

JOSÉ RENATO BAPTISTA DE LIMA

Eng. de Minas, Escola Politécnica da USP, 1985

ESTUDO DE PROCESSO DE DUPLA FLOTAÇÃO VISANDO O BENEFICIAMENTO
DO MINÉRIO CARBONÁTICO DE FOSFATO DE JACUPIRANGA

Dissertação apresentada à
Escola Politécnica da USP
para a obtenção do título
de Mestre em Engenharia
Mineral

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Camilher Damasceno
Depto. Enq. de Minas da EPUSP

1378
São Paulo, 1988
FD 1.000

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	viii
SIMBOLOGIA ADOTADA	ix
1. RESUMO / ABSTRACT	01
2. OBJETIVOS	04
3. INTRODUÇÃO	06
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	08
5. DESCRIÇÃO DO PROCESSO DA SERRANA	22
6. CONFECÇÃO DE PADRÕES PARA ENSAIOS DE FLOTAÇÃO REVERSA	35
7. CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO MATERIAL-PADRÃO VISANDO	
A FLOTAÇÃO REVERSA	45
7.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA E QUÍMICA POR FRAÇÃO	45
7.2 SEPARAÇÃO EM MEIO DENSO	49
7.3 SEPARAÇÃO ISODINÂMICA E MAGNÉTICA DAS DIVERSAS	
FRAÇÕES	50
7.4 ESTUDOS DE MICROSCOPIA	54
7.5 DETERMINAÇÕES MINERALÓGICAS POR DIFRAÇÃO DE	
RAIO-X	56
7.6 DETERMINAÇÃO DO IEP DOS MINERAIS APATITA E	
CALCITA	56
7.7 DISCUSSÃO DA CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO	
PRÉ-CONCENTRADO	59

8.	ENSAIOS DE FLOTAÇÃO	67
8.1	CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE FLOTAÇÃO DA EPUSP	68
8.2	ENSAIOS DE FLOTAÇÃO DE BANCADA	69
8.2.1	ENSAIOS COM PADRÕES SECOS	72
8.2.2	ENSAIOS COM DUAS FLOTAÇÕES	81
8.2.3	ENSAIOS COM MATERIAL PROVENIENTE DA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL DA SERRANA, SEM SECAGEM ...	87
9.	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	103
10.	BIBLIOGRAFIA CITADA	112
11.	ANEXOS	115
11.1	PLANILHA DE DADOS OPERACIONAIS DA USINA 320 NO DIA DE COLETA DO PRÉ-CONCENTRADO	116
11.2	DIFRATOGRAMAS DA DIFRAÇÃO DE RAIO-X	118

INDICE DE TABELAS

TABELA 5.1 - Composição mineralógica média do depósito de Jacupiranga	23
TABELA 5.2 - Distribuição granulométrica da alimentação da moagem	25
TABELA 5.3 - Balanço de massas e metalúrgico e recuperações de processo da Usina 320	28
TABELA 5.4 - Distribuição granulométrica do produto da moagem da Usina 320	29
TABELA 5.5 - Distribuição granulométrica e teor de P205 por faixa granulométrica da alimentação da flotação (material deslamado)	31
TABELA 5.6 - Consumo específico de reagentes na Usina 320	34
TABELA 6.1 - Concentrados obtidos no banco de flotação direta para preparação do material padrão	38
TABELA 6.2 - Combinação das amostras adotada para obtenção dos padrões com os teores arbitrados	39
TABELA 6.3 - Análise química de três padrões de cada teor coletados aleatoriamente para verificação dos teores pré-determinados	40
TABELA 6.4.1 - Análise granulométrica da alimentação da flotação	41
TABELA 6.4.2 - Análise granulométrica dos padrões obtidos	42
TABELA 6.5 - Análise química da alimentação do banco de flotação	44

TABELA 7.1.1 - Análise granulométrica e química por fração	47
TABELA 7.2.1 - Separações em meio denso das diversas frações granulométricas e respectivas análises químicas	51
TABELA 7.3.1 - Resultados das análises químicas por fração granulométrica obtidas da separação combinada de meio denso, imã de mão e separador Frantz visando a obtenção de concentrados minerais puros	53
TABELA 7.5.1 - Análise semi-quantitativa das frações granulométricas através da difração de raio-X	57
TABELA 7.5.2 - Comparação das determinações das porcentagens dos minerais através da difração do "tal qual" e das frações granulométricas	58
TABELA 8.1.1 - Calibração da célula de flotação da EPUSP	70
TABELA 8.2.1.1 - Ensaios preliminares com ácido ortofosfórico e padrões secos	75
TABELA 8.2.1.2 - Resultados dos ensaios com ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH e um estágio de "lavagem"	77
TABELA 8.2.1.3 - Resultados dos ensaios com pré-concentrados de 26% P205 com ácidos sulfúrico e ortofosfórico .	79
TABELA 8.2.1.4 - Resultados dos ensaios com duas lixiviações com diferentes padrões e condições de pH	80
TABELA 8.2.1.5 - Resultados dos ensaios com apenas uma lixiviação de 15 minutos	82
TABELA 8.2.2.1 - Resultados dos ensaios com duas flotações no laboratório (apenas da etapa reversa)	85

TABELA 8.2.2.2 - Resultados dos ensaios com duas flotações e condicionamento do coletor em pH alcalino	86
TABELA 8.2.3.1 - Resultados dos ensaios com padrão calcítico e diversos depressores	89
TABELA 8.2.3.2 - Resultados dos ensaios com padrão calcítico condicionando o coletor em pH alcalino	90
TABELA 8.2.3.3 - Resultados dos ensaios com padrão dolomítico com ácido ortofosfórico	91
TABELA 8.2.3.4 - Resultados dos ensaios com padrão dolomítico e diversos depressores	92
TABELA 8.2.3.5 - Resultados dos ensaios com polifosfato e ácido sulfúrico	94
TABELA 8.2.3.6 - Resultados dos ensaios com polifosfato e diversos ácidos	95
TABELA 8.2.3.7 - Resultados dos ensaios com ácidos clorídrico e ortofosfórico	96
TABELA 8.2.3.8 - Resultados dos ensaios com ácidos fluorídrico e ortofosfórico	97
TABELA 8.2.3.9 - Resultados dos ensaios com condicionamento longo com ácido clorídrico	99
TABELA 8.2.3.10 - Resultados dos ensaios utilizando enzimas	100
TABELA 8.2.3.11 - Resultados dos ensaios com minério de alto teor	101
TABELA 9.1 - Comparação de algumas características entre os vários minerais estudados	107

INDICE DE FIGURAS

FIGURA 4.1 - Flotação da apatita e da dolomita em pH = 6,0	10
FIGURA 5.1 - Fluxograma do circuito de moagem da Usina 320 (cinco linhas em paralelo)	26
FIGURA 5.2 - Fluxograma do circuito de deslamagem da Usina 320	27
FIGURA 5.3 - Fluxograma do circuito de flotação mecânica da Usina 320	32
FIGURA 5.4 - Fluxograma do circuito de flotação pneumática	33
FIGURA 6.1 - Distribuição granulométrica da alimentação da flotação e dos padrões obtidos	43
FIGURA 7.1.1 - Distribuição granulométrica da fração passante na malha 325	48
FIGURA 7.3.1 - Fluxograma da rota de obtenção das amostras de minerais puros de apatita e calcita	52
FIGURA 7.6.1 - Determinação do IEP da apatita na fração retida na malha 65	60
FIGURA 7.6.2 - Determinação do IEP da apatita na fração retida na malha 100	61
FIGURA 7.6.3 - Determinação do IEP da calcita na fração retida na malha 48	62
FIGURA 7.6.4 - Determinação do IEP da calcita na fração retida na malha 65	63

FIGURA 8.1.1 - Comparação dos resultados obtidos com as células da Serrana e da EPUSP quanto ao teor de P₂O₅ e a recuperação metalúrgica 71

FIGURA 9.1 - Flotabilidade dos minerais apatita e calcita de Itataia 108

FIGURA 9.2 - Flotabilidade dos minerais apatita e calcita de Jacupiranga 109

AGRADECIMENTOS

O autor expressa os seus mais sinceros agradecimentos a todos que direta ou indiretamente colaboraram na execução deste trabalho.

A Serrana S. A. de Mineração pela colaboração tanto na execução, quanto no custeio de todo o trabalho, e em especial ao corpo técnico do Setor Apatita.

Aos colegas, professores, alunos e funcionários do Departamento de Minas da EPUSP.

Ao Engenheiro José Luiz Beraldo, Vice-Presidente da Paulo Abib Engenharia S. A., pelas orientações recebidas no início do trabalho e ao Professor Dr. Arthur Pinto Chaves pelas sugestões e pela colaboração no exaustivo trabalho de revisão do texto.

Expressa, também, seus maiores agradecimentos ao orientador Professor Dr. Eduardo Camilher Damasceno e ao Professor Ricardo Neves de Oliveira, Gerente do Setor Apatita da Serrana, pelo entusiasmo e dedicação com que orientaram a execução do trabalho.

SIMBOLOGIA ADOTADA

ABERT	- abertura da malha da peneira correspondente
CEL	- célula de flotação usada no ensaio
CL	- ácido clorídrico
COL	- dosagem do coletor
DEP	- depressor usado no teste
ENR	- enriquecimento
ENS	- número do ensaio
ENZ	- dosagem de enzimas
FL	- ácido fluorídrico
LAV	- "lavagem" (lixiviação) com reagentes químicos
MA	- massa da alimentação do ensaio
MAT	- material-padrão usado no ensaio
MC	- massa do concentrado
MR	- massa do rejeito
OF	- ácido ortofosfórico
pH C	- pH de condicionamento
pH F	- pH de flotação
POL	- polifosfato
% MASS	- fração em massa de um dado processo
R.AC.	- fração retida acumulada numa determinada malha
REC	- recuperação em massa
REG	- regulador de pH
RMET	- recuperação metalúrgica
RET.	- fração retida numa determinada malha de peneira
SF	- ácido sulfúrico

TA - teor da alimentação do ensaio

TC - teor do concentrado

TC1 - tempo de condicionamento

TR - teor do rejeito

I. RESUMO

O minério de fosfato, objeto deste estudo, provém de Jacupiranga, Estado de São Paulo, e é explorado pela Serrana S. A. de Mineração. Basicamente, este material é formado por apatita e ganga essencialmente carbonática, principalmente calcita, contendo ainda micas, óxidos de ferro e olivina. Através do estudo de um processo de dupla flotação, procurou-se obter subsídios para a produção de concentrado de apatita de teores elevados, superiores a 36% P₂O₅ contidos e um outro produto essencialmente calcítico, com quantidades mínimas de apatita.

O processo pesquisado procurava flotar, numa primeira etapa, os fosfatos em condições enérgicas, visando obter alta recuperação, porém, baixos teores de P₂O₅. Em seguida, este concentrado de fosfato seria submetido a uma segunda etapa de flotação, esta reversa, visando deprimir a apatita e flotar os carbonatos.

A obtenção de concentrados apatíticos de alto teor seria de grande importância, pois implicaria em sensíveis reduções de custos nas etapas posteriores de fabricação de fertilizantes. Além disso, o material calcítico, proveniente da primeira etapa de flotação, apresentaria baixos teores de P₂O₅, o que é muito interessante visto que este concentrado é utilizado na fabricação do cimento e o fósforo é elemento deletério.

Os estudos foram realizados em célula de flotação de bancada, em regime descontínuo, e consistiram na busca de reagentes adequados à depressão seletiva dos fosfatos na etapa de flotação reversa.

No estudo, foram produzidos concentrados de apatita de teores insuficientes e enriquecimento aquém do desejado.

Os ensaios realizados, sob diversas condições, demonstraram

que a dupla flotação, conforme proposto, não se afigura como alternativa para o beneficiamento do minério de Jacupiranga.

ABSTRACT

The phosphate ore studied in this research program comes from Jacupiranga, São Paulo state, and is mined by Serrana S. A. de Mineração. It is basically composed of apatite and carbonatic gangue, mainly calcitic, containing also amounts of micas, iron oxides and olivine. By means of a two stage flotation operation it was tried to obtain an apatite concentrate containing over 36% of P₂O₅ and another product, mainly calcitic. Consequently this whole process would lead to calcitic concentrates with minimum amounts of apatite.

In the first step, flotation was carried out under vigorous conditions, aiming a high recovery with low P₂O₅ grades. In the second step the previous concentrate would be submitted to a reverse flotation process in order to depress the apatite and float the carbonates.

High grade apatite concentrates are important to reduce further costs in the latter phases of fertilizer production. At the same time the calcitic material obtained during the first step flotation would contain low amounts of P₂O₅, a desirable condition since this material is used for Portland cement production, phosphorous being a deleterious element.

Several studies were conducted using batch flotation in a search for adequate reagents to selectively depress the phosphates during reverse flotation.

The obtained apatite concentrates did not reach the required grade nor adequate recovery, and tests realized under several conditions allow to conclusions that the two stage flotation process as proposed is not a feasible alternative to the process in use with the Jacupiranga ore.

2. OBJETIVO

O objetivo da pesquisa foi estudar a viabilidade técnica de aumentar o teor de fósforo no concentrado apatítico obtido com o minério de Jacupiranga, mediante dupla flotação. Para atingir este objetivo, foi adotada a seguinte hipótese de trabalho e modelo conceitual: numa primeira etapa seria flotada a apatita e deprimida a ganga carbonática; em seguida, o flotado passaria a uma segunda etapa de flotação, esta reversa, deprimindo-se a apatita e flotando o restante da ganga carbonática.

Visava-se, ainda, obter uma fração calcítica na primeira etapa de flotação com teor mínimo de fósforo, adequada à produção de cimento Portland.

3. INTRODUÇÃO

A Serrana S. A. de Mineração lavra desde a década de 40 jazida de carbonatito contendo apatita, no depósito denominado Morro da Mina, em Jacuipiranga.

O depósito, além de apatita, possui calcita, dolomita, magnetita, floconita entre outros minerais. Devido à intrusão alcalina ter ocorrido em etapas, o depósito é relativamente complexo, apresentando zonas com diferentes concentrações de dolomita. Nas regiões onde ocorre maior acúmulo de dolomita, o minério é chamado de dolomítico, sendo o minério com baixo teor de magnésio chamado de calcítico.

O minério tratado entre 1943 a 1969 era de natureza residual, apresentando elevado teor de P₂O₅, resultante de processo de lixiviação dos carbonatos do protominério e da neo-formação de apatita. Esse minério podia ser facilmente concentrado através de desagregação, lavagem e separação magnética.

Com o desenvolvimento do empreendimento e esgotamento da reserva de minério residual, restrito à porção superficial da jazida, foram realizadas pesquisas que demonstraram a possibilidade de aproveitamento do minério primário subjacente que continha teores ao redor de 5% P₂O₅. O teor da reserva encontra-se, no entanto, muito abaixo dos teores dos depósitos explorados em minerações na Flórida e no Marrocos, por exemplo, em cujos depósitos os teores superam 20% P₂O₅. Assim, além das dificuldades de produzir concentrados com preços competitivos com os importados, somavam-se desafios de ordem tecnológica, pois não se conhecia até então processo de concentração de apatita a partir de minérios de baixo teor com ganga essencialmente carbonática.

A pesquisa tecnológica efetuada pela equipe técnica da

Serrana na década de 60. orientada pelo saudoso Professor Paulo Abib Andery, permitiu o desenvolvimento de processo pioneiro para o aproveitamento desse minério de fosfato, através de tecnologia desenvolvida por técnicos brasileiros. O sucesso dessa pesquisa viabilizou o aproveitamento das reservas de Jacupiranga e de outros depósitos similares, tornando o Brasil praticamente independente das importações deste importante insumo mineral.

Essa tradição na área de desenvolvimento tecnológico tornou-se um marco na história da Serrana e da mineração brasileira. Os estudos aqui descritos situam-se neste mesmo espírito de pioneirismo e de constante busca de novos aprimoramentos tecnológicos.

As operações de beneficiamento do minério de Jacupiranga levam à obtenção de dois produtos: um concentrado de apatita para a produção de fertilizantes e outro de carbonatos, que na realidade é rejeito do primeiro, utilizado na fabricação de cimento.

Os estudos de dupla flotação aqui descritos, desenvolvidos com o minério de Jacupiranga, visavam produzir um concentrado apatítico de alto teor. Isto seria extremamente vantajoso pois permitiria:

a) a obtenção de concentrados apatíticos de alto teor contendo pequena quantidade de carbonato, o que reduziria os custos na produção dos fertilizantes e

b) o concentrado carbonático conteria pequena quantidade de fósforo, o que permitiria maximizar o seu aproveitamento na produção de cimento.

O concentrado apatítico, na fabricação dos fertilizantes, passa por uma etapa de solubilização com ácido sulfúrico. A presença de carbonatos é indesejável porque aumenta o consumo de ácido, devido a sua reatividade. Além disso, quando esses carbonatos são magnesianos (dolomita), eles causam dificuldades adi-

cionais nas operações subsequentes de separação do ácido fosfórico produzido.

A obtenção de concentrados de apatita com teores mais elevados seria vantajosa, visto que quase todo o enxofre, matéria-prima básica para a produção de ácido sulfúrico que é usado no processo de fabricação dos fertilizantes fosfatados, é importado e de alto custo.

Portanto, a estratégia final desta pesquisa era buscar redução dos custos globais de produção de fertilizantes e de cimento, embora com possível aumento nos custos da flotação com a inclusão de novos estágios. Com a implantação desse novo processo, haveria também maior disponibilidade de concentrado carbonático para a fabricação de cimento.

Desenvolveram-se uma série de trabalhos para tentar definir uma rota tecnológica para essa dupla flotação. Inicialmente, foi feito um extenso levantamento bibliográfico. Em seguida, foi preparado e caracterizado material para execução dos ensaios de laboratório. Os ensaios de flotação, propriamente ditos, foram executados em célula de flotação de bancada, testando-se uma série de reagentes e condições para a flotação.

Os resultados obtidos nas diversas baterias de ensaios não mostraram tendência de enriquecimento, embora com recuperações metalúrgicas elevadas.

Os estudos realizados visando a definição de processo de dupla flotação não permitiram definir uma rota técnico-econômica como alternativa para o beneficiamento do minério fosfático de Jacupiranga. Em comparação com resultados obtidos por outros autores, pode-se ver que a rota de beneficiamento por flotação direta apresenta-se, provavelmente, como a melhor opção para o tratamento deste minério.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A história moderna do aproveitamento dos minerais de fosfato no Brasil inicia-se com a tecnologia desenvolvida pelo professor Paulo Abib Andery et al. (1) para o aproveitamento da reserva de fosfatos de Jacupiranga.

Tais descobertas foram seguidas por várias outras, de considerável porte e que hoje representam uma feliz expressão da engenharia nacional em busca de soluções próprias para a resolução dos problemas tecnológicos dos depósitos minerais do Brasil.

Embora o beneficiamento da apatita por flotação seja a solução consagrada em todo o mundo e venha sendo praticada em diversos países há décadas, o aproveitamento dos fosfatos por essa técnica apresenta muitas peculiaridades próprias, que variam para cada depósito (2). Basicamente, o sucesso do método depende das características físico-químicas dos minerais de fosfato e, especialmente, da composição mineralógica da ganga. O processo de recuperação da apatita por flotação é desenvolvido de acordo com isto e, sendo assim, não existe uma rota de beneficiamento geral pré-determinada.

O objetivo do trabalho foi desenvolver um processo de dupla flotação, sendo a segunda reversa, buscando-se uma rota na qual partia-se de um primeiro concentrado obtido por flotação direta, já desenvolvida. Para tanto, foi efetuada revisão bibliográfica restrita apenas aos aspectos e técnicas de beneficiamento de fosfatos por flotação reversa.

Embora de aplicação industrial ainda restrita, a flotação reversa para os fosfatos vem sendo estudada há algum tempo. Basicamente, o desenvolvimento de rota de beneficiamento de fosfatos com ganga carbonática por flotação reversa, reside na

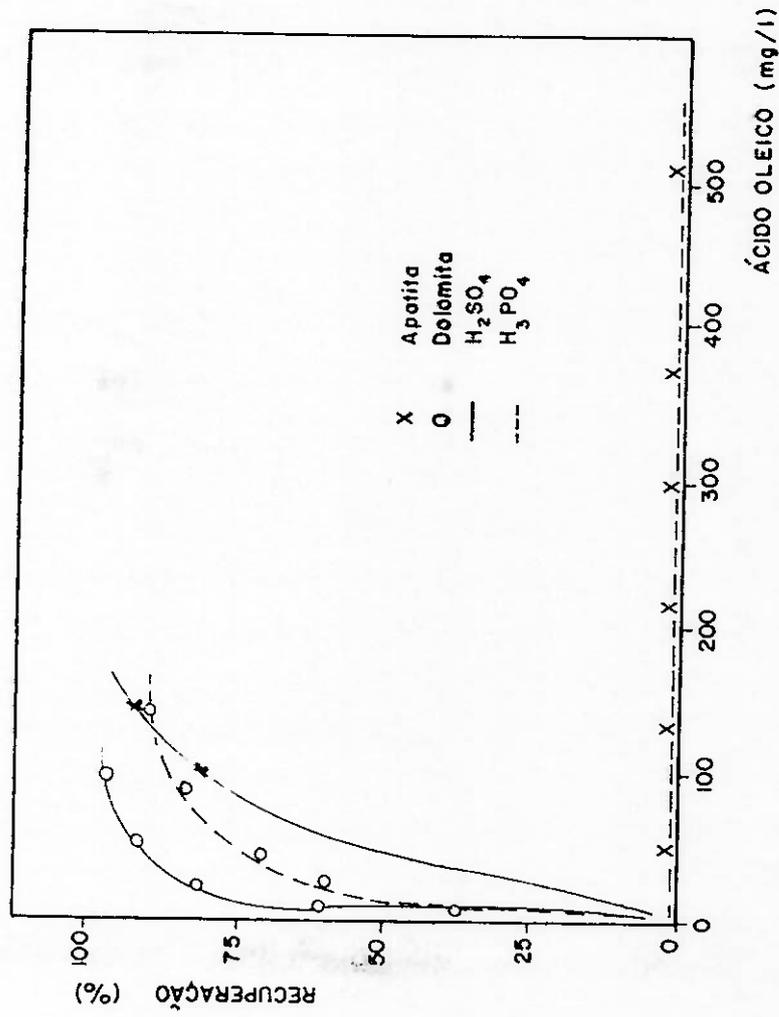
busca de reagentes e na definição das condições adequadas à eficiente depressão dos fosfatos, já que a flotação dos carbonatos se realiza, em grande parte dos casos, com o uso de coletores aniônicos, do tipo ácidos graxos, associados ou não a espumantes (10).

Dentre os reagentes pesquisados para a depressão dos fosfatos, destacam-se os ácidos fosfórico e fluorídrico, os polifosfatos, os tartaratos associados a sulfatos, os policarboxilatos e os amidos. Destaca-se, ainda, o ácido ortofosfórico, que produz, sob determinadas condições, resultados satisfatórios para minérios de diversas procedências (4,5 e 6).

Johnston e Leja (5) estudaram o efeito dos ácidos fosfórico e sulfúrico na depressão de espécies puras de apatita e dolomita, procurando elucidar os mecanismos envolvidos. Utilizando espectrofotometria de infravermelho para a identificação dos reagentes adsorvidos, concluíram que, na presença do ácido sulfúrico em pH entre 5,5 e 6,5, as intensidades de adsorção do coletor na apatita mostram-se superiores às aquelas observadas quando é usado ácido fosfórico. Aparentemente, o íon ortofosfato inibe a adsorção do coletor na apatita, conforme figura 4.1. Esses autores sugerem que a ação depressora do íon ortofosfato sobre a apatita deve-se à formação de uma camada hidrofílica fosfato-água em torno das partículas de apatita, através de pontes de hidrogênio. O desprendimento de CO₂ da superfície da calcita e da dolomita, em meio ácido, perturba esta camada destes minerais, permitindo a adsorção do coletor e conseqüente flotação.

No Processo Kara Tau, descrito por Ratobvlskaya (7), utiliza-se ácido graxo como coletor dos carbonatos, sendo a flotação conduzida em pH entre 4,8 e 5,0 obtido com ácido fosfórico. Segundo o autor, ocorre dissolução acentuada dos minerais

FIGURA 4.1 - Flotação da apatita e da dolomita em pH = 6,0



Referência: Jonston e Leja (5)

fosfáticos em meio ácido, com transferência preferencial de cá-tions Ca^{++} para a polpa, diminuindo o número de centros ativos na superfície da apatita e provocando redução na adsorção do coletor. Da mesma maneira, a dissolução dos carbonatos é acompanhada pela passagem preferencial de ânions CO_3^{--} para a polpa. O número de centros ativos na superfície é aumentado, o mesmo ocorrendo com adsorção do coletor. A ocorrência destes dois efeitos simultâneos permite a flotação seletiva da calcita. A cinética de dissolução e o estabelecimento do equilíbrio iônico do sistema indicam ser o ácido fosfórico o mais adequado para promover o ambiente ácido necessário.

Mitzmager et al. (8) concluíram que o uso do fosfato monossódico (NaH_2PO_4) na flotação de um minério fosfático de Israel, aumenta significativamente a seletividade na flotação da calcita com ácidos graxos, favorecendo tanto a depressão da apatita, quanto a ativação da calcita. A depressão dos minerais de fósforo com o uso de sais de fosfato solúveis é atribuída principalmente a dois efeitos paralelos: o primeiro seria a adsorção de fosfato dicálcico ($CaHPO_4$) molecular, precipitado da solução, sobre a superfície dos minerais de fósforo; esse recobrimento, de natureza hidrofílica, é o responsável pela depressão. O segundo seria o ataque da superfície da calcita pelo ambiente ácido e o consequente desprendimento de CO_2 impedindo a depressão, conforme a reação:



O Bureau of Mines (USA) desenvolveu processo de separação de dolomita dos fosfatos da Flórida, através de flotação reversa. Basicamente, o processo consiste numa atrição em "scrubber", moa-

gem em malha 60 (0,21 mm), ou mais fino, e destamagem em malha 400 (0,037 mm). Procura-se flotar a dolomita usando-se sabões de ácidos graxos como coletor, óleo de pinho como espumante e ácido fluorsilícico como depressor dos fosfatos. O processo foi testado em planta piloto de 30 Kg/h (9 e 10).

R. Houot et al. (11) estudaram o uso de aminas anfóteras, cuja principal característica é a de apresentar comportamento de ácido ou de base, dependendo do pH da polpa. Assim, se o pH for ácido, o coletor terá comportamento catiônico e, se básico, aniônico. O controle da espuma é feito com óleo combustível e silicato de sódio. A rota principal estudada consistiu na flotação reversa da apatita, procurando-se deprimir os fosfatos e flotar os minerais carbonáticos e a sílica, inicialmente em pH natural da polpa (básico) e depois em pH ao redor de 5. Além disso, foram testadas algumas rotas alternativas: após a flotação do carbonato fino, o fosfato era flotado diretamente, eliminando-se a sílica e os carbonatos grossos, que permaneciam no deprimido. Outra variante foi flotar diretamente os fosfatos e carbonatos e, em seguida, submeter este pré-concentrado a uma etapa reversa, deprimindo os fosfatos.

Foram testadas diversas condições e procurou-se comparar os resultados obtidos com o uso de ácidos graxos com os coletores anfóteros. Os minérios ensaiados com esses reagentes procediam de: Kalaa Djerda e Sra El Quertane (Tunísia); Sidi Daoui (Marrocos); Abu Tartur (Eqito); Hardee County (USA).

O minério de Kalaa Djerda contém calcita e dolomita, com uma grande fracção argilosa e quartzo formando a ganga. O fosfato apresenta granulometria de aproximadamente 125 um. Para os ensaios, esse material foi cominuído e submetido a atrição.

O minério de Sidi Daoui é de alto teor (33 a 34% P₂O₅). Apre-

senta-se inconsolidado, não necessitando de cominuição. Possui preponderante fração argilosa que exige uma atrição prévia. Uma fase de calcita bem cristalizada e fosfatos. Os minerais mostram-se liberados.

O depósito de Abu Tartur possui dolomita romboédrica neoformada. Apresenta fosfatos com pirita como endoganga. Apenas a fração menor que malha 150 (0,105 mm) necessita de beneficiamento, já que a sílica e a dolomita se concentram nessa fração. Para eliminar a argila, que aparece em quantidade, é necessário uma atrição prévia.

O minério de Sra El Quertane apresenta baixos teores, da ordem de 12% P2O5. A ganga é constituída de sílica livre, argilas, carbonatos (calcita e dolomita) que se concentram em frações granulométricas distintas: maior que malha 100 (0,15 mm) e menor que malha 250 (0,60 mm).

Hardee County apresenta paraquênese clássica com contaminações de minerais magnesianos. Através de deslamagem e atrição, elimina-se grande parte desses contaminantes. A flotação foi testada para as frações entre 0,1 e 0,6 mm.

