação entre uma partícula de mineral e uma bolha de ar.

É necessário hidrofobizar as partículas minerais na polpa para torná-las flotáveis. Isto se realiza com os coletores, que são geralmente compostos orgânicos de caráter heteropolar, ou seja, uma parte da molécula é um composto evidentemente apolar e a outra é um grupo polar com propriedades iônicas. A partícula mineral, coberta pelo coletor que se fixa em sua rede cristalina através de sua parte polar, proporciona com a parte apolar propriedades hidrofóbicas. Para facilitar a adsorção destes reagentes sobre a superfície das partículas minerais devem-se criar condições favoráveis através dos chamados modificadores. Estes diminuem o potencial da camada dupla de cargas elétricas, e às vezes mudam seu sentido. Deste modo se cria condição favorável para a adsorção dos coletores.

Outro componente do agregado partícula-bolha é o ar, que tem a função de recolher as partículas na polpa e transportá-las até a superfície. Este transporte ocorre mediante a força de empuxo. A injeção direta de ar na polpa geralmente fornece resultados negativos se não é empregado um espumante, já que o ar se distribui de forma desigual, e as bolhas de ar são instáveis e se associam umas às outras. Ao adicionar um espumante, se obtém um tamanho desejado das bolhas e a dispersão de ar é uniforme.

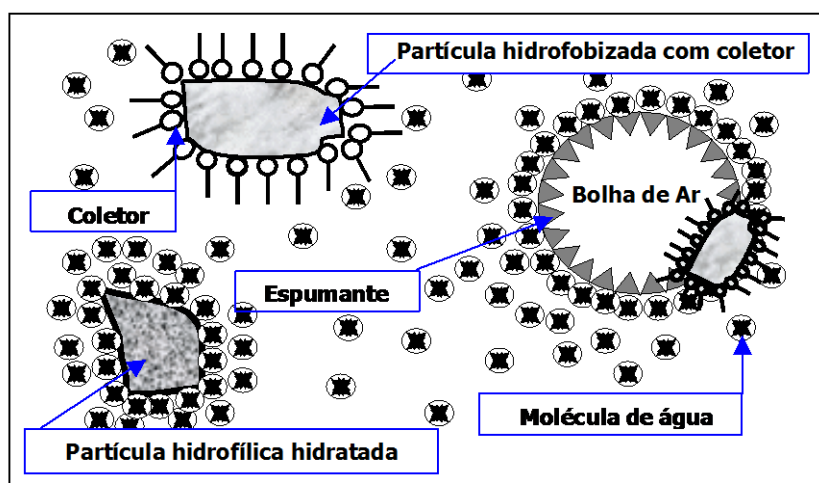


Figura 2.21 - Mineralização das bolhas de ar (Fonte: SUTULOV, 1963).

2.3.3. Equipamentos de Flotação

As máquinas de flotação devem ser capazes de realizar uma série de funções simultâneas com o objetivo de obter uma maior eficiência no processo de concentração:

- Manter as partículas minerais em suspensão - para isso é necessário que a polpa esteja submetida a um determinado grau de agitação, de tal forma que a velocidade ascendente das partículas na polpa seja superior à sua velocidade de sedimentação;
- Gerar e dispersar as bolhas de ar - devem ser geradas bolhas com tamanho adequado à coleta de partículas de diferentes tamanhos. Além disso, as máquinas de flotação devem promover uma boa dispersão das bolhas de ar em toda polpa, favorecendo o contato partícula-bolha;

- Coletar seletivamente e transportar o mineral de interesse - promover a colisão eficiente das partículas minerais com as bolhas de ar para que ocorra a adesão seletiva das partículas hidrofóbicas às bolhas e o movimento ascendente do agregado partícula-bolha para a camada de espuma.

Com o objetivo de aumentar a eficiência e reduzir os custos do processo de flotação foram desenvolvidos e aperfeiçoados, ao longo dos anos, diferentes tipos de equipamentos, que são as células mecânicas convencionais e as colunas de flotação.

As células mecânicas foram as primeiras a serem desenvolvidas para utilização no processo de concentração de minérios por flotação. Essas células apresentam como característica básica uma seção retangular e a presença de um impelidor na parte central. Esse dispositivo tem como objetivo suspender as partículas minerais através da agitação da polpa na parte inferior da célula, promover a geração das bolhas de ar e o contato partícula-bolha. Para evitar a “descoleta” das partículas hidrofóbicas e o arraste hidráulico dos minerais hidrofílicos para a fração flotada, existe uma região de baixa turbulência na parte superior da célula. A Figura 2.22 mostra um desenho esquemático da célula mecânica convencional e na Figura 2.23 têm-se os bancos de células convencionais de flotação da Vale Fertilizantes.

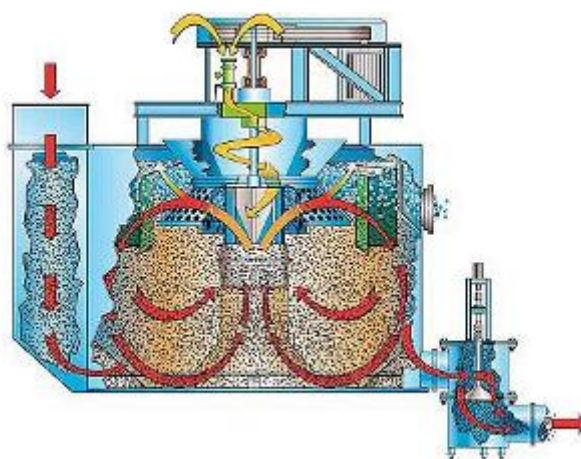


Figura 2.22 - Representação esquemática da célula Wemco (Fonte: IETEC, 2011).



Figura 2.23 - Célula mecânica industrial (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).

Já a coluna de flotação significou um avanço na indústria mineral nas últimas décadas. Embora a primeira patente dessa tecnologia tenha sido registrada no início do século passado, a concepção básica da coluna, tal como a atualmente utilizada, foi desenvolvida no início da década de 60 por Boutin e Tremblay, que registraram no Canadá outra patente utilizando a coluna na flotação reversa de sílica de minério de ferro. A Figura 2.24 mostra um desenho esquemático da coluna de flotação.

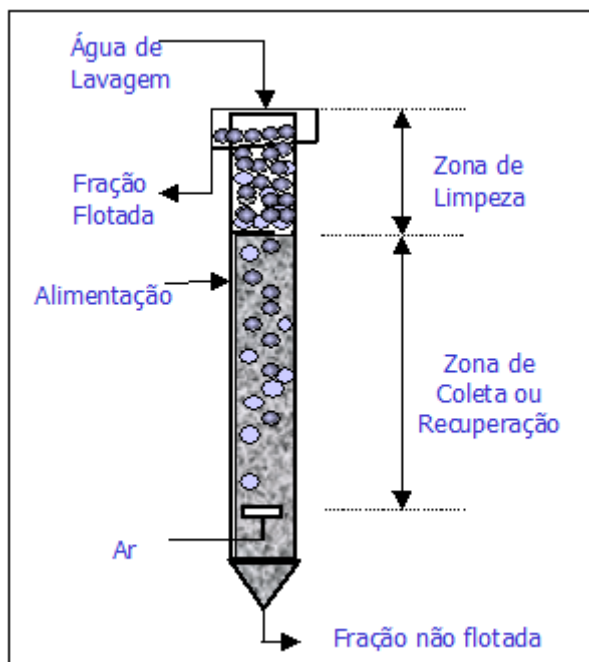


Figura 2.24 - Esquema básico de uma coluna de flotação (Fonte: AQUINO *et al.*, 2004).

A coluna convencional de flotação apresenta características diferentes da célula mecânica, principalmente no que se refere à capacidade de geração de bolhas pequenas, às condições hidrodinâmicas de baixa turbulência e à possibilidade de separação do material hidrofílico arrastado para a espuma através da adição de água de lavagem.

Nesse contexto, a coluna difere da célula mecânica em quatro aspectos básicos:

- Geometria (relação altura/diâmetro elevada);
- Presença de água de lavagem;
- Ausência de agitação mecânica;
- Sistema de geração de bolhas.

Essas características diferentes da coluna com relação à célula mecânica têm permitido a obtenção de resultados melhores na coluna convencional, principalmente, na flotação de material com granulometria fina e na etapa de limpeza. A coluna é constituída das seções de recuperação e limpeza.

A seção de recuperação está compreendida entre o ponto de geração de bolhas, na base da coluna, e a interface polpa-espuma. Essa seção é responsável pela coleta das partículas hidrofóbicas através do contato entre as partículas minerais que sedimentam pela ação da gravidade, e as bolhas de ar em contracorrente. Já a seção de limpeza está compreendida entre a interface polpa-espuma e o transbordo da coluna. Nessa seção ocorre a limpeza do material flotado, principalmente pela ação de filtro da camada de espuma e da água de lavagem adicionada no topo da coluna. A Figura 2.25 apresenta a coluna circular de flotação da Vale Fertilizantes.



Figura 2.25 - Coluna de flotação industrial (VALE FERTILIZANTES, 2010).

2.3.4. Reagentes de Flotação

Os reagentes de flotação são compostos inorgânicos ou orgânicos empregados com o objetivo de controlar as características das interfaces envolvidas no processo. Qualquer espécie orgânica ou inorgânica que apresente tendência a concentrar-se em uma das cinco interfaces possíveis é um agente ativo na superfície. Os reagentes em um sistema de flotação podem ser classificados de acordo com seu papel no processo, em coletores, espumantes e modificadores ou reguladores, conforme apresentado anteriormente.

Os reagentes denominados coletores ou espumantes são substâncias orgânicas, que do ponto de vista químico, são denominadas surfactantes. Esses reagentes constituem uma classe importante de compostos químicos amplamente utilizados em diversos setores industriais, sendo que a grande maioria dos surfactantes disponíveis comercialmente é sintetizada a partir de derivados de extratos vegetais e de petróleo. Entretanto, o crescimento da preocupação ambiental entre os consumidores, combinado com novas legislações de controle do meio ambiente tem levado à procura por surfactantes naturais como alternativa aos surfactantes sintéticos.

Quando os surfactantes se adsorvem na interface sólido-líquido, alterando as propriedades da superfície mineral, passando-a de hidrofílica para hidrofóbica, ele estará agindo como coletor. Por outro lado, se estiver atuando na cinética da ligação bolha/mineral (interface sólido-gás) e na estabilização da interface suspensão aquosa/ar (interface líquido-gás), ele estará agindo como espumante. Os surfactantes desempenham, portanto, dois importantíssimos papéis na flotação. Alguns exemplos de surfactantes iônicos utilizados comercialmente incluem os ácidos graxos, os polifosfatos, os sulfonatos, os ésteres sulfatados ou sulfatos de ácidos graxos (aniônicos) e sais de amônio quaternário (catiônico).

2.3.5. Variáveis da Flotação

Segundo a literatura mais de trinta parâmetros influenciam o rendimento metalúrgico desse processo de concentração. Dentre esses, encontram-se a granulometria dos minerais, o grau de liberação, a temperatura da flotação, o tipo e a dosagem dos reagentes, a precisão na dosagem, etc.

As principais variáveis que influenciam o processo de concentração por flotação e que podem ser manipuladas são:

- Dosagem e condicionamento dos reagentes;
- Valor do pH;
- Vazão de ar e profundidade da espuma;
- Hold up do ar;
- Tempo de residência;
- Concentração de sólidos;
- Tamanho das bolhas;
- Velocidade do rotor;
- Tamanho das partículas;

- Água de lavagem;
- Bias.

Essas variáveis têm efeito significativo sobre o rendimento metalúrgico do processo traduzido pelo teor e/ou a recuperação do mineral de interesse no concentrado. O teor de um mineral pode ser definido como a concentração desse mineral em um produto e sua recuperação representa a quantidade desse mineral, presente na alimentação, que se reportou a um dado produto.

2.3.5.1. Dosagem e condicionamento de reagentes

Como mencionado anteriormente, os reagentes utilizados na flotação de um dado mineral têm a função de estabelecer condições de coleta seletiva para obtenção de um concentrado com teor e recuperação nos níveis desejados. Considerando que a velocidade de agitação e a dispersão dos reagentes na polpa estão intimamente relacionados com o tempo requerido para que as reações físicas e químicas do processo ocorram, torna-se extremamente importante a correta dosagem desses reagentes em condições operacionais adequadas.

Nos circuitos industriais o condicionamento dos reagentes com as partículas minerais é realizado em tanques agitados, instalados entre a descarga do moinho/produto da deslamagem e a etapa de flotação. Esses tanques, chamados de condicionadores, têm um desenho especialmente projetado para garantir condições de contato vigoroso entre as partículas minerais e os reagentes. Além disso, esses tanques são dimensionados de forma a garantir um tempo mínimo de contato que garanta a adsorção dos reagentes na superfície das partículas minerais conferindo-lhe o caráter hidrofílico ou hidrofóbico conforme desejado.

Alguns tipos de reagentes, como, por exemplo, os espumantes, não necessitam de grandes tempos de condicionamento e, portanto, podem ser adicionados diretamente nos equipamentos de flotação ou, ainda, nas tubulações. A adição estagiada desses reagentes frequentemente favorece a obtenção de níveis mais elevados de recuperação do mineral de interesse. Assim, um controle adequado das vazões dos reagentes adicionados no circuito de

concentração é de fundamental importância para a obtenção de concentrados com teor e recuperação do mineral de interesse nos níveis desejados.

2.3.5.2. Potencial de hidrogênio – pH

A acidez ou a alcalinidade da polpa tem um papel fundamental na flotação e, na prática, a seletividade da separação de minérios complexos depende do balanço entre a concentração dos reagentes e o pH da flotação. Os íons, hidroxila (OH-) e hidrogênio (H+), alteram a hidratação da superfície mineral e a sua flotabilidade.

2.3.5.3. Vazão de ar e profundidade da espuma

O mecanismo de coleta das partículas minerais hidrofóbicas consiste na sua colisão e adesão às bolhas de ar, formando um agregado estável. Após a adesão, o meio de transporte da partícula da zona de coleta para a de limpeza e transbordo da célula é a superfície das bolhas. Assim, a vazão de ar é uma das variáveis mais importantes no controle do processo de flotação, tendo um efeito significativo sobre a recuperação do mineral flotado. Dentro dos limites de estabilidade do processo, a recuperação do mineral flotado é, normalmente, crescente com o aumento da vazão de ar até atingir o seu valor máximo. Esse ganho na recuperação deve-se ao aumento do número e da área superficial total de bolhas disponíveis para adesão às partículas minerais. Entretanto, um acréscimo da vazão de ar acima dos limites de estabilidade do processo pode prejudicar a flotação, devido a um maior arraste de partículas hidrofílicas para a espuma. A vazão do ar, associada à profundidade da espuma e à dosagem de espumante, pode ser utilizada para controlar o teor do mineral de interesse no concentrado e no rejeito (BARROS, 1997).

2.3.5.4. Tempo de residência

O tempo de residência é um dos fatores que afetam tanto o teor como a recuperação, atuando mais significativamente na recuperação do material flotado. O tempo de residência ideal é aquele capaz de permitir o contato efetivo entre as partículas minerais hidrofóbicas e as bolhas de ar. Tempos de residência, maiores que o ideal, favorecem a colisão e a adesão de partículas menos hidrofóbicas nas bolhas, aumentando a recuperação do bem mineral, com

prejuízo na qualidade do concentrado. Por outro lado, utilizando-se tempos de residência menores, apenas as partículas mais hidrofóbicas (maior cobertura da superfície por reagentes) são coletadas pelas bolhas de ar, resultando num concentrado mais limpo com baixa recuperação do mineral de interesse.

Variações no tempo de residência podem ser normalmente, efetuadas, por meio de alterações na taxa e na porcentagem de sólidos da alimentação. Alterações na taxa de alimentação de sólidos ocorrem em função das necessidades de produção e devem ser compensadas por ajustes nas dosagens dos reagentes e em outras condições operacionais (BARROS, 1997).

2.3.5.5. Concentração de sólidos

A concentração (ou porcentagem) de sólidos na polpa é uma das variáveis que pode ser manipulada, para obtenção de níveis mais elevados de teor ou de recuperação do mineral de interesse no concentrado. Entretanto, alguns cuidados devem ser tomados:

- o condicionamento dos reagentes com as partículas minerais deve ser realizado utilizando-se concentrações de sólidos elevadas na polpa. Dessa forma a concentração de reagentes por unidade de superfície das partículas é maior, melhorando a eficiência da cobertura;
- a flotação deve ser realizada utilizando-se a maior concentração de sólidos possível, sem que ocorram prejuízos no rendimento metalúrgico do processo. Em concentrações mais elevadas, os reagentes são mais efetivos, devido ao aumento de sua concentração na solução, elevando, assim, a recuperação. Em concentrações mais baixas, obtém-se concentrados mais puros (BARROS, 1997).

2.3.5.6. Tamanho de bolha

O tamanho médio das bolhas e sua distribuição são importantes na flotação, devido ao seu efeito na eficiência de coleta e de transporte das partículas. A utilização de bolhas pequenas, com elevada área superficial, favorece a cinética de coleta e o transporte dos sólidos por volume de ar. Entretanto, as bolhas de tamanho muito reduzido apresentam uma

baixa velocidade de ascensão, que pode ser inferior à velocidade descendente da polpa, acarretando, por consequência, perdas de partículas hidrofóbicas coletadas no fluxo de material não flotado. Bolhas muito grandes têm pequena área de superfície específica disponível para coleta de partículas e são menos estáveis (BARROS, 1997).

Portanto, existe um tamanho médio ideal de bolhas em função do tamanho médio das partículas, que poderá ser ajustado através das variáveis operacionais da célula de flotação e da adição de agentes tensoativos. O tamanho médio de bolhas, usualmente, utilizado nas células de flotação, encontra-se na faixa de 1,0 a 3,0 mm.

2.3.5.7. Tamanho de partícula

Para aplicação do processo de concentração por flotação, é necessário que os minerais de interesse estejam liberados dos minerais de ganga. Para isso, o minério é primeiramente cominuído a uma granulometria adequada ao processo de flotação, através das etapas de britagem e moagem. O produto obtido na moagem apresenta uma distribuição granulométrica com partículas de tamanhos grossos, médios, finos e, algumas vezes, ultrafinos. Essas partículas possuem comportamentos diferentes no processo de flotação com relação à adsorção dos reagentes, à colisão e à adesão às bolhas de ar, ao transporte do agregado partícula-bolha da polpa para a espuma e à “descoleta” das partículas. Assim, o tamanho de partícula é um dos parâmetros importantes na recuperação do processo de flotação (BARROS, 1997).

SANTANA (2011) realizou um estudo com o objetivo de avaliar a influência da dimensão da partícula mineral, da altura da coluna de flotação e das concentrações de coletor e de depressor na flotação de apatita em coluna. Em resumo, foram realizados dois estudos, sendo o primeiro um trabalho de flotação por ar disperso e o segundo através de flotação por ar dissolvido a partir dos resultados de pior desempenho para finos. O minério fosfático utilizado foi fornecido pelo Complexo Mineroquímico de Araxá. Foram obtidas duas amostras de minério, uma grossa e outra fina. A amostra grossa foi fracionada em três faixas de tamanho para o primeiro estudo (flotação por ar disperso). No segundo estudo (flotação por ar dissolvido), foi avaliada a amostra fina. Os reagentes de flotação utilizados foram o fubá de milho gelatinizado, como depressor, sabão de óleo de soja, como coletor, solução de NaOH a

10% como regulador de pH e poliglicol como espumante. As duas unidades experimentais de flotação estavam montadas no Laboratório de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU.

Para estudo de flotação por ar disperso foram realizados testes preliminares, com o objetivo de obter resultados satisfatórios para a recuperação de grossos, e foi utilizado um planejamento do tipo Composto Central.

SANTANA (2011) concluiu neste trabalho que a recuperação de apatita foi mais satisfatória com a combinação de menores relações entre a altura e o diâmetro da coluna de flotação, partículas finas e dosagem de coletor elevadas. Na flotação de partículas grossas, melhores recuperações de apatita foram obtidas nas colunas de menor altura. Na flotação de partículas finas, houve queda considerável do teor de P_2O_5 , mesmo utilizando colunas de maior altura. Foi possível obter recuperação de apatita satisfatória (maior que 60%), com teor de P_2O_5 entre 30 e 33%, para partículas de tamanho 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. Na flotação por ar dissolvido de partículas fina foi possível obter parâmetros de separação (teor e recuperação) com valores próximos aos encontrados na flotação por ar disperso.

2.4. Análise de regressão

Com aplicações que vão da medicina ao marketing, a análise de regressão vem se mostrando uma ferramenta com enorme campo de aplicação e com forte poder preditivo. Segundo HAIR *et al.* (2009), a análise de regressão é de longe a técnica de dependência mais amplamente usada e versátil, aplicável em cada faceta da tomada de decisões em negócios.

Apesar do uso de análise de regressão em mineração ser relativamente novo, percebe-se que a aplicação de técnicas de análise estatística vem ganhando cada vez mais espaço neste meio, principalmente as técnicas multivariadas. As seções seguintes abordam desde os conceitos básicos da análise de regressão até a avaliação dos resultados por ela obtidos.

2.4.1 Princípios Fundamentais

As variáveis de um estudo podem ser classificadas como variáveis independentes ou dependentes. As variáveis independentes são aquelas que podem ser utilizadas para estimar ou

auxiliar na estimativa de uma variável dependente. Logo, a variável dependente é aquela a ser explicada através da informação contida nas variáveis independentes. Por exemplo, nesta dissertação têm-se como variáveis independentes os teores do elemento químico, e como variável dependente a recuperação mássica. Logo, o objetivo do modelo de regressão é explicar recuperação mássica através dos teores de elementos químicos, informações mais acessíveis.

A primeira abordagem para verificar a relação da variável dependente com as variáveis independentes é o coeficiente de correlação. Segundo Triola (2008), o coeficiente de correlação linear é uma medida numérica da força da relação entre duas variáveis que representam dados quantitativos.

O valor do coeficiente de correlação (r) permite concluir se existe ou não associação linear entre duas variáveis e qual o sentido desta relação. A correlação pode ser positiva, quando o valor de uma variável aumenta e o valor da outra também aumenta, ou negativa, quando o valor de uma aumenta e o valor da outra decresce. O coeficiente de correlação pode ser calculado através da fórmula detalhada na equação a seguir.

$$r = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{[\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]^{1/2}}$$

em que: n é o tamanho da amostra, x são os dados da primeira variável e y os dados da segunda.

É importante ressaltar que o coeficiente de correlação é sempre um número entre -1 (correlação negativa perfeita) e 1 (correlação positiva perfeita), sendo que correlação igual zero não indica independência e sim que não existe dependência linear entre as variáveis (MAGALHÃES, 2007). A Figura 2.26 apresenta dois gráficos de dispersão (construídos com dados fictícios) e seus respectivos coeficientes de correlação. O primeiro gráfico ilustra uma correlação negativa entre Fe_2O_3 e SiO_2 e o segundo uma correlação positiva entre SiO_2 e Al_2O_3 .

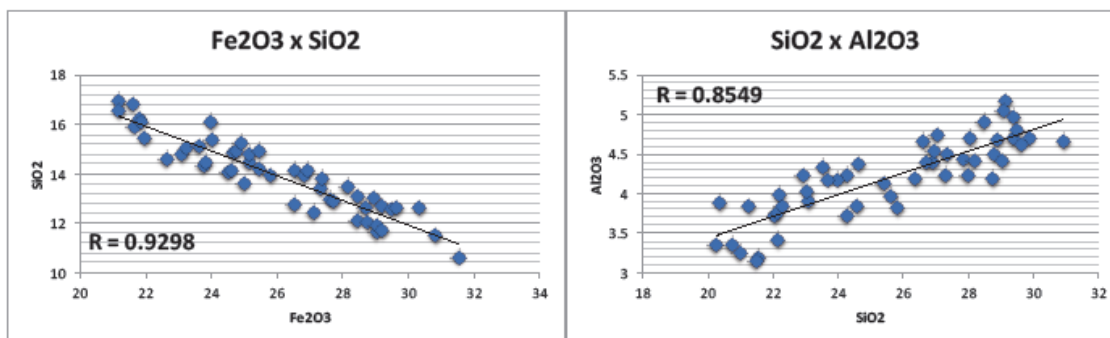


Figura 2.26 - Exemplos de gráficos de dispersão (Fonte: MAGALHÃES, 2007).

Calculado o valor do coeficiente de correlação é necessário verificar se este é estatisticamente significativo ou não, ou seja, se a correlação existente entre Fe_2O_3 e SiO_2 , por exemplo, realmente existe ou foi devida ao acaso. Para isso, utiliza-se o teste de hipótese para correlação. A hipótese nula do teste é de que não existe correlação linear ($\rho = 0$) e a hipótese alternativa é de que existe correlação linear ($\rho \neq 0$). A estatística de teste utilizada é apresentada na equação abaixo.

$$t = \frac{r}{\sqrt{\frac{1-r^2}{n-2}}}$$

Quando o valor obtido pela estatística de teste é inferior ao valor crítico da distribuição t com $n-2$ graus de liberdade para determinado nível de significância, a hipótese nula não deve ser rejeitada (TRIOLA, 2008). Em caso contrário, conclui-se que existe uma correlação linear significativa entre as duas variáveis em estudo.

Quando uma ou mais variáveis apresentam coeficiente de correlação significativo com a variável dependente, significa que as variáveis independentes são adequadas para construir um modelo de regressão que explique a variável de interesse. Logo, o coeficiente de correlação é um primeiro indicativo de quais variáveis que podem ser utilizadas para construir um modelo de regressão explicativo.

Com base no número de variáveis independentes utilizadas na equação, a análise de regressão pode ser classificada como simples, quando existe somente uma variável independente, ou múltipla, quando duas ou mais variáveis independentes são utilizadas para prever a variável dependente de interesse.

2.4.2. Regressão Múltipla

A equação de regressão que expressa uma relação linear entre uma variável dependente y e duas ou mais variáveis independentes é dada por:

$$\hat{y} = b_0 + x' b + x' B x$$

Devido ao maior número de variáveis no modelo é conveniente utilizar a notação matricial, que facilita a compreensão das operações algébricas no caso multivariado. Os coeficientes no modelo de regressão múltipla também são estimados através do método de mínimos quadrados.

$$b = (X'X)^{-1}(X'Y)$$

em que X é a matriz das variáveis independentes com dimensão $[n \times (q+1)]$, X' é a transposta desta matriz, Y é o vetor da variável dependente com dimensão $[n \times 1]$ e o expoente -1 significa a inversa da matriz.

2.5. Estudos estatísticos realizados no Complexo de Mineração de Tapira

A planta piloto, que está inserida na Gerência de Processos Minerais da Vale Fertilizantes, é composta por engenheiros, técnicos, supervisores, analistas e auxiliares. ROCHA *et al.* (2003) desenvolveram diversos estudos com o intuito de avaliar o efeito de variáveis da flotação (concentração de sólidos, dosagem de depressor e coletor, tempo de condicionamento, etc) nas recuperações e consumos de reagentes químicos. Neste capítulo será apresentado o estudo da concentração de sólidos na flotação do circuito friável, que foi desenvolvido em escala de laboratório com amostras da fração friável do minério de dez pilhas de homogeneização processadas na usina de concentração. Todos os testes foram realizados segundo procedimentos padronizados para testes laboratoriais de flotação estabelecidos pela planta piloto do CMT. As amostras das dez pilhas utilizadas nos testes representavam a alimentação da flotação friável grosso, composta por 85 % de AN grosso e 15 % de concentrado fino. Para todos os testes a dosagem de depressor e o pH de flotação no estágio *rougher* foram mantidos constantes. A única variável independente em estudo foi a percentagem de sólidos no estágio *rougher* de flotação. Para cada amostra foram realizados

três testes variando-se a dosagem de coletor com o intuito de se obter concentrado fosfático com teor de P_2O_5 em torno de 35,5 %. Os resultados obtidos foram lançados em um programa específico que recalculava, a partir dos dados de entrada, o desempenho da flotação para o mesmo teor de P_2O_5 fixado em 35,5 %. Esta metodologia permitiu definir o consumo específico de coletor para o mesmo teor de P_2O_5 do concentrado friável.

Para melhor visualização dos resultados, foram construídos gráficos para as respostas mais significativas, mostrando a tendência dos valores obtidos em função da variação da percentagem de sólidos na flotação. Os gráficos mostrados a seguir, na Figura 2.27, apresentam as curvas de tendência do consumo específico de coletor vegetal e do coletor sintético e a curva do custo calculado dos reagentes bem como a recuperação total de P_2O_5 , todos determinados em função da média das dez pilhas testadas.

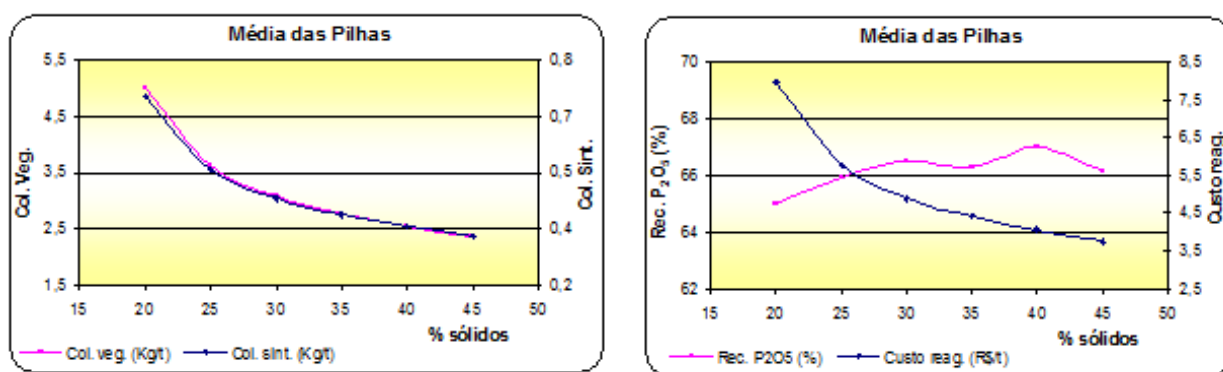


Figura 2.27 - Efeito da concentração de sólidos na recuperação metalúrgica de P_2O_5 , na dosagem de coletor e no custo de reagentes (Fonte: ROCHA *et al.*, 2003).

ROCHA *et al.* (2003) observou que o melhor desempenho de processo, traduzido pela maior recuperação de P_2O_5 , corresponde à percentagem de sólidos na flotação de 40%, pois reduz drasticamente o consumo de coletor e consequentemente, o de soda cáustica usada para saponificação do óleo vegetal. Também foi observado que entre pilhas, os diferentes níveis de contaminantes revelam que a tipologia do minério não está subordinada ao processo aplicado, nem à variação da percentagem de sólidos na flotação. Os resultados de laboratório demonstraram que o custo com reagentes na flotação (exceto depressor), decresce com o aumento da percentagem de sólidos na flotação, sendo que, operando com 40% de sólidos, resultaria em R\$ 1.035.840,00 de ganho por ano.

2.6. Estudos estatísticos realizados no Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia

No Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, foram realizados diversos trabalhos voltados para a flotação de minério fosfático. Neste capítulo será apresentado o trabalho de influência de íons contaminantes na flotação de apatita em coluna, desenvolvido por SANTOS (2010), sob orientação dos professores Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo e Dr. Carlos Henrique Ataíde.

SANTOS (2010) realizou um estudo sobre a influência de íons contaminantes na flotação de apatita em coluna, com minério de fosfato fornecido pelo Complexo Mineroquímico de Araxá que correspondiam à alimentação do circuito de grossos e à alimentação do circuito de finos naturais. Os contaminantes utilizados foram NaF, CaCl_2 , $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e Na_2HPO_4 . A unidade experimental consistiu em uma coluna de flotação, de 1,48m de altura, localizada no Laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química (FEQUI) da UFU. Os reagentes de flotação utilizados foram o fubá de milho gelatinizado, como depressor, sabão de óleo de soja, como coletor e solução de NaOH a 10% como regulador de pH. O objetivo deste trabalho foi de avaliar a influência da concentração iônica de cada elemento (F, Ca, Mg e P) na recuperação, teor e razão de seletividade e o planejamento experimental utilizado foi o do tipo Composto Central.

Primeiramente foram realizados testes preliminares e avaliado o efeito individual de cada espécie iônica tanto para as partículas grossas quanto para as finas. Por meio do planejamento citado, foi quantificado o efeito de cada variável (íons F^- , Ca^{2+} , Mg^{2+} e PO_4^{3-}), bem como as possíveis interações entre elas, para baixas e altas concentrações dos contaminantes.

A Figura 2.28 mostra Influência dos íons contaminantes na recuperação de apatita utilizando minério da alimentação do circuito de grossos, a partir da qual se observou que a recuperação de apatita reduz significativamente com o aumento da concentração de cada íon, exceto para os contaminantes cálcio e magnésio abaixo de 50 ppm.

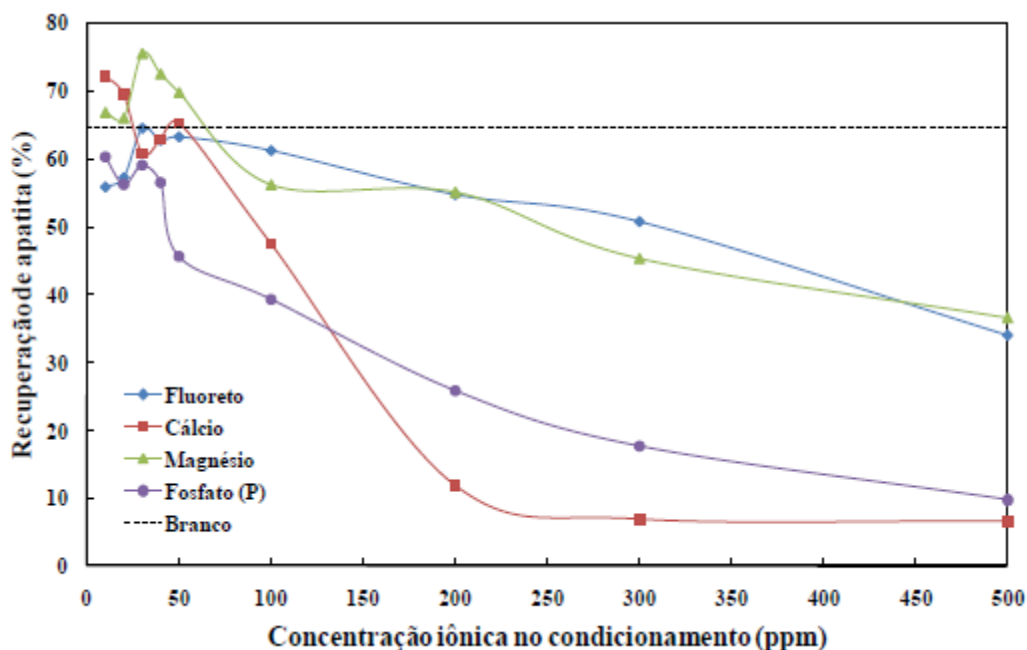


Figura 2.28 - Influência dos íons contaminantes na recuperação de apatita – alimentação de grossos (Fonte: SANTOS, 2010).

De posse dos resultados, SANTOS (2010) fez a análise estatística utilizando regressão múltipla através de um teste de hipótese t de *Student* com nível de significância de 10%, a partir do qual obteve parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos.

SANTOS (2010), concluiu que os íons contaminantes (F^- , Ca^{2+} , Mg^{2+} e PO_4^{-3}) interferem significativamente no desempenho da flotação da apatita (recuperação, teor e seletividade). Para o minério de maior granulometria (80% maior que $44 \mu m$), todos os contaminantes contribuíram para o decréscimo da recuperação de apatita, enquanto que para o minério fino (90% menor que $37 \mu m$) os íons que mais impactaram na recuperação foram Ca^{2+} , Mg^{2+} e PO_4^{-3} . O cálcio e o magnésio reagem com coletor impedindo a coleta de apatita, e por isso é necessário o aumento do consumo de NaOH. Para o teor de P_2O_5 , o maior decréscimo foi observado em presença de cálcio no minério fino devido à constante perda de seletividade. E os menores valores de P_2O_5 ocorreram nos ensaios contendo íons de magnésio, tanto para as partículas grossas quanto para as finas. Para os finos, as razões de seletividade P_2O_5/Fe_2O_3 e P_2O_5/SiO_2 diminuíram significativamente quando em presença de cálcio e magnésio.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Etapas do trabalho

Em resumo, foram realizados nesta dissertação três estudos distintos, porém todos com o intuito de avaliar a influência de variáveis independentes sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 (variáveis dependentes), e determinar os valores das variáveis independentes que maximizam as recuperações. No primeiro estudo, efetuou-se uma análise estatística dos resultados de recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 globais da usina de beneficiamento com base em variáveis independentes das pilhas de minério (compacidade e composição mineralógica), que foram obtidas no laboratório químico, na planta piloto e em descrições geológicas. No segundo, foi realizada análise estatística das recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada, realizada na planta piloto, através de um planejamento de experimentos, onde as variáveis independentes foram as dosagens de reagentes químicos utilizados na flotação de apatita do circuito friável e granulado. Já no terceiro estudo, foi efetuada análise estatística dos resultados de recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável, granulado e ultrafino, na qual as variáveis independentes consideradas foram as de atuação em escala industrial, que se encontram armazenadas em um banco de dados dos instrumentos instalados em equipamentos industriais.

Todos os estudos foram realizados utilizando o banco de dados histórico da Vale Fertilizantes de Tapira – MG, do ano de 2012 a 2014.

3.2. Estudo das pilhas de minério

3.2.1. Formação das pilhas de minério: descrição

A mina do Complexo de Mineração de Tapira (CMT), devido à sua diversidade mineralógica e tipológica, originada de depósitos ígneos, é classificada em seis frentes de minério e estas são subdivididas em regiões, chamadas de avanços que, uma vez lavrados e

britados, formam as pilhas de minério que alimentam a usina de beneficiamento em regime contínuo até o seu término. Os avanços de cada frente de lavra possuem características físicas e químicas distintas. Entre as características físicas tem-se a compacidade do minério (percentual de minério duro e de lamas naturais) e já para as características químicas têm-se os teores dos elementos úteis que estão presentes no mineral-minério apatita e os elementos não úteis que estão contidos nos minerais contaminantes, como a magnetita, hematita, quartzo etc. Para que se atenda aos parâmetros de projeto das operações unitárias do beneficiamento e permita atingir a produção orçada e a especificação química e física do produto final, o minério de cada frente deve ser lavrado em proporções adequadas.

O minério, proveniente do avanço de uma frente de lavra, antes de ser lavrado e direcionado à usina de beneficiamento, passa por uma caracterização tecnológica, que inclui a etapa química e a geológica. Na caracterização química, o minério de cada avanço é amostrado e preparado para testes de flotação de bancada, realizada, a partir do qual são obtidas as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , que representam a eficiência a ser alcançada na escala industrial. Os resultados da caracterização química incluem as recuperações obtidas na flotação de bancada, os teores dos elementos úteis (P_2O_5) e não úteis (Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 , TiO_2 etc). Na caracterização geológica, a dureza é determinada através de uma análise de campo da compacidade do minério. Todos os resultados de caracterização química e geológica são inseridos no banco de dados de um *software* de planejamento de mina (Datamine®), a partir do qual a equipe de planejamento de lavra, subsidiada com as informações do minério, consegue estimar a proporção adequada de cada avanço de frente de lavra para compor as pilhas de minério. Na Figura 3.1, segue uma imagem aérea das pilhas de minério do CMT.



Figura 3.1 - Pilha de minério homogeneizada do CMT.

3.2.2. Caracterização química da mina

A caracterização química da jazida mineral consiste na emissão de laudos de caracterização com balanço de massa e indicação de recuperação de P_2O_5 para cada amostra individual proveniente dos avanços das frentes de lavra, a fim de subsidiar o planejamento de lavra. Nos tópicos 3.2.2.1 a 3.2.2.6 são apresentadas as etapas da caracterização química da jazida mineral, incluindo as premissas adotadas, preparação de amostras e reagentes, e execução dos testes de flotação de bancada. Todo este trabalho foi realizado pela equipe técnica da Gerência de Processos Minerais.

3.2.2.1. Premissas adotadas na caracterização química da mina

Com o intuito de padronizar a caracterização química da jazida e gerenciar os possíveis erros, foram adotadas algumas premissas, que estão listadas a seguir:

- ❖ As amostras de frente de lavra para caracterização tecnológica da mina foram coletadas na mina e preparadas conforme procedimento citado no tópico 3.2.2.2, pela equipe da Geologia, e encaminhadas para a Planta Piloto, onde foram processadas;
- ❖ Os equipamentos e instrumentos utilizados nos ensaios de flotação em bancada foram calibrados, garantindo a precisão das medições e ensaios necessários à caracterização da mina;
- ❖ Foram realizados no mínimo três ensaios de flotação em bancada, variando-se a dosagem de coletor em g/t AN de forma a se obter um concentrado com teor de P_2O_5 próximo à especificação, sendo AN a alimentação nova da flotação;
- ❖ O óleo vegetal e o coletor sintético utilizados para os testes de frentes de lavra foram os mesmos utilizados no processo produtivo do Complexo de Mineração de Tapira;
- ❖ A participação do coletor sintético na composição final do coletor para os testes de frentes de lavra foi determinada de acordo com a consistência do minério pré-identificada, ou seja, para os minérios granulados foi utilizada a partição 70/30 (70% de coletor vegetal e

30% de coletor sintético) e para os minérios friáveis foram utilizados 100% coletor vegetal;

- ❖ A soda cáustica utilizada na preparação das soluções e para aferição de pH foi a mesma utilizada no processo produtivo do CMT;
- ❖ O amido de milho/fubá utilizado na preparação da solução de depressor foi o mesmo utilizado no processo produtivo do CMT.

