

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – Caracterização das Amostras de Alimentação

4.1.1 – Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX)

A composição química das amostras de alimentação das sete frações granulométricas utilizadas neste trabalho foi determinada por espectrometria de raios X em um laboratório da empresa Bunge Fertilizantes S.A. em Araxá (MG) e é apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Composição química da amostra de alimentação por fração.							
Malhas – Escala Tyler (#)	Composição (%)						
	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	BaSO ₄
-48 +65	19,69	25,47	10,35	25,27	1,13	0,48	0,38
-65 +100	21,20	25,68	11,74	16,75	1,13	0,29	0,25
-100 +150	19,57	23,74	18,53	11,67	1,02	0,36	0,19
-150 +200	17,67	21,40	21,90	10,74	1,03	0,40	0,11
-200 +325	16,82	19,45	25,30	9,76	1,12	0,40	0,06
-325 +400	17,69	20,91	22,57	12,14	1,34	0,51	0,03
-400	15,24	17,43	23,33	10,21	1,83	0,57	0,07

Verifica-se à medida que o tamanho de partícula diminui, uma tendência de redução do teor de P₂O₅. Há, portanto, uma maior dificuldade de se obter concentrados ricos em apatita nas frações mais finas.

4.1.2 - Difractometria de Raios X (DRX)

A identificação das fases minerais presentes nas distintas frações granulométricas foi determinada qualitativamente, por difratometria de raios X, conforme é mostrado na Tabela 4.2. As análises de difração de raios X de cada amostra foram feitas em um laboratório do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN/CNEN). Observou-se pelas análises que as diferentes frações são compostas basicamente pelos mesmos minerais.

Tabela 4.2 – Composição mineralógica da amostra de alimentação por fração.

Fração (#)	Mineral Identificado		
	Predominante	Intermediário	Minoritário
+ 65	Apatita, Quartzo	-	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Magnetita, Moscovita, Rutilo, Vermiculita
+100	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Vermiculita, Camada mista, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Magnetita
+150	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Magnetita, Mica
+200	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Magnetita, Mica, Vermiculita
+325	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Vermiculita, Camada mista, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Magnetita
+400	Apatita	Goethita, Quartzo	Anatásio, Goiazita, Vermiculita, Camada mista, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Magnetita, Mica, Rutilo
-400	Apatita	Goethita, Quartzo	Anatásio, Goiazita, Vermiculita, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Magnetita, Mica

Observa-se que a apatita é o mineral predominante em todas as frações, embora na fração + 65 # (mais grossa) existe em grande proporção também do mineral quartzo. De uma forma geral, a segunda maior proporção é do mineral quartzo. Porém, nas frações mais finas (+ 400 # e -400 #), verifica-se a identificação do mineral goethita, juntamente com o quartzo, como os minerais nesta condição de predominância intermediária. Já em proporções minoritárias foram identificados vários minerais em todas as faixas de tamanho de partícula.

Estes resultados apresentam coerência com a análise por espectrometria de raios X. A análise da composição química também mostrou uma maior presença da apatita (mineral de cálcio e fósforo) em todas as frações, havendo uma grande presença de mineral de silício, principalmente na fração mais grossa (+65 #), e uma significativa presença, em proporção intermediária, de mineral de ferro nas frações mais finas (+ 400 # e -400 #).

Na Tabela 4.3 encontram-se, por ordem alfabética, as fórmulas químicas das fases minerais identificadas na difração de raios X.

Tabela 4.3 – Composição mineralógica e fórmula química das fases minerais identificadas por difração de raios X, por ordem alfabética.

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

*Série isomorfos de fosfatos secundários

A camada mista identificada é formada por filossilicatos alternando-se por flogopita e vermiculita. Os filossilicatos podem ocorrer na natureza com suas celas unitárias apresentando um empilhamento regular da folha estrutural ou, em alguns casos, as celas unitárias são constituídas de unidades compostas, isto é, têm-se camadas com espessura variável de dois ou mais tipos diferentes de filossilicatos empilhados verticalmente, chamadas de camadas mistas.

4.1.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microanálise Química (EDS)

Um detalhamento na identificação das fases minerais minoritárias presentes nas amostras de alimentação, em cada fração granulométrica, foi obtido através do estudo ao microscópio eletrônico de varredura associado a microanálise química.

O estudo das frações granulométricas por microscopia eletrônica de varredura teve como foco principal a apatita, o mineral de interesse no minério fosfatado. Verificou-se a composição química da apatita identificada, bem como as inclusões e sua associação com os demais minerais. Basicamente a apatita identificada é formada por fosfato de cálcio, com presença de outros minerais como terras raras.

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

Nas Figuras de 4.1 a 4.6, são mostrados os resultados obtidos pela MEV, em forma de eletronicmicrografias. Em cada figura foram selecionadas diferentes áreas, nas quais foram determinadas as espécies químicas presentes, utilizando microanálises por EDS, cuja composição obtida permite a identificação das diversas fases minerais presentes na amostra. Deste modo, foi possível a identificação mineralógica em cada área escolhida. Estas análises, neste trabalho, foram apenas qualitativas e foram feitas com o objetivo de encontrar uma visão da diversidade mineralógica apresentada no minério estudado. Nas Tabelas de 4.4 a 4.9 estão os resultados. Para cada área é possível observar a composição química e através desta, obtém-se a interpretação sobre qual espécie mineral ocorre naquela área especificada.

A Figura 4.1 mostra as eletronicmicrografias obtidas para a fração +65 # e na Tabela 4.4 pode-se observar a microanálise EDS de cada área selecionada. Como já era esperado, nota-se a presença de apatita (associada a outros minerais) e minerais de silício e de ferro. Verifica-se também, a presença dos minerais pirocloro e badeleita que não foram identificados na difração de raios X.

Na Figura 4.2 estão apresentadas as eletronicmicrografias obtidas para a fração +100 #. A Tabela 4.5 contém os resultados da identificação do mineral predominante em cada ponto selecionado.

Verifica-se pela microanálise na Tabela 4.5 nos pontos escolhidos para a fração +100 #, que há ocorrência do mineral apatita na presença de outros minerais tais como, vermiculita, barita, pirocloro, ilmenita e monazita (presença de elementos terras-raras).

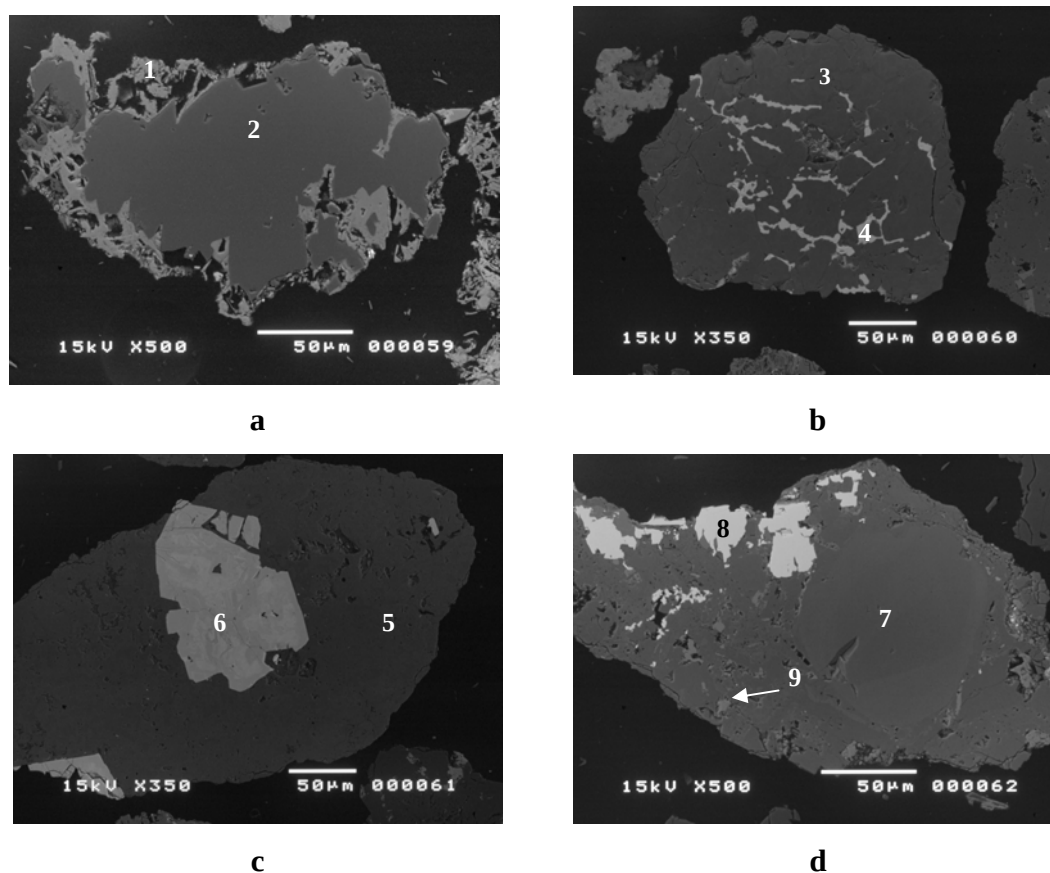


Figura 4.1 – Eletronmicrografias para a fração +65 # obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: quartzo associado à apatita. Eletronmicrografia b: apatita com inclusões de barita. Eletronmicrografia c: apatita associada com pirocloro. Eletronmicrografia d: apatita associada com badeleita e goethita.

Tabela 4.4 – Microanálise EDS de cada ponto das eletronmicrografias para a fração +65 #.

	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	Nb ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	ZrO ₂	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	57,63	0,17	0,80	0,11	-	-	40,2	0,70	-	-	-	-	-	0,41	-	apatita
2	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
3	54,41	0,11	0,12	0,25	3,74	-	39,02	2,08	-	-	-	-	-	-	0,26	apatita
4	1,03	-	-	-	0,10	67,24	-	-	-	-	31,63	-	-	-	-	barita
5	51,43	7,77	0,08	0,44	2,50	2,00	34,34	0,80	-	-	-	-	-	-	0,65	apatita
6	7,87	1,78	-	-	4,03	7,64	-	5,15	66,92	-	-	-	-	6,60	-	pirocloro
7	55,75	-	0,13	-	1,19	-	42,18	0,53	-	-	-	0,07	-	-	0,17	apatita
8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100,0	-	-	badeleita
9	1,07	94,08	4,26	-	-	-	-	-	-	0,59	-	-	-	-	-	goethita

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

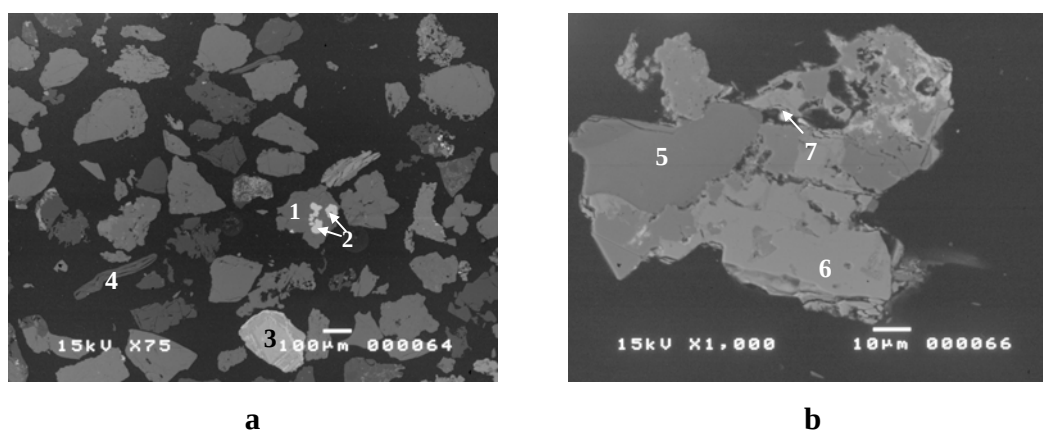


Figura 4.2 – Eletronmicrografias para a fração +100 # obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: apatita associada com barita, mais partículas isoladas de pirocloro e vermiculita. Eletronmicrografia b: apatita com ilmenita e monazita.

Tabela 4.5 – Microanálise EDS de cada ponto das eletronmicrografias para a fração +100 #.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	Nb ₂ O ₅	SO ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	Interpretação
1	60,39	-	0,05	0,24	0,61	-	37,91	0,58	-	-	-	-	0,19	0,04	apatita
2	0,53	-	-	-	0,52	69,08	-	-	-	29,87	-	-	-	-	barita
3	2,65	-	-	-	-	22,77	-	2,59	64,92	-	-	7,08	-	-	pirocloro
4	2,00	13,30	46,94	19,46	-	-	-	-	-	-	10,29	2,10	5,92	-	vermiculita
5	54,15	0,04	0,44	0,05	0,97	0,49	39,09	4,18	-	-	-	0,16	0,05	0,37	apatita
6	-	50,88	-	-	-	-	-	-	-	-	-	49,12	-	-	ilmenita
7	3,85	4,85	0,52	-	1,53	6,77	23,65	58,23	-	-	0,61	-	-	-	monazita

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

A Figura 4.3 exibe as eletronmicrografias obtidas para a fração +150 # e na Tabela 4.6 está o resultado da microanálise EDS de cada área marcada na figura.

Tabela 4.6 – Microanálise EDS de cada ponto das eletronmicrografias para a fração +150 #.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	MnO	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	-	99,38	0,49	-	-	-	-	-	-	0,13	-	-	hematita
2	-	39,13	-	2,89	-	-	-	-	6,25	-	51,73	-	ilmenita
3	-	7,52	-	-	-	-	-	-	-	-	92,48	-	anatásio ou rutilo
4	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
5	53,71	0,63	0,76	0,20	2,06	0,24	40,62	1,07	-	-	0,13	0,57	apatita
6	-	99,56	0,44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	hematita

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

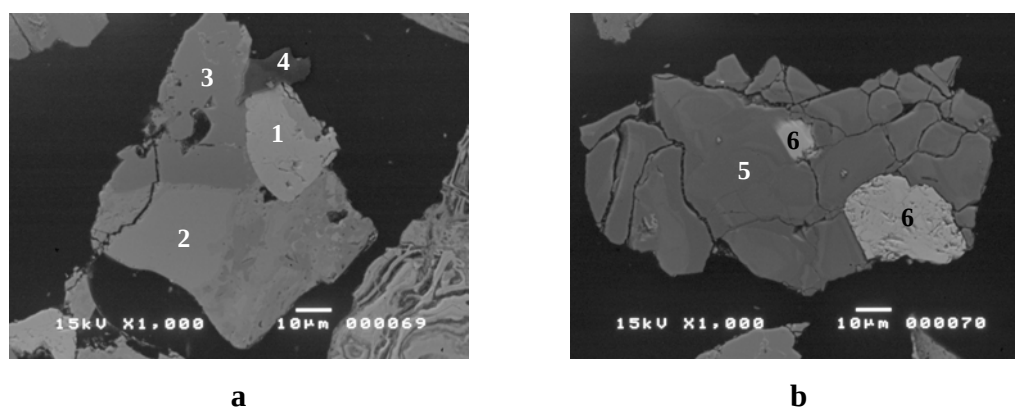


Figura 4.3 – Eletronmicrografias para a fração +150 # obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: partícula formada por hematita, ilmenita, anatásio ou rutilo (possuem mesma composição, porém diferem na estrutura cristalina) e quartzo. Eletronmicrografia b: apatita associada com hematita.

Observa-se nos pontos escolhidos para a fração +150 # uma presença considerável de ferro. Na área 3 não é possível, pela técnica utilizada, distinguir se o mineral presente é anatásio ou rutilo, pois ambos possuem a mesma composição química. A distinção, neste caso, é feita por uma técnica de análise da rede cristalina.

A Figura 4.4 apresenta as eletronmicrografias encontradas para a fração +200 #. A Tabela 4.7 mostra os resultados da identificação mineralógica que ocorrem nos pontos selecionados. Nota-se a associação da apatita com outros minerais como monazita, goethita e romanexita ou rolandita (este dois últimos até então não tinham sido identificados). Como romanexita e rolandita apresentam a mesma composição química, não é possível determinar, por microanálise EDS, qual entre esses dois minerais de manganês ocorre no ponto 3. Para a distinção seria necessário uma análise de propriedades de hidratação.

Tabela 4.7 – Microanálise EDS de cada ponto das eletronmicrografias para a fração +200 #.

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

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

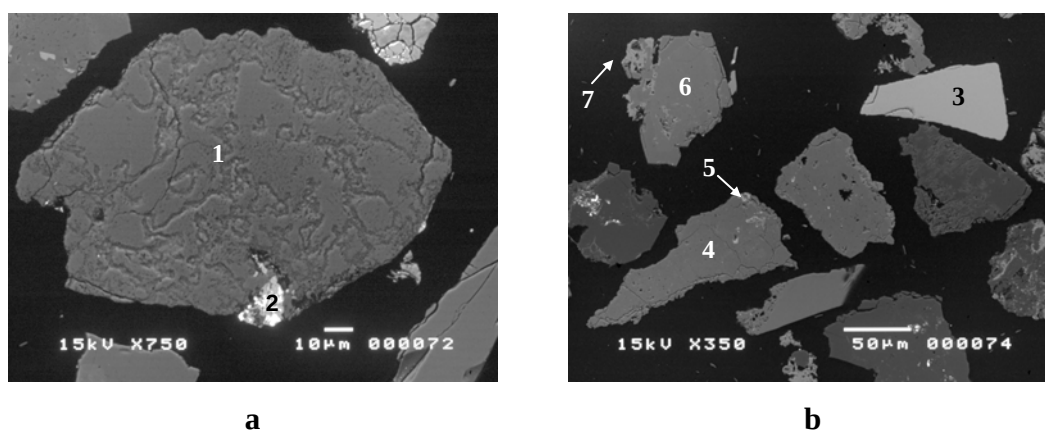


Figura 4.4 – Eletronmicrografias para a fração +200 # obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: apatita associada com monazita. Eletronmicrografia b: partícula de romanexita (quando hidratada) ou rolandita, apatita associada com romanexita ou rolandita e apatita com goethita.

Na Figura 4.5 são mostradas as eletronmicrografias obtidas para a fração +325 # e na Tabela 4.8 está o resultado da microanálise EDS de cada ponto marcado na figura.

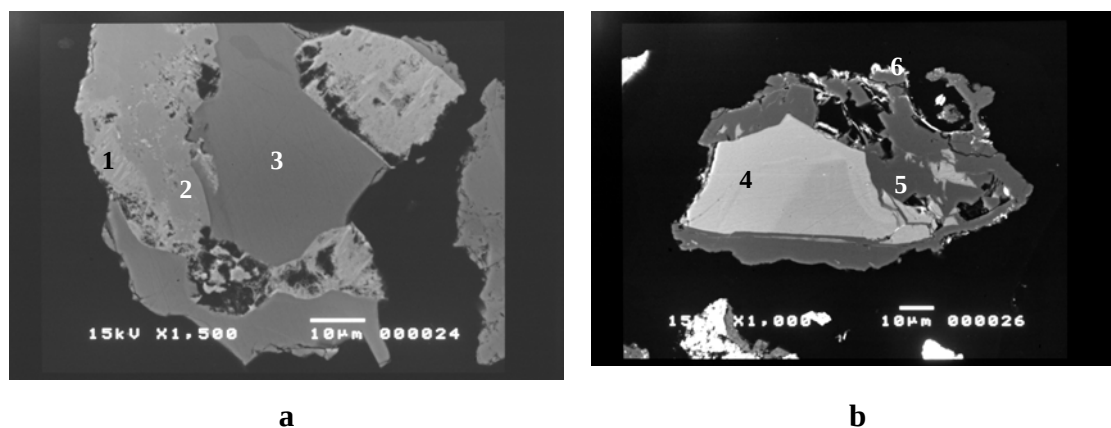


Figura 4.5 – Eletronmicrografias fração +325 # obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: apatita associada com anatásio ou rutilo (possuem mesma composição, porém diferem na estrutura cristalina) e ilmenita. Eletronmicrografia b: apatita com quartzo e goethita.

Nas áreas marcadas nas eletronmicrografias para a fração +325 # foi identificada a apatita na presença dos minerais ilmenita, quartzo, goethita e anatásio ou rutilo. Conforme

já mencionado, não é possível, pela técnica de microanálise química, diferenciar se o mineral presente é anatásio ou rutilo, pois ambos possuem a mesma composição química.

Tabela 4.8 – Microanálise EDS de cada ponto das eletronmicrografias para a fração +325 #.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	K ₂ O	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	52,15	0,90	0,68	0,27	1,52	0,90	39,57	3,59	-	0,20	0,23	apatita
2	0,43	15,62	1,15	-	-	-	-	-	-	82,80	-	anatásio ou rutilo
3	-	62,68	2,50	-	-	-	-	-	-	34,82	-	ilmenita
4	55,40	0,47	0,49	0,31	0,41	0,31	38,95	2,98	0,31	-	0,37	apatita
5	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
6	-	91,99	6,22	-	-	-	-	-	-	1,78	-	goethita

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

A Figura 4.6 apresenta as eletronmicrografias para as frações +400 # e -400 #. Os resultados da microanálise EDS para as frações +400 # e -400 # estão apresentados na Tabela 4.9.