Os coletores anfóteros usados nos ensaios desenvolvidos por Houot, recebem o nome comercial de Cataflot e são produzidos pela Ceca S. A.. Estes coletores possuem os ácidos alquil amino propiônico, alquil propileno diamino propiônico, alquil dipropileno triamino propiônico e o alquil dipropileno triamino dipropiônico entre outros.

Os resultados obtidos com o minério de Kalaa Djerda demonstraram que os concentrados obtidos com o uso de ácidos graxos como coletor não apresentaram teores superiores a 30% P2O5. Já com o uso do Cataflot os teores foram mais elevados. Segundo o autor supra citado, a variável mais importante na obtenção desses

resultados deve-se a melhor performance do coletor anfótero no processo. A concentração do fosfato ocorreu com maior facilidade nos minérios inconsolidados do que em rocha fresca. A flotação com aminas anfóteras não foi adequada ao tipo de minério que contém predominantemente calcita bem cristalizada. Portanto, na separação calcita e apatita, os reagentes anfóteros somente mostraram-se mais eficientes do que os ácidos graxos quando os minérios não apresentam calcita bem cristalizada.

Os resultados obtidos com o minério de Abu Tartur demonstraram que, tanto com o uso de ácidos graxos, quanto com aminas anfóteras, a flotação apresentou seletividade, observando-se melhores resultados nos testes realizados com as aminas.

Os dois métodos que apresentaram os melhores resultados para o minério de Sra El Quertane foram baseados na flotação direta dos fosfatos. As características anfóteras do coletor não foram aproveitadas.

Os ensaios realizados com o material de Sidi Daoui também demonstraram que é mais fácil concentrar minério com maior proporção de fosfato inconsolidado. Nesse caso, ficou igualmente demonstrado que o reagente não é adequado a minérios que contêm calcita bem cristalizada, como já havia sido referido anteriormente.

Em resumo, a flotação de minérios de fosfato com coletores anfóteros apresentou resultados positivos, especialmente com minérios ricos e inconsolidados. O processo é bastante sensível a moagem e a deslamagem. Também a granulometria e as faixas onde se acumulam as espécies minerais presentes são fundamentais. A sílica, por exemplo, somente é eliminada por esse processo quando se concentra nas frações finas. No entanto, se estiver contida nas frações grosseiras, será necessário um estágio de pré-concen-

tração, fazendo-se uma flotação direta dos fosfatos para eliminá-la.

A seletividade natural do coletor anfótero Cataflot foi, segundo o autor, suficiente para a flotação seletiva, dispensando o uso de depressores, exceto controladores de pH e antiespumantes. Em geral, foi usado apenas um coletor.

Bibawy et al. (4) estudaram a flotação de fosfatos contendo dolomita da jazida de Abu-Sheqilla (Mar Vermelho), pertencente à "Red Sea Phosphate Company", no Egito. A mineralogia básica desse depósito é formada por francolita granulada ou em pedaços, além de carbonatos (calcíticos e dolomíticos), colofana e quartzo.

Nas tentativas de flotação reversa dos fosfatos de Abu Shegilla, o uso do ácido ortofosfórico como depressor mostrou-se inadequado. Observou-se que, com dosagens de ácido variando entre 0 a 5 Kg/t de minério, não foi possível deprimir satisfatoriamente os fosfatos. Com cerca de 2 Kg/t foi obtido a melhor relação recuperação/teor, porém ainda insuficiente. Na flotação aniônica estudada anteriormente, ficou demonstrado que o uso de uma mistura de sulfato de alumínio e tartarato de potássio provocava uma depressão dos fosfatos. Foram testadas várias misturas desses componentes, em diferentes proporções. Prepararam-se misturas de sulfato e tartarato na proporção de 1:2 e, adicionando-se desta cerca de 0,3 Kg/t de minério, obteve-se o menor teor de magnésio no concentrado de fosfato e a máxima eficiência na flotação. Adições maiores implicaram na depressão dos carbonatos, tornando os teores de fosfato, no concentrado fosfático, mais baixos.

O pH tem papel fundamental no processo e os melhores resultados foram obtidos com valores entre 7,5 e 8,0. Valores abaixo destes tornaram a flotação dos carbonatos insuficiente e acima os fosfatos começam também a flotar. O coletor utilizado nesses

ensaios foi oleato de sódio. Os resultados de diferentes dosagens mostraram que adições de coletor da ordem de 0,6 Kg/t de minério apresentavam os melhores resultados. Com acréscimos maiores ocorria uma queda na recuperação de fosfato com perda sensível de seletividade.

Lawver et al. (12) fizeram um estudo visando reduzir o teor de magnésio em concentrados de fosfato da Flórida. Genericamente, todos os fosfatos sedimentares da Flórida, denominados fosforitas, são constituídos por minerais de fósforo, argila e carbonatos (principalmente dolomita substituindo a apatita).

Essa indústria vem produzindo concentrados de alta qualidade com teores máximos 0,5% MgO. As imensas reservas presentes permitiriam continuar suprindo aproximadamente um terço das necessidades mundiais, por centenas de anos, nos atuais níveis de produção. No entanto, nem toda reserva contém baixos teores de magnésio, e obter tais concentrados com teores inferiores a 1% MgO exigirá desenvolvimento de novas técnicas de beneficiamento. Como estes concentrados são usados principalmente para a fabricação de ácido fosfórico, há interesse de reduzir ao máximo a quantidade de carbonatos presentes, visando diminuir o consumo de ácido sulfúrico. Além disso, a presença de magnésio aumenta a viscosidade do produto, o que dificulta sobremaneira as operações subsequentes necessárias à separação do ácido fosfórico produzido, do gesso gerado como sub-produto nesta fabricação.

No beneficiamento, o minério é classificado em frações granulométricas, onde as maiores que malha 16 (1 mm), recebem apenas uma "lavração" para retirada dos finos e constituem produto final.

As frações menores são deslamadas na malha 150 (0,1 mm) e seguem para outras etapas de beneficiamento, que é feito por flotação. Esta etapa consiste basicamente na eliminação da síli-

ca. No minério onde é elevada a quantidade de dolomita, presente em maior quantidade em determinadas regiões da jazida, torna-se necessário executar posteriormente uma separação adicional.

Nos Estados Unidos, a separação da sílica dos concentrados fosfáticos, por flotação catiônica reversa, vem sendo feita, com sucesso, desde a década de 40. Esse processo se aplica com eficiência para partículas menores que a malha 28 (0,59 mm).

Para a determinação dos reagentes mais adequados para a flotação, foram selecionados diversos tipos como os ácidos graxos e seus sabões de sódio, alquil sulfonatos de sódio entre outros. Para isso, separaram-se algumas amostras de dolomita e de francolita que foram moídas abaixo das malhas 35, 48 e 65. Foram compostas amostras artificiais combinando-se diferentes proporções dos vários minerais para se obter materiais de diversos teores de magnésio.

Os testes foram realizados numa célula Denver de bancada com capacidade para 200 g de material, inicialmente com material abaixo de malha 48, com adição de vários coletores, com e sem depressor e controle de pH entre 5,6 a 6,2 com ácido sulfúrico.

O coletor da dolomita não foi citado pelo autor, que alega pendência de patente. Como depressor dos fosfatos utilizou-se o hexametáfosfato de sódio e o trifosfato de sódio, em dosagens da ordem de 1 Kg/t de minério.

Diversos estudos de flotação foram realizados com o minério da jazida de Itataia, Ceará. Foram executadas exaustivas tentativas utilizando o processo desenvolvido pelo professor Paulo Abib Andery, porém não foram obtidos resultados positivos.

Aquino et al. (13) passaram a estudar rotas alternativas de flotação. Inicialmente, foi feita uma caracterização tecnológica do minério a partir de uma amostra de 250 t, que foi moída e

deslamada, obtendo-se um produto entre 0,210 e 0,010 mm. A composição mineralógica foi determinada por contagem de grãos em lâmina delgada, ao microscópio. Observou-se a predominância de apatita e calcita e a presença significativa de feldspato, argila (sericita) e quartzo.

Inicialmente foram realizados ensaios em tubo de Hallimond. Em seguida, passou-se para célula de flotação de bancada, tipo Denver, dotada de controlador de nível de polpa e raspador mecânico para coleta do flotado. Posteriormente, passou-se para uma planta piloto completa com capacidade para beneficiar cerca de 150 Kg de minério por hora.

Para execução dos ensaios foram usados os seguintes reagentes:

"tall oil" - tipo Liacid 2915 da Nuodex S/A,

"collamil" - Refinações de Milho Brasil,

silicato de sódio - grau técnico,

ácido fosfórico - grau técnico e

hidróxido de sódio em escamas - tipo comercial.

Os ensaios em tubo de Hallimond foram realizados com misturas artificiais compostas de calcita e apatita puras, na proporção 1:1, preparadas a partir de fragmentos selecionados, moídos e classificados entre malha 100 e 150 (0,15 e 0,10 mm). Nos ensaios com as misturas artificiais ficou demonstrado claramente a diferença de comportamento dos dois minerais: em pH abaixo de 7 há nítida tendência de flotar a calcita e da apatita permanecer deprimida, com o pH ao redor de 5 a diferença se torna ainda mais evidente. Muito embora os resultados obtidos em tubo de Hallimond devam ser interpretados com cautela, devido às condições do método, pois trabalha-se com espécies minerais puras, em quantidades diminutas e em condições completamente diferentes daquelas observadas numa planta industrial, as inferências obtidas são de

extrema importância. Pôde-se, assim, obter uma explicação para os resultados desfavoráveis obtidos quando da aplicação do método de flotação direta para o minério de Itataia. Na flotação direta, opera-se com pH ao redor de 10 a 11, faixa em que o comportamento da apatita e da calcita de Itataia são muito similares, dificultando a flotação seletiva, conforme demonstrado por Assis et al. (16).

Em resumo, os testes de flutuabilidade em tubo de Hallimond, utilizando ácido clorídrico, como regulador de pH e oleato de sódio como coletor, demonstraram a seletividade entre os minerais na faixa de pH ácido, sendo a calcita flotada e a apatita deprimida. Com a utilização do ácido ortofosfórico os resultados metalúrgicos são superiores, obtendo-se um concentrado de apatita e outro de calcita mais puros e com melhores recuperações. Em seguida, os melhores resultados metalúrgicos foram obtidos com os ácidos clorídrico e sulfúrico, nessa ordem. Independentemente do tipo de ácido utilizado, os teores de P₂O₅ no concentrado de apatita são crescentes até pH 6.

O estudo em célula de bancada foi realizado com material produzido na usina piloto de beneficiamento da Nuclebrás. O minério, após a moagem em moinho de barras, foi deslamado em ciclone de 2 1/2 pol em 0,010 mm. O material após a secagem foi homogeneizado e enquantado em alíquotas de 2 Kg cada, destinados aos ensaios de bancada.

Nessa fase, foi feito um estudo sistemático das principais variáveis da flotação:

- dosagem do coletor ("tall oil");
- dosagem dos depressores (colamil e silicato de sódio);
- pH, porcentagem de sólidos, tempo de condicionamento

dos depressores;

- pH, porcentagem de sólidos e tempo de flotação.

A rota de estudo de laboratório incluiu duas flotações: uma direta produzindo um pré-concentrado, em seguida submetido a uma flotação reversa. As duas flotações visavam fornecer um concentrado apatítico através de uma primeira eliminação da sílica que permaneceria no deprimido, flotando-se a apatita e a calcita. Na etapa seguinte, procurou-se flotar os carbonatos e deprimir a apatita.

Os resultados obtidos, com adição de diversos ácidos sem o emprego de coletores, demonstraram claramente a maior eficiência do ácido ortofosfórico na depressão da apatita, confirmando os dados preliminares obtidos nos ensaios em tubo de Hallimond.

Observou-se, também, a grande influência da ordem (da sequência) de adição dos reagentes ao material ensaiado: a adição da mesma quantidade de coletor por massa de alimentação, antecedendo a colocação do ácido ortofosfórico (depressor e regulador de pH), aumenta o teor de P₂O₅ no deprimido e reduz a recuperação. Para a calcita, no flutuado, a recuperação e o teor também aumentam, até determinadas dosagens.

O uso de ácido ortofosfórico sem coletor, em pH ao redor de 5,5, permitiu a obtenção de concentrado de apatita com 26% P₂O₅ e recuperação de 94%. No deprimido obteve-se concentrado de calcita com 87% CaCO₃ e recuperação de 52%. Maiores adições de coletor na flotação reversa elevam o teor de P₂O₅, porém com perda de recuperação.

Os balanços de massas e metalúrgico mostram que a etapa de flotação direta é eficiente apenas na eliminação da ganga silicatada, mantendo elevado teor de carbonatos no concentrado apatítico. Com a introdução da flotação reversa consegue-se obter um

bom nível de seletividade entre a apatita e a calcita. A seletividade dessa separação, com a utilização do ácido ortofosfórico, foi superior quando comparada com as obtidas com os ácidos sulfúrico e clorídrico. Aparentemente, o ácido ortofosfórico permite maior estabilidade do pH e melhor formação da espuma. Presume-se que a depressão da apatita não se deve exclusivamente a presença de espécies provenientes da dissociação do ácido ortofosfórico, mas também ao ambiente ácido criado (3).

Foi investigada, também, a utilização do ácido fluorsilícico e do tartarato de sódio e potássio somado ao sulfato de alumínio como depressores da apatita. Observou-se, porém, resultados inferiores àqueles obtidos com o ácido ortofosfórico.

O processo desenvolvido permitiu que fossem obtidos em laboratório, concentrados fosfáticos com teores de 32,2% P₂O₅. Os testes em escala piloto confirmaram os resultados de laboratório, produzindo concentrados contendo 32,7% P₂O₅, com recuperação global de 77,6%, sendo que a recuperação na flotação foi próxima de 90%.

5. DESCRIÇÃO DO PROCESSO DA SERRANA

A Serrana S. A. de Mineração vem explorando o carbonatito de origem ígnea do depósito alcalino denominado Morro da Mina em Jacupiranga. Como principais produtos, tem-se apatita para a produção de fertilizantes e outros produtos à base de fósforo e calcita para a fabricação de cimento. Na tabela 5.1, pode-se ver a composição mineralógica média deste depósito. A proporção entre minério calcítico e dolomítico é de aproximadamente 4:1.

O minério dolomítico apresenta-se menos tenaz e, portanto, mais fácil de moer. Outra característica desse minério é que a apatita presente pode ser concentrada por flotação com maior facilidade do que a presente no minério calcítico.

A britagem do minério é feita em dois estágios, sendo o primeiro em britador giratório em circuito aberto e o segundo em re-britadores cônicos, em circuito fechado com peneiras, limitando o material a 38 mm (1 1/2").

Em seguida, o minério é homogeneizado em duas pilhas paralelas através de "stacker" e retomado por retomador de placas, sendo, então, levado à planta de beneficiamento.

Existem duas usinas de concentração denominadas Usina 310 e Usina 320. A Usina 310 é a pioneira em Jacupiranga, tendo sido instalada para o beneficiamento do minério residual que no início da lavra recobria a atual jazida. Essa usina sofreu sucessivas modificações para operar com o minério primário, com o qual vem operando até hoje. Essas modificações atualmente permitem beneficiar 100 t/h de minério dolomítico.

A Usina 320 constitui a principal planta de concentração. Nos diversos anos em que vem operando sofreu uma série de modificações e atualmente a capacidade de moagem é de 550 t/h de minério

TABELA 5.1 - Composição mineralógica média do depósito de Jacupiranga

MINERAL	QUANTIDADE (%)
APATITA	12
CALCITA	57
DOLOMITA	21
MAGNETITA	7
FLOGOPITA	2
OUTROS	1
TOTAL	100

calcítico ou 610 t/h para minério dolomítico, aproximadamente.

Devido a maior facilidade de concentração do minério dolomítico, a Usina 310 (que opera quase que exclusivamente com este minério) produz concentrado com teor de aproximadamente 38,0% P2O5. A Usina 320, operando com minério calcítico, produz concentrado com teor médio de 35,5% P2O5.

Pode-se ver na tabela 5.2 a distribuição granulométrica típica do material que alimenta as usinas.

O minério é encaminhado para a moagem, que é feita em cinco linhas paralelas. Cada linha é composta de moinho, separador magnético e ciclone, conforme mostrado na figura 5.1. Os moinhos são de barras e operam em circuito fechado. Devido à sua tenacidade, alta densidade e dureza, a magnetita tende a ficar retida na carga circulante do moinho, aumentando o desgaste e reduzindo a capacidade da moagem. Para tentar sanar este problema, o circuito possui separadores magnéticos operando em contra-corrente instalados entre a moagem e os hidrociclones.

Os hidrociclones de classificação da moagem são do tipo CBC (fundo "chato"), operam a altas concentrações de sólidos e baixas pressões na alimentação, para permitir cortes relativamente grosseiros, com cerca de 22 a 25% de material retido na malha 48. Em seguida, o material é deslamado em quatro estágios de ciclonagem, como mostrado na figura 5.2, que procuram eliminar a fração menor que 30 um (lamas) separando o produto deslamado em duas frações, uma grossa e outra fina.

Ainda na figura 5.1 é apresentado o balanço de massas e metalúrgico, bem como as recuperações calculadas são mostradas na tabela 5.3. A distribuição granulométrica do produto da moagem é apresentada na tabela 5.4.

Essas frações são então condicionadas separadamente com o

TABELA 5.2 - Distribuição granulométrica da alimentação da moagem

TAMANHO (μ)	% MASSA RETIDA	
	SIMPLES	ACUMULADA
25400	10	10
19050	18	28
12700	13	41
6350	16	57
2380	11	68
297	16	84
149	5	89
44	6	95
-44	5	100

FIGURA 5.1 - Fluxograma do circuito de moagem da Usina 320 (5 linhas em paralelo)

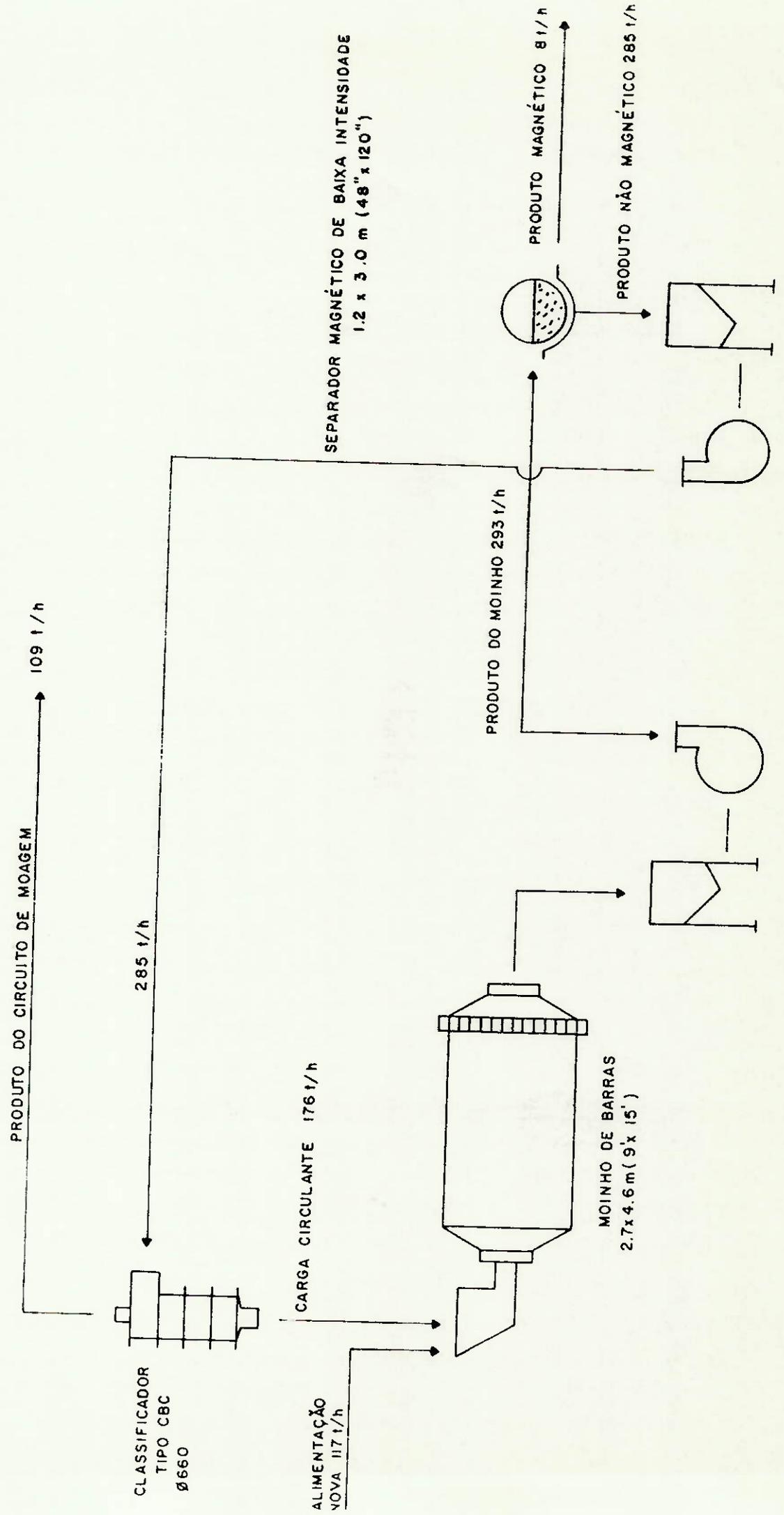
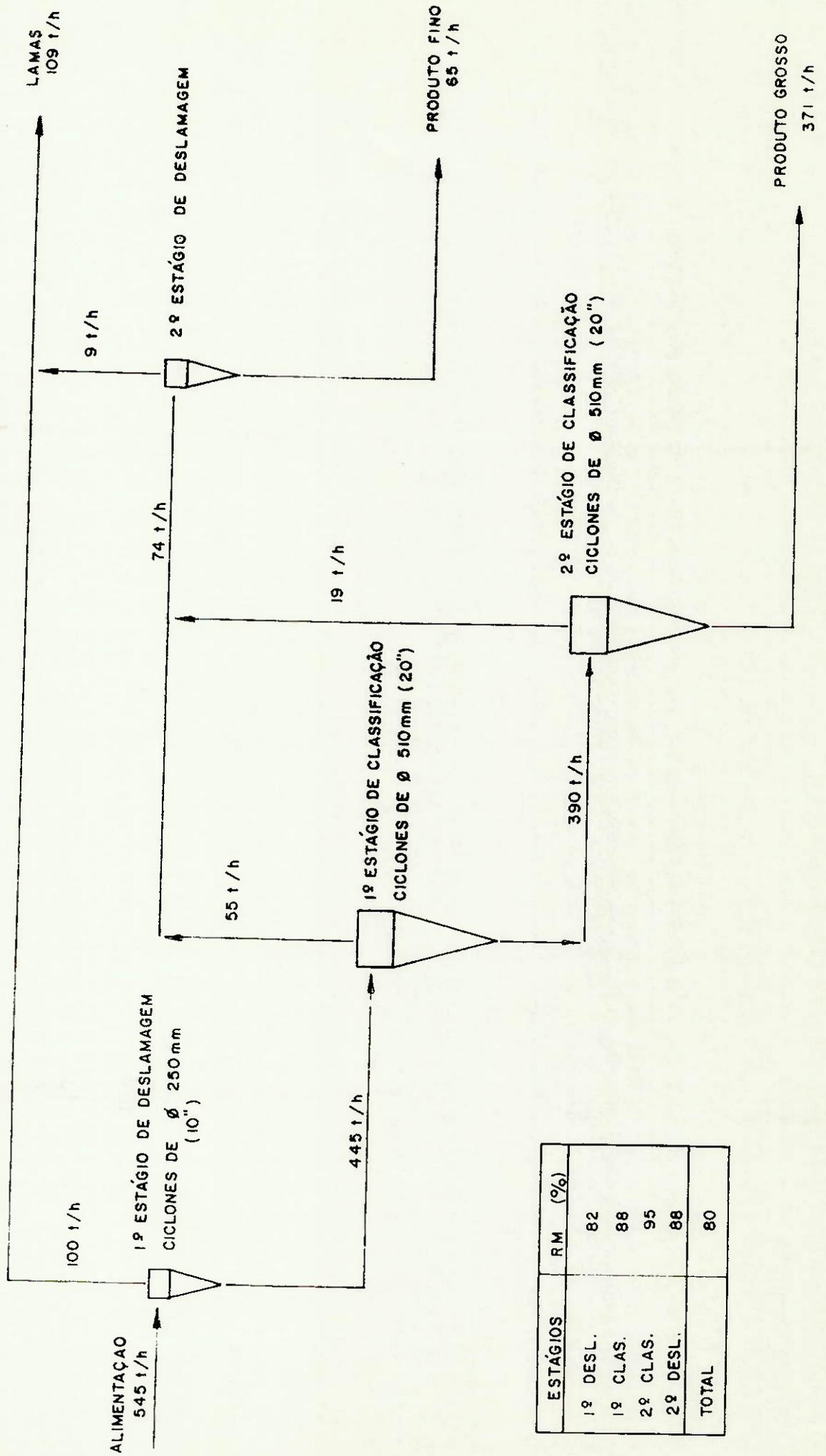


FIGURA 5.2 - Fluxograma do circuito de deslamagem da Usina 320



ESTÁGIOS	RM (%)
1º DESL.	82
1º CLAS.	88
2º CLAS.	95
2º DESL.	88
TOTAL	80

TABELA 5.3 - Balanço de massas e metalúrgico e recuperações de processo da Usina 320

PROCESSO	PRODUTO	MASSA (t/h)	P2O5 (%)	REC (%)	RMET (%)
MOAGEM	ALIM. DESL.	585,0	5,3	100,0	100,0
DESMAG.	NÃO MAG.	544,1	5,6	93,0	98,0
DESLAM.	MAT. DESL.	476,8	6,1	80,0	87,0
FLOTAÇÃO	CONC. FOSF.	64,4	35,8	15,0	88,0
	CONC. CALC.	371,4	1,0	63,5	2,1

TABELA 5.4 - Distribuição granulométrica do produto da moagem da Usina 320

TAMANHO (μ)	MALHA (TYLER)	% RETIDA	
		SIMPLES	ACUMULADA
297	48	25	25
149	100	27	52
44	325	24	76
-44	-325	24	100

depressor. Em seguida, juntam-se estas fracções que constituirão a alimentação da flotação. O coletor ("tall oil") é adicionado nas células de flotação. As principais características da alimentação da flotação podem ser vistas na tabela 5.5.

O circuito de flotação da Serrana pode ser dividido em dois tipos, de acordo com as características das células de flotação: circuito mecânico formado por células mecânicas e circuito pneumático de células pneumáticas. O conjunto de células mecânicas, conforme mostrado na figura 5.3, apresenta circuito convencional com "rougher" e "scavenger", seguido de dois estágios "cleaner". É formado principalmente por células de 1,7 m³ e beneficia cerca de 65% da massa alimentada. Esse conjunto é constituído de:

- 8 bancos "rougher" de 3 células,
- 8 bancos "scavenger", sendo 6 bancos de 4 células e 2 de 5 células,
- 2 bancos "cleaner" de 5 células e
- 2 bancos "re-cleaner" de 3 células.

O circuito de células pneumáticas, conforme mostrado na figura 5.4, é formado de duas células ("rougher" + "scavenger") de 37 m³ cada, desenvolvidas e patenteadas pela Serrana. Beneficia cerca de 35% da massa alimentada na flotação. Apresenta como principal vantagem recuperação metalúrgica 3% maior que o conjunto mecânico, aproximadamente.

Os reagentes utilizados na flotação são:

- amido de milho (Refinações de Milho Brasil),
- soda cáustica,
- "tall oil".

O consumo médio de reagentes do processo pode ser visto na tabela 5.6. A flotação gera dois produtos: o concentrado de fosfato no flutuado e o concentrado de carbonatos no deprimido.