3.2.2.2. Preparação das amostras de caracterização de frente de lavra

3.2.2.2.1. Processamento das amostras na planta piloto

As amostras, depois de pesadas, foram processadas na usina piloto, cujo circuito é composto por moagem, separação magnética e deslamagem. Os produtos deste circuito consistem em magnetita, que foi secada e pesada, para cálculo de balanço de massa e obtenção da massa de alimentação nova da flotação 1, proveniente do *underflow* da deslamagem, chamado de AN1. A lama (*overflow*) obtida na etapa de deslamagem da usina piloto foi descartada.

3.2.2.2.2. Preparação da alimentação nova da flotação 1 (AN1)

O AN1 foi secado, desaglomerado e homogeneizado através de pilha alongada de onde foram retiradas duas alíquotas de 3000 g cada, que foram chamadas de alimentação nova da flotação 2 (AN2). O restante do AN1 foi pesado e arquivado 5000 g, sendo descartada a massa restante.

3.2.2.2.3. Preparação da alimentação nova da flotação 2 (AN2)

Primeiramente, foi realizada a atrição da amostra em célula de bancada e o material sobrenadante foi deslamado em uma peneira de 400# (onde # significa Mesh, na escala Tyler), conforme descrito abaixo:

- ❖ Em uma cuba foi colocada a primeira alíquota de 3000 g e água de modo a obter-se 60% de sólidos;
- ❖ A célula de flotação foi acionada para agitar a polpa a 1000 RPM;
- ❖ Foi colocado o eletrodo do pH-metro na polpa, e o pH foi ajustado para 8,6 usando solução de NaOH a 20% de concentração e foi agitada por 10 min;
- ❖ Após a agitação, a polpa foi despejada em um recipiente identificado, o sobrenadante do recipiente foi classificado na peneira de 400# e o material retido foi transportado para outro recipiente. Estas etapas foram repetidas até que o sobrenadante se tornasse límpido;
- ❖ A lama, passante em 400#, foi descartada e o restante da amostra passou a ser denominada alimentação nova da flotação 3 (AN3).

3.2.2.2.4. Preparação da alimentação nova da flotação 3 (AN3)

O AN3 foi filtrado, secado, desaglomerado e homogeneizado através de pilha alongada de onde foram retiradas 1 alíquota de 100 a 200 g, para análise química e 3 alíquotas de 1000 g \pm 10 g cada para ensaios de flotação em bancada. O restante do AN3 foi pesado e arquivado.

3.2.2.2.5. Obtenção da alíquota para análise química

Para obter a alíquota para análise química, primeiramente foi quarteado 25 g \pm 5 g da alíquota de 100 a 200 g do AN3 utilizando o quarteador Jones. Em seguida a amostra foi pulverizada por 3 min e, por fim as amostras foram transferidas para um recipiente devidamente identificado e direcionadas para o laboratório químico do CMT, onde foi realizada a análise química utilizando o método de fluorescência de raios-X.

3.2.2.3. Preparação dos reagentes utilizados nos testes de flotação de bancada

Os reagentes a serem utilizados na flotação de bancada (coletor e depressor) foram preparados e pesados de acordo com a dosagem pré-estabelecida de coletor e de depressor (d_{COL} e d_{DEPRE}) em g/t AN. Para se calcular a massa de coletor e de depressor (M_{COL} e M_{DEPRE}) em gramas, foram utilizadas as Equações 3.1 e 3.2.

Para a solução de coletor a 5% de concentração:

$$M_{COL} (g) = \frac{0,001 \times d_{COL} \left(\frac{g}{t} \right)}{5} \times 100 \quad (3.1)$$

Para a solução de depressor a 2% de concentração:

$$M_{DEPRE} (g) = \frac{0,001 \times d_{DEPRE} \left(\frac{g}{t} \right)}{2} \times 100 \quad (3.2)$$

3.2.2.3.1. Preparação da solução de depressor

A solução de depressor foi preparada de acordo com a sequência listada a seguir:

- ❖ O amido de milho/fubá foi pesado em um béquer de 400 mL;
- ❖ A solução de NaOH foi pesada em um copo descartável (50 mL);
- ❖ 15% da água foi pesado em um copo descartável (50 mL);
- ❖ 85% da água foi pesado em um béquer de 400 mL;
- ❖ O amido de milho/fubá foi diluído em água (15% da água total), e bem misturado para a completa diluição;
- ❖ A solução de NaOH foi adicionada, misturada vigorosamente até tornar um gel;
- ❖ O restante da água foi adicionado para a concentração final.

3.2.2.3.2. Preparação da solução de coletor vegetal

A solução de coletor vegetal foi preparada conforme descrito a seguir:

- ❖ O óleo vegetal foi pesado em um béquer de 400 mL;
- ❖ A solução de NaOH a 50% foi pesada em recipiente separado (copo descartável) e a água foi pesada em um béquer de 400 mL;
- ❖ Foi adicionado mais ou menos 10% de água total, no óleo;
- ❖ Foi adicionada a solução de NaOH a 50% misturando sempre com um bastão até obter uma mistura homogênea;
- ❖ Foi adicionado o restante da água, até obter uma solução homogênea e que não apresente grumos.

3.2.2.3.3. Preparação da solução de coletor sintético

A solução de coletor sintético foi preparada de acordo com as etapas listadas a seguir:

- ❖ Primeiramente o frasco de coletor sintético foi bem agitado, pois o coletor em repouso tem a tendência de separar fases;
- ❖ O coletor sintético foi pesado (5 g) em um béquer de 400 mL;
- ❖ Foram adicionados 95 g de água, agitando bem até obter uma solução homogênea;
- ❖ Para preparo de maior ou menor quantidade de coletor sintético, foram obedecidas as mesmas proporções de água e coletor sintético e adequado o tamanho dos utensílios.

3.2.2.4. Execução do ensaio de flotação em bancada para caracterização da mina

Para a execução dos ensaios de flotação em bancada para caracterização química da jazida, as seguintes etapas foram seguidas:

- ❖ A amostra de AN3 (1000 g) foi colocada na cuba *rougher* e foram adicionados 550 mL \pm 50 mL de água;
- ❖ A célula de flotação foi ligada e a rotação foi ajustada em 1.000 RPM;
- ❖ Foi adicionada a solução de depressor, preparada conforme descrito no tópico 3.2.2.3.1, e condicionado por 5 min. Logo após, foi adicionada a solução de coletor, na proporção coletor vegetal/coletor sintético previamente indicada, e foi condicionada por 1 min;
- ❖ Foi adicionada água até o nível abaixo de transbordo e a rotação foi elevada para 1.400 RPM;
- ❖ O pH foi ajustado para 9 utilizando solução de NaOH;
- ❖ A aeração foi aberta e toda espuma foi coletada, transferida para a cuba *cleaner* e adicionado água até o nível abaixo de transbordo. Foi realizado novamente o condicionamento da polpa durante 1 min com rotação de 1.000 RPM. A aeração foi aberta novamente e toda espuma foi coletada.

3.2.2.5. Preparação da amostra de concentrado dos testes de flotação

Após os ensaios de flotação de bancada, a amostra de concentrado foi preparada para ser enviada ao laboratório químico do CMT. Segue abaixo a descrição das etapas.

- ❖ Após o ensaio de flotação em bancada, a espuma foi secada (concentrado *cleaner*) e pesada;

- ❖ Toda a amostra foi quarteada de modo a obter $25 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de material utilizando o quarteador Jones. Em seguida, a amostra foi pulverizada por 3 min;
- ❖ Depois de pulverizada, a massa foi transferida para um recipiente devidamente identificado e enviado para o laboratório químico do CMT, onde foi realizada a análise química dos elementos úteis e não úteis presentes.

3.2.2.6. Resultados de frentes de lavra

Após os testes de flotação em bancada e com posse dos pesos obtidos na preparação da amostra, todos os resultados de caracterização química foram encaminhados ao Planejamento de Lavra.

3.2.3. Variáveis do estudo das pilhas de minério: descrição e forma de cálculo

Para análise da influência de variáveis do minério na recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 globais da usina de beneficiamento, foram utilizados os resultados da caracterização química, citada no tópico 3.2.2, e da caracterização geológica, citada no tópico 3.2.3.2.3. Na Tabela 3.1 estão apresentadas as variáveis dependentes e independentes consideradas no estudo das pilhas de minério.

Tabela 3.1 – Variáveis do estudo das pilhas de minério.

VARIÁVEL	UNIDADE	TIPO
Recuperação mássica da usina de beneficiamento	%	Dependente
Recuperação metalúrgica da usina de beneficiamento	%	
Teor de P_2O_5 no minério	%	Independente
Teor de Fe_2O_3 no minério	%	
Teor de MgO no minério	%	
Relação $\text{CaO} / \text{P}_2\text{O}_5$	-	
Dureza do minério	-	
Percentual de minério da frente 02	%	

Nos tópicos seguintes segue a descrição e forma de cálculo das variáveis dependentes e independentes.

3.2.3.1. Variáveis dependentes do estudo das pilhas de minério

A recuperação mássica de um minério, proveniente de um avanço de lavra, denotada por $RMASS_{AL}$, representa o percentual da massa de alimentação que se tornou produto, ou seja, concentrado. A mesma foi calculada a partir das massas da alimentação (A_{PL}) e do concentrado fosfático (CF_{PL}) dos ensaios realizados na planta piloto, conforme Equação 3.3.

$$RMASS_{AL} (\%) = \frac{CF_{PL} (t)}{A_{PL} (t)} \times 100 \quad (3.3)$$

Já a recuperação metalúrgica do minério de um avanço de lavra ($RMET_{AL}$) é o percentual de massa de P_2O_5 da alimentação que foi recuperada no concentrado. A mesma foi calculada a partir da recuperação mássica ($RMASS_{AL}$) e dos teores de P_2O_5 do minério da alimentação (A_{PL}) e do concentrado fosfático (CF_{PL}) da flotação de bancada realizada na planta piloto, utilizando a Equação 3.4.

$$RMET_{AL} (\%) = RMASS_{AL} (\%) \times \frac{CF_{PL} (\% P_2O_5)}{A_{PL} (\% P_2O_5)} \times 100 \quad (3.4)$$

Os teores de P_2O_5 do minério e do concentrado fosfático foram obtidos no laboratório químico da Vale Fertilizantes, através do método de fluorescência de raios-X.

A partir das recuperações dos minérios dos avanços de lavra ($RMASS_{AL}$ e $RMET_{AL}$) que compuseram as pilhas e as massas de cada avanço ($MASS_{AL}$) e da pilha de minério ($MASS_{PM}$), as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 das pilhas de minério, denotadas por $RMASS_{PM}$ e $RMET_{PM}$, respectivamente, foram calculadas através de ponderação conforme descrito nas Equações 3.5 e 3.6.

$$RMASS_{PM} (\%) = \frac{\sum_{n=1}^{\infty} (RMASS_{ALn} \times MASS_{ALn})}{MASS_{PM}} \quad (3.5)$$

$$RMET_{PM} (\%) = \frac{\sum_{n=1}^{\infty} (RMET_{ALn} \times MASS_{ALn})}{MASS_{PM}} \quad (3.6)$$

em que: n é a frente de minério que compõe a pilha de minério.

3.2.3.2. Variáveis independentes do estudo das pilhas de minério

3.2.3.2.1. Teores do minério

Os teores do minério das pilhas foram obtidos em duas etapas. Na primeira etapa, o minério foi amostrado no avanço da frente de lavra e caracterizado na planta piloto, e os teores foram determinados no laboratório químico da Vale Fertilizantes através do método de fluorescência de raios-X.

Na segunda etapa, os teores dos avanços das frentes de lavra, obtidos no laboratório, foram importados para o *software* Datamine, utilizado pelo Planejamento de Lavra. Após o planejador de mina determinar quais frentes lavrar, foi obtido para a pilha de minério um teor médio ponderado com a massa de cada avanço. Neste estudo foram considerados os teores de P_2O_5 , Fe_2O_3 e MgO como variáveis independentes.

3.2.3.2.2. Relação CaO / P_2O_5

O minério contém carbonatitos e a usina possui um limite aceitável de relação CaO / P_2O_5 (entre 1,25 e 1,75). Os teores de CaO e P_2O_5 foram obtidos através do método de fluorescência de raios-X, no laboratório químico da Vale Fertilizantes. A relação CaO / P_2O_5 (RCP) foi calculada utilizando a Equação 3.7, onde t_{CaO} é o teor de CaO (em %) e $t_{P_2O_5}$ é o teor de P_2O_5 (em %) do minério.

$$RCP = \frac{t_{CaO} (\%)}{t_{P_2O_5} (\%)} \quad (3.7)$$

3.2.3.2.3. Caracterização geológica: dureza do minério

A equipe de Geologia e Planejamento de Lavra, periodicamente revisa o valor e o comportamento da dureza do minério dos avanços de lavra, devido à capacidade de projeto da usina de beneficiamento em processar proporções de minério friável e granulado. Conforme mencionado na introdução desta dissertação, a proporção adequada de massas para o circuito

friável e granulado, são 80% e 20%, respectivamente. Para a análise da dureza, foi utilizado um modelo de blocos entregue pela equipe de geologia de médio prazo no ano atual e consideradas as informações existentes das descrições geológicas dos testemunhos de sondagem, relacionadas ao horizonte de intemperismo da rocha. A partir destas informações, foi gerado pela Geologia o modelo de blocos, com as durezas identificadas conforme legenda na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Escala de dureza (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).

Horizonte de Intemperismo	Dureza	Legenda Modelo de Blocos
Aloterito	0	3
Isalterito	10	2
Rocha Alterada	50 – 80	1
Rocha Fresca	100	0

Com este modelo de blocos, o Planejamento de Lavra definiu quais avanços a serem lavrados de forma que a dureza média do minério atenda à capacidade de projeto da usina de concentração. A Figura 3.2 representa um modelo de blocos da variável percentual de minério duro, mostrando as frentes de lavra com suas respectivas durezas.

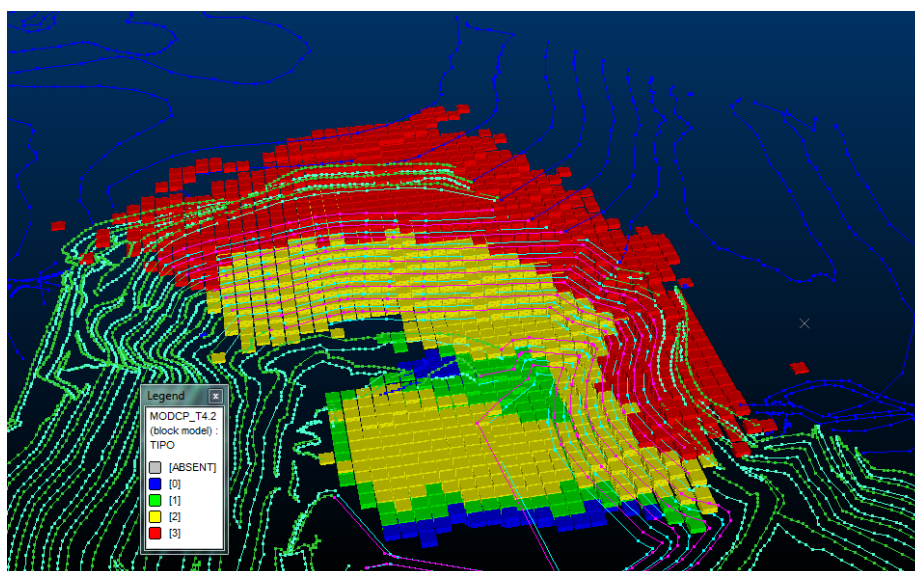


Figura 3.2 - Modelo de blocos da dureza do minério (Fonte: VALE FERTILIZANTES, 2010).

3.2.3.2.4. Percentual de minério da frente 02

A frente de lavra 02, chamada de região da bigorna ou simplesmente frente 02, foi escolhida pelo fato de ser a região da mina que tem apresentado maiores recuperações nos ensaios da planta piloto e por representar a longevidade da mina nos próximos anos. A mesma foi dividida em vários avanços que se encontram em diferentes cotas. Porém neste estudo considerou-se apenas o percentual da frente 02 na pilha de minério que foi formada, não levando em considerando os avanços que foram lavrados.

A massa de minério da frente 02 que formou a pilha foi calculada pelo número de viagens de caminhão provenientes desta frente, que é um controle realizado pela Operação e Planejamento de Lavra. A massa total transportada na mina foi calculada por uma balança instalada na correia transportadora que interliga os circuitos de britagem primária e secundária. Uma vez determinado o número de viagens de minério (NVM) e a massa total de minério (MTM) que passou pela correia transportadora, foi obtida a massa média por viagem de caminhão, chamada de fator caçamba (FC), utilizando a Equação 3.8.

$$FC(t) = \sum_{i=0}^6 \frac{MTM_i}{NVM_i} \quad (3.8)$$

Com o número de viagens de caminhão de minério da frente 02 (NVM_2), o valor do fator caçamba (FC) e a massa total da pilha (MTP), o percentual de minério da frente 02 (P_{MINF2}) que formou a pilha foi determinado conforme a Equação 3.9.

$$P_{MINF2}(\%) = \frac{FC(t) \times NVM_2}{MTP(t)} \quad (3.9)$$

3.3. Estudo da flotação de bancada na planta piloto

3.3.1. Ensaios de flotação de bancada na planta piloto: descrição

Os ensaios de flotação de bancada, realizados em escala piloto, são muito utilizados na indústria mineral, pois se trata de um procedimento de baixo custo e que permite prever o comportamento do minério na flotação industrial mediante diferentes dosagens de reagentes químicos. Conforme dito na introdução deste trabalho, somente o óleo vegetal e o reagente

sintético, matéria-prima dos coletores, abrange aproximadamente 60% do custo variável da usina de beneficiamento do CMT. Portanto os resultados dos ensaios de flotação de bancada tornam-se muito importantes, pois são estes ensaios que permitem avaliar a dosagem adequada de reagentes de forma a maximizar as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , além de racionalizar os custos variáveis.

Nos ensaios de flotação de bancada no CMT, a dosagem de coletor e o percentual de coletor sintético são as variáveis independentes, e as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 são as variáveis dependentes.

Conforme mencionado na Introdução deste trabalho, atualmente os ensaios de flotação de bancada no CMT são realizados somente para o circuito friável e granulado.

Os ensaios de flotação de bancada, para cada circuito, seja o friável ou o granulado, são divididos em três etapas: a primeira consiste na estruturação dos ensaios utilizando a metodologia do planejamento fatorial; a segunda na realização do procedimento de preparação das amostras e reagentes, e a execução da flotação de bancada propriamente dita; e a terceira relacionada à interpretação dos resultados estatísticos. Nos tópicos 3.3.2 e 3.3.3 seguem os procedimentos adotados para realizar os ensaios de flotação de bancada e a metodologia do planejamento fatorial aplicado nos ensaios de flotação de bancada, respectivamente.

3.3.2. Flotação de bancada na planta piloto para otimização das dosagens de reagentes: procedimento experimental

A flotação de bancada, realizada no CMT, consiste na indicação da dosagem de coletor (em g/t) e participação de coletor sintético (em %) que maximizam as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação dos circuitos friável e granulado, para um teor de concentrado fosfático de 35% de P_2O_5 . Com base nos resultados da flotação de bancada, a Operação de Beneficiamento ajusta os circuitos de flotação industriais, sempre buscando maiores recuperações. Nos tópicos 3.3.2.1 a 3.3.2.5 são apresentadas as etapas dos ensaios de flotação de bancada, incluindo as premissas adotadas, preparação de amostras e reagentes, e execução dos testes de flotação de bancada, em escala piloto. Todo este trabalho foi realizado pela equipe técnica da Gerência de Processos Mineraiis.

3.3.2.1. Premissas adotadas na flotação de bancada na planta piloto

A seguir, têm-se as premissas adotadas na flotação de bancada na planta piloto:

- ❖ As amostras para realização dos testes foram coletadas na usina de beneficiamento (na alimentação dos circuitos de flotação industriais) e preparadas conforme procedimento citado no tópico 3.3.2.2, pela equipe da Planta Piloto;
- ❖ Os equipamentos e instrumentos utilizados nos ensaios de flotação em bancada foram controlados e selecionados, garantindo a precisão das medições e ensaios realizados;
- ❖ Foram realizados no mínimo três ensaios de flotação em bancada para cada circuito (granulado e friável), variando-se a dosagem de coletor em g/t AN de forma a se obter um concentrado com teor de P_2O_5 próximo à especificação, sendo AN a alimentação nova da flotação;
- ❖ O óleo vegetal e o coletor sintético utilizados para os ensaios de flotação de bancada foram os mesmos utilizados no processo produtivo do Complexo de Mineração de Tapira;
- ❖ A participação do coletor sintético na composição final do coletor para os testes de flotação de bancada foi alterada de acordo com os limites pré-estabelecidos para cada circuito, sendo de 0 a 30% para o circuito friável e de 20 a 50% para o circuito granulado;
- ❖ A soda cáustica utilizada na preparação das soluções e para aferição de pH foi a mesma utilizada no processo produtivo do CMT;
- ❖ O amido de milho/fubá utilizado na preparação da solução de depressor foi o mesmo utilizado no processo produtivo do CMT.

3.3.2.2. Preparação das amostras para os ensaios de flotação de bancada

3.3.2.2.1. Alimentação nova da flotação de bancada do circuito friável

A alimentação nova da flotação do circuito friável, que ocorreu em batelada, foi composta por duas frações, sendo a primeira o produto da terceira deslamagem (*underflow*), chamado de AN Grosso Friável e que representa 85% da massa. Já a segunda fração consiste no concentrado da coluna de flotação do circuito friável fino, chamado de CF e que compõe 15% da massa. Na Figura 3.3, tem-se as etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito friável. O AN Grosso Friável (75 % menor que 0,212 mm) foi secada, desaglomerada e homogeneizada através de pilha alongada, de onde foram retiradas duas alíquotas, sendo uma de 200 gramas direcionada para análise química, e outra de 850 g para o ensaio de flotação de bancada. Já o CF por ser muito fino (86 % menor que 0,212 mm) e de baixa concentração de sólidos, passou pela filtragem a vácuo, seguido de secagem, desaglomeração e homogeneização em pilha alongada, onde 200 g foram para a análise química, e 150 g foram para a análise química, e 150 g direcionadas aos ensaios de flotação de bancada. Percebe-se que a alimentação nova da flotação de bancada do circuito friável consistiu na mesma proporção industrial, ou seja, em 850 g do AN Grosso Friável e 150 g do CF, totalizando 1.000 g para cada ensaio.

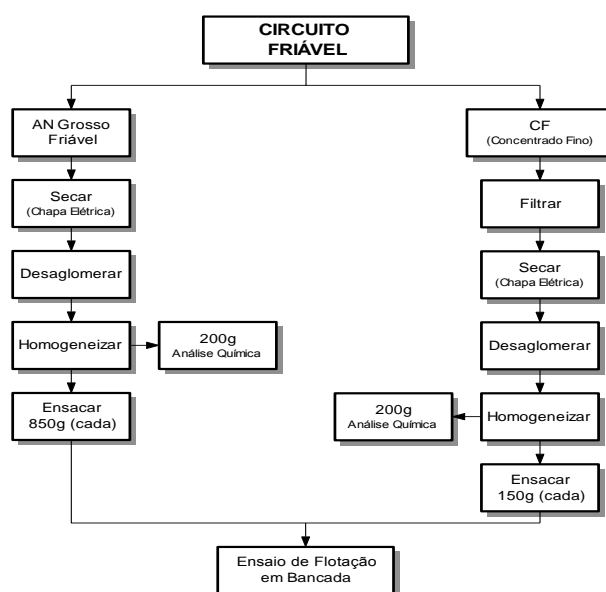


Figura 3.3 - Etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito friável (VALE FERTILIZANTES, 2010).

3.3.2.2. Alimentação nova da flotação de bancada do circuito granulado

A alimentação nova da flotação do circuito granulado também é composta por duas frações, sendo a primeira o produto da terceira deslamagem (*underflow*), chamado de AN Grosso Granulado e que representa 70% da massa, e já a segunda fração consiste no produto da segunda deslamagem (*underflow*), chamado de AN Fino Granulado, e que compõe 30% da massa.

Na Figura 3.4, seguem as etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito granulado. O AN Grosso Granulado (80 % menor que 0,212 mm) foi secado, desaglomerado e homogeneizado através de pilha alongada e retirada 850 g. Já a AN Fino Granulado (96,5 % menor que 0,212 mm) passou pelas mesmas etapas de preparação da AN Grosso Granulado, porém foram retiradas 350 g. As massas da AN Grosso e Fino Granulado, totalizando 1200 g, foram misturados e homogeneizadas em pilha alongada de onde foram retiradas novamente 200 g para análise química e 1000 g para o ensaio de flotação de bancada do circuito granulado.

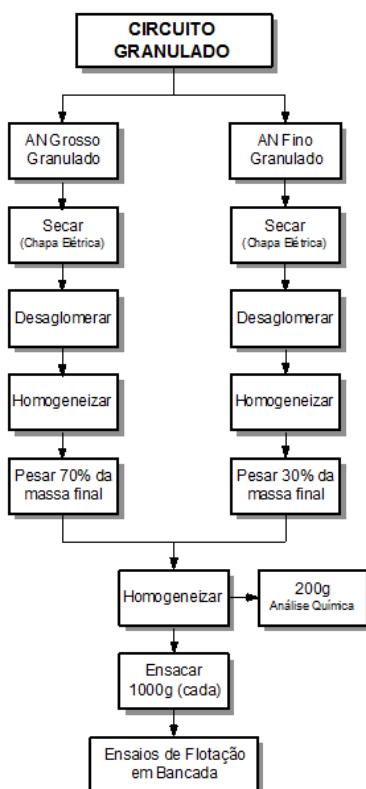


Figura 3.4 - Etapas de preparação da alimentação nova da flotação de bancada do circuito granulado (VALE FERTILIZANTES, 2010).

3.3.2.3. Preparação dos reagentes utilizados nos testes de flotação de bancada

Os reagentes a serem utilizados na flotação de bancada (coletor e depressor) foram preparados e pesados de acordo com a dosagem pré-estabelecida de coletor e de depressor (d_{COL} e d_{DEPRE}) em g/t AN. Para se calcular a massa das soluções de coletor e de depressor (M_{COL} e M_{DEPRE}) em gramas, foram utilizadas as Equações 3.10 e 3.11.

Para a solução de coletor a 5% de concentração:

$$M_{COL} (g) = \frac{0,001 \times d_{COL} \left(\frac{g}{t} \right)}{5} \times 100 \quad (3.10)$$

Para a solução de depressor a 2% de concentração:

$$M_{DEPRE} (g) = \frac{0,001 \times d_{DEPRE} \left(\frac{g}{t} \right)}{2} \times 100 \quad (3.11)$$

3.3.2.3.1. Preparação da solução de depressor

A solução de depressor foi preparada mediante as etapas a seguir:

- ❖ O amido de milho/fubá foi pesado em um béquer de 400 mL;
- ❖ A solução de NaOH foi pesada em um copo descartável (50 mL);
- ❖ 15% da água foram pesados em um copo descartável (50 mL);
- ❖ 85% da água foram pesados em um béquer de 400 mL;
- ❖ O amido de milho/fubá foi diluído em água (15% da água total), e bem misturado para a completa diluição;
- ❖ A solução de NaOH foi adicionada, misturada vigorosamente até tornar um gel;
- ❖ O restante da água foi adicionado para a concentração final.

3.3.2.3.2. Preparação da solução de coletor vegetal

A solução de coletor vegetal foi preparada conforme etapas a seguir:

- ❖ O óleo vegetal foi pesado em um béquer de 400 mL;
- ❖ A solução de NaOH a 50% foi pesada em recipiente separado (copo descartável) e a água foi pesada em um béquer de 400 mL;
- ❖ Foi adicionado mais ou menos 10% de água total, no óleo;
- ❖ Foi adicionada a solução de NaOH a 50% misturando sempre com um bastão até obter uma mistura homogênea;
- ❖ Foi adicionado o restante da água, até obter uma solução homogênea e que não apresente grumos.

3.3.2.3.3. Preparação da solução de coletor sintético

Para a preparação da solução de coletor sintético as seguintes etapas foram adotadas:

- ❖ Primeiramente o frasco de coletor sintético foi bem agitado, pois o coletor em repouso tem a tendência de separar fases;
- ❖ O coletor sintético foi pesado (5 g) em um béquer de 400 mL;
- ❖ Foi adicionado 95 g de água, agitando bem até obter uma solução homogênea;
- ❖ Para preparo de um volume menor de solução de coletor sintético, foram obedecidas as mesmas proporções de água e coletor sintético e adequado o tamanho dos utensílios.

3.3.2.4. Execução do ensaio de flotação em bancada

Para a execução dos ensaios de flotação de bancada dos circuitos friável e granulado, as seguintes etapas foram seguidas:

- ❖ A amostra de alimentação nova (1.000 g) foi colocada na cuba *rougher* e foram adicionados 550 mL \pm 50 mL de água;
- ❖ A célula de flotação foi ligada e a rotação foi ajustada em 1.000 RPM;
- ❖ Foi adicionada a solução de depressor, preparada conforme descrito no tópico 3.3.2.3.1, e condicionado por 5 min. Logo após, foi adicionada a solução de coletor, na proporção de coletor vegetal e coletor sintético previamente indicado, e foi condicionada por 1 min;
- ❖ Foi adicionada água até o nível abaixo de transbordo e a rotação foi elevada para 1.400 RPM;
- ❖ O pH foi ajustado para 9 utilizando solução de NaOH;
- ❖ A aeração foi aberta e toda espuma coletada transferida para a cuba *cleaner* e adicionado água até o nível abaixo de transbordo. Foi realizado novamente o condicionamento da polpa durante 1 min com rotação de 1.000 RPM. A aeração foi aberta novamente e toda espuma foi coletada.

3.3.2.5. Preparação da amostra de concentrado dos testes de flotação de bancada

Após os ensaios de flotação de bancada, a amostra de concentrado foi preparada para ser enviada ao laboratório químico do CMT. Segue abaixo a descrição das etapas.

- ❖ A espuma foi secada (concentrado *cleaner*), e pesada;

- ❖ Toda a amostra foi quarteada de modo a obter $25 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de material utilizando o quarteador Jones. Em seguida, a amostra foi pulverizada por 3 min;
- ❖ Depois de pulverizada, a massa foi transferida para um recipiente devidamente identificado e enviado para o laboratório químico do CMT, onde foi realizada a análise química dos elementos úteis e não úteis presentes.

3.3.3. Metodologia do planejamento fatorial dos ensaios de flotação de bancada

Na flotação de bancada foi utilizado o planejamento do tipo 2^k , no qual cada fator foi investigado em dois níveis cobrindo a amplitude de interesse e também foi utilizado o algoritmo de Yates para o cálculo dos efeitos das variáveis independentes sobre a variável dependente.

Na Tabela 3.3 tem-se a matriz dos níveis codificados para cada ensaio, onde Y_1 a Y_4 é o valor da variável dependente (recuperação mássica ou metalúrgica de P_2O_5 da flotação) dos quatro ensaios, X_1 e X_2 são as variáveis independentes, e X_1X_2 é o parâmetro de interação. Já na Tabela 3.4 segue o algoritmo utilizado para cálculo do efeito das variáveis independentes X_1 e X_2 sobre a variável dependente Y .

Tabela 3.3 - Variáveis independentes codificadas e parâmetros de interação utilizados no planejamento fatorial dos ensaios de flotação de bancada.

Nº Ensaio	Resposta Medida	Fatores		
		da Matriz do Plano Fatorial		da Interação
		X_1	X_2	X_1X_2
1	Y_1	-1	-1	+1
2	Y_2	-1	+1	-1
3	Y_3	+1	-1	-1
4	Y_4	+1	+1	+1

Tabela 3.4 - Algoritmo de Yates utilizado para cálculo dos efeitos das variáveis independentes sobre a variável dependente.

Nº Ensaio	Resposta Media	(1)	(2)	Efeitos totais (3)	Coefficientes (4) = (3)/4
1	Y_1	$Y_1 + Y_2$	$Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$	$Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4 + Y_2 - Y_1 + Y_4 - Y_3$	a_0
2	Y_2	$Y_3 + Y_4$	$Y_2 - Y_1 + Y_4 - Y_3$	$Y_3 + Y_4 - Y_1 - Y_2 + Y_4 - Y_3 - Y_2 + Y_1$	a_1
3	Y_3	$Y_2 - Y_1$	$Y_3 + Y_4 - Y_1 - Y_2$	$Y_2 - Y_1 + Y_4 - Y_3 - Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4$	a_2
4	Y_4	$Y_4 - Y_3$	$Y_4 - Y_3 - Y_2 + Y_1$	$Y_4 - Y_3 - Y_2 + Y_1 - Y_3 - Y_4 + Y_1 + Y_2$	a_3

Na coluna (1) da Tabela 3.4, constam as somas dos pares adjacentes das respostas medidas. Na coluna (2) tem-se a soma dos pares adjacentes da coluna (1) e na coluna (3) dos efeitos totais tem-se a soma dos pares adjacentes da coluna (2). Após o cálculo dos efeitos, foram determinados os coeficientes das variáveis independentes e de seus parâmetros de interação. A partir dos coeficientes, foi elaborada a equação que relaciona a recuperação metalúrgica e as variáveis independentes e seus parâmetros de interação.

Nesta metodologia, utilizada no Complexo de Mineração de Tapira, foram avaliados nos ensaios realizados, os valores das variáveis independentes (X_1 e X_2) que possibilitaram atingir o teor de 35% de P_2O_5 no concentrado fosfático da flotação de bancada, que é a especificação do produto. A partir dos valores das variáveis independentes e da equação empírica, foi calculada a recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 a ser obtida na flotação de bancada. Este procedimento foi aplicado para os dois circuitos (friável e granulado). Nesta dissertação, a análise do efeito das variáveis independentes sobre a variável dependente e a determinação dos valores das variáveis independentes que maximizam a variável dependente foi realizada utilizando a regressão múltipla no *software* Statistica® e a técnica de superfície de respostas no *software* Maple®, que é a mesma metodologia aplicada no estudo das pilhas de minério (tópico 3.2) e no estudo da flotação industrial (tópico 3.4), e que cujo passo a passo se encontra detalhado no tópico 3.5.

No item 3.3.4, tem-se a descrição e forma de cálculo das variáveis dependentes e independentes consideradas no estudo da flotação de bancada.

3.3.4. Variáveis do estudo da flotação de bancada: descrição e forma de cálculo

Na Tabela 3.5 e seguem as variáveis dependentes e independentes consideradas na análise estatística dos resultados da flotação de bancada, tanto para o circuito friável quanto para o granulado.

Tabela 3.5 - Variáveis da flotação de bancada do circuito friável e granulado.

VARIÁVEL	UNIDADE	TIPO
Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação	%	Dependente
Recuperação mássica da flotação	%	
Dosagem de coletor	g / t	Independente
Percentual de coletor sintético	%	

3.3.4.1. Variáveis dependentes do estudo da flotação de bancada

Após o ensaio de flotação de bancada, descrito no procedimento experimental do tópico 3.3.2, a recuperação mássica do ensaio de flotação de bancada ($RMASS_{FB}$) foi obtida pela Equação 3.12, onde MC_{FB} é a massa de concentrado da flotação de bancada (em kg) e MAN_{FB} a massa da alimentação nova da flotação de bancada (em kg). Já a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada ($RMET_{FB}$) foi calculada utilizando a Equação 3.13, no qual $RMASS_{FB}$ é a recuperação mássica, C_{FB} é o teor de P_2O_5 do concentrado e AN_{FB} é o teor de P_2O_5 da alimentação nova da flotação de bancada.

$$RMASS_{FB} (\%) = \frac{MC_{FB} \text{ (kg)}}{MAN_{FB} \text{ (kg)}} \times 100 \quad (3.12)$$

$$RMET_{FB} (\%) = RMASS_{FB} (\%) \times \frac{C_{FB} (\% P_2O_5)}{AN_{FB} (\% P_2O_5)} \quad (3.13)$$

3.3.4.2. Variáveis independentes do estudo da flotação de bancada

No estudo da flotação de bancada, em escala piloto, as variáveis independentes foram a dosagem de coletor e o percentual de coletor sintético na mistura de coletor. O coletor foi preparado por uma reação de saponificação que consiste na adição de água, NaOH a 10%, e óleo vegetal e sintético, nas proporções adotadas. O depressor, reagente responsável pelo aumento de seletividade do coletor, foi obtido pela mistura de fubá de milho, água de

processo (a mesma utilizada na flotação industrial) e NaOH a 10%, chamada de reação de gelatinização, mantido fixo neste estudo. Os reagentes foram preparados conforme procedimento mencionado no tópico 3.3.2.3.

A seguir, na Tabela 3.6, tem-se por circuito os intervalos de dosagem de coletor e participação de coletor sintético, bem como a dosagem de depressor, utilizados nos ensaios de flotação de bancada dos circuitos friável e granulado.

Tabela 3.6 – Intervalo dos reagentes utilizados nos ensaios de flotação de bancada dos circuitos friável e granulado.

Circuito	Coletor (g/t)	Sintético (%)	Depressor (g/t)
Friável	100 - 700	0 - 30	500
Granulado	80 - 475	20 - 50	300

3.4. Estudo da flotação industrial

3.4.1. Flotação industrial do Complexo de Mineração de Tapira: descrição

A flotação industrial do Complexo de Mineração de Tapira (CMT) consiste em três circuitos, chamados de granulado, friável e ultrafino, sendo que os concentrados dos circuitos granulado e friável compõem o principal produto chamado de concentrado fosfático convencional, que é expedido à unidade de Uberaba através de mineroduto, e o concentrado do circuito ultrafino que, após passar pela etapa de filtragem, segue para as unidades de Uberaba e Araxá através de transporte rodoviário. Nas Figuras 3.5, 3.6 e 3.7 tem-se imagens referentes à flotação industrial dos circuitos friável, granulado e ultrafino do CMT, respectivamente.



Figura 3.5 - Flotação do circuito friável.



Figura 3.6 - Flotação do circuito granulado.



Figura 3.7 - Flotação do circuito ultrafino.

Em ambos os circuitos de flotação há a etapa do condicionamento, onde são adicionados os seguintes reagentes: amido de milho gelatinizado, chamado depressor, soda com concentração de 10% e óleo vegetal e sintético saponificado, chamado de coletores. O depressor e a soda são adicionados na primeira etapa de condicionamento e já o coletor na segunda etapa, que recebe o minério do condicionamento da primeira etapa por transbordo. O que mais diferencia um circuito do outro é dosagem do reagente, que geralmente é definida pelo teste fatorial, podendo ser alterada mediante observações de campo operacionais. A Figura 3.8 mostra as duas etapas de condicionamento industrial da flotação do circuito ultrafino.



Figura 3.8 - Condicionamento industrial da flotação do circuito de ultrafino.

Quanto aos equipamentos de flotação utilizados, no circuito friável são utilizadas células mecânicas e colunas enquanto no circuito granulado utilizam-se somente células mecânicas, e já no circuito ultrafino somente colunas.

Nos três circuitos de flotação há diferentes estágios de flotação, sendo o primeiro uma etapa de desbaste chamada de *rougher*, seguido de duas etapas chamadas de *cleaner* e *scavenger*. Nos circuitos friável e granulado há uma segunda etapa de limpeza chamada de *re-cleaner*. Todas estas etapas possuem a variável de controle de nível de polpa, que é atuada através de um sistema remoto pela sala de controle. Pelo fato de haver diferentes etapas, o circuito opera em regime fechado, com a presença de cargas circulantes, que são massas transferidas de um estágio para o outro através de bombas de polpa ou com o auxílio da força da gravidade.

Conforme mencionado na introdução deste trabalho, as maiores perdas de massa no processo ocorrem nas etapas de flotação, sendo 29% no rejeito da flotação do circuito friável, 9% no rejeito da flotação do circuito granulado e 4,3% na flotação do circuito ultrafino, totalizando aproximadamente 42,3%. Ressalta-se também que a flotação é a etapa unitária de beneficiamento que tem tornado possível o aproveitamento econômico de minérios complexos ou com baixo teor. No caso do fosfato do CMT, o minério alimenta a usina de beneficiamento com aproximadamente 8,0% de P_2O_5 e sai no produto, concentrado fosfático, com 35% de P_2O_5 . Para que essa razão de enriquecimento seja atingida, é necessário que as variáveis da flotação estejam sobre controle, dentro dos limites de operação. Porém, os valores ótimos das variáveis, ou seja, aqueles que possibilitam atingir o teor de P_2O_5 no concentrado e máxima recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 na flotação industrial, ainda não são conhecidos. Atualmente existem diversas variáveis que estão na mão do operador, ou seja, podem ser atuadas localmente ou remotamente, para controlar o processo. Entre essas variáveis tem-se a concentração de sólidos que alimenta a etapa, a dosagem de reagentes químicos como coletores, depressores e NaOH a 10% de concentração, nível de polpa e vazões de ar das colunas de flotação. Também há variáveis do minério que cabe investigar sua influência nas recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação, que são o teor de P_2O_5 do minério, o percentual de minério da frente 02 e o número de pilhas de minério que alimenta a usina de beneficiamento em um dia. Quando o teor de P_2O_5 do minério é mais elevado, o teor que chega à flotação também é mais rico, propiciando ganhos em recuperação. Conforme mencionado no tópico 3.2.3.2.4, o minério da frente de lavra 02, tem apresentado maiores recuperações nos ensaios da planta piloto e representa a longevidade da mina nos próximos anos. O número de pilhas de minério, afeta diretamente na massa de polpa que chega à flotação, considerando a complexidade mineralógica do minério fosfático de Tapira. Embora as variáveis do minério não sejam de controle direto do operador de flotação, torna-se importante conhecer sua influência nas recuperações da flotação, uma vez que o Planejamento de Lavra poderá avaliar planos alternativos de lavra para atender à necessidade do mercado.

3.4.2. Variáveis do estudo da flotação industrial: descrição e forma de cálculo

Nas Tabelas 3.7, 3.8 e 3.9 seguem as variáveis dependentes e independentes consideradas na análise estatística da flotação industrial, para os circuitos de flotação friável, granulado e ultrafino, respectivamente.

Tabela 3.7 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito friável.