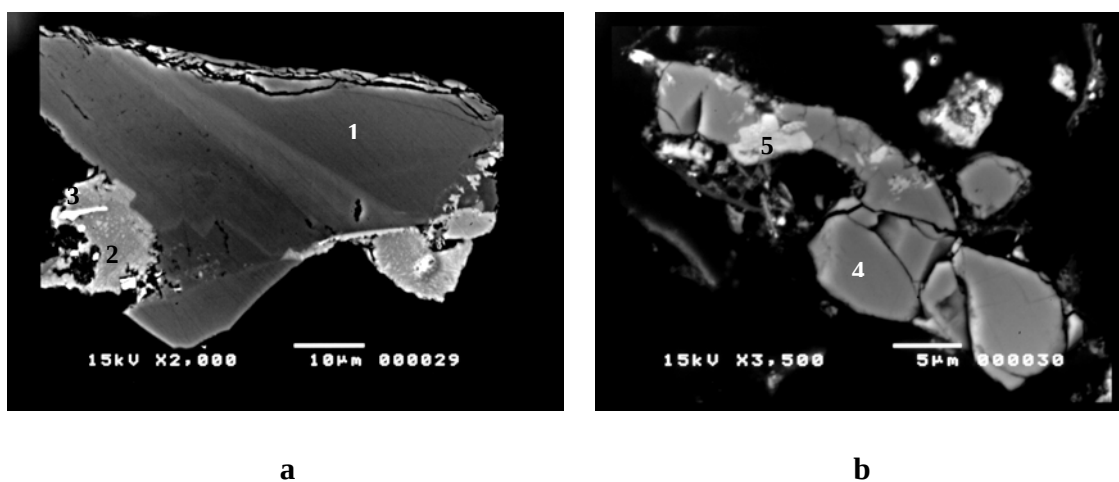


Figura 4.6 – Eletronmicrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a (fração +400 #): apatita associada com gorceixita e goethita. Eletronmicrografia b (fração -400 #): apatita associada com gorceixita.

Na Figura 4.6 nas áreas selecionadas na eletronmicrografia para a fração +400 # (áreas 1, 2 e 3), foi identificado o mineral apatita associado aos minerais gorceixita e goethita. Também na Figura 4.6, as áreas escolhidas para identificação mineralógica para a

fração -400 # (áreas 5 e 6) apresentaram, de acordo com microanálise EDS, apatita associada a gorceixita.

Tabela 4.9 – Microanálise EDS das eletromicrografias para a fração +400 # e -400 #.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	K ₂ O	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	57,83	0,39	0,50	0,01	0,44	-	40,04	0,59	0,09	-	0,05	0,02	apatita
2	3,98	6,41	0,47	-	-	29,06	27,44	-	-	32,61	-	-	gorceixita
3	0,67	98,37	0,96	-	-	-	-	-	-	-	-	-	goethita
4	58,29	39,65	0,52	0,05	-	0,29	39,65	-	0,15	-	0,39	-	apatita
5	2,63	13,98	-	-	-	30,85	29,46	-	-	23,08	-	-	gorceixita

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

4.1.4 – Difração de Raios Laser

A distribuição granulométrica do minério estudado foi determinada pela técnica de difração de raios laser. O software do equipamento *Malvern Mastersizer*[®] além da distribuição granulométrica fornece o diâmetro médio de Sauter.

O diâmetro médio de Sauter fornecido pelo equipamento e o calculado através da Equação 3.1 forneceram os mesmos resultados. A Tabela 4.10 mostra o diâmetro médio de Sauter para cada faixa de tamanho analisada. Observa-se uma boa distinção entre os diâmetros médios para as faixas analisadas.

Tabela 4.10 - Diâmetro médio de Sauter por fração.

Malha (#)	Diâmetro Médio de Sauter (µm)
+65	306,1
+100	200,0
+150	136,9
+200	105,1
+325	66,1
+400	48,8
-400	25,4

Com os resultados da distribuição granulométrica testou-se os modelos clássicos de distribuição granulométrica, sendo que o modelo RRB (Rosin-Rammler-Bennett) foi o que apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais. Os resultados da regressão, com quadrado do coeficiente de correlação, parâmetros do modelo e desvio padrão, são apresentados na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 – Resultados da regressão para o modelo RRB.

Fração (#)	Resultado da Regressão		
+65	r^2	0,999	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	348,00	5,36
	Desvio Padrão	1,82	0,18
+100	r^2	0,999	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	251,71	3,45
	Desvio Padrão	1,93	0,11
+150	r^2	0,997	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	165,32	3,95
	Desvio Padrão	2,14	0,23
+200	r^2	0,996	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	129,08	3,70
	Desvio Padrão	2,10	0,27
+325	r^2	0,999	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	88,19	2,94
	Desvio Padrão	0,69	0,08
+400	r^2	0,997	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	65,73	2,89
	Desvio Padrão	0,97	0,15
-400	r^2	0,999	
	Parâmetro	D' (μm)	N
	Valor	39,07	1,93
	Desvio Padrão	0,22	0,03

4.2 - Resultados de Flotação

4.2.1 - Resultados dos Testes Preliminares

Primeiramente é necessário considerar que, embora entre as frações disponíveis, a mais fina seja a -400 # e a mais grossa a +65 #, neste trabalho quando se referir a frações grossas ou mais grossas, isto significa +65 #, +100 # e +150 #. Já o termo frações finas ou mais finas é atribuído as frações -400 #, +400 # e +325 #. Esta definição é relativa, mas importante em termos de comparação. Foi feita de forma conveniente, de acordo com as frações disponíveis.

Conforme mencionado no capítulo anterior, em função da maior disponibilidade de material, os testes preliminares foram conduzidos com duas frações, uma com partículas grossas (+100 #), e outra fração com partículas finas (+325 #). Assim, tem-se o comportamento do teor e da recuperação de apatita para partículas grandes e pequenas.

Nestes experimentos estudou-se o efeito dos reagentes, isto é, dosagens de coletor e de depressor. Os valores das dosagens de coletor e de depressor foram definidos de acordo com os resultados obtidos por QUEIROZ (2003), além de se explorar outros níveis buscando condições extremas.

A qualidade e a produtividade dos experimentos foram determinadas, respectivamente, pelo teor e pela recuperação de P_2O_5 na massa flotada, ou seja, estas são as principais respostas analisadas neste trabalho. Conforme mencionado, na flotação industrial de minério apatítico são considerados plenamente satisfatórios, os teores acima de 33 % de P_2O_5 , e as recuperações de fósforo em torno de 60 %. Um teor de P_2O_5 alto no concentrado significa um produto rico em fósforo, ideal para os processos industriais seqüentes. Já uma elevada recuperação de apatita no concentrado resulta em menores perdas de P_2O_5 . Um teor de P_2O_5 baixo significa que as impurezas contaminantes não foram retiradas e uma pobre recuperação da apatita indica perdas de fósforo no rejeito. Por conseqüência, são considerados de interesse níveis altos das duas respostas, mas de forma simultânea e não isolada.

Os resultados obtidos nestes testes preliminares para os concentrados da flotação, bem como as respectivas condições operacionais são mostrados na Tabela 4.12 e 4.13, para as frações +100 # e +325 #, respectivamente. Peneirou-se a fração +65 # porque estava ocorrendo entupimento do reciclo nesta faixa. Após o peneiramento da fração +65 # foram feitos alguns testes para verificar a possibilidade de flotação desta fração sem o entupimento do reciclo. As condições operacionais e os resultados para a fração +65 # são mostrados na Tabela 4.14. As condições utilizadas para as demais variáveis estão descritas na Tabela 3.5 do CAPÍTULO de MATERIAIS E MÉTODOS. Os resultados para o teor no concentrado e no produto de fundo de todas as espécies químicas presentes no minério, para todos os experimentos realizados neste trabalho estão apresentados no ANEXO I.

Analizando os resultados da faixa de tamanho estudada com partículas grandes (+100 #) nestes primeiros experimentos, através da Tabela 4.12, nota-se que todos os testes

apresentaram um teor de P_2O_5 no produto de fundo acima do mínimo valor desejável (maior que 33 %). Entretanto, a recuperação de P_2O_5 na massa flotada ficou muito abaixo do valor satisfatório (em torno de 60 %), em todos os ensaios.

Tabela 4.12 – Resultados dos testes preliminares para a fração +100 #.

- 65 # + 100 #				
Teste	Coletor (g/t)	Depressor (g/t)	P_2O_5 (%)	
			Teor	Recuperação
01	50	200	-	-
02	80	200	39,92	10,06
03	50	300	-	-
04	80	300	37,88	2,41
05	120	200	39,45	22,80
06	200	200	39,14	25,07
07	120	300	39,75	14,49
08	200	300	38,75	14,24
21	280	100	35,09	37,01
22	360	100	35,02	46,31
23	280	200	36,81	27,02
24	360	200	34,22	45,13

Os resultados preliminares para a fração +100 # comprovam a dificuldade encontrada para a recuperação de partículas grossas (KIMPELL, 1989). Comparando os experimentos 04 e 22 observa-se que, com uma maior dosagem de coletor associada a uma menor quantidade de depressor, é possível aumentar consideravelmente a recuperação dos grossos sem haver um comprometimento do teor. TRAHAR (1981) e BAZIN e PROULX (2001), mencionaram que é possível elevar a recuperação de grossos, necessitando para isto, de uma maior dosagem de coletor (cobertura hidrofóbica). BRAVO *et al.* (2005) verificaram que para a flotação de partículas grossas ser mais eficiente, foi necessária uma dosagem de coletor mais elevada, a fim de obter um maior grau de cobertura hidrofóbica nas partículas, favorecendo a estabilidade do agregado partícula/bolha. BRAVO *et al.* (2005) relataram que seria importante conseguir condições adequadas para uma flotação satisfatória de grossos, pois isto possibilitaria uma diminuição no tempo de moagem, reduzindo custos.

Para a fração grossa +100 #, o teste 22 embora insatisfatório, forneceu o melhor resultado obtido nestes testes preliminares, apresentando a maior recuperação (46,31 %) e um teor de P_2O_5 de acima do valor desejado (35,02 %). Observando apenas o teor de

apatita, o melhor teste foi o teste 07 (39,75 %), entretanto este teste resultou em uma recuperação insignificante. Nos experimentos 01 e 03 não foi possível fazer uma análise do teor, nem quantificar a recuperação. Isto porque a massa flotada obtida de 0,61 g e 0,64 g, respectivamente, foi insuficiente para a caracterização por espectrometria de fluorescência de raios X. Porém, pelo fato do cálculo da recuperação ser dependente da massa flotada, pode-se verificar qualitativamente que o valor seria mínimo.

Tabela 4.13 – Resultados dos testes preliminares para a fração +325 #.
- 200 # + 325 #

Teste	Coletor (g/t)	Depressor (g/t)	P ₂ O ₅ (%)	
			Teor	Recuperação
09	50	200	36,93	47,23
10	80	200	36,51	63,23
11	50	300	36,80	44,50
12	80	300	35,57	52,83
13	120	200	33,46	68,42
14	200	200	33,51	67,78
15	120	300	34,98	58,51
16	200	300	32,46	66,03
25	280	300	32,27	67,60
26	360	300	31,93	72,53
27	280	400	31,43	66,63
28	360	400	32,58	68,54

Observando na Tabela 4.13, os resultados preliminares da fração +325 #, verifica-se que, ao contrário do que foi obtido na fração +100 #, alguns experimentos conduziram a resultados satisfatórios de flotação, com valores de teor e recuperação de forma simultânea acima dos níveis requeridos pela indústria. Além disso, apesar de se perceber a elevação da recuperação para valores superiores a 60 %, alguns experimentos resultaram em teores abaixo de 33 %, evidenciando a forte influência do tamanho de partícula na flotação.

Os resultados mostram que para as condições estudadas, a fração +325 # é viável para a flotação da apatita, pois satisfaz os requerimentos industriais. Os testes 10, 13 e 14 forneceram os melhores resultados de flotação com valores de teor e recuperação de forma simultânea dentro das especificações da indústria. Analisando as respostas individualmente o melhor resultado de teor foi alcançado no teste 09 (36,93 %) e a recuperação mais alta foi atingida no experimento 26 (72,53 %). Entretanto, nestes ensaios 09 e 26, respectivamente, a recuperação e o teor, foram inferiores ao que se deseja.

Os resultados prévios obtidos na fração +65 # (Tabela 4.14) mostram que a recuperação é sempre muito baixa na faixa de tamanho com as maiores partículas.

Tabela 4.14 – Resultados dos testes preliminares para a fração +65 #.

Teste	Coletor (g/t)	Depressor (g/t)	- 48 # + 65 #	
			P ₂ O ₅ (%)	
			Teor	Recuperação
17	280	100	37,58	9,49
18	360	100	35,59	17,52
19	280	200	38,36	4,29
20	360	200	38,38	11,81

Analizando ao mesmo tempo os resultados das frações +100 # e +325 #, verifica-se que as condições de dosagem que melhoram a recuperação na faixa grossa (maior quantidade de coletor) deterioram o teor na faixa fina. Por outro lado, as condições com resultados mais satisfatórios na fração +325 # (menor dosagem de coletor), levam a pobres recuperações na malha +100 #. Isto mostra que há uma grande sensibilidade nas respostas, para distintas dimensões de partículas, com mudanças nas quantidades dos reagentes.

Deste modo, definiu-se como níveis de dosagem de coletor, para os ensaios realizados com todas as frações granulométricas disponíveis, os níveis extremos utilizados nos testes preliminares, ou seja, 120 e 360 g/t. Desta forma, em testes com frações mais grossas poderia se obter razoáveis recuperações com a alta dosagem (360 g/t), enquanto que a baixa quantidade (120 g/t) permitiria que o teor nas frações intermediárias e mais finas não fosse muito comprometido. Para o depressor também decidiu-se por uma dosagem baixa (100 g/t) e outra alta (300 g/t). Não optou-se por uma dosagem intermediária entre as utilizadas nos testes preliminares porque nas frações mais finas, o teor talvez fosse muito afetado por uma depressão insuficiente e também porque deste modo, são analisadas condições mais extremas.

4.2.2 - Análise do Efeito do Tamanho de Partícula e da Dosagem dos Reagentes Para Todas as Frações Estudadas

A Tabela 4.15 apresenta os resultados dos testes de flotação em termos dos teores e das recuperações de P₂O₅, bem como das razões de seletividade da apatita em relação aos

principais minerais de ganga encontrados nos concentrados para os diversos níveis das variáveis estudadas e para as diferentes faixas de tamanho avaliadas.

Tabela 4.15 - Efeito do tamanho de partícula e da dosagem dos reagentes.

Malha (#)	Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	P ₂ O ₅ (%)		Razão de Seletividade	
				Teor	Recuperação	P ₂ O ₅ /Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅ /SiO ₂
+ 65	29	120	100	39,09	3,93	21,48	33,13
	30	360	100	35,59	17,52	16,95	8,66
	31	120	300	-	-	-	-
	32	360	300	37,78	4,75	49,06	20,20
+ 100	33	120	100	38,30	25,80	18,77	22,14
	34	360	100	35,02	46,31	10,52	10,55
	35	120	300	39,75	14,49	34,87	29,39
	36	360	300	36,12	38,30	14,05	13,13
+150	37	120	100	36,57	48,31	10,36	17,25
	38	360	100	35,32	58,13	8,55	12,71
	39	120	300	37,84	23,93	24,89	19,61
	40	360	300	35,23	48,26	12,40	20,97
+ 200	41	120	100	36,56	55,77	10,42	15,11
	42	360	100	34,97	64,93	8,66	12,86
	43	120	300	36,99	33,03	15,74	24,50
	44	360	300	35,66	56,73	11,01	15,57
+ 325	45	120	100	33,79	69,50	6,84	9,88
	46	360	100	30,45	76,74	4,24	4,21
	47	120	300	34,98	58,51	8,17	7,79
	48	360	300	31,93	72,53	6,35	4,88
+ 400	49	120	100	32,81	73,47	5,92	8,54
	50	360	100	29,15	80,06	3,23	4,32
	51	120	300	36,30	58,87	10,46	15,99
	52	360	300	33,15	73,02	7,59	5,16
- 400	53	120	100	24,79	77,87	1,22	7,89
	54	360	100	22,47	93,64	0,88	3,31
	55	120	300	25,92	79,58	1,43	8,97
	56	360	300	22,94	93,30	0,93	4,19

No teste 31 não foi possível determinar os valores de teor e recuperação porque a massa de flotado obtida (0,39 g) foi menor que a quantidade mínima necessária para a análise de determinação da composição química. Sendo assim, pode-se afirmar que o experimento resultou em uma recuperação insignificante.

Observa-se que os concentrados analisados possuem teores que variam de 22,47 a 39,75 % de P_2O_5 e recuperações de fósforo na faixa de 3,93 a 93,64 %. Para vários ensaios realizados os critérios de qualidade estabelecidos pela indústria como economicamente viáveis foram alcançados, ou seja, recuperação e teor acima de 60 e 33 %, respectivamente. As razões de seletividade entre a apatita e os principais contaminantes foram bastante influenciados pelo tamanho das partículas. Uma alta razão de seletividade indica uma melhor qualidade na separação. Os resultados obtidos de seletividade, também apresentam uma grande variação, com valores na faixa de 0,88 a 49,06 para Fe_2O_3 e na faixa de 3,31 a 33,13 para SiO_2 .

Nas frações mais grossas (+65 #, +100 # e +150 #) o teor de P_2O_5 foi em todos os testes maior que o mínimo requerido, porém todos os resultados de recuperação foram insatisfatórios. Na fração mais grossa (+65 #) no teste 29 foi alcançado o pior resultado de recuperação de P_2O_5 (3,93 %) e na fração +100 # foi obtido o valor mais alto de teor, 39,75 % (teste 35). Partículas maiores também conduziram a separações mais seletivas, sendo que na fração +65 # foi atingida a maior razão de seletividade para a o mineral de ganga de ferro (49,06) no experimento 32 e também para o quartzo (33,13) no ensaio 29.

Na fração de tamanho de partículas mais fina (-400 #) nenhum valor de teor obtido alcançou 33 %, entretanto a recuperação foi sempre superior a 77 %. Nesta fração, com o teste 54 foi obtida a máxima recuperação de P_2O_5 (93,47 %), todavia, o mesmo experimento conduziu ao mínimo teor de apatita (22,47 %), mostrando que as condições que maximizam uma resposta conduzem aos piores resultados da outra. TRAHAR (1981) mostrou que uma maior recuperação em frações finas é alcançada as custas de uma substancial queda no teor do concentrado (Figura 2.12). Além disso, apesar da grande maioria da literatura relatar que existe uma dificuldade de se recuperar finos (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981; SIVAMOHAM, 1990), PEASE *et al.* (2006) afirmam que a melhor recuperação por flotação está nos finos.

O baixo teor de apatita na fração mais fina pode ser devido ao arraste de ganga pelo fenômeno de *entrainment* (FUERSTENAU, 1980; NGUYEN, 2003) e pela diminuição na seletividade da adsorção do coletor, causando a flotação de minerais indesejáveis nestas faixas de tamanho e, diminuindo assim, o teor de P_2O_5 (FUERSTENAU, 1980). Este efeito

é comprovado pelas baixas razões de seletividade nesta fração granulométrica. Além disso, o teor inicial de P_2O_5 das faixas finas era inferior ao teor inicial das faixas mais grossas.

Através das Figuras 4.7 e 4.8 é possível visualizar os efeitos do tamanho de partícula e da dosagem dos reagentes no teor e na recuperação, respectivamente.

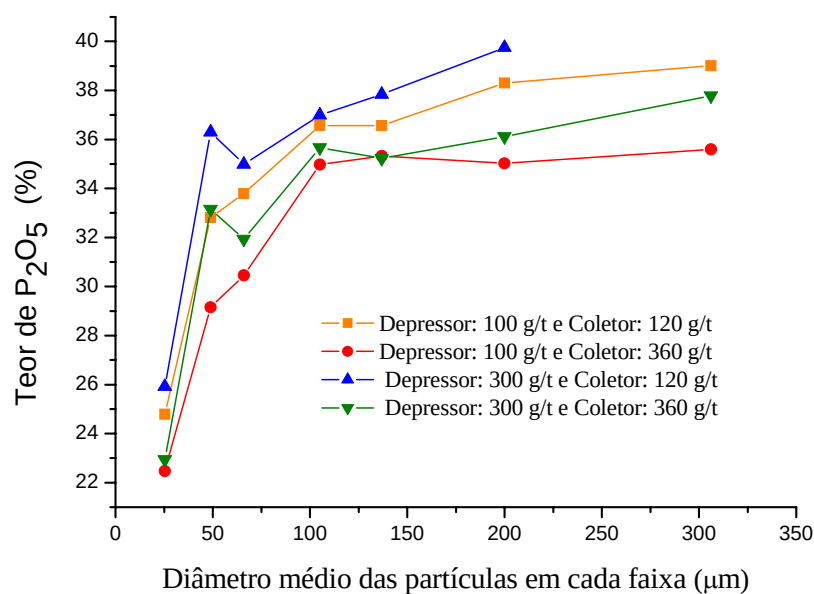


Figura 4.7 - Influência do tamanho de partícula e da dosagem de reagentes no teor de P_2O_5 .

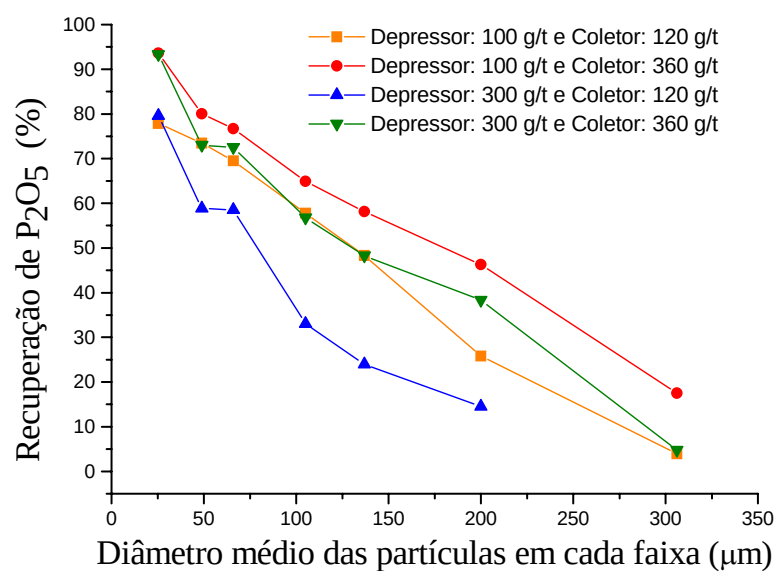


Figura 4.8 - Influência do tamanho de partícula e da dosagem de reagentes na recuperação de P_2O_5 .