TABELA 5.5 - Distribuição granulométrica e teor de P2O5 por faixa granulométrica da alimentação da flotação (material deslamado)

TAMANHO (μ)	MALHA (TYLER)	% RETIDA		P2O5	
		SIMPLES	ACUMULADA	TEOR (%)	DISTRIB. (%)
420	35	17	17	2,0	6,0
297	48	10	27	4,5	7,0
149	100	33	60	7,3	40,0
44	325	30	90	7,8	38,0
-44	-325	10	100	5,4	9,0
TEOR MÉDIO DE P2O5 DA AL. DA FLOTAÇÃO =				6,1	

FIGURA 5.3 - Fluxograma do circuito de flotação mecânica da Usina 320

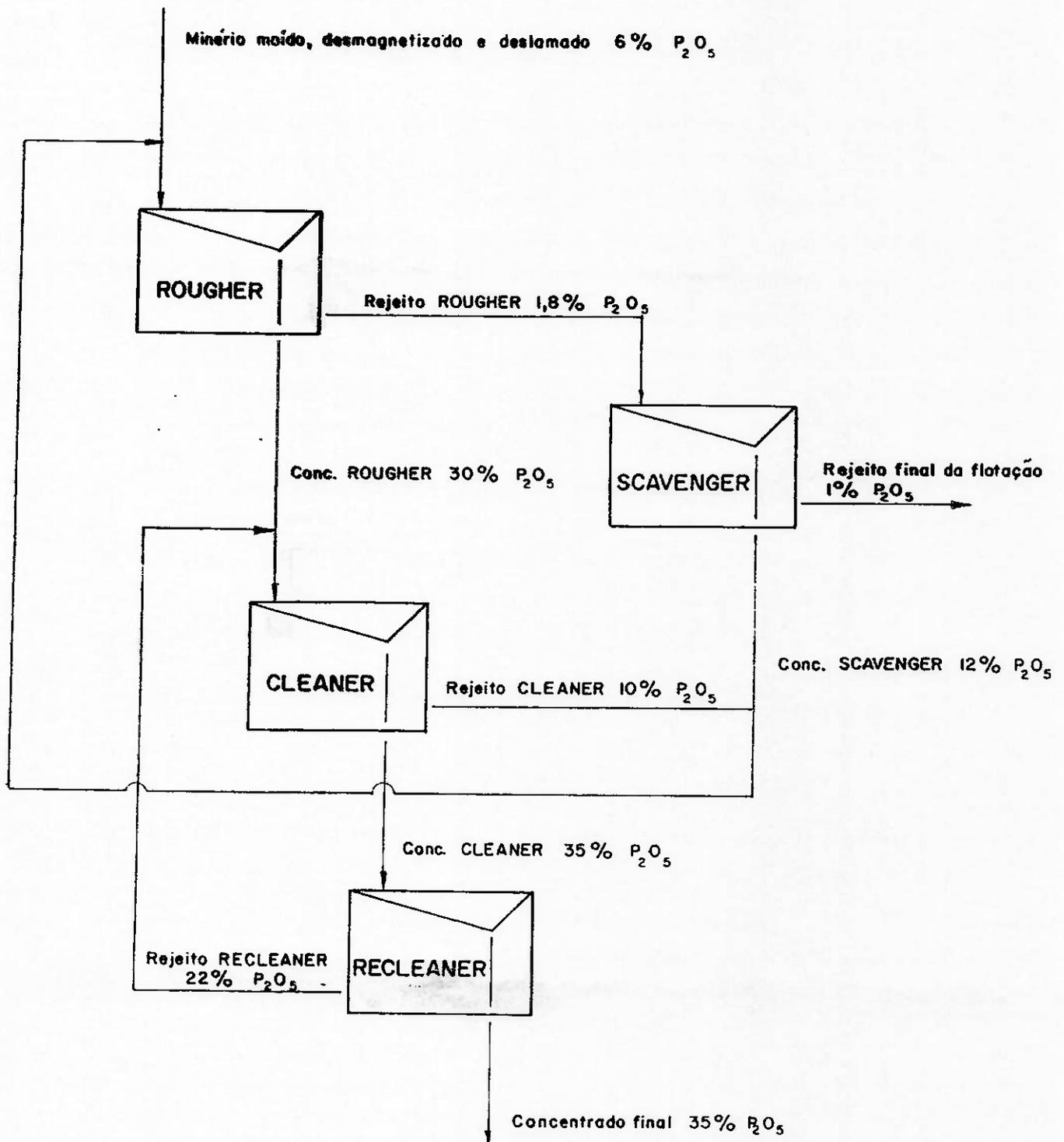


FIGURA 5.4 - Fluxograma do circuito de flotação pneumática

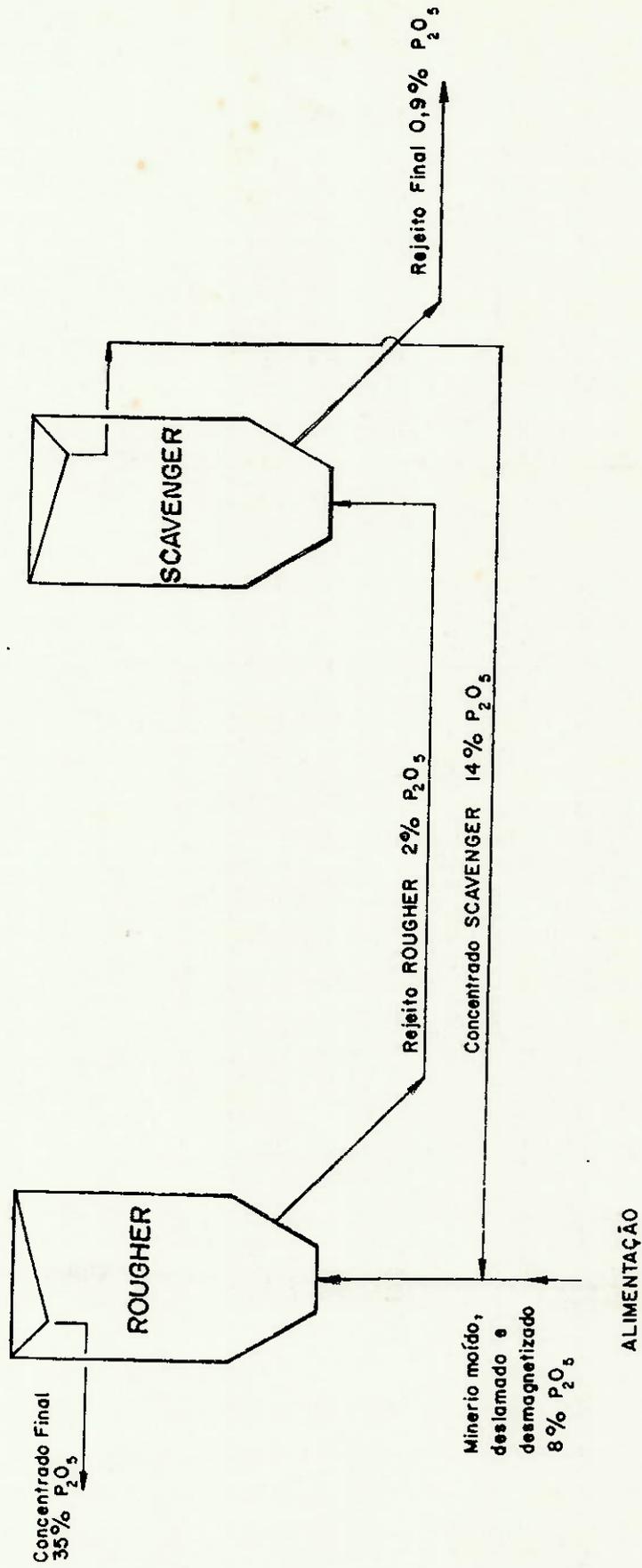


TABELA 5.6 - Consumo específico de reagentes na Usina 320

REAGENTE	CONSUMO * (g/t)
AMIDO DE MILHO	95
SODA CAUSTICA	160
"TALL-OIL"	40

* Consumo em gramas de reagente por tonelada de minério alimentado na Usina

6. CONFECÇÃO DE PADRÕES PARA ENSAIOS DE FLOTAÇÃO REVERSA

Para a execução dos ensaios de dupla flotação optou-se pela preparação prévia de material em quantidade suficiente, através de flotação direta. Adotou-se esse procedimento pois permitiria maior facilidade de execução com a realização de apenas um ensaio em laboratório, havendo melhor reprodutibilidade nos testes, pois ter-se-ia uma alimentação homogênea, conhecida e em quantidade, possibilitando maior controle do processo.

Além disso, como o material a ser estudado apresentava baixo teor, caso se optasse por realizar as duas flotações em laboratório (uma direta para produzir o pré-concentrado para a etapa de flotação reversa) a quantidade de concentrado que poderia ser obtido na primeira flotação, em célula de bancada, seria muito pequena. Isso obrigaria a realização de várias flotações diretas para produzir material suficiente para a segunda etapa. O controle tornar-se-ia difícil principalmente porque o coletor utilizado não pode ser diluído sem alterar suas características. Como a adição do coletor foi feita em gotas, torna-se necessário amostras mínimas de minério para evitar dosagens excessivas.

Com o objetivo de gerar material padrão para os estudos foi posto em operação um banco semi-industrial. Esse é formado por três estágios de flotação direta (dois de recuperação e um de limpeza), para o preparo de pré-concentrado de apatita. Todas as análises químicas foram executadas nos próprios laboratórios da Serrana.

Estabeleceu-se que a geração dos mesmos seriam nos teores próximos de 26,28 30 e 32% P2O5. Esses teores foram escolhidos em função de serem muito próximos daqueles que poderiam ser obtidos em um único estágio de flotação direta ("rougher"). Além disso,

permitiriam maximizar a recuperação de fosfato na etapa direta e poderiam gerar, no deprimido, concentrado calcítico com baixíssimos teores de fósforo. Devido à dificuldade de se obter os concentrados nos teores exatos, foi necessário gerar materiais com teores próximos do desejado, para combiná-los posteriormente. Na tabela 6.1 estão relacionados os diversos teores de pré-concentrados obtidos na operação do banco semi-industrial. A mistura e composição destes, conforme mostrado na tabela 6.2, permitiu obter cerca de 150 Kg de material padrão de cada teor. Além disso, coletou-se, também, 50 Kg da alimentação da flotação piloto como contra-amostra, para arquivo possibilitando eventuais verificações e para análise.

Realizaram-se análises químicas de verificação com o material padrão obtido da combinação adequada dos vários pré-concentrados gerados na operação do banco. Depois de confirmados os teores, conforme os resultados mostrados na tabela 6.3, os materiais-padrão foram secados em estufa ou ao sol, com o extremo cuidado de não se ultrapassar 55 °C para evitar possíveis alterações na superfície dos minerais que poderiam implicar em resultados pouco confiáveis. Uma vez secos, os materiais foram homogeneizados em pilhas, que foram retomadas e refeitas três vezes.

Executaram-se, também, análises granulométricas dos materiais-padrão e não foram observados quaisquer problemas de segregação de partículas por tamanho, conforme mostram as tabelas 6.4.1 e 6.4.2 e a figura 6.1.

Foi feita, em seguida, uma análise química completa da alimentação do banco semi-industrial, conforme mostrado na tabela 6.5. Comparando-se estes resultados com dados de arquivo da Serrana, verificou-se que o material de alimentação do banco semi-industrial, que constituiu o ponto inicial da parte experimental dessa

pesquisa, era representativo, já que foi obtido na Usina 320 que operava de acordo com as condições padrão no dia da tomada da referida amostra. No anexo 1 estão indicadas as condições operacionais desta usina no dia da preparação do material.

TABELA 6.1 - Concentrados obtidos no banco de flotação direta para preparação do material padrão

CONCENTRADO	TEOR DE P2O5 (%)
1A	24,4
1B	26,1
2A	32,7
2B	33,6
3A	36,9
3B	36,3
4A	28,3
4B	29,7
5A	22,4

TABELA 6.2 - Combinação das amostras adotada para obtenção dos padrões com os teores arbitrados

TEOR DE P2O5 (%)	AMOSTRA	MASSA (Kg)
26	5A	76,0
	4B	74,0
28	5B	71,8
	2B	78,2
30	3B	70,6
	1A	79,4
32	3A	64,5
	4A	85,5

TABELA 6.3 - Análise química de três padrões de cada teor coletados aleatoriamente para verificação dos teores pré-determinados

ANÁLISE DE P2O5		
TEOR ESPERADO (%)	TEOR ANALISADO (%)	VARIAÇÃO (*) (%)
26,0	26,5	1,9
26,0	26,0	0,0
26,0	25,9	-0,4
28,0	28,2	0,7
28,0	28,9	3,2
28,0	28,1	0,4
30,0	29,9	-0,3
30,0	29,4	-2,0
30,0	30,3	1,0
32,0	32,3	0,9
32,0	32,2	0,6
32,0	31,8	-0,6

(*) CÁLCULO DA VARIAÇÃO:

$$\text{VARIAÇÃO} = \frac{\text{TEOR OBTIDO} - \text{TEOR ESPERADO}}{\text{TEOR ESPERADO}} \times 100\%$$

TABELA 6.4.1 - Análise granulométrica da alimentação da flotação

MALHA (Tyler)	% PESO	% ACUMULADA
35	18,0	18,0
48	10,3	28,3
65	16,5	44,8
100	15,5	60,0
150	9,6	69,9
200	7,8	77,7
325	13,0	90,7
-325	9,3	100,0

TABELA 6.4.2 - Análise granulométrica dos padrões obtidos

MALHA (TYLER)	PADRAO											
	26%			26%			30%			32%		
	RET. %	R.AC. %										
35	1,8	1,8	1,5	1,5	1,0	1,0	0,9	1,0	0,9	0,9	0,9	0,9
48	4,4	6,2	4,1	5,6	4,3	5,3	2,8	5,3	2,8	3,7	3,7	3,7
65	12,0	18,2	10,9	16,5	12,2	17,5	12,0	17,5	12,0	15,7	15,7	15,7
100	13,8	32,0	19,0	35,5	17,0	34,5	10,4	34,5	10,4	26,1	26,1	26,1
150	16,1	48,1	14,7	50,2	20,6	55,1	23,0	55,1	23,0	49,1	49,1	49,1
200	15,2	63,3	13,2	63,4	14,7	69,8	12,8	69,8	12,8	61,9	61,9	61,9
325	16,4	79,7	16,8	80,2	13,7	83,4	18,9	83,4	18,9	80,8	80,8	80,8
-325	20,3	100,0	19,8	100,0	16,5	100,0	19,2	100,0	19,2	100,0	100,0	100,0

FIGURA 6.1 - Distribuição granulométrica da alimentação da flotação e dos padrões gerados

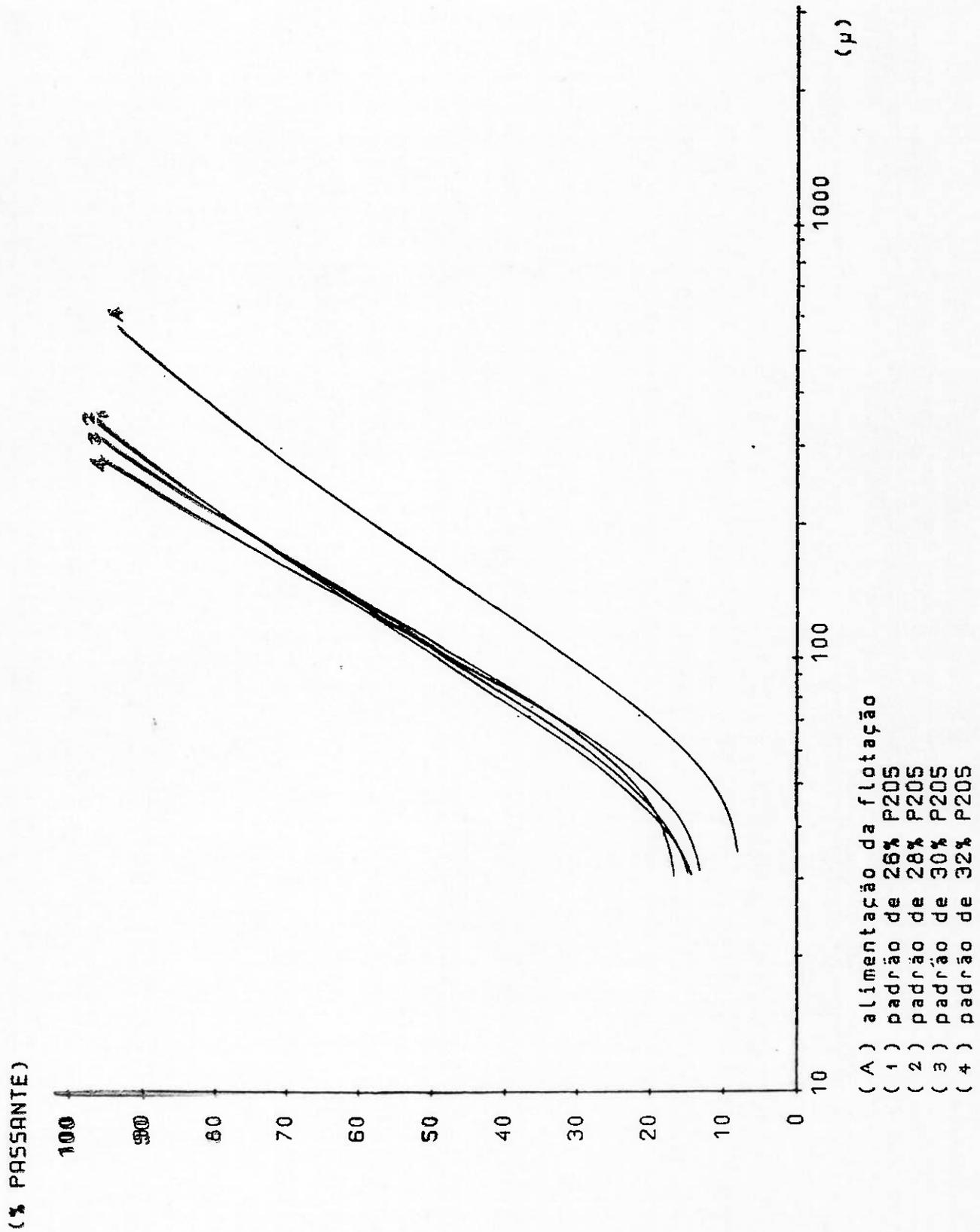


TABELA 6.5 - Análise química da alimentação do banco de flotação

ALIMENTAÇÃO DA FLOTAÇÃO									
ÓXIDO	P2O5	CaO	Na2O	AL2O3	SiO2	MgO	Fe2O3	SO3	K2O
TEOR	5,50	51,55	0,06	0,22	1,85	3,07	1,17	0,40	0,15

7. CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO MATERIAL-PADRÃO VISANDO A FLOTAÇÃO REVERSA

A caracterização tecnológica deve ser a etapa inicial de qualquer trabalho de beneficiamento. O objetivo desta fase foi desenvolver a caracterização tecnológica do material-padrão visando sua utilização no processo de dupla flotação.

Os estudos de caracterização foram desenvolvidos nas instalações do Centro de Tecnologia Mineral da Serrana e constavam das seguintes etapas:

- separação por faixas granulométricas;
- determinação da distribuição granulométrica;
- análises químicas por faixas granulométricas;
- separação densitária;
- análise química por faixa granulométrica e por fração densitária:
 - separação magnética com imã permanente de mão e em separador tipo Frantz das diversas frações granulométricas e densitárias visando a obtenção de espécies puras;
 - estudos ao microscópio de algumas faixas granulométricas;
 - determinações mineralógicas qualitativas e semi-quantitativas por difração de raios X e
 - determinações do ponto isoelétrico (IEP).

7.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA E QUÍMICA POR FRAÇÃO

O estudo da granulometria e a correspondente distribuição química dos teores por faixas foi executado apenas no material-padrão com 26% P205. A escolha recaiu nessa faixa de teor por

considerar-se que, caso essa pesquisa viesse a viabilizar a implantação industrial do processo, esses 26% P205 estavam bem próximos do teor do concentrado "rougher", que poderia ser obtido na primeira etapa de flotação. Esse teor maximizaria a recuperação na primeira etapa do P205 contido e do material calcítico para a produção de cimento.

Além disso, se a escolha recaísse sobre outro padrão, a quantidade de gança presente seria muito pequena, tornando pouco significativos os trabalhos de microscopia.

Para possibilitar os estudos posteriores, optou-se pela preparação de no mínimo 500 g de material de cada faixa granulométrica, nas malhas 35, 48, 65, 100, 150, 200, 270 e 325 da série Tyler, a única disponível no laboratório. Realizou-se um peneiramento preliminar a úmido com baixa precisão, o que permitiu concluir que seria necessário peneirar cerca de 10 Kg de material para obter as 500 g de material supra referido.

Em seguida procedeu-se o peneiramento, que permitiu a obtenção de material separado por faixa. As análises granulométrica e químicas do material padrão de 26% P205 (chamado neste estudo de caracterização de "tal qual") e das frações geradas são apresentadas na tabela 7.1.1.

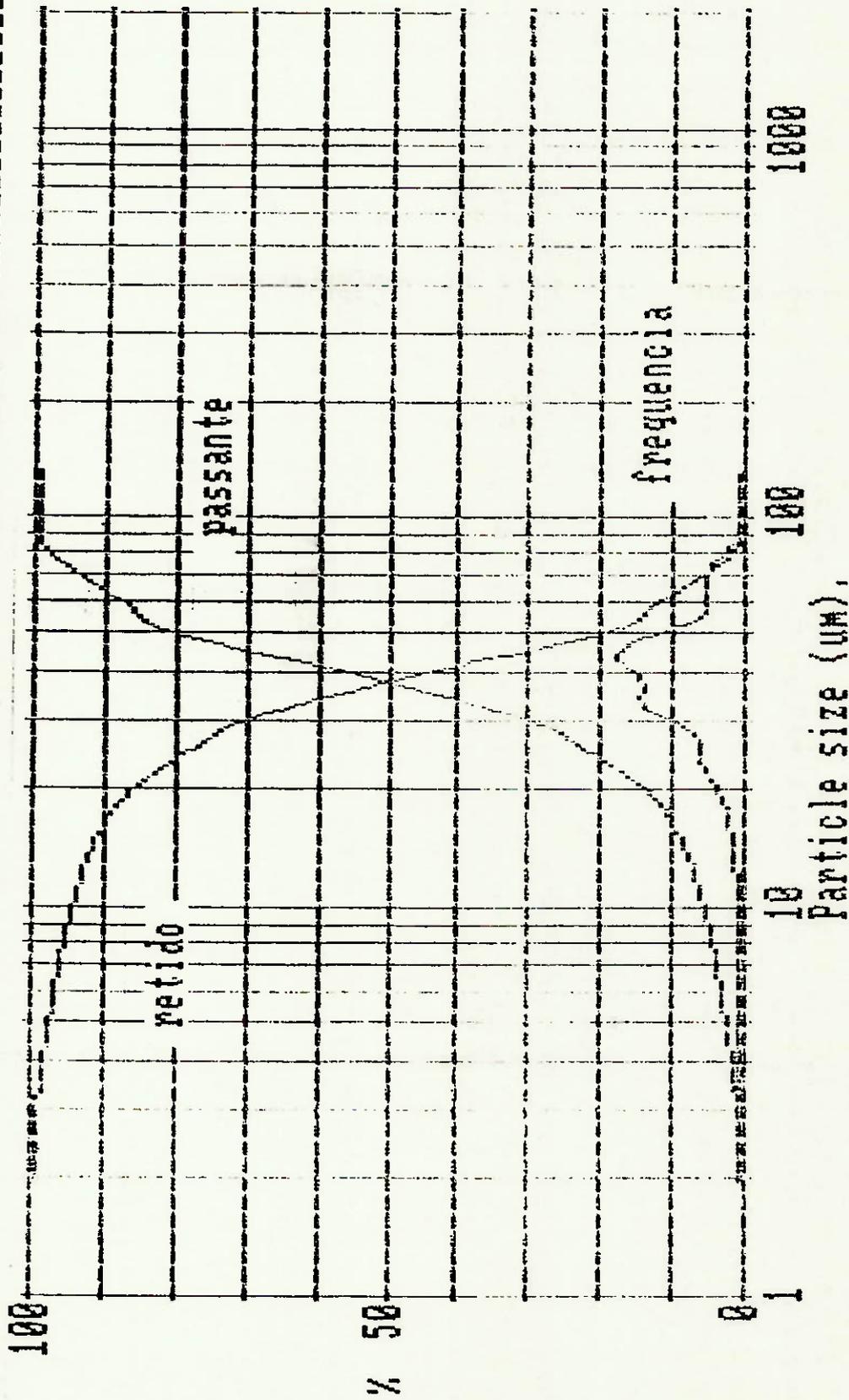
A distribuição granulométrica da fração passante na malha 325 foi determinada por difração de raios laser. O equipamento utilizado foi o analisador de partículas tipo Malvern M 3.0. Para a execução desta análise, adotou-se água destilada e agitação com ultra-som por cinco minutos para auxiliar na dispersão. Baseado na experiência da Serrana, não foram usados reagentes dispersantes uma vez que o material não apresenta uma tendência pronunciada a se aglomerar. O analisador fornece a curva de distribuição, de tamanhos equivalentes dos grãos por porcentagem de mate-

TABELA 7.1.1 - Análise granulométrica e química por fração

MALHA ABERT TYLER	(u)	% MASSA		P2O5	CaO	MgO	SiO2	K2O	Na2O	Al2O3	Fe2O3
		SIMP	ACUM								
48	297	5,4	5,4	35,20	49,82	3,15	3,85	0,96	0,17	1,25	0,49
65	210	9,9	15,3	35,30	52,10	2,17	2,14	0,47	0,16	0,60	0,36
100	149	19,9	35,2	32,90	51,81	2,35	1,84	0,33	0,11	0,49	0,41
150	105	14,6	49,8	29,80	52,18	2,54	1,45	0,28	0,17	0,38	0,36
200	74	14,9	64,7	25,90	51,53	2,88	1,37	0,31	0,15	0,42	0,39
270	53	10,2	74,9	21,70	51,24	3,20	1,41	0,26	0,20	0,34	0,35
325	44	6,5	81,4	18,70	51,39	3,37	1,37	0,18	0,10	0,19	0,37
-325	-44	18,6	100,0	13,30	51,53	3,48	1,33	0,15	0,10	0,15	0,61
"tal qual"		100,0	-	26,00	51,61	2,84	1,68	0,32	0,14	0,42	0,43

FIGURA 7.1.1 - Distribuição granulométrica da fração passante na malha 325

Malvern Instruments MASTER Particle Sizer M3.0 Date 10-06-87 Time 10-53



Sample details: Projeto: Alimentacao da Flotacao Reversa
Codigo: T.3.28-0096/87 <325#
Dispersante: agua destilada, cinco min. com ultra-son

rial passante, conforme mostra a figura 7.1.1. Como o analisador Malvern "conta" as partículas, utilizando como parâmetro o tamanho das esferas equivalentes dos grãos presentes e a análise convencional por peneiramento é baseado na massa, isto implica em descontinuidade entre as curvas obtidas em cada método.

Pode-se observar que o pré-concentrado com 26% P205 é relativamente grosseiro, com menos que 10% da fração passante na malha 325, menor que 10 micra. Isto equivale a dizer que existe menos de 2% do pré-concentrado menor que 10 um, pois existe cerca de 18,6% de material passante em malha 325. Ainda na tabela 7.1.1, tem-se a análise química completa dos diversos constituintes de cada fração. Observa-se claramente que nas frações mais finas o teor de P205 diminui.

Como nas frações mais finas a liberação é quase total (conforme discutido adiante no tópico sobre microscopia), a redução no teor de P205 verificada deve-se muito mais ao arraste mecânico da ganga fina no processo de flotação do que a presença de grãos mistos.

Pode-se notar maior concentração de sílica nas frações grosseiras. A presença de sílica deve-se à existência de micas. Assim, esta concentração deve-se, provavelmente, ao método de separação granulométrica por peneiramento não se adequar bem a minerais placóides, que ficam retidos nas frações grosseiras, devido ao efeito forma.

7.2 SEPARAÇÃO EM MEIO-DENSO

As separações em meio denso visavam, além do conhecimento do comportamento dos minerais numa separação densitária, a obtenção de concentrados de espécies minerais puras de apatita e calcita.

A separação em líquido denso foi realizada por faixa granulométrica, sendo que a fração menor que malha 325 não foi ensaiada, por ser muito difícil obter separações densitárias eficientes através dessa técnica nesta fração. Utilizou-se tetrabromoetano, com densidade 2,95 g/cm³ no qual mica, calcita e dolomita flutuam e olivina, sulfetos, magnetita e apatita afundam. Tentou-se separações com líquidos de outras densidades, porém não foram conseguidas separações satisfatórias. Combinando as separações densitárias e magnéticas, foram obtidos concentrados minerais puros.

Nas amostras de frações mais grossas, retidas na malha 48 e 65, a separação densitária foi feita apenas por gravidade e para as demais utilizou-se centrífuga.

A tabela 7.2.1 resume os dados das diversas separações, com as respectivas análises químicas.

7.3 SEPARAÇÃO ISODINÂMICA E MAGNÉTICA DAS DIVERSAS FRAÇÕES

Tendo ainda como objetivo a obtenção de concentrados de espécies minerais puras, foram utilizadas técnicas de separação com imã de mão (campo permanente de baixa intensidade) e separador isodinâmico Frantz. Essa etapa foi desenvolvida nos produtos obtidos na fase anterior.

Utilizando imã de mão foi retirada a magnetita. Com o separador Frantz foram separados os demais constituintes minerais das frações flutuadas e afundadas, já mencionadas, permitindo a concentração da apatita e da calcita, separando-as entre si e das micas, sulfetos, olivinas e eventual magnetita ainda presente. A eficiência dessas separações foram controladas ao microscópio dos respectivos produtos.