VARIÁVEL	UNIDADE	TIPO
Recuperação mássica da flotação	%	Dependente
Recuperação metalúrgica da flotação	%	
Nº de pilhas de minério retomadas	-	Independente
Percentual de minério da frente 02	%	
Teor de P ₂ O ₅ no minério	%	
Concentração de sólidos na alimentação da flotação	%	
Dosagem de coletor vegetal	g / t	
Dosagem de coletor sintético	g / t	
Dosagem de depressor	g / t	
Nível de polpa da etapa <i>rougher</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>cleaner</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>recleaner</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>scavenger</i>	%	

Tabela 3.8 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito granulado.

VARIÁVEL	UNIDADE	TIPO
Recuperação mássica da flotação	%	Dependente
Recuperação metalúrgica da flotação	%	
Percentual de minério da frente 02	%	Independente
Teor P ₂ O ₅ no minério	%	
Dosagem de depressor	g / t	
Dosagem de coletor	g / t	
Nível de polpa da etapa <i>rougher</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>cleaner</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>recleaner</i>	%	
Nível de polpa da etapa <i>scavenger</i>	%	

Tabela 3.9 - Variáveis do estudo da flotação industrial do circuito ultrafino.

VARIÁVEL	UNIDADE	TIPO
Recuperação mássica da flotação	%	Dependente
Percentual de minério da frente 02	%	Independente
Teor P ₂ O ₅ no minério	%	
Dosagem de depressor	g / t	
Dosagem de coletor	g / t	
Dosagem soda	L / h	
Vazão de ar da etapa <i>rougher</i>	m ³ /h	
Vazão de ar da etapa <i>cleaner</i>	m ³ /h	

3.4.2.1. Variáveis dependentes do estudo da flotação industrial

3.4.2.1.1. Recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação: circuito friável e granulado

A recuperação mássica da flotação industrial representa o percentual de massa da alimentação da flotação que se tornou produto, ou seja, concentrado. A mesma foi calculada com base nos teores de alimentação, concentrado e rejeito do circuito friável e granulado. As Equações, 3.14 e 3.15, mostram a forma de cálculo da recuperação mássicas da flotação dos circuitos friável ($RMASS_{FR}$) e granulado ($RMASS_{GR}$), respectivamente. As mesmas foram calculadas utilizando os teores de P_2O_5 das alimentações (A_{FR} e A_{GR}), dos concentrados (C_{FR} e C_{GR}) e rejeitos (R_{FR} e R_{GR}) das flotações.

$$RMASSFI_{FR} (\%) = \frac{A_{FR} (\% P_2O_5) - R_{FR} (\% P_2O_5)}{C_{FR} (\% P_2O_5) - R_{FR} (\% P_2O_5)} \times 100 \quad (3.14)$$

$$RMASSFI_{GR} (\%) = \frac{A_{GR} (\% P_2O_5) - R_{GR} (\% P_2O_5)}{C_{GR} (\% P_2O_5) - R_{GR} (\% P_2O_5)} \times 100 \quad (3.15)$$

Já a recuperação metalúrgica de P_2O_5 ($RMET_{FR}$ e $RMET_{GR}$) da flotação industrial é o percentual de massa de P_2O_5 da alimentação da usina que foi recuperada no concentrado, que foi calculada utilizando as Equações 3.16 e 3.17, a partir da recuperação mássica ($RMASS_{FR}$ e $RMASS_{GR}$), dos teores de P_2O_5 da alimentação (A_{FR} e A_{GR}) e do concentrado (C_{FR} e C_{GR}) dos circuitos friável e granulado.

$$RMETFI_{FR} (\%) = RMASSFI_{FR} (\%) \times \frac{C_{FR} (\% P_2O_5)}{A_{FR} (\% P_2O_5)} \times 100 \quad (3.16)$$

$$RMETFI_{GR} (\%) = RMASSFI_{GR} (\%) \times \frac{C_{GR} (\% P_2O_5)}{A_{GR} (\% P_2O_5)} \times 100 \quad (3.17)$$

Os teores de P_2O_5 do minério na alimentação, concentrado e rejeito das etapas de flotação foram obtidos no laboratório químico da Vale Fertilizantes, através do método de fluorescência de raios-X.

3.4.2.1.2. Circuito ultrafino

A recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino ($RMASS_{UF}$) foi calculada a partir das vazões mássicas de alimentação e concentrado da etapa (AN_{UF} e C_{UF} , respectivamente), através da Equação 3.18. As vazões mássicas foram registradas no banco de dados do sistema supervisor do CMT, em intervalos de 5 min, por medidores de vazão que se encontram instalados nas tubulações de recalque das bombas de polpa.

$$RMASSFI_{UF} (\%) = \frac{C_{UF} (t/h)}{AN_{UF} (t/h)} \times 100 \quad (3.18)$$

3.4.2.2. Variáveis independentes do estudo da flotação industrial

3.4.2.2.1. Número de pilhas de minério

As pilhas de minério são formadas em dois pátios de homogeneização, com aproximadamente 700 m de comprimento, chamadas de A e B. O minério antes de ser empilhado, passou pelas etapas de britagem primária e secundária. Geralmente, enquanto uma pilha está sendo retomada em um dos pátios para alimentar a usina de concentração, a outra está sendo formada no outro pátio. Em condições normais, no dia que ocorre a troca de pátio, duas pilhas distintas são retomadas no mesmo dia. Porém, ocorrem situações em que é necessário retomar mais de duas pilhas no mesmo dia, quando determinados equipamentos apresentam indisponibilidade e quando o fator de ocupação da pilha está aquém do limite mínimo necessário (300 t/m) para assegurar a taxa nominal de alimentação da usina (2100 t/h). Ressalta-se que cada pilha formada possui características distintas, em termos de teores, dureza e massa direcionada ao circuito de flotação.

O número de pilhas de minério que alimenta a usina no dia é registrado em uma planilha de controle.

3.4.2.2.2. Percentual de minério da frente 02

A descrição e forma de cálculo da variável percentual de minério da frente 02 é a mesma descrita no tópico 3.2.3.2.4.

3.4.2.2.3. Concentração de sólidos

A variável concentração de sólidos foi obtida através de instrumentos (densímetro e medidor de vazão) instalados na tubulação de recalque da bomba de polpa que transporta a massa proveniente do condicionamento até o estágio Rougher da flotação. O densímetro registrou no banco de dados do sistema supervisório do CMT a densidade da polpa em intervalos de 5 min. Uma vez obtida a densidade da polpa (dp) e conhecendo-se a densidade do sólido (ds) e do fluido (df), no caso a água, a concentração de sólidos ($\%_{SOL}$) foi calculada utilizando a Equação 3.19. Na Figura 3.9 mostra o densímetro acoplado na tubulação de recalque de uma bomba de polpa.

$$\%_{SOL} = \frac{ds (dp - df)}{dp (ds - df)} \times 100 \quad (3.19)$$



Figura 3.9 - Densímetro e medidor de vazão.

3.4.2.2.4. Dosagem de reagentes: depressor e coletor

Os reagentes químicos coletor e depressor, antes de serem utilizados no processo industrial, foram preparados nas condições adequadas para a flotação de fosfato.

Para a preparação do depressor, a vazão mássica do fubá de milho foi controlada por uma balança que opera em sistema remoto, ou seja, pela sala de controle. Já as dosagens de

água e NaOH a 10% são controladas por válvulas, que se ajustam conforme a dosagem de depressor desejada. Durante a reação de gelatinização, a relação mássica entre NaOH a 10% e o fubá foi de 25%. Quando o operador de sala de controle precisa alterar a dosagem de determinado circuito de flotação, altera no sistema remoto a vazão da solução de depressor (L/h) necessária para atingir a dosagem de depressor (g/t). Ressaltando que para os circuitos friável e granuloso, as dosagens são ajustadas conforme os resultados indicados na flotação de bancada. Como a etapa de preparação do depressor (reação de gelatinização do fubá) é individualizada para cada circuito, a atuação é feita na forma individual, ou seja, há um instrumento instalado em cada circuito. Neste trabalho, a dosagem de depressor (d_{DEPRE}) da flotação industrial dos três circuitos estudados foi calculada utilizando a Equação 3.20, onde 0,9 é a densidade do fubá de milho (em g/cm³) e A_{UB} é a massa de alimentação da usina de beneficiamento (em t/h base seca). Na Figura 3.10, pode-se ver a etapa de preparação do depressor, para o circuito granuloso, antes de alimentar o condicionamento industrial.

$$d_{DEPRE} \left(\frac{g}{t} \right) = \frac{d_{DEPRE} \left(\frac{l}{h} \right) \times 0,9 \left(\frac{g}{cm^3} \right) \times 1000}{A_{UB} \left(\frac{t}{h} \right)} \quad (3.20)$$



Figura 3.10 - Preparação do depressor do circuito granuloso.

Já para a preparação do coletor, a vazão volumétrica de óleo vegetal e reagente sintético é controlada pelo sistema remoto de forma a dosar o percentual de óleo sintético desejado. As dosagens de água e NaOH a 10% são controladas por válvulas que se ajustam para manter a relação entre NaOH a 10% e óleo de 9%, e a relação de conversão desejada, geralmente entre 45 e 60%. Em seguida o coletor passa pelo processo de expansão através de

agitação com água até atingir a consistência de um sabão. Na Equação 3.21 verifica-se a forma de cálculo da dosagem de coletor (d_{COL}) na flotação industrial, respectivamente, onde 0,9 é a densidade do óleo vegetal e sintético (em g/cm³) e A_{UB} é a massa de alimentação da usina de beneficiamento (em t/h base seca). Nas Figuras 3.11 e 3.12, têm-se as etapas de conversão do óleo em sabão e diluição da solução, respectivamente, antes de ser bombeado para o condicionamento industrial do circuito granulado.

$$d_{COL} \left(\frac{g}{t} \right) = \frac{d_{COL} \left(\frac{l}{h} \right) \times 0,9 \left(\frac{g}{cm^3} \right) \times 1000}{A_{UB} \left(\frac{t}{h} \right)} \quad (3.21)$$



Figura 3.11 - Preparação do coletor - saponificação do óleo vegetal e sintético.

A solução de NaOH, utilizada como regulador de pH nas etapas de preparação de reagente e na flotação industrial, é descarregada em tanques primários com concentração de 50%. A massa do tanque primário é transferida para o tanque de diluição, que possui uma válvula de controle de água para adequar a concentração da NaOH para 10%, que é a desejada para as reações de gelatinização e saponificação, bem como para regular o pH na flotação industrial. Os tanques de diluição da solução de NaOH são mostrados na Figura 3.13.



Figura 3.12 - Preparação do coletor – expansão do reagente.



Figura 3.13 - Preparação de soda – diluição a 10%.

3.4.2.2.5. Nível de polpa nas células e colunas de flotação

Na flotação industrial, o ajuste da variável nível de polpa é feito através de um conjunto sensor-válvula. O sensor registra os valores de nível de polpa e passa o comando para uma válvula pneumática, instalada na descarga do rejeito da célula mecânica ou da coluna de flotação, que abre ou fecha mediante o valor pedido na sala de controle. Quando o nível de polpa está muito elevado, a camada de espuma é reduzida, tendendo a um aumento

de coleta nas células ou colunas de flotação, podendo ocasionar na queda do teor de P_2O_5 no concentrado e, consequentemente, aumento na recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 da etapa. Por ser uma variável que oferece uma resposta em menor tempo se comparada aos reagentes, além de ser muito utilizada no processo industrial, é importante ser avaliada. Os valores de nível de polpa foram registrados em um banco de dados do sistema supervisor do CMT, em intervalos de 5 min. As Figuras 3.14 e 3.15 mostram um sistema de válvula instalado em um banco de células mecânicas do circuito friável e as Figuras 3.16 e 3.16 ilustram um conjunto sensor-válvula utilizada na coluna de flotação do circuito ultrafino. Quando a válvula de rejeito fecha, por exemplo, a saída do rejeito é reprimida e o nível de polpa na célula é aumentado, e vice-versa.



Figura 3.14 - Válvula de controle de nível de polpa nas células mecânicas do circuito friável.



Figura 3.15 - Descarga de rejeito em célula mecânica do circuito friável.



Figura 3.16 - Sensor de nível de polpa em coluna de flotação do circuito ultrafino.



Figura 3.17 - Válvula de controle de nível de polpa na coluna de flotação do circuito ultrafino.

3.4.2.2.6. Vazão de ar das colunas de flotação

O ar é o fluido utilizado para fazer o arraste das partículas hidrofóbicas à zona de coleta da coluna de flotação. Antes de alimentar as colunas, o ar proveniente dos compressores, passa por válvulas que controlam a vazão do ar de acordo com o valor pedido

na sala de controle. O instrumento de vazão, mostrado na Figura 3.18, mede os valores de vazão de ar e os registra em um banco de dados do sistema supervisório do CMT, em intervalos de 5 min.



Figura 3.18 - Válvula de controle da vazão de ar nas colunas de flotação.

Após passar pelo controlador de vazão, o ar alimenta um sistema formado por tubulações e válvulas chamado de manifold, mostrado na Figura 3.19, no qual o ar entra em contato com a polpa, após quebrar em microbolhas no tubo de cavitação. A polpa já aderida ao ar alimenta a coluna através de bombas de recirculação.



Figura 3.19 - Manifold da coluna de flotação do circuito de ultrafino.

3.5. Análise estatística global: técnica de superfície de resposta

A metodologia de superfície de resposta é uma técnica estatística utilizada para a modelagem e análise de problemas nos quais a variável resposta é influenciada por diversas variáveis independentes, cujo objetivo é a otimização dessa resposta.

A metodologia citada adiante foi aplicada para os três estudos citados nos capítulos de Introdução e Materiais e Métodos deste trabalho, que são estudo das pilhas de minério, da flotação de bancada e da flotação industrial.

Resumidamente, as etapas de análise estatística foram: adimensionalização das variáveis independentes de cada estudo, análise de regressão múltipla e aplicação da técnica de superfície de respostas.

Primeiramente as variáveis independentes foram adimensionalizadas utilizando a Equação 3.22, em que x é a variável adimensionalizada, X corresponde ao valor da variável na sua unidade original, FM é o fator multiplicador e \bar{x} é o valor médio entre o menor e maior valor da variável na sua unidade original. O fator multiplicador (FM) foi calculado pela Equação 3.23.

$$x = \frac{X - \bar{x}}{FM - \bar{x}} \quad (3.22)$$

$$FM = \frac{\text{MAIOR VALOR} - \bar{x}}{2} + \bar{x} \quad (3.23)$$

Após a adimensionalização das variáveis independentes, foi realizada a regressão múltipla no *software* Statística[®], na qual as variáveis dependentes foram as recuperações mássicas e metalúrgicas de P_2O_5 de cada estudo (pilhas de minério, flotação de bancada e flotação industrial). Para que o relacionamento entre as variáveis dependentes e as independentes fosse representativo, foi feita a análise residual, buscando coeficientes de correlação quadráticos de no mínimo 0,80. A análise residual consistiu na eliminação dos maiores resíduos (regressão *outlier*). Após esta etapa, os efeitos das variáveis independentes sobre a variável dependente foram avaliados e, para explicar melhor a relação entre elas,

foram elaboradas superfícies de resposta utilizando o *software* Statistica®. Todas as superfícies de resposta foram explicadas fisicamente.

Para a otimização da variável dependente, no caso a recuperação mássica ou metalúrgica de P_2O_5 relacionada a cada estudo, conforme mencionado anteriormente foi utilizada a técnica de superfície de resposta. Foram obtidas equações empíricas que representem a variável dependente em função das variáveis independentes. Estas equações permitem a identificação dos efeitos das variáveis significativas. A Equação 3.24 apresenta o modelo de segunda ordem, escrito na forma matricial, que mostra o relacionamento da variável dependente (\hat{y}) com as variáveis independentes (x), em que b é o vetor dos coeficientes de primeira ordem, B é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações e x' é a matriz transposta das variáveis independentes.

$$\hat{y} = b_0 + x' b + x' B x \quad (3.24)$$

em que:

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \vdots \\ x_k \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2 \quad \dots \quad x_k]$$

$$b = \begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ \vdots \\ b_k \end{bmatrix} \quad B = \begin{bmatrix} b_{11} & \frac{b_{12}}{2} & \dots & \frac{b_{1k}}{2} \\ \frac{b_{21}}{2} & b_{22} & \dots & \frac{b_{2k}}{2} \\ \dots & \dots & \dots & \vdots \\ \frac{b_{k1}}{2} & \frac{b_{k2}}{2} & \dots & b_{kk} \end{bmatrix}$$

O ponto estacionário (x_0) foi calculado pela Equação 3.25, em que b é o vetor dos coeficientes de primeira ordem, B^{-1} é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações.

$$x_0 = -\frac{1}{2} B^{-1} b \quad (3.25)$$

Para determinar a natureza do ponto estacionário (x_0), ou seja, se é ponto de máximo, de mínimo ou de sela, as raízes características (λ_1 a λ_k), foram calculadas utilizando a Equação 3.26, na qual B é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações e I é a matriz identidade.

$$\det(B - \lambda . I) = 0 \quad (3.26)$$

A natureza do ponto estacionário foi determinada através da análise das raízes características. Se $\lambda_k < 0$, um deslocamento a partir do ponto estacionário em qualquer direção implicará em um decréscimo na resposta y . Neste caso, x_0 é um ponto de máximo. Caso $\lambda_k > 0$, um deslocamento a partir do ponto estacionário em qualquer direção implicará em um acréscimo na resposta y . Neste caso, x_0 representa um ponto de mínimo. Se as raízes características possuem sinais diferentes, então x_0 é um ponto de sela.

Como algumas raízes características apresentaram valores positivos e negativos, classificando o ponto estacionário como ponto de sela, foi necessário realizar a análise canônica. Neste trabalho, a análise canônica foi realizada utilizando o *software* Maple®. Para isso, a Equação 3.24, da superfície ajustada foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 3.27, em que \hat{y} é a variável dependente na forma canônica, \hat{y}_0 é a variável dependente estimada no ponto estacionário e w_1 a w_k são as variáveis independentes transformadas para a forma canônica. A superfície de resposta foi então, expressa por novas variáveis w_1, w_2, \dots, w_k , cujos eixos correspondem aos eixos principais do novo sistema de contornos.

$$\hat{y} = \hat{y}_0 + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_k w_k^2 \quad (3.27)$$

Para calcular a resposta estimada no ponto estacionário (\hat{y}_0), foi utilizada a Equação 3.28, onde b é o vetor dos coeficientes de primeira ordem, B é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações e x'_0 é a matriz transposta do ponto estacionário (x_0), que é o ponto onde a derivada se anula.

$$\hat{y}_0 = b_0 + x'_0 b + x'_0 B x_0 \quad (3.28)$$

A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 3.29, onde M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e x_0 é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário.

$$w = M' (x - x_0) \quad (3.29)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \\ \dots \\ w_k \end{bmatrix} \quad (x - x_0) = \begin{bmatrix} x_1 - x_{10} \\ x_2 - x_{20} \\ \dots \\ x_k - x_{k0} \end{bmatrix} \quad M' = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} & m_{1k} \\ m_{21} & m_{22} & m_{2k} \\ m_{k1} & m_{k2} & m_{kk} \end{bmatrix}$$

Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados. A Equação 3.30 mostra o exemplo de cálculo dos autovetores m_{11} , m_{21} , ..., m_{k1} . O mesmo procedimento foi realizado para os demais autovetores (m_{12} , m_{22} , ..., m_{2k} , ..., m_{kk}). A normalização dos autovetores foi realizada utilizando as Equações 3.30 a 3.34.

$$\begin{bmatrix} b_{11} + \lambda_1 & b_{12}/2 & b_{1k}/2 \\ b_{12}/2 & b_{22} + \lambda_1 & b_{2k}/2 \\ b_{1k}/2 & b_{2k}/2 & b_{kk} + \lambda_1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} m_{11} \\ m_{21} \\ m_{k1} \end{bmatrix} = 0 \quad (3.30)$$

$$m_{11}^2 + m_{21}^2 + m_{k1}^2 = 1 \quad (3.31)$$

$$m_{11} = \frac{m'_{11}}{\sqrt{m_{11}^2 + m_{21}^2 + m_{k1}^2}} \quad (3.32)$$

$$m_{21} = \frac{m'_{21}}{\sqrt{m_{11}^2 + m_{21}^2 + m_{k1}^2}} \quad (3.33)$$

$$m_{k1} = \frac{m'_{k1}}{\sqrt{m_{11}^2 + m_{21}^2 + m_{k1}^2}} \quad (3.34)$$

Então, após estes cálculos, as equações que relacionam as variáveis canônicas (w) e as variáveis na sua forma codificada (x), foram determinadas através da Equação 3.29, utilizando o *software* Maple®. A partir de agora, foram realizadas duas etapas de simulação:

- ❖ Cálculo da variável dependente na forma canônica (\hat{y}), pela Equação 3.27, utilizando valores de w_1 a w_k por meio de tentativas, cujos critérios serão descritos mais a frente;
- ❖ Cálculo das variáveis independentes x_1 a x_k , pela Equação 3.29 e análise dos valores de forma que estejam dentro da faixa experimental (entre -2 e +2).

Estas etapas de simulação foram repetidas até que se conseguisse o maior valor de resposta da variável dependente (recuperação mássica ou metalúrgica de P_2O_5) de forma que os valores da variável independente x_1 a x_k estivessem dentro da faixa experimental. Então, este é o ponto onde os valores das variáveis independentes maximizam a variável dependente.

Para a primeira etapa de simulação, que consistiu no cálculo da variável dependente na forma canônica (\hat{y}), pela Equação 3.27, foram adotados alguns critérios para a escolha dos valores de w_1 a w_k por meio de tentativas considerando que o objetivo da análise é de maximizar a variável dependente (\hat{y}).

- ❖ Primeiro critério: se $\lambda_k < 0$ então $w_k = 0$, pois se percebe na Equação 3.27 que quando a raiz característica é negativa, a variável dependente (\hat{y}) é maximizada para valores de w igual a zero;
- ❖ Segundo critério: buscar maior valor à variável canônica (w) cuja raiz característica (λ) for maior, pois significa que a variável dependente cresce mais neste eixo. Achar este valor de w , considerando as demais variáveis canônicas nulas, até que os valores das variáveis dependentes (x) comecem a sair da faixa experimental (entre -2 e +2);
- ❖ Terceiro critério: após calcular o valor de w de maior λ , atribuir valores para as demais variáveis canônicas (w) até encontrar o maior valor da variável dependente (\hat{y}) e de forma que os valores das variáveis independentes (x) estejam dentro da faixa experimental (entre -2 e +2).

Por fim, após determinação dos valores das variáveis independentes adimensionalizadas que maximizam a variável dependente, as mesmas foram transformadas para a unidade original, utilizando a Equação 3.35. O fator multiplicador (FM) foi calculado pela Equação 3.23, mencionada no início deste tópico.

$$X = x (FM - \bar{x}) + \bar{x} \quad (3.35)$$

As variáveis independentes (X) que maximizam a variável dependente (y) foram explicadas fisicamente e apresentadas algumas superfícies de respostas que mostram a relação entre elas.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análise estatística global: técnica de superfície de respostas

Todos os resultados foram analisados estatisticamente utilizando o *software* Statistica®. Por meio de uma regressão múltipla, parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos foram encontrados.

Para facilitar a visualização do efeito das variáveis sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , algumas superfícies de resposta foram construídas a partir das equações de regressão.

A partir da equação ajustada, para encontrar condições ótimas para as recuperações, neste trabalho foi realizada a análise canônica, utilizando o *software* Maple®.

4.1.1. Análise estatística das pilhas de minério

O objetivo desta análise foi de investigar a influência das variáveis do minério, consideradas independentes, na recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 globais da usina de beneficiamento, que são as variáveis dependentes obtidas por meio de flotação de bancada conforme metodologia citada no tópico 3.3.2. Também está incluso neste estudo a determinação dos valores das variáveis independentes que maximizam as recuperações. Neste estudo o banco de dados inicial foi composto por 596 dados.

As variáveis independentes avaliadas foram adimensionalizadas, conforme mostram as equações presentes da Tabela 4.1, a qual apresenta também as respectivas faixas experimentais das variáveis investigadas na análise estatística das pilhas de minério.

Tabela 4.1 – Variáveis independentes estudadas na análise das pilhas de minério.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Teor de P_2O_5 no minério (t_{P2O5})	7,5 a 9,9 %	$x_1 = \frac{t_{P2O5} - 8,7}{0,6}$
Teor de Fe_2O_3 no minério (t_{Fe2O3})	19,7 a 35,3 %	$x_2 = \frac{t_{Fe2O3} - 27,5}{3,9}$
Teor de MgO no minério (t_{MgO})	1,5 a 8,7 %	$x_3 = \frac{t_{MgO} - 5,1}{1,8}$
Relação CaO / P_2O_5 ($r_{CaO/P2O5}$)	1,3 a 2,5	$x_4 = \frac{r_{CaO/P2O5} - 1,9}{0,3}$
Percentual de minério duro (p_{MD})	7,4 a 30,6 %	$x_5 = \frac{p_{MD} - 19,0}{5,8}$
Percentual de minério da frente 02 (p_{F2})	0 a 100 %	$x_6 = \frac{p_{F2} - 50}{25}$

Após desconsiderar os dados que apresentaram os maiores resíduos (análise residual) na regressão múltipla (regressão *outlier*), os coeficientes de correlação quadráticos (r^2) foram de 0,80 e 0,82 para a recuperação mássica e para recuperação metalúrgica de P_2O_5 globais da usina de beneficiamento, respectivamente. Com relação à análise dos parâmetros das equações de regressão, observou-se que todas as variáveis influenciaram nas respostas, individualmente e/ou por meio de interação. Nos tópicos seguintes, 4.1.1.1 e 4.1.1.2, são apresentados os resultados de análise estatística da recuperação mássica e recuperação metalúrgica de P_2O_5 , respectivamente, no estudo das pilhas de minério.

4.1.1.1. Recuperação mássica da usina na análise das pilhas de minério

Após a análise de regressão múltipla, foi obtido o modelo de segunda ordem, escrito na forma matricial, representado pela Equação 4.1, que mostra o relacionamento da variável dependente recuperação mássica ($\hat{Y}_{RMASSPM}$) com as variáveis independentes (x). Ainda, na Equação 4.1, tem-se o vetor dos coeficientes de primeira ordem ($b_{RMASSPM}$), a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMASSPM}$), e x e x' são as matrizes das variáveis independentes e sua transposta, respectivamente.

$$\hat{y}_{RMASPM} = 14,33 + x' b_{RMASPM} + x' B_{RMASPM} x \quad (4.1)$$

em que:

$$b_{RMASPM} = \begin{bmatrix} 0,092 \\ 0,059 \\ -0,046 \\ 0,107 \\ -0,092 \\ 0,054 \end{bmatrix} \quad B_{RMASPM} = \begin{bmatrix} 0,01 & -0,016 & -0,044 & 0,046 & -0,035 & -0,025 \\ -0,016 & 0,027 & -0,023 & 0,037 & 0,010 & 0,028 \\ -0,044 & -0,023 & 0,076 & -0,059 & 0,049 & 0,004 \\ -0,046 & 0,037 & -0,059 & 0,094 & -0,024 & 0,024 \\ -0,035 & 0,010 & 0,049 & -0,024 & -0,05 & -0,024 \\ -0,025 & 0,028 & 0,004 & 0,024 & -0,024 & 0,028 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6]$$

O ponto estacionário (x_0) foi determinado pela Equação 4.2, na qual B_{RMASPM}^{-1} é a inversa da matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações (B_{RMASPM}) e b_{RMASPM} é o vetor dos coeficientes de primeira ordem.

$$x_0 = -\frac{1}{2} B_{RMASPM}^{-1} b_{RMASPM} \quad (4.2)$$

na qual:

$$B_{RMASPM}^{-1} = \begin{bmatrix} -10,419 & -21,833 & -0,558 & 12,808 & -3,224 & -1,132 \\ -21,833 & 34,708 & -12,851 & 4,119 & 24,432 & -34,955 \\ -0,558 & -12,851 & 19,206 & 19,470 & 7,577 & -0,585 \\ 12,808 & 4,119 & 19,470 & 17,931 & 5,337 & -6,259 \\ -3,224 & 24,432 & 7,577 & 5,337 & 5,549 & -28,211 \\ 1,132 & -34,955 & -0,585 & -6,259 & -28,211 & 50,926 \end{bmatrix} \quad x_0 = \begin{bmatrix} 0,307 \\ 1,532 \\ 0,169 \\ -0,808 \\ 0,333 \\ -1,268 \end{bmatrix}$$

Nota-se que os valores das variáveis no ponto estacionário (x_0) ficaram dentro da faixa experimental, ou seja, entre -2 e +2.

Para determinar a natureza do ponto estacionário (x_0), as raízes características (λ_1 a λ_6), foram calculadas utilizando a Equação 4.3.

$$\det(B_{RMASPM} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.3)$$

na qual: I é a matriz identidade

$$\lambda_1 = -0,084 \quad \lambda_2 = -0,034 \quad \lambda_3 = 0,010 \quad \lambda_4 = 0,023 \quad \lambda_5 = 0,077 \quad \lambda_6 = 0,193$$

Pelos valores das raízes características (λ), percebe-se que o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela (nem de máximo nem de mínimo), pois somente λ_1 e λ_2 são negativas e as demais raízes características positivas. Portanto, para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_6) que maximizam a recuperação mássica da usina, no estudo das pilhas de minério foi necessário fazer a análise canônica. A Equação 4.1 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.4, onde \hat{y}_{RMASPM} é recuperação mássica na forma canônica, $\hat{y}_{0RMASPM}$ é a resposta estimada no ponto estacionário e w_1 a w_6 são as variáveis independentes transformadas.

$$\hat{y}_{RMASPM} = \hat{y}_{0RMASPM} + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 + \lambda_3 w_3^2 + \lambda_4 w_4^2 + \lambda_5 w_5^2 + \lambda_6 w_6^2 \quad (4.4)$$

Para calcular a resposta estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0RMASPM}$), foi utilizada a Equação 4.5, onde x_0' é a matriz transposta do ponto estacionário (x_0), b_{RMASPM} é o vetor dos coeficientes de primeira ordem e B_{RMASPM} é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação.

$$\hat{y}_{0RMASPM} = 14,33 + x_0' b_{RMASPM} + x_0' B_{RMASPM} x_0 \quad (4.5)$$

$$\hat{y}_{0RMASPM} = 14,31 \%$$

Após determinação das raízes características (λ_1 a λ_6) e da recuperação mássica da usina estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0RMASPM}$), foi elaborada a equação da superfície ajustada na forma canônica que é representada pela Equação 4.6 e que tem o mesmo formato da Equação 4.4.

$$\hat{y}_{RMASPM} = 14,31 - 0,084 w_1^2 - 0,034 w_2^2 + 0,010 w_3^2 + 0,023 w_4^2 + 0,077 w_5^2 + 0,193 w_6^2 \quad (4.6)$$

Pela Equação 4.6, percebe-se que a recuperação mássica na forma canônica (\hat{y}_{RMASPM}) é maximizada quando w_1 e w_2 são iguais à zero. Portanto, para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_6) que maximizam a recuperação mássica (\hat{y}_{RMASPM}), w_1 e w_2 foram considerados iguais à zero, enquanto os valores de w_3 , w_4 , w_5 e w_6 foram avaliados por tentativa. O objetivo da tentativa era achar os valores de w_3 a w_6 que maximizassem a recuperação mássica de forma que os valores das variáveis independentes na forma codificada

(x_1 a x_6) estivessem dentro da faixa experimental (entre -2 e +2). A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 4.7, onde M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e x_0 é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário. Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

$$w = M' (x - x_0) \quad (4.7)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \\ w_3 \\ w_4 \\ w_5 \\ w_6 \end{bmatrix} \quad (x - x_0) = \begin{bmatrix} x_1 - 0,307 \\ x_2 - 1,532 \\ x_3 - 0,169 \\ x_4 + 0,808 \\ x_5 - 0,333 \\ x_6 + 1,268 \end{bmatrix};$$

$$M' = \begin{bmatrix} 0,294 & -0,144 & -0,229 & -0,047 & 0,863 & 0,305 \\ -0,742 & -0,466 & -0,288 & 0,324 & 0,163 & -0,133 \\ -0,115 & 0,593 & -0,34 & 0,085 & 0,380 & -0,694 \\ -0,242 & 0,269 & -0,661 & -0,625 & -0,136 & 0,151 \\ -0,432 & 0,545 & 0,276 & 0,235 & 0,108 & 0,611 \\ 0,323 & 0,202 & -0,592 & 0,663 & -0,233 & 0,102 \end{bmatrix}$$

A partir da Equação 4.7, foi obtido um sistema de equações relacionando as variáveis w e x , representadas pelas Equações de 4.8 a 4.13.

$$w_1 = 0,294 x_1 - 0,144 x_2 - 0,229 x_3 - 0,047 x_4 + 0,863 x_5 + 0,305 x_6 + 0,232 \quad (4.8)$$

$$w_2 = -0,742 x_1 - 0,466 x_2 - 0,288 x_3 + 0,324 x_4 + 0,163 x_5 - 0,133 x_6 + 1,030 \quad (4.9)$$

$$w_3 = -0,115 x_1 + 0,593 x_2 - 0,034 x_3 + 0,085 x_4 + 0,380 x_5 - 0,694 x_6 - 1,807 \quad (4.10)$$

$$w_4 = -0,242 x_1 + 0,269 x_2 - 0,661 x_3 - 0,625 x_4 - 0,136 x_5 + 0,151 x_6 - 0,494 \quad (4.11)$$

$$w_5 = -0,432 x_1 + 0,545 x_2 + 0,276 x_3 + 0,235 x_4 + 0,108 x_5 + 0,611 x_6 + 0,180 \quad (4.12)$$

$$w_6 = 0,323 x_1 + 0,202 x_2 - 0,592 x_3 + 0,663 x_4 - 0,233 x_5 + 0,102 x_6 + 0,433 \quad (4.13)$$

Como dito anteriormente, os valores das variáveis independentes (x_1 a x_6) foram determinados, utilizando a ferramenta solver do *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas (w_1 a w_6) por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação mássica da usina no estudo das pilhas de minério. Nota-se pela Equação 4.6 que, a recuperação mássica na forma canônica (\hat{y}_{RMASPM}) cresce mais na direção do eixo w_6 , pois a

raiz característica $\lambda_6 > \lambda_5 > \lambda_4 > \lambda_3 > \lambda_2 > \lambda_1$. Portanto, para realizar as tentativas, foram adotadas algumas premissas, listadas abaixo:

- ❖ w_1 e $w_2 = 0$, pois maximizam a recuperação mássica;
- ❖ Primeira tentativa: w_3, w_4 e $w_5 = 0$ e determinado o maior valor de w_6 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica encontrada;
- ❖ Segunda tentativa: w_3 e $w_4 = 0$, $w_6 =$ valor encontrado na primeira tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_5 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Terceira tentativa: $w_3 = 0$, $w_6 =$ valor encontrado na primeira tentativa e $w_5 =$ valor encontrado na segunda tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_4 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Quarta tentativa: $w_6 =$ valor encontrado na primeira tentativa, $w_5 =$ valor encontrado na segunda tentativa e $w_4 =$ valor encontrado na terceira tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_3 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Demais tentativas: as variáveis w_3, w_4, w_5 e w_6 foram simuladas em intervalos de 0,01, sempre buscando maiores valores para w_6 , seguidos de w_5, w_4 e w_3 , de forma que as variáveis independentes (x_1 a x_6) estivessem dentro da região experimental e que proporcionasse maior recuperação mássica da usina de beneficiamento.

As variáveis independentes canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação mássica da usina no estudo das pilhas de minério foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ -1,47 \\ 0,65 \\ 2,6 \\ -1,50 \end{bmatrix}; \quad x = \begin{bmatrix} -1,244 \\ 1,949 \\ 1,393 \\ -1,723 \\ 0,317 \\ 1,315 \end{bmatrix}$$

E neste ponto, a recuperação mássica da usina de beneficiamento foi de $\hat{y}_{RMASPM} = 15,28\%$, sendo considerado um bom resultado, uma vez que o valor mínimo desejável é 14,7%.

Transformando as variáveis independentes codificadas para a forma original, utilizando as fórmulas de adimensionalização listadas na Tabela 4.1, foram obtidos os seguintes valores:

$$\begin{array}{lll} t_{P_2O_5} = 7,95 \% & t_{Fe_2O_3} = 35,10 \% & t_{MgO} = 7,61 \% \\ r_{CaO / P_2O_5} = 1,38 & p_{MD} = 20,84 \% & p_{F_2} = 82,88 \% \end{array}$$

Analisando os resultados, observa-se que os valores das variáveis que maximizam a recuperação mássica estão em uma faixa experimental muito praticada no Complexo de Mineração de Tapira. O teor de P_2O_5 de 7,95%, que maximiza a recuperação mássica, ficou próximo de 8,0%, que é o teor normalmente lavrado no CMT. Isto mostra que nem sempre quando se eleva o teor de P_2O_5 no minério, obtêm-se maiores recuperações. Este resultado pode ser explicado pela probabilidade de teores elevados proporcionarem maiores perdas no rejeito. Conforme mencionado na introdução deste trabalho, as perdas de massa no rejeito das flotações são na ordem de 40% em massa. Quanto ao teor de Fe_2O_3 do minério de 35,10%, percebe-se que ficou dentro do normalmente praticado, porém quase igual ao limite superior da faixa experimental estudada (35,40%). Isto se deve principalmente pelo fato do percentual de minério da frente 02 ter sido elevado (82,88%), pois os minerais contaminantes de Fe_2O_3 como a magnetita e a hematita, se encontram mais concentrados nesta frente de lavra. A frente de lavra 02 possui zonas de transição de minério fosfático de elevada recuperação, com apatitas límpidas. Portanto, a elevada participação desta frente (82,17%) maximiza a recuperação mássica da usina de beneficiamento, embora esteja mais associada aos minerais que contém maior teor de Fe_2O_3 . A relação CaO / P_2O_5 , ou simplesmente RCP, apresentou-se baixa, pois quando a RCP é elevada indica que a quantidade de CaO presente poderá diluir o P_2O_5 no concentrado, e com isso haverá perda de recuperação mássica na etapa de flotação. O percentual de minério duro de 20,84% ficou muito próximo da capacidade de projeto mencionada na introdução deste trabalho (20% e 80% de minério granulado e friável, respectivamente). Já o teor de MgO no minério, apresentou-se um pouco acima do normalmente praticado (entre 3 e 6%).

Para explicar melhor a recuperação mássica da usina de beneficiamento em função das variáveis do minério, consideradas independentes, foram elaboradas algumas superfícies de resposta, utilizando o *software* Statística®, que estão apresentadas nas Figuras 4.1 e 4.2.

Por meio da superfície de resposta, Figura 4.1, observa-se o comportamento da recuperação mássica global da usina de beneficiamento (RMASPM) em função da variação do teor de P_2O_5 (t_{P2O5}) e o percentual de material duro (p_{MD}) presente no minério, sendo que, as demais variáveis estão no nível central.

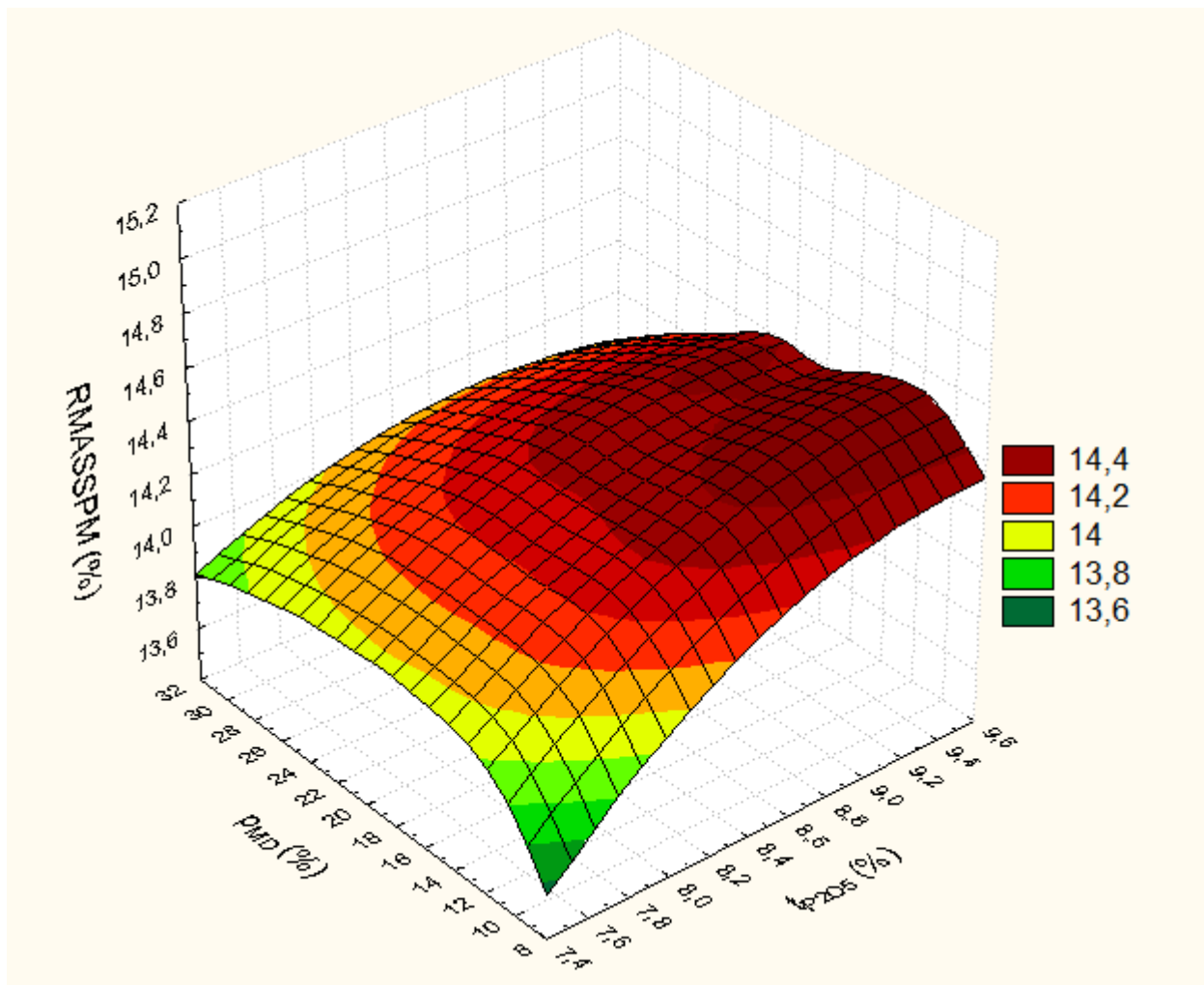


Figura 4.1 - Superfície de resposta para a recuperação mássica global da usina de beneficiamento em função da participação de minério duro (p_{MD}) e do teor de P_2O_5 do minério (t_{P2O5}).