Para todas as condições estudadas, ocorreu uma tendência de aumento no teor de P_2O_5 com o incremento da dosagem de depressor, entretanto ocorre uma concomitante diminuição da recuperação. Já a elevação da dosagem de coletor teve uma tendência oposta a esta, ou seja, resultou em um aumento da recuperação e em uma redução no teor de P_2O_5 .

Os testes feitos, simultaneamente, com a menor dosagem de depressor e a maior dosagem de coletor, independentemente do tamanho de partícula, resultaram nos melhores valores para recuperação e nos piores para o teor de P_2O_5 , quando comparados às outras combinações de dosagens. Isto ocorre porque a quantidade de depressor é insuficiente para promover uma coleta mais seletiva da apatita. Além disso, uma maior quantidade de coletor facilita o arraste e a flotação de partículas indesejáveis (QUEIROZ, 2003).

Os experimentos que foram realizados, simultaneamente, com a máxima dosagem de depressor e a mínima dosagem de coletor, independentemente do tamanho de partícula, apresentaram os menores valores para a recuperação e os maiores para o teor de P_2O_5 , quando comparados com as demais dosagens. Neste caso, uma maior quantidade de depressor promove uma intensa inibição da flotação das partículas presentes, prejudicando também a recuperação da apatita, intensificada pela baixa dosagem de coletor na polpa.

Portanto, as condições de dosagens de reagentes que maximizam a recuperação são as mesmas que promovem os menores teores e aquelas que conduzem aos valores mais altos de teor resultam nas menores recuperações.

É possível observar também pela Figura 4.8, que os experimentos realizados ao mesmo tempo com os níveis superiores ou inferiores das duas variáveis, ou seja, testes realizados ao mesmo tempo na condição de 120 g/t de coletor e 100 g/t de depressor e ensaios realizados com dosagens de 360 g/t de coletor e 300 g/t de depressor, apresentaram resultados semelhantes de recuperação. Este comportamento mostra a possibilidade de uma minimização no consumo de reagentes em frações nas quais uma baixa quantidade de coletor seja suficiente para se obter boas recuperações, sem a necessidade de altas dosagens de depressor para manter um teor requerido, reduzindo assim custos.

Do mesmo modo que no efeito dos reagentes, verifica-se um comportamento adverso entre o teor e a recuperação com a variação do tamanho de partícula, ou seja, quando se aumentou a dimensão da partícula, o teor de P_2O_5 tendeu a aumentar, mas a recuperação diminuiu.

O teor maior obtido nas frações mais grossas pode ser devido ao menor arraste de contaminantes pelo fenômeno de *entrainment*, por uma adsorção mais seletiva do coletor e pelo fato destas partículas já apresentarem um teor inicial mais elevado.

A recuperação da flotação diminui mais rapidamente acima de uma faixa intermediária de tamanho de partícula. Isto pode ter ocorrido devido à habilidade decrescente das bolhas ascenderem com partículas mais grossas (CHATTERJEE, 1998) e também como resultado de uma liberação física incorreta do mineral desejado (PEASE *et al.*, 2006). Além disso, nestas faixas de tamanho embora a probabilidade de colisão entre partículas e bolhas seja alta e maior, a eficiência de adesão é baixa e menor (DOBBY e FINCH, 1987). Isto acontece porque partículas grandes, por serem menos hidrofóbicas (ou necessitem de maior cobertura hidrofóbica), apresentam um maior tempo de indução, pois a camada hidratada residual que separa a interface partícula/bolha é mais grossa e difícil de romper. As partículas maiores também contribuem para reduzir a eficiência de anexação, devido a maior velocidade de deslizamento destas partículas grandes sobre as bolhas, resultando, por consequência, em um menor tempo de contato. Como para a adesão acontecer é necessário que o tempo de contato seja maior que o tempo de indução, neste caso a anexação pode não ocorrer.

As partículas mais grossas, para que pudessem ser recuperadas de forma mais eficiente, necessitaram significativamente de uma maior dosagem de coletor para promover uma maior cobertura hidrofóbica, favorecendo assim, uma melhor estabilidade no agregado partícula/bolha (BRAVO *et al.*, 2005), além de aumentar a eficiência de anexação. Por exemplo, o teste 37 da fração +150 # com uma dosagem de coletor de 120 g/t apresenta uma recuperação de 48,31 %, enquanto que nesta mesma dosagem de coletor o teste 33 na fração +100 # (mais grossa em relação a +150 #) resulta em uma recuperação de apenas 25,80 %, sendo necessário aumentar a dosagem para 360 g/t nesta última faixa (teste 34) para se atingir uma recuperação de 46,31 %, próxima ao resultado obtido no ensaio 37.

O grau de hidrofobicidade necessário para a flotação de uma partícula depende de seu tamanho (TRAHAR, 1981). Nas faixas de tamanho maiores, observa-se que uma redução da dosagem de coletor de 360 para 120 g/t reduz mais consideravelmente a recuperação da apatita, em uma proporção maior em relação a faixas intermediárias e finas. Isto pode ser verificado comparando, por exemplo, os testes 29 e 30 ou 33 e 34 em relação

aos 45 e 46 ou 49 e 50. Esta maior redução da recuperação com a variação do coletor nas frações mais grossas em relação as intermediárias e finas ocorre pelo fato de materiais grossos necessitarem de uma maior cobertura hidrofóbica para flatarem que os finos. Este comportamento pode ser verificado nos trabalhos de SHANNON e TRAHAR (1986) e KLIMPEL (1995) *apud* BAZIN e PROULX (2001) mostrados na Figura 2.9 e está em acordo com a interação tripla entre hidrofobicidade, tamanho de partícula e flotabilidade sugerida por TRAHAR (1981), apresentada na Figura 2.8.

Foi visualizado durante os experimentos que as bolhas na zona de espuma na flotação de partículas grossas eram maiores e instáveis. Em geral, nesta faixa de tamanho a camada ou altura de espuma era pequena. O tamanho da camada de espuma que chegava ao nível de transbordo era sempre inferior ao inicial, mostrando os efeitos desestabilizados e de destruição do agregado partícula/bolha, causado pelo tamanho de partícula e por uma cobertura hidrofóbica insuficiente. Segundo FENG e ALDRICH (1999), partículas de tamanho intermediário produzem bolhas menores e estáveis e conseqüentemente uma flotação mais eficiente.

A literatura relata que embora na flotação de partículas mais grossas a probabilidade de colisão provavelmente se aproxime de 1 (DRZYMALA, 1998), a recuperação é menor principalmente porque a força de atração exercida pelo coletor na formação do agregado partícula/bolha não é forte o suficiente para evitar a desestabilização do agregado e conseqüentemente a ruptura e separação entre a partícula e a bolha. Este efeito desestabilizador e a posterior quebra do agregado podem ser causados pelo peso da partícula e pelo fluxo turbulento no sistema (NGUYEN, 2003).

Com a tendência de redução do teor com a diminuição do tamanho de partícula esperava-se que a fração +400 #, de uma forma geral, apresentasse uma menor porcentagem de apatita em relação a faixa +325 #. Isto nem sempre ocorreu talvez porque o teor inicial de P_2O_5 na fração +400 # é maior que aquele encontrado na malha +325 #. Já a grande deterioração do teor na fração -400 # pode ser explicado pelo *entrainment* (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981; FENG e ALDRICH, 1999; GEOGE *et al.*, 2004; PEASE *et al.*, 2006), pela baixa velocidade de deslizamento sobre a bolha (o que resulta em adesão de indesejáveis, pois, mesmo que a ganga fina tenha menor hidrofobicidade que o mineral de interesse fino, ela também tem tempo para romper a hidratação e aderir), pela

adsorção não seletiva do coletor (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981). Também contribui para o baixo teor o menor teor inicial em relação às demais frações.

Não foi verificado o comportamento característico reportado na literatura de uma pobre recuperação das partículas mais finas (PEASE *et al.*, 2006, Figura 2.7), uma vez que todos os valores obtidos foram altos nestas faixas. Inclusive a faixa de menor diâmetro médio apresentou recuperações acima de 90%, embora as custas de um teor bastante deteriorado (TRAHAR, 1981). Cabe ressaltar ainda, que esta tendência é normalmente relatada em trabalhos desenvolvidos em células mecânicas convencionais e que o equipamento utilizado neste trabalho, a coluna de flotação, é sugerido por alguns autores (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981; SIVAMOHAM, 1990) como um dos métodos para se melhorar a recuperação de finos. Além disso, muitos trabalhos relatam que dependendo do mineral, os problemas na recuperação de partículas finas ocorre para faixas de tamanho abaixo de 20 e até 10 μm , granulometria inferior a analisada neste trabalho. YEKELER e SÖNMEZ (1996) também utilizando coluna e em frações granulométricas semelhantes (180-125 μm ; 125-90 μm ; 90-38 μm ; <38 μm), porém flotando talco, também alcançaram as maiores recuperações nas faixas mais finas estudadas.

A literatura relata que normalmente, em um sistema de flotação, uma pequena recuperação e/ou o teor é alcançada para materiais muito finos, devido a fatores como o tipo de equipamento, composição da superfície (nível incorreto de liberação física do mineral), aumento no número de partículas por unidade de massa resultando em área superficial alta, área superficial mais reativa, baixa probabilidade de colisão, alta eficiência de anexação destas partículas (o grande tempo de contato aumenta a chance da ganga também aderir), adsorção não seletiva do coletor, maior propensão ao *entrainment*, elevada dissolução, revestimento pelos finos, tipo de coletor, pequena quantidade de movimento, aumento da oxidação da superfície (associado a minerais de sulfetos), aumento em forças viscosas e eletrostáticas (FUERSTENAU, 1980; TRAHAR, 1981; CHATTERJEE, 1998; FENG e ALDRICH, 1999; PEASE *et al.*, 2006).

As Figuras 4.9 e 4.10 mostram as razões de seletividade da apatita em relação ao ferro e ao quartzo, respectivamente, em função da dimensão da partícula nas diferentes quantidades de reagentes utilizadas. A seletividade do processo afeta diretamente a qualidade do produto flotado. Uma baixa seletividade resulta em um concentrado com teor

insatisfatório enquanto que uma alta seletividade conduz a um concentrado rico do mineral de valor. Cabe lembrar que existem limites para a concentração dos contaminantes, para que o produto seja comercialmente viável. A seletividade também é um bom indicador do grau de dificuldade da separação.

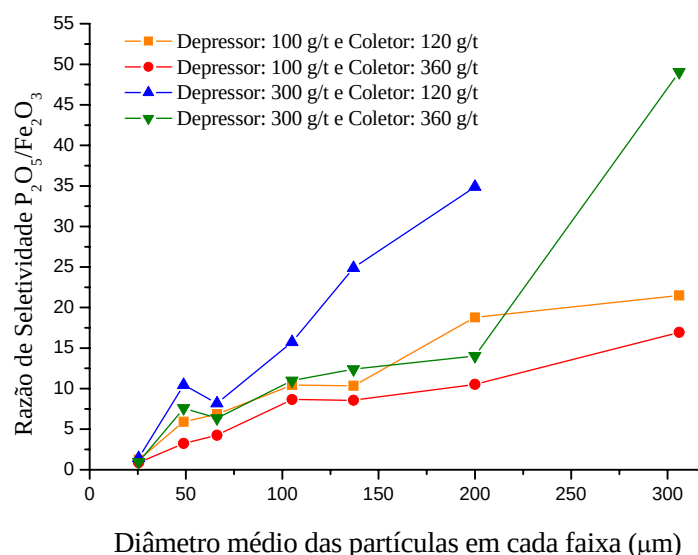


Figura 4.9 - Influência do tamanho de partícula e da dosagem de reagentes na razão de seletividade de P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 .

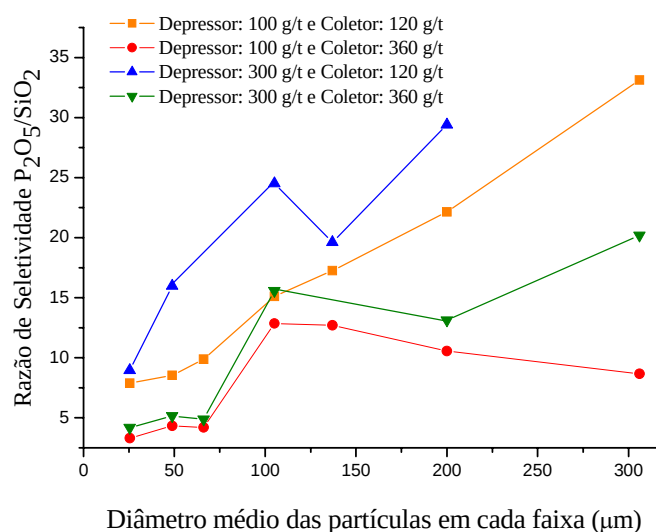


Figura 4.10 - Influência do tamanho de partícula e da dosagem de reagentes na razão de seletividade de P_2O_5 em relação a SiO_2 .

Nota-se que uma maior dosagem de coletor (360 g/t) combinada com uma menor dosagem de depressor (100 g/t) resulta em separações menos seletivas independentemente do tamanho dos minerais. A grande quantidade de coletor resulta em uma maior coleta de ganga, ao mesmo tempo em que a baixa depressão é insuficiente para evitar um arraste indesejado. Por outro lado, uma grande quantidade de depressor associada a um menor nível de coletor leva a uma maior seletividade da separação, como efeito de uma ação mais eficiente do depressor e também porque a pequena quantidade de coletor disponível adsorve preferencialmente a apatita.

A razão de seletividade do mineral desejado em relação aos principais minerais de ganga, aumentou com o incremento no diâmetro da partícula. Observando as Figuras 4.9 e 4.10 percebe-se que para partículas grandes a razão de seletividade é maior e o efeito das diferentes condições de reagentes também, mostrando que partículas grossas apresentam uma adsorção mais seletiva e uma menor eficiência de adesão (principalmente da ganga). Partículas mais finas levaram a menores razões de seletividade.

Para finos, a quantidade de coletor necessária para flotar é pequena (TRAHAR, 1981; BAZIN e PROULX, 2001). O problema é que nesta fração flota-se também mais facilmente a ganga. Nos finos existe uma tendência da adsorção dos reagentes não ser seletiva, havendo assim uma maior facilidade para o coletor arrastar ganga e para o depressor deprimir apatita. Este fato é agravado se o coletor não for naturalmente muito seletivo. A proximidade das curvas (Figuras 4.9 e 4.10) na região de partículas mais finas significa um menor efeito na seletividade com a variação das dosagens dos reagentes, para esta faixa de tamanho de partículas.

Contribui para as diferenças nas razões de seletividade apatita/ferro entre partículas mais finas e mais grossas, o fato de que para a amostra de alimentação nas frações finas o teor de P_2O_5 é menor que o teor de Fe_2O_3 , enquanto que nas frações mais grossas o teor de apatita é maior que o de mineral de ferro. Observa-se também que para a amostra de alimentação da flotação ocorre uma tendência oposta do teor de ambas as espécies com a redução da granulometria, ou seja, o teor de P_2O_5 diminui com a redução de tamanho das partículas, enquanto o teor de Fe_2O_3 aumenta.

O teor inicial de sílica assim como o de apatita e ao contrário do teor de ferro, tende a diminuir com o tamanho de partícula. Deste modo, nas frações mais finas, os teores

mais elevados de ferro após a flotação e conseqüentemente as menores razões de seletividade deste mineral quando comparados aos resultados da sílica, indicam que para partículas mais finas, o P_2O_5 é mais difícil ser separado de Fe_2O_3 que de SiO_2 . Esta dificuldade pode ser mais bem visualizada nos testes 54 e 56 nos quais a ferro foi concentrado e não reduzido. Entretanto os resultados mostram, em geral, uma dificuldade de se separar também o quartzo, pois embora o seu teor inicial tenda a diminuir com a redução do tamanho de partícula, o seu teor nas frações intermediárias e nas mais finas, não é muito reduzido após a concentração do fósforo.

Os resultados apresentados neste trabalho mostraram que as condições ideais para se obter bons resultados de recuperação e teor de P_2O_5 são diferentes para distintas faixas de tamanho. Partículas finas e grossas dificilmente flotarão bem ao mesmo tempo em um equipamento de flotação, pois as condições operacionais não podem ser simultaneamente aperfeiçoadas.

Quando partículas de distintos tamanhos são flotadas ao mesmo tempo, as finas e intermediárias, que têm maior área superficial e necessitam de menor cobertura hidrofóbica para flatarem, provavelmente consomem grande parte do coletor em um pequeno tempo de condicionamento, deixando as partículas grossas insuficientemente cobertas pelo coletor (BAZIN e PROULX, 2001) e conseqüentemente retidas na fase aquosa. Além disso, nestas faixas de tamanho finas ocorre uma maior adsorção não seletiva, e conseqüentemente o consumo de reagente por minerais de ganga diminui mais ainda o reagente disponível e necessário para flotar os grossos.

Quando flotadas separadamente pode-se utilizar nas frações mais finas e intermediárias uma pequena quantidade de coletor, apenas o suficiente para uma flotação satisfatória, conseguindo assim, minimizar o consumo de reagentes (PEASE *et al.*, 2006). Isto foi verificado pelo experimento 45. Por outro lado, também se pode melhorar a recuperação das partículas mais grossas quando flotadas isoladamente, através de condições hidrodinâmicas adequadas, adição de espumante, adição de finos em uma proporção apropriada (KIMPELL, 1989) e através da adição de uma quantidade de coletor mais elevada como ocorrido neste trabalho, podendo ser observado comparando os experimentos 29 e 30, por exemplo.

Assim uma possível solução para o problema da flotação de partículas de diferentes tamanhos é o fracionamento do minério e posterior flotação de forma isolada, em distintas distribuições de tamanhos e em coluna de flotação, como proposto neste trabalho.

A operação de redução de tamanho é uma questão muito importante para a flotação. Uma vez alcançado o nível correto de liberação do mineral e aplicadas as condições que otimizam o processo em cada distribuição de tamanho, pode-se melhorar os resultados na flotação, principalmente quando se considera a recuperação. Entretanto, as operações de redução do tamanho (britagem, moagem) e de classificação (peneiramento, ciclonagem etc) são caras (consumo de energia, meio moedor etc) e por este motivo operações criteriosas de redução de tamanho e de classificação ainda não são práticas padrões na indústria. Sendo assim a seleção do tamanho correto (moagem e classificação) é invariavelmente determinada pelo fator econômico. Segundo PEASE *et al.* (2006), uma moagem com alta eficiência energética e distribuição de tamanho adequada, sendo aplicada só onde a liberação é necessária, auxilia na minimização dos custos do processo de concentração. Deste modo, pode-se reduzir o consumo de reagentes e melhorar a recuperação.

Nesta dissertação, a análise feita até aqui do efeito do tamanho de partícula, mostrou que as condições de granulometria que conduzem às recuperações mais elevadas são as mesmas que causam uma maior deterioração nos teores e resultam em separações menos seletivas e aquelas condições que levam aos maiores teores e seletividades atingem as piores recuperações.

A faixa de tamanho ideal para a flotação varia com as dosagens de reagentes utilizados. Neste trabalho, considerando como satisfatório resultados de recuperação e teor simultaneamente, a flotação só respondeu bem para partículas minerais em uma determinada faixa de tamanho, fora da qual pelo menos uma das respostas foram insatisfatórias. Portanto, visando à otimização simultânea das respostas de interesse, constatou-se, que para as condições operacionais usadas, há uma faixa de tamanho intermediária ideal para a flotação da apatita em coluna. Esta faixa é aquela com partículas com diâmetro de peneira entre 37 e 105 μm (frações +200 #, +325 # e +400 #).

Na faixa de tamanho de partículas entre 37 e 105 μm foram obtidos ao mesmo tempo, valores para o teor e para a recuperação de apatita dentro dos níveis desejados pela

indústria, ou seja, acima de 33 e 60 %, respectivamente. Para esta faixa de tamanho de partículas, verifica-se a necessidade de uma menor quantidade de coletor e de depressor para se obter boas recuperações e teores satisfatórios, o que é interessante, tendo em vista os custos do processo.

4.2.3 - Testes Finais: Análise de Outros Níveis de Dosagens de Reagentes na Faixa Ótima de Granulometria

Após definir qual é a melhor faixa de tamanho, de acordo com as análises anteriores, investigou-se outros níveis de dosagens, buscando ainda alcançar melhores resultados. Para isto, utilizou-se uma fração intermediária dentro da faixa ideal de tamanho, ou seja, a fração +325 #, mantendo-se as demais condições fixadas na Tabela 3.5.

A Tabela 4.16 apresenta os resultados de teor e recuperação de P_2O_5 obtidos nos testes finais com a variação da dosagem de coletor e da dosagem de depressor.

Tabela 4.16 - Influência dos reagentes na faixa ótima de granulometria.

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	- 200 # + 325 #	
			P_2O_5 (%)	
			Teor	Recuperação
64	100	60	29,93	72,10
65	200	60	27,6	75,38
66	100	150	34,24	58,20
67	200	150	31,62	72,26
68	280	200	32,16	70,70
69	320	200	31,64	69,85
70	280	250	32,65	69,45
71	320	250	33,21	71,43
72	50	60	34,29	66,33
73	80	60	31,61	71,40
74	50	100	36,98	61,50
75	80	100	34,96	64,29
76	120	100	33,79	69,50
77	200	100	30,67	66,14
78	120	150	32,89	65,55
79	200	150	31,62	72,26
80	100	250	37,11	62,07
81	200	250	32,55	67,62
82	100	400	34,18	52,79
83	200	400	34,42	65,06

A recuperação alcançada nestes testes foi quase sempre alta e em apenas dois testes não atingiu 60 %. Estes ensaios comprovam os resultados anteriores, mostrando maior facilidade de se obter boas recuperações de apatita em frações intermediárias e mais finas, nas mais diversas combinações de reagentes utilizados. Entretanto, vale ressaltar a necessidade da escolha adequada do par de reagentes visando a não comprometer a obtenção de teores superiores a 33 %.