TABELA 7.2.1 - Separações em meio denso das diversas frações granulométricas e respectivas análises químicas

MALHA TYLER	PROD	% MASS	P2O5	CaO	MgO	Fe2O3	SiO2	Al2O3	K2O
DENSO									
48	FL	18,1	2,03	18,90	17,70	2,32	21,00	7,14	5,99
	AF	81,9	41,00	57,10	0,35	0,10	0,94	0,11	0,07
	COMP	100,0	33,90	50,18	3,49	0,50	4,57	1,38	1,14
65	FL	17,7	6,12	37,87	11,00	1,33	11,29	3,59	2,28
	AF	82,3	41,10	57,10	0,66	0,14	1,11	0,08	0,06
	COMP	100,0	34,90	53,70	2,49	0,35	2,91	0,70	0,45
100	FL	23,4	5,28	44,87	7,71	0,80	5,65	1,74	1,26
	AF	76,6	40,80	55,94	0,96	0,23	1,28	0,15	0,10
	COMP	100,0	32,50	53,35	2,54	0,36	2,30	0,52	0,37
150	FL	26,8	2,94	48,36	6,47	0,67	2,95	0,94	0,69
	AF	73,2	39,40	55,35	1,44	0,27	1,28	0,19	0,08
	COMP	100,0	29,60	53,50	2,79	0,38	1,73	0,39	0,24
200	FL	33,4	10,50	51,28	4,24	0,46	1,45	0,49	0,33
	AF	66,6	33,60	53,02	2,21	0,34	1,28	0,26	0,13
	COMP	100,0	25,90	52,40	2,89	0,22	1,34	0,33	0,20
270	FL	50,1	3,60	50,69	6,18	0,51	1,58	0,38	0,30
	AF	49,9	39,20	54,77	1,24	0,24	0,86	0,15	0,04
	COMP	100,0	21,40	52,73	3,71	0,12	1,22	0,26	0,17
325	FL	57,4	2,39	49,24	5,31	0,51	1,20	0,30	0,22
	AF	42,6	40,00	55,06	0,91	0,36	0,86	0,15	0,04
	COMP	100,0	18,40	51,72	3,43	0,45	1,06	0,24	0,14

FIGURA 7.9.1 - Fluxograma da rota de obtenção das amostras puras de apatita e calcita

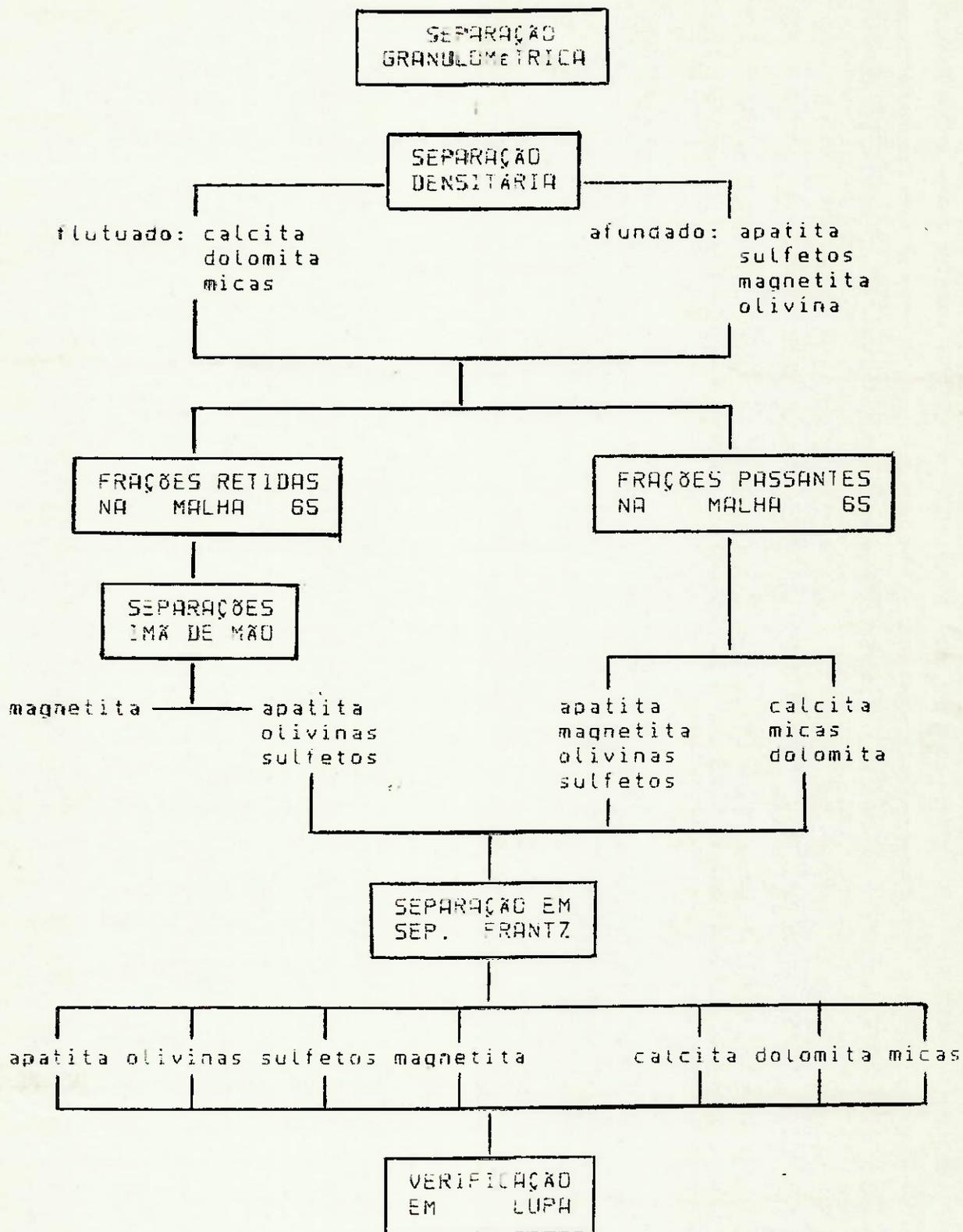


TABELA 7.3.1 - Resultados das análises químicas por fração granulométrica dos produtos obtidos da separação combinada do meio denso, imã de mão e separador Frantz, visando a obtenção de concentrados minerais puros

MALHA TYLER	PRODUTO	% MASS	P2O5	CaO	MgO	Fe2O3	SiO2	Al2O3	K2O	F	
DENSO FRANTZ											
48	FL	+2,00	9,3	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	35,80	11,80	9,46	n.a.
	FL	-2,00	5,0	n.a.	48,50	5,70	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,2	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	0,9	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	84,5	39,10	55,40	0,27	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,40
65	FL	+2,00	4,5	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	35,40	11,20	8,50	n.a.
	FL	-2,00	10,8	n.a.	49,30	5,40	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,4	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	1,7	16,20	n.a.	n.a.	3,32	26,50	2,64	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	82,5	38,80	55,10	0,17	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,40
100	FL	+2,00	3,9	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	28,00	9,26	6,93	n.a.
	FL	-2,00	18,6	n.a.	50,20	4,70	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,3	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	1,8	8,70	n.a.	n.a.	4,26	31,10	1,51	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	75,3	37,70	55,40	0,21	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,40
150	FL	+2,00	2,5	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	21,50	6,80	5,36	n.a.
	FL	-2,00	22,1	n.a.	50,50	4,20	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,2	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	1,7	6,30	n.a.	n.a.	4,53	27,40	2,93	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	73,4	40,10	55,10	0,59	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,20
200	FL	+2,00	2,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	17,20	4,82	4,22	n.a.
	FL	-2,00	30,4	n.a.	52,20	3,20	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,2	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	2,1	4,50	n.a.	n.a.	4,19	26,20	3,78	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	65,1	36,50	55,30	1,59	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,00
270	FL	+2,00	1,4	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	25,00	6,89	6,39	n.a.
	FL	-2,00	48,5	n.a.	50,20	4,70	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,3	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	0,8	5,10	n.a.	n.a.	n.a.	31,00	2,55	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	48,9	39,80	54,30	0,78	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,50
325	FL	+2,00	1,1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	18,30	4,72	4,46	n.a.
	FL	-2,00	57,0	n.a.	49,30	5,00	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	IMA	0,2	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,30	0,2	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	+0,60	0,4	n.a.	n.a.	n.a.	5,09	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	AF	NAO M.	41,1	39,70	54,00	0,72	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1,60

nota: n.a. = não analisado

No fluxograma mostrado na figura 7.3.1, pode-se ver a rota usada, combinando os métodos.

A tabela 7.3.1 resume os dados obtidos nas separações magnéticas e isodinâmicas, com as análises químicas correspondentes.

7.4 ESTUDOS DE MICROSCOPIA

Os estudos de microscopia foram realizados nas frações retidas nas malhas 48 e 65, objetivando a determinação do grau de liberação da apatita. A determinação das condições da superfície dos grãos de apatita no que tange a incrustações, intercrescimentos, oxidações, hábito e cristalinidade dentre outros aspectos, foi realizada nas frações obtidas no separador Frantz, operando com 0,6 a 2,0 A de intensidades de corrente elétrica.

A determinação do grau de liberação das frações retidas nas malhas 48 e 65 foi efetuada pela contagem de grãos ao microscópio, utilizando os seguintes critérios:

- a) contagem dos grãos livres de apatita;
- b) contagem dos grãos mistos de apatita em relação a outros minerais, com conteúdo de 5; 12,5; 25; 37,5; 50; 62,5; 95; 87,5 e 95% de apatita;
- c) cálculo do grau de liberação (GL), conforme a expressão:

$$GL = \frac{\text{número de grãos livres de apatita}}{\text{número de grãos equivalentes de apatita}}$$

O estudo dos minerais retidos nas malhas 48 e 65 foi feito nas três frações obtidas pelo separador Frantz, assim divididas:

a) não magnéticos: material não recuperado pelo separador com corrente de 2,0 A de intensidade;

b) medianamente magnéticos: material recuperado pelo separador com corrente de 0,6 A de intensidade;

c) fracamente magnéticos: material que não foi recuperado pelo separador com corrente de 0,6 A, mas foi recuperado com corrente de 2,0 A de intensidade.

O grau de liberação determinado para a fração retida na malha 48 foi de 93% e da retida na 65 foi de 97%. Foram examinadas ao microscópio várias lâminas das frações citadas, tendo sido observado, em resumo, o seguinte:

a) Não magnéticos - grãos de apatita praticamente liberados e bem cristalizados, apresentando esporadicamente pequenas incrustações de carbonatos, além de minúsculas contaminações pontuais na superfície dos grãos, principalmente na fração maior que malha 48. Estas contaminações nunca representam uma área superior a 50% da superfície da apatita. Cerca de 25% dos grãos observados apresentaram clivagem basal com contorno irregular e, em alguns casos, grosseiro contorno hexagonal. Quanto ao hábito dos grãos, observaram-se três tipos básicos, com a seguinte distribuição estimativa percentual: 10 a 30% prismáticos, 10 a 30% ovóides e 40 a 70% irregulares.

b) Fracamente magnéticos - grãos de apatita liberados, recobertos por películas escuras de óxido de ferro, que cobrem de 20 a 80% da superfície dos grãos. Apresentam, ainda, grãos mistos de apatita e carbonatos, também recobertos superficialmente com óxido de ferro. Grãos mistos de apatita e mica apresentando este último mineral sinais de alteração. Os grãos mistos de apatita muitas vezes são prismáticos. São pouco frequentes grãos mistos de apatita e olivina.

c) Medianamente magnéticos - os grãos livres de apatita mostraram-se bastante recobertos por partículas escuras e foscas, não determinadas. Os grãos mistos apresentaram combinações de apatita com carbonato ou mica. Os grãos mistos de apatita e olivina aparecem raramente.

7.5 DETERMINAÇÕES MINERALÓGICAS POR DIFRAÇÃO DE RAIO-X

Foram feitas várias determinações por difração de raio-X, conforme os difratogramas do anexo 2. Inicialmente, foi feita determinação qualitativa do material "tal qual" com a completa identificação das principais espécies minerais presentes. A seguir, foram feitas determinações qualitativas e semi-quantitativas nas diversas frações granulométricas, indicadas na tabela 7.5.1.

Calculou-se, também, a porcentagem dos principais minerais presentes na amostra "tal qual" pela ponderação das massas e dos respectivos teores dos diversos minerais presentes em cada fração granulométrica. Pode-se observar discrepância entre o valor calculado pelas frações granulométricas e o determinado para o "tal qual". Na tabela 7.5.2 pode-se comparar os resultados e as discrepâncias entre essas determinações. Uma vez que o método é semi-quantitativo, as diferenças observadas são aceitáveis. A própria precisão dos números usados, com um ou dois algarismos significativos, não permite uma comparação mais acurada. Pode-se, porém, constatar que as determinações por fração e suas respectivas distribuições em massa são coerentes com a do material "tal qual".

7.6 DETERMINAÇÃO DO IEP DOS MINERAIS APATITA E CALCITA

TABELA 7.5.1 - Análise semi-quantitativa das frações granulométricas através de difração de raio-X

MALHA TYLER	APATITA (%)	CALCITA (%)	MAGNET (%)	FLOGOP (%)	OLIVINA (%)
48	92	4	8	1	1
65	92	4	8	1	1
100	86	6	7	1	3
150	75	9	7	1	5
200	68	10	5	1	5
270	56	14	6	1	7
325	54	22	7	1	8
-325	39	25	10	1	12
t.q.	65	10	6	1	5

TABELA 7.5.2 - Comparação das determinações das porcentagens dos minerais através da difração do "tal qual" e das frações granulométricas

MÉTODO DE DETERMINAÇÃO TYLER	APATITA (%)	CALCITA (%)	MAGNET (%)	FLOGOP (%)	OLIVINA (%)
DIFRAÇÃO DO "TAL QUAL" (a)	65	10	6	1	5
COMPOSIÇÃO DAS ANÁLISES POR FRAÇÃO E MASSAS (b)	69	12	7	1	6
DIFERENÇA = a - b	4	2	1	0	1

Objetivando aumentar o conhecimento das características dos principais minerais para a etapa seguinte do processo de dupla flotação, realizaram-se ensaios de determinação do ponto isoelétrico (IEP) da calcita e da apatita. O método utilizado neste trabalho foi desenvolvido pelos professores A.L. Mular e R .B. Roberts para oxi-minerais muito pouco solúveis. Os minerais salinos, como a calcita e a apatita, apresentam muito maior solubilidade do que os oxi-minerais. No entanto, o método mostrou-se adequado nas determinações experimentais.

As figuras 7.6.1 a 7.6.4 mostram as determinações para a apatita retida nas malhas 65 e 100 e para a calcita retida nas malhas 48 e 65. Foram realizadas, pelo menos, três determinações para cada pH de solução. Para os dois minerais, os valores de IEP obtidos em cada uma das frações granulométricas foram bastantes semelhantes, ou seja, o valor do IEP para a apatita foi de 5,7 e 5,9 e para a calcita 9,4 e 9,2. Estes valores se aproximam bastante dos dados de literatura.

Para ambos os minerais ocorrem pontos de reversão de carga (PRC) como consequência da atuação do íon Ca^{++} , que é determinante de potencial, na sua forma mais ativa - $[Ca(OH)]^+$ - na interface sólido e líquido. Este hidróxi-complexo ocorre somente em meios alcalinos, principalmente em pH maior que 10.

7.7 DISCUSSÃO DA CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO PRÉ-CONCENTRADO

Qualquer processo de separação de minerais deve ser precedido e acompanhado por uma caracterização tecnológica detalhada, orientando as melhores alternativas de processo a serem testadas, abandonadas ou implementadas. Este trabalho objetivou fornecer os dados básicos para o conhecimento do pré-concentrado que seria

FIGURA 7.6.1 - Determinação do IEP da apatita na fração retida na malha 65

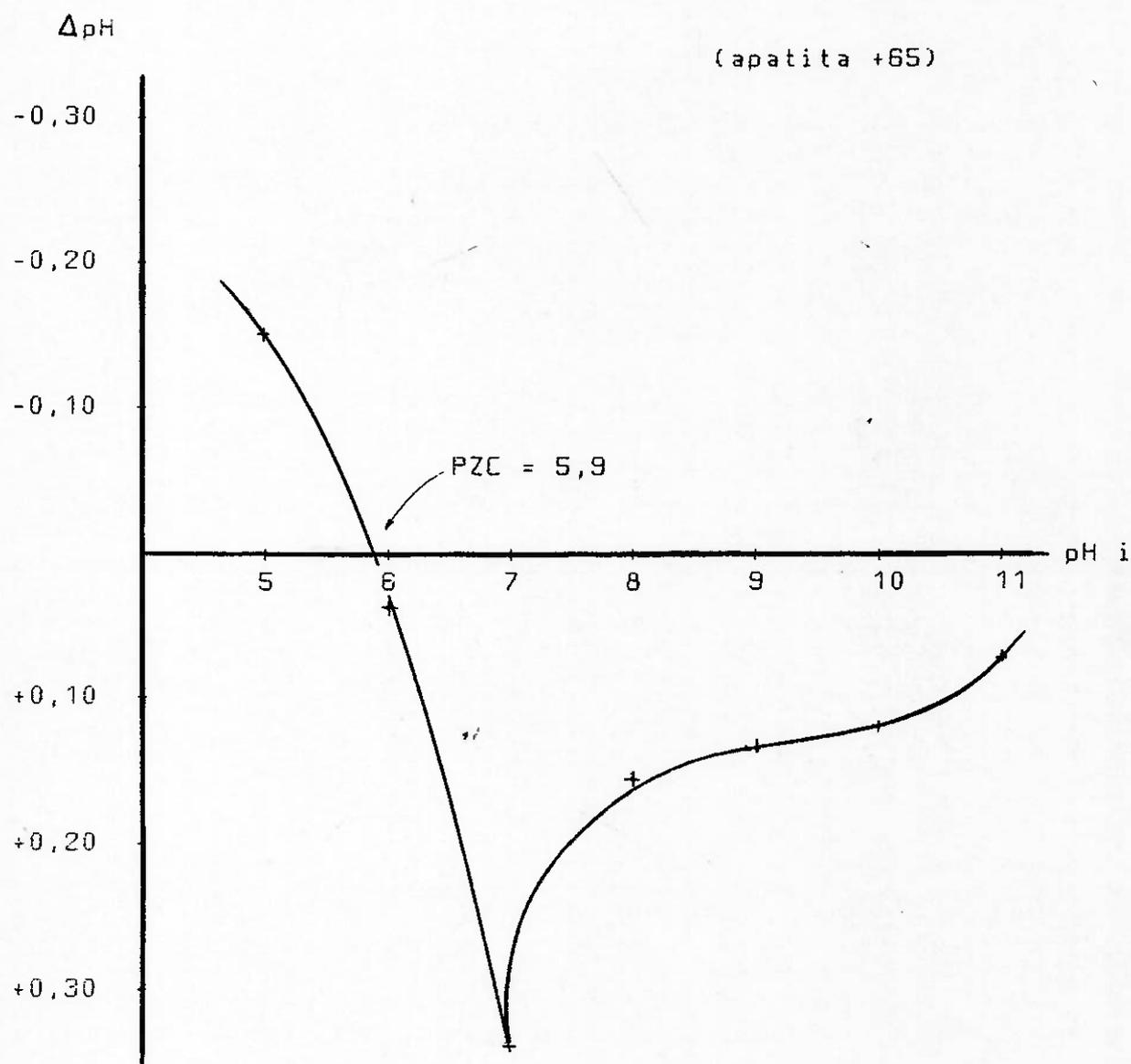


FIGURA 7.6.2 - Determinação do IEP da apatita na fração retida na malha 100

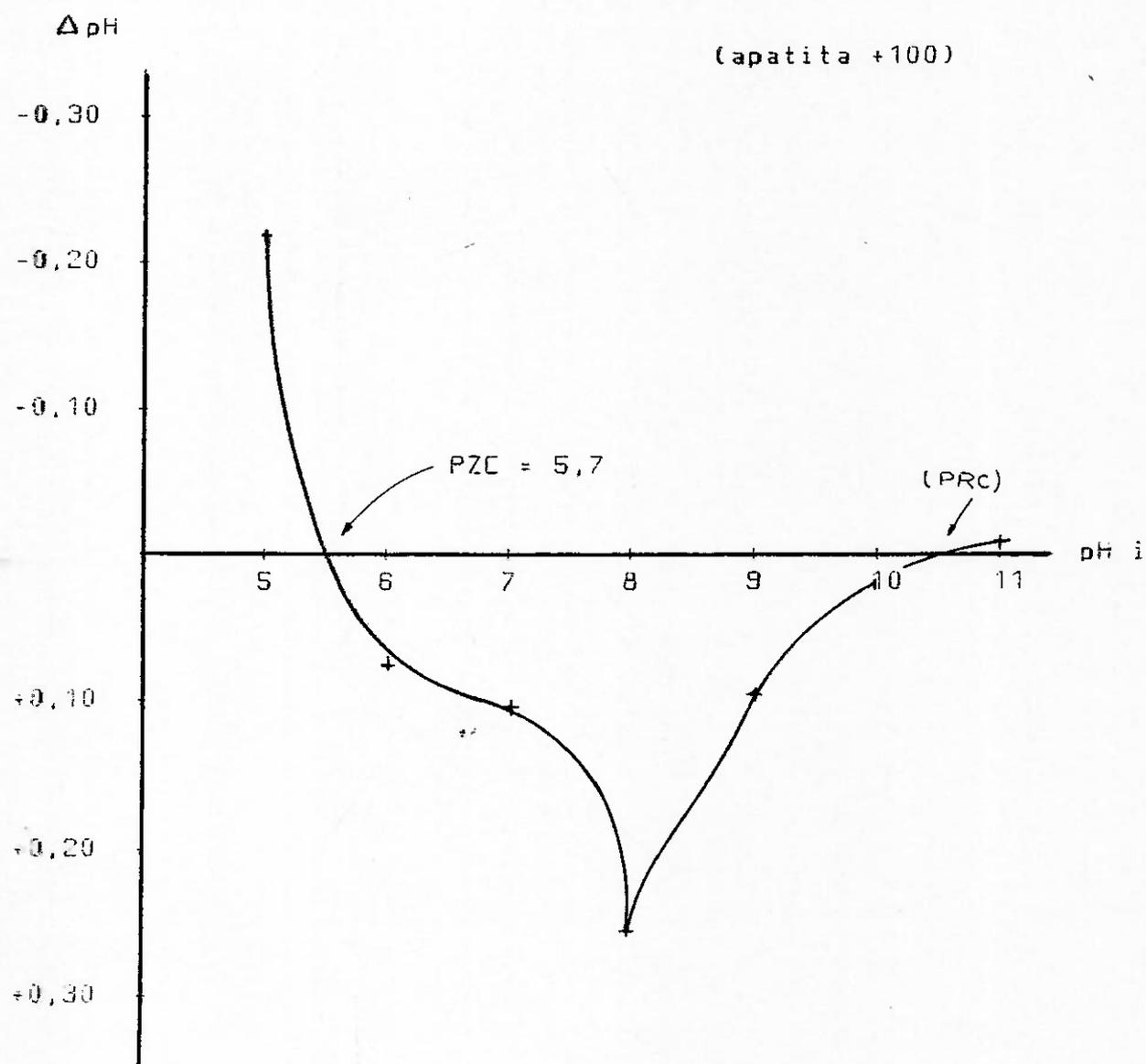


FIGURA 7.6.3 - Determinação do IEP da calcita na fração retida na malha 48

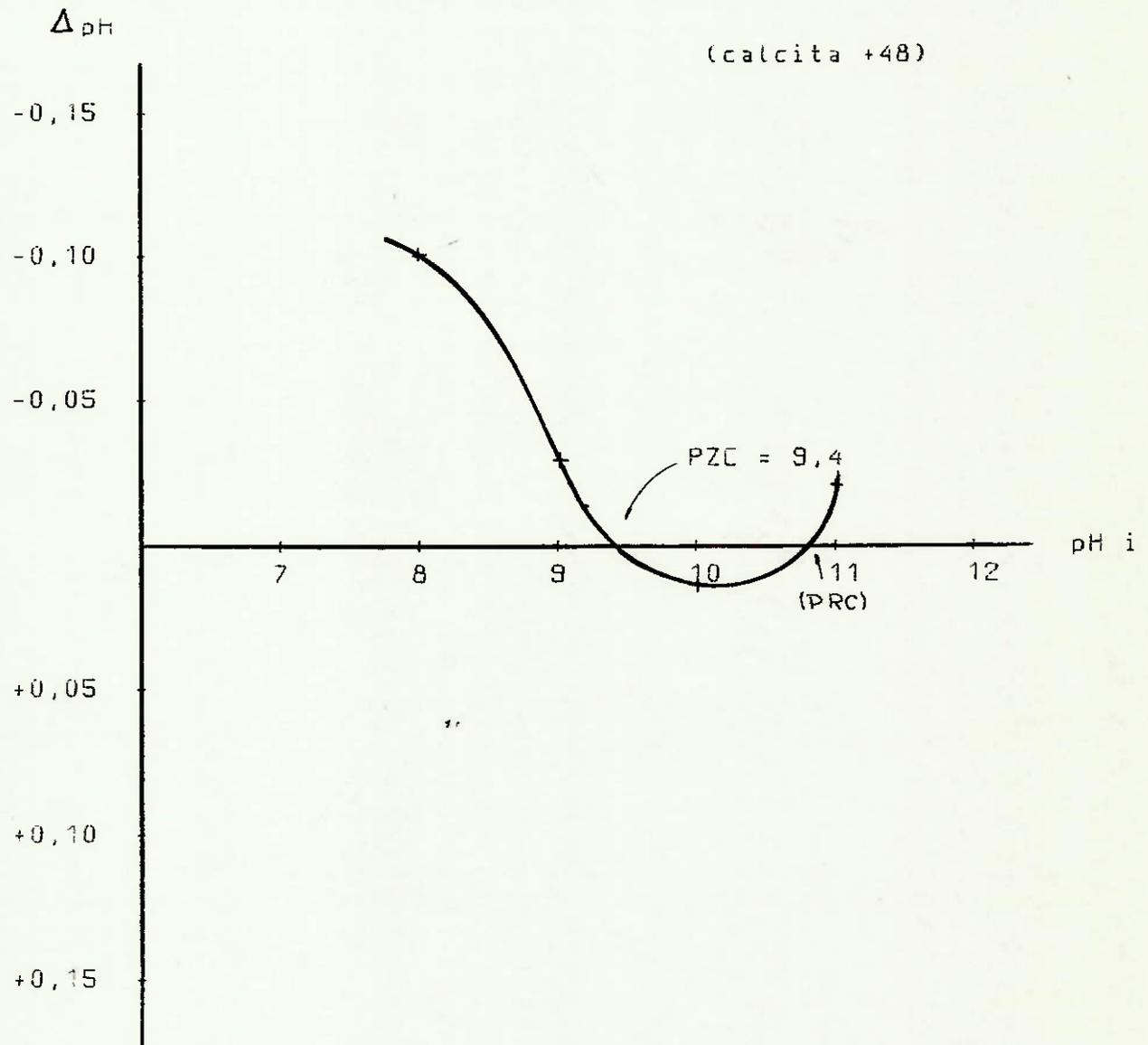
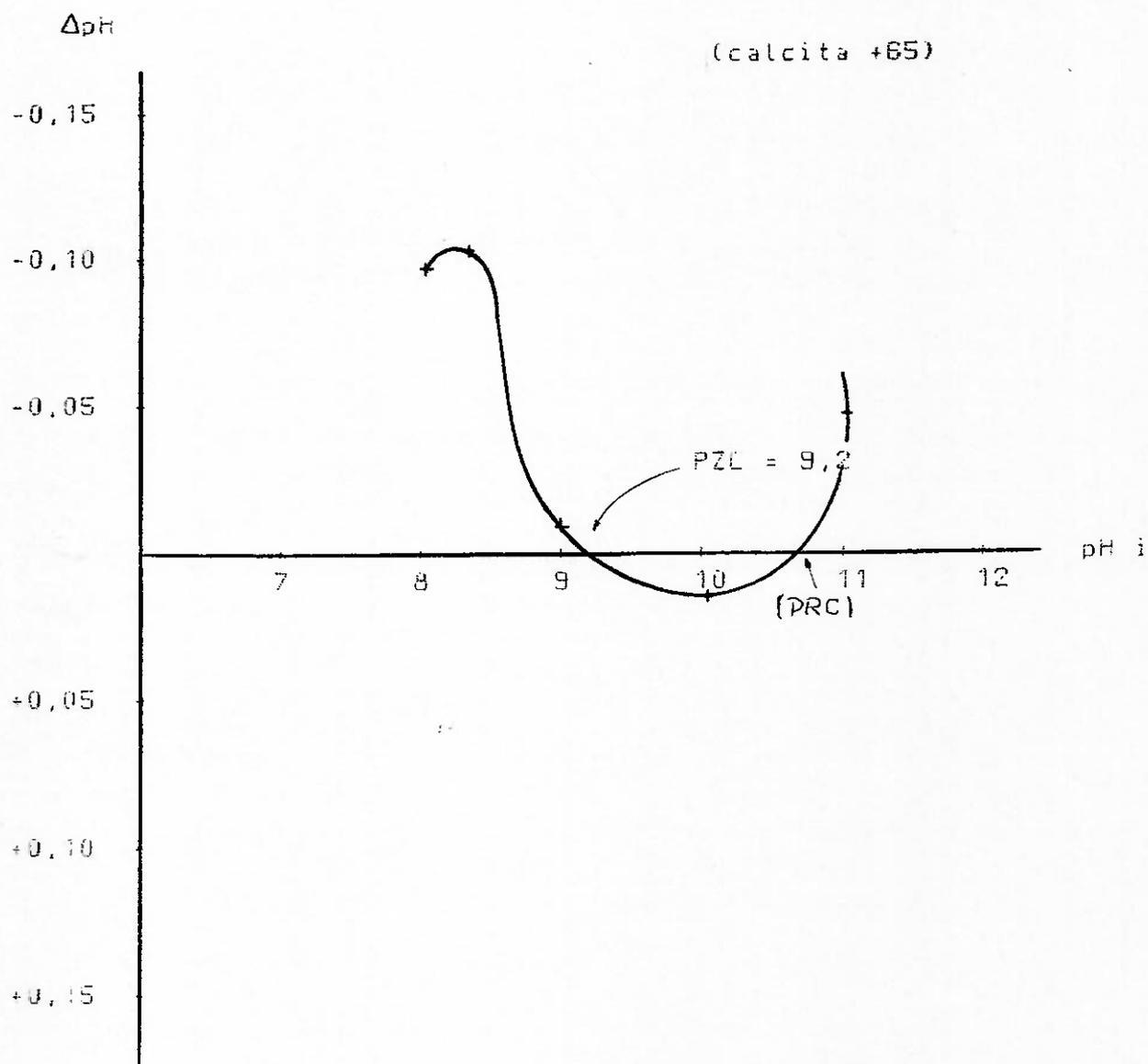


FIGURA 7.6.4 - Determinação do IEP da calcita na fração retida na malha 85



beneficiado por uma segunda etapa de flotação.