Nota-se na Figura 4.1 que a recuperação mássica tendeu a crescer com o aumento do teor de P_2O_5 do minério. Para que a usina produza um concentrado com teor de P_2O_5 dentro da especificação e com boa recuperação, existe um teor ideal, pois este afeta na qualidade do minério que chega à flotação, pois quando a flotação é alimentada por uma massa em excesso, o tempo de residência das partículas no interior do equipamento de flotação da etapa *rougher* é menor, ocasionando na passagem de partículas de apatita para o rejeito da etapa *scavenger*. Quando o teor de P_2O_5 está baixo ($< 8,0\%$), a recuperação mássica é minimizada para

qualquer valor de percentual de minério duro. Isto mostra que o teor de P_2O_5 tem uma forte influência na recuperação. Quando o percentual de minério duro apresenta-se baixo ($< 16,0\%$), percebem-se maiores perdas na lama do circuito friável. Já quando o percentual de minério duro aumenta até atingir valores na ordem de 30%, a recuperação mássica tende a cair. Isto ocorre devido a maiores perdas na lama e no rejeito de flotação, já que o circuito não é dimensionado para elevada proporção de minério granulado (muito acima de 20%).

Verifica-se, na superfície de resposta da Figura 4.2, a variação da recuperação mássica global da usina de beneficiamento com a alteração do teor de P_2O_5 do minério (t_{P2O5}) e o percentual de minério da frente 02 (p_{F2}), sendo que, as demais variáveis estão no nível central.

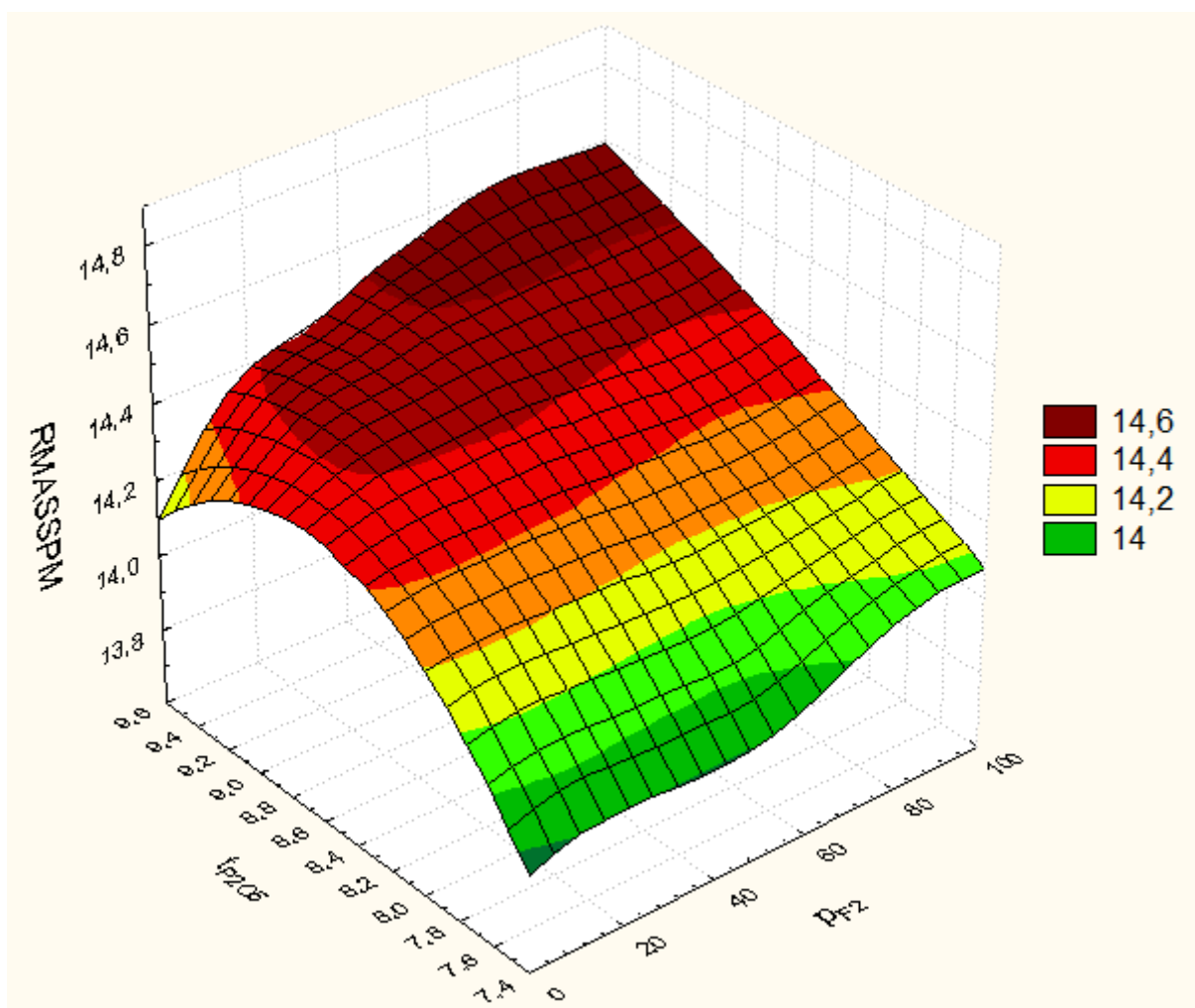


Figura 4.2 - Superfície de resposta para a recuperação mássica global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 do minério (t_{P2O5}) da participação de minério da frente 02 (p_{F2}).

Percebe-se na Figura 4.2, que as duas variáveis independentes têm sua importância no aumento da recuperação mássica global da usina de beneficiamento. Quando as duas variáveis apresentam valores próximo aos seus limites inferiores, a recuperação mássica é mínima, pois o teor de P_2O_5 baixo no minério diminui a qualidade do minério que chega à flotação, enquanto o baixo percentual de minério da frente 02 indica um minério contendo apatita menos límpida e, portanto, menos recuperável. Quando o teor de P_2O_5 no minério é baixo ($< 7,8\%$), a recuperação é minimizada para qualquer participação de minério da frente 02. Isto mostra que a falta de elemento útil não é compensada pelo minério contendo apatita mais recuperável na flotação. Da mesma forma quando o percentual de minério da frente 02 é baixo, a recuperação mássica é minimizada para qualquer teor de P_2O_5 no minério. Isto mostra que sem apatita recuperável, se torna difícil obter eficiência na usina, mesmo com teores de P_2O_5 elevados.

4.1.1.2. Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina na análise das pilhas de minério

Os resultados da recuperação metalúrgica da usina de beneficiamento foram determinados de forma análoga aos resultados obtidos para a recuperação mássica e descritos no tópico 4.1.1.1. Então, após fazer a regressão múltipla utilizando o *software* Statistica®, foi obtido o modelo de segunda ordem, escrito na forma matricial, representado pela Equação 4.14, que mostra a dependência da recuperação metalúrgica de P_2O_5 (\hat{y}_{RMETPM}) das variáveis independentes (x), onde o b_{RMETPM} é o vetor dos coeficientes de primeira ordem, B_{RMETPM} é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações, e x e x' são as matrizes das variáveis independentes e sua transposta, respectivamente.

$$\hat{y}_{RMETPM} = 60,63 + x' b_{RMETPM} + x' B_{RMETPM} x \quad (4.14)$$

em que:

$$b_{RMETPM} = \begin{bmatrix} -1,839 \\ 1,266 \\ 2,030 \\ 0,296 \\ -0,695 \\ 0,675 \end{bmatrix} \quad B_{RMETPM} = \begin{bmatrix} 0,963 & 0,412 & 0,251 & 0,787 & -0,619 & 0,340 \\ 0,412 & 0,028 & -0,093 & -0,036 & 0,629 & -0,029 \\ 0,251 & -0,093 & 0,233 & -0,541 & 1,321 & 0,119 \\ 0,787 & -0,036 & -0,541 & 0,477 & -0,527 & -0,051 \\ -0,619 & 0,629 & 1,321 & -0,527 & -0,673 & 0,080 \\ 0,340 & -0,029 & 0,119 & -0,051 & 0,080 & 0,033 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6]$$

O ponto estacionário (x_0) foi calculado utilizando a Equação 4.15, onde B_{RMASPM}^{-1} é a inversa da matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interações (B_{RMASPM}) e b_{RMASPM} é o vetor dos coeficientes de primeira ordem.

$$x_0 = -\frac{1}{2} B_{RMASPM}^{-1} b_{RMASPM} \quad (4.15)$$

na qual:

$$B_{RMETPM}^{-1} = \begin{bmatrix} -0,116 & 0,188 & 0,203 & 0,815 & 0,208 & 1,386 \\ 0,188 & 1,102 & 1,941 & 2,901 & 1,537 & -7,217 \\ 0,203 & 1,941 & -2,806 & -3,353 & -0,554 & 5,897 \\ 0,815 & 2,901 & -3,353 & -3,833 & -1,226 & 3,294 \\ 0,208 & 1,537 & -0,554 & -1,226 & -0,350 & 0,157 \\ 1,386 & -7,217 & 5,897 & 3,294 & 0,157 & -6,873 \end{bmatrix} \quad x_0 = \begin{bmatrix} -0,948 \\ 0,046 \\ 0,120 \\ 1,345 \\ -0,212 \\ 1,745 \end{bmatrix}$$

Nota-se que os valores das variáveis no ponto estacionário (x_0) ficaram dentro da faixa experimental, entre -2 e +2.

Para determinar a natureza do ponto estacionário (x_0), as raízes características (λ_1 a λ_6), foram calculadas utilizando a Equação 4.16.

$$\det(B_{RMETPM} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.16)$$

na qual: I é a matriz identidade

$$\lambda_1 = -1,993 \quad \lambda_2 = -0,337 \quad \lambda_3 = -0,060 \quad \lambda_4 = 0,165 \quad \lambda_5 = 1,230 \quad \lambda_6 = 2,055$$

Pelos valores das raízes características (λ) calculadas, observa-se que o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela, pois λ_1 , λ_2 e λ_3 são negativas enquanto λ_4 , λ_5 e λ_6 são positivas. A partir desta informação (ponto de sela), foi realizada a análise canônica para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_6) que maximizam a recuperação

metalúrgica de P_2O_5 da usina no estudo das pilhas de minério. Foi calculada a resposta estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMETPM}}$), pela Equação 4.17, em que x'_0 é a matriz transposta do ponto estacionário (x_0), b_{RMETPM} é o vetor dos coeficientes de primeira ordem e B_{RMETPM} é a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação.

$$\hat{y}_{0_{RMETPM}} = 60,63 + x'_0 b_{RMETPM} + x'_0 B_{RMETPM} x_0 \quad (4.17)$$

$$\hat{y}_{0_{RMETPM}} = 62,51 \%$$

A partir das raízes características (λ_1 a λ_6) e da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMETPM}}$), foi elaborada a equação da superfície ajustada na forma canônica que é representada pela Equação 4.18.

$$\hat{y}_{RMETPM} = 62,51 - 1,993 w_1^2 - 0,337 w_2^2 - 0,060 w_3^2 + 0,165 w_4^2 + 1,230 w_5^2 + 2,055 w_6^2 \quad (4.18)$$

A Equação 4.18 mostra que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 na forma canônica (\hat{y}_{RMETPM}) é maximizada quando w_1 , w_2 e w_3 são iguais à zero. Portanto para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_6) que maximizam a recuperação metalúrgica de P_2O_5 , w_1 , w_2 e w_3 foram considerados iguais à zero, enquanto os valores de w_4 , w_5 e w_6 foram avaliados por tentativa, com o intuito de maximizar a recuperação metalúrgica de P_2O_5 de forma que os valores das variáveis independentes na forma codificada (x_1 a x_6) estivessem dentro da faixa experimental (entre -2 e +2). A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 4.19, na qual M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e x_0 é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário. Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

$$w = M' (x - x_0) \quad (4.19)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \\ w_3 \\ w_4 \\ w_5 \\ w_6 \end{bmatrix} \quad (x - x_0) = \begin{bmatrix} x_1 + 0,948 \\ x_2 - 0,046 \\ x_3 - 0,120 \\ x_4 - 1,345 \\ x_5 + 0,212 \\ x_6 - 1,745 \end{bmatrix};$$

$$M' = \begin{bmatrix} 0,261 & -0,314 & -0,500 & -0,036 & 0,761 & -0,050 \\ 0,443 & -0,094 & -0,087 & -0,718 & -0,309 & -0,419 \\ -0,037 & 0,400 & -0,445 & -0,388 & -0,088 & 0,694 \\ 0,082 & -0,789 & 0,230 & -0,106 & -0,174 & 0,525 \\ -0,633 & -0,330 & -0,574 & 0,003 & -0,313 & 0,611 \\ 0,571 & -0,011 & -0,402 & 0,567 & -0,435 & 0,041 \end{bmatrix}$$

A partir da Equação 4.19, foi obtido um sistema de equações relacionando as variáveis canônicas (w_1 a w_6) e as independentes na forma codificada (x_1 a x_6), representadas pelas Equações 4.20 a 4.25.

$$w_1 = 0,261 x_1 - 0,314 x_2 - 0,500 x_3 - 0,036 x_4 + 0,761 x_5 - 0,050 x_6 + 0,618 \quad (4.20)$$

$$w_2 = 0,443 x_1 - 0,094 x_2 - 0,087 x_3 - 0,718 x_4 - 0,309 x_5 - 0,419 x_6 + 2,067 \quad (4.21)$$

$$w_3 = -0,037 x_1 + 0,400 x_2 - 0,445 x_3 - 0,388 x_4 - 0,088 x_5 + 0,694 x_6 - 0,707 \quad (4.22)$$

$$w_4 = 0,082 x_1 - 0,789 x_2 + 0,230 x_3 - 0,106 x_4 - 0,174 x_5 + 0,525 x_6 - 0,724 \quad (4.23)$$

$$w_5 = -0,633 x_1 - 0,330 x_2 - 0,574 x_3 + 0,003 x_4 - 0,313 x_5 + 0,611 x_6 - 1,653 \quad (4.24)$$

$$w_6 = 0,571 x_1 - 0,011 x_2 - 0,402 x_3 + 0,567 x_4 - 0,435 x_5 + 0,041 x_6 - 0,336 \quad (4.25)$$

Os valores das variáveis independentes foram determinados, utilizando o *software* Maple®, modificando os valores das variáveis canônicas por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina no estudo das pilhas de minério. Percebe-se pela Equação 4.18 que, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 na forma canônica (\hat{Y}_{RMETPM}) cresce mais na direção do eixo w_6 , pois a raiz característica $\lambda_6 > \lambda_5 > \lambda_4 > \lambda_3 > \lambda_2 > \lambda_1$. Logo, foram adotadas algumas premissas para determinar os valores das variáveis canônicas, que estão descritas abaixo:

- ❖ w_1, w_2 e $w_3 = 0$, pois minimizam a recuperação metalúrgica de P_2O_5 ;
- ❖ Primeira tentativa: w_4 e $w_5 = 0$ e achado o maior valor de w_6 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação metalúrgica de P_2O_5 encontrada;

- ❖ Segunda tentativa: $w_4 = 0$, $w_6 =$ valor encontrado na primeira tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_5 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação metalúrgica de P_2O_5 calculada;
- ❖ Terceira tentativa: $w_6 =$ valor encontrado na primeira tentativa e $w_5 =$ valor encontrado na segunda tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_4 de forma que x estivesse dentro da região experimental e registrada a recuperação metalúrgica de P_2O_5 calculada;
- ❖ Demais tentativas: as variáveis w_4 , w_5 e w_6 foram simuladas em intervalos de 0,01, sempre buscando maiores valores para w_6 , seguidos de w_5 , e w_4 , de forma que as variáveis independentes (x_1 a x_6) estivessem dentro da região experimental e que proporcionasse maior metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento.

As variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina no estudo das pilhas de minério foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ -0,40 \\ -0,20 \\ -1,45 \end{bmatrix}; \quad x = \begin{bmatrix} -1,683 \\ 0,445 \\ 0,726 \\ 0,567 \\ 0,550 \\ 1,353 \end{bmatrix}$$

E neste ponto, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento foi de $\hat{y}_{RMETPM} = 69,91 \%$, sendo um ótimo resultado, baseando-se em referências acima de 59,6%.

Utilizando as fórmulas de adimensionalização, listadas na Tabela 4.1, as variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original e foram obtidos os seguintes valores:

$$t_{P_2O_5} = 7,69 \% \quad t_{Fe_2O_3} = 28,73 \% \quad t_{MgO} = 6,41 \%$$

$$r_{CaO/P_2O_5} = 2,07 \quad p_{MD} = 22,19 \% \quad p_{F_2} = 83,83 \%$$

Pelos resultados das variáveis que maximizaram a recuperação metalúrgica global de P_2O_5 da usina, percebe-se que ficaram muito próximos dos valores obtidos na análise da

recuperação mássica da usina, mostrados no tópico 4.1.1.1. Isto mostra que as recuperações mássica e metalúrgica relacionam-se com as variáveis dependentes de forma bastante semelhante. O teor de P_2O_5 ($t_{P_2O_5}$) de 7,69%, que maximiza a recuperação mássica, muito próximo de 8,0%, que é o teor normalmente lavrado no CMT, mostra que teores intermediários (entre 7,5 e 8,5%), podem proporcionar melhor controle das perdas de P_2O_5 no processo. Pois quando os teores de P_2O_5 no minério são muito elevados, pode acontecer da etapa de flotação produzir um concentrado rico, com teor de P_2O_5 bem acima da especificação, porém com perdas de P_2O_5 elevadas no rejeito também, contribuindo para o decréscimo da recuperação metalúrgica da usina de beneficiamento. Já em relação ao teor de Fe_2O_3 do minério ($t_{Fe_2O_3}$) de 28,73%, observa-se que ficou dentro do normalmente praticado, em valores intermediários da faixa experimental estudada. A variável participação de minério da frente 02 (p_{F_2}) mostrou novamente sua enorme influência na recuperação da usina de beneficiamento, maximizando as recuperações com p_{F_2} superiores a 80%. Na rotina industrial observa-se que quando a participação do minério da frente 02 é elevada, ocasiona em maiores produções de concentrado e, conseqüentemente, em maiores recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 na usina de beneficiamento. A relação CaO / P_2O_5 (r_{CaO / P_2O_5}), ou simplesmente RCP, apresentou-se elevada (2,07), mais próxima do limite superior da faixa experimental (2,5), podendo estar relacionada ao elevado percentual de minério da frente 02 que possui zonas de transição contendo rochas carbonatadas. Novamente, o percentual de minério duro (p_{MD}), de 22,19%, ficou muito próximo da capacidade de projeto mencionada na introdução deste trabalho (20% e 80% de minério granulado e friável, respectivamente). Já o teor de MgO no minério (t_{MgO}), apresentou-se mais próximo do normalmente praticado (entre 3 e 6%). Percebe-se que o teor de MgO no minério tem mais influência na recuperação metalúrgica do que na mássica, pelo fato do MgO , proveniente da dolomita, ter alta afinidade com o coletor e acarretar na diluição do P_2O_5 , dificultando a recuperação do P_2O_5 no concentrado fosfático até atingir a sua especificação (35% de P_2O_5).

Para explicar melhor a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento em função das variáveis do minério, consideradas independentes, foram elaboradas algumas superfícies de resposta, utilizando o *software* Statistica®, que estão apresentadas nas Figuras 4.3 a 4.5.

Por meio da superfície de resposta, Figura 4.3, tem-se o comportamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função da variação do teor de P_2O_5 ($t_{P_2O_5}$) e do percentual de minério proveniente da frente 02 (p_{F2}), sendo que, as demais variáveis estão no nível central.

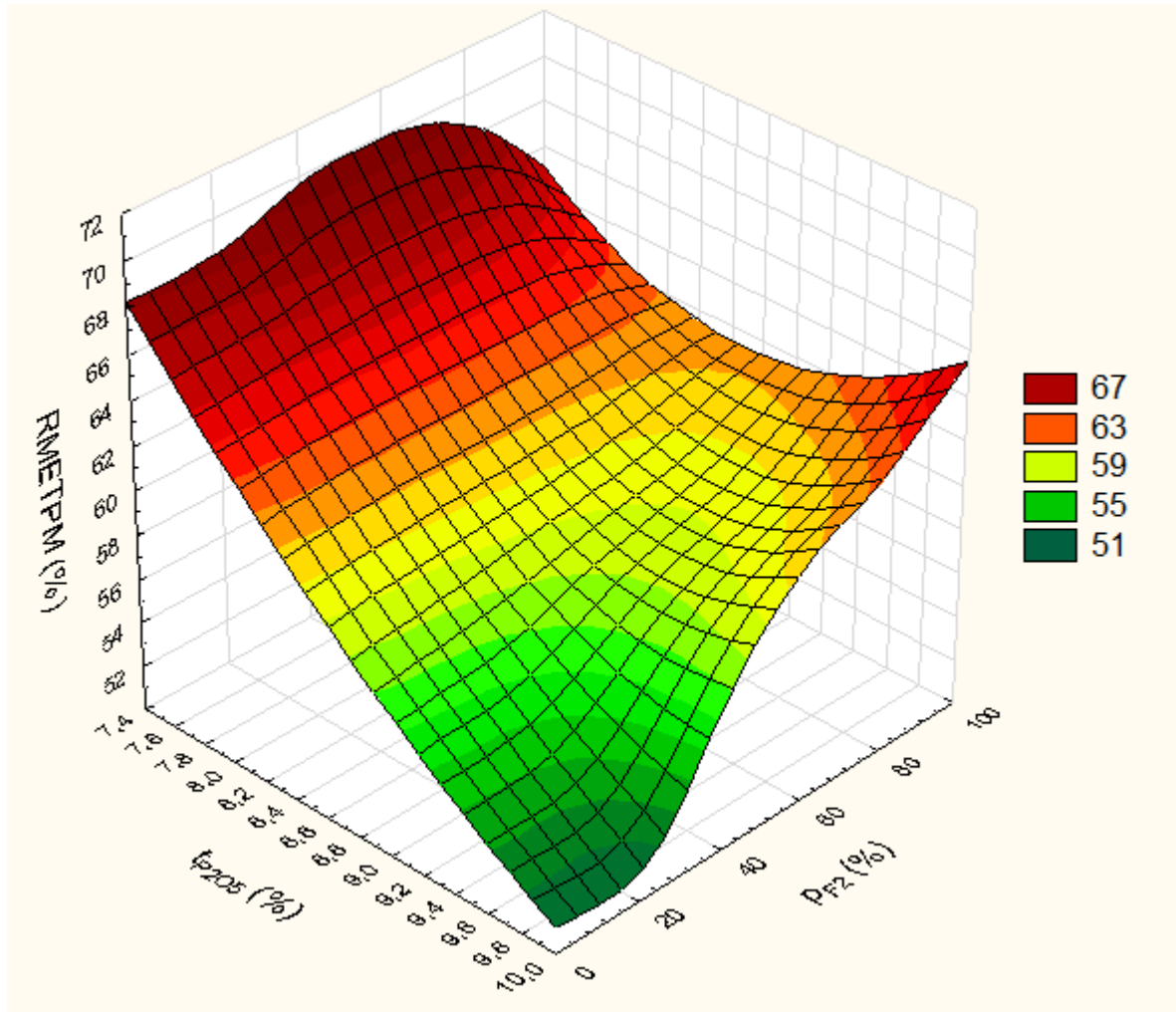


Figura 4.3 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 do minério ($t_{P_2O_5}$) e do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}).

Verifica-se na Figura 4.3, que as duas variáveis independentes influenciam na variação da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento. Observa-se que, para teores de P_2O_5 elevados (na faixa de 9,8%), a recuperação metalúrgica aumenta à medida que o percentual de minério da frente 02 aumenta. Isto mostra que mesmo alimentando a usina com um minério rico em P_2O_5 , para atingir recuperações elevadas, depende de outros fatores do

minério em quesito de qualidade. Conforme mencionado anteriormente, no tópico 4.1.1.1 referente à recuperação mássica, a frente 02 possui minérios de apatita mais límpida e recuperável na etapa de flotação. Outro fator que pode explicar o fato da recuperação diminuir com o aumento do teor de P_2O_5 é o circuito de flotação não estar absorvendo toda quantidade do elemento útil em termos de tempo de residência, ocasionando em maiores perdas de P_2O_5 no rejeito e produção de concentrados com elevados teores de P_2O_5 . No entanto percebe-se na Figura 4.3 que para valores de teor de P_2O_5 mais baixos, entre 7,4 e 8,2%, a recuperação metalúrgica oscila menos, para quaisquer percentuais de minério da frente 02.

A Figura 4.4 exibe o comportamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento mediante a variação dos teores de Fe_2O_3 (t_{Fe2O3}) e MgO (t_{MgO}) do minério, sendo que, as demais variáveis estão no nível central.

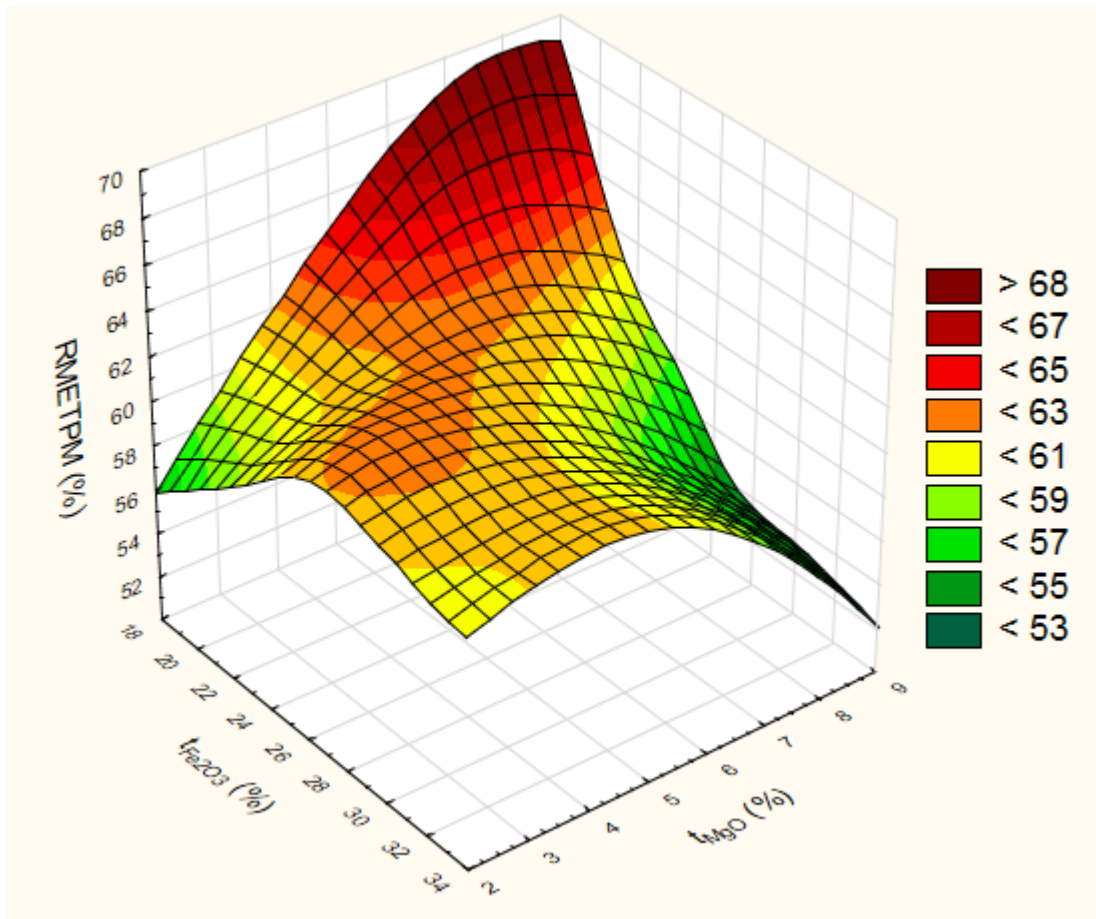


Figura 4.4 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de Fe_2O_3 (t_{Fe2O3}) e de MgO (t_{MgO}) do minério.

Já a Figura 4.5 mostra o relacionamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da usina de beneficiamento com os teores de P_2O_5 ($t_{P_2O_5}$) e MgO (t_{MgO}) presentes no minério, considerando que as demais variáveis estão no nível central.

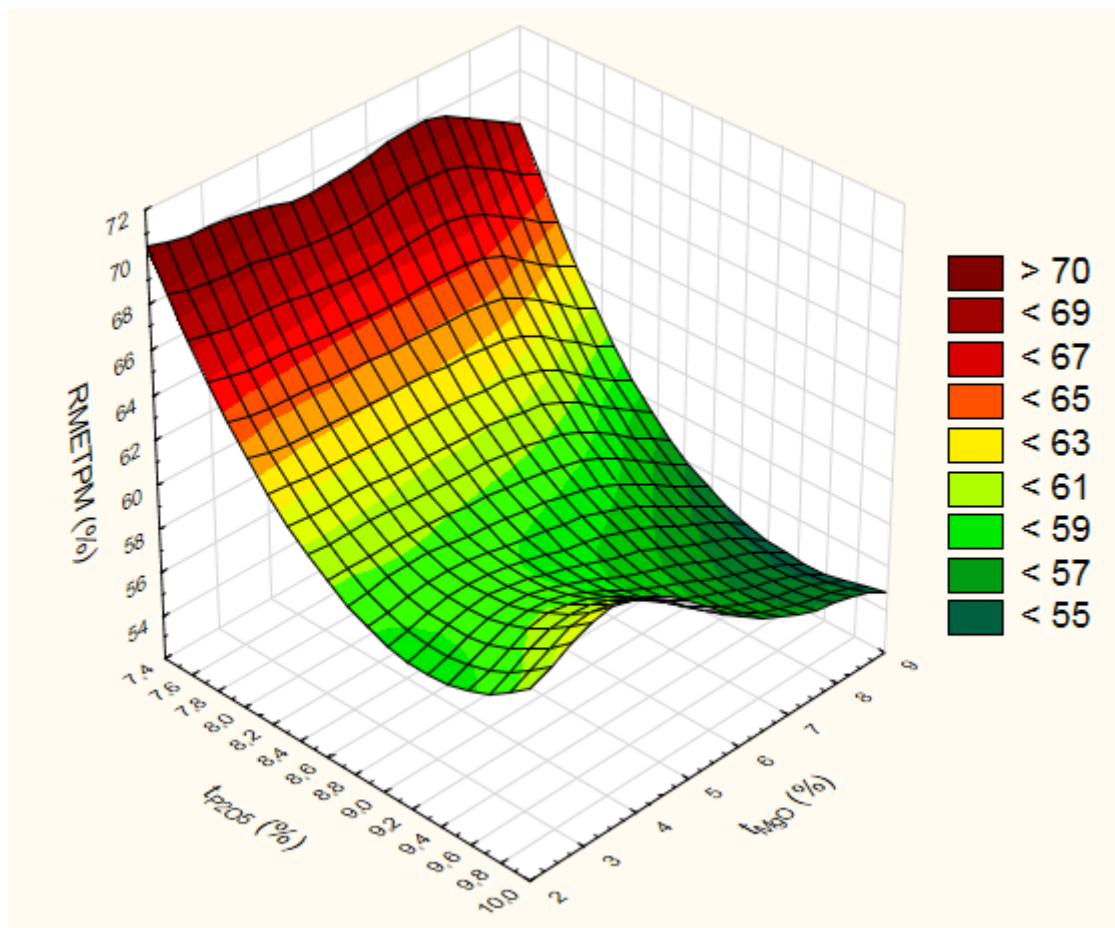


Figura 4.5 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 global da usina de beneficiamento em função do teor de P_2O_5 ($t_{P_2O_5}$) e de MgO (t_{MgO}) do minério.

Verifica-se na Figura 4.4, assim como na Figura 4.5, que o teor de MgO influencia no decréscimo da recuperação quando atinge valores superiores a 7%. Isto ocorre pelo fato do elevado teor do MgO , proveniente de minerais contaminantes presentes no minério, diluir o teor de P_2O_5 no minério, reduzindo sua qualidade, tornando-o mais difícil de ser recuperado na flotação. A composição química média dos concentrados de rocha fosfática é em termos percentuais: 35,0% de P_2O_5 , 2,3% de Fe_2O_3 e 0,56% de MgO . Para reduzir o teor de MgO no concentrado de rocha fosfática para 0,56% é necessário que o minério alimentado na usina tenha teor de MgO abaixo de 7,0%, senão haverá impacto na recuperação do P_2O_5 da usina de beneficiamento. Na Figura 4.4, observa-se que as maiores recuperações ocorrem quando o

teor de Fe_2O_3 no minério é mais baixo, entre 20 e 22%. Em contra partida, percebe-se que a região de maior estabilidade da recuperação, ou seja, aquela região onde a recuperação varia menos é quando o teor de Fe_2O_3 fica entre 22 e 30%. Isto se deve ao fato desta região ser a mais praticada na usina de beneficiamento, onde a separação magnética, etapa responsável pela retirada de magnetita e outros minerais que contém Fe_2O_3 , está dimensionada para operar. E também cabe ressaltar que esta faixa de teor de Fe_2O_3 engloba a faixa de teores da frente de minério 02, que reflete bastante na recuperação metalúrgica de P_2O_5 , conforme verifica-se pela Figura 4.3. Na Figura 4.5, o comportamento da influência do teor de P_2O_5 na recuperação metalúrgica da usina ocorre da mesma forma que na Figura 4.3. A recuperação diminui com o aumento do teor de P_2O_5 pelo fato do circuito de flotação não estar absorvendo toda quantidade do elemento útil em termos de tempo de residência, ocasionando em maiores perdas de P_2O_5 no rejeito e produção de concentrados com elevados teores de P_2O_5 . Portanto observa-se na Figura 4.5 que para valores de teor de P_2O_5 mais baixos, entre 7,4 e 8,2%, a recuperação metalúrgica permanece mais elevada.

4.1.2. Análise estatística da flotação de bancada

O objetivo desta análise estatística foi investigar o efeito das dosagens de reagentes da flotação de bancada, que foram as variáveis independentes neste estudo, sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , que foram as variáveis dependentes obtidas conforme metodologia citada no tópico 3.3.2. Este estudo abrange também a determinação dos valores das variáveis independentes que maximizam as recuperações. Neste estudo foram utilizados 180 dados. As variáveis independentes do circuito friável e granulado foram adimensionalizadas, conforme mostram as equações presentes nas Tabelas 4.2 e 4.3, respectivamente, a qual apresenta também as respectivas faixas experimentais das variáveis investigadas na análise estatística da flotação de bancada.

Tabela 4.2 – Variáveis independentes estudadas na análise da flotação de bancada do circuito friável.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Dosagem de coletor (d_{COL})	100 a 700 g/t (*)	$x_1 = \frac{d_{\text{COL}} - 400}{150}$
Percentual de coletor sintético (p_{COLSINT})	0 a 30 %	$x_2 = \frac{p_{\text{COLSINT}} - 27,5}{3,9}$

Tabela 4.3 – Variáveis independentes estudadas na análise da flotação de bancada do circuito granulado.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Dosagem de coletor (d_{COL})	80 a 475 g/t (*)	$x_1 = \frac{d_{COL} - 277,5}{98,75}$
Percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$)	20 a 50 %	$x_2 = \frac{p_{COLSINT} - 35}{7,5}$

(*) A unidade g/t se refere à quantidade de coletor (em g) em relação à massa de minério que alimenta a flotação (em t).

Da mesma forma que no estudo anterior, foi realizada a análise de regressão *outlier* que consistiu na eliminação dos dados que apresentaram os maiores resíduos na regressão múltipla, e os coeficientes de correlação quadráticos (r^2) foram de 0,82 e 0,80 para as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável, respectivamente. Já para as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado foram 0,82 e 0,81, respectivamente. Analisando os parâmetros das equações de regressão, observa-se que todas as variáveis, tanto na forma individualizada quanto nas formas de interação, apresentaram influência sobre as recuperações, destacando o maior efeito da variável dosagem de coletor. Nos tópicos seguintes, 4.1.2.1 e 4.1.2.2, são apresentados os resultados de análise estatística da flotação de bancada do circuito friável e granulado, respectivamente.

4.1.2.1. Recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 na análise da flotação de bancada do circuito friável

Da mesma forma que nos estudos apresentados nos tópicos anteriores, 4.1.1.1 e 4.1.1.2, referente ao estudo das pilhas de minério, foi obtido o modelo de segunda ordem na forma matricial após a análise de regressão múltipla, sendo representado pelas Equações 4.26 e 4.27, que exprimem a relação entre as variáveis dependentes recuperações mássica ($\hat{Y}_{RMASS_{FR}}$) e metalúrgica de P_2O_5 ($\hat{Y}_{RMETFB_{FR}}$) e as variáveis independentes (x_1 e x_2 que são a dosagem de coletor e a participação de coletor sintético, respectivamente). Nas Equações 4.26 e 4.27, têm-se os vetores dos coeficientes de primeira ordem ($b_{RMASS_{FR}}$ e $b_{RMETFB_{FR}}$), as

matrizes simétricas dos coeficientes de segunda ordem e de interações ($B_{RMASFBFR}$ e $B_{RMETFBFR}$) e as matrizes das variáveis independentes e sua transposta (x e x' , respectivamente).

$$\hat{y}_{RMASFBFR} = 36,13 + x' b_{RMASFBFR} + x' B_{RMASFBFR} x \quad (4.26)$$

em que:

$$b_{RMASFBFR} = \begin{bmatrix} -0,192 \\ 3,384 \end{bmatrix} \quad B_{RMASFBFR} = \begin{bmatrix} -2,626 & 0,766 \\ 0,766 & 0,139 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2]$$

$$\hat{y}_{RMETFBFR} = 92,42 + x' b_{RMETFBFR} + x' B_{RMETFBFR} x \quad (4.27)$$

na qual:

$$b_{RMETFBFR} = \begin{bmatrix} -2,208 \\ -0,998 \end{bmatrix} \quad B_{RMETFBFR} = \begin{bmatrix} -4,949 & -0,809 \\ -0,809 & -0,315 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2]$$

Os pontos estacionários da análise da recuperação mássica ($x_{0RMASFBFR}$) e da recuperação metalúrgica de P_2O_5 ($x_{0RMETFBFR}$) da flotação de bancada do circuito friável foram obtidos através das Equações 4.28 e 4.29, respectivamente, onde $B_{RMASFBFR}^{-1}$ e $B_{RMETFBFR}^{-1}$ são as inversas das matrizes simétricas dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMASFBFR}$ e $B_{RMETFBFR}$) e, $b_{RMASFBFR}$ e $b_{RMETFBFR}$ são os vetores dos coeficientes de primeira ordem.

$$x_{0RMASFBFR} = -\frac{1}{2} B_{RMASFBFR}^{-1} b_{RMASFBFR} \quad (4.28)$$

$$x_{0RMETFBFR} = -\frac{1}{2} B_{RMETFBFR}^{-1} b_{RMETFBFR} \quad (4.29)$$

em que:

$$B_{RMASFBFR}^{-1} = \begin{bmatrix} -0,146 & 0,805 \\ 0,805 & 2,759 \end{bmatrix} \quad B_{RMETFBFR}^{-1} = \begin{bmatrix} -0,348 & 0,894 \\ 0,894 & -5,472 \end{bmatrix}$$

$$x_{0RMASFBFR} = \begin{bmatrix} -1,376 \\ -4,591 \end{bmatrix} \quad x_{0RMETFBFR} = \begin{bmatrix} 0,062 \\ -1,743 \end{bmatrix}$$

Primeiramente percebe-se que uma das variáveis ($x_{20} = -4,591$) no ponto estacionário da análise da recuperação mássica ($x_{0RMASFBFR}$) ficou fora da faixa experimental adotada neste estudo (entre -2 e +2).

Para determinar a natureza dos pontos estacionários ($x_{0RMASFBFR}$ e $x_{0RMETFBFR}$), ou seja, se é ponto de máximo, de mínimo ou de sela, as raízes características (λ_1 e λ_2), foram calculadas utilizando as Equações 4.30 e 4.31.

$$\det(B_{RMASFBFR} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.30)$$

$$\det(B_{RMETFBFR} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.31)$$

na qual: I é a matriz identidade

Na análise da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável as raízes características determinadas foram $\lambda_1 = -5,086$ e $\lambda_2 = -0,178$, ou seja, o ponto estacionário $x_{0RMETFBFR}$ é um ponto de máximo. Portanto $x_{10} = 0,062$ e $x_{20} = -1,743$ são os valores das variáveis independentes codificadas que maximizam a recuperação metalúrgica da flotação de bancada do circuito friável ($\hat{y}_{RMETFBFR}$) cujo valor obtido foi de 93,22%. É um valor satisfatório uma vez que é esperada na flotação industrial uma recuperação de 86%.

E a partir das equações da Tabela 4.2, as variáveis independentes foram recalculadas na unidade original:

$$d_{COL} = 409,30 \text{ g/t} \quad p_{COLSINT} = 20,70\%$$

Para explicar melhor a variação da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável mediante a variação nas variáveis dependentes dosagem de coletor (d_{COL}) e percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$), foi elaborada a superfície de resposta que está representada na Figura 4.6, sendo que, as demais variáveis estão no nível central.