Vale destacar os experimentos 74, 75, 76 e principalmente o 72, pois estes ensaios mostram que, é possível obter resultados de teor e recuperação de P_2O_5 acima das especificações de mercado, com um consumo de coletor e depressor reduzido. Em acordo com PEASE *et al.* (2006), foi possível minimizar o consumo de reagentes em frações mais finas e mesmo assim obter elevadas recuperações.

Encontrada a faixa ótima de granulometria, também fez-se alguns ensaios para investigar o efeito das vazões de ar e de reciclo, dentro da faixa ótima de tamanho de partícula. Os resultados da influência destas vazões são apresentados no ANEXO II.

4.3 - Análise Estatística Global

Todos os experimentos realizados neste trabalho variando as dosagens dos reagentes e a granulometria foram agrupados com objetivo de realizar uma análise global, conforme apresentado na Tabela 4.17. A análise estatística global permite quantificar os efeitos de cada variável independente nas respostas estudadas, teor e recuperação de P_2O_5 no concentrado e razões de seletividade na separação de P_2O_5 em relação aos principais contaminantes da ganga.

Para a análise global, foi efetuada uma regressão múltipla, obtendo-se os parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos. As variáveis independentes avaliadas foram adimensionalizadas, conforme mostram as Equações 4.1, 4.2 e 4.3 presentes da Tabela 4.18, a qual apresenta também as respectivas faixas experimentais das variáveis. Estas variáveis são: dosagem de coletor (X_1), dosagem de depressor (X_2) e tamanho médio de partícula (X_3).

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

Tabela 4.17 – Resultado global.

X1 Dosagem de Coletor (g/t)	X2 Dosagem de Depressor (g/t)	X3 Tamanho de Partícula (μm)	Respostas			
			Teor de P_2O_5 (%)	Recuperação de P_2O_5 (%)	Razão de Seletividade	
					Fe_2O_3	SiO_2
120	100	306,1	39,09	3,93	21,48	33,13
280	100	306,1	37,58	9,00	20,31	19,37
360	100	306,1	35,59	17,52	16,95	8,66
280	200	306,1	38,36	4,07	22,17	20,96
360	200	306,1	38,38	11,20	20,20	17,29
360	300	306,1	37,78	4,75	49,06	20,20
120	100	200	38,30	25,80	18,77	22,14
280	100	200	35,09	37,01	14,09	10,73
360	100	200	35,02	46,31	10,52	10,55
80	200	200	39,92	10,06	56,23	28,51
120	200	200	39,45	22,80	27,78	22,80
200	200	200	39,14	25,07	26,63	17,79
280	200	200	36,81	27,02	26,67	11,26
360	200	200	34,22	45,13	12,82	9,30
80	300	200	37,88	2,41	50,51	23,82
120	300	200	39,75	14,49	34,87	28,39
200	300	200	38,75	14,24	44,54	22,02
360	300	200	36,12	38,30	14,05	13,13
120	100	136,9	36,57	48,31	10,36	17,25
360	100	136,9	35,32	58,13	8,55	12,71
120	300	136,9	37,84	23,93	24,89	19,61
360	300	136,9	35,23	48,26	12,40	20,97
120	100	105,1	36,56	55,77	10,42	15,11
360	100	105,1	34,97	64,93	8,66	12,86
120	300	105,1	36,99	33,03	15,74	24,50
360	300	105,1	35,66	56,73	11,01	15,57
50	60	66,1	34,29	66,33	5,13	11,87
80	60	66,1	31,61	71,40	3,58	5,99
100	60	66,1	29,93	72,10	2,71	5,44
200	60	66,1	27,6	75,38	2,40	3,57
50	100	66,1	36,98	61,50	7,58	13,02
80	100	66,1	34,96	64,29	6,67	10,47
120	100	66,1	33,79	69,50	6,84	9,88
200	100	66,1	30,67	66,14	5,32	4,34
360	100	66,1	30,45	76,74	4,24	4,21
100	150	66,1	34,24	58,20	8,11	7,16
120	150	66,1	32,89	65,55	6,66	6,51
200	150	66,1	31,62	72,26	5,67	4,73
50	200	66,1	36,93	47,23	11,54	16,64
80	200	66,1	36,51	63,23	7,95	11,66
120	200	66,1	33,46	68,42	6,37	6,28
200	200	66,1	33,51	67,78	6,42	7,63
280	200	66,1	32,16	70,70	6,22	4,12
320	200	66,1	31,64	69,85	5,81	4,81
100	250	66,1	37,11	62,07	8,61	11,08
200	250	66,1	32,55	67,62	6,12	5,61
280	250	66,1	32,65	69,45	7,18	5,63
320	250	66,1	33,21	71,43	7,17	5,29
50	300	66,1	36,80	44,50	11,25	17,28
80	300	66,1	35,57	52,83	9,12	8,83
120	300	66,1	34,98	58,51	8,17	7,79
200	300	66,1	32,46	66,03	7,25	6,07
280	300	66,1	32,27	67,60	7,33	5,19
360	300	66,1	31,93	72,53	6,35	4,88
100	400	66,1	34,18	52,79	8,32	9,34
200	400	66,1	34,42	65,06	7,53	7,25
280	400	66,1	31,43	66,63	6,95	4,41
360	400	66,1	32,58	68,54	7,78	4,68
120	100	48,8	32,81	73,47	5,92	8,54
360	100	48,8	29,15	80,06	3,23	4,32
120	300	48,8	36,30	58,87	10,46	15,99
360	300	48,8	33,15	73,02	7,59	5,16
120	100	25,4	24,79	77,87	1,22	7,89
360	100	25,4	22,47	93,64	0,88	3,31
120	300	25,4	25,92	79,58	1,43	8,97
360	300	25,4	22,94	93,30	0,93	4,19

Tabela 4.18 – Faixa experimental das variáveis estudadas.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Dosagem de coletor (ξ_1)	50 g/t a 360 g/t	$X_1 = \frac{(\xi_1 - 200 \text{ g/t})}{120 \text{ g/t}}$ (4.1)
Dosagem de depressor (ξ_2)	60 g/t a 400 g/t	$X_2 = \frac{(\xi_2 - 200 \text{ g/t})}{120 \text{ g/t}}$ (4.2)
Tamanho de partícula médio (ξ_3)	25,4 μm a 306,1 μm	$X_3 = \frac{(\xi_3 - 130 \mu\text{m})}{100 \mu\text{m}}$ (4.3)

As equações empíricas obtidas por regressão múltipla, para representar a variação do teor e da recuperação de P_2O_5 no concentrado, bem como das razões de seletividade da separação de Fe_2O_3 e SiO_2 em função das variáveis independentes estudadas, são apresentadas nas Equações 4.4, 4.5, 4.6 e 4.7, respectivamente. Os parâmetros relacionados às variáveis isoladas, às interações e aos termos quadráticos são apresentadas na forma matricial como mostrado na sequência das equações.

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

Analisando os resíduos na regressão para o teor pela Figura 4.11 visualiza-se que quatro pontos estão mais afastados, diferindo da distribuição aleatória dos demais. Estes pontos correspondem aos teores resultantes da fração -400 #, comprovando um comportamento diverso da fração mais fina para esta resposta, verificado nos valores de teor e amplamente citado pela literatura. Esta tendência resultante de alguns ensaios é refletida em um quadrado do coeficiente de correlação da regressão baixo com apenas 79 % da variabilidade dos dados de teor de P_2O_5 no flotado sendo explicados pela equação de regressão. Eliminando a fração mais fina fez-se uma nova regressão, obtendo então, uma distribuição residual aleatória e normalmente distribuída.

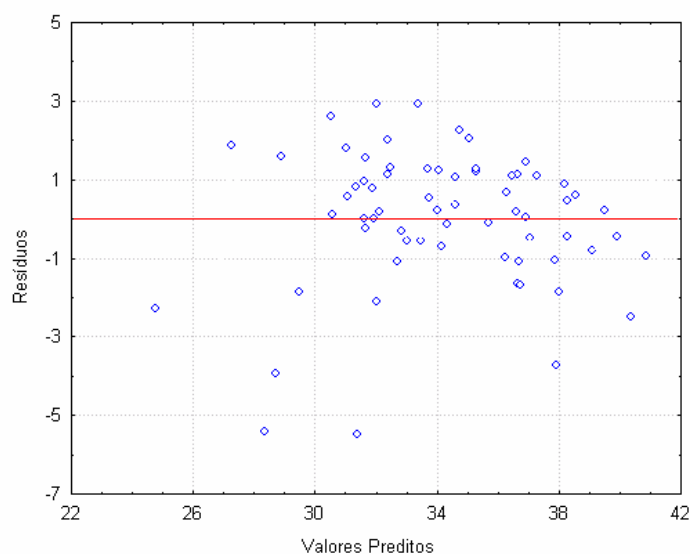


Figura 4.11 – Curva dos valores observados em função dos resíduos para o teor de P_2O_5 .

Após a eliminação de experimentos com tendência, para equação do teor de P_2O_5 no flotado foi encontrado um valor de 0,88 para o quadrado do coeficiente de correlação da regressão. Este valor indica que, 88 % da variabilidade dos dados de teor de P_2O_5 no flotado foram explicados pela Equação 4.4.

Para a regressão relativa à recuperação de P_2O_5 no concentrado, os resíduos também foram aleatórios e normalmente distribuídos. O r^2 encontrado foi de 0,97, indicando que 97 % da variabilidade dos dados de recuperação de P_2O_5 no concentrado foram explicados pela Equação 4.5.

Para as razões de seletividades o quadrado do coeficiente de correlação da regressão foi igual a 0,88 e 0,89 respectivamente, para Fe_2O_3 e SiO_2 , com distribuição dos resíduos aleatória e normal para ambas respostas.

Nas equações a seguir $\hat{y}_1$ é a resposta estimada para o teor, $\hat{y}_2$ é a recuperação, $\hat{y}_3$ é a razão de seletividade para hematita e $\hat{y}_4$ é a razão de seletividade para sílica.

$$\hat{y}_1 = 35,88 + x'b_1 + x'B_1x \quad (4.4)$$

na qual:

$$b_1 = \begin{bmatrix} -1,89 \\ 1,23 \\ 3,74 \end{bmatrix} \quad B_1 = \begin{bmatrix} 1,20 & 0 & 0 \\ 0 & 1,08 & -0,255 \\ 0 & -0,255 & -1,30 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_2 = 47,70 + x'b_2 + x'B_2x \quad (4.5)$$

em que:

$$b_2 = \begin{bmatrix} 9,00 \\ -7,19 \\ -31,89 \end{bmatrix} \quad B_2 = \begin{bmatrix} -1,75 & 1,16 & 1,15 \\ 1,16 & 0 & -1,50 \\ 1,15 & -1,50 & 2,32 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_3 = 15,84 + x'b_3 + x'B_3x \quad (4.6)$$

na qual:

$$b_3 = \begin{bmatrix} -2,78 \\ 4,02 \\ 11,46 \end{bmatrix} \quad B_3 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & -1,17 \\ 0 & -1,21 & 1,45 \\ -1,17 & 1,45 & -1,87 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_4 = 11,67 + x'b_4 + x'B_4x \quad (4.7)$$

em que:

$$b_4 = \begin{bmatrix} -5,45 \\ 1,64 \\ 9,12 \end{bmatrix} \quad B_4 = \begin{bmatrix} 2,79 & 0 & -1,865 \\ 0 & 0 & 0,775 \\ -1,865 & 0,775 & 0 \end{bmatrix}$$

Com relação à análise dos parâmetros das equações de regressão, observa-se que todas as variáveis influenciaram as quatro respostas, sejam através dos parâmetros relacionados às variáveis isoladas, ou às suas interações, ou ainda aos termos quadráticos.

Conforme afirmado anteriormente, esta influência na maioria das vezes atua em sentidos opostos para teor e recuperação, ou seja, as condições que promovem baixas recuperações de P_2O_5 no concentrado são as mesmas que conduzem a elevados teores de fósforo no produto flotado. Esta influência oposta pode ser verificada nos sinais dos parâmetros para cada resposta.

Para facilitar a visualização do efeito das variáveis sobre o teor e a recuperação de apatita no concentrado, e sobre as razões de seletividade da apatita em relação aos principais contaminantes da ganga (Fe_2O_3 e SiO_2) foram feitas algumas superfícies de resposta, as quais são apresentadas nas Figuras de 4.12 a 4.21 e também no ANEXO III. Estas figuras, para cada resposta, foram obtidas a partir das respectivas equações de regressão, mostradas nas Equações de 4.4 a 4.7.

A Figura 4.12 apresenta a superfície de resposta do teor de P_2O_5 no produto flotado em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de 66,1 μm (fração +325 #).

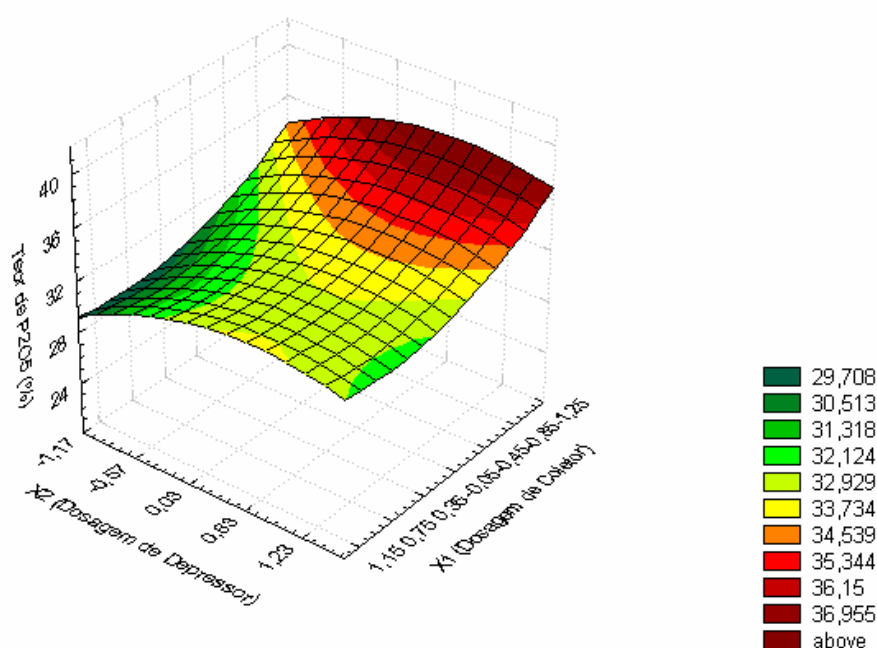


Figura 4.12 - Superfície de resposta do teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de 66,1 μm .

Nota-se na Figura 4.12 que os valores mais elevados do teor de P_2O_5 no produto flotado foram obtidos para níveis mais baixos de dosagem de coletor e em um nível intermediário de depressor.

Na Figura 4.13 observa-se a superfície de resposta do teor de apatita no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

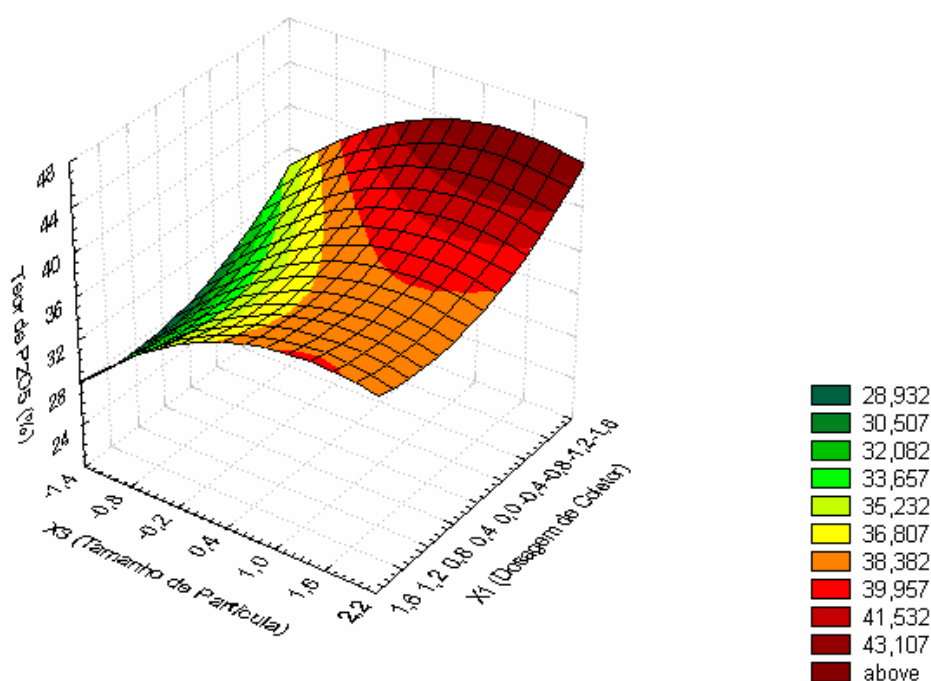


Figura 4.13 - Superfície de resposta do teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

A superfície de resposta da Figura 4.13 mostra que para as frações de partículas intermediárias e mais finas, para qualquer dosagem de coletor, o teor de fósforo é sempre inferior ao alcançado para as frações mais grossas, e que menores quantidades de coletor levam a teores mais elevados. Nos níveis superiores de granulometria o teor é sempre maior que o requerido pela indústria (33 %). Percebe-se ainda que, há uma granulometria, antes

do maior tamanho médio (306,1 μm), para a qual o teor é maximizado. Este máximo teor em frações de partículas antes da maior granulometria, também foi citado ou encontrado nos trabalhos de KING *et al.* (1971) em flotação de fosfato em célula, TRAHAR (1981) para flotação de cassiterita, e FENG e ALDRICH (1999) flotando sulfetos em célula.

Conforme mencionado anteriormente, os maiores teores obtidos para frações mais grossas quando comparados aos atingidos nas mais finas podem ser explicados pela menor ação do fenômeno de *entrainment*, por uma menor dissolução da superfície dos minerais (FUERSTENAU, 1980), e pelos maiores teores iniciais, indicando menor presença de ganga. Também contribui o fato da ganga ter menor eficiência de adesão que o mineral de interesse, principalmente em frações grossas onde esta eficiência, de uma forma geral, é baixa.

A Figura 4.14 exibe a superfície de resposta do teor de fósforo em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

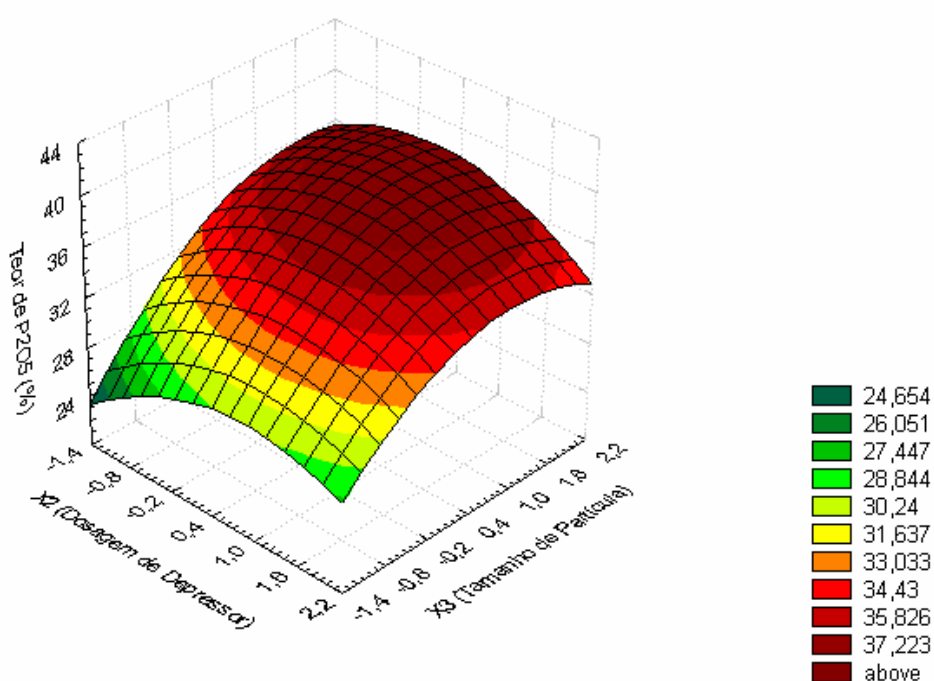


Figura 4.14 - Superfície de resposta do teor de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

Nota-se pela superfície de resposta da Figura 4.14 que níveis intermediários de depressor e próximos do superior para granulometria, maximizam o teor de apatita. O teor máximo para um nível intermediário de depressor ocorre porque um nível baixo não deprime suficientemente a ganga e uma maior depressão inibe também a coleta do fósforo. Visualiza-se também que para partículas grandes, independentemente da quantidade de depressor, o teor é sempre alto.

Em relação à resposta recuperação de P_2O_5 no concentrado, também foram elaboradas superfícies para os mesmos pares de variáveis escolhidos para análise da resposta teor de fósforo no produto flotado.

A Figura 4.15 expõe a recuperação de apatita no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de 66,1 μm .