Foram observadas discrepâncias entre as análises granulométricas efetuadas por peneiramento (até a malha 325) e por difração de raios laser (abaixo da malha 325 até 1 micron). Atribuiu-se isto às diferenças físicas consideradas em cada método, conforme anteriormente citado. No analisador de partículas, a distribuição é determinada considerando a "área de vela" das partículas; já no peneiramento é considerado o diâmetro médio das mesmas. Além disso, o analisador conta o número de partículas enquanto o peneiramento pesa as massas retidas e passantes nas peneiras, sendo, portanto, influenciado pelas diferentes densidades dos diversos componentes do minério.

As análises químicas das diversas frações do material mostraram maior concentração de P2O5 nas frações mais grossas, como pôde ser visto na tabela 7.1.1. Tudo indica que isso deve-se a maior seletividade do processo para as frações mais grossas. Além disso, nas frações finas ocorre maior arraste mecânico da ganga com conseqüente queda de teor nestas frações.

No atual processo, a elevação dos teores nas frações finas é obtido pelas etapas de limpeza ("cleaner").

Os teores mais elevados de MgO, Al₂O₃, K₂O e SiO₂ na fração maior que malha 48 (tabela 7.1.1), devem-se à maior presença de micas nesta fração. Na moagem, estes minerais tendem a manter o seu hábito lamelar, sofrendo um efeito predominantemente de esfoliação sem a redução significativa nas dimensões das placas. Assim, ocorrem dois efeitos que favorecem o acúmulo destas partículas nas frações grossas: como as placas mantêm duas dimensões muito grandes, este material dificilmente passa por peneira e, além disso, devido à forma e ao pequeno peso das placas, estas tendem a ser arrastadas mecanicamente pelas bolhas.

Observa-se que o teor de ferro é maior na fração passante na malha 325. Isto decorre do acúmulo de magnetita na carga circulante da moagem devido a:

a) ineficiência na retirada da magnetita, que é feita por separadores magnéticos de rolo em operação concorrente existentes no circuito e;

b) maior peso específico da magnetita, dificultando sua descarga juntamente com os finos ("overflow") dos hidrociclones de classificação.

Assim, este material, acumulando-se na carga circulante tende a sofrer sobremoaagem, gerando grande quantidade de finos.

Observou-se um alto grau de liberação, superior a 90% no material retido na malha 48, mesmo tendo sido moído relativamente grosseiro e sendo um pré-concentrado.

Este fato poderá ser de grande valia para quaisquer estudos posteriores de flotação, pois os reagentes usualmente empregados na separação de minerais tipo sal, normalmente apresentam baixa seletividade.

Os problemas com recobrimento, oxidação e incrustações na apatita são mínimos.

Além da análise química tradicional, via úmida, o uso da difração de raio-X mostrou-se uma ferramenta fundamental nas determinações qualitativas.

As determinações do ponto isoelétrico (IEP) para os componentes de uma mistura de minerais que deverão ser separados por flotação são muito importantes. No caso de coleta química, como a obtida pelos coletores usados, essa importância é menor. O método apresentado, que foi desenvolvido para oxi-minerais, embora adaptado para os minerais salinos (apatita e calcita), mostrou-se extremamente simples de executar e com boa reprodutibilidade.

As análises químicas efetuadas nas diversas frações granulométricas, densitárias e das separações magnéticas, visaram, além da caracterização completa, fornecer também subsídios para os trabalhos posteriores de concentração, possibilitando a comparação das análises obtidas com as dos trabalhos futuros.

8. ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

Os ensaios de flotação foram executados com o objetivo de verificar as possibilidades técnico-econômicas do estabelecimento de um processo de dupla flotação para o minério da jazida de Jacupiranga.

Como foi observado no levantamento bibliográfico, não existe uma rota tecnológica genérica para o beneficiamento de fosfatos por flotação. O minério de Jacupiranga, como ficou demonstrado na caracterização tecnológica, apresenta-se muito diferente dos minérios citados nos diversos trabalhos e patentes levantados, especialmente por apresentar essencialmente ganga carbonática. Além disso, a sílica presente aparece como componente da mica.

A programação para a execução dos ensaios de flotação constou das seguintes etapas:

- calibração da célula de flotação da EPUSP;
- ensaios com padrões secos;
- ensaios com duas flotações feitas no laboratório e
- ensaios com material fresco.

Os ensaios de flotação foram executados nos laboratórios da Escola Politécnica (Departamento de Minas) e da Serrana. Devido a utilização de duas células de mesmo modelo, porém de diferentes fabricantes e mostrando diferente grau de desgaste tanto no rotor quanto no estator, tornou-se necessário a execução de uma série de ensaios padrões (com as duas células), calibrando-as e assim possibilitando a comparação entre os resultados dos testes realizados em cada uma delas.

Foram desenvolvidos inúmeros ensaios que foram agrupados em três partes, visando a melhor organização do trabalho. Na primeira etapa foram executados ensaios com o material preparado con-

forme descrito no capítulo 6: "Confecção de padrões para ensaios de flotação reversa". Foram chamados de "padrões secos", pois foram secados em Jacupiranga, para uso nos ensaios na Poli.

Na segunda etapa, desenvolveram-se as duas flotações no laboratório da EPUSP para possibilitar o estudo da dupla flotação, sendo a segunda reversa.

Na terceira, os testes foram executados com material fresco, proveniente da flotação industrial da Serrana. O material era coletado na planta industrial de beneficiamento em um dia e, no seguinte, sem secagem ou estocagem, era submetido a ensaio.

8.1 CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE FLOTAÇÃO DA EPUSP

A realização dos ensaios práticos foi executada numa célula de bancada marca Cimaq, pertencente a EPUSP e com uma célula de bancada marca Denver, de propriedade da Serrana, utilizando-se cubas de diversas capacidades (de 1 a 3 litros).

Conforme citado anteriormente, para o desenvolvimento da investigação foram utilizadas duas células de flotação, que apresentavam algumas diferenças. Assim, julgou-se necessário executar alguns ensaios padronizados com as duas células, para permitir a comparação entre resultados.

Os ensaios já padronizados pela Serrana para o seu minério visam simular a operação da planta industrial. Usando-se padrões da alimentação da flotação e com o mesmo operador, procurou-se obter com a célula da EPUSP recuperações e teores de P2O5 próximos aos obtidos com a célula da Serrana.

O procedimento padrão adotado pela Serrana consiste em condicionar o minério durante 5 minutos a 33% de sólidos com amido gelatinizado com soda cáustica em pH de 10,3. O ajuste de pH é

feito com a adição de soda cáustica. Em seguida, a polpa é expandida para cerca de 18% de sólidos, o pH é novamente ajustado para 10,3, adiciona-se o coletor e flota-se, operando-se a 1200 rpm. As dosagens aproximadas dos reagentes utilizados são as seguintes:

- amido 50 g/t
- "tall oil" 60 g/t
- soda cáustica para pH = 10,3

Os resultados dos ensaios executados podem ser vistos na tabela 8.1.1 e figura 8.1.1. A célula da Serrana, operando a 1200 rpm, simula adequadamente a planta industrial e os resultados mais próximos conseguidos com a célula da EPU SP, foram os obtidos operando a 1100 rpm.

Observou-se que o conjunto rotor-estator da célula da Serrana apresentava-se bastante gasto, enquanto a outra tinha muito pouco uso, apresentando, portanto, desgastes mínimos. Este fato justifica a obtenção de resultados metalúrgicos próximos operando com diferentes rotações.

8.2 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO DE BANCADA

Os ensaios de flotação foram feitos em célula de bancada, em regime descontínuo, utilizando-se os seguintes reagentes:

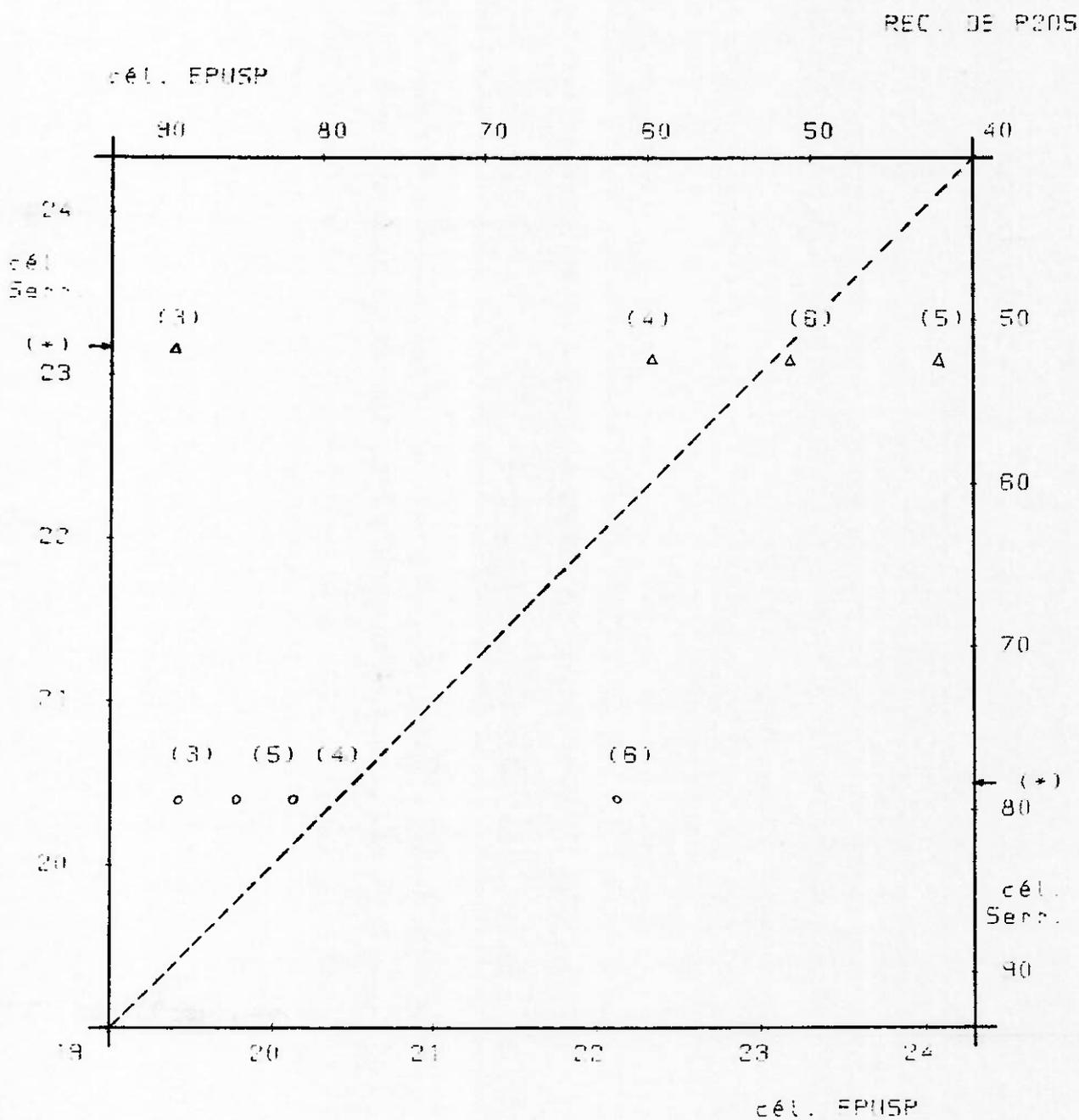
- ácido ortofosfórico p.a.;
- ácido sulfúrico p.a.;
- ácido clorídrico p.a.;
- ácido fluorídrico p.a.;
- amido de milho da "Refinações de Milho Brasil";
- "tall oil" da "Gutzeit";
- soda cáustica em escamas;

TABELA 8.1.1 - Calibração da célula de flotação da EPUSP

ENS	CEL	RPM	TC (%)	MC (g)	TR (%)	MR (g)	RM (%)	RMET (%)
1	SER	1200	22,53	75,38	1,41	295,86	20,30%	80,28%
2	SER	1200	23,76	82,05	1,73	315,78	20,62%	78,11%
3	USP	1000	19,41	83,72	0,78	247,92	25,24%	89,37%
4	USP	1100	22,38	78,38	1,21	300,24	20,70%	82,84%
5	USP	1100	24,01	70,21	1,02	274,82	20,35%	85,74%
6	USP	1200	23,14	103,6	4,83	304,49	25,39%	61,99%

Como foram realizados ensaios de flotação direta, considerou-se o flotado como concentrado (TC e MC) e o deprimido como rejeito (TR e MR)

FIGURA 8.1.1 - Comparação dos resultados obtidos com as células de flotação da Serrana e da EPUSP quanto ao teor de P2O5 (Δ) e a recuperação metalúrgica (\circ)



(+) média obtida nos testes com a célula da Serrana

- polifosfato e
- amilase da "Miles".

Foi usada água destilada para a execução de todos os ensaios, bem como para a diluição dos diversos reagentes, quando necessário.

Os ensaios foram executados sempre em séries. Esta sistemática mostrou-se adequada para compatibilizar os ensaios com as análises químicas.

Todas as análises químicas foram executadas nos laboratórios da Serrana.

8.2.1 ENSAIOS COM PADRÕES SECOS

Os ensaios denominados "Ensaio Com Padrões Secos" foram os executados com o material previamente preparado conforme descrito no capítulo 6 "Confecção de Padrões para Ensaio de Flotação Reversa". Basicamente, conforme descrito anteriormente, este material é um concentrado de um estágio de flotação ("rougher"). Assim, nesta primeira etapa, o estudo limitou-se a flotação reversa.

O procedimento básico consistiu em buscar uma depressão eficiente dos fosfatos. Inicialmente condicionaram-se as partículas minerais em concentração de sólidos mais elevada, da ordem de 35% de sólidos com o depressor (que também funcionava como regulador de pH). Em seguida, a polpa era expandida com água destilada, adicionava-se o coletor, condicionava-se por um curto intervalo e era feita a flotação. Além disso, procuraram-se diversas condições alternativas para esta rota, que serão descritas no decorrer do trabalho.

Na primeira série de ensaios buscava-se um primeiro contato

com o processo. Inicialmente programou-se testar o ácido ortofosfórico, que conforme levantado em referências bibliográficas, em muitos casos, apresenta eficiente efeito depressor.

Os ensaios preliminares consistiram em condicionar a polpa a 35% de sólidos com o ácido ortofosfórico durante cinco minutos. Em seguida, expandia-se a polpa para cerca de 18% de sólidos, ajustava-se novamente o pH, adicionava-se o coletor, condicionava-se por trinta segundos e flotava-se.

No tocante aos reagentes o ácido ortofosfórico foi diluído a 5% em volume enquanto o coletor ("tall oil") foi adicionado sem diluição, sob pena de alterar-se totalmente os resultados da coleta, como foi citado anteriormente. Dessa forma, para garantir quantidades adequadas de coletor, a adição foi feita com uma seringa e sempre com a mesma agulha. Para o controle da quantidade de coletor adicionado foi feita uma prévia calibração da agulha da seringa, pesando-se várias vezes um número conhecido de gotas.

Conforme observado nos trabalhos consultados, a principal variável a ser controlada era o pH de condicionamento e de flotação para a depressão dos fosfatos. Assim, nessa etapa preliminar, procurou-se controlar essas variáveis e testando os diversos padrões previamente preparados. Além disso, procurou-se avaliar o efeito da quantidade de coletor no processo. Foram fixados os tempos de condicionamento do depressor e do coletor em cinco e meio minutos respectivamente. Nesta fase não foram controlados com exatidão as quantidades adicionadas do depressor, pois este também foi o regulador de pH.

O controle do pH foi feito continuamente mantendo-se o eletrodo em contato permanente com a polpa em agitação. Embora este procedimento seja extremamente danoso para o eletrodo, provocando

grande desgaste e reduzindo sensivelmente a sua vida útil, foi a única forma encontrada de fazer o controle constante e adequado. O condicionamento da polpa em pH ácido provoca a solubilização dos carbonatos, com o conseqüente consumo de ácido e elevação do pH, o que poderia afetar o processo. Assim, durante o condicionamento, manteve-se um contínuo gotejamento de ácido na polpa. Foram realizados diversos testes com diferentes valores de pH, acima de 5. Vale salientar a enorme dificuldade em se manter a polpa em pH baixo, pois mesmo a adição contínua de ácido durante o condicionamento não permitia mantê-la em pH inferior a 4.

Os resultados dessa primeira série de ensaios podem ser vistos na tabela 8.2.1.1. Como pode-se observar, os resultados foram insatisfatórios. Embora a recuperação metalúrgica tenha sido em média, quase sempre superior a 95% P2O5, não se conseguiu praticamente nenhum enriquecimento. Nota-se que o aumento da dosagem de coletor piora tanto a recuperação metalúrgica, como eleva o teor de fosfato no flotado, ou seja, no rejeito. Isto pode ser explicado pelo fato de que os pré-concentrados submetidos a flotação reversa apresentavam pouco material para ser coletado, pois continham pequenas quantidades de carbonato.

Em vista desses resultados insatisfatórios, procurou-se verificar as suas possíveis causas. Observou-se que o concentrado fosfático não apresentava quase nenhum enriquecimento e que, além disso, o flotado (concentrado de carbonatos) por vezes apresentava teor mais elevado de P2O5 do que o deprimido (concentrado fosfático). Essas observações indicavam duas possibilidades: os carbonatos não estavam sendo flotados e/ou os fosfatos não estavam sendo deprimidos.

Para se tentar explicar tais resultados, levantaram-se algumas hipóteses:

TABELA B.2.1.1.1 - Ensaio preliminares com ácido ortofosfórico e padrões secos

ENS	MAT	pH	CDL	MC	TC	MR	TR	MA	TA	REC	RMET	ENR
			(g/t)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(%)	(%)	(%)
I5002	26%	4,8	21,2	380,68	27,40	19,02	25,18	399,70	27,29	95,24%	95,61%	1,00
I5003	26%	5,5	43,6	370,35	25,18	18,56	22,65	388,91	25,06	95,23%	95,69%	1,00
I5004	26%	6,0	64,9	360,21	25,98	31,17	27,90	391,38	26,13	92,04%	91,50%	0,99
I5005	26%	6,5	89,7	337,42	26,08	40,14	28,10	377,56	26,29	89,37%	88,64%	0,99
I5006	28%	4,7	88,4	341,13	28,10	42,17	27,16	383,30	28,00	89,00%	89,33%	1,00
I5007	28%	5,5	63,2	372,17	27,89	30,15	29,10	402,32	27,98	92,51%	92,21%	1,00
I5008	28%	6,0	43,4	380,76	30,21	9,67	27,10	390,43	30,13	97,52%	97,77%	1,00
I5009	28%	6,5	21,9	376,11	28,45	9,83	25,19	385,94	28,37	97,45%	97,74%	1,00
I5010	30%	4,8	20,8	391,04	28,89	16,39	18,97	407,43	28,49	95,98%	97,32%	1,01
I5011	30%	5,5	42,7	375,73	30,13	20,67	17,56	396,40	29,47	94,79%	96,89%	1,02
I5012	30%	6,0	20,9	387,43	30,86	17,39	27,19	404,82	30,70	95,70%	96,20%	1,01
I5013	30%	6,5	39,9	394,62	31,16	30,13	28,10	424,75	30,94	92,91%	93,56%	1,01
I5014	32%	4,6	21,9	378,32	31,26	8,78	26,10	387,10	31,14	97,73%	98,10%	1,00
I5015	32%	5,5	43,8	369,65	30,13	16,95	21,40	386,60	29,75	95,62%	96,85%	1,01
I5016	32%	6,0	21,7	379,02	32,61	11,32	19,00	390,34	32,22	97,10%	98,29%	1,01
I5017	32%	6,5	43,5	370,65	33,01	18,56	29,10	389,21	32,82	95,23%	95,77%	1,01

O tempo de condicionamento do depressor foi de cinco minutos e do coletor meio minuto

- a) preparação inadequada dos pré-concentrados;
- b) os carbonatos poderiam ainda conter resquícios do depressor adicionado durante a preparação dos pré-concentrados;
- c) os grãos de apatita ainda estavam impregnados pelo coletor;
- d) o ácido ortofosfórico não apresentava o efeito depressor esperado.

Levantadas essas quatro hipóteses, procurou-se definir possíveis rotas de atuação para estudar o problema.

Dados da bibliografia consultada indicavam a necessidade da retirada de possíveis resquícios do "tail oil" dos grãos de apatita. Para isto tentou-se a descoleta através de lixiviação ácida para promover a "limpeza" superficial destes grãos. Com essa finalidade, foram executados ensaios fazendo-se a "lavagem" do pré-concentrado com ácido. Essa lavagem consistiu em condicionar o material em pH baixo, com o ácido ortofosfórico, durante 5 minutos. Em seguida, o material foi posto em repouso para permitir a decantação dos sólidos e o desaquamento da polpa através de sifonamento. Depois, a polpa era expandida para cerca de 30% de sólidos e promovia-se novo condicionamento com o depressor por cinco minutos, expandia-se para 18% de sólidos, ajustava-se o pH da polpa, adicionava-se o coletor, condicionava-se por trinta segundos e flotava-se.

Como já salientado, o controle de pH era de grande importância e, portanto, os ensaios foram feitos com rígido controle de pH.

Os resultados dos ensaios com uma prévia lavagem podem ser vistos na tabela 8.2.1.2. Como mostrado nesta tabela, os resultados continuaram insuficientes, uma vez que não se conseguiu o enriquecimento adequado, embora a recuperação metalúrgica continuasse alta.

TABELA 8.2.1.1.2 - Resultados dos ensaios com ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH e um estágio de lavagem

IENS	MATLAV (pH)	DEP (pH)	COL (g/t)	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR	
15018	26%	4,9	5,0	42,7	378,38	27,01	18,76	18,72	397,14	26,62	95,28%	96,68%	1,01
15019	26%	5,5	5,5	21,8	380,18	26,10	9,18	16,56	389,36	25,88	97,64%	98,49%	1,01
15020	28%	4,8	4,8	43,5	368,90	29,58	20,16	22,10	389,06	29,19	94,82%	96,08%	1,01
15021	28%	5,0	5,0	21,5	376,01	29,01	17,27	26,91	393,28	28,92	95,61%	95,91%	1,00
15022	28%	5,5	5,5	44,2	365,40	28,10	18,09	24,10	383,49	27,91	95,28%	95,93%	1,01
15023	28%	6,0	6,0	21,8	372,17	30,19	15,56	20,19	387,73	29,79	95,99%	97,28%	1,01
15024	30%	5,0	5,0	43,7	367,09	31,96	20,18	27,01	387,27	31,70	94,79%	95,56%	1,01
15025	30%	6,0	6,0	20,9	387,93	29,97	17,41	30,01	405,34	29,97	95,70%	95,70%	1,00
15026	32%	5,0	5,0	41,4	389,04	33,01	19,87	31,59	408,91	32,94	95,14%	95,34%	1,00
15027	32%	6,0	6,0	22,3	364,89	31,74	14,31	30,18	379,20	31,68	96,23%	96,41%	1,00

Tentou-se uma lixiviação ácida com o ácido ortofosfórico que também foi usado como depressor e regulador de pH. O tempo de lavagem foi de 5 min. O material foi desaguado, expandiu-se a polpa para 33% de sólidos, novo condicionamento expandiu-se a polpa para 18% de sólidos, adicionou-se o coletor, meio minuto de condicionamento e flotação

Como sabia-se de antemão, baseado em relatórios internos da Serrana, o ácido ortofosfórico apresenta efeito depressor sobre a apatita, sendo, portanto, o primeiro a ser testado. No entanto, como o ácido ortofosfórico não apresentou o resultado desejado, foram testados outros ácidos, adicionando-os ao ortofosfórico ou isoladamente, para tentar a descoleta (que poderia ser a razão do problema) e a melhor depressão da apatita. Assim, realizaram-se testes com a adição somente de ácido sulfúrico, somente com o ortofosfórico e com a combinação dos dois, permitindo a comparação de resultados.

A diluição adotada para os ácidos foi de 5% em volume.

Foi feito um primeiro condicionamento da polpa com a adição de ácido, como mostra a tabela 8.2.1.3. Em seguida, a polpa foi mantida em repouso, para permitir a decantação dos sólidos; expandiu-se a mesma com água, adicionou-se o coletor; efetuou-se novo condicionamento de 30 segundos e flotou-se-lhe.

Os resultados foram pouco promissores, com enriquecimento muito aquém do desejado.

A tabela 8.2.1.3 mostra também que a associação entre os ácidos sulfúrico e ortofosfórico não apresentou depressão desejada. Com a introdução do ácido sulfúrico como regulador de pH e depressor, observou-se que havia a formação de bolhas de gás, denotando a sua reação com os carbonatos. Para tentar explicar estes insucessos, foi levantada a hipótese do material ainda estar coletado. Tentou-se a descoleta tornando mais intensas as condições de lixiviação ácida.