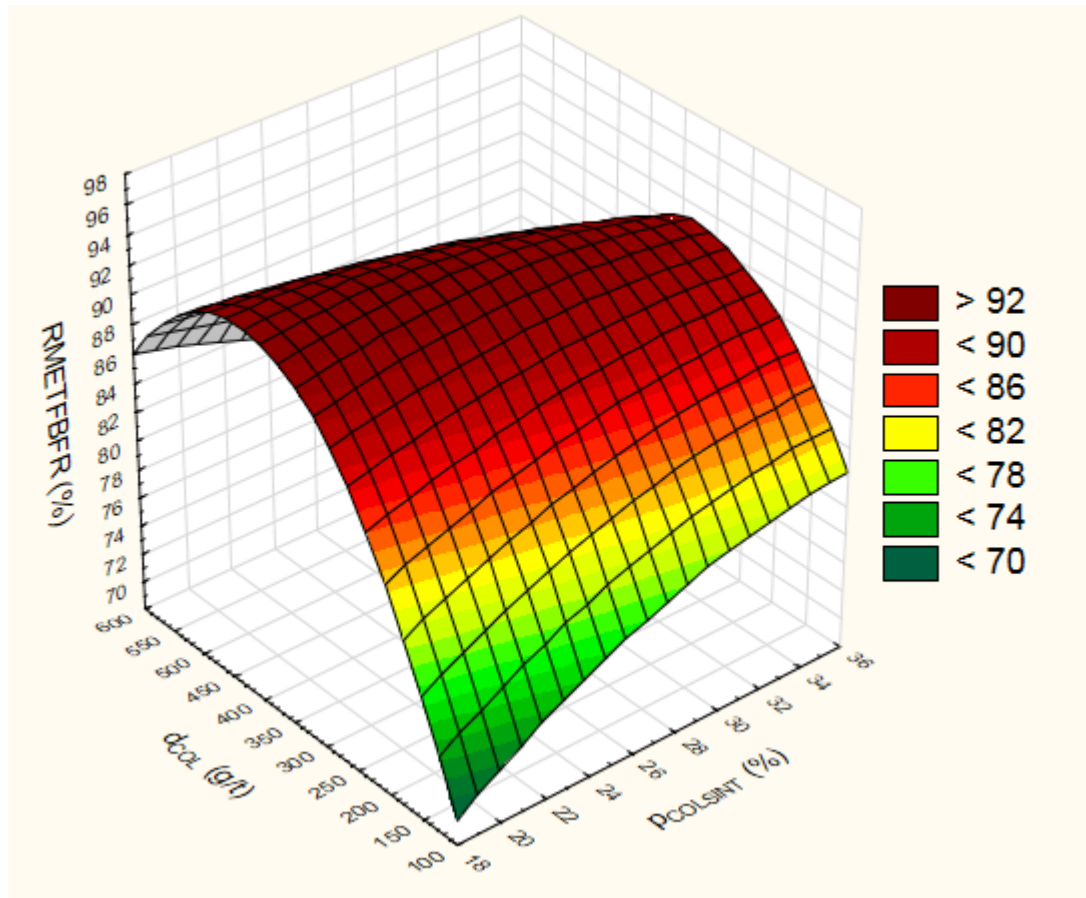


Figura 4.6 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

Analisando preliminarmente a Figura 4.6, observa-se que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 é mínima para valores de dosagem de coletor e percentual de coletor sintético mínimo. Isto ocorre pelo fato da falta de coletor proporcionar perdas elevadas de massa de P_2O_5 no rejeito da flotação, uma vez que a partícula de apatita não estando adsorvida suficientemente por reagentes coletores, não são transportadas pelo ar até o concentrado. Outra observação relevante na Figura 4.6 é que à medida que se aumenta a dosagem de coletor até atingir valores próximos de 420 g/t, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 atinge um valor máximo até começar a cair. Isto mostra que o coletor deve ser dosado em proporções adequadas conforme os resultados de flotação de bancada, pois o excesso de coletor contribui para a coleta de partículas minerais que contém elementos contaminantes (Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 etc) para o concentrado, empobrecendo-o com teores abaixo de 35% de P_2O_5 , e reduzindo a recuperação metalúrgica de P_2O_5 na etapa. Outra consideração importante é que nem sempre a

maior recuperação metalúrgica é ideal, pois em muitos casos o teor de P_2O_5 no concentrado fica abaixo da especificação (35% de P_2O_5). Em relação ao percentual de coletor sintético, um tipo de coletor utilizado para aumentar a seletividade e a qualidade da espuma mineralizada, à medida que é aumentado, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 aumenta também, porém o mesmo somente é eficaz quando é utilizada a dosagem de coletor mínima. No entanto, verifica-se na Figura 4.6 que para valores de dosagem de coletor inferiores a 250 g/t, o aumento do percentual de coletor sintético contribui para o aumento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 , porém não atingem valores significativos, considerando que hoje a referência para a flotação de bancada no circuito friável é de, no mínimo, 86%.

Já na análise da recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável as raízes características foram $\lambda_1 = -2,824$ e $\lambda_2 = 0,337$. Portanto o ponto estacionário $x_{0_{RMASFBFR}}$, representado por $x_{10} = -1,376$ e $x_{20} = -4,591$, é um ponto de sela. Para encontrar os valores das variáveis independentes que maximizam a recuperação mássica, foi necessário realizar a análise canônica. A Equação 4.26 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.32, na qual $\hat{y}_{RMASFBFR}$ é recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável na forma canônica, $\hat{y}_{0_{RMASFBFR}}$ é a resposta estimada no ponto estacionário ($x_{0_{RMASFBFR}}$) e w_1 e w_2 são as variáveis independentes transformadas para a forma canônica.

$$\hat{y}_{RMASFBFR} = \hat{y}_{0_{RMASFBFR}} + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 \quad (4.32)$$

A resposta estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMASFBFR}}$) foi calculada pela Equação 4.33, onde $x'_{0_{RMASFBFR}}$ é a matriz transposta do ponto estacionário ($x_{0_{RMASFBFR}}$) e $b_{RMASFBFR}$ é o vetor dos coeficientes de primeira ordem.

$$\begin{aligned} \hat{y}_{0_{RMASFBFR}} &= 36,13 + x'_{0_{RMASFBFR}} b_{RMASFBFR} + x'_{0_{RMASFBFR}} B_{RMASFBFR} x_{0_{RMASFBFR}} \\ \hat{y}_{0_{RMASFBFR}} &= 28,49 \% \end{aligned} \quad (4.33)$$

Após determinação das raízes características (λ_1 e λ_2) e da recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMASFBFR}}$), foi

elaborada a equação da superfície ajustada na forma canônica que é representada pela Equação 4.34 e que tem o mesmo formato da Equação 4.32.

$$\hat{Y}_{RMASFBFR} = 28,49 - 2,284 w_1^2 + 0,337 w_2^2 \quad (4.34)$$

Pela Equação 4.32, percebe-se que a recuperação mássica na forma canônica ($\hat{Y}_{RMASFBFR}$) é maximizada quando w_1 é igual à zero. Portanto para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 e x_2) que maximizam a recuperação mássica ($\hat{Y}_{RMASFBFR}$), w_1 foi considerado igual à zero, enquanto o valor de w_2 foi avaliado por tentativa. A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 4.35, onde M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e $x_{0RMASFBFR}$ é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário. Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

$$w = M' (x - x_{0RMASFBFR}) \quad (4.35)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \end{bmatrix} \quad (x - x_{0RMASFBFR}) = \begin{bmatrix} x_1 + 1,376 \\ x_2 + 4,591 \end{bmatrix} \quad M' = \begin{bmatrix} 0,968 & -0,250 \\ 0,250 & 0,968 \end{bmatrix}$$

A partir da Equação 4.35, foi obtido um sistema de duas equações que mostra a relação entre as variáveis w e x , representadas pelas Equações 4.36 e 4.37.

$$w_1 = 0,968 x_1 - 0,250 x_2 + 0,184 \quad (4.36)$$

$$w_2 = 0,250 x_1 + 0,968 x_2 + 4,789 \quad (4.37)$$

Os valores das variáveis independentes (x_1 e x_2) foram determinados, utilizando o *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas (w_1 e w_2) por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável. Verifica-se na Equação 4.34 que, a recuperação mássica na forma canônica ($\hat{Y}_{RMASFBFR}$) cresce mais na direção do eixo w_2 , pois a raiz característica $\lambda_2 > \lambda_1$. Portanto, para realizar as tentativas, primeiramente w_1 foi considerado igual à zero, pois minimiza a recuperação mássica e foi encontrado o valor de w_2 que maximizasse a recuperação mássica de forma que x_1 e x_2 estivessem dentro da região experimental. As variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 6,807 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 0,326 \\ 2,000 \end{bmatrix}$$

E neste ponto, a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável foi de $\hat{y}_{RMASFBR} = 44,10\%$, sendo um valor bom, pois para a flotação é esperada uma recuperação mássica de 33,5%. Foi observado também que, qualquer ponto onde $w_1 = 0$, $w_2 < 2,675$ e $w_2 > 6,807$, x está fora da região experimental. As variáveis independentes codificadas foram calculadas para a unidade original, utilizando as fórmulas de adimensionalização listadas na Tabela 4.2 e foram obtidos os seguintes valores:

$$d_{COL} = 449 \text{ g/t} \quad p_{COLSINT} = 30 \%$$

Na Figura 4.7 segue a superfície de resposta onde mostra a dependência da recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável em relação às variáveis independentes (d_{COL} e $p_{COLSINT}$), considerando que as demais variáveis estão no nível central.

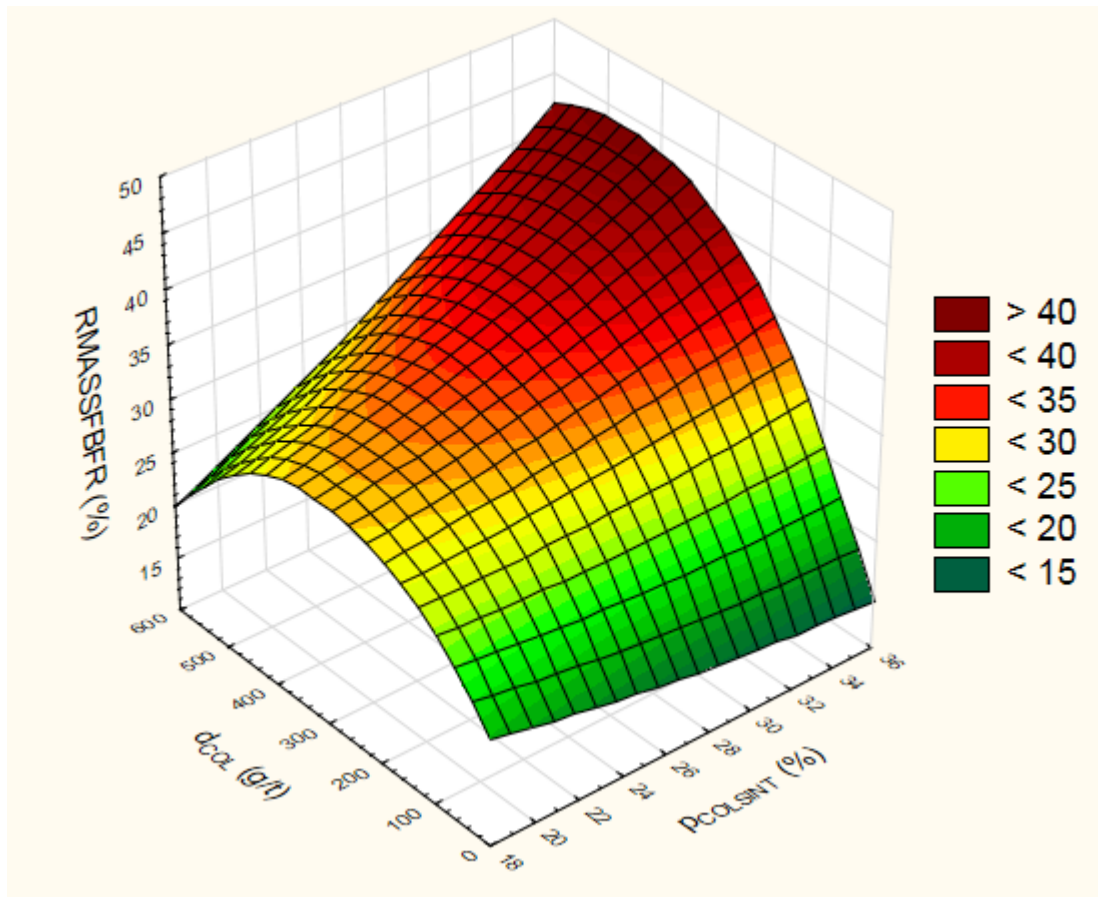


Figura 4.7 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito friável em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

Pela Figura 4.7, percebe-se que para se atingir recuperações mássicas significativas (acima de 33,5%), é necessário que a dosagem mínima de coletor seja de aproximadamente 250 g/t. Este é o mesmo caso que ocorreu na Figura 4.6, da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito friável, onde mostra que a falta de coletor reduz a recuperação devido a não adsorção de partículas de apatita que acabam sendo direcionadas ao rejeito da flotação de bancada. Tal fato é observado de forma similar na flotação industrial. Observa-se, na Figura 4.7, que o aumento simultâneo do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$) e da dosagem de coletor (d_{COL}) propiciam o aumento da recuperação mássica até um valor máximo, porém deve-se ter cuidado nesta interpretação, pois o excesso de coletor sintético contribui para o caimento dos teores de P_2O_5 do concentrado e do rejeito. Pelo fato do teor de P_2O_5 no rejeito diminuir juntamente ao de concentrado, é muito comum obter recuperação mássica elevada, porém com concentrado fora da especificação química. Da mesma maneira aumenta-se o custo de produção do concentrado fosfático uma vez que há acréscimo no custo com reagentes coletores que, hoje compõem cerca de 40% do custo variável.

4.1.2.2. Recuperação mássica e metalúrgica de P_2O_5 na análise da flotação de bancada do circuito granulado

Semelhante ao estudo do tópico anterior, 4.1.2.1, após a análise de regressão múltipla, foi obtido o modelo de segunda ordem na forma matricial, sendo representado pelas Equações 4.38 e 4.39, que mostram a relação entre as variáveis dependentes recuperações mássica ($\hat{Y}_{RMASFBGR}$) e metalúrgica de P_2O_5 ($\hat{Y}_{RMETFBGR}$) e as variáveis independentes (x_1 e x_2 que são a dosagem de coletor e a participação de coletor sintético, respectivamente). Nas Equações 4.38 e 4.39, têm-se os vetores dos coeficientes de primeira ordem ($b_{RMASFBGR}$ e $b_{RMETFBGR}$), as matrizes simétricas dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMASFBGR}$ e $B_{RMETFBGR}$) e as matrizes das variáveis independentes e sua transposta (x e x' , respectivamente).

$$\hat{Y}_{RMASFBGR} = 16,47 + x' b_{RMASFBGR} + x' B_{RMASFBGR} x \quad (4.38)$$

em que:

$$b_{RMASFBGR} = \begin{bmatrix} -0,362 \\ 1,244 \end{bmatrix} \quad B_{RMASFBGR} = \begin{bmatrix} -0,623 & 0,021 \\ 0,021 & -0,323 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2]$$

$$\hat{y}_{RMETFB_{GR}} = 62,35 + x' b_{RMETFB_{GR}} + x' B_{RMETFB_{GR}} x \quad (4.39)$$

na qual:

$$b_{RMETFB_{GR}} = \begin{bmatrix} -1,314 \\ 1,560 \end{bmatrix} \quad B_{RMETFB_{GR}} = \begin{bmatrix} -1,516 & 0,226 \\ 0,226 & -0,375 \end{bmatrix}$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} \quad x' = [x_1 \quad x_2]$$

Os pontos estacionários da análise da recuperação mássica ($x_{0_{RMASSFB_{GR}}}$) e da recuperação metalúrgica de P_2O_5 ($x_{0_{RMETFB_{GR}}}$) da flotação de bancada do circuito friável foram obtidos através das Equações 4.40 e 4.41, respectivamente, onde $B_{RMASSFB_{GR}}^{-1}$ e $B_{RMETFB_{GR}}^{-1}$ são as inversas das matrizes simétricas dos coeficientes de segunda ordem e de interações ($B_{RMASSFB_{GR}}$ e $B_{RMETFB_{GR}}$) e, $b_{RMASSFB_{GR}}$ e $b_{RMETFB_{GR}}$ são os vetores dos coeficientes de primeira ordem.

$$x_{0_{RMASSFB_{GR}}} = -\frac{1}{2} B_{RMASSFB_{GR}}^{-1} b_{RMASSFB_{GR}} \quad (4.40)$$

$$x_{0_{RMETFB_{GR}}} = -\frac{1}{2} B_{RMETFB_{GR}}^{-1} b_{RMETFB_{GR}} \quad (4.41)$$

na qual:

$$B_{RMASSFB_{GR}}^{-1} = \begin{bmatrix} -1,609 & -0,105 \\ -0,105 & -3,113 \end{bmatrix} \quad B_{RMETFB_{GR}}^{-1} = \begin{bmatrix} -0,725 & -0,437 \\ -0,437 & -2,930 \end{bmatrix}$$

$$x_{0_{RMASSFB_{GR}}} = \begin{bmatrix} -0,226 \\ 1,911 \end{bmatrix} \quad x_{0_{RMETFB_{GR}}} = \begin{bmatrix} -0,135 \\ 1,998 \end{bmatrix}$$

Observa-se que tanto para a recuperação mássica quanto para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado, os valores dos pontos

estacionários ($x_{0RMASFBGR}$ e $x_{0RMETFBGR}$, respectivamente) ficaram dentro da faixa experimental adotada, que é entre -2 e +2.

Para determinar a natureza dos pontos estacionários ($x_{0RMASFBGR}$ e $x_{0RMETFBGR}$), as raízes características (λ_1 e λ_2), foram calculadas utilizando as Equações 4.42 e 4.43.

$$\det(B_{RMASFBGR} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.42)$$

$$\det(B_{RMETFBGR} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.43)$$

na qual: I é a matriz identidade

Na análise da recuperação mássica da flotação de bancada do circuito granulado, as raízes características foram $\lambda_1 = -0,624$ e $\lambda_2 = -0,321$ enquanto que na análise da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado as raízes características determinadas foram $\lambda_1 = -1,559$ e $\lambda_2 = -0,332$. Assim, os pontos estacionários $x_{0RMASFBGR}$ e $x_{0RMETFBGR}$ são os pontos que maximizam as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado, respectivamente.

No ponto estacionário $x_{0RMASFBGR}$ a recuperação mássica obtida foi de 18,07 %, enquanto no ponto estacionário $x_{0RMETFBGR}$ a recuperação metalúrgica de P_2O_5 foi de 64,00 %. Os resultados são considerados satisfatórios uma vez que para o circuito granulado esperam-se recuperações mássica e metalúrgica de 18,5 e 65,9 %, respectivamente.

E a partir das equações da Tabela 4.3, as variáveis independentes foram calculadas para a unidade original:

Para a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito granulado:

$$d_{COL} = 255,2 \text{ g/t} \quad p_{COLSINT} = 49,98 \%$$

Para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado:

$$d_{COL} = 264,2 \text{ g/t} \quad p_{COLSINT} = 49,33 \%$$

Pelos resultados das variáveis que maximizam as recuperações, percebe-se que os valores apresentados são semelhantes. Para explicar melhor a variação das recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado mediante a variação nas variáveis dependentes dosagem de coletor (d_{COL}) e percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$), foram elaboradas as superfícies de resposta que são ilustradas pelas Figuras 4.8 e 4.9, sendo que, as demais variáveis encontram-se no nível central.

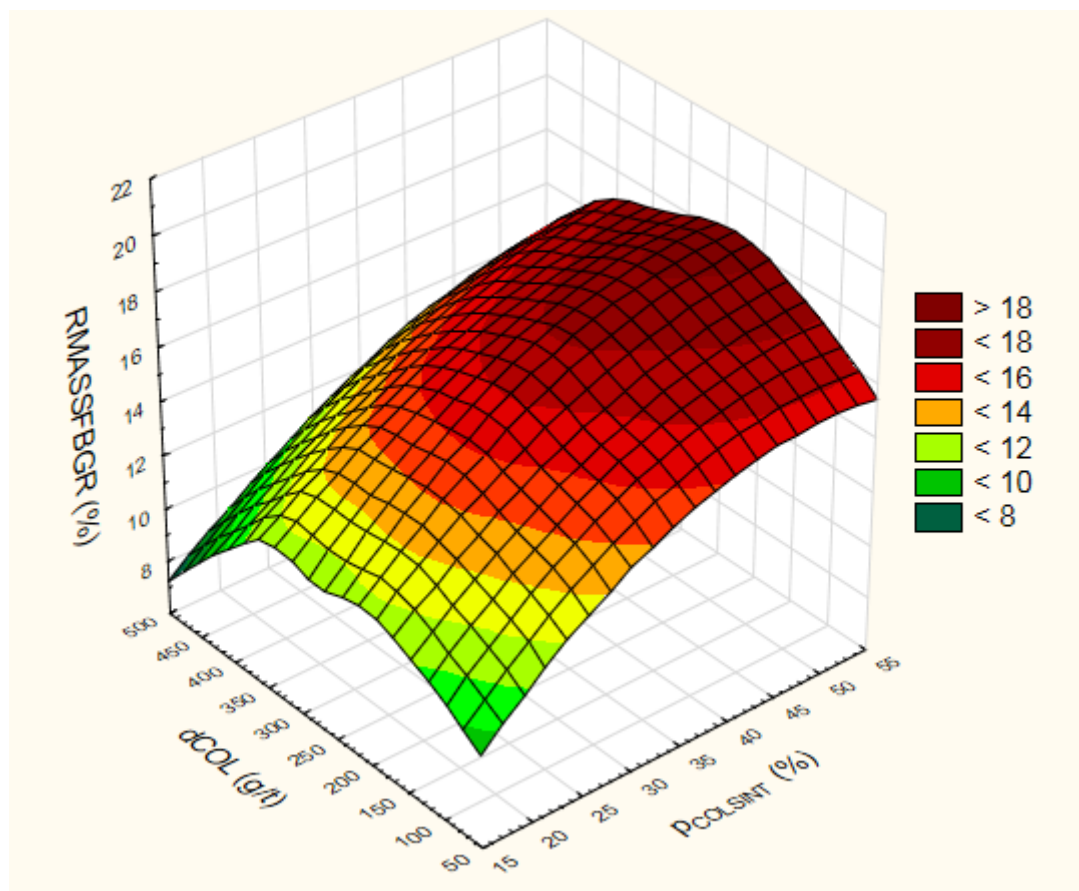


Figura 4.8 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação de bancada do circuito granulado em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

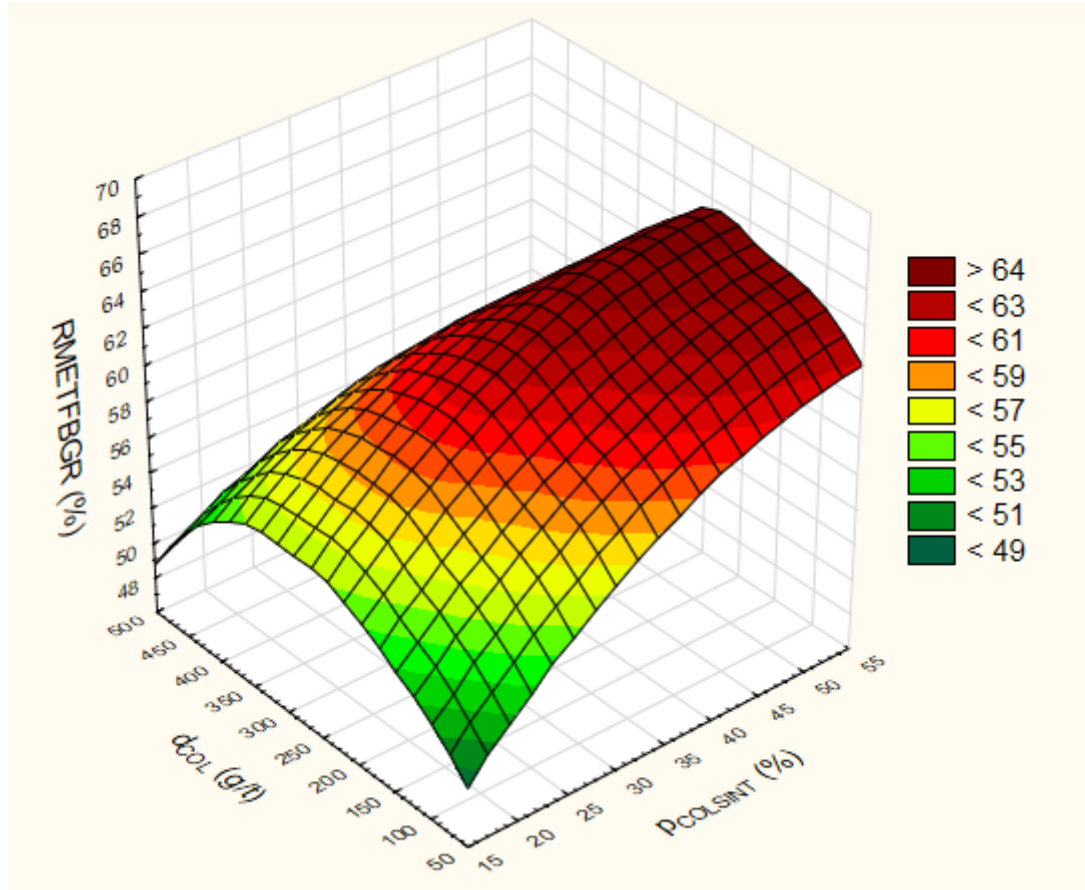


Figura 4.9 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

Analisando as Figuras 4.8 e 4.9, observa-se que as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 apresentam comportamento semelhante mediante a variação da dosagem de coletor e do percentual de coletor sintético. As recuperações são mínimas para valores de dosagem e coletor e percentual de coletor sintético mínimos. Isto ocorre pelo fato da falta de coletor proporcionar perdas de massa de P_2O_5 elevadas no rejeito da flotação, uma vez que a partícula de apatita não estando adsorvida suficientemente por reagentes coletores apresentam dificuldade de flotar. Este comportamento também foi observado na análise da flotação de bancada do circuito friável. Percebe-se também que as recuperações aumentam mediante o acréscimo da dosagem e coletor até certo valor, de aproximadamente 250 g/t, que é exatamente o valor da variável no ponto estacionário, que maximiza a recuperação metalúrgica. Para dosagens de coletor acima de 250 g/t, a recuperação metalúrgica tende a cair. Isto se deve ao fato do excesso de coletor na flotação ocasionar em coleta indesejável de partículas contaminantes de Fe_2O_3 , MgO , TiO_2 , SiO_2 etc, que contribuem para o

empobrecimento do concentrado em termos de teores de P_2O_5 . Já em relação ao percentual de coletor sintético, o seu acréscimo contribui para o aumento das recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , porém cabe ressaltar que embora atinja maiores recuperações com maior percentual de coletor sintético, nem sempre é a condição ideal, pois em muitos casos o teor de P_2O_5 no concentrado fica abaixo da especificação (35% de P_2O_5).

4.1.3. Análise estatística da flotação industrial

Esta análise estatística consistiu em investigar o efeito das variáveis dos circuitos friável, granulado e ultrafino sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 . Também foram determinados os valores das variáveis independentes que maximizam as recuperações.

As análises estatísticas foram realizadas separadamente para a flotação industrial dos circuitos mencionados, friável, granulado e ultrafino, cujos resultados serão abordados nos tópicos 4.1.3.1, 4.1.3.2 e 4.1.3.3, respectivamente.

A metodologia aplicada na análise estatística da flotação industrial é semelhante à aplicada na análise das pilhas de minério e da flotação de bancada. Portanto, nos capítulos seguintes, para a flotação dos circuitos friável, granulado e ultrafino, será apresentado apenas os resultados para a análise da flotação industrial estando todas as etapas e equações disponíveis no Apêndice I.

4.1.3.1. Flotação industrial do circuito friável

Na análise estatística da flotação industrial do circuito friável, as variáveis dependentes foram as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 . Na Tabela 4.4 seguem as variáveis independentes com suas respectivas faixas experimentais e equações de adimensionalização. Neste estudo foi utilizando um banco composto por 320 dados.

Tabela 4.4 – Variáveis independentes da análise da flotação industrial do circuito friável.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Número de pilhas de minério retomadas (n_{PM})	1 a 5	$x_1 = \frac{n_{PM} - 3,0}{1,0}$
Percentual de minério da frente 02 (p_{F2})	0 a 85 %	$x_2 = \frac{p_{F2} - 42,4}{21,1}$
Teor de P_2O_5 no minério (t_{P2O5})	7,4 a 8,9 %	$x_3 = \frac{t_{P2O5} - 8,1}{0,4}$
Concentração de sólidos na alimentação da flotação (CS_{ANF})	21,1 a 57,7 %	$x_4 = \frac{CS_{ANF} - 39,4}{9,1}$
Dosagem de coletor (d_{COL})	130 a 300 g/t	$x_5 = \frac{d_{COL} - 215,0}{42,5}$
Percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$)	0 a 30%	$x_6 = \frac{p_{COLSINT} - 15,0}{7,5}$
Dosagem de depressor (d_{DEPRE})	120 a 180 g/t	$x_7 = \frac{d_{DEPRE} - 150,0}{15,0}$
Nível de polpa da etapa <i>rougher</i> (np_{ROUG})	24,1 a 58,8 %	$x_8 = \frac{np_{ROUG} - 41,4}{8,7}$
Nível de polpa da etapa <i>cleaner</i> (np_{CLEAN})	26,3 a 57,2 %	$x_9 = \frac{np_{CLEAN} - 41,7}{7,7}$
Nível de polpa da etapa <i>recleaner</i> ($np_{REC CLEAN}$)	39,8 a 64,3 %	$x_{10} = \frac{np_{REC CLEAN} - 52,1}{6,1}$
Nível de polpa da etapa <i>scavenger</i> (np_{SCAV})	8,4 a 40,1 %	$x_{11} = \frac{np_{SCAV} - 24,2}{7,9}$

Os coeficientes de correlação quadráticos (r^2), obtidos após regressão *outlier* foram de 0,80 e 0,81 para a recuperação mássica e para recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável, respectivamente. Analisando os parâmetros das equações de regressão, percebe-se que todas as variáveis influenciaram nas respostas, seja individualmente ou por meio de interação. Nos tópicos seguintes, 4.1.3.1.1 e 4.1.3.1.2, são apresentados os resultados de análise estatística da recuperação mássica e recuperação metalúrgica de P_2O_5 , respectivamente, no estudo da flotação industrial do circuito friável.

4.1.3.1.1. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável

As variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 1,8 \\ 0,9 \\ 1,2 \\ -0,9 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 1,926 \\ 0,086 \\ 1,461 \\ 0,803 \\ -0,804 \\ -0,459 \\ 0,256 \\ -0,253 \\ 0,453 \\ -1,973 \\ 1,354 \end{bmatrix}$$

E neste ponto, a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável foi de $\hat{y}_{RMASFI_{FR}} = 41,28 \%$, que está acima da referência industrial (33,5%). Também nota-se que o valor obtido na análise da flotação de bancada do circuito friável (44,10%) foi superior ao obtido na análise da flotação industrial.

As variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original, utilizando as fórmulas de adimensionalização listadas na Tabela 4.4 e foram obtidos os seguintes valores:

$$\begin{array}{llll} n_{PM} = 5,0 & d_{COL} = 180,8 \text{ g/t} & cs_{ANF} = 46,7 \% & np_{REC_{CLEAN}} = 40,1 \% \\ p_{F2} = 44,2 \% & p_{COLSINT} = 11,6 \% & np_{ROUG} = 39,2 \% & np_{SCAV} = 34,9 \% \\ t_{P2O5} = 8,7 \% & d_{DEPRE} = 153,8 \text{ g/t} & np_{CLEAN} = 45,20 \% & \end{array}$$

Pelos valores das variáveis independentes que maximizaram a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável, observa-se que estão dentro do normalmente praticado no Complexo de Mineração de Tapira. A concentração de sólidos na alimentação da flotação (cs_{ANF}), por exemplo, fica em torno de 45%, valor muito próximo ao obtido (46,7 %) na análise canônica. Da mesma forma a dosagem de depressor (d_{DEPRE}) obtida de 153,8 g/t ficou bastante próxima da atualmente praticada (150 g/t). Em relação aos níveis de polpa que maximizaram a recuperação mássica estão bastante condizentes também. A variável independente nível de polpa da etapa *scavenger* (np_{SCAV}), por exemplo, que maximizou a

recuperação (34,9 %) ficou bastante próximo do limite superior da faixa estudada (40,1 %), pelo fato de níveis de polpa mais elevados aumentar a massa de carga circulante no circuito de flotação ao invés de direcioná-la ao rejeito final. As demais variáveis serão explicadas melhor através das superfícies de resposta elaboradas, representadas pelas Figuras 4.10 a 4.12. Em todas estas superfícies, as variáveis independentes não apresentadas estão no nível central.

Por meio da superfície de resposta da Figura 4.10 observa-se o comportamento da recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável mediante a variação do número de pilhas de minério (n_{PM}) e da concentração de sólidos na alimentação da flotação (CS_{ANF}).

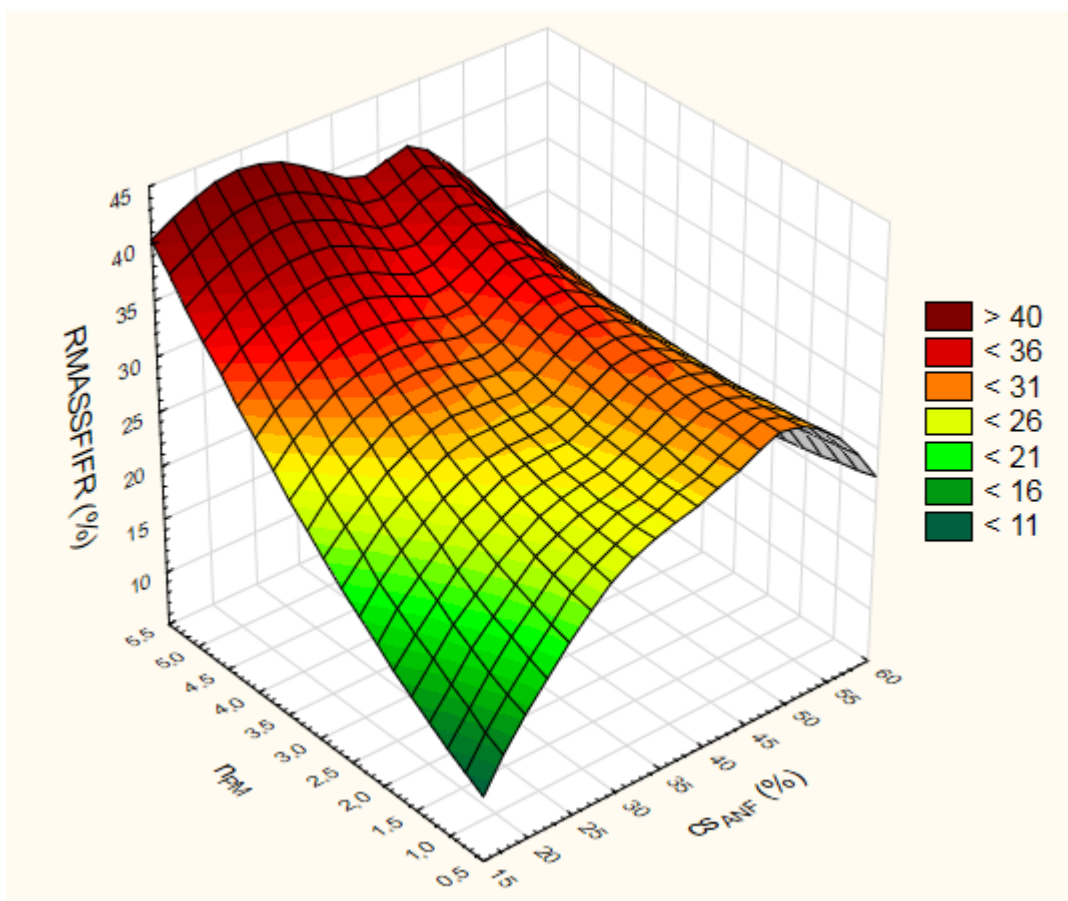


Figura 4.10 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função do número de pilhas de minério (n_{PM}) e da concentração de sólidos na alimentação nova da flotação (CS_{ANF}).

Analisando a superfície de resposta da Figura 4.10, verifica-se que os maiores valores de recuperações mássicas ocorrem quando a concentração de sólidos da alimentação nova da flotação está entre 45 e 50%, sendo que acima e abaixo deste intervalo a mesma tende a cair.

A concentração de sólidos é uma variável que está diretamente relacionada ao tempo de residência da polpa no interior das células de flotação, portanto quando se apresenta abaixo de 45% a polpa tem menor tempo de residência e, geralmente, ocorre o empobrecimento do concentrado em termos de teor de P_2O_5 e a passagem de partículas de apatita para o rejeito, e já quando a concentração de sólidos encontra-se acima de 50% o efeito é o contrário, gerando o enriquecimento do concentrado (teor de P_2O_5) e redução na produtividade (t/h) devido ao maior tempo de residência no interior das células. No entanto, o valor de concentração de sólidos encontrado na análise canônica foi de 46,7 %. Observa-se que quanto maior o número de pilhas de minério, maior a recuperação mássica. Deve-se ter muito cuidado nesta interpretação, pois pelo fato das pilhas de minério apresentar em frentes de lavra distintas, há uma enorme variação de massa na alimentação da flotação e é notável que a massa circulante no circuito varie de forma significativa. Com isso, poderá haver aumento de recuperação mássica na flotação industrial, mas com teor de P_2O_5 no concentrado abaixo da especificação (35%). Na superfície de resposta da Figura 4.10 é possível notar a instabilidade da flotação, pois a curva é mais acentuada quando mais pilhas de minério são retomadas no dia.

Já pela Figura 4.11 tem-se a superfície de resposta da recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em relação ao percentual de minério da frente de lavra 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 presente no minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).

Nota-se, pela Figura 4.11, que tanto o percentual de minério da frente 02 quanto o teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento apresentam influência sobre a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável, pois quando ambos são baixos, a recuperação também atinge valor mínimo, inferior a 24%. Como dito anteriormente, o minério da frente 02 tem apresentado melhor qualidade em termos de apatitas límpidas, o que favorece a recuperação mássica. O teor de P_2O_5 no minério geralmente reflete no teor de P_2O_5 que chega à flotação. Quando o teor de P_2O_5 é elevado e a apatita é de baixa qualidade (envolvida com lama natural e menos límpida), tende a reduzir a recuperação mássica, pois não se consegue atingir produções satisfatórias neste cenário.

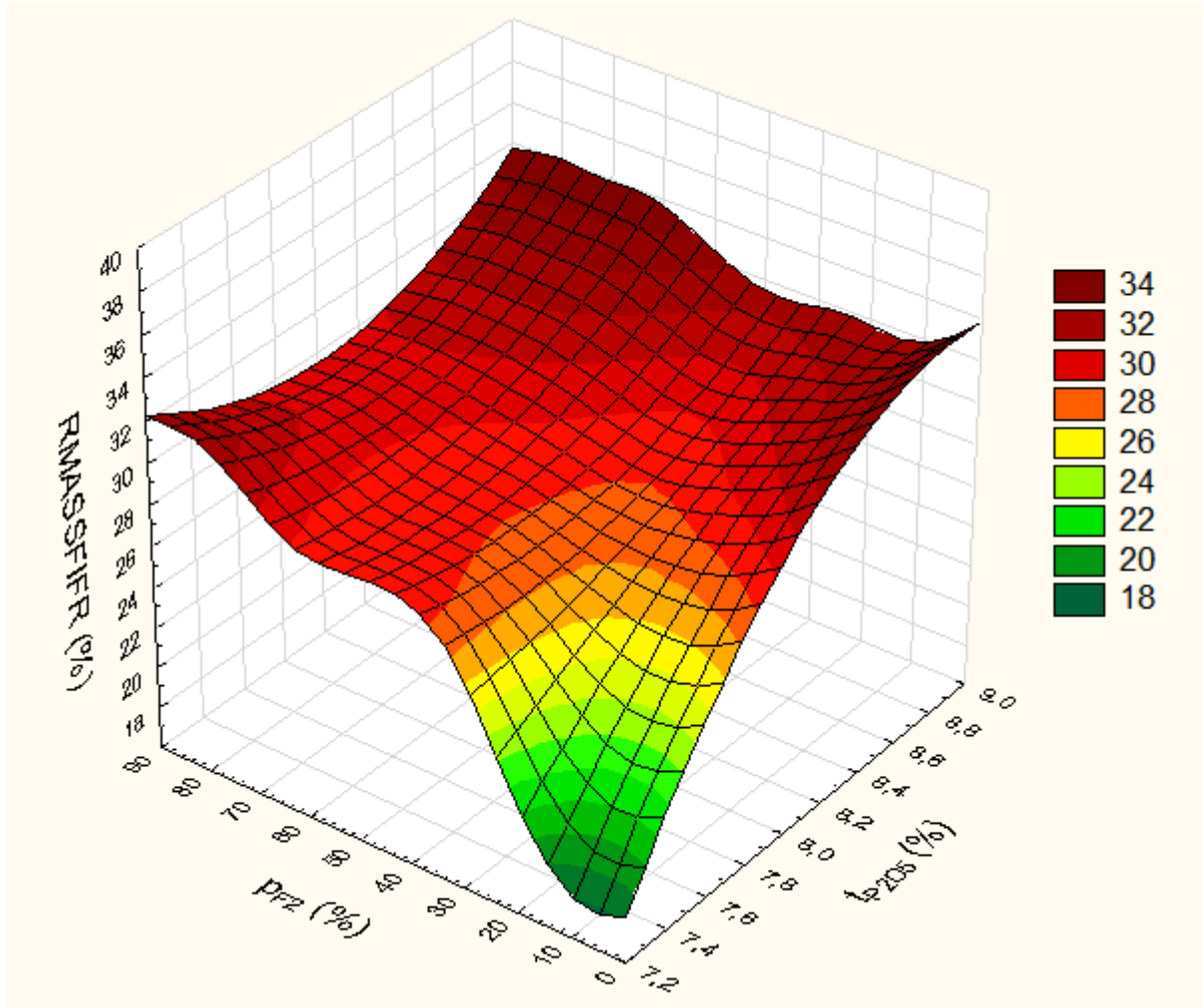


Figura 4.11 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função do percentual de minério da frente de lavra 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 presente no minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).