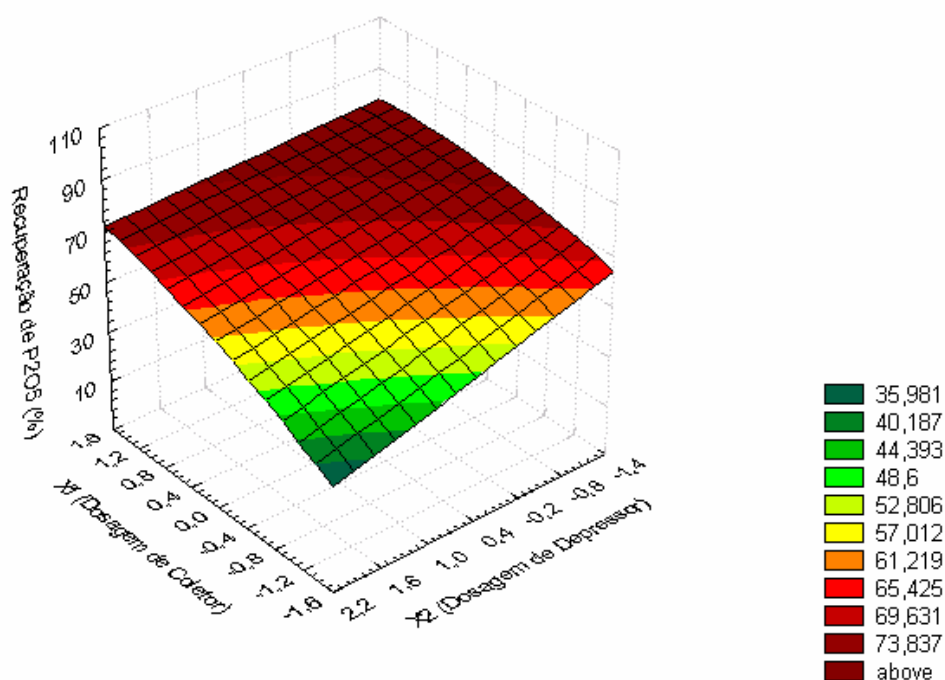


Figura 4.15 - Superfície de resposta da recuperação de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de 66,1 μm .

A superfície de resposta da Figura 4.15 mostra que, conforme já exposto na Figura 4.8, maiores dosagens de coletor combinadas com menores níveis de depressor levaram a recuperações mais elevadas. Observa-se também que para partículas com tamanho médio de 66,1 μm (dentro da faixa ótima) quando se utiliza o maior nível de coletor, independentemente da quantidade de depressor, a recuperação é sempre superior ao especificado pela indústria (em torno de 60 %). Níveis baixos de coletor neste tamanho médio, ainda fornecem recuperações de P_2O_5 acima do desejado, desde que se mantenha um baixo nível de depressão. Por outro lado, baixos níveis de coletor e altas dosagens de depressor conduzem a menores recuperações. O depressor apresenta um maior efeito quando se utiliza pequena quantidade de coletor.

A Figura 4.16 mostra a recuperação de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

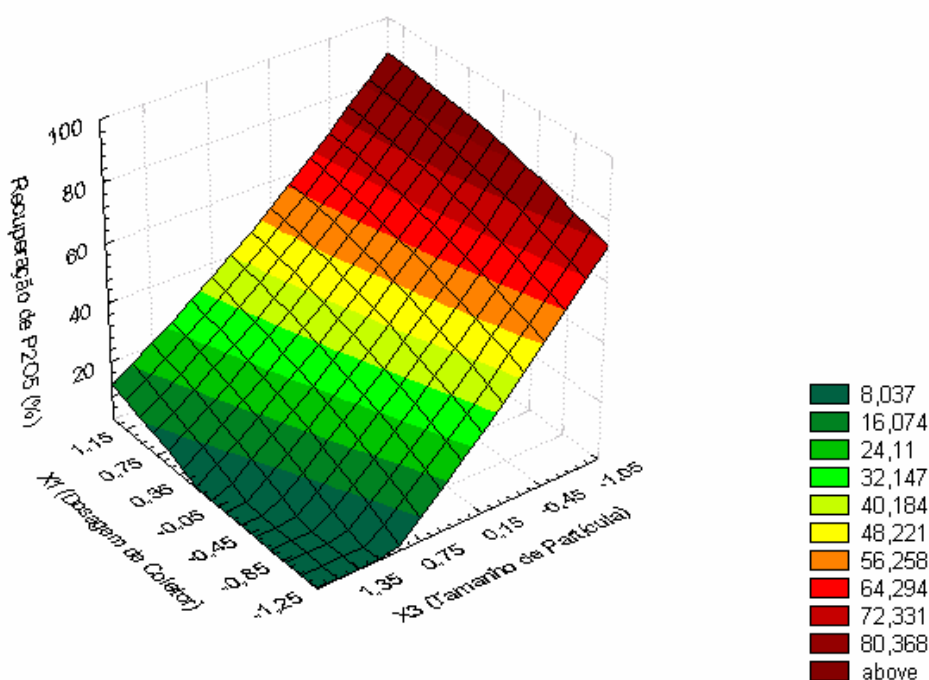


Figura 4.16 - Superfície de resposta de recuperação de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

Na superfície de resposta da Figura 4.16 verifica-se que partículas mais finas conduzem a recuperações elevadas, independentemente da dosagem de coletor. Nota-se também que a flotação das partículas grossas, de uma maneira geral, resulta em baixas recuperações, embora esta resposta possa ser melhorada com o aumento da quantidade de coletor.

Conforme mencionado anteriormente, na literatura são mencionadas várias razões para explicar porque a recuperação diminui para partículas grandes. Por exemplo, pode-se citar, o nível de turbulência no equipamento (melhor associado a agitação na flotação mecânica) (NGUYEN, 2003) e o peso da partícula (BAZIN e PROULX, 2001) que podem desestabilizar o agregado partícula/bolha, a existência das forças de arraste em que está sujeito o agregado bolha/partícula conforme este flui para a zona de espuma (COWBURN *et al.*, 2005), a necessidade de uma maior cobertura hidrofóbica proporcionada pelo coletor (TRAHAR, 1981; BRAVO *et al.*, 2005), grande tempo de indução (DOBBY e FINCH, 1987), resultando em menor eficiência de adesão (DUAN *et al.*, 2003), a rápida drenagem de partículas da espuma para a polpa, e ausência de um espumante adequado (KIMPELL, 1989). Também talvez isto ocorra por motivo de liberação física inadequada na fração mais grossa (PEASE *et al.*, 2006).

A razão de seletividade é importante para quantificar a relação entre o teor da apatita com os principais minerais de ganga, determinando assim o quão seletiva é a separação em relação a estas impurezas.

Na Figura 4.17 é apresentada a superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de 66,1 μm .

Nota-se pela superfície de resposta da Figura 4.17 que, para este tamanho médio de partícula, razão de seletividade do Fe_2O_3 diminui com o incremento no coletor e aumenta até um máximo, a partir do qual começa a diminuir, com o acréscimo de depressor. Assim percebe-se que, menores níveis de coletor associados a níveis intermediários ou altos de depressão, resultam em separações mais seletivas, proporcionando um produto de maior qualidade. Conforme já exposto, isto acontece porque, para uma baixa quantidade de coletor, este reagente adsorve preferencialmente ao P_2O_5 , enquanto que quando a dosagem é mais elevada significa que há uma maior disponibilidade para este reagente adsorver a

superfície de outros minerais como o Fe_2O_3 e um maior arraste destas impurezas acontece. Além disso, uma baixa depressão é insuficiente para evitar o arraste de ferro e grande quantidade de depressor poderá começar a deprimir também a apatita.

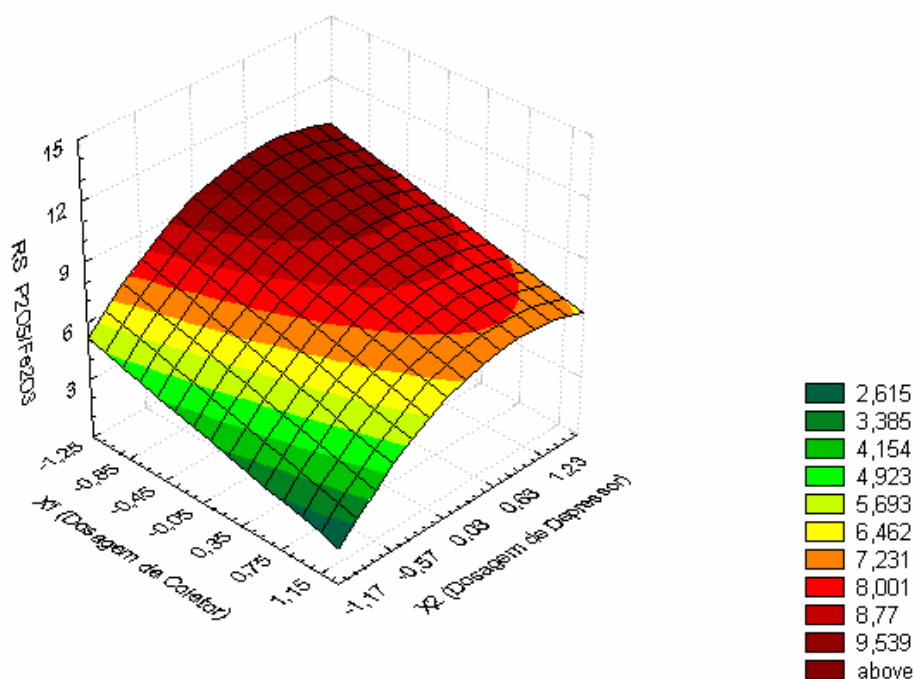


Figura 4.17 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de $66,1 \mu\text{m}$.

A Figura 4.18 exibe a superfície de resposta da razão de seletividade da flotação da apatita em relação ao ferro em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

Verifica-se pela superfície de resposta da Figura 4.18 que à medida que se aumenta a dimensão da partícula, independentemente da dosagem de coletor, a razão de seletividade de Fe_2O_3 aumenta, ressaltando que para menores níveis de coletor este crescimento é mais acentuado. Isto pode ser explicado em parte pelo maior teor inicial de P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 nas frações mais grossas. Já nas frações mais finas inicialmente o teor de ferro é maior que o da apatita o que é refletido em uma maior dificuldade e em uma menor seletividade na separação do Fe_2O_3 em frações de partículas menores.

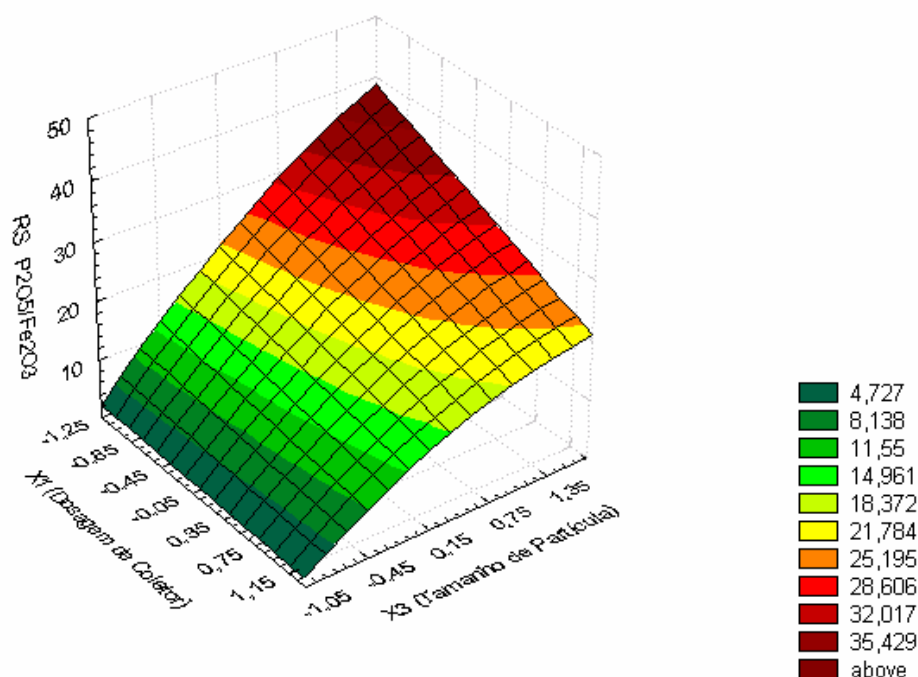


Figura 4.18 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

Outro motivo para uma baixa seletividade em faixas de partículas finas, relatado por FUERSTENAU (1980) e por TRAHAR (1981), é a adsorção não seletiva do coletor nestas faixas de tamanhos, como consequência de uma elevada energia superficial. Isto implica que as propriedades absorvíveis dos minerais, especialmente de ganga, dependem do tamanho de partícula. Comprova-se isto observando na Figura 4.18 que para partículas grossas uma mudança no nível de coletor altera de forma significativa a razão de seletividade, já para partículas mais finas mudanças na dosagem de coletor praticamente não modificam a razão de seletividade. Para partículas grossas a redução da razão de seletividade do Fe_2O_3 com o aumento da quantidade de coletor, como já mencionado, ocorre porque a grande quantidade de coletor significa uma maior disponibilidade deste reagente, que então é mais propenso a adsorver de forma não seletiva na superfície dos minerais de ferro. Nestas frações, pequenas quantidades de coletor adsorvem preferencialmente a superfície da apatita. Também conforme já exposto para tamanhos de partículas pequenas há uma grande eficiência de adesão (DOBBY e FINCH, 1987), inclusive por parte da ganga.

A Figura 4.19 mostra a superfície de resposta da razão de seletividade da separação da apatita em relação ao ferro em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

Percebe-se pela Figura 4.19 que, embora para maiores níveis de depressão aconteça um crescimento mais pronunciado, de uma forma geral, independentemente da quantidade de depressor, a razão de seletividade do Fe_2O_3 aumenta com o acréscimo da granulometria. Com relação ao depressor, ainda que para partículas menores o efeito da variação deste reagente seja pequeno, para partículas maiores visualiza-se uma redução da razão de seletividade com a diminuição da dosagem deste reagente, como consequência de uma quantidade insuficiente para deprimir a ganga de ferro de forma mais seletiva.

A Figura 4.20 apresenta a superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao SiO_2 em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de $66,1 \mu\text{m}$.

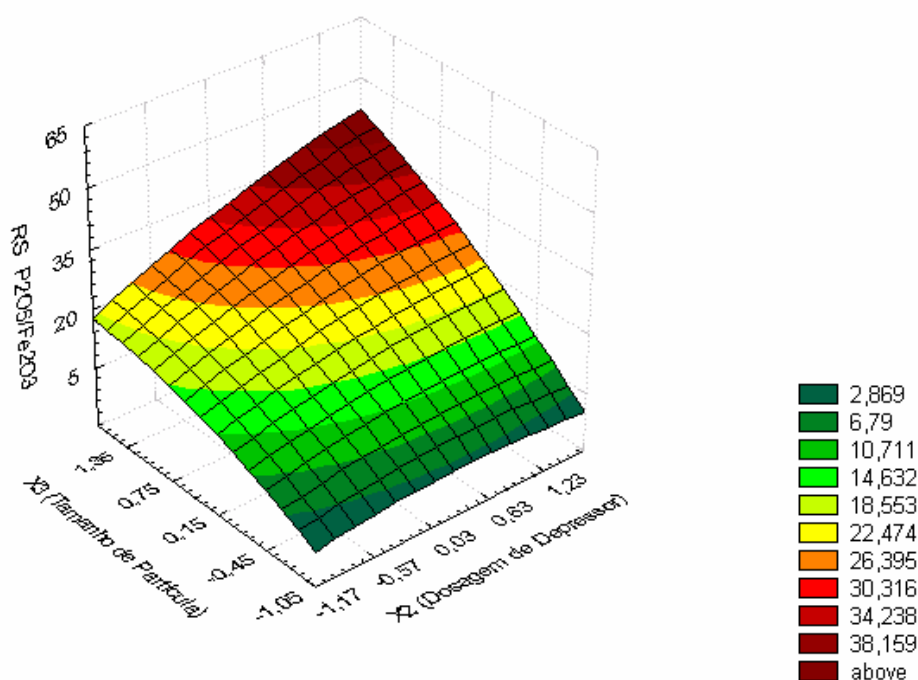


Figura 4.19 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao Fe_2O_3 em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

Observa-se na Figura 4.20 que, dentro da faixa ótima de tamanho de partícula, aumentando a dosagem de coletor, independentemente da dosagem de depressor, a razão de seletividade do SiO_2 diminui até um mínimo, a partir do qual começa a crescer. Menores níveis de coletor, por resultarem em uma menor coleta de quartzo, apresentam uma separação mais seletiva. Para esta granulometria o depressor apresentou pouca influência na razão de seletividade do SiO_2 .

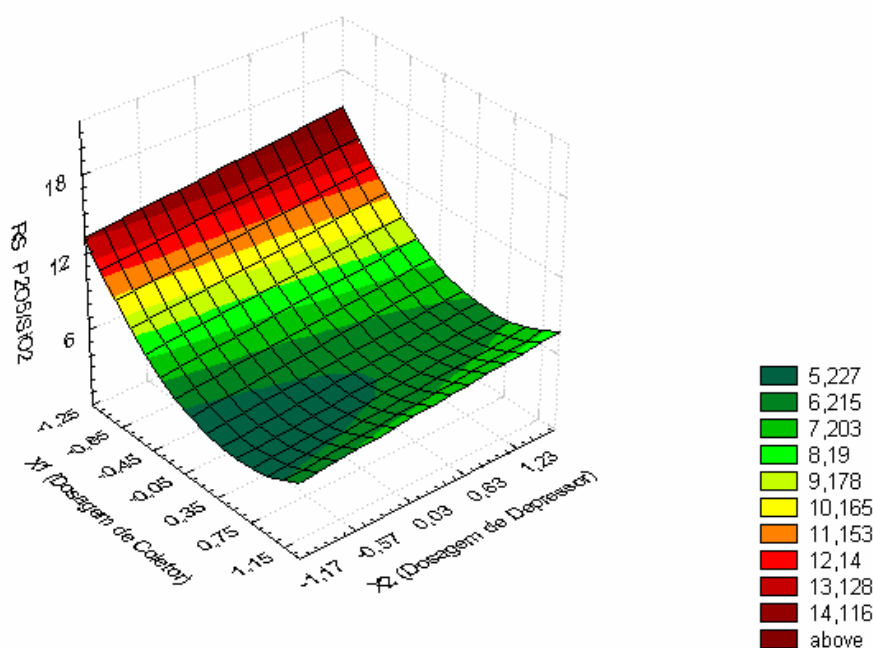


Figura 4.20 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação a SiO_2 em função da dosagem de coletor (X_1) e da dosagem de depressor (X_2) para um tamanho médio de partícula de $66,1 \mu\text{m}$.

Na Figura 4.21 é mostrada a superfície de resposta da razão de seletividade da flotação da apatita em relação ao quartzo em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

Visualiza-se na Figura 4.21, em acordo com a Figura 4.10, que o aumento do diâmetro da partícula leva a um incremento na razão de seletividade do SiO_2 , havendo uma maior influência desta variável para baixos níveis de coletor. Para partículas mais finas o efeito da quantidade de coletor na variação da resposta é pequena, enquanto que para partículas mais grossas o efeito é mais acentuado. Menores dosagens de coletor associadas a partículas grandes conduzem as separações mais seletivas.

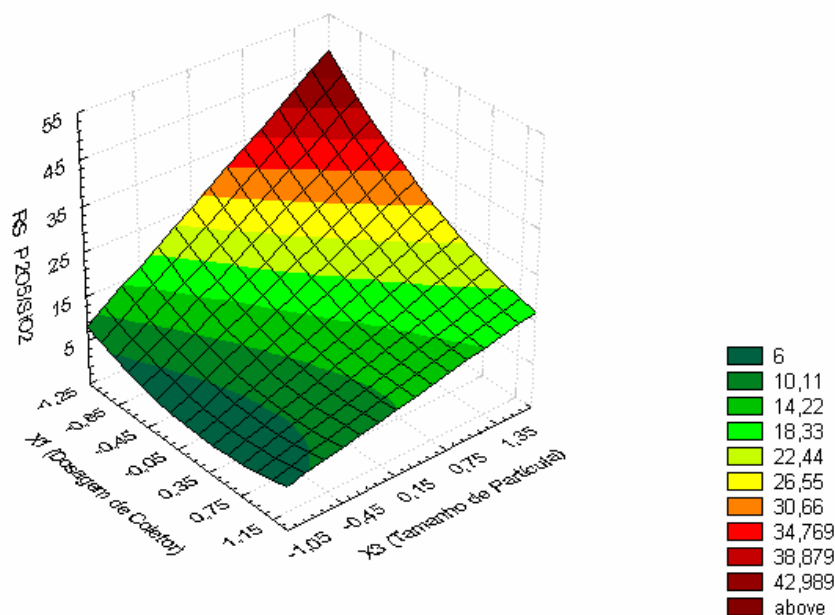


Figura 4.21 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação a SiO_2 em função da dosagem de coletor (X_1) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de depressor no nível central ($X_2=0$).

4.4 - Análise Canônica dos Resultados Globais

Com o objetivo de analisar as superfícies de resposta e determinar quantitativamente as melhores condições das variáveis independentes, foi feita uma análise canônica como mencionado no CAPÍTULO III. Para implementação do algoritmo da análise canônica foi utilizado o *software* MAPLE®.

Na forma quadrática o teor e a recuperação de P_2O_5 foram estimados de acordo com as Equações 4.4 e 4.5. Transformando para a forma canônica, conforme apresentado pela Equação 3.9, primeiramente é necessário calcular as raízes características da matriz B e a resposta estimada no ponto estacionário.

$$\hat{y} = \hat{y}_0 + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 + \dots + \lambda_k w_k^2 \quad (3.9)$$

na qual:

$\hat{y}_0$: resposta estimada na nova origem (no ponto estacionário);

$\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_k$: raízes características da matriz B.

4.4.1 - Análise Canônica para a Recuperação

Para a recuperação de P_2O_5 , calculando as raízes características ($\underline{\lambda}$) da matriz B da Equação 4.5, tem-se:

$$\underline{\lambda} = [-2,89; 0,35; 3,12]$$

Sendo assim, na forma canônica a superfície ajustada para a recuperação de P_2O_5 pode ser colocada conforme a Equação 4.8:

$$\hat{y}_2 = \hat{y}_{2_0} + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 + \dots + \lambda_k w_k^2 = \hat{y}_{2_0} - 2,89w_1^2 + 0,35w_2^2 + 3,12w_3^2 \quad (4.8)$$

Os valores das raízes características mostram que não existe um máximo global para a recuperação de P_2O_5 , pois duas das raízes características deram positivas.