Pode-se verificar na tabela 8.2.1.4 que, mesmo com duas lavagens executadas para tentar a descoleta, os resultados continuaram insatisfatórios. Observou-se, no entanto, que ao se fazer as duas lavagens e abrindo a aeração antes da adição do

TABELA 8.2.1.3 - Resultados dos ensaios com pré-concentrados de 26% P2O5 com ácidos sulfúrico e ortofosfórico

ENS	COL (g/t)	DEP/REG (DF) (SF) (Kg/t)(Kg/t)	pH	CpH	F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
15029	21,0	28,4	-	5,2	5,5	380,30	26,11	22,56	22,37	402,86	25,90	94,40%	95,16%	1,01
15030	21,4	27,6	-	5,5	5,6	367,12	26,34	29,42	9,45	396,54	25,09	92,58%	97,21%	1,05
15031	49,1	20,5	-	5,5	6,0	305,14	27,01	40,12	22,13	345,26	26,44	88,38%	90,28%	1,02
15032	64,9	15,9	-	6,0	6,0	215,73	25,61	45,37	27,43	261,10	25,93	82,62%	81,62%	0,99
15033	42,5	-	32,2	5,0	5,2	356,24	26,14	42,11	19,04	398,35	25,39	89,43%	92,07%	1,03
15034	40,2	-	30,2	5,2	5,5	380,16	27,62	41,21	25,32	421,37	27,40	90,22%	90,96%	1,01
15035	20,2	-	20,1	5,6	5,8	385,31	26,43	33,17	22,14	418,48	26,09	92,07%	93,27%	1,01
15036	21,4	6,4	15,9	5,2	5,6	376,28	28,34	19,52	28,01	395,80	28,32	95,07%	95,12%	1,00
15037	45,6	5,6	8,3	5,5	5,9	345,65	29,02	25,98	22,14	371,63	28,54	93,01%	94,58%	1,02
15038	43,0	3,9	3,2	5,6	6,0	365,12	25,73	29,06	19,43	394,18	25,27	92,63%	94,33%	1,02
15039	40,8	3,2	3,0	6,0	6,0	376,37	26,13	38,54	23,54	414,91	25,89	90,71%	91,55%	1,01

TABELA 8.2.1.4 - Resultados dos ensaios com duas lixiviações com diferentes padrões e condições de pH

ENS	MAT	LAV 1 AC	LAV 2 AC	ZDEP pH	COL pH (g/t)	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
		5,0	5,0	5,2	20,9	375,15	26,34	31,03	19,31	406,18	25,80	92,36%	94,28%	1,02
	26%	OF	5,0	5,1	19,9	398,00	27,17	28,17	17,52	426,17	26,53	93,39%	95,64%	1,02
	26%	SF	5,0	5,0	23,2	345,11	29,31	20,11	27,16	365,22	29,19	94,49%	94,88%	1,00
	28%	OF	5,5	5,5	20,5	401,14	28,43	11,17	22,00	412,31	28,26	97,29%	97,89%	1,01
	28%	OF	5,0	5,1	21,1	367,38	29,16	34,15	27,16	401,53	28,99	91,50%	92,03%	1,01
	28%	OF	5,5	5,5	22,7	358,13	30,05	14,28	18,72	372,41	29,62	96,17%	97,58%	1,01
	30%	OF	5,0	5,1	21,8	345,16	30,11	43,21	32,15	388,37	30,34	88,87%	88,21%	0,99
	30%	OF	5,0	5,3	22,3	359,54	31,48	20,37	30,15	379,91	31,41	94,64%	94,85%	1,00
	30%	OF	5,5	5,6	21,7	365,00	30,16	25,98	30,17	390,98	30,18	93,36%	93,35%	1,00
	30%	OF	5,5	5,5	25,1	311,25	29,01	26,43	29,72	337,68	29,07	92,17%	92,00%	1,00
	30%	SF	4,7	5,0	22,1	345,75	29,99	37,16	31,16	382,91	30,10	90,30%	89,95%	1,00
	30%	SF	5,0	5,3	21,3	367,49	28,19	30,92	30,18	398,41	28,34	92,24%	91,74%	0,99
	32%	OF	5,0	5,2	21,2	359,26	32,16	40,05	33,01	399,31	32,25	89,97%	89,73%	1,00
	32%	OF	5,0	5,1	23,3	321,12	31,21	43,16	31,27	364,28	31,22	88,15%	88,13%	1,00
	32%	OF	5,5	5,5	20,4	375,26	30,16	39,16	30,11	414,42	30,15	90,55%	90,58%	1,00
	32%	OF	5,5	5,6	21,9	365,12	32,01	22,13	27,40	387,25	31,75	94,29%	95,07%	1,01
	32%	SF	4,7	5,1	22,3	347,19	32,04	32,16	29,56	379,35	31,83	91,52%	92,13%	1,01
	32%	SF	5,0	5,0	22,0	358,14	31,11	26,81	32,48	384,95	31,21	93,04%	92,75%	1,00

coletor, que praticamente nenhum material apresentava tendência a flotar, o que permite supor que havia sido conseguido sucesso na retirada do coletor que ainda pudesse estar presente nos grãos de apatita. Como seria extremamente inconveniente a execução de duas lavagens do material, devido as dificuldades de manuseio e os altos custos envolvidos, tentou-se a descoleta, com apenas um condicionamento, porém com tempo mais longo. O procedimento adotado foi o de promover o primeiro condicionamento com ácido durante quinze minutos, realizando o desaguamento em seguida e procedendo como já descrito anteriormente.

Na tabela 8.2.1.5 pode-se verificar os resultados destes ensaios que permaneceram insatisfatórios. Aparentemente, conseguiu-se a descoleta, visto que, quando se abria a aeração sem a adição de coletor, não se observava material flotando.

Devido aos resultados obtidos, suspeitou-se que o material-padrão usado, embora tenha sido secado e armazenado com extremo cuidado, poderia estar com a superfície alterada. Poderia também ter havido uma reação que provocou maior estabilidade dos reagentes que estavam em contato com o material e, portanto, não se conseguia sua retirada.

Dessa forma, optou-se por iniciar testes fazendo-se as duas flotações em laboratório, ou seja, com o material de alimentação da flotação da Serrana.

8.2.2 ENSAIOS COM DUAS FLOTAÇÕES

Nos ensaios, nos quais foram realizadas as duas flotações em laboratório, o procedimento para a execução da etapa direta foi o padronizado pela Serrana para os ensaios de simulação do processo industrial. A etapa reversa foi feita como descrito acima.

TABELA 8.2.1.5 - Resultados dos ensaios com apenas uma lixiviação de 15 minutos

SENS	MAT	LAV	AC	PH	DEP	COL	PH	F	MC	TC	MR	TR	MA	TA	REC	RMET	ENR
		PH	PH		PH	(g/t)			(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(%)	(%)	(%)
					(OF)												
5059	26%	OF	5,5	5,2	21,2	5,2	380,24	27,01	19,02	12,76	399,26	26,33	95,24%	97,69%	1,03		
5060	26%	SF	5,0	5,1	21,9	5,2	367,49	25,18	18,56	22,65	386,05	25,06	95,19%	95,65%	1,00		
5061	28%	OF	5,0	5,0	21,2	5,1	378,41	29,05	21,90	27,90	400,31	28,99	94,53%	94,74%	1,00		
5062	28%	OF	5,5	5,5	21,2	5,5	393,00	29,01	7,09	7,03	400,09	28,62	98,23%	99,56%	1,01		
5063	28%	SF	5,0	5,1	21,0	5,3	367,38	28,10	35,84	27,16	403,22	28,02	91,11%	91,38%	1,00		
5064	30%	SF	5,0	5,5	21,5	5,5	372,17	30,18	22,10	29,10	394,27	30,12	94,39%	94,58%	1,00		
5065	30%	OF	5,0	5,1	21,7	5,2	365,06	31,29	24,65	26,56	389,71	30,99	93,67%	94,58%	1,01		
5066	30%	OF	5,5	5,3	21,4	5,4	349,61	30,14	46,09	32,04	395,70	30,36	88,35%	87,71%	0,99		
5067	32%	OF	5,5	5,5	20,5	5,5	391,04	32,01	22,98	31,00	414,02	31,95	94,45%	94,62%	1,00		
5068	32%	SF	5,0	5,5	21,6	5,7	365,95	31,95	26,94	23,05	392,89	31,34	93,14%	94,96%	1,02		

A execução dos ensaios com duas flotações em laboratório é bastante trabalhosa, exigindo duas flotações para cada teste. Além disso, ocorrem outros problemas, quais sejam:

- a quantidade de concentrado obtido na primeira flotação é muito pequena;

- por não haver tempo hábil para as análises químicas, não foi possível determinar os teores dos produtos da primeira flotação e, conseqüentemente, a dosagem dos reagentes não podia ser feita adequadamente;

- como não era possível secar o material e como as quantidades geradas eram muito pequenas não foi possível calcular com exatidão o balanço de massas.

O primeiro estágio de flotação foi executado conforme o procedimento padrão adotado pela Serrana, otimizado para simular o processo industrial. A descrição desse procedimento encontra-se no ítem 8.1. Em seguida, o concentrado da primeira flotação foi submetido a etapa reversa.

Esse procedimento apresentou muitas dificuldades de execução e controle: inicialmente não eram conhecidas as características dos produtos gerados, no que tange a massas e teores; as massas obtidas em cada ensaio eram diminutas, dificultando a dosagem adequada dos reagentes para a flotação; além disso, não havia boa reprodutibilidade nos ensaios, o que não permitia a comparação entre os resultados de cada bateria.

Para cálculo do teor da alimentação da etapa reversa (flotado do primeiro estágio), adotou-se a ponderação dos teores e das massas obtidas dos produtos finais da flotação. Esse procedimento foi a melhor forma de cálculo encontrada, uma vez que cada ensaio de flotação direta gerava produto com teor diferente.

Os resultados do primeiro estágio de flotação, como mostra a

tabela 8.2.2.1, estavam muito distantes do desejável. Pode-se observar que o teor da alimentação do segundo estágio variou entre 16 até 26% P2O5 aproximadamente. Atribui-se isto à forma de coleta do flotado, que foi manual e não mecanizada sujeitando os resultados a variáveis não mensuráveis.

Apesar disso, observou-se certa evolução, pois o concentrado da flotação reversa tendia a apresentar pequeno enriquecimento, que justificava a continuidade dos testes.

Suspeitou-se que o problema poderia estar na dificuldade de coleta em pH ácido. Realizaram-se alguns ensaios para verificar essa possibilidade.

Esses ensaios consistiam na lavagem do material com ácido para a eliminação dos reagentes da primeira etapa, conforme descrito anteriormente; em seguida, o pH era elevado com soda cáustica para 10,3 (valor já otimizado pela Serrana e que apresenta os melhores resultados); adicionava-se o coletor condicionando por 30 segundos, rebaixava-se novamente o pH para a faixa ácida, condicionava-se novamente por cinco minutos e flotava-se.

Os resultados obtidos podem ser vistos na tabela 8.2.2.2 e como se pode notar, não mostraram o enriquecimento desejado. Embora isoladamente os resultados tenham sido muito pobres, o pequeno enriquecimento observado abria a perspectiva de sucesso em ensaios com pré-concentrados de flotação sem secagem e armazenagem prévias. Em função disso, partiu-se para uma nova fase de ensaios, utilizando-se para isso material previamente flotado, porém sem secagem ou armazenagem longa.

TABELA 8.2.2.1 - Resultados dos ensaios com duas flotações em laboratório
(apenas da etapa reversa)

ENS	COL (g/t)	DEP (Kg/t)	PH C	PH F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
D001	90,4	13,9	5,0	4,9	81,55	24,10	12,13	5,50	93,68	21,69	87,05%	96,72%	1,11
D002	115,2	5,2	5,5	5,5	61,98	18,12	11,54	5,58	73,52	16,15	84,30%	94,58%	1,12
D003	106,3	2,0	6,0	6,0	72,10	19,00	7,55	4,98	79,65	17,67	90,52%	97,33%	1,08
D004	98,1	1,7	6,5	6,5	80,32	23,14	6,03	6,50	86,35	21,98	93,02%	97,93%	1,05
D005	100,7	1,4	7,0	7,0	74,98	17,56	9,11	6,01	84,09	16,31	89,17%	96,01%	1,08
D006	196,3	7,8	4,9	5,2	65,20	28,04	21,10	19,01	86,30	25,83	75,55%	82,01%	1,09
D007	231,2	5,4	5,5	5,6	56,73	20,91	16,54	16,41	73,27	19,89	77,43%	81,38%	1,05
D008	240,8	3,1	6,0	6,0	48,17	22,17	22,19	10,41	70,36	18,46	68,46%	82,22%	1,20
D009	237,7	2,0	6,5	6,5	48,17	21,17	23,10	17,15	71,27	19,87	67,59%	72,02%	1,07
D010	90,9	19,0	4,6	4,9	76,67	28,01	16,53	6,10	93,20	24,12	82,26%	95,52%	1,16
D011	98,9	11,0	5,3	5,5	69,14	26,18	16,54	3,90	85,68	21,88	80,70%	96,56%	1,20
D012	108,5	7,0	5,6	5,7	69,04	21,17	9,03	4,01	78,07	19,19	88,43%	97,58%	1,10

TABELA 8.2.2.2 - Resultados dos ensaios com duas flotações e condicionamento do coletor em pH alcalino

ENS	COL (g/t)	REG DE PH (Kg/t)	PH (Kg/t)	DEP TC1 (Kg/t)	DEP TC1 (min)	pHC1	pHC2	pHF	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
ID013	168,3	24,1	6,3	5,0	5	5,5	10,3	5,5	48,8	22,2	1,5	11,1	50,3	21,86	97,02%	98,49%	1,02
ID014	54,5	37,6	7,0	10,4	5	5,5	10,3	5,0	135,1	19,9	20,3	6,2	155,4	18,10	86,92%	95,56%	1,10
ID015	104,9	24,1	10,3	5,0	10	5,0	10,4	5,4	78,87	25,11	1,9	11,3	80,8	24,79	97,66%	98,93%	1,01
ID016	120,0	10,8	8,2	4,1	10	5,0	10,3	6,0	68,38	23,10	2,2	14,8	70,6	22,84	96,90%	97,99%	1,01
ID017	93,4	12,5	6,5	6,3	10	5,5	10,3	5,5	86,93	19,81	3,8	8,5	90,7	19,34	95,83%	98,18%	1,02
ID018	105,0	-	9,5	6,3	5	5,0	10,3	5,2	73,21	25,49	7,4	5,6	80,6	23,65	90,79%	97,83%	1,08
ID019	104,1	-	26,7	5,7	10	5,0	10,2	5,3	74,81	21,01	6,5	6,0	81,3	19,80	91,97%	97,58%	1,06
ID020	123,9	-	29,9	6,4	5	5,5	10,3	5,5	59,62	22,95	8,7	6,2	68,4	20,28	87,21%	96,11%	1,10
ID021	113,8	-	20,1	6,0	10	5,5	10,3	5,5	64,9	26,74	9,5	9,7	74,5	24,55	87,19%	94,96%	1,09
ID022	109,9	-	19,3	5,4	5	5,0	10,3	5,8	70,2	25,73	6,9	8,5	77,1	24,18	91,02%	96,86%	1,06
ID023	119,8	-	14,1	4,4	10	6,0	10,4	6,0	64,0	22,5	6,8	6,2	70,7	20,97	90,41%	97,18%	1,07
ID024	108,8	-	16,4	4,8	10	6,0	10,3	6,0	73,3	22,4	4,6	9,1	77,9	21,64	94,11%	97,52%	1,04

8.2.3 ENSAIOS COM MATERIAL PROVENIENTE DA FLOTAÇÃO INDUSTRIAL DA SERRANA, SEM SECAGEM

Devido as dificuldades encontradas, descritas anteriormente, optou-se por ensaiar material oriundo diretamente da flotação, retirado do primeiro estágio ("rougher") da planta industrial da Serrana, sem secagem ou estocagem.

O procedimento adotado nos ensaios com material fresco foi praticamente o mesmo adotado na primeira etapa dos ensaios de flotação, sendo que a obtenção de padrões do material para os ensaios de flotação reversa eram conseguidos pelo enquadramento a úmido das amostras enviadas.

A realização desses ensaios acarretava uma série de dificuldades: se colhidos com muita antecedência, os reagentes da primeira flotação ainda presentes se deterioravam, exalando forte odor e embora não se soubesse a influência dessa deterioração dos reagentes na etapa de flotação reversa, optou-se por não fazer os testes dessa forma, para não se introduzir mais variáveis no processo. Assim, optou-se pelo envio das amostras de Jacupiranga para o laboratório do Departamento de Minas da EPUSP. Evidentemente, essa remessa era extremamente penosa, pois exigia estrutura muito bem organizada, tanto de envio como de recepção das amostras, fato que só foi possível devido ao enorme empenho da Serrana e de seu corpo técnico e administrativo.

A remessa das amostras era feita duas vezes por semana, sendo o material enviado num dia processado no seguinte. Havia diferenças na composição das amostras enviadas, decorrentes das diferentes pilhas de homogeneização de minério de onde provinha a alimentação da usina.

O problema se agravava ainda mais devido a Serrana processar,

separadamente, dois tipos de minérios: um dolomítico e outro calcítico, chamados assim de acordo com a quantidade de magnésio presente. Apesar dessas limitações, optou-se pela utilização desse material, pois permitia maior disponibilidade de amostras, teores constantes dentro do mesmo lote e maior facilidade para a execução dos ensaios.

O procedimento adotado foi o seguinte: o material recebido era homogeneizado, enquantado em quarteador de polpa, sendo então as alíquotas pesadas, calculada a porcentagem de sólidos e a massa de material presente. Os resultados obtidos com os ensaios estão mostrados nas tabelas que se seguem.

A tabela 8.2.3.1 apresenta os resultados dos ensaios executados conforme o procedimento anterior. Observa-se que não foi obtido o enriquecimento esperado.

Posteriormente, tentou-se o condicionamento do coletor em pH alcalino conforme já descrito. Os resultados, porém, não melhoraram, como mostrado na tabela 8.2.3.2.

Como já citado, no depósito de Jacupiranga, são beneficiados separadamente dois tipos de minérios: um calcítico e outro dolomítico que apresentam diferenças de comportamento frente aos processos de separação por flotação. Como não se conhecia a resposta desses dois tipos de minérios submetidos a processo de dupla flotação, executaram-se alguns ensaios com o material dolomítico. Os resultados podem ser vistos nas tabelas 8.2.3.3 e 8.2.3.4. O tratamento dos dados obtidos nesses ensaios é muito difícil, pois o primeiro concentrado obtido no "rougher" da flotação direta já continha elevado teor de P205, devido a maior facilidade de concentração por flotação do minério dolomítico pelo processo Serrana. Assim, a quantidade de ganga presente é tão pequena que torna difícil a avaliação mais acurada da etapa

TABELA 8.2.3.1 - Resultados dos ensaios com padrão calcítico e diversos depressores

ENS	COL (g/t)	REG	PH	DEP (Kg/t)	PH	C	PH	F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
U001	42,7	SF	1,0	1,0	6,2	6,1	388,08	29,08	8,96	28,70	397,04	29,07	97,74%	97,77%	1,00		
U002	42,6	SF	5,0	5,0	5,0	5,4	380,25	31,30	17,70	1,05	397,95	29,95	95,55%	99,84%	1,04		
U003	45,7	SF	10,0	10,0	5,2	5,1	348,16	32,10	22,63	0,70	370,79	30,18	93,90%	99,86%	1,06		
U004	42,2	FL	1,0	1,0	5,8	6,3	399,43	29,80	2,10	11,10	401,53	29,70	99,48%	99,80%	1,00		
U005	41,1	FL	2,0	2,0	6,0	6,0	410,42	30,00	1,52	10,30	411,94	29,93	99,63%	99,87%	1,00		
U006	44,3	FL	5,0	5,0	4,9	5,5	381,36	29,90	1,20	9,50	382,56	29,84	99,69%	99,90%	1,00		
U007	20,1	FL	10,0	10,0	4,7	5,0	419,60	29,80	2,60	14,70	422,20	29,71	99,38%	99,70%	1,00		
U008	20,4	FL	1,0	1,0	6,1	6,1	412,02	30,10	3,70	12,50	415,72	29,94	99,11%	99,63%	1,01		
U009	20,2	FL	2,0	2,0	5,2	5,7	417,58	29,80	1,90	9,59	419,48	29,71	99,55%	99,85%	1,00		
U010	20,3	FL	5,0	5,0	4,7	5,4	414,44	29,90	3,19	9,00	417,63	29,74	99,24%	99,77%	1,01		
U011	20,6	FL	10,0	10,0	5,0	5,0	408,70	30,20	3,13	12,30	411,83	30,06	99,24%	99,69%	1,00		

TABELA 8.2.3.2 - Resultados dos ensaios com padrão calcítico, condicionando o coletor em pH alcalino

ENS COL	LAV (Kg/t)	PH (SF)	COND (Kg/t)	DEP (Kg/t)	PH F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR	
IU060	21,8	12,7	4,5	13,0	16,4	4,8	382,08	31,23	7,12	20,11	389,20	31,03	98,17%	98,81%	1,01
IU061	24,0	15,4	4,5	14,4	9,3	5,5	345,67	31,51	6,83	15,31	352,50	31,20	98,06%	99,05%	1,01
IU062	20,6	13,5	4,5	16,0	6,1	6,0	401,38	32,26	9,00	8,90	410,38	31,75	97,81%	99,39%	1,02
IU063	22,7	14,6	4,5	12,2	3,2	6,4	365,34	32,64	7,51	9,76	372,85	32,18	97,99%	99,39%	1,01
IU064	20,8	10,7	5,0	13,3	10,1	4,6	398,41	31,51	8,01	12,32	406,42	31,13	98,03%	99,22%	1,01
IU065	22,1	10,1	5,0	11,9	8,5	5,0	376,98	32,47	5,95	9,54	382,93	32,11	98,45%	99,54%	1,01
IU066	21,4	9,0	5,0	9,6	6,2	5,5	387,61	30,21	8,45	8,12	396,06	29,74	97,87%	99,42%	1,02
IU067	20,1	8,3	5,0	9,5	4,0	6,0	410,45	31,67	10,65	15,87	421,10	31,27	97,47%	98,72%	1,01
IU068	20,5	6,0	5,5	8,6	9,2	5,3	402,16	31,80	11,07	12,49	413,23	31,28	97,32%	98,93%	1,02
IU069	21,3	5,8	5,5	8,0	8,0	5,5	387,98	32,01	10,21	6,90	398,19	31,37	97,44%	99,44%	1,02
IU070	22,0	6,2	5,5	7,4	5,3	6,0	376,55	31,04	8,98	9,56	385,53	30,54	97,67%	99,27%	1,02
IU071	20,6	4,8	5,5	6,2	2,3	7,0	402,12	31,23	8,57	7,54	410,69	30,74	97,91%	99,49%	1,02

Os tempos de condicionamento foram de 5 min. para a lavagem e o depressor e de meio minuto para o coletor. O pH de condicionamento do coletor foi de 10,3

TABELA B.2.3.3 - Resultados dos ensaios com material dolomítico com ácido ortofosfórico

ENS	COL	DEP	PH	C	PH	F	MC	TC	MR	TR	MR	TA	REC	RMET	ENR
	(g/t)	(Kg/t)					(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(%)	(%)	
IU012	18,6	0,5	6,2	6,2	6,2	420,15	35,22	34,14	34,14	34,12	454,29	35,14	92,48%	92,70%	1,00
IU013	20,1	1,0	6,0	6,0	6,0	402,32	35,12	20,11	35,67	422,43	35,15	35,15	95,24%	95,17%	1,00
IU014	21,2	2,0	5,9	5,9	5,9	387,72	36,01	11,10	23,21	398,82	35,65	35,65	97,22%	98,19%	1,01
IU015	18,3	4,0	5,5	5,8	456,78	35,99	5,67	22,79	462,45	35,83	35,83	35,83	98,77%	99,22%	1,00
IU016	21,6	8,0	5,3	5,9	385,60	36,31	7,12	13,21	392,72	35,89	35,89	35,89	98,19%	99,33%	1,01
IU017	38,4	1,0	6,0	6,0	400,87	35,02	39,36	35,78	440,23	35,09	35,09	35,09	91,06%	90,88%	1,00
IU018	34,9	2,0	6,0	6,0	465,11	35,11	20,12	36,17	485,23	35,15	35,15	35,15	95,85%	95,73%	1,00
IU019	41,3	3,0	5,7	5,8	390,32	36,09	19,21	34,98	409,53	36,04	36,04	36,04	95,31%	95,45%	1,00
IU020	39,2	4,0	5,5	5,7	406,59	35,11	25,32	33,23	431,91	35,00	35,00	35,00	94,14%	94,43%	1,00
IU021	40,1	8,0	5,3	5,7	413,82	35,16	7,98	35,01	421,80	35,16	35,16	35,16	98,11%	98,12%	1,00

TABELA 8.2.3.4 - Resultados dos ensaios com material dolomítico e diversos depressores

ENS	COL (g/t)	DEP/REG (Kg/t)	AC(Kg/t)(CF)	PH	C	PH	F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
U022	19,4	SF	0,5	3,5	5,9	6,0	412,37	35,09	23,12	36,11	435,49	35,14	94,69%	94,55%	1,00	
U023	16,7	SF	1,0	3,0	6,0	6,0	481,11	36,03	25,00	34,12	506,11	35,94	95,06%	95,31%	1,00	
U024	20,0	SF	2,0	2,0	5,9	6,0	410,23	33,10	13,28	35,11	423,51	33,16	96,86%	96,68%	1,00	
U025	20,9	SF	4,0	1,0	5,6	5,8	398,72	36,09	5,94	22,98	404,66	35,90	98,53%	99,06%	1,01	
U026	20,5	SF	8,0	2,0	4,7	5,3	406,12	35,72	6,44	12,17	412,56	35,35	98,44%	99,46%	1,01	
U027	19,2	CL	0,5	1,5	6,0	6,0	413,27	35,02	27,28	35,78	440,55	35,07	93,81%	93,68%	1,00	
U028	19,2	CL	1,0	3,0	5,8	6,0	421,82	35,13	20,12	34,62	441,94	35,11	95,45%	95,51%	1,00	
U029	20,8	CL	2,0	2,0	5,8	5,8	390,32	36,09	16,28	35,02	406,60	36,05	96,00%	96,11%	1,00	
U030	20,4	CL	4,0	1,0	5,5	5,7	404,12	34,21	10,23	33,23	414,35	34,19	97,53%	97,60%	1,00	
U031	20,2	CL	8,0	23,0	4,3	5,0	413,82	37,02	6,11	27,54	419,93	36,88	98,54%	98,91%	1,00	

reversa. De fato, na flotação industrial da Serrana, o primeiro concentrado da flotação, obtido de minério dolomítico, já apresenta teores próximos de 36% P₂O₅, que são obtidos com o material calcítico após dois estágios de limpeza. Por esta razão, também a maior parte dos estudos de dupla flotação foram executados com material calcítico.

Apesar disso, os resultados obtidos não mostraram evolução, pois não foi atingido nenhum enriquecimento. Os teores do flotado foram muito altos, fazendo com que a recuperação metalúrgica fosse baixa.

Na busca de novos reagentes, tentou-se deprimir a apatita usando polifosfatos, que em ensaios anteriores realizados pela Serrana haviam demonstrado capacidade depressora. Os resultados desses ensaios podem ser vistos nas tabelas 8.2.3.5 e 8.2.3.6. Tentou-se inicialmente controlar o pH com ácido sulfúrico, (tabela 8.2.3.5). Posteriormente, foram tentados outros ácidos associados ao polifosfato, como mostrado na tabela 8.2.3.6.

Como os resultados continuaram insatisfatórios, executaram-se ensaios adicionais com os ácidos clorídrico e o fluorídrico. Os resultados desses ensaios podem ser vistos nas tabelas 8.2.3.7 e 8.2.3.8. Esses ensaios foram repetidos para verificar qual deles teria a melhor ação como depressor e regulador de pH, programando-se todos os ensaios com a mesma amostra, o que permitiria comparar os resultados sem se preocupar com a variável alimentação.

Como pode-se observar, os resultados continuaram pouco satisfatórios, não se conseguindo parâmetros de comparação, não possibilitando conclusões a respeito de qual dos reguladores/depressores poderia apresentar melhor resultado.

Para tentar explicar os resultados obtidos, levantaram-se

TABELA 8.2.3.5 - Resultados dos ensaios com polifosfato e ácido sulfúrico

ENS	COL	POL	REG	pH	C	pH	F	MC	TC	MR	TR	MA	TA	REC	RMET	ENR
(g/t)	(Kg/t)	(Kg/t)	(SF)	(Kg/t)	(g)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(%)	(%)	(%)
U033	40,3	0,5	7,4	415,47	34,10	4,72	17,40	420,19	33,91	98,88%	99,42%	1,01				
U034	42,7	1,0	5,7	392,00	34,00	5,09	21,40	397,09	33,84	98,72%	99,19%	1,00				
U035	57,1	2,0	1,9	290,67	32,40	6,08	16,00	296,75	32,06	97,95%	98,98%	1,01				
U036	40,6	4,0	1,7	409,20	30,43	7,98	10,30	417,18	30,04	98,09%	99,34%	1,01				
U037	43,2	1,0	8,9	387,65	29,90	4,30	9,50	391,95	29,68	98,90%	99,65%	1,01				
U038	41,8	2,0	6,1	402,32	29,80	2,60	11,12	404,92	29,68	99,36%	99,76%	1,00				
U039	20,9	4,0	2,0	402,02	30,54	3,70	12,18	405,72	30,37	99,09%	99,63%	1,01				
U040	20,2	8,0	0,9	417,58	31,80	1,90	9,59	419,48	31,70	99,55%	99,85%	1,00				

Adotou-se 7 min. de condicionamento para o depressor e 30 s para o coletor.