Finalmente, na Figura 4.12 verifica-se a superfície de resposta da recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em relação à dosagem de depressor (d_{DEPRE}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

Pela Figura 4.12, percebe-se que para baixas dosagens de depressor, inferior a 120 g/t, tem-se dificuldade em atingir recuperações mássicas significativas. Isto ocorre, pois a falta de depressor na flotação acarreta em coleta de minerais contaminantes de Fe_2O_3 para o concentrado da flotação, ocasionando em seu empobrecimento em termos de P_2O_5 , e, dessa forma há uma redução na produtividade devido à necessidade de reduzir a coleta para recuperar o teor de P_2O_5 no concentrado até o valor mais próximo de sua especificação (35,0 %). Quando não é realizado o teste de flotação de bancada para prever a dosagem ideal de

depressor, a dosagem é estabelecida em torno de 180 g/t, que segundo resultados históricos de laboratório, apresentaram bons resultados para a flotação industrial do circuito friável. O excesso de coletor sintético contribui para o aumento de recuperação mássica, porém com grande risco de descarregar a carga circulante da flotação e reduzir a qualidade do produto (teor de P_2O_5 abaixo de 35,0 % que é a especificação). No entanto, pelos resultados da análise canônica indicou um percentual de coletor sintético de 11,6 %.

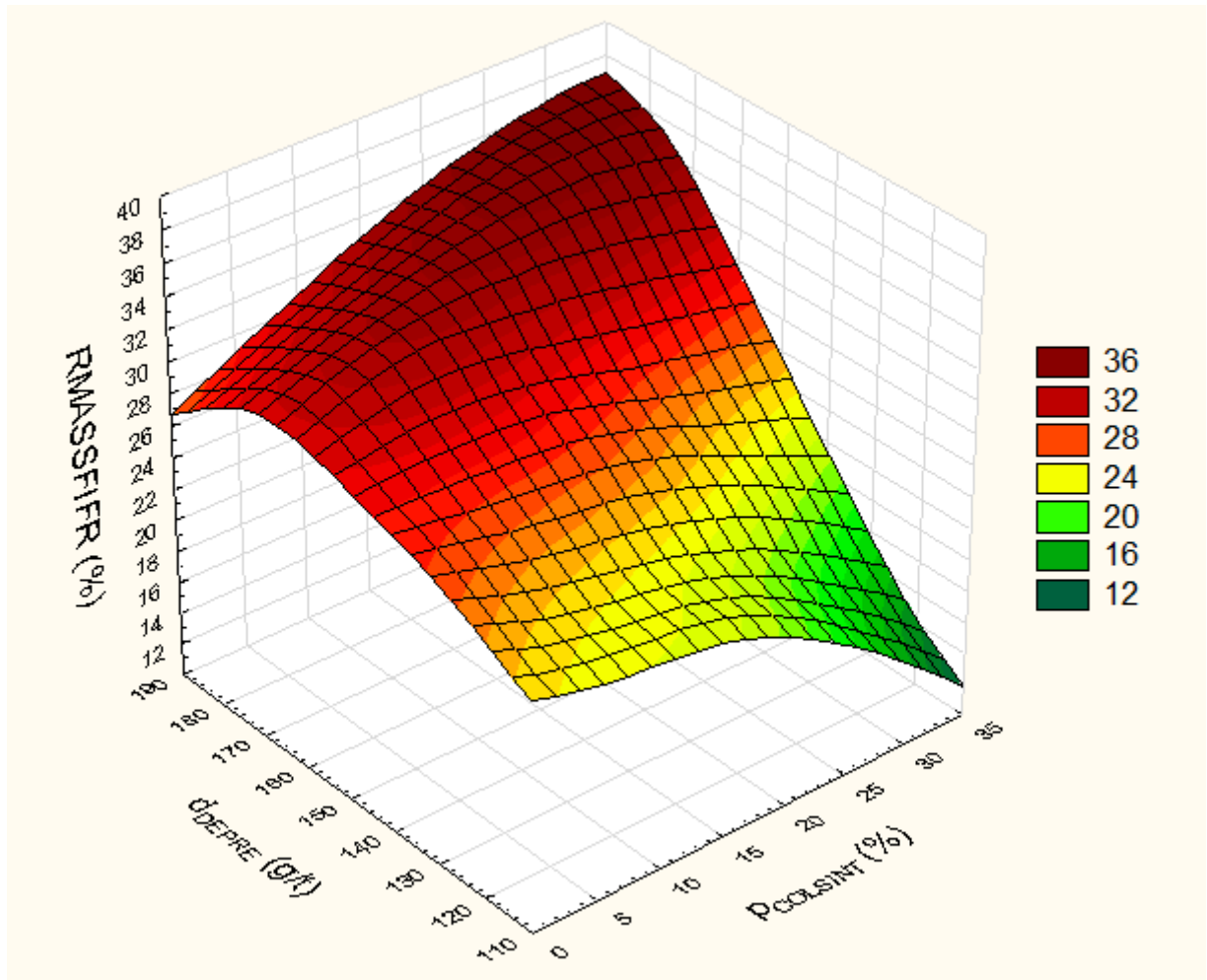


Figura 4.12 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável em função da dosagem de depressor (d_{DEPRE}) e do percentual de coletor sintético ($p_{COLSINT}$).

4.1.3.1.2 Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável

Para a maximização da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável, foram determinadas as seguintes variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x), respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 0,120 \\ -0,320 \\ 0 \\ 0,270 \\ 0 \\ 0,360 \\ 0,740 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 1,776 \\ 0,065 \\ 1,358 \\ 0,723 \\ -0,752 \\ -0,537 \\ 0,289 \\ -0,299 \\ 0,522 \\ -1,847 \\ 1,422 \end{bmatrix}$$

E neste ponto, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável foi de $\hat{y}_{RMETFI_{FR}} = 91,34 \%$, sendo um bom resultado pelo fato de buscarem-se recuperações acima de 86%.

As variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original, utilizando as fórmulas de adimensionalização listadas na Tabela 4.4 e foram obtidos os seguintes valores:

$$\begin{array}{llll} n_{PM} = 4,8 & d_{COL} = 183,0 \text{ g/t} & cs_{ANF} = 46,0 \% & np_{RECLEAN} = 40,8 \% \\ p_{F2} = 43,8 \% & p_{COLSINT} = 11,0 \% & np_{ROUG} = 38,8 \% & np_{SCAV} = 35,4 \% \\ t_{P2O5} = 8,6 \% & d_{DEPRE} = 154,4 \text{ g/t} & np_{CLEAN} = 45,7 \% & \end{array}$$

Nota-se que os valores das variáveis independentes que maximizaram a recuperação metalúrgica de P_2O_5 são praticamente iguais aos das variáveis que maximizaram a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável. Neste tópico foi explicada pelas superfícies de resposta, representadas pelas Figuras de 4.13 a 4.15, a variação da recuperação metalúrgica de P_2O_5 mediante a variação dos níveis de polpa das etapas *rougher* (np_{ROUG}), *cleaner* (np_{CLEAN}), *recleaner* ($np_{RECLEAN}$) e *scavenger* (np_{SCAV}). Em todas estas superfícies apresentadas, as variáveis independentes não apresentadas estão no nível central.

Por meio da superfície de resposta da Figura 4.13 tem-se o comportamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável mediante a variação dos níveis de polpa das etapas *rougher* (np_{ROUG}) e *cleaner* (np_{CLEAN}).

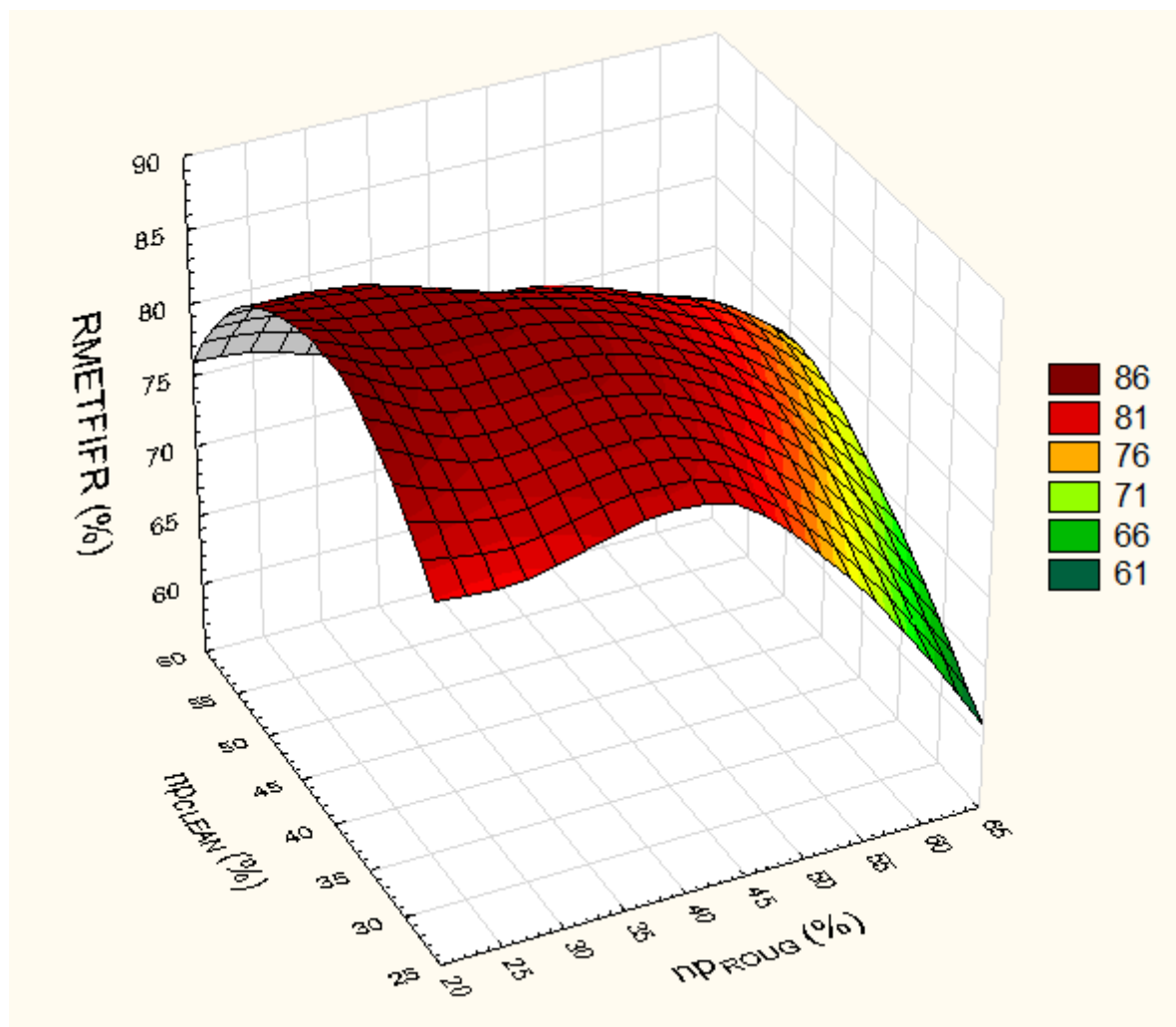


Figura 4.13 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função do nível de polpa da etapa *rougher* (np_{ROUG}) e do nível de polpa da etapa *cleaner* (np_{CLEAN}).

Analisando a Figura 4.13, pode-se observar que quando o nível de polpa da etapa *rougher* é elevado, superior a 55% e o nível de polpa da etapa *cleaner* é baixo, na ordem de 30%, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 é mínima. Neste cenário a massa de concentrado na etapa *rougher* é muito alta pelo fato do nível de polpa desta etapa estar elevado, e dessa forma na etapa seguinte, a *cleaner* que recebe o concentrado da etapa *rougher*, é necessário reduzir o nível de polpa para controlar o teor de P_2O_5 do concentrado final, gerando um aumento de

carga circulante e com isso havendo um decréscimo na recuperação metalúrgica de P_2O_5 , devido à diminuição da produtividade. À medida que se eleva o nível de polpa da etapa *cleaner*, consegue-se elevar a recuperação metalúrgica até que a mesma comece a cair. No momento que a mesma tende a cair, a flotação chega a um estágio em que a massa é descarregada do circuito pelo fato do nível de polpa de ambas as etapas (*rougher* e *cleaner*) estarem elevadas. Então é importante que haja o equilíbrio entre essas variáveis de forma a manter a estabilidade das massas no circuito e obter o teor de P_2O_5 no concentrado dentro de sua especificação (35%), já que a atuação em uma delas refletirá no comportamento da outra.

Já a Figura 4.14 mostra a superfície de resposta da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável mediante a variação dos níveis de polpa das etapas *cleaner* (np_{CLEAN}) e *recleaner* ($np_{\text{REC CLEAN}}$).

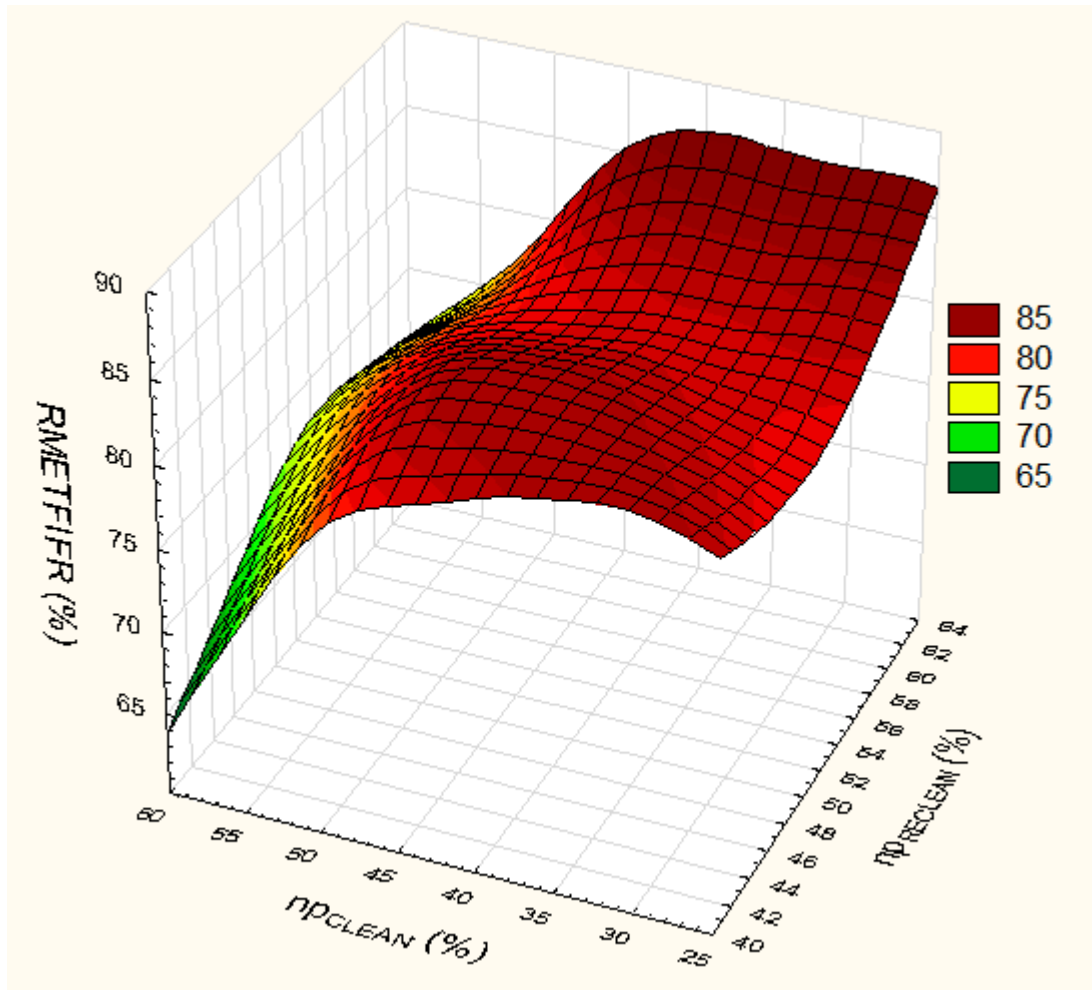


Figura 4.14 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função do nível de polpa da etapa *cleaner* (np_{CLEAN}) e do nível de polpa da etapa *recleaner* ($np_{\text{REC CLEAN}}$).

Na Figura 4.14, a análise é semelhante ao da Figura 4.13, já que a etapa *recleaner* recebe o concentrado da etapa *cleaner*. Portanto, quando uma variável apresenta nível de polpa elevado, a outra tem que compensar na coleta para manter a especificação do concentrado final, havendo redução na recuperação metalúrgica de P_2O_5 .

Finalmente, pela Figura 4.15 tem-se a superfície de resposta da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável mediante a variação da concentração de sólidos na alimentação nova da flotação (cs_{ANF}) e do nível de polpa da etapa *scavenger* (np_{SCAV}).

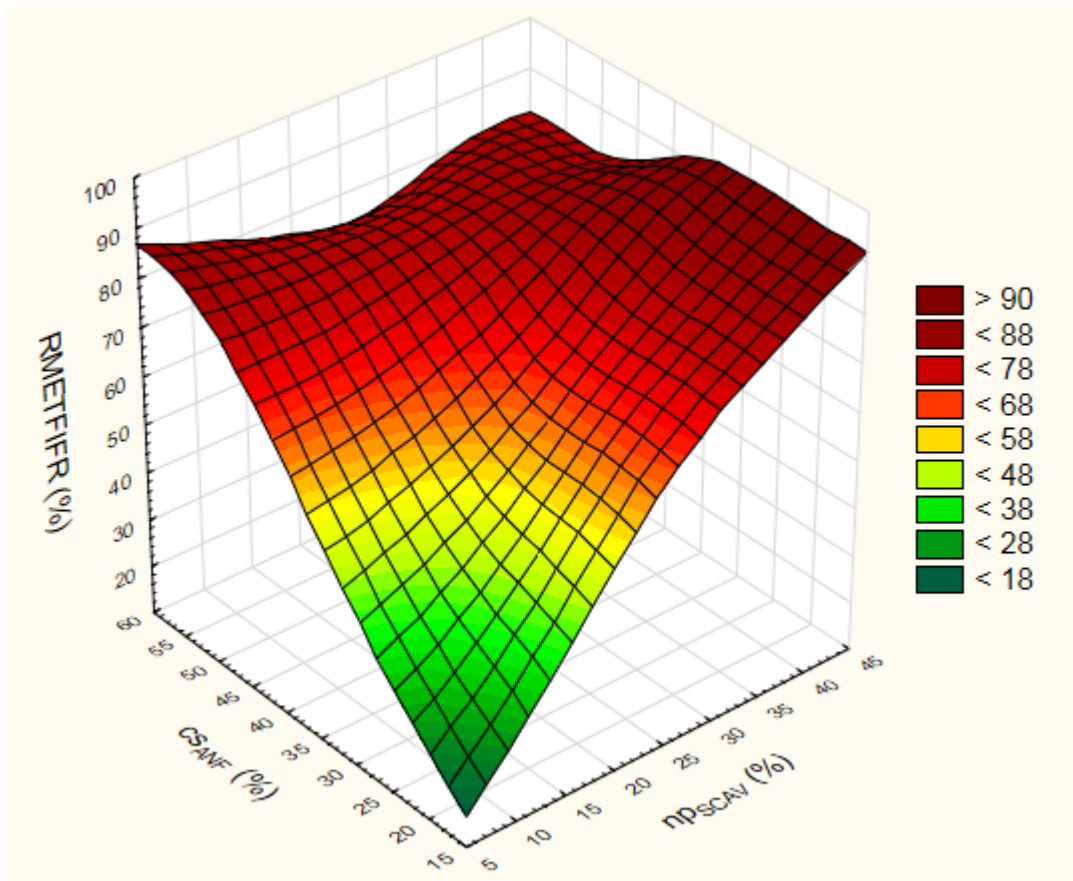


Figura 4.15 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável em função da concentração de sólidos na alimentação nova da flotação (cs_{ANF}) e do nível de polpa da etapa *scavenger* (np_{SCAV}).

Analisando a Figura 4.15, verifica-se que quando ambas as variáveis independentes (cs_{ANF} e np_{SCAV}) são mínimas, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 também é mínima. Isto ocorre pelo fato da concentração de sólidos baixa reduzir o tempo de residência da polpa na

célula e, com o nível de polpa da etapa *scavenger* baixo, praticamente toda massa é direcionada ao rejeito. No entanto, para obter boa recuperação metalúrgica de P_2O_5 e estabilidade no circuito de flotação, com menores ondulações na superfície de resposta, a concentração de sólidos deverá estar entre 45 e 50% enquanto o nível de polpa da etapa *scavenger* entre 35 e 45%. Quando o nível de polpa da etapa *scavenger* está elevado, a recuperação é elevada independente da concentração de sólidos, pois aumentando a massa de concentrado desta etapa, reduzem-se perdas no rejeito e esta massa é incorporada à carga circulante e processada novamente na flotação.

4.1.3.2. Flotação industrial do circuito granulado

Na análise estatística da flotação industrial do circuito granulado, as variáveis dependentes foram as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação, e as variáveis dependentes estão apresentadas na Tabela 4.5. Neste estudo foram utilizados 265 dados.

Tabela 4.5 – Variáveis independentes estudadas na análise da flotação industrial do circuito granulado.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Percentual de minério da frente 02 (p_{F2})	0 a 100 %	$x_1 = \frac{p_{F2} - 50,0}{25,0}$
Teor de P_2O_5 no minério (t_{P2O5})	7,3 a 8,9 %	$x_2 = \frac{t_{P2O5} - 8,1}{0,4}$
Dosagem de depressor (d_{DEPRE})	120 a 200 g/t	$x_3 = \frac{d_{DEPRE} - 160,0}{20,0}$
Dosagem de coletor (d_{COL})	100 a 168 g/t	$x_4 = \frac{d_{COL} - 134,0}{17}$
Nível de polpa da etapa <i>rougher</i> (np_{ROUG})	59,8 a 78,2%	$x_5 = \frac{np_{ROUG} - 69,0}{4,6}$
Nível de polpa da etapa <i>cleaner</i> (np_{CLEAN})	47,7 a 82,5 %	$x_6 = \frac{np_{CLEAN} - 65,1}{8,7}$
Nível de polpa da etapa <i>recleaner</i> ($np_{REC CLEAN}$)	32,9 a 83,7 %	$x_7 = \frac{np_{REC CLEAN} - 58,3}{12,7}$
Nível de polpa da etapa <i>scavenger</i> (np_{SCAV})	43,4 a 77,4 %	$x_8 = \frac{np_{SCAV} - 60,4}{8,5}$

Os coeficientes de correlação quadráticos (r^2) obtidos após a regressão *outlier* foram 0,80 e 0,81 para a recuperação mássica e para recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado, respectivamente. Nos tópicos seguintes, 4.1.3.2.1 e 4.1.3.2.2, seguem os resultados de análise estatística da flotação industrial do circuito granulado.

4.1.3.2.1. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado

Após seguir todas as etapas que estão dispostas no tópico AP.1.3 do Apêndice I, as variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ -2,80 \\ 6,40 \\ 0,50 \\ -0,52 \\ 0,76 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 1,783 \\ 0,132 \\ -0,969 \\ -2,000 \\ -1,110 \\ -0,014 \\ -0,092 \\ -1,992 \end{bmatrix}$$

A recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado obtida neste ponto foi de $\hat{y}_{RMASSTIGR} = 28,27$ %, que é um número ótimo para o circuito uma vez que a partir de 18,5% são aceitáveis. Apesar de estarem muito próximos do ponto estacionário, os níveis das variáveis independentes estão dentro da faixa experimental.

As variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original, utilizando as equações de adimensionalização listadas na Tabela 4.5. Os valores encontrados foram:

$$\begin{array}{lll} p_{F2} = 94,6 \% & d_{COL} = 100,0 \text{ g/t} & np_{RECLEAN} = 57,1 \% \\ t_{P2O5} = 8,2 \% & np_{ROUG} = 63,9 \% & np_{SCAV} = 43,5 \% \\ d_{DEPRE} = 140,6 \text{ g/t} & np_{CLEAN} = 65,0 \% & \end{array}$$

Para avaliar o comportamento da recuperação mássica mediante a alteração das variáveis independentes apresentadas na Tabela 4.5, foram elaboradas algumas superfícies de

resposta que são representadas pelas Figuras 4.16 a 4.18. Em todas estas superfícies, as variáveis independentes não apresentadas estão no nível central.

Na Figura 4.16, tem-se a superfície de resposta que mostra a variação da recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado mediante a alteração do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do nível de polpa da etapa *scavenger* (np_{SCAV}).

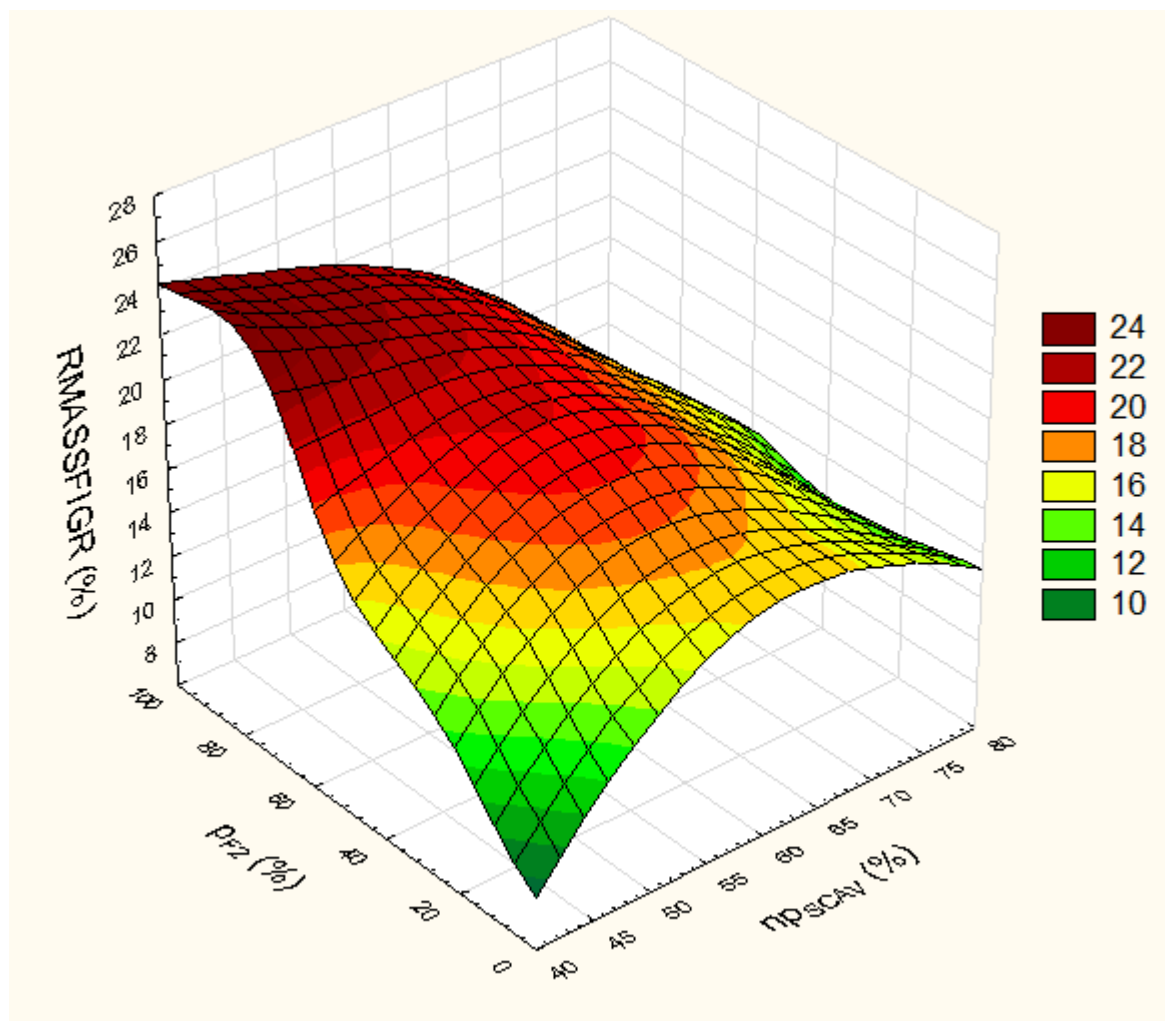


Figura 4.16 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do nível de polpa da etapa *scavenger* (np_{SCAV}).

Analisando a Figura 4.16, observa-se que as duas variáveis independentes (p_{F2} e np_{SCAV}) apresentam influência sobre a resposta, sendo que, quando ambos estão baixos, a recuperação mássica é minimizada. Para valor mínimo do percentual de minério da frente 02, a recuperação mássica aumenta à medida que o nível de polpa da etapa *scavenger* aumenta até

estabilizar. Já quando se aumenta o percentual de minério da frente 02, a recuperação mássica tende a aumentar proporcionalmente, mostrando sua forte influência sobre a mesma, principalmente para níveis mais baixos de np_{SCAV} . Mais uma vez observa-se que a recuperação varia bastante mediante a alteração do percentual de minério da frente 02. Conforme dito anteriormente, isto ocorre pelo fato da frente 02 apresentar minério de melhor qualidade, com apatitas mais límpidas que facilitam o processo de adsorção de coletores e a flotação em si.

Na Figura 4.17, tem-se a superfície de resposta da recuperação mássica mediante a variação do nível de polpa das etapas *rougher* (np_{ROUG}) e *cleaner* (np_{CLEAN}).

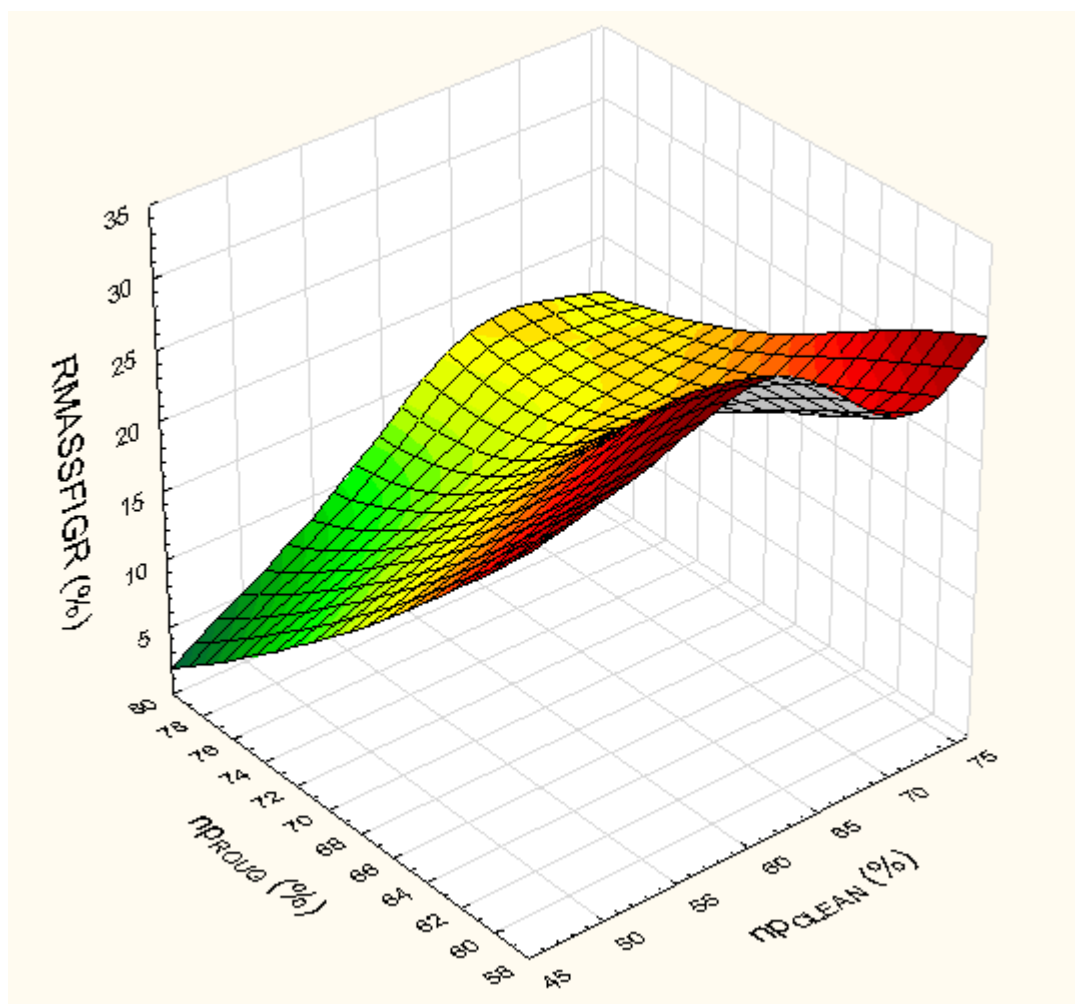


Figura 4.17 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa *rougher* (np_{ROUG}) e da etapa *cleaner* (np_{CLEAN}).

Pela Figura 4.17, percebe-se que a recuperação mássica é maximizada quando o nível de polpa da etapa *rougher* encontra-se próximo do limite inferior da faixa estudada, na ordem de 64%. Isto é observado no dia-a-dia e ocorre devido à etapa *rougher* da flotação operar com vazão mássica elevada que é oriunda da carga circulante (concentrado da etapa *scavenger* e rejeitos das etapas *cleaner* e *recleaner*). O circuito industrial possui uma bomba de polpa que alivia a etapa *rougher*, transferindo a massa do rejeito da etapa *recleaner* para a etapa *cleaner*, porém no período considerado no estudo, esta bomba de polpa, identificada por 14.23.21, estava parada. Também nota-se que quando o nível de polpa da etapa *cleaner* está mais elevado, próximo a 83%, porém cabe-se ter cuidado nesta análise porque quando o nível de polpa encontra-se muito elevado, o teor de P_2O_5 no concentrado tende a ficar mais baixo e, muitas vezes, fora de especificação. No entanto, o nível de polpa da etapa *cleaner* que maximizou a recuperação mássica foi de 65%, sendo um valor intermediário na faixa estudada.

Já na superfície de resposta, mostrada na Figura 4.18, verifica-se o comportamento da recuperação mássica mediante a variação do nível de polpa da etapa *recleaner* ($np_{REC\text{CLEAN}}$) e da dosagem de depressor (d_{DEPRE}).

Nota-se na Figura 4.18 que a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado varia mais em função da dosagem de depressor, sendo que, a recuperação mássica é minimizada quando a dosagem de depressor é máxima. Isto ocorre porque o excesso de depressor na flotação torna a polpa mais densa, e muitas vezes deprime a apatita prejudicando a coleta da mesma no concentrado. Na área industrial, a atuação na dosagem de depressor não é frequente, a menos que seja identificada no teste de flotação de bancada a necessidade de alterá-la. Analisando os resultados que otimizam a recuperação mássica, percebe-se que a dosagem de depressor foi de 140,6 g/t, sendo considerada próxima ao limite inferior, semelhante ao comportamento da superfície de resposta.

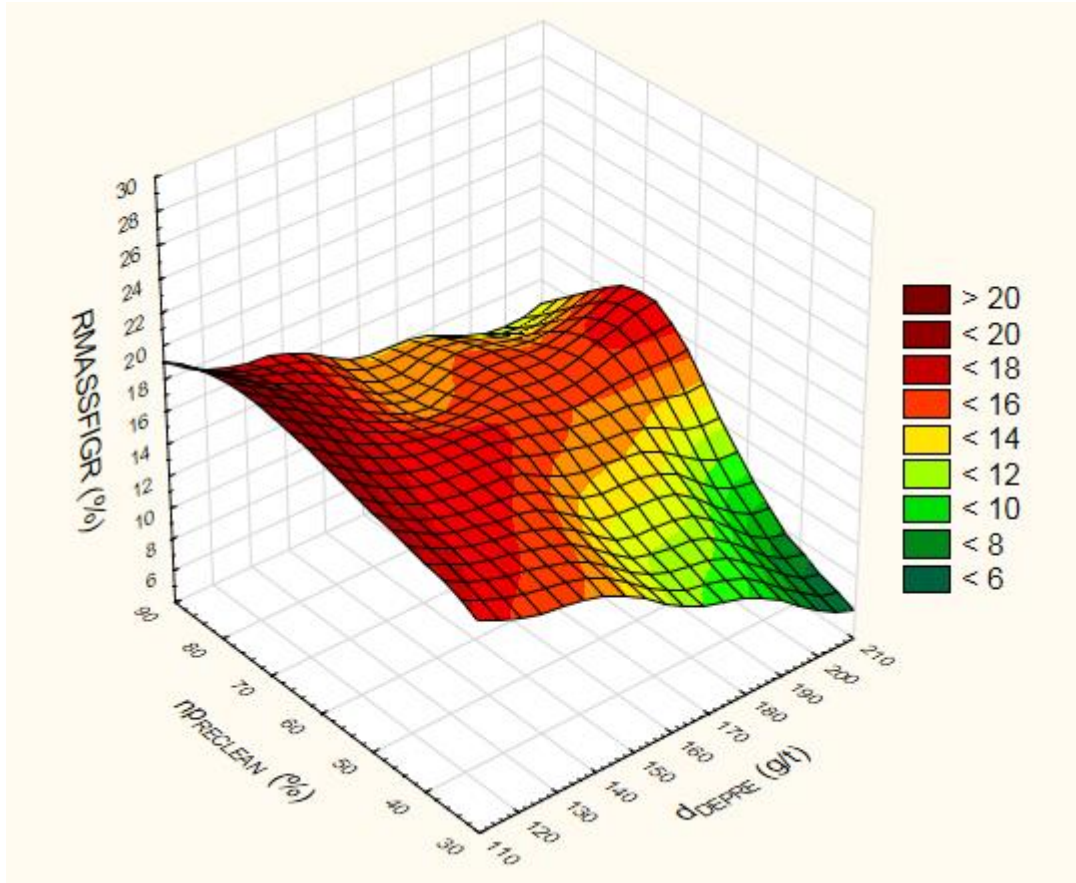


Figura 4.18 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa *recleaner* ($np_{RECLean}$) e da dosagem de depressor (d_{DEPRE}).

4.1.3.2.2 Recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado

As variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} -0,300 \\ 2,300 \\ 3,000 \\ -10,000 \\ -2,000 \\ -2,000 \\ -1,000 \\ -1,000 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 1,528 \\ 1,209 \\ 0,311 \\ -1,841 \\ -1,405 \\ -1,632 \\ -1,075 \\ -1,994 \end{bmatrix}$$

A recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado obtida neste ponto foi de $\hat{y}_{RMETFIGR} = 79,34 \%$, sendo que acima de 65 % já é considerando um bom resultado para a etapa.

As variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original, utilizando as fórmulas de adimensionalização listadas na Tabela 4.5.

$p_{F2} = 88,2 \%$	$d_{COL} = 102,7 \text{ g/t}$	$np_{RECLEAN} = 44,6 \%$
$t_{P2O5} = 8,6 \%$	$np_{ROUG} = 62,5 \%$	$np_{SCAV} = 43,5 \%$
$d_{DEPRE} = 166,2 \text{ g/t}$	$np_{CLEAN} = 50,9 \%$	

Nas Figuras 4.19 a 4.21, têm-se algumas superfícies de resposta que explicam melhor o comportamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado mediante a variação de algumas variáveis independentes. Em todas estas superfícies, as variáveis independentes não apresentadas estão no nível central.

Na Figura 4.19, tem-se a superfície de resposta da recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado, mediante a variação do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).

Pela Figura 4.19, nota-se que a recuperação metalúrgica é maximizada quando o teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}) é mais baixo. Isto ocorre porque quando o teor de P_2O_5 do minério é mais alto, considerando que não haja perdas elevadas de P_2O_5 nos processos anteriores, o teor de P_2O_5 que alimenta a flotação também é mais elevado, e como a etapa *rougher* está recebendo uma vazão mássica maior, o circuito não comporta este elevado teor. Em resumo, o elevado teor de P_2O_5 (maior do que 8,2%), não se mostra viável visando maximizar a recuperação metalúrgica. Já em relação ao percentual de minério da frente 02 (p_{F2}), a recuperação metalúrgica apresentou comportamento semelhante à recuperação mássica, ou seja, é maximizada quando há maior percentual de minério da frente 02, em função de uma apatita mais límpida presente no minério desta frente.