O ponto estacionário (x_0) pode ser dada pela Equação 3.8, apresentada no CAPÍTULO III, ou seja:

$$\underline{x}_0 = -\frac{1}{2} B^{-1} \underline{b} \quad (3.8)$$

Realizando os cálculos para a recuperação de P_2O_5 chega-se a:

$$\underline{x}_0 = \begin{bmatrix} 10,44 \\ 6,19 \\ 5,69 \end{bmatrix}$$

Analizando os resultados do ponto estacionário, nota-se que os valores encontrados para X_{10} (dosagem de coletor), X_{20} (dosagem de depressor) e X_{30} (tamanho de partícula), encontram-se fora da região experimental para as três variáveis. De acordo com a Tabela 4.17 esta região é, [-1,25 a 1,33] para X_1 , [-1,17 a 1,67] para X_2 e [-1,05 a 1,76] para X_3 .

Portanto para a recuperação não foi possível encontrar um ponto ótimo, pois a análise canônica não mostrou um máximo global e o ponto estacionário está fora da região experimental. Para esta resposta a otimização deve ser feita, portanto pela análise das superfícies ajustadas (Equação 4.5 e Figuras 4.15 e 4.16). Neste sentido verificou-se que a

recuperação é aumentada para um nível maior de dosagem de coletor associado a um menor nível de dosagem de depressor e de tamanho de partícula.

4.4.2 – Análise Canônica para o Teor

Para o teor de P_2O_5 , o cálculo das raízes características ($\underline{\lambda}$) da matriz B da Equação 4.4 fornece:

$$\underline{\lambda} = [-1,46; -0,92; 1,2]$$

Observa-se neste resultado que também não existe um máximo global para o teor, pois uma das raízes características foi positiva.

Deste modo, na forma canônica a superfície ajustada para o teor de P_2O_5 é dada pela Equação 4.9:

$$\hat{y}_1 = \hat{y}_{1_0} + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 + \dots + \lambda_k w_k^2 = \hat{y}_{1_0} - 1,46w_1^2 - 0,92w_2^2 + 1,2w_3^2 \quad (4.9)$$

Calculando o ponto estacionário para o teor de P_2O_5 obtém-se:

$$\underline{x}_0 = \begin{bmatrix} 0,79 \\ 0,25 \\ 1,39 \end{bmatrix}$$

Ao contrário do que foi obtido para a resposta recuperação, para o teor todos os valores das variáveis no ponto estacionário encontram-se dentro da região experimental.

Assim calculando a resposta no ponto estacionário e substituindo o resultado de $\hat{y}_{1_0}$ na Equação 4.9 determina-se a equação estimada para o teor P_2O_5 na forma canônica, dada pela Equação 4.10.

$$\text{Teor } P_2O_5 = 38,23 - 1,46w_1^2 - 0,92w_2^2 + 1,2w_3^2 \quad (4.10)$$

Na Equação 4.10 observa-se pelo sinal da raiz característica que o teor de P_2O_5 no concentrado decresce ao movimento na direção de w_1 e w_2 , mas cresce na direção de w_3 sendo este movimento positivo ou negativo.

Como o objetivo do trabalho é maximizar o teor de P_2O_5 no produto concentrado na região dos experimentos realizados, é necessário encontrar valores para w_1 , w_2 , e w_3 que maximizam esta resposta. Encontrado estes valores das variáveis canônicas é possível, como mostrado no CAPÍTULO III, encontrar os valores correspondentes das variáveis originais, ou seja, X_1 (dosagem de coletor), X_2 (dosagem de depressor) e X_3 (tamanho de partícula), que conduzam ao máximo teor de P_2O_5 .

Na Equação 4.10 é possível observar que qualquer movimento em w_1 e w_2 , seja ele positivo ou negativo, promove uma diminuição no teor de P_2O_5 no concentrado. Sendo assim o valor ótimo para estas variáveis na forma canônica seria o valor zero. Já para w_3 , qualquer valor aumenta a recuperação. Sendo assim, neste trabalho será verificado o efeito da variável canônica w_3 , buscando encontrar o valor desta variável que leva ao máximo teor dentro da faixa estudada experimentalmente.

Desta forma, zerando os valores de w_1 , e w_2 e flutuando w_3 em valores positivos e negativos na faixa de 100 a -100 em intervalos de 0,01, observou-se quais valores obtidos para os níveis das variáveis investigadas estavam dentro da faixa experimental. Conforme mencionado esta faixa é: [-1,25 a 1,33] para a dosagem de coletor (X_1), [-1,17 a 1,67] para a dosagem de depressor (X_2) e [-1,05 a 1,76] para o tamanho de partícula (X_3). Feito isto, o maior valor em módulo de w_3 que forneceu valores de X_1 , X_2 e X_3 , dentro das faixas experimentais foi -2,04. Para este w_3 os valores de X (variáveis codificadas) são: $X_1 = -1,25$, $X_2 = 0,25$ e $X_3 = 1,39$. Estes níveis correspondem a uma dosagem de coletor (X_1) igual a 50 g/t, dosagem de depressor (X_2) igual 220 g/t e tamanho de partícula médio (X_3) igual a 269 μm . Estes valores combinados representam as condições que maximizam o teor de P_2O_5 .

Vale ressaltar que este alto nível para a granulometria que maximiza o teor está em acordo com a literatura que relata uma maior seletividade na adsorção dos reagentes e conseqüentemente separações mais seletivas em faixas de tamanhos de partículas grossas. Cabe ainda ressaltar que este ótimo para o teor não leva a uma recuperação adequada.

Sendo assim, as condições que maximizam o teor de P_2O_5 no concentrado são dosagem de coletor de 50 g/t, dosagem de depressor de 220 g/t e tamanho de partícula médio igual a 269 μm . Estas condições associadas levam ao teor ótimo.

CAPÍTULO V

CONCLUSÃO

5.1 – Conclusões

De acordo com os resultados obtidos no estudo sobre a influência do tamanho de partícula no processo de flotação da apatita em coluna, pode-se concluir:

- ❖ Através das técnicas utilizadas na caracterização da amostra de alimentação foi possível: fracionar por tamanho (peneiramento por via úmida) e determinar a distribuição de tamanho de partícula e o diâmetro médio de Sauter de cada fração (difração de raios *laser*); quantificar a composição química das espécies presentes (fluorescência de raios X); encontrar as principais fases mineralógicas presentes (difração de raios X); e obter um melhor detalhamento das fases mineralógicas e a identificação das fases presentes de forma minoritárias, bem como observar o mineral de interesse, a apatita, em associação e com inclusão de minerais de ganga (microscopia eletrônica de varredura e microanálise química).
- ❖ Partículas finas e grossas apresentam sensibilidade diferente em relação a quantidade de reagentes adicionados.
- ❖ As condições de granulometria e de dosagem de reagentes que aumentam a recuperação prejudicam o teor de apatita. Por outro lado, as condições que promovem resultados mais elevados de teor conduzem as piores recuperações de P_2O_5 .
- ❖ As frações +65 #, +100 # e +150 # (mais grossas) não forneceram nenhum resultado desejado de recuperação. Já a fração -400 # não atingiu nenhum valor de teor requerido. Entretanto, após a região de partículas mais finas e antes da região de partículas mais grossas, nas condições utilizadas, vários ensaios resultaram em valores de teor e recuperação de forma simultânea acima do satisfatório, caracterizando as

frações +200 #, +325 # e -400 # como a ideal para a flotação da apatita em coluna. São requeridos teores de P_2O_5 acima de 33 % e recuperações superiores a 60 %.

- ❖ O tamanho ideal de partícula para a flotação da apatita em coluna variou, em diâmetro de peneira, na faixa de 37 a 105 μm , o que corresponde às frações +200 #, +325 # e +400 #.
- ❖ Dentro da faixa ótima de granulometria uma baixa dosagem de reagentes é suficiente para alcançar resultados satisfatórios das duas respostas de forma simultânea, possibilitando assim a minimização do consumo e redução de custos.
- ❖ Considerando teor e recuperação P_2O_5 , ao mesmo tempo, as melhores condições obtidas foram dosagem de coletor de 50 g/t, dosagem de depressor de 60 g/t e tamanho de partícula médio de 66,1 μm (dentro da fração +325 #). Nesta condição de granulometria obteve-se resultado dentro de níveis requeridos das duas respostas com o menor consumo de reagentes.
- ❖ Partículas grossas apresentam separações mais seletivas quando comparado às partículas finas. Para partículas mais finas a sensibilidade da razão de seletividade é menor com a variação dos reagentes.
- ❖ A recuperação de partículas grossas pode ser aumentada incrementando a dosagem de coletor e mantendo baixos níveis de depressor e de granulometria. Todavia, a combinação destas condições reduz o teor.
- ❖ Pela análise canônica verificou-se que as condições que maximizam o teor de P_2O_5 no concentrado são dosagem de coletor de 50 g/t, dosagem de depressor de 220 g/t e tamanho de partícula médio igual a 269 μm (dentro da fração +65 #). Estas condições associadas levam ao teor ótimo. Entretanto, estas condições conduzem a resultados insatisfatórios de recuperação.

5.2 - Sugestões para Trabalhos Futuros

Como trabalho futuro, sugere-se:

- 1) Obter melhores condições dentro da faixa ótima de tamanho de partícula;
- 2) Procurar melhorar a recuperação de partículas grossas, tentando, por exemplo, a utilização de um espumante (a fim de propiciar melhores condições de estabilidade) ou encontrar condições de cobertura hidrofóbica mais adequadas para estas partículas grandes;
- 3) Buscar condições que na fração mais fina leve os resultados a atingir teores mais elevados;
- 4) Estudar o efeito de outras variáveis como vazão de ar e tamanho de bolhas, para diferentes condições de granulometria;
- 5) Procurar minimizar custos com um modelo de análise econômica;
- 6) Fazer testes de simulação da coluna de flotação utilizando a técnica de fluidodinâmica computacional (CFD).

ANEXO I

RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DAS AMOSTRAS DO CONCENTRADO E DO PRODUTO DE FUNDO

Tabela AN1.1 - Teores das espécies químicas em ordem crescente dos experimentos.

Teste Nº	Amostra	DETERMINAÇÕES (%)						
		P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	BaSO ₄
1	Flotado	-	-	-	-	-	-	-
	Prod. Fundo	-	-	-	-	-	-	-
2	Flotado	39,92	52,45	0,71	1,40	0,15	0,01	0,76
	Prod. Fundo	19,19	23,77	11,89	17,42	1,13	0,23	0,18
3	Flotado	-	-	-	-	-	-	-
	Prod. Fundo	-	-	-	-	-	-	-
4	Flotado	37,88	50,78	0,75	1,59	0,06	0,04	0,78
	Prod. Fundo	20,48	25,07	13,53	21,39	0,97	0,31	0,34
5	Flotado	39,45	51,95	1,42	1,73	0,24	0,03	0,78
	Prod. Fundo	18,84	22,85	14,33	17,70	1,22	0,31	0,41
6	Flotado	39,14	50,26	1,47	2,20	0,39	0,35	0,87
	Prod. Fundo	18,63	22,59	13,77	18,46	1,23	0,26	0,26
7	Flotado	39,75	52,08	1,14	1,40	0,10	0,08	0,80
	Prod. Fundo	19,40	25,21	15,46	18,46	0,86	0,20	0,28
8	Flotado	38,75	49,21	0,87	1,76	0,27	0,23	0,81
	Prod. Fundo	18,88	22,74	12,06	16,65	1,12	0,27	0,36
9	Flotado	36,93	48,51	3,20	2,22	0,34	0,07	0,78
	Prod. Fundo	10,09	12,98	27,78	11,08	1,17	0,40	0,03
10	Flotado	36,51	47,77	4,59	3,13	0,29	0,14	0,83
	Prod. Fundo	8,84	9,68	38,74	14,42	1,16	0,53	0,36
11	Flotado	36,80	48,05	3,27	2,13	0,31	0,05	0,76
	Prod. Fundo	10,53	12,97	27,82	10,34	1,19	0,41	0,07
12	Flotado	35,57	46,02	3,90	4,03	0,46	0,22	0,87
	Prod. Fundo	9,35	11,03	29,25	10,68	1,23	0,40	0,13
13	Flotado	33,46	44,76	5,25	5,33	0,37	0,25	0,92
	Prod. Fundo	7,49	8,31	42,98	13,76	1,34	0,55	0,31
14	Flotado	33,51	45,83	5,22	4,39	0,38	0,27	1,03
	Prod. Fundo	7,46	7,27	42,04	12,99	1,16	0,55	0,38
15	Flotado	34,98	45,29	4,28	4,49	0,44	0,23	0,83
	Prod. Fundo	9,54	10,09	35,40	12,01	1,40	0,45	0,12
16	Flotado	32,46	44,68	4,48	5,35	0,44	0,36	0,85
	Prod. Fundo	7,38	7,44	40,86	12,94	1,42	0,57	0,02
17	Flotado	37,58	51,81	1,85	1,94	0,28	0,55	0,59
	Prod. Fundo	17,25	21,90	9,78	29,24	1,17	0,95	0,72
18	Flotado	35,59	50,82	2,10	4,11	0,36	0,92	0,90
	Prod. Fundo	17,27	21,72	10,22	31,11	1,12	0,73	0,67

continua

continuação

19	Flotado	38,36	51,73	1,73	1,83	0,26	0,53	0,21
	Prod. Fundo	18,81	23,49	9,59	25,52	1,20	0,73	0,54
20	Flotado	38,38	51,97	1,90	2,22	0,33	0,77	0,48
	Prod. Fundo	17,69	22,10	10,12	34,73	1,10	0,59	0,36
21	Flotado	35,09	47,09	2,49	3,27	0,22	0,28	1,12
	Prod. Fundo	17,72	20,49	16,19	25,22	1,13	0,21	0,25
22	Flotado	35,02	46,62	3,33	3,32	0,41	0,43	1,26
	Prod. Fundo	15,39	17,76	19,67	23,39	1,07	0,26	0,31
23	Flotado	39,14	50,26	1,47	2,20	0,39	0,35	0,87
	Prod. Fundo	18,63	22,59	13,77	18,46	1,23	0,26	0,26
24	Flotado	36,81	49,98	1,38	3,27	0,36	0,37	1,06
	Prod. Fundo	19,23	23,27	15,95	17,31	1,18	0,35	0,49
25	Flotado	32,27	44,57	4,40	6,22	0,42	0,27	0,90
	Prod. Fundo	7,46	6,89	39,84	12,23	1,53	0,66	0,07
26	Flotado	31,93	45,08	5,03	6,54	0,48	0,38	0,98
	Prod. Fundo	5,98	5,53	39,16	11,79	1,38	0,53	0,17
27	Flotado	31,43	44,86	4,52	7,12	0,43	0,34	0,91
	Prod. Fundo	7,01	6,88	38,39	10,92	1,46	0,54	0,11
28	Flotado	32,58	43,91	4,19	6,96	0,34	0,29	0,88
	Prod. Fundo	7,09	6,83	41,77	11,81	1,19	0,60	0,16
29	Flotado	39,09	52,31	1,82	1,18	0,25	0,08	0,03
	Prod. Fundo	19,09	23,31	9,83	26,85	1,14	0,42	0,40
30	Flotado	35,59	50,82	2,10	4,11	0,36	0,92	0,90
	Prod. Fundo	17,27	21,72	10,22	31,11	1,12	0,73	0,67
31	Flotado	-	-	-	-	-	-	-
	Prod. Fundo	-	-	-	-	-	-	-
32	Flotado	37,78	49,61	0,77	1,87	0,26	0,18	1,12
	Prod. Fundo	18,32	23,13	11,02	32,27	1,17	0,35	0,70
33	Flotado	38,30	51,68	2,04	1,73	0,26	0,32	0,01
	Prod. Fundo	17,44	23,56	14,62	17,00	1,10	0,36	0,32
34	Flotado	35,02	46,62	3,33	3,32	0,41	0,43	1,26
	Prod. Fundo	15,39	17,76	19,67	23,39	1,07	0,26	0,31
35	Flotado	39,75	52,08	1,14	1,40	0,10	0,08	0,80
	Prod. Fundo	19,40	25,21	15,46	18,46	0,86	0,20	0,28
36	Flotado	36,12	47,07	2,57	2,75	0,37	0,59	0,46
	Prod. Fundo	16,82	20,80	15,68	20,91	1,17	0,30	0,13
37	Flotado	36,57	46,68	3,53	2,12	0,44	0,41	1,26
	Prod. Fundo	13,58	15,44	26,98	17,96	1,06	0,40	0,29

continua

continuação

38	Flotado	35,32	46,81	4,13	2,78	0,45	0,44	1,27
	Prod. Fundo	8,70	7,97	35,79	18,14	1,48	0,56	0,14
39	Flotado	37,84	49,87	1,52	1,93	0,34	0,42	0,85
	Prod. Fundo	16,64	20,16	24,69	14,96	0,93	0,39	0,21
40	Flotado	35,23	47,49	2,84	1,68	0,39	0,51	0,49
	Prod. Fundo	13,70	15,26	25,73	15,84	1,19	0,39	0,29
41	Flotado	36,56	48,22	3,51	2,42	0,30	0,56	0,40
	Prod. Fundo	11,40	12,89	31,09	14,89	1,22	0,53	0,08
42	Flotado	34,97	46,05	4,04	2,72	0,38	0,61	0,42
	Prod. Fundo	9,87	10,83	33,90	16,01	1,24	0,48	0,05
43	Flotado	36,99	50,66	2,35	1,51	0,34	0,45	0,26
	Prod. Fundo	14,34	16,86	27,49	13,09	1,11	0,47	0,20
44	Flotado	35,66	47,72	3,24	2,29	0,37	0,59	0,25
	Prod. Fundo	10,20	12,55	33,37	14,42	1,21	0,52	0,03
45	Flotado	33,79	45,94	4,94	3,42	0,37	0,32	0,11
	Prod. Fundo	7,50	7,46	38,61	12,05	1,38	0,60	0,24
46	Flotado	30,45	38,76	7,18	7,24	0,60	0,41	0,12
	Prod. Fundo	6,40	6,56	38,16	11,34	1,06	0,57	0,08
47	Flotado	34,98	45,29	4,28	4,49	0,44	0,23	0,83
	Prod. Fundo	9,54	10,09	35,40	12,01	1,40	0,45	0,12
48	Flotado	31,93	45,08	5,03	6,54	0,48	0,38	0,98
	Prod. Fundo	5,98	5,53	39,16	11,79	1,38	0,53	0,17
49	Flotado	32,81	43,36	5,54	3,84	0,46	0,30	0,09
	Prod. Fundo	7,37	6,95	35,09	14,88	1,58	0,61	0,19
50	Flotado	29,15	36,17	9,02	6,74	0,68	0,38	0,06
	Prod. Fundo	6,05	6,22	38,84	14,92	1,14	0,57	0,12
51	Flotado	36,30	47,90	3,47	2,27	0,33	0,29	0,12
	Prod. Fundo	9,47	10,01	32,56	14,79	1,72	0,61	0,15
52	Flotado	33,15	44,47	4,37	6,42	0,47	0,37	0,17
	Prod. Fundo	7,30	6,45	36,00	13,85	1,82	0,62	0,04
53	Flotado	24,79	36,65	20,40	3,14	0,63	0,34	0,03
	Prod. Fundo	8,67	9,71	33,72	17,64	1,81	1,05	0,09
54	Flotado	22,47	36,77	25,44	6,79	0,84	0,45	0,02
	Prod. Fundo	9,59	10,48	30,93	19,70	2,16	1,54	0,10
55	Flotado	25,92	37,22	18,12	2,89	0,67	0,36	0,01
	Prod. Fundo	8,21	9,09	35,55	16,24	1,71	0,92	0,19
56	Flotado	22,94	36,66	24,70	5,47	0,73	0,36	0,12
	Prod. Fundo	9,10	9,87	34,20	19,42	1,90	1,33	0,12

continua

continuação

57	Flotado	33,54	45,41	5,09	4,56	0,47	0,51	0,91
	Prod. Fundo	7,64	7,66	39,82	14,11	2,01	0,68	0,13
58	Flotado	33,74	45,62	5,03	4,11	0,47	0,48	0,91
	Prod. Fundo	7,52	7,28	41,12	13,41	1,48	0,62	0,05
59	Flotado	33,03	45,06	5,91	4,89	0,51	0,30	0,93
	Prod. Fundo	7,13	7,48	41,35	13,41	1,43	0,61	0,07
60	Flotado	33,79	45,94	4,94	3,42	0,37	0,32	0,11
	Prod. Fundo	7,50	7,46	38,61	12,05	1,38	0,60	0,24
61	Flotado	33,05	45,16	4,83	5,07	0,40	0,42	0,90
	Prod. Fundo	8,54	9,23	38,79	13,59	1,44	0,57	0,08
62	Flotado	31,92	43,39	5,53	4,98	0,48	0,46	0,95
	Prod. Fundo	7,59	7,59	40,37	13,73	1,52	0,65	0,09
63	Flotado	31,54	43,16	6,74	5,09	0,63	0,73	0,92
	Prod. Fundo	7,17	7,12	37,29	13,07	1,31	0,53	0,11
64	Flotado	29,93	35,66	11,05	5,50	0,63	0,40	0,13
	Prod. Fundo	8,29	9,12	40,77	13,72	1,31	0,51	0,06
65	Flotado	27,60	33,31	11,52	7,73	0,74	0,43	0,06
	Prod. Fundo	8,30	7,74	41,11	13,03	1,19	0,52	0,10
66	Flotado	34,24	46,48	4,22	4,78	0,34	0,21	0,79
	Prod. Fundo	8,99	9,52	38,10	12,49	1,39	0,56	0,09
67	Flotado	31,62	43,67	5,58	6,69	0,56	0,32	0,89
	Prod. Fundo	6,54	5,80	40,88	13,05	1,46	0,52	0,08
68	Flotado	32,16	44,38	5,17	7,81	0,47	0,30	0,84
	Prod. Fundo	6,81	6,56	40,49	11,50	1,39	0,49	0,07
69	Flotado	31,64	43,41	5,45	6,58	0,51	0,37	0,87
	Prod. Fundo	7,10	6,84	41,31	13,41	1,45	0,60	0,08
70	Flotado	32,65	44,16	4,55	5,80	0,38	0,32	0,86
	Prod. Fundo	7,16	6,67	40,95	13,64	1,55	0,62	0,06
71	Flotado	33,21	45,19	4,63	6,28	0,44	0,29	0,94
	Prod. Fundo	6,84	6,77	41,86	12,18	1,45	0,60	0,11
72	Flotado	34,29	45,86	6,68	2,89	0,41	0,17	0,92
	Prod. Fundo	8,41	8,42	38,81	15,49	1,33	0,62	0,17
73	Flotado	31,61	41,17	8,83	5,28	0,67	0,31	0,90
	Prod. Fundo	8,12	8,04	40,94	15,74	1,07	0,48	0,10
74	Flotado	36,98	48,17	4,88	2,84	0,32	0,34	0,83
	Prod. Fundo	9,63	9,88	39,27	13,71	1,23	0,57	0,26
75	Flotado	34,96	45,05	5,24	3,34	0,36	0,24	0,89
	Prod. Fundo	8,78	8,42	39,17	13,27	1,21	0,59	0,04

continua

continuação

76	Flotado	33,79	45,94	4,94	3,42	0,37	0,32	0,11
	Prod. Fundo	7,50	7,46	38,61	12,05	1,38	0,60	0,24
77	Flotado	30,67	41,75	5,76	7,06	0,44	0,32	0,94
	Prod. Fundo	8,30	7,82	43,49	12,01	1,23	0,55	0,08
78	Flotado	32,89	44,86	4,94	5,05	0,33	0,28	0,84
	Prod. Fundo	7,72	7,94	40,30	13,69	1,46	0,62	0,13
79	Flotado	31,62	43,67	5,58	6,69	0,56	0,32	0,89
	Prod. Fundo	6,54	5,80	40,88	13,05	1,46	0,52	0,08
80	Flotado	37,11	47,21	4,31	3,35	0,30	0,20	0,81
	Prod. Fundo	9,69	9,60	37,30	13,90	1,24	0,58	0,12
81	Flotado	32,55	43,73	5,32	5,80	0,37	0,30	0,84
	Prod. Fundo	7,06	7,02	42,75	12,53	1,24	0,61	0,20
82	Flotado	34,18	45,06	4,11	3,66	0,25	0,17	0,86
	Prod. Fundo	9,65	10,36	38,98	12,49	1,15	0,57	0,11
83	Flotado	34,42	45,59	4,57	4,75	0,34	0,23	0,84
	Prod. Fundo	8,12	8,39	41,06	12,85	1,16	0,44	0,05