TABELA 8.2.3.6 - Resultados dos ensaios com polifosfato e diversos ácidos

ENS	COL	REG	POLIF	pH C	pH F	MC	TC	MR	TR	MA	TA	REC	RMET	ENR
	(g/t)	(Kg/t)	(Kg/t)			(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(%)	(%)	
U041	28,6	DF	0,5	4,5	4,6	279,80	32,21	16,32	28,09	296,12	31,98	94,49%	95,16%	1,01
U042	28,1	DF	1,0	5,0	5,0	287,56	33,12	14,32	22,30	301,88	32,61	95,26%	96,76%	1,02
U043	26,4	DF	2,0	5,5	5,5	308,54	31,20	12,31	15,00	320,85	30,58	96,16%	98,12%	1,02
U044	37,9	DF	4,0	6,0	6,0	216,50	29,78	7,21	16,65	223,71	29,36	96,78%	98,17%	1,01
U045	34,1	DF	8,0	7,0	7,0	224,87	30,12	23,54	26,09	248,41	29,74	90,52%	91,69%	1,01
U046	25,5	FL	15,7	4,3	4,6	302,32	30,10	30,10	25,45	332,42	29,68	90,95%	92,24%	1,01
U047	29,2	FL	11,4	5,0	5,1	224,10	28,01	65,98	28,76	290,08	28,18	77,25%	76,79%	0,99
U048	34,0	FL	2,0	5,5	5,5	228,98	29,01	19,85	22,01	248,83	28,45	92,02%	93,83%	1,02
U049	33,0	FL	4,0	6,0	6,0	234,67	31,10	21,75	26,75	256,42	30,73	91,52%	92,62%	1,01
U059	29,2	FL	8,0	7,0	7,0	267,09	30,12	22,51	24,46	289,60	29,68	92,23%	93,59%	1,01
U051	28,9	FL	16,9	4,3	4,3	265,78	31,05	26,94	19,04	292,72	29,94	90,80%	94,15%	1,04
U052	25,1	FL	11,7	4,9	5,0	307,48	31,07	30,61	22,09	338,09	30,26	90,95%	93,39%	1,03
U053	26,0	FL	9,6	5,5	5,5	265,43	28,10	60,46	28,04	325,89	28,09	81,45%	81,48%	1,00
U054	35,9	FL	4,2	6,0	6,0	214,98	30,56	21,05	16,98	236,03	29,35	91,08%	94,84%	1,04
U055	31,5	FL	2,8	7,0	7,0	237,96	32,76	31,06	17,65	269,02	31,02	88,45%	93,43%	1,06
U056	29,9	SF+DF	15,3	4,3	4,4	254,50	29,63	28,58	22,69	283,08	28,93	89,90%	92,08%	1,02
U057	28,6	SF+DF	13,6	5,0	5,0	264,68	30,44	31,59	20,18	296,27	29,35	89,34%	92,67%	1,04
U058	29,9	SF+DF	8,9	5,5	5,4	243,70	31,11	40,02	16,04	283,72	28,98	85,89%	92,19%	1,07
U059	27,4	SF+DF	3,3	6,0	6,0	265,49	31,60	43,94	23,38	309,43	30,43	85,80%	89,09%	1,04

O polifosfato foi condicionado por 7 min. após o acerto do pH. Em seguida, o pH era novamente ajustado e condicionava-se o coletor por meio minuto e flotava-se.

TABELA 8.2.3.7 - Resultados dos ensaios com ácidos clorídrico e ortofosfórico

ENS COL	DEP/REG (kg/t)	(kg/t)	(CC)	pH C	pH F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
U072	26,1	0,5	0,5	6,0	6,0	289,87	30,12	34,20	31,00	324,07	30,21	89,45%	89,17%	1,00
U073	23,8	1,0	1,0	5,6	5,7	342,09	30,00	14,32	29,98	356,41	30,00	95,98%	95,98%	1,00
U074	34,0	2,0	2,0	5,0	5,5	236,76	31,20	12,43	17,87	249,19	30,54	95,01%	97,06%	1,02
U078	38,3	3,0	3,0	4,8	5,4	215,07	29,67	5,87	14,20	220,94	29,26	97,34%	98,71%	1,01
U079	26,5	1,0	4,0	5,0	5,5	312,11	30,12	7,90	9,56	320,01	29,61	97,53%	99,20%	1,02
U080	34,3	2,0	5,0	4,8	5,9	234,50	31,12	12,50	6,73	247,00	29,89	94,94%	98,86%	1,04
U081	36,7	5,0	10,0	4,6	5,0	223,12	29,90	7,87	5,98	230,99	29,09	96,59%	99,30%	1,03

Os tempos de condicionamento do depressor e do coletor foram respectivamente 5 e meio minutos.

TABELA 8.2.3.8 - Resultados dos ensaios com ácidos fluorídrico e ortofosfórico

ENS	COL (g/t)	DEP/REG (Kg/t)	PH C	PH F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
U082	25,4	0,5	6,0	6,0	304,21	30,39	29,83	30,95	334,04	30,44	91,07%	90,92%	1,00
U083	24,2	1,0	5,8	6,0	309,22	29,62	40,27	25,65	349,49	29,16	88,48%	89,87%	1,02
U084	33,8	2,0	5,6	5,7	234,56	31,20	16,38	20,56	250,94	30,51	93,47%	95,60%	1,02
U085	30,6	3,0	5,4	5,7	264,61	31,73	5,11	6,34	276,62	30,45	95,59%	99,62%	1,04
U086	32,9	1,0	5,6	5,9	245,87	30,96	11,32	16,03	257,19	30,30	95,60%	97,67%	1,02
U087	26,1	2,0	5,2	6,0	302,76	28,59	21,48	17,89	324,24	27,68	93,36%	95,75%	1,03
U088	32,2	5,0	5,5	5,8	243,82	30,72	19,53	11,25	263,35	29,28	92,58%	97,15%	1,05

O tempo de condicionamento do depressor foi de 5 min. e do coletor 30 s.

várias hipóteses:

a) o material testado ainda estava impregnado com reagentes da primeira flotação, sendo que a lixiviação ácida não era adequada para a remoção dos mesmos;

b) as características superficiais do material não permitiam flotação reversa com as técnicas e reagentes testados.

Considerando-se a primeira hipótese, entrou-se em contato com a Refinações de Milho Brasil, fabricante do amido usado como depressor da calcita no primeiro estágio da flotação. Verificou-se, então, que a eliminação total do amido é extremamente difícil, tendo sido sugerido pela RMB a utilização de longos períodos de condicionamento com ácido clorídrico ou o uso de enzimas.

Respeitando a orientação recebida, tentou-se promover a eliminação do amido através de condicionamento por longos períodos com ácido clorídrico (tabela 8.2.3.9). Como pode-se notar, não se conseguiu aumentar o enriquecimento.

Procurou-se, então, eliminar os reagentes com o uso de enzimas, tendo sido realizados testes com a alfa-amilase da Miles, de nome comercial Tenase. Os resultados dos estudos com enzimas (tabela 8.2.3.10) continuaram negativos.

Adicionalmente, para testar a hipótese do material ainda estar impregnado com reagentes, buscou-se na mina minério com alto teor de P2O5 para a execução de alguns ensaios de flotação reversa. Este minério simularia um concentrado de teor intermediário, como aqueles obtidos na primeira flotação "rougher", porém sem ter sido submetido a flotação e, portanto, com a superfície ainda isenta de quaisquer reagentes. Foi conseguido um minério com aproximadamente 16% P2O5, que foi moído, destamado e homogeneizado. Com esse material realizou-se uma bateria de ensaios, com o mesmo procedimento adotado anteriormente. A tabela 8.2.3.11 mos-

TABELA 8.2.3.9 - Resultados dos ensaios com condicionamento longo com ácido clorídrico

ENS	TC (h)	pH (CL)	DEP (Kg/t) (OF)	COL (g/t)	pH	C	pH	F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
L001	1	4,8	13,9	23,3	5,0	5,1	320,20	30,17	43,01	9,60	363,21	27,73	68,16%	95,90%	1,09		
L002	1	5,0	5,2	23,5	5,5	5,2	305,13	29,01	54,85	12,08	359,98	26,43	64,76%	93,04%	1,10		
L003	1	5,5	2,0	21,2	6,0	6,0	360,14	30,41	38,61	13,85	398,75	28,81	90,32%	95,34%	1,06		
L004	1	6,5	1,7	20,3	6,5	6,5	367,04	27,85	29,73	20,01	416,77	27,29	92,87%	94,77%	1,02		
L005	1	5,0	1,4	41,8	7,0	5,2	358,98	28,10	48,39	24,96	405,37	27,73	88,06%	89,25%	1,01		
L006	1	6,0	7,8	45,9	4,9	6,0	317,98	29,01	51,01	25,78	368,99	28,56	86,18%	87,52%	1,02		
L007	2	4,7	5,4	24,7	5,5	5,0	321,09	27,15	21,85	15,59	342,94	26,41	93,63%	96,24%	1,03		
L008	2	5,0	3,1	22,4	6,0	5,2	341,27	28,10	37,10	9,56	378,37	26,28	90,19%	96,43%	1,07		
L009	2	5,5	2,0	23,1	6,5	5,6	330,87	26,00	35,79	11,37	366,66	24,57	90,24%	95,48%	1,06		
L010	2	6,0	19,0	24,6	4,6	6,0	312,01	30,11	32,10	17,49	344,11	28,93	90,67%	94,36%	1,04		
L011	2	5,0	11,0	43,8	5,3	5,2	341,98	28,10	44,73	20,18	386,71	27,18	88,43%	91,41%	1,03		
L012	2	6,0	7,0	43,1	5,6	6,0	345,03	27,64	47,59	17,59	392,62	26,42	87,88%	91,93%	1,05		

O tempo de condicionamento está expresso em horas. Foi usado o ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH após o condicionamento longo.

TABELA B.2.3.10 - Resultados dos ensaios utilizando enzimas

ENS	ENZ (g/t)	pH	REG/DEP (OF) (Kg/t)	COL (g/t)	pH	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC	RMET (%)	ENR
E001	1	4,6	4,8	21,4	5,0	375,31	27,19	20,18	14,06	395,49	26,52	94,90%	97,29%	1,03
E002	1	5,0	5,0	22,6	5,1	345,76	27,49	29,42	13,02	375,18	26,36	92,16%	96,13%	1,04
E003	1	5,5	5,5	20,8	5,6	367,07	26,59	40,12	16,65	407,19	25,61	90,15%	93,59%	1,04
E004	1	6,0	6,0	21,5	6,0	367,59	29,01	27,10	9,68	394,69	27,68	93,13%	97,60%	1,05
E005	1	6,5	6,5	23,0	6,5	348,04	29,48	19,46	16,05	367,50	28,77	94,70%	97,05%	1,02
E006	1	7,0	4,7	22,5	5,0	356,97	27,62	19,67	17,59	376,64	27,10	94,78%	96,61%	1,02
E007	1	7,5	5,0	24,1	5,0	329,01	28,11	22,10	14,05	351,11	27,23	93,71%	96,75%	1,03
E008	1	8,0	5,5	21,3	5,6	376,38	27,95	21,67	9,48	398,05	26,94	94,56%	98,08%	1,04
E009	1	8,5	6,0	22,3	6,0	354,97	28,17	22,07	20,19	377,04	27,70	94,15%	95,73%	1,02
E010	1	9,0	6,5	22,3	6,5	339,83	26,19	39,51	19,43	379,34	25,49	89,58%	92,06%	1,03
E011	1	9,5	7,0	21,5	7,0	352,19	25,10	42,10	26,01	394,29	25,20	89,32%	88,98%	1,00

As quantidades de enzima adicionadas foram muito superiores as recomendadas pelo fabricante devido a quantidade de material ensaiado ser muito pequena. Os tempos de condicionamento foram de 60 min. para a enzima, 5 min. para o depressor e meio minuto para o coletor. Foi utilizado o ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH.

TABELA B.2.3.11 - Resultados dos ensaios com minério de alto teor

IENS	COL (g/t)	DEP/REG AC (Kg/t)	AC (Kg/t)	PH C	PH F	MC (g)	TC (%)	MR (g)	TR (%)	MA (g)	TA (%)	REC (%)	RMET (%)	ENR
IA001	37,1 (OF)	5,0	-	5,3	5,3	225,36	16,40	3,00	15,00	228,36	16,38	98,69%	98,80%	1,00
IA002	33,2 (SF)	1,0 (OF)	1,0	6,0	6,2	232,00	16,20	23,06	18,50	255,06	16,41	90,96%	89,81%	0,99
IA003	70,5 (SF)	5,0 (OF)	5,0	4,9	5,6	228,00	16,30	12,38	15,80	240,38	16,27	94,85%	95,00%	1,00
IA004	65,0 (SF)	2,5 (OF)	2,5	5,4	6,0	238,74	16,30	22,01	15,70	260,75	16,25	91,56%	91,84%	1,00
IA005	72,4 (FL)	1,0 (OF)	1,0	5,7	6,5	231,38	16,30	2,56	17,40	233,94	16,31	98,91%	98,83%	1,00
IA006	72,4 (FL)	5,0 (OF)	5,0	4,9	5,5	222,98	16,40	11,03	15,30	234,01	16,35	95,29%	95,59%	1,00

Os tempos de condicionamento do depressor e do coletor foram respectivamente cinco e meio minuto

tra os resultados obtidos, verificando-se que não se conseguiu nenhum enriquecimento.

Esgotados todos esses caminhos, constatou-se não ter sido encontrada uma rota de flotação reversa, tecnicamente satisfatória para o minério de Jacupiranga.

9. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados das diversas baterias de ensaios executados não apresentaram tendência de aumento do teor de P₂O₅ na etapa de flotação reversa que justificasse a continuidade das investigações. Praticamente não ocorreu nenhum enriquecimento.

Na tabela 8.2.1.1 pode-se ver que dosagens maiores de coletor implicavam na queda de recuperação metalúrgica sem aumento do enriquecimento, pois a quantidade de material a ser coletado (carbonatos) era muito pequena. De fato, uma das limitações enfrentadas neste trabalho foi a dosagem do coletor pela dificuldade em se adicionar quantidades pequenas do mesmo, decorrente da impossibilidade de diluí-lo em água ou em outros solventes, sem conseqüências para o processo. Em diversos ensaios ficou demonstrado que aumentos na adição de coletor não traziam resultados positivos.

A adoção de uma prévia lixiviação ácida ("lavagens") do concentrado da primeira flotação direta foi considerada necessária, uma vez que o material ainda estava impregnado de reagentes. Isso foi verificado através de uma observação simples: quando o material recolhido da primeira etapa era condicionado sem a adição de coletor, começava imediatamente a flotar ao abrir-se a válvula da aeração.

As baterias de ensaios mostrados nas tabelas 8.2.2.1 e 8.2.2.2, onde pode-se ver os resultados obtidos executando-se as duas flotações em laboratório, demonstraram a grande dificuldade em se manter o controle do processo. De fato, os teores obtidos no concentrado da primeira flotação foram muito variáveis. Além disso, as dosagens de coletor foram sempre muito elevadas devido a pequena massa de concentrado gerado por ensaio da etapa direta,

que consistia na alimentação da etapa reversa. No entanto, as pequenas melhoras observadas no enriquecimento indicaram a necessidade de continuar as investigações, o que levou a desenvolver a terceira etapa de ensaios.

A expectativa de obtenção de resultados melhores não foi confirmada nos ensaios posteriores. Isso permite supor que a melhora apresentada na etapa com duas flotações em laboratório não se deva a ganhos reais no processo, mas a uma possível falta de padronização e controle dos ensaios. Os resultados pouco satisfatórios observados nos ensaios na etapa de testes com material coletado da flotação industrial, sem secagem ou armazenagem, não mostraram evoluções que indicassem a continuidade da pesquisa, o que levou à interrupção dos trabalhos. Vale ressaltar que os resultados dos ensaios realizados com minério de alto teor da mina, não previamente submetido a qualquer flotação, não apresentaram perspectivas de obtenção de resultados positivos.

Procurou-se, então, uma explicação para esses insucessos. Estabeleceu-se contato com a equipe da Nuclebrás, que desenvolveu um processo de dupla flotação, com a segunda etapa reversa, para a concentração do minério de fosfato de Itataia. Observou-se que os procedimentos adotados para o estudo da dupla flotação para o minério de Itataia foram bastante semelhantes aos seguidos neste trabalho.

Os melhores resultados na etapa de flotação reversa foram os obtidos com ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH. Foram testados outros ácidos, destacando-se o uso do ácido sulfúrico como opção para reduzir custos, porém com resultados ligeiramente inferiores.

O uso combinado dos ácidos sulfúrico e ortofosfórico apresentou resultados próximos daqueles obtidos usando somente o ácido

ortofosfórico nos testes de laboratório, em escala descontínua. Por outro lado, quando ensaiados em escala piloto, em regime contínuo, os resultados da adição da mistura foram piores em relação àqueles em que se usou apenas o ortofosfórico.

Observou-se que, além da utilização do ácido ortofosfórico como depressor e regulador de pH e a forma de adição deste, as variáveis pH de condicionamento e de flotação são extremamente importantes para o processo, devendo ser rigidamente controladas. Apesar do grande número de ensaios executados, observou-se que o minério de Itataia não apresentou boa resposta às tentativas de flotação direta, como a executada para o minério de Jacupiranga. O minério de Itataia apresentou, no entanto, boa resposta ao processo de flotação reversa, pois desde os primeiros ensaios já se notava uma tendência dos carbonatos a flotar. De fato, notou-se que, mesmo sem a adição de depressor, havia uma tendência dos carbonatos a flotar e dos fosfatos a permanecerem deprimidos.

Trabalho recentemente apresentado de autoria de Assis e outros (16) descreve o comportamento dos minérios de Jacupiranga e o de Itataia frente a estudos fundamentais de flotação. Nesta pesquisa foram selecionadas amostras representativas do minério das duas regiões, que foram cominuídos e classificados entre 212 e 150 μ m, separando-se frações puras de carbonatos (calcita e dolomita) e apatita, através de separação em separador Frantz e líquidos densos.

Realizou-se completa caracterização tecnológica dessas frações. Através do uso de microfotografias, pôde-se verificar que as superfícies dos minerais em questão apresentam-se muito diferenciadas. A apatita de Itataia possui superfície bastante rugosa, com muitas reentrâncias e totalmente irregular, muito semelhante a calcita de Jacupiranga. Por outro lado, a calcita de Itataia

possui superfície muito regular e, nesta característica, é semelhante a apatita de Jacupiranga.

Os ensaios de flotação com esses minerais foram inicialmente desenvolvidos em tubo de Hallimond. Os reagentes utilizados foram o ácido oleico, amido e soda cáustica. Todos os ensaios foram executados com água destilada.

Os resultados obtidos nesses ensaios podem ser vistos nas tabelas que se seguem. Na tabela 9.1 observa-se que a flotabilidade da calcita de Itataia é alta e da dolomita média. Já a calcita de Jacupiranga é baixa. Quanto a apatita, a de Itataia apresenta baixa flotabilidade e a de Jacupiranga alta. Através desses ensaios observou-se que a flotabilidade dos minerais cresce na seguinte ordem: calcita de Jacupiranga, dolomita de Itataia e calcita de Itataia. Constatou-se ainda que, aparentemente, não há correlação entre a flotabilidade e o PZC ou em qual mineral esteja contido o magnésio.

Nos ensaios de flotação com as misturas artificiais de apatita e calcita de Itataia na proporção de 50/50%, com e sem depressor (amido gelatinizado), observou-se que, sem a adição do depressor e somente com o controle do pH, havia alguma seletividade. Deve-se ressaltar que o mineral recuperado no flotado foi a calcita. A adição do amido reduz a seletividade, como mostrado na figura 9.1.

No caso da mistura de dolomita e apatita de Itataia, pôde-se verificar que, sem a adição de amido, a dolomita apresenta muito maior flotabilidade do que a apatita, especialmente na faixa ácida de pH. Com a adição do amido ocorre uma forte depressão da dolomita, implicando numa grande perda de seletividade.

Os testes com misturas artificiais calcita-apatita de Jacupiranga, conforme mostrado na figura 9.2, demonstraram que, sem a

TABELA 9.1 - Comparação de algumas características entre os vários minerais estudados

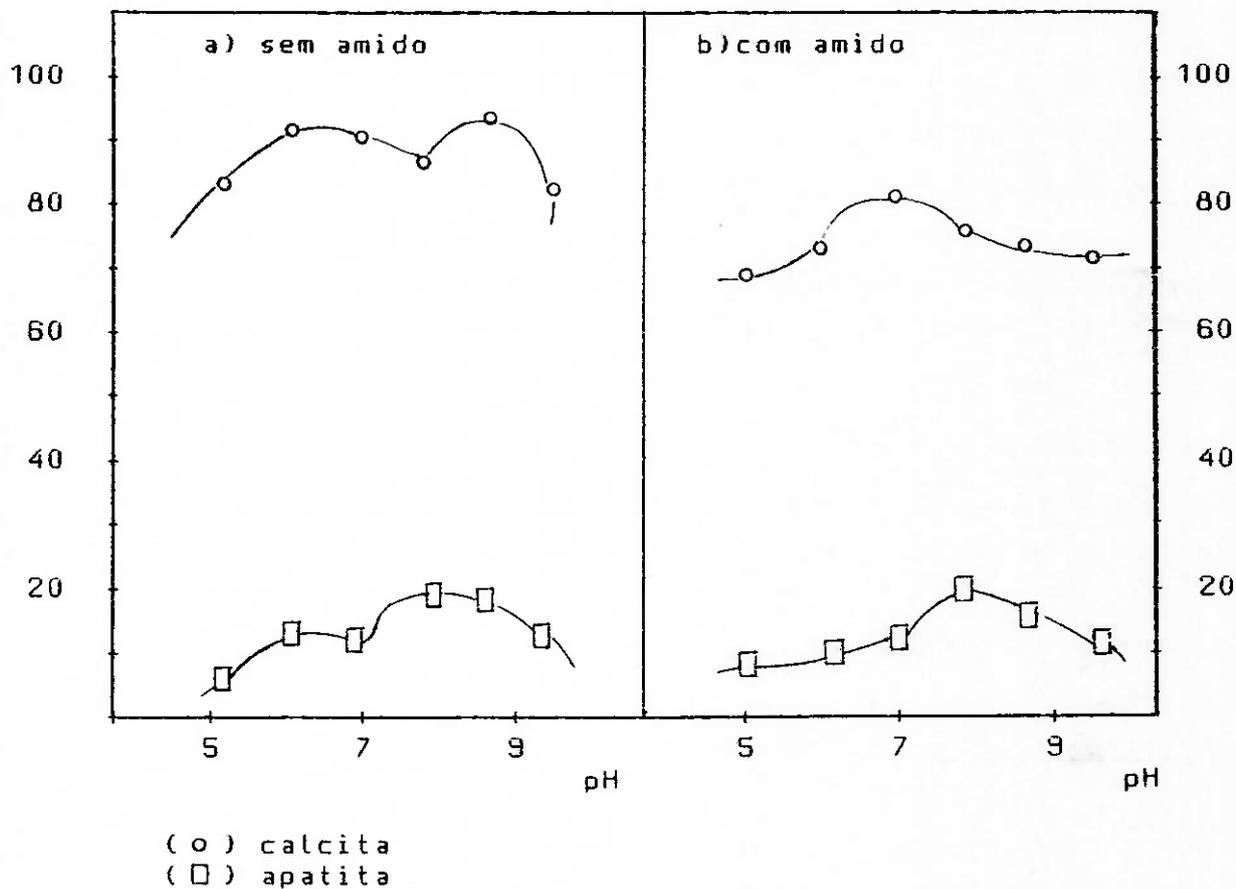
MINERAL	PZC	FLOTABILIDADE
CALCITA ITATAIA	8,4	ALTA
DOLOMITA ITATAIA	6,6	MÉDIA
CALCITA JACUPIRANGA	8,4	BAIXA
APATITA ITATAIA	5,9	BAIXA
APATITA JACUPIRANGA	6,3	ALTA

Referência: Assis et al. (16)

Os resultados de flotabilidade demonstram que o comportamento da apatita de Jacupiranga é semelhante à calcita de Itataia. A calcita de Jacupiranga apresenta característica semelhante à apatita de Itataia.

FIGURA 9.1 - Flotabilidade dos minerais apatita e calcita de Itataia

% FLOTADA

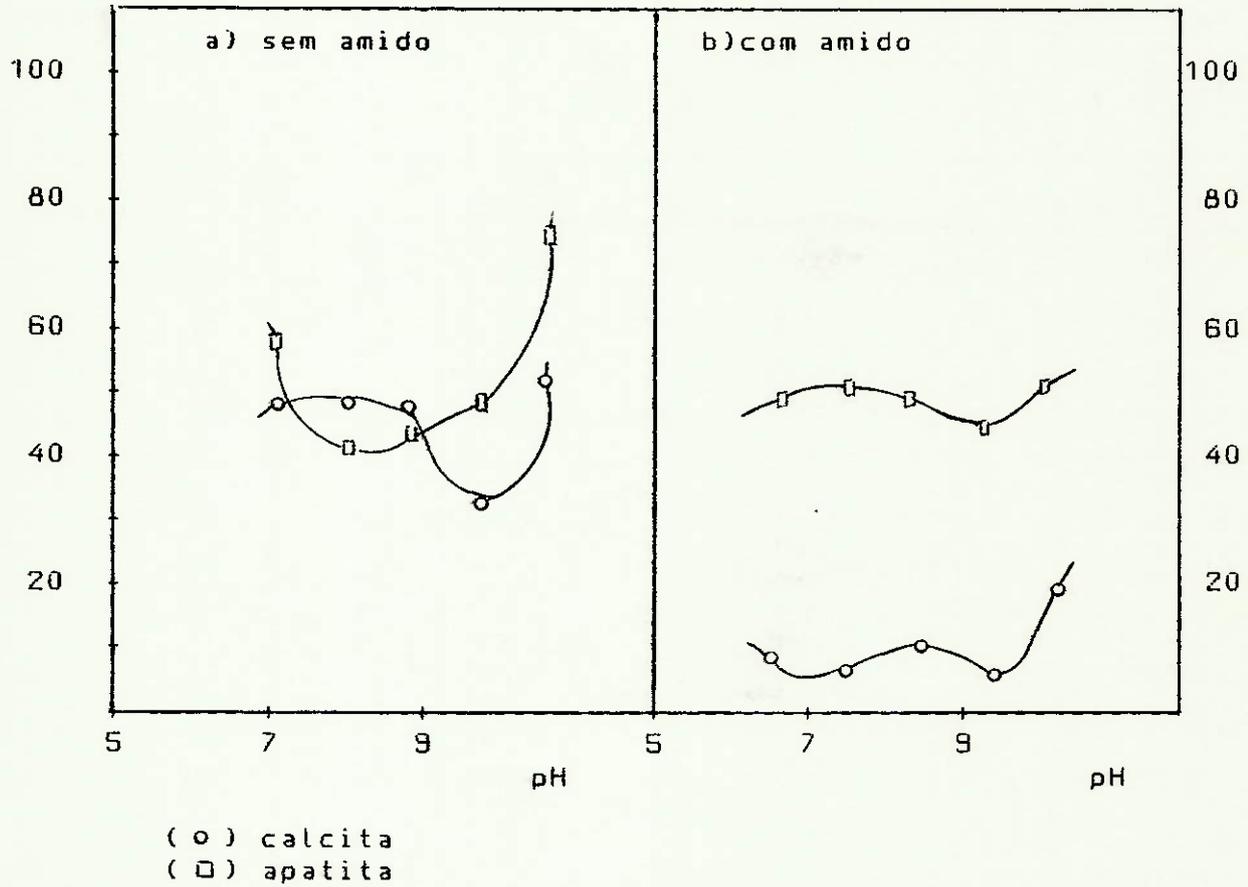


referência: Assis et al. (16)

Pode-se observar que, na ausência de amido (depressor dos carbonatos), a calcita tem nitida tendência a flotar e a apatita a ficar deprimida. Com a adição de amido cai a seletividade, mas continua a tendência da calcita flotar.

FIGURA 9.2 -Flotabilidade dos minerais apatita e calcita de Jacupiranga

% FLOTADA



referência: Assis et al. (16)

A flotabilidade da apatita e da calcita de Jacupiranga é bastante próxima. Com a adição de amido, a situação se reverte totalmente, pois neste caso a calcita tende a ficar no deprimido, aumentando sensivelmente a seletividade.

adição de amido, a seletividade é muito baixa; para pH mais elevado, existe tendência a flotar a apatita. Com a adição do amido, esta situação acentua-se muito, pois há um forte efeito depressor sobre a calcita, resultando numa boa seletividade, com a flotação da apatita.

Como foi salientado anteriormente, a apatita de Itataia apresenta uma superfície bastante irregular semelhante a calcita de Jacupiranga, ao passo que a apatita de Jacupiranga apresenta superfície bastante limpa semelhante a calcita de Itataia. Este fato, embora não seja conclusivo, serve como uma possível explicação para os resultados observados. Por isso, a rota de beneficiamento mais indicada para o minério de Itataia parece ser a flotação reversa, conforme processo desenvolvido pelas equipes da Nuclebrás e da UFMG. Por outro lado, a flotação direta para o minério de Jacupiranga parece ser a melhor rota.

As possibilidades de desenvolvimento de um processo de dupla flotação, sendo a segunda etapa reversa para o minério de Jacupiranga, não estão esgotadas. No entanto, os resultados obtidos neste trabalho, somados às investigações realizadas pela equipe da UFMG, permitem concluir que dificilmente se poderá desenvolver um processo técnica e economicamente viável para o beneficiamento do minério de Jacupiranga por dupla flotação com a segunda etapa reversa.

O excelente estágio de desenvolvimento atingido pelo atual processo da Serrana, torna-o muito difícil de ser superado. Esse trabalho, no entanto, se constitui numa contribuição crítica para este estudo, pois agregou uma série de novos conhecimentos sobre as características do minério de Jacupiranga.

As investigações discutidas neste trabalho permitem concluir a inviabilidade da dupla flotação com a segunda etapa reversa, como

rota alternativa para o tratamento do depósito carbonático con-
tendo fosfatos de Jacupiranga.