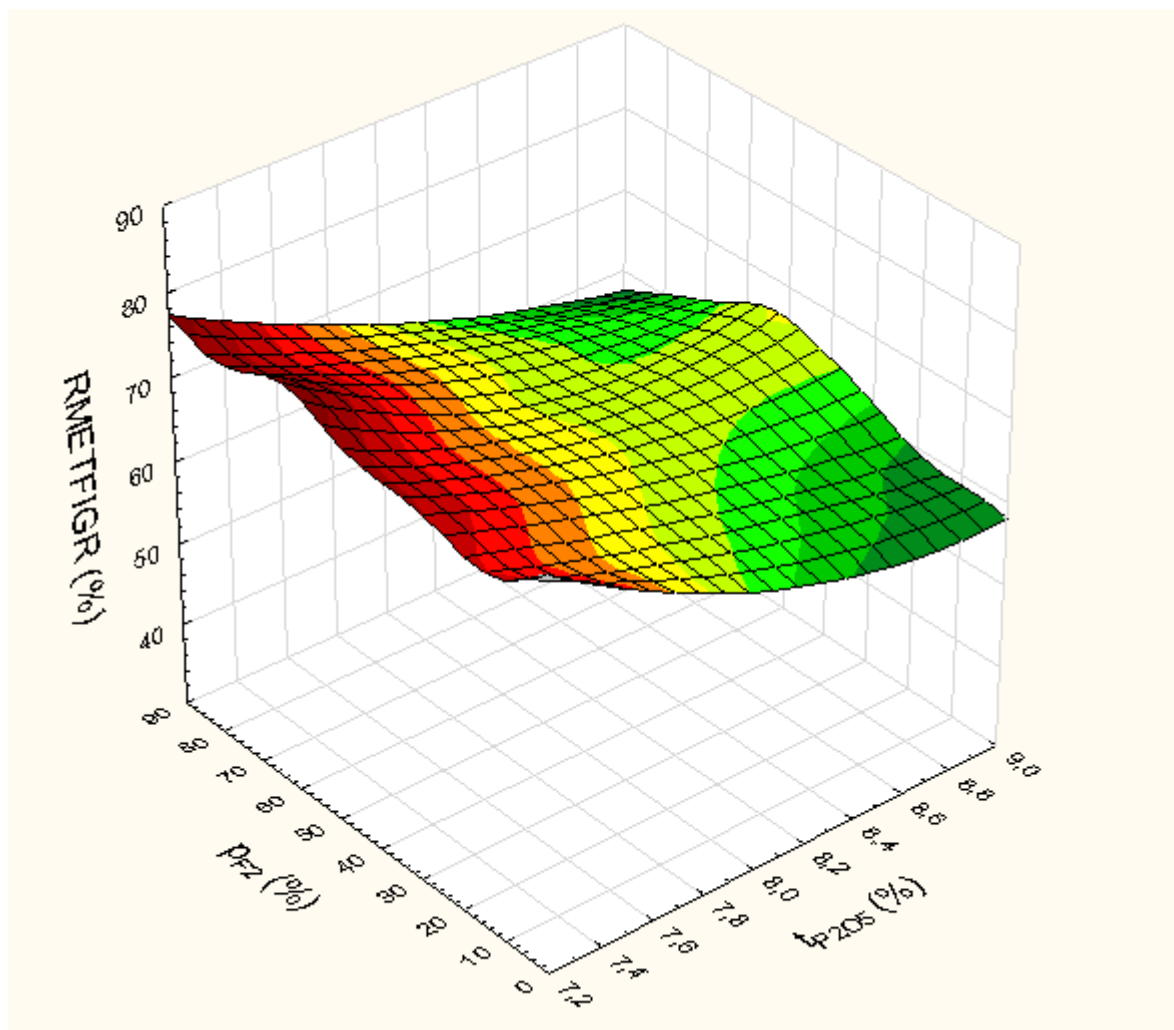


Figura 4.19 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).

Na Figura 4.20, tem-se a superfície de resposta da recuperação metalúrgica em função dos níveis de polpa das etapas *rougher* (np_{ROUG}) e *recleaner* ($np_{RECLEAN}$).

Analisando a Figura 4.20, observa-se que o comportamento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 em função da variação dos níveis de polpa das etapas *rougher* e *cleaner* foi bastante semelhante ao da Figura 4.17 que ilustra a variação da recuperação mássica com as mesmas variáveis. Novamente, pode ser visto que a etapa *rougher* tem que operar com nível de polpa mais baixo para obter maiores recuperações, devido à elevada vazão mássica que alimenta o circuito. Em contrapartida, o elevado nível de polpa da etapa *cleaner* propiciou maior recuperação metalúrgica, porém cabendo o mesmo cuidado nesta análise uma vez que,

quando o nível de polpa atinge valores muito elevados, o teor de P_2O_5 no concentrado tende a cair bastante, chegando a ficar fora da especificação (35,0%) e trazendo resultados indesejáveis. No entanto, é interessante mencionar que pelos resultados que maximizaram a recuperação metalúrgica de P_2O_5 , o nível de polpa da etapa *cleaner* foi de aproximadamente 51%, que é considerado um valor intermediário.

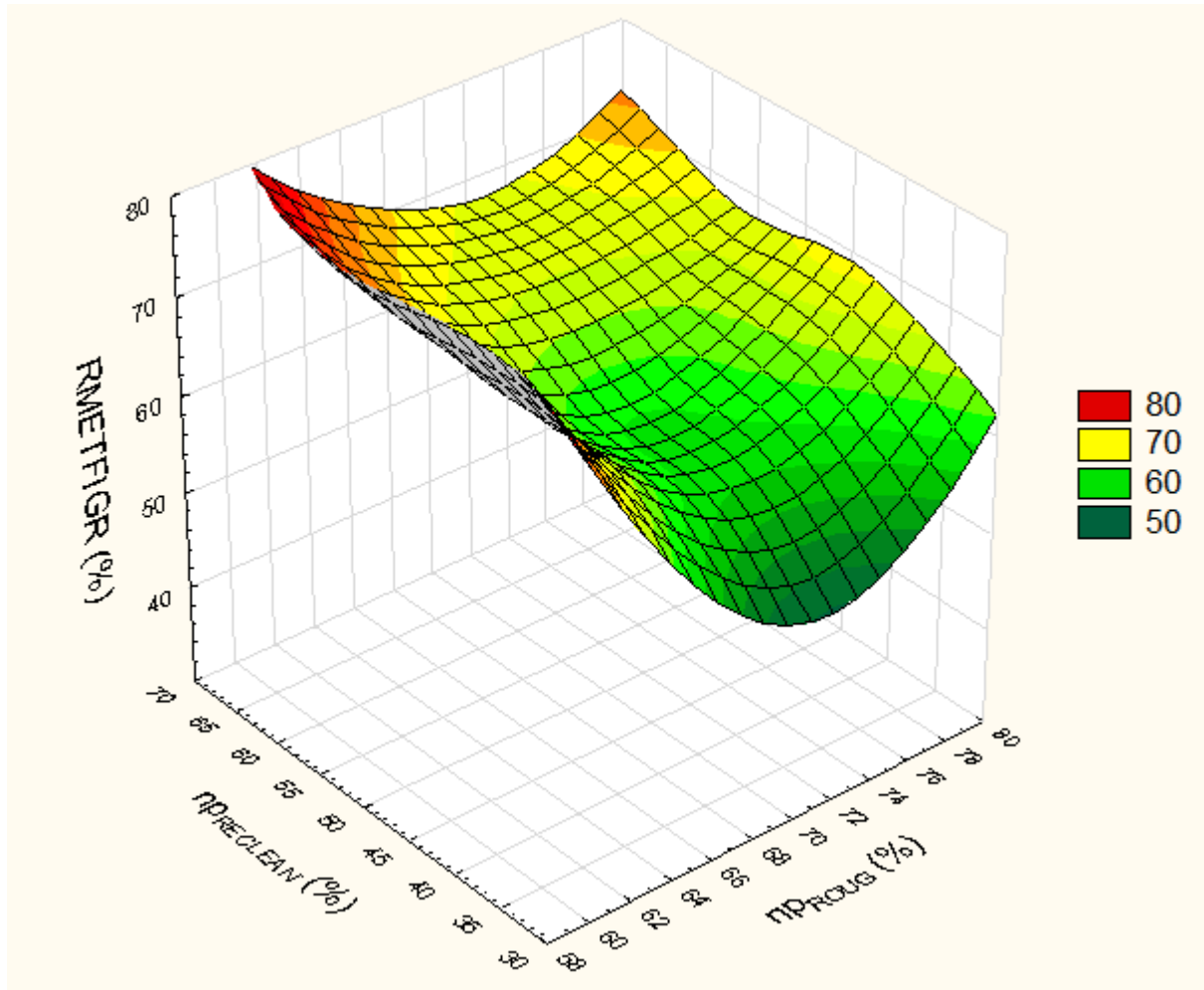


Figura 4.20 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do nível de polpa da etapa *recleaner* ($np_{REC\,CLEAN}$) e da etapa *rougher* (np_{ROUG}).

Por meio da Figura 4.21, tem-se a superfície de resposta da recuperação metalúrgica de P_2O_5 em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e da dosagem de coletor (d_{COL}).

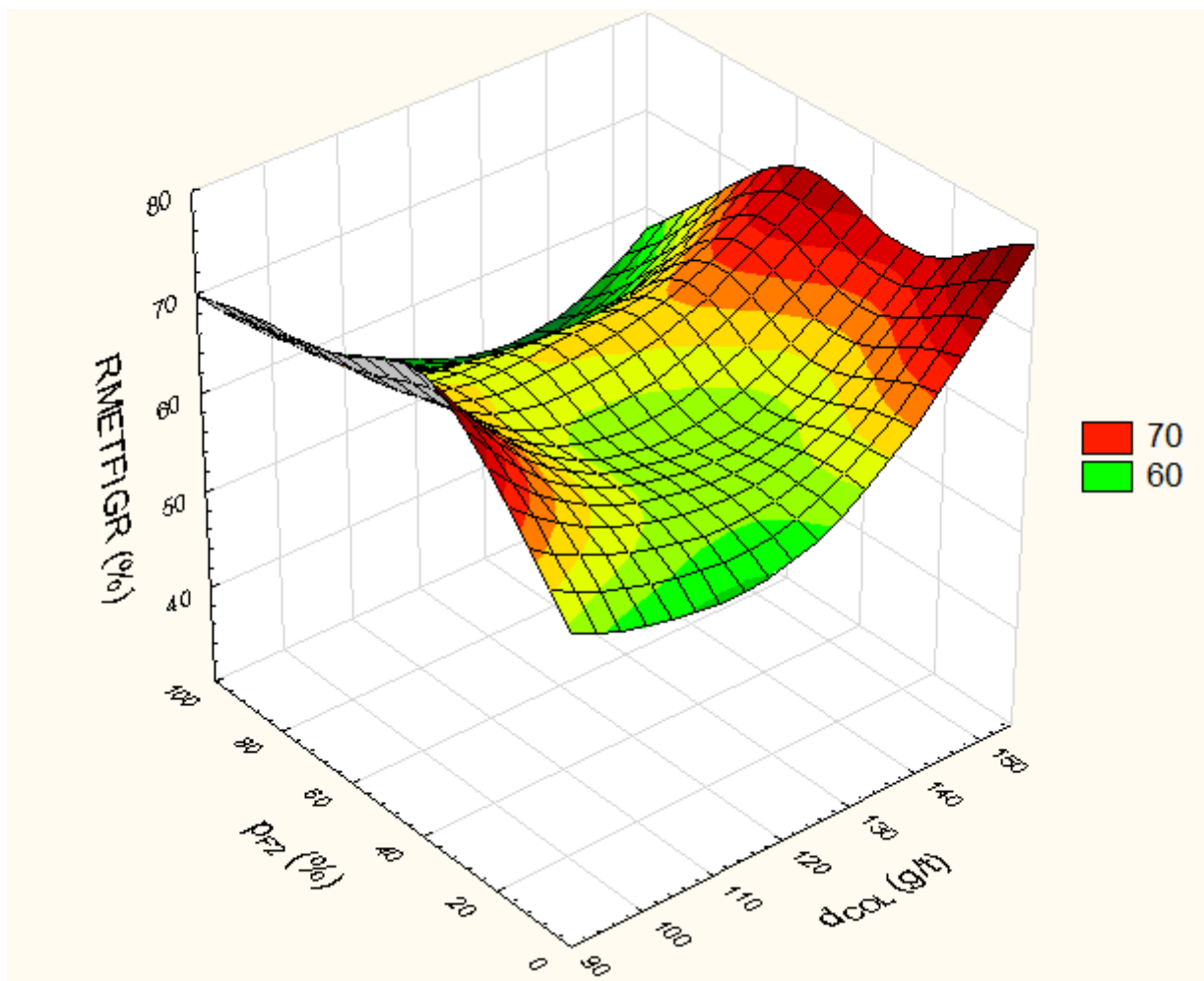


Figura 4.21 - Superfície de resposta para a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado em função do percentual de minério da frente 02 (p_{F2}) e da dosagem de coletor (d_{COL}).

Por fim, analisando a Figura 4.21, nota-se que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 é mínima quando o percentual de minério da frente 02 e a dosagem de coletor são mínimos, ou seja, abaixo de 20% e 110 g/t, respectivamente. Nota-se, pelos resultados que maximizam a recuperação, que a dosagem de coletor encontrada foi de 102,7 g/t, que diverge um pouco do que a superfície de resposta traduz. Na superfície de resposta mostra que as maiores recuperações são atingidas para maiores dosagens de coletor, porém esta análise deve ser feita com cautela, pois o excesso de coletor apesar de elevar as recuperações, além de gerar maiores custos industriais, podem trazer resultados indesejáveis, como o empobrecimento do concentrado em termos de teores de P_2O_5 .

4.1.3.3. Flotação industrial do circuito ultrafino

Na análise estatística da flotação industrial do circuito ultrafino, a recuperação mássica da flotação foi analisada como variável dependente, e as variáveis independentes estão apresentadas na Tabela 4.6.

Da mesma forma que nas análises anteriores, as variáveis independentes foram adimensionalizadas, utilizando as equações da Tabela 4.6, onde também estão apresentadas as respectivas faixas experimentais das variáveis independentes analisadas. Nesta análise foram utilizados 677 dados.

Tabela 4.6 – Variáveis independentes estudadas na análise da flotação industrial do circuito ultrafino.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Percentual de minério da frente 02 (p_{F2})	0 a 100 %	$x_1 = \frac{p_{F2} - 50,0}{25,0}$
Teor de P_2O_5 no minério (t_{P2O5})	7,3 a 8,9 %	$x_2 = \frac{t_{P2O5} - 8,1}{0,4}$
Dosagem de depressor (d_{DEPRE})	400 a 600 g/t	$x_3 = \frac{d_{DEPRE} - 500,0}{50,0}$
Dosagem de coletor (d_{COL})	220 a 420 g/t	$x_4 = \frac{d_{COL} - 320,0}{50,0}$
Dosagem de soda (d_{SODA})	7,9 a 12,3 L/h	$x_5 = \frac{d_{SODA} - 10,1}{1,1}$
Vazão de ar da etapa <i>rougher</i> (va_{ROUG})	322 a 680 m³/h	$x_6 = \frac{va_{ROUG} - 501,0}{89,5}$
Vazão de ar da etapa <i>cleaner</i> (va_{CLEAN})	161 a 611 m³/h	$x_7 = \frac{va_{CLEAN} - 385,9}{112,4}$

Após a análise residual (regressão *outlier*), o coeficiente de correlação quadrático (r^2) obtido na análise da recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino foi de 0,81. No tópico seguinte, 4.1.3.3.1, seguem os resultados de análise estatística da flotação industrial do circuito ultrafino. A metodologia aplicada na análise estatística da flotação

industrial foi a mesma utilizada nos tópicos anteriores, referentes ao estudo das pilhas de minério e da flotação de bancada realizada em escala piloto.

4.1.3.3.1. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino

As variáveis canônicas (w) e independentes na forma codificada (x) que maximizaram a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino foram respectivamente:

$$w = \begin{bmatrix} -4 \\ -4,5 \\ -2,2 \\ 0,0 \\ -4,0 \\ -5,0 \\ 18,0 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} 1,967 \\ 0,229 \\ -1,544 \\ -0,882 \\ -0,411 \\ 0,714 \\ -0,965 \end{bmatrix}$$

A recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino obtida neste ponto foi de $\hat{y}_{RMASFI_{UF}} = 23,95 \%$, sendo que a partir de 19,2% é considerado um bom resultado.

As variáveis independentes codificadas foram transformadas para a forma original, utilizando as equações de adimensionalização listadas na Tabela 4.6.

$$\begin{array}{llll} p_{F_2} = 99,2 \% & d_{COL} = 276,0 \text{ g/t} & va_{CLEAN} = 277,4 \text{ m}^3/\text{h} & va_{ROUG} = 565,0 \text{ m}^3/\text{h} \\ t_{P2O5} = 8,2 \% & d_{SODA} = 9,6 \text{ L/h} & d_{DEPRE} = 422,8 \text{ g/t} & \end{array}$$

Analisando os valores das variáveis independentes que maximizam a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino, nota-se que o percentual de minério da frente 02 (p_{F_2}) apresentou-se elevado, semelhante aos resultados obtidos nas análises das flotações industriais dos circuitos friável e granulado, mostrando sua forte influência sobre as recuperações. As dosagens de depressor (d_{DEPRE}), coletor (d_{COL}) e soda (d_{SODA}) apresentaram valores muito próximos aos praticados na flotação industrial e os valores são maiores do que os circuitos friável e granulado em função da menor granulometria. A vazão de ar da etapa *rougher* (va_{ROUG}) apresentou valor mais próximo ao limite superior da faixa estudada enquanto a vazão de ar da etapa *cleaner* (va_{CLEAN}) mais próxima ao limite inferior. Para explicar melhor a relação entre a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino e suas variáveis independentes, foram elaboradas superfícies resposta a partir das equações de

regressão, que são representadas pelas Figuras 4.22 a 4.24. Em todas estas superfícies, as variáveis independentes não apresentadas estão no nível central.

Na Figura 4.22 tem-se a superfície de resposta da recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função das dosagens de depressor (d_{DEPRE}) e de coletor (d_{COL}).

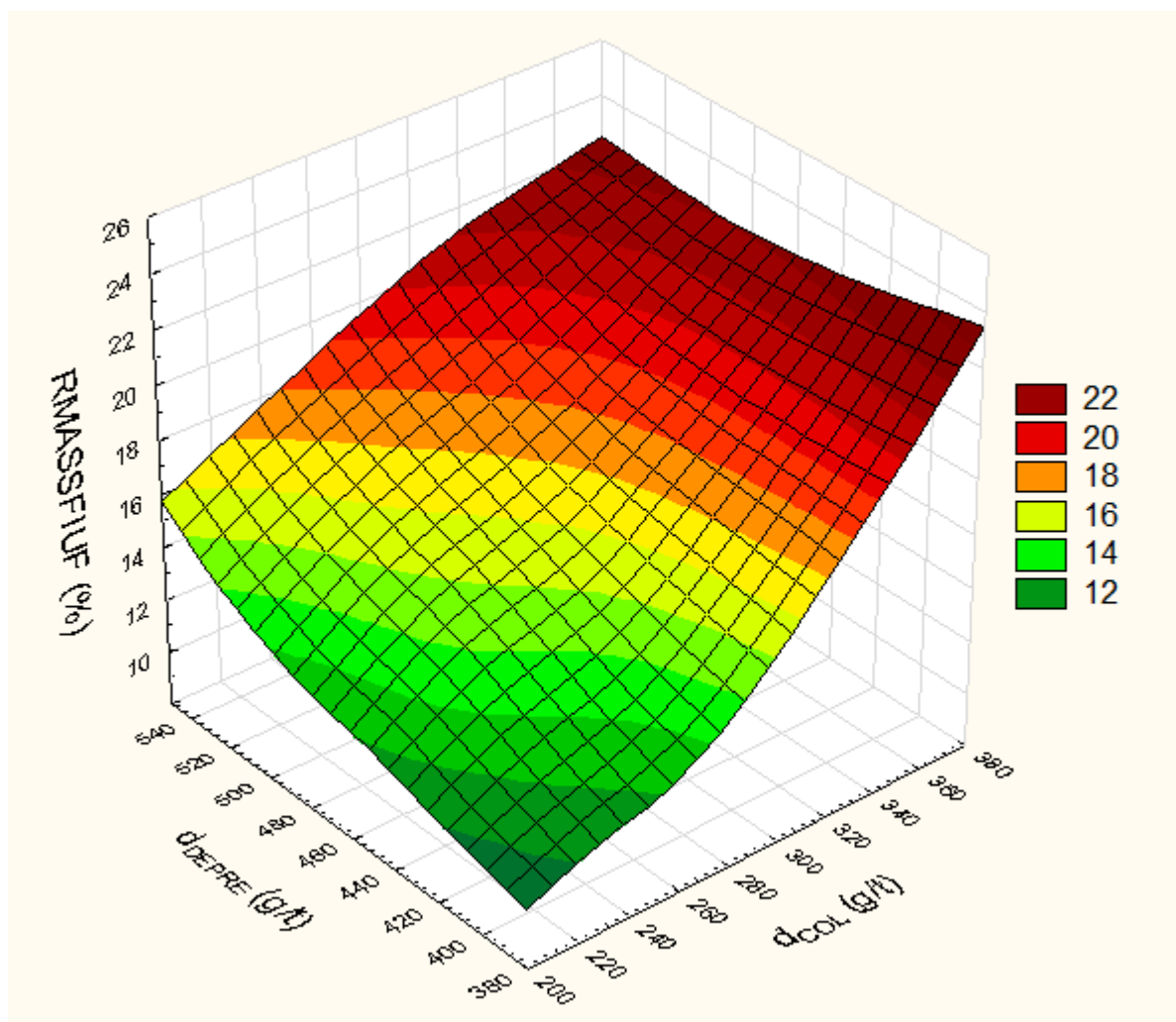


Figura 4.22 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da dosagem de depressor (d_{DEPRE}) e da dosagem de coletor (d_{COL}).

Pela Figura 4.22, nota-se que a recuperação mássica é minimizada quando as dosagens de depressor e coletor são mínimas (menores do que 420 g/t e 300 g/t, respectivamente). A falta dos reagentes na coluna de flotação afeta a recuperação mássica significativamente, pois pelo fato da distância de transporte até a zona de coleta ser superior à da célula de flotação, há

sedimentação de partículas de apatita para o rejeito. Portanto nota-se que à medida que se eleva ambos os reagentes, a recuperação mássica tende a subir até atingir valores próximos de 24%, porém deve-se ter cuidado quando as dosagens de coletor encontram-se superiores a 360 g/t, pois o excesso de coletor apesar de contribuir muito para o aumento da produção e, consequentemente, da recuperação mássica, contribui também para a produção de concentrado com teor fora de especificação, o qual deverá ter no mínimo 35% de P_2O_5 .

Por meio da Figura 4.23 tem-se a superfície de resposta da recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em relação às vazões de ar das colunas de flotação das etapas *rougher* (va_{ROUG}) e *cleaner* (va_{CLEAN}).

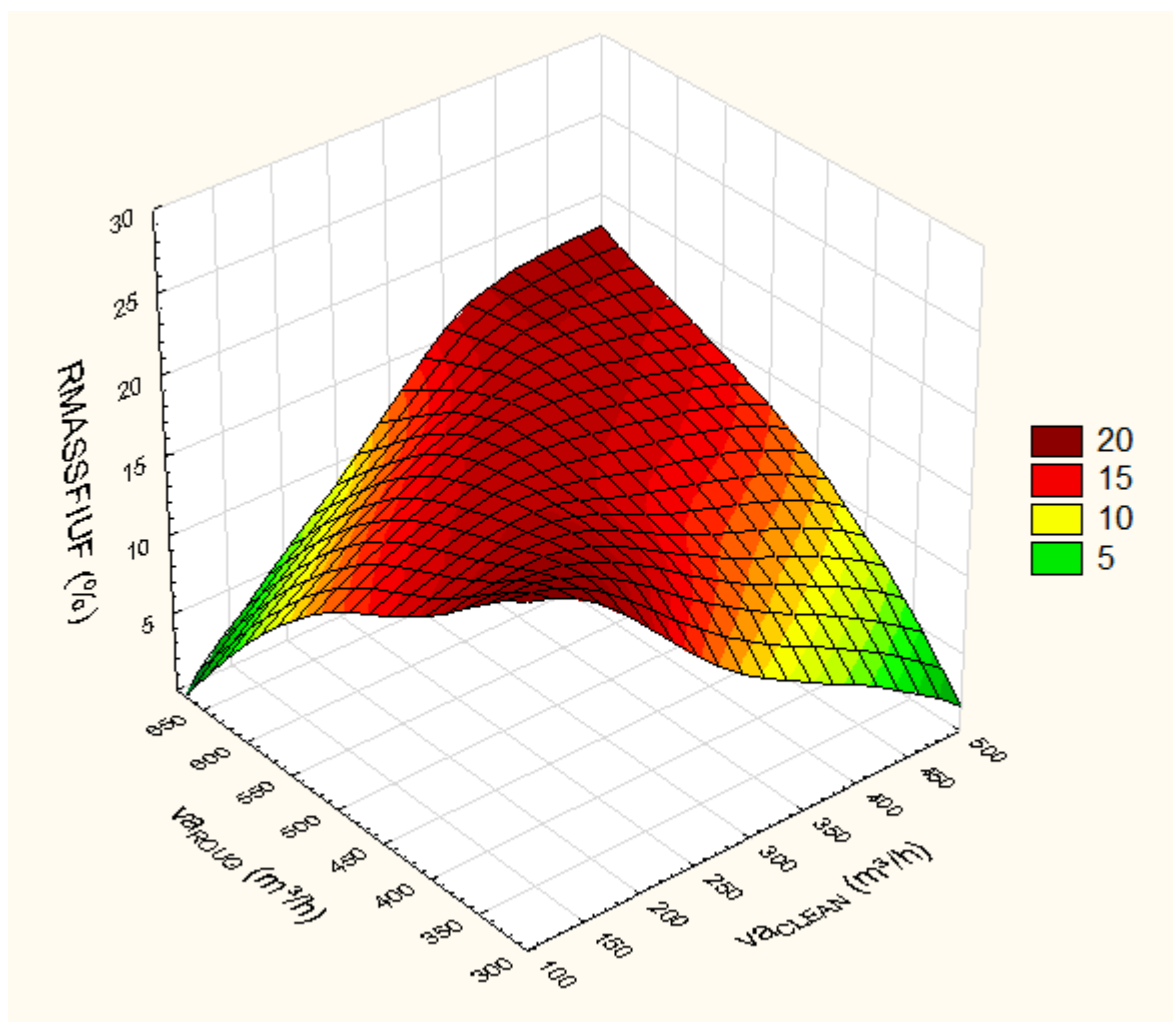


Figura 4.23 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da vazão de ar das colunas de flotação das etapas *rougher* (va_{ROUG}) e *cleaner* (va_{CLEAN}).

Pela superfície de resposta da Figura 4.23, observa-se que a recuperação mássica é maximizada quando ambas as vazões são máximas, porém neste cenário a etapa *rougher* direciona muita massa para a etapa *cleaner* que por sua vez coleta a massa proporcionalmente. Este é um cenário que funciona bem quando a qualidade do minério é boa, em termos de apatita límpida e recuperável, e já quando isto não ocorre, a recuperação fica elevada, porém os teores de concentrado tendem a cair. Quando a vazão de ar da etapa *rougher* é mínima e a da etapa *cleaner* máxima, a recuperação cai consideravelmente, pois muita massa é direcionada da etapa *rougher* para a *scavenger* aumentando as perdas no rejeito final e a etapa *cleaner* é descarregada pela falta de massa. Por se tratar de variáveis que dão a resposta em curto espaço de tempo, são atuadas frequentemente na rotina industrial.

Na Figura 4.24 segue a superfície de resposta da recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função das dosagens de coletor (d_{COL}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento ($t_{P_2O_5}$).

Analisando a superfície de resposta da Figura 4.24, percebe-se que a dosagem de coletor apresenta mais influência sobre a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino do que o teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento, pois quando dosagem de coletor é mínima, a recuperação é minimizada para qualquer teor de P_2O_5 do minério. Isto ocorre pelo fato da distância de transporte da coluna ser muito elevada, sendo necessária uma dosagem mínima de coletor para tornar as partículas hidrofóbicas e favorecer o arraste das mesmas para a zona de coleta de concentrado.

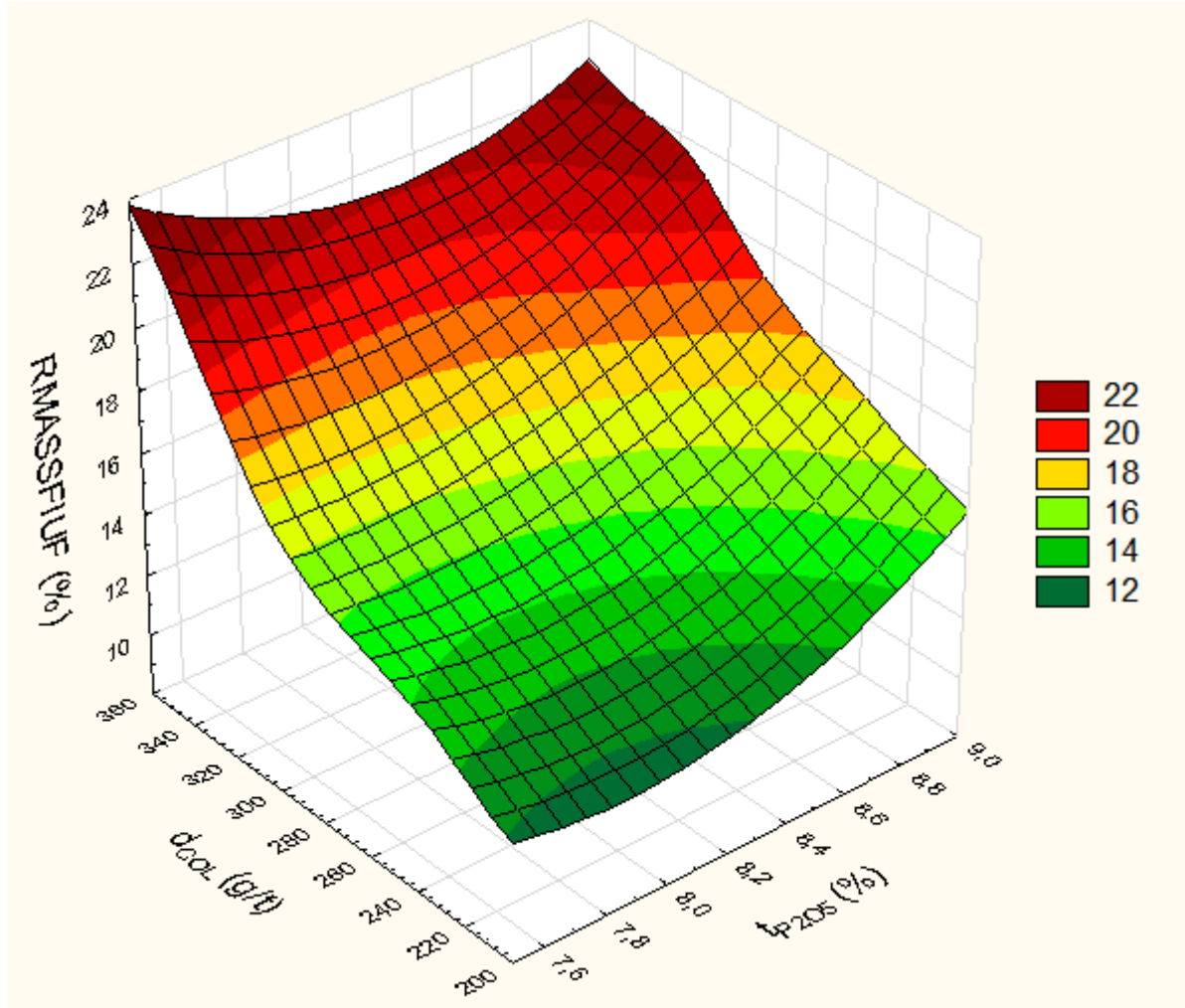


Figura 4.24 - Superfície de resposta para a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino em função da dosagem de coletor (d_{COL}) e do teor de P_2O_5 do minério que alimenta a usina de beneficiamento (t_{P2O5}).

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

5.1. Principais conclusões

De acordo com os resultados obtidos nas análises estatísticas realizadas no estudo das pilhas de minério, da flotação de bancada realizada em escala piloto e da flotação industrial dos circuitos friável, granulado e ultrafino, pode-se concluir que:

➤ Do estudo das pilhas de minério

- O resultado da otimização pela técnica de superfície de respostas mostrou que o teor de P_2O_5 que maximizou as recuperações ficou abaixo de 8,0 %, ou seja, nem sempre o maior teor de P_2O_5 eleva a recuperação.
- O percentual de minério da frente 02 influenciou bastante nas recuperações da usina de beneficiamento, mostrando sua enorme contribuição no aumento das recuperações, uma vez que o valor desta variável que maximizou as recuperações foi na ordem de 83,0%.
- Também foi observado que para valores de teor de P_2O_5 mais baixos, entre 7,4 e 8,2%, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 variou menos, para quaisquer percentuais de minério da frente 02.
- O teor de Fe_2O_3 do minério que maximiza as recuperações, na ordem de 28,0 %, ficou próximo do limite superior da faixa estudada, devido sua relação com a frente 02 que é composto por minérios de apatita mais límpida, porém mais associada a minerais que contém óxidos de ferro, como a magnetita e a hematita. Pode ser notado que a região de maior estabilidade das recuperações, ou seja, aquela região onde a recuperação varia menos foi onde o teor de Fe_2O_3 ficou entre 22 e 30%.
- A relação CaO / P_2O_5 que mostrou melhores resultados de recuperação mássica da usina de beneficiamento apresentou-se baixa, que pode ser justificada pelo fato da baixa

quantidade de CaO presente diluir menos o P_2O_5 no concentrado. Com isso haverá ganho de recuperação mássica na etapa de flotação que, conseqüentemente influenciará na recuperação mássica da usina de beneficiamento.

- O percentual de minério duro de 20,84%, que maximizou as recuperações, ficou muito próximo da capacidade de projeto da usina de beneficiamento (20% e 80% de minério granulado e friável, respectivamente). A divisão de massas no circuito (granulado e friável) teve forte influência nas recuperações, pois foi observado industrialmente que quando o percentual de minério duro está muito acima de 20% os moinhos de barras não suportam a elevada massa ocasionando em perdas por transbordo e maiores perdas de P_2O_5 nos rejeitos (magnético e da flotação).
- O teor de MgO do minério que alimenta a usina de beneficiamento influenciou no decréscimo da recuperação quando atinge valores superiores a 7%, pois o elevado teor do MgO, proveniente de minerais contaminantes presentes no minério, diluiu o teor de P_2O_5 no minério, reduzindo sua qualidade, tornando-o mais difícil de ser recuperado na flotação.

➤ **Do estudo da flotação de bancada**

- Para se atingir recuperações mássicas significativas na flotação de bancada do circuito friável (acima de 32%), é necessária uma dosagem mínima de coletor de aproximadamente 250 g/t. Observado que, o aumento simultâneo do percentual de coletor sintético e da dosagem de coletor propiciou o aumento da recuperação mássica até um valor máximo. Porém deve-se ter cuidado nesta interpretação, pois o excesso de coletor sintético contribui para o caimento dos teores de P_2O_5 do concentrado e do rejeito, ocasionando em recuperação mássica elevada, porém com teor no concentrado fora da especificação química.
- À medida que se aumentou a dosagem de coletor até 420 g/t, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 do circuito friável atingiu um valor máximo até começar a cair. Isto mostra que o coletor deve ser dosado em proporções adequadas conforme os resultados de flotação de

bancada. O percentual de coletor sintético, à medida que é aumentado, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 aumentou também, porém o mesmo somente é eficaz quando foi utilizada a dosagem de coletor mínima. No entanto, pode ser visto que para valores de dosagem de coletor inferiores a 250 g/t, o aumento do percentual de coletor sintético contribuiu para o aumento da recuperação metalúrgica de P_2O_5 , porém não atingiram valores significativos, considerando que hoje a referência para a flotação de bancada no circuito friável é de, no mínimo, 85,9%.

- As recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 da flotação de bancada do circuito granulado apresentaram comportamento semelhante mediante a variação da dosagem de coletor e do percentual de coletor sintético. As recuperações foram mínimas para valores de dosagem e coletor e percentual de coletor sintético mínimos. Observado também que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 aumentou mediante o acréscimo da dosagem e coletor até certo valor, de aproximadamente 250 g/t. Já em relação ao percentual de coletor sintético, o seu acréscimo contribuiu para o aumento das recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , porém cabe ressaltar que embora atingisse maiores recuperações com maior percentual de coletor sintético, nem sempre foi a condição ideal, pois em muitos casos o teor de P_2O_5 no concentrado ficou abaixo da especificação (35% de P_2O_5).

➤ **Do estudo da flotação industrial do circuito friável**

- A análise estatística deixou clara a influência das variáveis independentes isoladas e na forma de interação sobre as recuperações mássica e metalúrgica de P_2O_5 , destacando maior efeito para as três variáveis: número de pilhas de minério retomadas no dia, concentração de sólidos na alimentação nova da flotação e dosagem de depressor.
- Foi possível obter 41,28 % de recuperação mássica e 91,34% de recuperação metalúrgica na etapa de otimização utilizando a técnica de superfície de respostas.
- As maiores recuperações ocorreram quando a concentração de sólidos da alimentação nova da flotação estava entre 45 e 50%, sendo que acima e abaixo deste intervalo a mesma

tendeu a cair. Este resultado está atribuído ao tempo de residência da polpa nas células e colunas de flotação industriais.

- Foi observado que quanto maior o número de pilhas de minério, maior a recuperação mássica, cabendo certo cuidado nesta análise, pois neste cenário houve uma enorme variação de massa na alimentação da flotação. No entanto a superfície de resposta mostrou claramente a instabilidade da flotação, pois a curva é mais acentuada quanto mais pilhas de minério forem retomadas no dia. Dessa forma poderá haver aumento de recuperação mássica na flotação industrial, porém com teor de P_2O_5 no concentrado abaixo da especificação (35%).
- O percentual de minério da frente 02 e o teor de P_2O_5 do minério apresentaram influência sobre a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável, pois quando ambos são baixos, a recuperação também atinge valor mínimo, inferior a 24%.
- Em relação aos reagentes utilizados na flotação, os resultados mostraram dificuldade em atingir boa recuperação mássica (maior que 86%) para dosagem de depressor inferior a 120 g/t. O excesso de coletor sintético contribuiu para o aumento de recuperação mássica, porém com grande risco de reduzir a carga circulante da flotação e reduzir a qualidade do produto (teor de P_2O_5 abaixo de 35,0 % que é a especificação). No entanto, os resultados da análise canônica indicaram um percentual de coletor sintético de 11,6 %.
- Os resultados dos níveis de polpa foram bastante satisfatórios. Para nível de polpa da etapa *rougher* superior a 55% e nível de polpa da etapa *cleaner* inferior a 30%, a recuperação metalúrgica de P_2O_5 foi minimizada e neste cenário a massa de concentrado na etapa *rougher* sendo muito alta, é necessário reduzir o nível de polpa na etapa *cleaner* para controlar o teor de P_2O_5 do concentrado final da etapa *cleaner*, gerando um aumento de carga circulante. Os valores dessas variáveis que maximizaram a recuperação foram 38,8 e 45,7%, respectivamente. Para nível de polpa da etapa *scavenger* de 35,4%, a recuperação foi maximizada, pois aumentando a massa de concentrado desta etapa, reduzem-se perdas no rejeito e esta massa foi incorporada à carga circulante e processada novamente na flotação.

➤ **Do estudo da flotação industrial do circuito granulado**

- Foi obtido 28,3% de recuperação mássica e 79,3% de recuperação metalúrgica de P_2O_5 nos resultados de otimização utilizando a técnica de superfície de respostas.
- A variável percentual de minério da frente 02 apresentou forte influência sobre as recuperações, pois o valor desta que maximizou as recuperações foi, em média, 91,4%. Isto mostrou que o minério proveniente desta frente, composto por minerais ricos em fósforo, em especial a apatita que se encontra mais límpida nesta frente, refletiu em melhores resultados de eficiência na flotação.
- O elevado teor de P_2O_5 no minério (maior do que 8,2%) não contribuiu com o aumento da recuperação metalúrgica. Os melhores resultados de recuperação foram obtidos para teores de P_2O_5 entre 7,4 e 8,0 %.
- As recuperações aumentaram à medida que o nível de polpa da etapa *scavenger* aumentou até atingir valor próximo a 60%, porém tendendo a estabilizar acima deste valor.
- Foi observado que as recuperações aumentaram para nível de polpa da etapa *rougher* próximo de 64%, que é limite inferior da faixa estudada. Isto ocorre pelo fato da etapa *rougher* da flotação operar com vazão mássica elevada na carga circulante (concentrado da etapa *scavenger* e rejeitos das etapas *cleaner* e *recleaner*). O circuito industrial possui uma bomba de polpa que alivia a etapa *rougher*, transferindo a massa do rejeito da etapa *recleaner* para a etapa *cleaner*, porém no período considerado estudo, esta bomba de polpa, identificada por 14.23.21, estava parada.
- Quando o nível de polpa da etapa *cleaner* apresentou-se mais elevado, de 83%, as recuperações aumentaram, porém cabe-se ter cuidado nesta análise porque quando o nível de polpa encontrou-se muito elevado, o teor de P_2O_5 no concentrado tendeu a ficar mais baixo e, muitas vezes, fora de especificação. No entanto, o nível de polpa da etapa *cleaner* que otimizou a recuperação mássica foi de 65%, sendo um valor intermediário na faixa estudada.

- A recuperação mássica varia bastante em função da dosagem de depressor, sendo que, a recuperação mássica foi minimizada quando a dosagem foi máxima. A dosagem de depressor que maximizou as recuperações foi de 140,6 g/t, sendo considerada próxima ao limite inferior, semelhante ao comportamento da superfície de resposta.
- Nota-se, pelos resultados que maximizaram as recuperações, a dosagem de coletor encontrada foi de 102,7 g/t, que diverge um pouco do que a superfície de resposta traduz. Na superfície de resposta mostra que as maiores recuperações são atingidas para maiores dosagens de coletor, porém esta análise deve ser feita com cautela, pois o excesso de coletor apesar de elevar as recuperações, além de gerar maiores custos industriais, podem trazer resultados indesejáveis, como o empobrecimento do concentrado em termos de teores de P_2O_5 .