ANEXO II

RESULTADOS DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS OPERACIONAIS NA FRAÇÃO ÓTIMA

Após obter os resultados do Item 4.2.2 foi possível verificar qual a melhor faixa de tamanho de partícula para a flotação da apatita em coluna, bem como o melhor nível de dosagem de coletor e depressor dentre os valores até então estudados. Assim dentro da faixa de tamanho considerada ideal (frações +200 #, +325 # e +400 #), fixou-se a fração intermediária +325 # para fazer alguns testes visando a observar o efeito de outras variáveis operacionais. Também notou-se pelos valores alcançados e pelo consumo de reagentes que nestas frações os resultados mais satisfatórios foram alcançados para dosagens de coletor de 120 g/t e de depressor de 100 g/t, mantendo esses valores para os próximos experimentos. A Tabela AN2.1 mostra os resultados experimentais de teor e recuperação de apatita com a variação da vazão de ar e da vazão de reciclo.

Nas condições estudadas todos os ensaios de flotação resultaram em altas recuperações, sempre acima do mínimo exigido. A variação da recuperação de P_2O_5 entre 60,35 e 69,59 % nas diversas condições de vazões, mostrou pela análise estatística que estas variáveis não são significativas para esta resposta nestas condições, sendo que todos os efeitos apresentaram um nível de significância igual ou maior a 50 %.

Tabela AN2.1 - Influência das vazões de ar e de reciclo.

Teste	Vazão de Ar (L/h)	Vazão de Reciclo (L/min)	P_2O_5 (%)	
			Teor	Recuperação
57	60	0,4	33,54	67,26
58	80	0,4	33,74	68,46
59	60	0,5	33,03	69,59
60	80	0,5	33,79	69,50
61	100	0,5	33,05	60,35
62	100	0,6	31,92	66,47
63	80	0,6	31,54	67,37

O teor de apatita variou de 31,54 a 33,79 %, sendo que a maioria dos resultados foram superiores ao requerido. O maior teor foi aquele obtido no teste 60 (33,79 %). Além disso, este teste apresenta a segunda maior recuperação obtida (69,50 %), indicando que os níveis destas vazões mantidos constantes nos primeiros ensaios eram adequadas.

A equação empírica obtida por regressão múltipla, para representar a variação do teor de P_2O_5 no concentrado em função das vazões de ar e de reciclo, é apresentada na Equação AN2.1. As variáveis codificadas são, X_4 (vazão de reciclo) e X_5 (vazão de ar).

Foram desconsiderados os parâmetros que apresentaram nível de significância maior que 10 %, ou seja, no teste de hipótese com a tabela t de Student foi considerada uma probabilidade máxima de erro de 10 %.

$$\text{Teor } P_2O_5 = 33,79 - 0,96X_5 + 0,46X_4X_5 - 0,75 X_4^2 - 0,96X_5^2 \quad (\text{AN2.1})$$

A superfície de resposta apresentadas na Figura AN2.1 permite visualizar o efeito das vazões de ar e de reciclo sobre o teor de P_2O_5 no produto flotado. Pode-se observar que o teor de P_2O_5 no concentrado assume um valor máximo quando se utilizou uma vazão de ar no nível central (80 L/h). Um alto nível de vazão de reciclo (0,6 L/min) levou a piores resultados de teor.

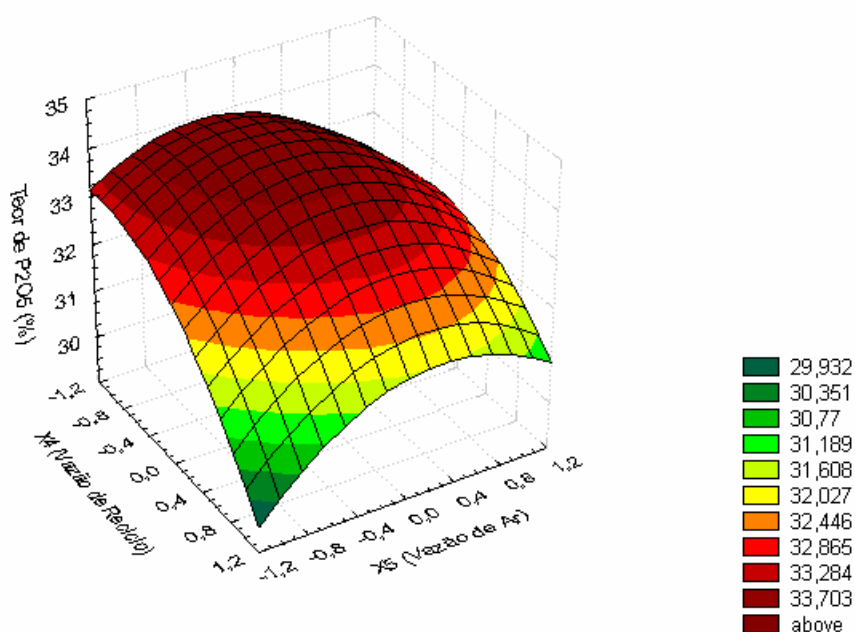


Figura AN2.1 – Superfície de resposta para o teor de P_2O_5 em função vazão de reciclo (X_4) e da vazão ar (X_5).

ANEXO III

**SUPERFÍCIES DE RESPOSTA PARA A RECUPERAÇÃO DE P_2O_5 NO
CONCENTRADO E PARA A RAZÃO DE SELETIVIDADE DA CONCENTRAÇÃO
DO P_2O_5 EM RELAÇÃO AO SiO_2 EM FUNÇÃO DAS VARIÁVEIS
INDEPENDENTES**

A Figura AN3.1 mostra a recuperação de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$). Observa-se que recuperações mais elevadas foram alcançadas para partículas mais finas associadas à pequenas quantidades de depressor.

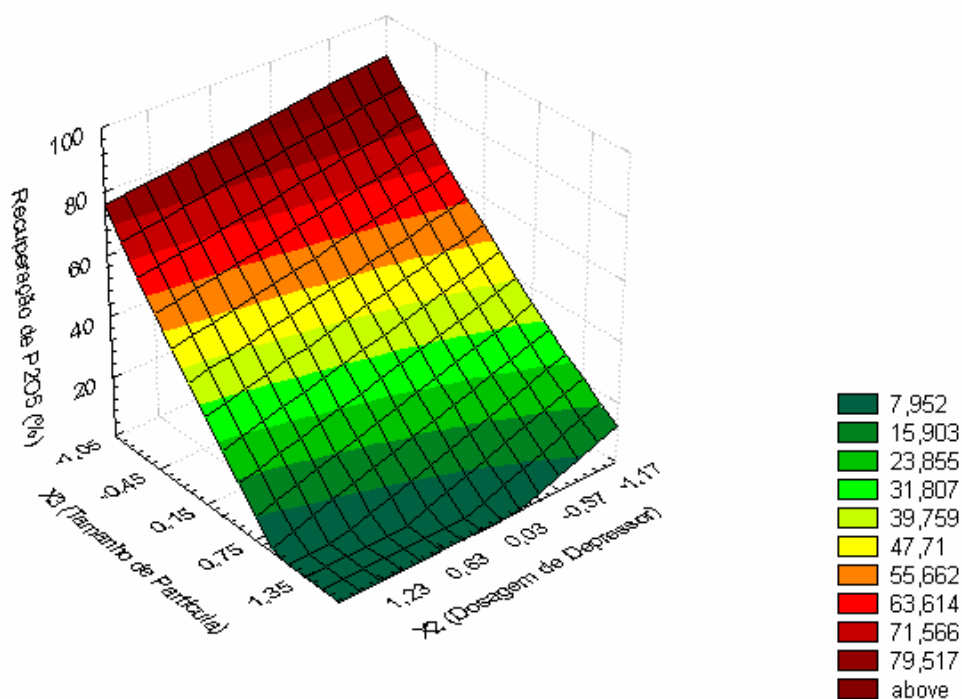


Figura AN3.1 - Superfície de resposta da recuperação de P_2O_5 no concentrado em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

A Figura AN3.2 apresenta a superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao SiO_2 em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$). Visualiza-se que o aumento do diâmetro da partícula leva a um incremento na razão de seletividade do SiO_2 . Para partículas mais finas o efeito da quantidade de depressor na variação da resposta é pequena, enquanto que para partículas mais grossas o efeito é mais acentuado. Maiores dosagens de depressor associadas a partículas mais grossas conduzem as separações mais seletivas.

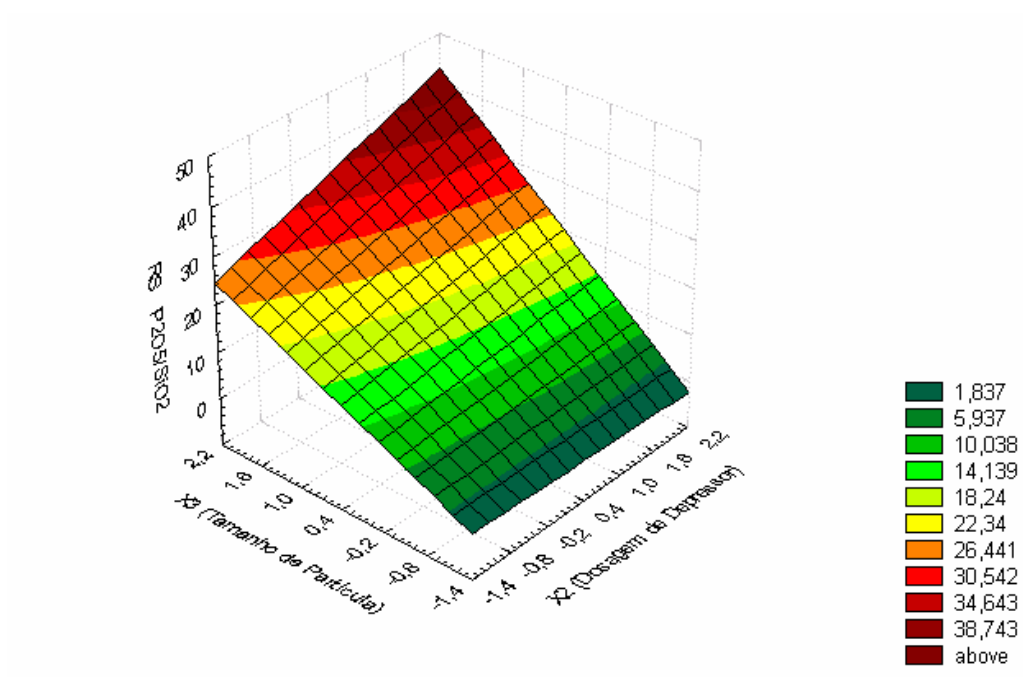


Figura AN3.2 - Superfície de resposta da razão de seletividade da concentração do P_2O_5 em relação ao SiO_2 em função da dosagem de depressor (X_2) e do tamanho de partícula (X_3) para uma dosagem de coletor no nível central ($X_1=0$).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BAZIN, C.; PROULX, P. Distribution of reagents down a flotation bank to improve the recovery of coarse particles, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 61, p. 1-12, 2001.
- BERGH, L.G.; YIANATOS, J.B.; LEÓN, A. Multivariate projection methods applied to flotation columns, *Minerals Engineering*, vol. 18, nº 7, p. 721-723, 2005.
- BOX, M.J.; HUNTEL, W.G; HUNTEL, J.S. Statistics for experimenters. An introduction to design, data analysis, and model building, John Wiley and Sons, New York 1978.
- BOX, G.E.; WILSON, K.B. On the experimental attainment of optimum conditions. J Roy. Statist. Soc. B 13, 1. 1951. Citado em MYERS, R.H.
- BRAVO, S.V.C.; MONTE, M.B.M.; TOREM, M.L.; DUTRA, A.J.B.; TONDO, L.A. The influence of particle size and collector on the flotation of a very low grade auriferous ore, *Minerals Engineering*, vol. 18, p. 459-461, 2005.
- CHATTERJEE, A. Role of particle size in mineral processing at Tata Steel, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 53, p.1-14, 1998.
- CHAVES, A.P.; SALLES, L. de S.L. Flotação, em Tratamento de Minérios, Cap. IX, Ed. Luz, A. B. de et al., Rio de Janeiro, CETEM/CNPq., 1998.
- CHAVES, A.P.; OBA, C.A.I. Crítica ao modelo brasileiro de fertilizantes fosfatados de alta solubilidade, *Série Estudos e Documentos*, 63, CETEM/MCT, 2004.
- CHULA, A.M.D. Caracterização mineralógica do minério fosfático da mina de Tapira-MG, Tese de Doutorado, Belo Horizonte, UFMG, 2004, 336p.
- CLARK, M.E.; BRAKE, I.; HULS, B.J.; SMITH, B.E.; YU, M. Creating value through application of flotation science and technology, *Minerals Engineering*, vol. 19, p. 758-765, 2006.
- COLLINS, G.L.; JAMESON, G.L., Experiments on the flotation of fine particles, the influence of particle size and charge, *Chemical Engineering Science*, vol. 31, p. 985-991, 1976.
- COWBURN, J.; HARBORT, G.; MANLAPIG, E.; POKRAJCIC, Z. Improving the recovery of coarse coal particles in a Jameson cell, *Minerals Engineering*, 2005.
- DEVENTER, J.S.J. van; DYK, W.A. van; LORENZEN, L.; FENG, D. The dynamic behaviour of coarse particles in flotation froths Part I: Model, *Minerals Engineering*, vol. 15, p. 635-645, 2002.
- DNPM, Anuário Mineral Brasileiro 2005 e Sumário Mineral Brasileiro 2006, páginas eletrônicas, <http://www.dnpm.gov.br/>, acessadas em 09/2006.

- DOBBY, G.S., FINCH, J.A. Particle size dependence in flotation derived from a fundamental model of the capture process, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 21, p. 241– 260, 1987.
- DRZYMALA, J. Characterization of materials by Hallimond tube flotation, Part 3. Maximum size of floating and interacting particles, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 55, p. 203-218, 1999.
- DUAN, J.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Calculation of the flotation rate constant of chalcopyrite particles in an ore, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 32, p. 227-237, 2003.
- FENG, D; ALDRICH, C. Effect of particle size on flotation performance of complex sulphide ores, *Minerals Engineering*, vol. 12, no7, p. 721-731, 1999.
- FUERSTENAU, D.W. Fine particle flotation. In: Somasundaram, P. (Ed.), *Fine Particles Processing*. p. 669-705, 1980.
- FUERSTENAU, D.W. Froth flotation 50th anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1962.
- 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.
- GEORGE, P.; NGUYEN, A.V.; JAMESON, G.J. Assessment of true flotation and entrainment in the flotation of submicron particles by fine bubbles, *Minerals Engineering*, vol. 17, p. 847-853, 2004.
- GUIMARÃES, R.C. Separação de Barita em Minério Fosfático Através de Flotação em Coluna, Dissertação de Mestrado, São Paulo, USP, 1995.
- GUIMARÃES, R.C. Aspectos Relevantes da Separação de Barita em Minérios Fosfáticos Através de Flotação, Tese de Doutorado, Belo Horizonte, UFMG, 1997.
- 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*, 57(3): 203-207, Jul.Set., 2004.
- GUO, J. X. Development and theory of centrifugal flotation cells, Tese de Doutorado, Queen's University, Kingston, Ontario, Canadá, 2001, 211p.
- KIMPELL, R.R. Flotation of coarse phosphate particles, *Advances in Coal and Mineral Processing Using Flotation*, p. 164-168, 1989.
- KING, R.P.; WOODBURN, E.T.; 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.

- LAPIDO-LOUREIRO, F.E.V.; MELAMED, R. O fósforo na agricultura brasileira: uma abordagem minero-metalúrgica, Série Estudos e Documentos, CETEM/MCT, 67, 2006.
- 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; SAMPAIO, J.A.; ALMEIDA, S.L.M. Tratamento de minérios, Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004.
- MATIS, K.A. Flotation science and engineering, Marcel Dekker, Sep, 1994.
- MONTENEGRO, L.C.M. Efeito das Condições Operacionais sobre a Relação Teor-Recuperação na Flotação de Minérios de Ferro, Tese de Doutorado, Belo Horizonte, UFMG, 2001.
- MYERS, R.H. Response surface methodology. Virginia, Ann Arbor, 1976.
- NGUYEN, A.V. New method and equations for determining attachment tenacity and particle size limit in flotation, Intenational Journal of Mineral Processing, vol. 68, p. 167– 182, 2003.
- NGUYEN A.V.; GEORGE, P.; JAMESON G.J. Demonstration of a minimum in the recovery of nanoparticles by flotation: Theory and experiment, Chemical Engineering Science, vol. 61, p. 2494 – 2509, 2006.
- OLIVEIRA, M.S. Flotação em Coluna do Rejeito Remoído do Processo de Concentração da Apatita, Dissertação de Mestrado, Uberlândia MG, UFU, 2004.
- PAREKH, B.K.; MILLER, J.D. Advances in Flotation Technology, Feb, 1999.
- PEASE, J.D.; CURRY, D.C.; YOUNG, M.F. Designing flotation circuits for high fines recovery, Minerals Engineering, vol. 19, p. 831-840, 2006.
- PEREIRA, A.M. T. Ácidos graxos insaturados (Isômeros cis/trans) e saturados como coletores seletivos na flotação de fluorita, calcita e apatita, Dissertação de mestrado, Belo Horizonte, 1991, 188p.
- PERES, A.E.C. Máquinas de Flotação, Curso de Tratamento de Minérios, Belo Horizonte, EE/UFMG, 1988.
- PITA, F.A.G. Análise de modelo cinético: Flotação verdadeira e arraste. Influência do tamanho das partículas , Série Tecnologia Mineral, CETEM/MCT, 2006.
- PITA, F.A.G. Influência do equipamento na flotação por espuma: Célula mecânica versus coluna, Série Rochas Minerais e Industriais, Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2001.
- Potash & Phosphate Institute of Canada. Página eletrônica, [http://www.ipni.org.br/ppiweb/brazil.nsf/\\$webindex/2824FD62B99C7D9983256B12005E3B51](http://www.ipni.org.br/ppiweb/brazil.nsf/$webindex/2824FD62B99C7D9983256B12005E3B51), acessada em 09/2006.
- QUEIROZ, G.M. Estudo da Cinética de Flotação da Apatita em Coluna, Dissertação de Mestrado, Uberlândia MG, UFU, 2003.