➤ **Do estudo da flotação industrial do circuito ultrafino**

- A recuperação mássica maximizada obtida pela técnica de superfície de respostas foi de 23,95 %.
- A recuperação mássica foi minimizada para dosagens de depressor e coletor mínimas (menores do que 420 g/t e 300 g/t, respectivamente). A falta dos reagentes na coluna de flotação afetou a recuperação mássica significativamente, pois pelo fato da distância de transporte até a zona de coleta ser superior à da célula de flotação, há arraste de partículas de apatita para o rejeito. Portanto à medida que se elevou ambos os reagentes, a recuperação aumentou até atingir valores próximos de 30%, porém deve-se ter cuidado com as dosagens de coletor encontram-se superiores a 400 g/t, pois o excesso de coletor apesar de contribuir muito para o aumento da produção e, conseqüentemente, da recuperação mássica, contribui também para a produção de concentrado com teor fora de especificação, o qual deverá ter no mínimo 35% de P_2O_5 .
- Foram verificados que a recuperação mássica diminui para vazões de ar das etapas *rougher* e *cleaner* mais elevada. Isto era esperado, pois quando a coluna de flotação da etapa *rougher* opera com vazão de ar mais elevada, aumenta a massa para a coluna de

flotação da etapa *cleaner* que por sua vez, sendo o último estágio da flotação industrial do circuito ultrafino, precisa operar com vazão de ar mais baixa para controlar os teores de P_2O_5 no concentrado final. Este é um cenário que funciona bem quando a qualidade do minério é boa, em termos de apatita límpida e recuperável, e já quando isto não ocorre, a recuperação fica elevada, porém os teores de concentrado tendem a cair.

5.2. Sugestões para trabalhos futuros

Como trabalhos futuros sugerem-se:

- Realizar o mesmo trabalho, utilizando a técnica de superfície de respostas, adotando como variáveis dependentes o teor de P_2O_5 no concentrado e no rejeito da flotação industrial;
- Realizar ensaios de flotação de bancada avaliando a influência da concentração de sólidos, do pH e do tempo de condicionamento da flotação considerando a predominância minério da frente 02;
- Repetir este trabalho sempre que houver mudança da tipologia do minério lavrado na mina.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDA. Indicadores do Mercado de Fertilizantes. Disponível em:
< <http://anda.org.br/index.php?mpg=03.00.00>>, 2014.
- ANDA. Indicadores do Mercado de Fertilizantes. Disponível em:
< <http://anda.org.br/index.php?mpg=03.00.00>>, 2015.
- 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.
- BARROS, L. A. F. Flotação da apatita da jazida de Tapira-MG. São Paulo. 106 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 1997.
- BARROS, L. A. F. Concentração de minérios fosfáticos. In: CHAVES, A.P.(Organizador). Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. Flotação - O estado da arte no Brasil. São Paulo, Ed. Signus, 2006. v.4, p. 83-122.
- 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.
- CEKINSKI, E. Tecnologia de produção de fertilizantes. São Paulo: IPT, 1990. Cap. 3, p. 35-130: Fertilizantes fosfatados. (Publicações IPT, 1816).
- CEPEA/CNA. PIB do Agronegócio. Disponível em:< <http://cepea.esalq.usp.br/pib/>>, 2015.
- 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. 3 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2002, p. 409-455.
- CHULA, A.M.D. Caracterização mineralógica do minério fosfático da mina de Tapira-MG, Tese de Doutorado, Belo Horizonte, UFMG, 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.
- DNPM, Sumário Mineral Brasileiro, página eletrônica, acessada na URL <http://www.dnpm.gov.br/>, 2010.
- DOBBY, G.S., FINCH, J.A. Particle size dependence in flotation derived from a fundamental modelo f the capture process, International Journal of Mineral Processing, v. 21, p.241-260, 1987.

- FENG, D; ALDRICH, C. Effect of particle size on flotation performance of complex sulphide ores, *Minerals Engineering*, vol. 12, no7, p. 721-731, 1999.
- FONSECA, D. S.; SILVA, T. H. C. Sumário Mineral Brasileiro – Fosfato. Departamento Nacional de Produção Mineral - DNPM, Brasília, p. 148, 2013.
- 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.
- 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.
- HAIR Jr., J.F.; BLACK, W.C.; BABIN, B.J.; ANDERSON, R.E. & TATHAM, R.L. Análise multivariada de dados. 6.ed. Porto Alegre, Bookman, 2009. 688p.
- HASUI Y & CORDANI UG. Idade Potássio-Argônio de rochas eruptivas Mesozóicas do Oeste Mineiro e sul de Goiás. In: Congresso Brasileiro de Geologia, 22., Belo Horizonte, 1968. Anais, Belo Horizonte, SBG, 1968, p. 139-143.
- IETEC. Curso de Flotação. Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.
- KULAY, L, A: Uso da análise de ciclo de vida para comparação do desempenho ambiental das rotas úmida e térmica de produção de fertilizantes fosfatados. 314 p. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.
- 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, UFOP UFMG e CDTN, 2007, p.281-287.
- LAPIDO-LOUREIRO, F. E. e NASCIMENTO, M. Fertilizantes e Sustentabilidade na Agricultura: Uma Abordagem Mínero-Química-Metalúrgica, CETEM, [www.cetem.gov.br] / Publicações / Série Estudos e Documentos no 53, 2003.
- 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.
- LEAL FILHO, L. S. Aspectos Relevantes na Separação Apatita/ Minerais de Ganga Via Processo Serrana. São Paulo, 1991. 265p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

- LEAL FILHO, L. S. A seletividade na separação apatita/silicatos por flotação: subsídios para a solução de problemas tipicamente brasileiros. São Paulo: Escola Politécnica da USP, 1999. 160p. (Tese de Livre-Docência).
- 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.
- 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.
- 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. 3 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2002, p. 339-407.
- NASSAR, A. Inserção Internacional do Agro. Disponível em:< [http://www. redeagro. org.br/artigos/186-insercao-internacional-do-agro-caminho-sem-volta](http://www.redeagro.org.br/artigos/186-insercao-internacional-do-agro-caminho-sem-volta)>, 2011.
- NUNES, A. P. L. Flotação de fosfatos presentes em minérios de ferro brasileiros, Dissertação de Mestrado, PPG-EMM/UFGM – Belo Horizonte/MG, 2009, 171p.
- OBA, C. A. I. Coletânea fertilizantes – VII. Fabricação de um fertilizante organo-fosfatado, *Série estudos e documentos*, n. 62, Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2004.
- PERES, A.E.C.; ARAUJO, A.C. A flotação como operação unitária no tratamento de minérios. In: CHAVES, A.P. (Organizador). Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. Flotação - O estado da arte no Brasil. São Paulo, Ed. Signus, 2006. v.4, p. 1-29.
- REIS, R. C. Estudo da Estabilidade de Taludes da Mina de Tapira-MG. Ouro Preto: Programa de Pós-Graduação em Geotecnia da Universidade Federal de Ouro Preto, 2010. P. 21-34 (Dissertação de mestrado em Engenharia Mineral).
- SANTANA, R.C. Análise da influência do tamanho da partícula na flotação da apatita em coluna, Dissertação de Mestrado, Uberlândia (MG), PPGEQ-UFU, 2007, 166p.
- SANTANA, R.C. FARNESE, A.A.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*, v.64, p.8-15, 2008.
- SANTOS, M.A.; SANTANA, R.C.; CAPPONI, F.; ATAIDE, C.H.; BARROZO, M.A.S. Effect of ionic species on the performance of apatite flotation, *Separation and Purification Technology*, v.76, p. 15-20, 2010b.
- SIS, H.; CHANDER, S. Reagents used in the flotation of phosphate ores: a critical review, *Minerals Engineering*, v.16, p. 577-585, 2003 a.
- SOUZA, A. E. de, FONSECA, D. S. Fosfato. In: Rodrigues, A. F. S. (coord) *Economia Mineral do Brasil*. Departamento Nacional de Produção Mineral, Brasília, 764p, 2009.

- SUTULOV, A. Flotacion de minerales. Concepcion: Universidad de Concepcion. Instituto de Investigaciones Tecnologicas, 331p, 1963.
- TAVARES, T. G., CONTRERAS, M. M., AMORIM, M., MARTÍN-ÁLVAREZ, P. J., PINTADO, M. E., RECIO, I., MALCATA, F. X. Optimisation, by response surface methodology, of degree of hydrolysis and antioxidant and ACE-inhibitory activities of whey protein hydrolysates obtained with cardoon extract. *International Dairy Journal*, v. 21, p. 926- 933, 2011.
- TRIOLA, M. F. Introdução à Estatística. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- USGS. Mineral Commodities Sumaries, p. 118-119, 2014.
- VIEIRA, A. M. Efeito da granulometria na flotação de quartzo, Tese de Doutorado, CPGEM/UFMG - Belo Horizonte/MG, 2005, 154p.
- WAGGAMAN, Wm. H. ed. (1969a): Phosphoric Acid and Phosphate Fertilizers, Hafner Publising Company, 680p.
- 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.
- 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 I

ANÁLISE ESTATÍSTICA DA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL

AP1.1. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável

Conforme metodologia aplicada nos estudos das pilhas de minério e da flotação de bancada, foi obtido o modelo de segunda ordem após a análise de regressão múltipla, representado pela Equação 4.44, que relaciona a variável dependente recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável ($\hat{y}_{RMASFI_{FR}}$) com suas variáveis independentes (x), onde se tem o vetor dos coeficientes de primeira ordem ($b_{RMASFI_{FR}}$), a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMASFI_{FR}}$), e x e x' as matrizes das variáveis independentes e sua transposta, respectivamente.

$$\hat{y}_{RMASFI_{FR}} = 37,98 + x' b_{RMASFI_{FR}} + x' B_{RMASFI_{FR}} x \quad (4.44)$$

em que:

$$b_{RMASFI_{FR}} = \begin{bmatrix} 3,239 \\ -0,160 \\ -0,263 \\ -5,815 \\ 1,618 \\ 2,786 \\ 5,225 \\ -0,376 \\ 1,705 \\ 0,599 \\ -0,513 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \\ x_8 \\ x_9 \\ x_{10} \\ x_{11} \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7 \quad x_8 \quad x_9 \quad x_{10} \quad x_{11}]$$

$$B_{RMASFI_{FR}} = \begin{bmatrix} 0,207 & 0,106 & -0,103 & -0,854 & 0,016 & 0,399 & -0,214 & -0,356 & 0,508 & -0,394 & 0,173 \\ 0,106 & 0,304 & 0,196 & 0,715 & 0,489 & 0,520 & -0,017 & -0,535 & 0,097 & 0,719 & 0,666 \\ -0,103 & 0,196 & 0,526 & 0,902 & 0,112 & 0,265 & -0,106 & 0,128 & -0,244 & 0,442 & -0,793 \\ -0,854 & 0,715 & 0,902 & 0,164 & -0,178 & -0,603 & -1,811 & 0,059 & -0,323 & -0,833 & 0,732 \\ 0,016 & 0,489 & 0,112 & -0,178 & -0,873 & 0,314 & -0,151 & -0,211 & -0,341 & 0,275 & -0,187 \\ 0,399 & 0,520 & 0,265 & -0,603 & 0,314 & 0,019 & -0,357 & -0,300 & -0,046 & 0,071 & -0,008 \\ -0,214 & -0,017 & -0,106 & -1,811 & -0,151 & -0,357 & -1,036 & -0,159 & 0,345 & -0,379 & 0,136 \\ -0,356 & -0,535 & 0,128 & 0,059 & -0,211 & -0,300 & -0,159 & -0,618 & -0,014 & 0,059 & -0,620 \\ 0,508 & 0,097 & -0,244 & -0,323 & -0,341 & -0,046 & 0,345 & -0,014 & -0,377 & 0,167 & -0,283 \\ -0,394 & 0,719 & 0,442 & -0,833 & 0,275 & 0,071 & -0,379 & 0,059 & 0,67 & -0,762 & 0,342 \\ 0,173 & 0,666 & -0,793 & 0,732 & -0,187 & -0,008 & 0,136 & -0,620 & -0,283 & 0,342 & 0,477 \end{bmatrix}$$

Conforme metodologia aplicada nos tópicos anteriores, o ponto estacionário (x_0) foi determinado pela Equação 4.45, onde $B^{-1}_{RMASFI_{FR}}$ é a inversa da matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMASFI_{FR}}$).

$$x_0 = -\frac{1}{2} B^{-1}_{RMASFI_{FR}} b_{RMASFI_{FR}} \quad (4.45)$$

$$x_0 = \begin{bmatrix} 0,117 \\ -0,405 \\ 1,395 \\ 1,687 \\ -0,742 \\ 1,467 \\ 0,657 \\ -0,051 \\ -0,022 \\ -1,309 \\ 1,148 \end{bmatrix}$$

Como as variáveis no ponto estacionário (x_0) apresentaram valores entre -2 e +2, ficaram dentro da faixa experimental estudada.

Para determinar a natureza do ponto estacionário (x_0), as raízes características (λ_1 a λ_{11}), foram calculadas utilizando a Equação 4.46.

$$\det(B_{RMASFI_{FR}} - \lambda \cdot I) = 0 \quad (4.46)$$

na qual: I é a matriz identidade

$$\begin{array}{lllll} \lambda_1 = -3,404 & \lambda_2 = -1,508 & \lambda_3 = -1,173 & \lambda_4 = -0,764 & \lambda_5 = -0,675 \\ \lambda_6 = -0,449 & \lambda_7 = -0,062 & \lambda_8 = 0,415 & \lambda_9 = 1,304 & \lambda_{10} = 1,848 \\ \lambda_{11} = 2,497 \end{array}$$

Pelos valores das raízes características (λ), percebe-se que o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela, pois das onze raízes características quatro delas apresentaram valores positivos (λ_8 a λ_{11}). Portanto, foi realizada análise canônica para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_{11}) que maximizam a recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável. A Equação 4.44 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.47, onde $\hat{y}_{RMASFI_{FR}}$ é recuperação mássica na forma canônica.

Para calcular a resposta estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMASFI_{FR}}}$), foi utilizada a Equação 4.48.

$$\hat{y}_{RMASFI_{FR}} = 30,74 - 3,404 w_1^2 - 1,508 w_2^2 - 1,173 w_3^2 - 0,764 w_4^2 - 0,675 w_5^2 - 0,449 w_6^2 - 0,062 w_7^2 + 0,415 w_8^2 + 1,304 w_9^2 + 1,848 w_{10}^2 + 2,497 w_{11}^2 \quad (4.47)$$

$$\hat{y}_{0_{RMASFI_{FR}}} = 37,98 + x_0' b_{RMASFI_{FR}} + x_0' B_{RMASFI_{FR}} x_0 \quad (4.48)$$

$$\hat{y}_{0_{RMASFI_{FR}}} = 30,74 \%$$

Pela Equação 4.47, verifica-se que a recuperação mássica na forma canônica ($\hat{y}_{RMASFI_{FR}}$) é maximizada quando w_1 a w_7 são iguais à zero. Portanto, para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_{11}) que maximizam a recuperação mássica ($\hat{y}_{RMASFI_{FR}}$), w_1 a w_7 foram considerados iguais à zero, enquanto os valores de w_8 a w_{11} foram avaliados por tentativa. Conforme mencionado nos tópicos anteriores, o objetivo da tentativa era encontrar os valores de w_8 a w_{11} que maximizassem a recuperação mássica de forma que os valores das variáveis independentes na forma codificada estivessem dentro da faixa experimental estudada (entre -2 e +2). A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 4.49, onde M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e x_0 é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário. Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

$$w = M' (x - x_0) \quad (4.49)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \\ w_3 \\ w_4 \\ w_5 \\ w_6 \\ w_7 \\ w_8 \\ w_9 \\ w_{10} \\ w_{11} \end{bmatrix} \quad (x - x_0) = \begin{bmatrix} x_1 - 0,117 \\ x_2 + 0,405 \\ x_3 - 1,395 \\ x_4 - 1,687 \\ x_5 + 0,742 \\ x_6 + 1,467 \\ x_7 - 0,657 \\ x_8 + 0,051 \\ x_9 + 0,022 \\ x_{10} + 1,309 \\ x_{11} - 1,148 \end{bmatrix}$$

$$M' = \begin{bmatrix} 0,048 & 0,173 & 0,203 & -0,578 & -0,025 & -0,165 & -0,564 & 0,008 & 0,084 & 0,399 & -0,267 \\ -0,074 & -0,230 & 0,146 & 0,097 & 0,680 & 0,096 & 0,190 & 0,292 & 0,386 & -0,225 & 0,343 \\ 0,161 & 0,446 & 0,017 & -0,036 & -0,184 & 0,051 & 0,325 & 0,665 & -0,286 & 0,324 & 0,048 \\ -0,448 & -0,012 & 0,056 & 0,088 & -0,444 & 0,550 & 0,236 & -0,180 & 0,317 & -0,315 & 0,033 \\ 0,088 & -0,344 & 0,139 & 0,086 & -0,351 & 0,255 & -0,250 & 0,434 & 0,048 & 0,486 & 0,412 \\ 0,147 & -0,237 & 0,570 & -0,119 & -0,118 & -0,186 & 0,398 & -0,343 & -0,354 & -0,114 & 0,346 \\ -0,147 & -0,277 & -0,243 & -0,089 & 0,274 & 0,491 & -0,164 & 0,033 & -0,680 & -0,166 & 0,005 \\ 0,698 & 0,201 & 0,022 & 0,277 & -0,142 & 0,165 & -0,315 & 0,080 & 0,142 & -0,467 & -0,062 \\ 0,174 & 0,274 & 0,580 & -0,190 & 0,241 & 0,465 & -0,040 & -0,027 & 0,047 & 0,251 & -0,424 \\ 0,287 & 0,502 & -0,297 & -0,113 & 0,112 & 0,269 & 0,051 & -0,0353 & 0,064 & 0,163 & 0,567 \\ -0,267 & 0,315 & 0,324 & 0,702 & 0,042 & -0,049 & -0,366 & -0,019 & -0,211 & 0,023 & 0,219 \end{bmatrix}$$

A partir do sistema composto por onze equações que correlacionam as variáveis w e x , os valores das variáveis independentes (x_1 a x_{11}) foram determinados, utilizando a ferramenta solver do *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas (w_8 a w_{11}) por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável. Pela Equação 4.47 percebe-se que a recuperação mássica na forma canônica ($\hat{y}_{RMASFI_{FR}}$) cresce mais na direção do eixo w_{11} seguido de w_{10} , w_9 e w_8 . Para realizar as tentativas, foram adotadas algumas premissas, listadas abaixo:

- ❖ w_1 a $w_7 = 0$, pois minimizam a recuperação mássica;
- ❖ Primeira tentativa: w_8 a $w_{10} = 0$ e achado o maior valor de w_{11} de forma que x esteja dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica encontrada;
- ❖ Segunda tentativa: w_8 e $w_9 = 0$, $w_{11} =$ valor encontrado na primeira tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_{10} de forma que x esteja dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Terceira tentativa: $w_8 = 0$, $w_{11} =$ valor encontrado na primeira tentativa e $w_{10} =$ valor encontrado na segunda tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_9 de forma que x esteja dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Quarta tentativa: $w_{11} =$ valor encontrado na primeira tentativa, $w_{10} =$ valor encontrado na segunda tentativa e $w_9 =$ valor encontrado na terceira tentativa. Foi encontrado o maior valor de w_8 de forma que x esteja dentro da região experimental e registrada a recuperação mássica calculada;
- ❖ Demais tentativas: as variáveis w_8 , w_9 , w_{10} e w_{11} foram simuladas em intervalos de 0,01, sempre buscando maiores valores para w_{11} , seguidos de w_{10} , w_9 e w_8 , de forma que as variáveis independentes (x_1 a x_{11}) estivessem dentro da região experimental e que proporcionasse maior recuperação mássica da flotação industrial do circuito friável.

AP1.2. Recuperação metalúrgica de P₂O₅ da flotação industrial do circuito friável

Da mesma forma foi obtido o modelo de segunda ordem após a análise de regressão múltipla, representado pela Equação 4.50, que mostra a dependência da recuperação metalúrgica de P₂O₅ da flotação industrial do circuito friável ($\hat{y}_{RMETFI_{FR}}$) com suas variáveis independentes (x).

$$\hat{y}_{RMETFI_{FR}} = 80,74 + x' b_{RMETFI_{FR}} + x' B_{RMETFI_{FR}} x \quad (4.50)$$

em que:

$$b_{RMETFI_{FR}} = \begin{bmatrix} 4,113 \\ 2,799 \\ -4,845 \\ 5,732 \\ 2,234 \\ 7,546 \\ 2,921 \\ 4,570 \\ -3,865 \\ -3,514 \\ 7,228 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \\ x_8 \\ x_9 \\ x_{10} \\ x_{11} \end{bmatrix}$$

$$B_{RMETFI_{FR}} = \begin{bmatrix} 0,605 & -0,160 & -0,066 & 0,186 & -0,020 & 0,580 & -0,142 & -0,523 & 0,245 & 0,299 & -0,428 \\ -0,160 & 0,142 & -0,030 & -0,498 & 0,655 & 0,560 & 0,055 & -0,639 & 0,388 & 0,494 & 0,269 \\ -0,066 & -0,030 & 1,414 & 1,498 & 0,219 & -0,266 & 0,366 & 0,639 & -0,751 & 0,347 & -0,556 \\ 0,186 & -0,498 & 1,498 & -1,149 & -0,532 & -1,052 & -0,289 & -1,955 & 1,602 & 1,688 & -1,676 \\ -0,020 & 0,655 & 0,219 & -0,532 & -0,830 & 0,415 & -0,480 & -0,521 & -0,513 & 0,289 & 0,424 \\ 0,580 & 0,560 & -0,266 & -1,052 & 0,430 & 0,333 & 0,258 & -0,027 & -0,295 & 1,525 & -0,581 \\ -0,142 & 0,055 & 0,366 & -0,289 & -0,480 & 0,258 & -1,459 & -0,846 & -0,008 & 0,657 & 0,226 \\ -0,523 & -0,639 & 0,639 & 1,955 & -0,521 & -0,027 & -0,846 & 0,326 & -0,285 & -0,493 & -0,885 \\ 0,245 & 0,388 & -0,751 & 1,602 & -0,513 & -0,295 & -0,008 & -0,285 & -2,104 & 1,233 & -0,053 \\ 0,299 & 0,494 & 0,347 & 1,688 & 0,289 & 1,525 & 0,657 & -0,493 & 1,233 & -1,274 & 1,148 \\ -0,428 & 0,269 & -0,556 & -1,676 & 0,424 & -0,581 & 0,226 & -0,885 & -0,053 & 1,148 & -0,771 \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7 \quad x_8 \quad x_9 \quad x_{10} \quad x_{11}]$$

O ponto estacionário (x_0) foi determinado pela Equação 4.51, na qual $B^{-1}_{RMETFI_{FR}}$ é a inversa da matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação ($B_{RMETFI_{FR}}$).

$$x_0 = -\frac{1}{2} B^{-1}_{RMETFI_{FR}} b_{RMETFI_{FR}} \quad (4.51)$$

$$x_0 = \begin{bmatrix} -4,730 \\ -2,466 \\ -0,809 \\ 1,997 \\ -3,668 \\ 1,398 \\ 2,118 \\ 2,557 \\ 1,769 \\ 2,670 \\ 1,151 \end{bmatrix}$$

Nota-se que seis variáveis no ponto estacionário (x_0) apresentaram valores fora da faixa experimental estudada (entre -2 e +2).

A natureza do ponto estacionário (x_0), pelos valores das raízes características (λ_1 a λ_{11}), que foram calculadas utilizando a Equação 4.52.

$$\det(B_{RMETFI_{FR}} - \lambda . I) = 0 \quad (4.52)$$

na qual: I é a matriz identidade

$$\begin{aligned} \lambda_1 &= -5,384 & \lambda_2 &= 3,248 & \lambda_3 &= 2,765 & \lambda_4 &= -3,739 & \lambda_5 &= 1,574 \\ \lambda_6 &= -2,395 & \lambda_7 &= 1,141 & \lambda_8 &= 0,060 & \lambda_9 &= -0,965 & \lambda_{10} &= -0,253 \\ \lambda_{11} &= -0,818 \end{aligned}$$

Pelos valores das raízes características (λ), nota-se que o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela, pois cinco raízes características apresentaram valores positivos ($\lambda_2, \lambda_3, \lambda_5, \lambda_7$ e λ_8). Portanto, seguindo o mesmo procedimento adotado no capítulo anterior, foi realizada análise canônica. A Equação 4.50 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.53, onde $\hat{y}_{RMETFI_{FR}}$ é recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável na forma canônica. Para calcular a resposta estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0RMETFI_{FR}}$), foi utilizada a Equação 4.54.

$$\hat{y}_{RMETFI_{FR}} = 90,71 - 5,384 w_1^2 + 3,248 w_2^2 + 2,765 w_3^2 - 3,739 w_4^2 + 1,574 w_5^2 - 2,395 w_6^2 + 1,141 w_7^2 + 0,060 w_8^2 - 0,965 w_9^2 - 0,253 w_{10}^2 - 0,818 w_{11}^2 \quad (4.53)$$

$$\hat{y}_{0RMETFI_{FR}} = 80,74 + x'_0 b_{RMETFI_{FR}} + x'_0 B_{RMETFI_{FR}} x_0 \quad (4.54)$$

$$\hat{y}_{0_{RMETFI_{FR}}} = 90,71 \%$$

Analisando a Equação 4.53, pode-se ver que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 na forma canônica ($\hat{y}_{RMETFI_{FR}}$) é maximizada quando $w_1, w_4, w_6, w_9, w_{10}$ e w_{11} são iguais à zero. Logo, para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_{11}) que maximizam a recuperação metalúrgica ($\hat{y}_{RMETFI_{FR}}$), estas variáveis foram consideradas iguais à zero enquanto as demais foram avaliadas por tentativa. A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada pela Equação 4.55, onde M' é a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ e x_0 é a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário. Para o cálculo de M' os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

$$w = M' (x - x_0) \quad (4.55)$$

em que:

$$w = \begin{bmatrix} w_1 \\ w_2 \\ w_3 \\ w_4 \\ w_5 \\ w_6 \\ w_7 \\ w_8 \\ w_9 \\ w_{10} \\ w_{11} \end{bmatrix} \quad (x - x_0) = \begin{bmatrix} x_1 + 4,730 \\ x_2 + 2,466 \\ x_3 + 0,809 \\ x_4 - 1,997 \\ x_5 + 3,668 \\ x_6 - 1,398 \\ x_7 - 2,118 \\ x_8 - 2,557 \\ x_9 - 1,769 \\ x_{10} - 2,670 \\ x_{11} - 1,151 \end{bmatrix}$$

$$M' = \begin{bmatrix} 0,043 & 0,088 & -0,136 & 0,656 & 0,076 & 0,236 & 0,169 & 0,305 & -0,139 & -0,424 & -0,347 \\ 0,208 & 0,082 & 0,324 & 0,598 & -0,013 & 0,025 & 0,124 & -0,483 & 0,267 & 0,398 & -0,092 \\ -0,123 & -0,348 & 0,572 & 0,230 & -0,191 & -0,379 & -0,092 & 0,340 & -0,080 & -0,240 & -0,339 \\ -0,032 & -0,115 & 0,237 & -0,203 & 0,080 & 0,227 & 0,012 & -0,120 & 0,753 & -0,482 & 0,131 \\ 0,142 & 0,228 & 0,520 & -0,187 & 0,223 & 0,621 & 0,038 & 0,315 & -0,197 & 0,178 & -0,127 \\ 0,061 & -0,045 & -0,157 & -0,019 & 0,520 & -0,257 & 0,655 & 0,272 & 0,205 & 0,093 & -0,280 \\ -0,669 & 0,327 & 0,334 & -0,051 & 0,239 & -0,261 & 0,122 & -0,143 & -0,100 & 0,059 & 0,395 \\ -0,568 & -0,072 & -0,209 & 0,138 & -0,399 & 0,324 & 0,107 & 0,313 & 0,308 & 0,348 & -0,145 \\ -0,116 & -0,384 & -0,091 & 0,172 & 0,591 & 0,035 & -0,591 & 0,126 & 0,112 & 0,251 & 0,102 \\ -0,093 & 0,673 & -0,152 & -0,157 & 0,131 & -0,093 & -0,375 & 0,065 & 0,162 & -0,222 & -0,494 \\ -0,347 & -0,270 & -0,091 & 0,066 & 0,184 & 0,343 & 0,150 & -0,484 & -0,336 & -0,309 & -0,420 \end{bmatrix}$$

A Equação 4.55 gerou um sistema composto por onze equações que correlacionam as variáveis w e x . Os valores das variáveis independentes (x_1 a x_{11}) foram determinados, utilizando a ferramenta solver do *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas (w) por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito friável. Pela Equação 4.53 percebe-se que a recuperação metalúrgica de P_2O_5 na forma canônica ($\hat{y}_{RMETFI_{FR}}$) cresce mais na direção do eixo w_2 , pois

$\lambda_2 = 3,248$ é a maior entre as raízes características. Para realizar as tentativas, foram adotadas premissas semelhantes ao tópico anterior, da análise da recuperação mássica. As variáveis canônicas (w) que minimizam a recuperação metalúrgica de P_2O_5 foram consideradas iguais à zero. As demais variáveis canônicas foram encontradas por tentativa sempre tentando encontrar um maior valor para a variável canônica do eixo na qual a recuperação metalúrgica de P_2O_5 apresenta maior tendência de crescimento e de forma que os valores das variáveis independentes (x) estejam dentro da faixa experimental.

AP1.3. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado

De forma análoga às análises estatísticas apresentadas nos tópicos anteriores, foi obtido o modelo de segunda ordem após a análise de regressão múltipla, representado pela Equação 4.56, onde $\hat{y}_{RMASF_{IGR}}$ é a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado, $b_{RMASF_{IGR}}$ o vetor dos coeficientes de primeira ordem, $B_{RMASF_{IGR}}$ a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação, e x e x' as matrizes das variáveis independentes e sua transposta, respectivamente.

$$\hat{y}_{RMASF_{IGR}} = 20,35 + x' b_{RMASF_{IGR}} + x' B_{RMASF_{IGR}} x \quad (4.56)$$

em que:

$$b_{RMASF_{IGR}} = \begin{bmatrix} -6,042 \\ -5,684 \\ 1,648 \\ 0,105 \\ 9,116 \\ -5,714 \\ 1,231 \\ -8,619 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \\ x_8 \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7 \quad x_8]$$

$$B_{RMASF_{IGR}} = \begin{bmatrix} -0,290 & -0,535 & 0,896 & -1,217 & 0,318 & 2,897 & -1,168 & -0,981 \\ -0,535 & 0,200 & 0,782 & -2,811 & 0,209 & -0,985 & 0,630 & -0,229 \\ 0,896 & 0,782 & 0,265 & 0,654 & -3,904 & 0,676 & 1,579 & 1,929 \\ -1,217 & -2,811 & 0,654 & -0,672 & 5,588 & -3,025 & -2,709 & -1,569 \\ 0,318 & 0,209 & -3,904 & 5,588 & 0,639 & -1,767 & -0,404 & 0,838 \\ 2,897 & -0,985 & 0,676 & -3,025 & -1,767 & -3,147 & -1,319 & 4,234 \\ -1,168 & 0,630 & 1,579 & -2,709 & -0,404 & -1,319 & -0,180 & 0,372 \\ -0,981 & -0,229 & 1,929 & -1,569 & 0,838 & 4,234 & 0,372 & -3,217 \end{bmatrix}$$

Observa-se que todas as variáveis independentes apresentaram efeito sobre a recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado, tanto na sua forma isolada quanto através de seus parâmetros de interação.

O ponto estacionário (x_0) e as raízes características (λ) foram determinados conforme metodologia apresentada nos tópicos anteriores.

$$x_0 = \begin{bmatrix} 1,703 \\ -3,001 \\ -2,940 \\ -2,093 \\ -4,682 \\ -1,690 \\ -2,077 \\ -6,072 \end{bmatrix}$$

$$\begin{array}{llll} \lambda_1 = -9,609 & \lambda_2 = -8,525 & \lambda_3 = -1,324 & \lambda_4 = -0,444 \\ \lambda_5 = -0,103 & \lambda_6 = 1,278 & \lambda_7 = 3,320 & \lambda_8 = 9,004 \end{array}$$

Pelos resultados acima se percebe que três raízes características apresentaram valores positivos e algumas variáveis independentes no ponto estacionário ficaram fora da faixa experimental (-2 e +2). Portanto o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela, e foi realizada a análise canônica para encontrar os valores das variáveis independentes que maximizam recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado. A Equação 4.56 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.57, onde $\hat{y}_{RMASFI_{GR}}$ é recuperação mássica na forma canônica. A recuperação mássica estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMASFI_{GR}}}$) foi calculada conforme metodologia utilizada nos tópicos anteriores e o valor obtido foi 27,58%.

$$\hat{y}_{RMASFI_{GR}} = 27,58 - 9,609 w_1^2 - 8,525 w_2^2 - 1,324 w_3^2 - 0,444 w_4^2 - 0,103 w_5^2 + 1,278 w_6^2 + 3,320 w_7^2 + 9,004 w_8^2 \quad (4.57)$$

Para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_8) que maximizam a recuperação mássica ($\hat{y}_{RMASFI_{GR}}$), os valores das variáveis na forma canônica (w_1 a w_8) foram obtidos por tentativa. A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada utilizando a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores

associados a cada raiz característica λ , e a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário (x_0). Para o cálculo de M, todos os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

A partir do sistema de equações que correlacionam as variáveis w e x, os valores das variáveis independentes foram obtidos utilizando a ferramenta solver do *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação mássica da flotação industrial do circuito granulado.

AP1.4. Recuperação metalúrgica de P₂O₅ da flotação industrial do circuito granulado

Na Equação 4.58 tem-se o modelo de segunda ordem após a análise de regressão múltipla, que mostra a relação da recuperação metalúrgica de P₂O₅ da flotação industrial do circuito friável ($\hat{y}_{RMETFI_{GR}}$) com suas variáveis independentes (x).

$$\hat{y}_{RMETFI_{GR}} = 57,45 + x' b_{RMETFI_{GR}} + x' B_{RMETFI_{GR}} x \quad (4.58)$$

em que:

$$b_{RMETFI_{GR}} = \begin{bmatrix} -8,792 \\ -23,710 \\ 12,359 \\ 2,412 \\ 24,652 \\ -15,470 \\ -5,998 \\ -26,203 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \\ x_8 \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7 \quad x_8]$$

$$B_{RMETFI_{GR}} = \begin{bmatrix} -1,649 & -0,929 & 0,556 & -0,174 & 2,165 & 4,787 & -2,374 & -2,935 \\ -0,929 & 1,040 & 2,821 & -9,679 & 0,719 & -2,771 & 1,298 & -0,093 \\ 0,556 & 2,821 & 1,090 & 1,720 & -4,839 & -5,362 & 4,390 & 3,641 \\ -0,174 & -9,679 & 1,720 & -3,044 & 7,920 & -1,134 & -9,098 & -4,456 \\ 2,165 & 0,719 & -4,839 & 7,920 & 5,039 & -8,234 & -0,364 & -0,538 \\ 4,787 & -2,771 & -5,362 & -1,134 & -8,234 & -5,027 & -4,052 & 11,836 \\ -2,374 & 1,298 & 4,390 & -9,098 & -0,364 & -4,052 & -1,555 & 2,602 \\ -2,935 & -0,093 & 3,641 & -4,456 & -0,538 & 11,836 & 2,602 & -5,055 \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7 \quad x_8]$$

Nota-se pelas matrizes $b_{RMETFI_{GR}}$ e $B_{RMETFI_{GR}}$ que todas as variáveis, isoladas e através de seus parâmetros de interação, apresentaram efeito sobre a recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado.

Da mesma forma que no tópico anterior, o ponto estacionário (x_0) e as raízes características (λ) foram determinados.

$$x_0 = \begin{bmatrix} -5,571 \\ -1,462 \\ -6,485 \\ -2,666 \\ -4,680 \\ -1,407 \\ -0,208 \\ -4,553 \end{bmatrix}$$

$$\begin{array}{lllll} \lambda_1 = -23,658 & \lambda_2 = -17,169 & \lambda_3 = -3,167 & \lambda_4 = -0,324 & \lambda_5 = 0,397 \\ \lambda_6 = 3,927 & \lambda_7 = 12,406 & \lambda_8 = 18,426 & & \end{array}$$

Verifica-se que quatro raízes características apresentaram valores positivos e algumas variáveis independentes no ponto estacionário ficaram fora da faixa experimental (-2 e +2). Logo, foi necessário realizar a análise canônica para encontrar os valores das variáveis independentes que maximizam recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado. A Equação 4.58 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.59, onde $\hat{y}_{RMETFI_{GR}}$ é recuperação metalúrgica de P_2O_5 na forma canônica. A recuperação metalúrgica de P_2O_5 estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0RMETFI_{GR}}$) foi calculada conforme metodologia utilizada nos tópicos anteriores e o valor obtido foi 69,45 %.

$$\hat{y}_{RMETFI_{GR}} = 69,45 - 23,658 w_1^2 - 17,169 w_2^2 - 3,167 w_3^2 - 0,324 w_4^2 + 0,397 w_5^2 + 3,927 w_6^2 + 12,406 w_7^2 + 18,426 w_8^2 \quad (4.59)$$

Para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_8) que maximizam a recuperação metalúrgica de P_2O_5 ($\hat{y}_{RMETFI_{GR}}$), os valores das variáveis na forma canônica (w_1 a w_8) por tentativa. A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada utilizando a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ , e a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário (x_0). Para o cálculo de M , os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

A partir do sistema de equações que correlacionam as variáveis w e x , foi possível determinar os valores das variáveis independentes utilizando a ferramenta solver do *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação metalúrgica de P_2O_5 da flotação industrial do circuito granulado.

AP1.5. Recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino

Semelhante à metodologia utilizada nas análises estatísticas anteriores, após a análise regressão múltipla, foi obtido o modelo de segunda ordem, representado pela Equação 4.60, onde $\hat{y}_{RMASFI_{UF}}$ é a recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino, $b_{RMASFI_{UF}}$ o vetor dos coeficientes de primeira ordem, $B_{RMASFI_{UF}}$ a matriz simétrica dos coeficientes de segunda ordem e de interação, x e x' as matrizes das variáveis independentes e sua transposta, respectivamente.

$$\hat{y}_{RMASFI_{UF}} = 14,92 + x' b_{RMASFI_{UF}} + x' B_{RMASFI_{UF}} x \quad (4.60)$$

em que:

$$b_{RMASFI_{UF}} = \begin{bmatrix} -0,161 \\ -0,577 \\ 2,180 \\ 1,826 \\ 0,280 \\ 1,990 \\ -0,531 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$x' = [x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad x_4 \quad x_5 \quad x_6 \quad x_7]$$

$$B_{RMASFI_{UF}} = \begin{bmatrix} 0,116 & -0,034 & 0,350 & -0,335 & -0,350 & 0,174 & -0,030 \\ -0,334 & 0,296 & -0,434 & 0,065 & -0,117 & -0,197 & 0,058 \\ 0,350 & -0,434 & 0,359 & -0,138 & -0,485 & -0,021 & 0,762 \\ -0,335 & 0,065 & -0,138 & 0,064 & 0,325 & 0,305 & -0,877 \\ -0,350 & -0,177 & -0,485 & 0,325 & 0,182 & 0,195 & -0,355 \\ 0,174 & -0,197 & -0,021 & 0,305 & 0,195 & -0,606 & 0,550 \\ -0,030 & 0,058 & 0,762 & -0,877 & -0,335 & 0,550 & -0,544 \end{bmatrix}$$

O ponto estacionário (x_0) e as raízes características (λ) foram determinados utilizando a mesma equação apresentada nos tópicos anteriores.

$$x_0 = \begin{bmatrix} 10,116 \\ -3,016 \\ -15,449 \\ -17,699 \\ 7,780 \\ 0,794 \\ 1,252 \end{bmatrix}$$

$$\begin{aligned} \lambda_1 &= 1,734 & \lambda_2 &= -1,785 & \lambda_3 &= 0,617 & \lambda_4 &= -0,566 \\ \lambda_5 &= -0,273 & \lambda_6 &= 0,098 & \lambda_7 &= 0,042 \end{aligned}$$

Verifica-se que três raízes características apresentaram valores positivos e algumas variáveis independentes no ponto estacionário ficaram fora da faixa experimental (-2 e +2). Portanto o ponto estacionário (x_0) é um ponto de sela, e foi realizada a análise canônica para encontrar os valores das variáveis independentes que maximizam recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino. A Equação 4.60 foi transformada para a forma canônica, que é representada na Equação 4.61, onde $\hat{y}_{RMASSFI_{UF}}$ é recuperação mássica na forma canônica. A recuperação mássica estimada no ponto estacionário ($\hat{y}_{0_{RMASSFI_{UF}}}$) foi calculada conforme metodologia utilizada nos tópicos anteriores e o valor obtido foi 27,58%.

$$\hat{y}_{RMASSFI_{UF}} = 22,58 + 1,73 w_1^2 - 1,78 w_2^2 + 0,61 w_3^2 - 0,56 w_4^2 - 0,27 w_5^2 + 0,09 w_6^2 + 0,04 w_7^2 \quad (4.61)$$

Para encontrar os valores das variáveis independentes (x_1 a x_7) que maximizam a recuperação mássica ($\hat{y}_{RMASSFI_{UF}}$), os valores das variáveis na forma canônica (w_1 a w_7) foram determinados por tentativa. A correlação entre as variáveis na forma canônica (w) e na forma codificada (x) foi determinada utilizando a transposta da matriz ortogonal (M) dos vetores associados a cada raiz característica λ , e a matriz das variáveis independentes no ponto estacionário (x_0). Para o cálculo de M , os autovetores associados a cada λ foram normalizados.

A partir do sistema de equações que correlacionam as variáveis w e x , foi possível determinar os valores das variáveis independentes utilizando o *software* Maple®, alterando os valores das variáveis canônicas por meio de tentativas até encontrar a maior recuperação mássica da flotação industrial do circuito ultrafino.