- SCHOENHALS, M. Avaliação da eficiência do processo de flotação aplicado ao tratamento primário de efluentes de abatedouro avícola, Dissertação de Mestrado, Florianópolis, UFSC, 2006, 99p.
- SCHWARZ, S.; GRANO, S. Effect of particle hydrophobicity on particle and water transport across a flotation froth, *Colloids and Surfaces*, vol. 256, p. 157-164, 2005.
- SENA, R.F. Avaliação da biomassa obtida pela otimização da flotação de efluentes da indústria de carnes para geração de energia, Dissertação de Mestrado, Florianópolis, UFSC, 2005, 94p.
- SIVAMOHAM, R. The problem of recovering very fine particle, *Intenational Journal of Mineral Processing*, vol. 28, p.247-288, 1990.
- SOMASUNDARAN, P.; ZHANG, P.; SHALL, H.; STANA, R.; DAHL, B. Beneficiation of Phosphates: Fundamentals and Tecnology, 2002.
- SONG, S.; LOPEZ-VALDIVIESO, A.; REYES-BAHENA, J.L.; LARA-VALENZUELA, C. Floc flotation of galena and sphalerite fines, *Minerals Engineering*, vol. 14, no. 1, p. 87-98, 2001.
- SUTULOV, A. Flotacion de minerales. Concepción, Instituto de Investigaciones Tecnológicas, Universidad de Concepción, 1963, p. 62-66.
- TORTORELLI, J. P. The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles, Dissertação de Mestrado, Department of Metallurgy and Materials Science, University of Toronto, Toronto, Canadá, 1997. 130p.
- TRAHAR, W.J., The selective flotation of galena from sphalerite with special reference to the effects of particle size, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 3, no. 2, p. 151-166, 1976.
- TRAHAR, W.J., A rational interpretation of the role of particle size in flotation, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 2, no 8, p. 289-327, 1981.
- VALDERRAMA, L.; RUBIO, J. High intensity conditioning and the carrier flotation of gold fine particles, *Intenational Journal of Mineral Processing*, vol. 52, p. 273-285, 1998.
- WHEELER, D.A. Historical View of Column Flotation Development. In: *Column flotation 88 - International symposium on column flota-tion*, 1988, Phoenix, EUA. Proceedings... Phoenix, EUA: K.V.S. Sastry, 1988, p. 3-4.
- YEKELER, M.; SÖNMEZ, I. Effect of the hydrophobic fraction and particle size in the collectorless column flotation kinetics, *Colloids and Surfaces*, vol. 121, p. 9-13, 1997.

APÊNDICE I

PROCESSO DE BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO FOSFÁTICO DA BUNGE FERTILIZANTES

AP1.1 - Introdução

O Complexo Carbonatítico do Barreiro situa-se no Estado de Minas Gerais, na zona Alto Paranaíba, no município de Araxá, 6 km a sul do centro urbano. Possui forma aproximadamente circular com 4,5 km de diâmetro, ocupando uma área em torno de 16 km². O maciço é constituído principalmente por rochas carbonatíticas e glimeríticas resultantes do arqueamento dômico das rochas encaixantes, com formação fraturas radiais e concêntricas (GUIMARÃES, 1997).

Sob efeito do inteperismo no glimerito, de composição essencialmente micácea, houve alteração parcial em vermiculita, transformação de outros silicatos em minerais do grupo da clorita, alteração dos minerais de ferro e transformação de parte da apatita em fosfatos hidratados amorfos. No carbonatito, houve, além dos fenômenos anteriores, lixiviação do carbonato e reprecipitação dos íons de ferro, bário, fosfato e silício.

A jazida de fosfato mostra um perfil geológico que pode ser assim dividido:

- ❖ capeamento estéril: formado pela cobertura superficial e (estéril) propriamente dito;
- ❖ minério: formado pelo minério oxidado, minério micáceo e minério sílico-carbonatado;
- ❖ rocha matriz: formada pelo glimerito e carbonatito.

AP.1.1 – Capeamento Estéril

No capeamento estéril encontram-se materiais que praticamente não apresentam apatita, apesar de conterem fósforo. Este fato é facilmente identificado em análises químicas, onde ocorre virtual ausência de CaO e presença de P₂O₅. Os minerais encontrados mais freqüentemente são óxidos hidratados de ferro, quartzo, argilo-minerais, magnetita, hematita, brookita e anatásio, barita, pandaíta, além de fosfatos representados principalmente por gorceixita, rabdofanita e alguma goiazita.

AP1.1.2 – Minério

Imediatamente abaixo do capeamento estéril encontra-se a zona portadora de apatita, na qual podem ser identificados diversos tipos de minérios, em função de características mineralógicas relevantes no processo de beneficiamento.

De acordo com GUIMARÃES (1997) é possível identificar diferentes grupos de minérios, tais como:

- ❖ minério oxidado;
- ❖ minério micáceo;
- ❖ minério sílico-carbonatado.

A composição mineralógica aproximada dos diferentes tipos de minérios é mostrada na Tabela AP1.1.

O minérios oxidado pode ser dividido em dois grupos: minério argiloso com material cimentado subordinado e minério cimentado com material argiloso subordinado. O minério mais argiloso é caracterizado pela inconsistência e baixa coesão, apresentando teores de P_2O_5 apatítico em torno de 10 %, podendo este valor ser mais elevado quando ocorre a presença de material cimentado. O minério cimentado é caracterizado por se apresentar mais duro e coeso, com teores de P_2O_5 apatítico acima de 15%, podendo este valor ser menor quando ocorre a presença de material argiloso rico em fosfatos não apatíticos, característicos do capeamento estéril. O material cimentado apresenta-se recortado por veios de barita.

Tabela AP1.1 - Composição mineralógica aproximada dos diferentes tipos de minérios (GUIMARÃES, 1997).

Minerais	Tipos de Minérios		
	Oxidado	Micáceo	Sílico-carbonatado
Apatita	32,5	24,3	26,6
Barita	7,1	0,2	2,3
Carbonatos	2,9	3,0	18,7
Óxidos de ferro	27,4	21,5	15,6
Minerais Síl.-Mag.	10,0	37,3	26,2
Outros Minerais	20,1	13,3	10,6
Total	100,0	100,0	100,0

No minério micáceo é observada a presença de vermiculita associada à hidrobiotita e clorita. Os teores de MgO no minério variam desde a faixa de 2,5 % até valores de 5 %, podendo chegar na faixa de 10-15 %, ocorrendo conseqüentemente uma diluição dos teores de P_2O_5 apatítico. Este minério apresenta menor quantidade de barita, variando de traços a 3-4 %. O minério sílico-carbonatado apresenta composição mineralógica semelhante ao minério micáceo no que diz respeito ao conteúdo de apatita, ressaltando a diferença básica

devido à presença de carbonatos calcínicos e dolomíticos com diversos graus de intemperismo. Este minério, tal como o minério micáceo, apresenta baixos teores de barita, variando de traços a 2-3 %.

AP1.1.3 – Rocha Matriz

A rocha matriz é constituída de material de composição litológica bastante irregular, com teores de P_2O_5 apatítico situando-se entre 4 e 6 %. A rocha matriz poder ser dividida em dois tipos principais (GUIMARÃES, 1997):

- a) glimerito;
- b) carbonatito.

O glimerito é uma denominação genérica dada à rocha que apresenta essencialmente minerais micáceos. Encontram-se porcentagens variáveis de carbonatos calcínicos e dolomíticos, podendo ocorrer filossilicatos como acessórios.

O carbonatito corresponde a uma rocha com carbonatos calcínico e dolomítico. Apresenta como acessórios: apatita, magnetita, pirocloro, micas, olivinas e outros silicatos magnesianos.

AP1.1.4 – Descrição do processo de beneficiamento da Bunge Fertilizantes

A produção anual da mina corresponde 3,5 milhões de toneladas de minério e 2,5 a 3,0 milhões de toneladas de estéril, sendo lavrado preferencialmente o minério oxidado (GUIMARÃES, 1997).

Segundo GUIMARÃES (1997), o beneficiamento do minério em quatro unidades fisicamente distintas:

- ◆ unidade de britagem;
- ◆ usina de concentração;
- ◆ unidade de desmagnetização de alto campo e filtragem;
- ◆ unidade de secagem.

Na unidade de britagem o minério é classificado, britado e homogeneizado, sendo em seguida retomado para a usina de concentração. Na usina de concentração o minério é submetido a operações de: moagem, classificação, separação magnética de baixo campo, deslamagem e flotações de barita e apatita. O concentrado da flotação de apatita na fração

mais grossa do minério é encaminhado para separação magnética de alta intensidade, filtragem e secagem.

AP1.1.4.1 – Britagem Primária

O minério proveniente da mina é alimentado à instalação de britagem primária, através de uma moega com alimentador de placas, sendo conduzido a uma grelha vibratória, com abertura de 4” (10,16 cm). A fração compacta do minério retida nessa grelha alimenta um britador de mandíbulas (Faço 150120) que reduz os blocos a partículas com diâmetro máximo de 10” (25,4 cm). O passante na grelha juntamente com o produto do britador de mandíbulas é transportado por correias transportadoras às instalações da britagem secundária.

AP1.1.4.2 – Britagem Secundária

Na britagem secundária, o minério é peneirado na malha 2” (5,08 cm) por 2 peneiras vibratórias paralelas. O passante nesta malha é empilhado. A fração retida em 2” (5,08 cm) é encaminhada a uma pilha intermediária, de onde é retornada, britada num britador de impactos (Hazemag D44) e separada numa peneira com telas de 2” (5,08 cm) e ½” (1,27 cm). O produto maior que 2” (5,08 cm) é denominado bitolado 28, devido ao fato de possuir 28% de P_2O_5 , sendo enviado para Mitsui, via COMIG (Companhia Mineradora de Minas Gerais), para a produção de termofosfato. O produto intermediário é denominado bitolado 24, devido ao fato de possuir 24% de P_2O_5 , sendo enviado para a COMIG para a produção de fosfato natural.

AP1.1.4.3 – Pilha de Homogeneização

As pilhas de homogeneização, confeccionadas por empilhadeira automática, estão localizadas numa área com capacidade para estocagem de 84.000 t de minério, com unidade média de 18 %.

AP1.1.4.4 – Moagem Primária

O minério homogeneizado, através do retomador (Villares) com capacidade de 540 t/h, é enviado por uma correia transportadora para a usina de concentração. A capacidade de processamento da usina é de 480 t/h. A moagem primária do minério é realizada num circuito constituído de um moinho de barras de 11'x16' (3353 mm x 4877 mm), fabricado pela Allis Chalmers, operando em circuito aberto e a úmido.

AP1.1.4.5 – Separação Magnética de Baixo Campo

O produto de moagem de barras segue para a separação magnética de baixo campo a úmido (Sala International – 916 mm x 1800 mm). A intensidade do campo é de 800-900 Gauss. O produto magnético, constituído principalmente de magnetita, é descartado e o não-magnético segue no circuito para a pré-classificação.

AP1.1.4.6 – Classificação e Moagem Secundária

O produto não-magnético, antes de ser cominuído em moinhos de bolas, é pré-classificado em duas baterias de hidrociclones de 26" (66 cm) em circuito contracorrente. O *underflow* desse circuito é destinado à moagem secundária em um moinho de bolas de 12,5' x 17 (3810 mm x 5182 mm), fabricado pela Allis Chalmers, operando em circuito fechado com quatro hidrociclones classificadores de diâmetro de 24" (61 cm). O *underflow* da classificação retorna ao moinho, enquanto o *overflow* vai para a deslamagem.

AP1.1.4.7 - Deslamagem

A primeira deslamagem consta de 5 hidrociclones de 20" (50,8 cm), tendo como alimentação o overflow da classificação do moinho de bolas. O *underflow* segue para a flotação de barita grossa e o overflow, juntamente com a lama de uma antiga barragem de deposição de finos, é deslamado em 2 estágios (circuito fechado em série e contracorrente) utilizando hidrociclones Mozley de 2" (5,08 cm). O overflow do circuito segue para recuperação de água em espessador e o *underflow* vai para o circuito de flotação de apatita de finos, chamado de flotação de finos gerados. O overflow da pré-classificação é deslamado em 2 estágios (circuito fechado em série e contracorrente) utilizando

hidrociclones Mozley de 2” (5,08 cm). O overflow do circuito é descartado para a barragem e o underflow vai para o circuito de flotação de apatita fina, chamado de flotação de finos naturais.

AP1.1.4.8 – Flotação da Apatita Fina

A flotação de apatita fina consta de dois circuitos: flotação de finos naturais e flotação de finos gerados. Os dois circuitos são semelhantes, constituindo-se de condicionamento de depressor (fubá gelatinizado de milho), condicionamento de coletor (sabão de óleo de soja) e flotação em coluna (3,0 m x 4,5 m x 14,5 m) em um único estágio, obtendo-se concentrado final, chamado FCA e rejeito final. A flotação é realizada na faixa de pH entre 11,8 e 12,2.

AP1.1.4.9 – Flotação de Barita

O underflow da primeira deslamagem é condicionado com os reagentes: espumante e coletor em pH em torno de 9,5. A flotação de barita é realizada em um único estágio em coluna de flotação (3,0 m x 4,5 m x 14,5 m). os reagentes utilizados na flotação de barita são:

- ◆ coletor: alquil (mistura de cetil e estearil) sulfato de sódio com os seguintes nomes comerciais: Flotisor S72 (Clariant – antiga Hoechst), Sulfofon F55 B (Henkel) e Lioflot 30 (Miracema);
- ◆ espumante: produtos formulados à base de agentes tensoativos não-iônicos geralmente etoxilados, com os seguintes nomes comerciais: Flotanol D14 (Clariant – antiga Hoechst) e Adesol M537 (Adesol Produtos Químicos Ltda).

AP1.1.4.10 – Flotação de Apatita Grossa

O produto não flotado da flotação de barita vai para uma deslamagem em hidrociclones de 20” (50,8 cm). O underflow desta deslamagem segue para um condicionador de 10’ x 10’ (3048 mm x 3048 mm), onde são adicionados o depressor (fubá gelatinizado de milho) e NaOH como modulador de pH. O pH de operação situa-se em

11,5. Em seguida a polpa segue para um condicionamento retangular (3,5 m x 3,5 m x 2,5 m) com quatro compartimentos, onde é adicionado o coletor: sabão de óleo de soja. Após ajuste de porcentagem de sólidos, tem-se a etapa de flotação (dois estágios paralelos em colunas de flotação de 3,0 m x 4,5 m x 14,5 m). o concentrado das duas colunas de flotação vai para a separação magnética de alto campo e o rejeito para o circuito de remoagem.

AP1.1.4.11 - Remoagem

O rejeito da flotação de apatita segue para um circuito de remoagem e classificação. É utilizado um moinho de 13' x 26' (3962 mm x 7925 mm), tendo bolas de 1' (2,54 cm) como corpo moedor de reposição, em circuito fechado com uma bateria de quatro ciclones de 20" (50,8 cm). O overflow da classificação vai para uma etapa de deslamagem em hidrociclones de 2" (5,08 cm).

AP1.1.4.12 – Flotação de Apatita Remoída

O underflow da deslamagem segue para um condicionador de 10' x 10' (3048 mm x 3048 mm), onde são adicionados o depressor (fubá gelatinizado de milho) e NaOH como modulador de pH. O pH de operação situa-se em 11,6. Em seguida a polpa segue para um condicionador retangular (3,5 m x 3,5 m x 2,5 m) com quatro compartimentos, onde é adicionado o coletor: sabão de óleo de soja. Após ajuste de porcentagem de sólidos, tem-se a etapa de flotação em um único estágio numa coluna de 3,0 m x 4,5 m x 14,5 m. O concentrado vai para a separação magnética de alto campo, juntamente com o concentrado da flotação de apatita grossa, enquanto o rejeito vai para a barragem de deposição de rejeitos.

AP1.1.4.13 – Separação Magnética de Alto Campo

Os concentrados de flotação de apatita grossa e de apatita remoída passam por uma separação magnética de alta intensidade, 16.000 Gauss (TBM – Boxmag HIW4), visando a remoção seletiva dos principais minerais contaminantes, que são os óxidos hidratados de ferro (limonita e goethita), não seletivos na flotação.

AP1.1.4.14 - Filtragem

O produto não magnético da separação em alto campo, após desaguamento em hidrociclones, é filtrado em um filtro plano Dorr-Oliver. O concentrado das flotações de finos alimenta um, eventualmente dois, filtro de tambor com descarga *belt*, após espessamento e recuperação de água.

AP1.1.4.15 - Secagem

O concentrado de apatita desmagnetizado, chamado de GCA, com 3,6 % de P_2O_5 e 3,0 % de Fe_2O_3 , vai para um galpão de homogeneização, podendo a seguir alimentar um secador *flash-dryer*.

O concentrado de apatita fina, chamado de FCA, com 35 % de P_2O_5 e 5,5 % de Fe_2O_3 , não passa por processo de secagem, sendo principalmente utilizado na fabricação de fertilizantes na própria Arafertil, ou em parte vendido, com 18 % de umidade.

APÊNDICE II

PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL E TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS

Como o processo de flotação apresenta diversas variáveis que podem interferir nos resultados, um método científico compreendendo duas etapas, a do planejamento dos experimentos e análise estatística dos dados, deve ser utilizado. Estas etapas estão intimamente ligadas, uma vez que o método a ser utilizado para análise depende diretamente do planejamento realizado.

O planejamento fatorial dos experimentos permite verificar a influência dos efeitos individuais e das interações entre as variáveis (BOX *et al.*, 1978). A técnica de superfície de resposta proporciona o ajuste empírico de equações que relacionam as respostas obtidas em função de variáveis estudadas (MYERS, 1976).

Um planejamento fatorial consiste em selecionar os fatores (variáveis independentes do processo) e escolher os níveis (valores assumidos por essas variáveis) que serão estudados. A determinação da quantidade de experimentos é feita de acordo com a quantidade de variáveis estudadas e com os níveis estipulados para essas variáveis. Por exemplo, um planejamento do tipo 2^k determina a quantidade de experimentos de um estudo em dois níveis com 'k' variáveis. Os planejamentos fatoriais a dois níveis são recomendados para sistemas cujas equações experimentais são de primeira ordem. Quando um sistema for representado por equações de segunda ordem, ou seja, mais complexos, um planejamento fatorial com mais níveis, avaliados em cada fator, se faz necessário (BOX *et al.*, 1978).

Os níveis das variáveis são determinados pela Equação AP2.1 que mostra a codificação dos fatores que serão organizados em uma matriz de planejamento (BOX e WILSON, 1951):

$$x = \frac{\xi_i - \xi_0}{\frac{(\xi_1 - \xi_{-1})}{2}} \quad (\text{AP2.1})$$

na qual:

x é o valor da variável codificada;

ξ_i o valor original ou não codificado;

ξ_0 representa o valor original no nível central;

ξ_1 é o valor original referente ao nível 1;

ξ_{-1} o valor original referente ao nível -1 .

A Equação AP2.2 pode ser usada para representar a resposta em função das variáveis independentes estudadas. Os coeficientes da Equação AP2.2 são obtidos pelo método dos mínimos quadrados e a avaliação da correlação é feita estatisticamente através do coeficiente de correlação, com testes de hipótese usando as distribuições F e t de Student e pela análise de resíduos. Através desta equação é possível obter valores das variáveis exploradas que otimizem a resposta.

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{i,j} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j>1}^k b_{i,j} x_i x_j \quad (\text{AP2.2})$$

O quadrado do coeficiente de correlação múltipla (r^2) compara a variância dos pontos experimentais em relação ao ajuste proposto, com a variância da própria população de pontos experimentais (BOX *et al.*, 1978). Um valor do coeficiente de correlação igual a 0,9, indica que 90% de variabilidade dos dados é explicada pela equação. Quanto mais próximo da unidade estiver o valor do coeficiente de correlação, melhor será o ajuste proposto.

O resíduo da estimação é definido como a diferença entre os resultados experimentais e os previstos pela Equação AP2.3. Na análise dos resíduos os gráficos devem ser aleatórios e independentemente distribuídos para comprovar a validade das equações.

$$\epsilon = y_{\text{exp}} - y_t \quad (\text{AP2.3})$$

O valor da distribuição t de Student é importante para o cálculo da significância dos parâmetros e é definido como a relação entre o valor do parâmetro estimado e o seu desvio padrão. O valor de F (Fisher) é determinado pela razão entre o quadrado médio da equação ajustada (QME) e o quadrado médio do resíduo (QMR), como mostra a Equação AP2.4. O valor obtido para F pode ser usado para a realização de um teste de hipótese para verificação da adequação da equação aos dados experimentais. Quanto maior o valor de F, melhor será o ajuste do modelo em questão.

$$F = \frac{QME}{QMR} \quad (\text{AP2.4})$$

O quadrado médio da equação (QME) e o quadrado médio do resíduo (QMR) são dados pelas Equações AP2.5 e AP2.6, respectivamente.

$$QME = \frac{\text{Soma dos quadrados dos valores preditos}}{\text{Número de graus de liberdade da equação}} \quad (\text{AP2.5})$$

$$QMR = \frac{\text{Soma do quadrados do resíduo}}{\text{Número de graus de liberdade do resíduo}} \quad (\text{AP2.6})$$

A soma dos quadrados dos resultados previstos pela equação teórica é dada pela Equação AP2.7, na qual n é o número de pontos experimentais.

$$SQE = (y_{i1})^2 + (y_{i2})^2 + \dots + (y_{in}^2) \quad (\text{AP2.7})$$

O número de graus de liberdade da equação é igual ao número de parâmetros da equação reduzido de um, como está mostrado na Equação AP2.8.

$$DEF = (n^\circ \text{ de parâmetros} - 1) \quad (\text{AP2.8})$$

A soma dos quadrados dos resíduos (SQR) é obtida pela Equação AP2.9.

$$SQR = (y_{\text{exp } 1} - y_{i1})^2 + (y_{\text{exp } 2} - y_{i2})^2 + \dots + (y_{\text{exp } n} - y_{in})^2 \quad (\text{AP2.9})$$

O número de graus de liberdade do resíduo é obtido pela diferença entre o número total de experimentos e o número de parâmetros existentes na equação ajustada, como indicado na Equação AP2.10.

$$DFR = (n^\circ \text{ de pontos exp.} - n^\circ \text{ de parâmetros}) \quad (\text{AP2.10})$$

Com os graus de liberdade do resíduo e da equação, pode ser determinado o valor da estatística F de Fisher para diversos níveis de significância da equação. Estes valores são tabelados em BOX *et al.* (1978).