10. BIBLIOGRAFIA

01. ANDERY, P. A. Concentração de apatita do carbonatito de Jacupiranga, estado de São Paulo. São Paulo, 1967. 73p. Tese (cátedra) - Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas.
02. ALBUQUERQUE, G. A. S. C.; GIANNERINI, J. F. Aspectos da indústria de rocha fosfática no Brasil. Mineração e Metalurgia, Rio de Janeiro, 43 (416): 10-5, dez. 1979.
03. AQUINO, J. A.; FURTADO, J. R. V.; REIS JR, J. B. Concentração de rocha fosfática com ganga sílico-calcária através de flotação reversa. In: CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE FLOTACION, 2, Concepción, VC/FI/DIM, 1985.
04. BIBAWI, T. A.; YOUSEF, A. Inverse anionic flotation of Egyptian dolomitic phosphate ore. In: ENCONTRO DO HEMISFÉRIO SUL SOBRE TECNOLOGIA MINERAL, 1; ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA, 9, Rio de Janeiro, 1982. Anais. Rio de Janeiro, CAPES/MEC, 1982.
05. JOHNSTON, D. J.; LEJA, J. Flotation behaviour of calcium phosphate and carbonates in orthophosphate solutions. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, London, 87: 237-42, 1978.
06. SMANI, M. S.; BLAZY, P.; CASES, J. M. Beneficiation of

- sedimentary Moroccan phosphate ores. Transactions AIME, New York, 258, (2): 168-80, Jun. 1975.
07. RATOBYLSKAYA, L. D. et alii. Development and industrial introduction of new concentration process for phosphorites of complex mineral composition. Trabalho apresentado no: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 11, Caliari, 1975. Paper 45, 26p.
08. MITZMAGER, A. et alii. Flotation of calcite from phosphate slimes: effect of alkali phosphate salts. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, London, 75 (18): 233-39, 1966.
09. RULE, A. R. et alii. Flotation of carbonate and silicate minerals from partially altered phosphate rock of the Phosphoria Formation. In: TECHNICAL/ECONOMIC CONFERENCE, Oct. 1978. p. 37-47.
10. RULE, A. R.; KIRBY, D. C.; DAHLIN, D.C. Recent advances in beneficiation of western phosphates. Mining Engineering, Littleton, 30(1):37-40, Jan. 1978.
11. HOUOT, R. et alii. Selective flotation of phosphatic ores having a siliceous and/or a carbonated gangue. International Journal of Mineral Processing, Amsterdam, 14(4):245-64, Jun. 1985.
12. LAWVER, J. E. et alii. Beneficiation of dolomitic Florida phosphate reserves. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING

CONGRESS, 15, Toronto, 1982.

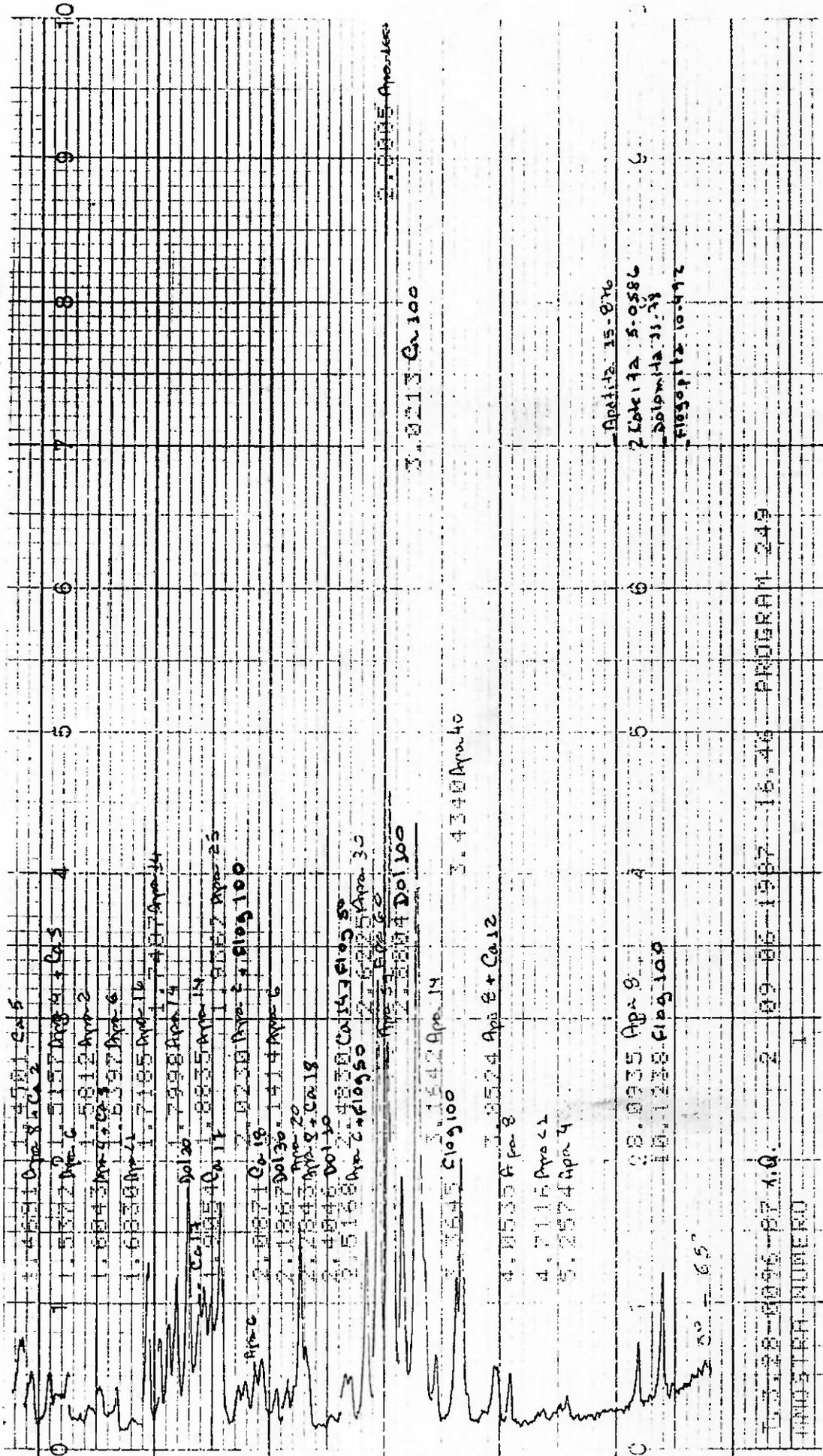
13. BUSNARDO, C. A. et alii. New Strategies for classification yields by gains at Brazil's Serrana phosphate. Engineering Mining Journal, Chicago, 185:70-4, Apr. 1984.
14. ANANTHARADMANABHAN, K. P. et alii. The role of dissolved mineral species in calcite-apatite flotation. New York, Columbia University, Henry Krumb School of Mines. 1978.
15. MENESES, L. A. D.; BRAGA, C. E. S. Treatment and solubilization of igneous phosphates rock at the Serrana/Quimbrasil complex of Jacupiranga. s.n.t.
16. ASSIS, S. M.; SILVA, J. M.; ARAUJO, A. C. A new approach for the flotation of Brazilian phosphates ores. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 16, Sweden, 1988.

11. ANEXOS

11.1 - PLANILHA DE DADOS OPERACIONAIS DE USINA 320 NO DIA DE

COLETA DO PRé-CONCENTRADO

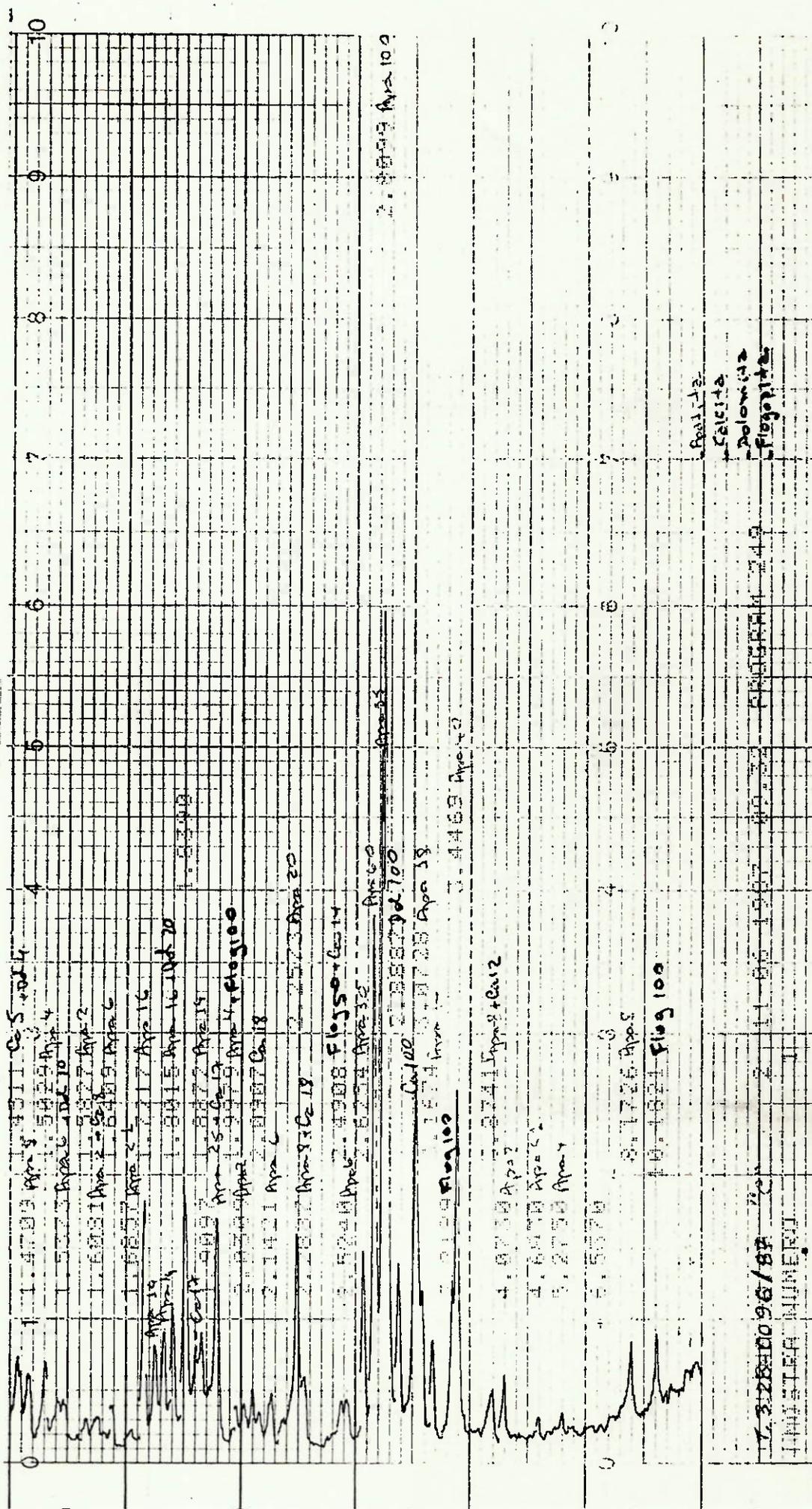
11.2 - DIFRATOGRAMAS DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X



3.0213 Ca 100

April 12 15-076
 2. 10.6172 5.0586
 Dolomite 31.78
 Flisopite 10.492

DIFRATOGRAMA DO "TAL QUAL"



DIFRATOGRAMA DA FRAÇÃO +100 MESH -65 MESH

1311 CoS

1.4709 Apr 5

1.5273 Apr 6

1.6051 Apr 2

1.7557 Apr 2

1.8415 Apr 16

1.9979 Apr 16

1.9979 Apr 16

2.1421 Apr 6

2.2887 Apr 3

2.4244 Apr 3

2.5199 Apr 3

2.6254 Apr 3

2.7199 Apr 3

2.8244 Apr 3

2.9199 Apr 3

3.0149 Apr 3

3.1099 Apr 3

3.2049 Apr 3

3.2999 Apr 3

3.3949 Apr 3

3.4899 Apr 3

3.5849 Apr 3

3.6799 Apr 3

3.7749 Apr 3

3.8699 Apr 3

3.9649 Apr 3

4.0599 Apr 3

4.1549 Apr 3

4.2499 Apr 3

4.3449 Apr 3

4.4399 Apr 3

4.5349 Apr 3

4.6299 Apr 3

4.7249 Apr 3

4.8199 Apr 3

4.9149 Apr 3

5.0099 Apr 3

5.1049 Apr 3

5.1999 Apr 3

5.2949 Apr 3

5.3899 Apr 3

5.4849 Apr 3

5.5799 Apr 3

5.6749 Apr 3

5.7699 Apr 3

5.8649 Apr 3

5.9599 Apr 3

6.0549 Apr 3

6.1499 Apr 3

6.2449 Apr 3

6.3399 Apr 3

6.4349 Apr 3

6.5299 Apr 3

6.6249 Apr 3

6.7199 Apr 3

6.8149 Apr 3

6.9099 Apr 3

7.0049 Apr 3

7.0999 Apr 3

7.1949 Apr 3

7.2899 Apr 3

7.3849 Apr 3

7.4799 Apr 3

7.5749 Apr 3

7.6699 Apr 3

7.7649 Apr 3

7.8599 Apr 3

7.9549 Apr 3

8.0499 Apr 3

8.1449 Apr 3

8.2399 Apr 3

8.3349 Apr 3

8.4299 Apr 3

8.5249 Apr 3

8.6199 Apr 3

8.7149 Apr 3

8.8099 Apr 3

8.9049 Apr 3

9.0000 Apr 3

9.0950 Apr 3

9.1900 Apr 3

9.2850 Apr 3

9.3800 Apr 3

9.4750 Apr 3

9.5700 Apr 3

9.6650 Apr 3

9.7600 Apr 3

9.8550 Apr 3

9.9500 Apr 3

10.0450 Apr 3

10.1400 Apr 3

10.2350 Apr 3

10.3300 Apr 3

10.4250 Apr 3

10.5200 Apr 3

10.6150 Apr 3

10.7100 Apr 3

10.8050 Apr 3

10.9000 Apr 3

10.9950 Apr 3

11.0900 Apr 3

11.1850 Apr 3

11.2800 Apr 3

11.3750 Apr 3

11.4700 Apr 3

11.5650 Apr 3

11.6600 Apr 3

11.7550 Apr 3

11.8500 Apr 3

11.9450 Apr 3

12.0400 Apr 3

12.1350 Apr 3

12.2300 Apr 3

12.3250 Apr 3

12.4200 Apr 3

12.5150 Apr 3

12.6100 Apr 3

12.7050 Apr 3

12.8000 Apr 3

12.8950 Apr 3

12.9900 Apr 3

13.0850 Apr 3

13.1800 Apr 3

13.2750 Apr 3

13.3700 Apr 3

13.4650 Apr 3

13.5600 Apr 3

13.6550 Apr 3

13.7500 Apr 3

13.8450 Apr 3

13.9400 Apr 3

14.0350 Apr 3

14.1300 Apr 3

14.2250 Apr 3

14.3200 Apr 3

14.4150 Apr 3

14.5100 Apr 3

14.6050 Apr 3

14.7000 Apr 3

14.7950 Apr 3

14.8900 Apr 3

14.9850 Apr 3

15.0800 Apr 3

15.1750 Apr 3

15.2700 Apr 3

15.3650 Apr 3

15.4600 Apr 3

15.5550 Apr 3

15.6500 Apr 3

15.7450 Apr 3

15.8400 Apr 3

15.9350 Apr 3

16.0300 Apr 3

16.1250 Apr 3

16.2200 Apr 3

16.3150 Apr 3

16.4100 Apr 3

16.5050 Apr 3

16.6000 Apr 3

16.6950 Apr 3

16.7900 Apr 3

16.8850 Apr 3

16.9800 Apr 3

17.0750 Apr 3

17.1700 Apr 3

17.2650 Apr 3

17.3600 Apr 3

17.4550 Apr 3

17.5500 Apr 3

17.6450 Apr 3

17.7400 Apr 3

17.8350 Apr 3

17.9300 Apr 3

18.0250 Apr 3

18.1200 Apr 3

18.2150 Apr 3

18.3100 Apr 3

18.4050 Apr 3

18.5000 Apr 3

18.5950 Apr 3

18.6900 Apr 3

18.7850 Apr 3

18.8800 Apr 3

18.9750 Apr 3

19.0700 Apr 3

19.1650 Apr 3

19.2600 Apr 3

19.3550 Apr 3

19.4500 Apr 3

19.5450 Apr 3

19.6400 Apr 3

19.7350 Apr 3

19.8300 Apr 3

19.9250 Apr 3

20.0200 Apr 3

20.1150 Apr 3

20.2100 Apr 3

20.3050 Apr 3

20.4000 Apr 3

20.4950 Apr 3

20.5900 Apr 3

20.6850 Apr 3

20.7800 Apr 3

20.8750 Apr 3

20.9700 Apr 3

21.0650 Apr 3

21.1600 Apr 3

21.2550 Apr 3

21.3500 Apr 3

21.4450 Apr 3

21.5400 Apr 3

21.6350 Apr 3

21.7300 Apr 3

21.8250 Apr 3

21.9200 Apr 3

22.0150 Apr 3

22.1100 Apr 3

22.2050 Apr 3

22.3000 Apr 3

22.3950 Apr 3

22.4900 Apr 3

22.5850 Apr 3

22.6800 Apr 3

22.7750 Apr 3

22.8700 Apr 3

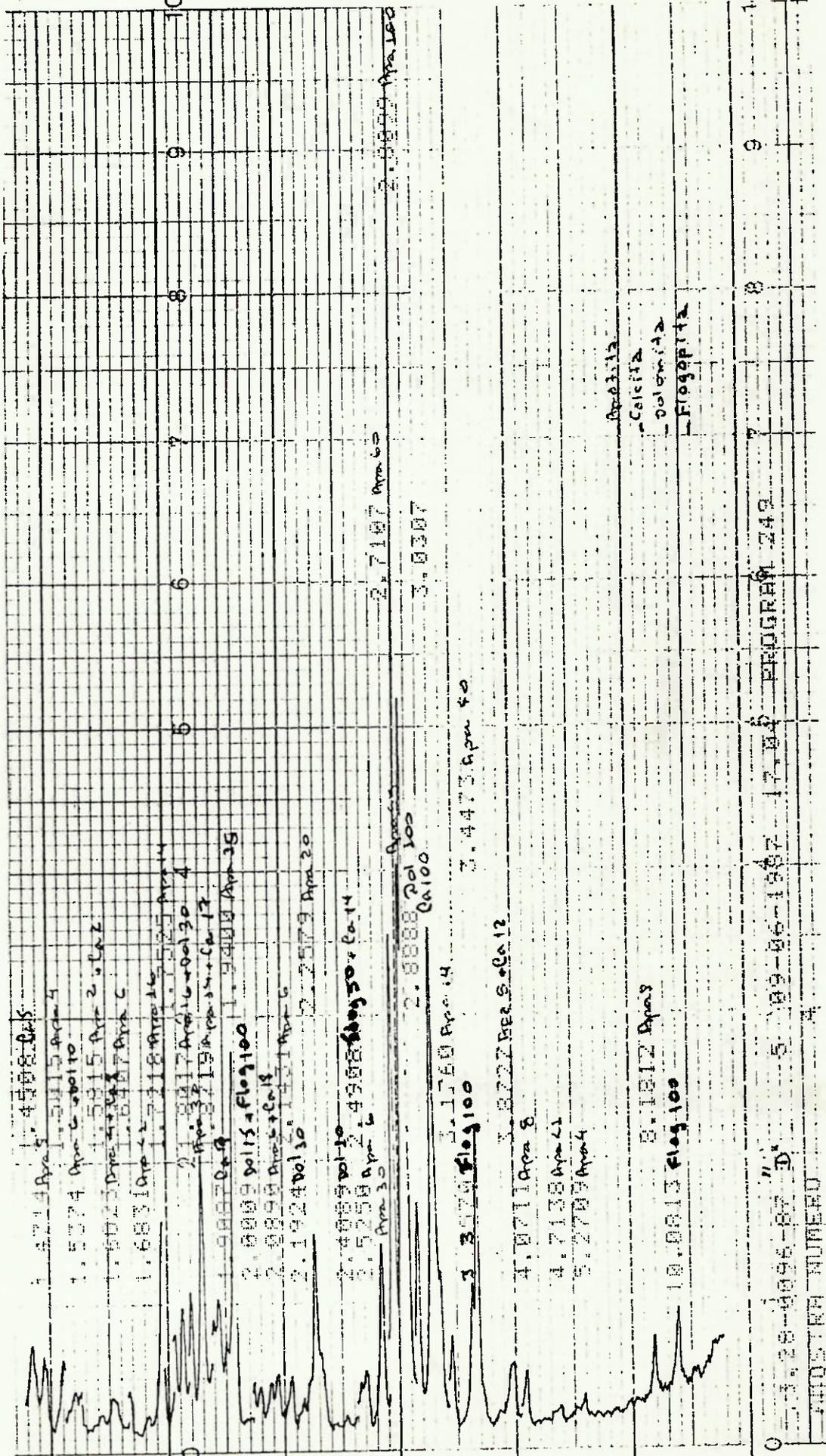
22.9650 Apr 3

23.0600 Apr 3

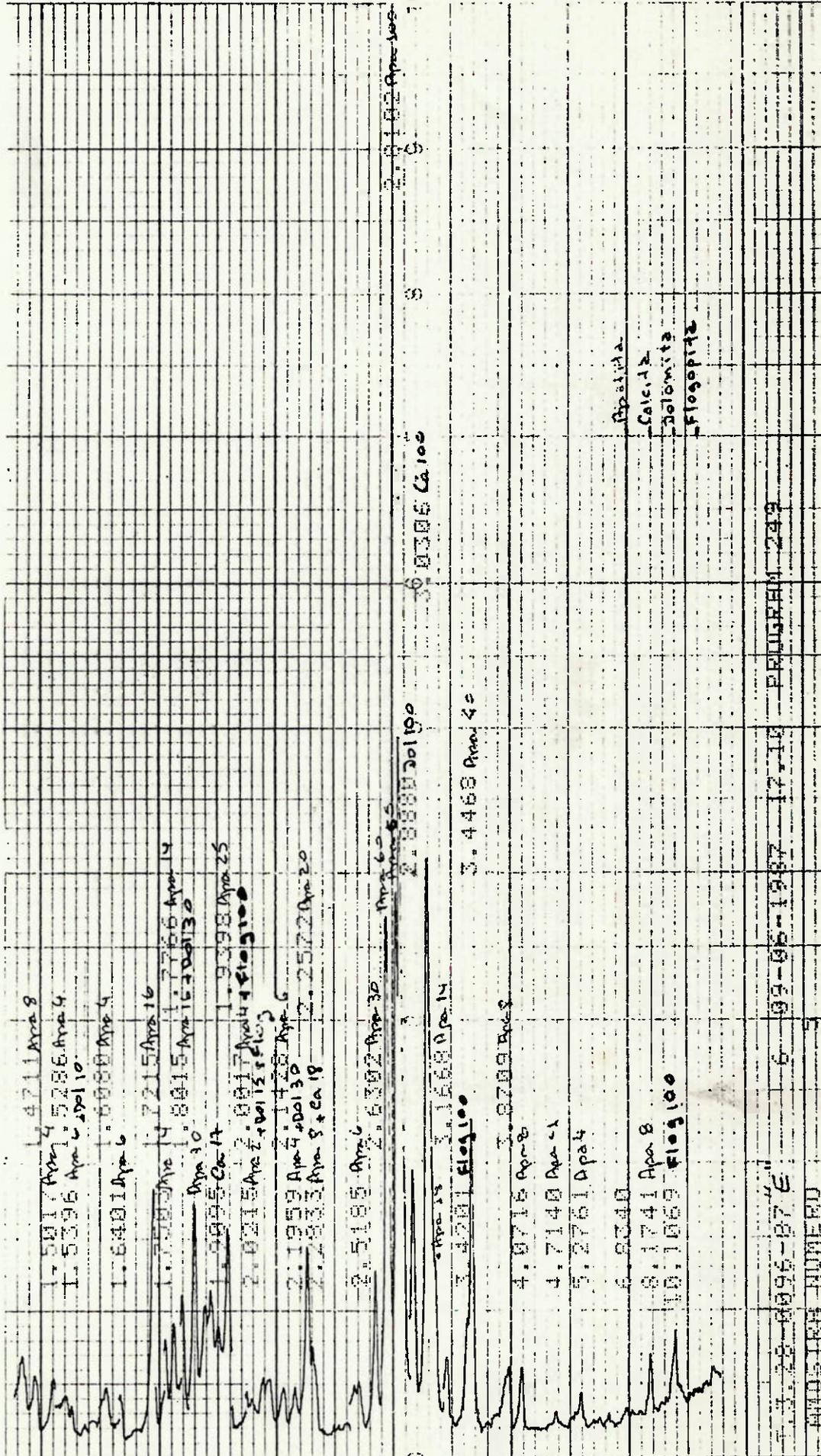
23.1550 Apr 3

23.2500 Apr 3

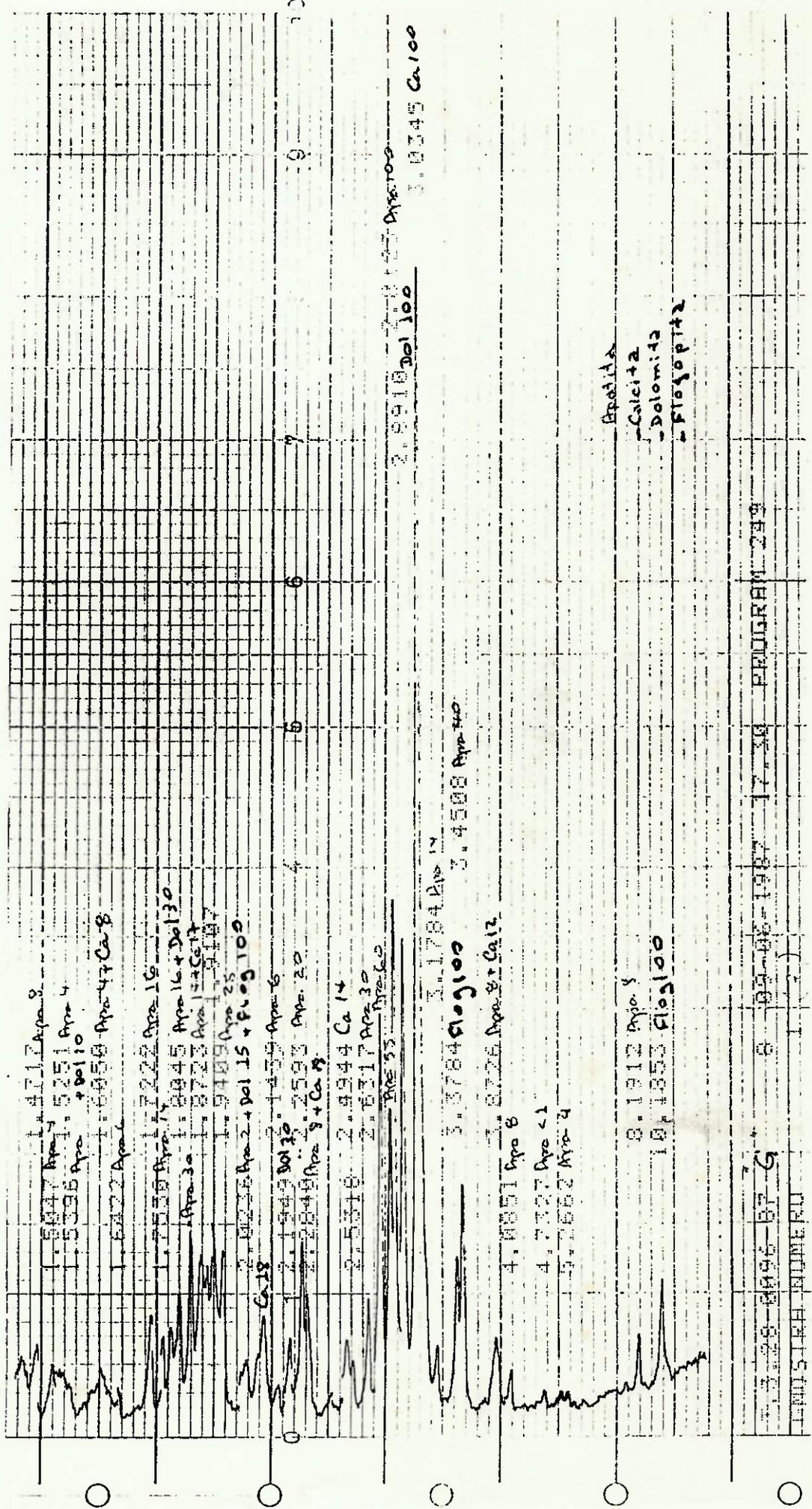
23.3450 Apr 3



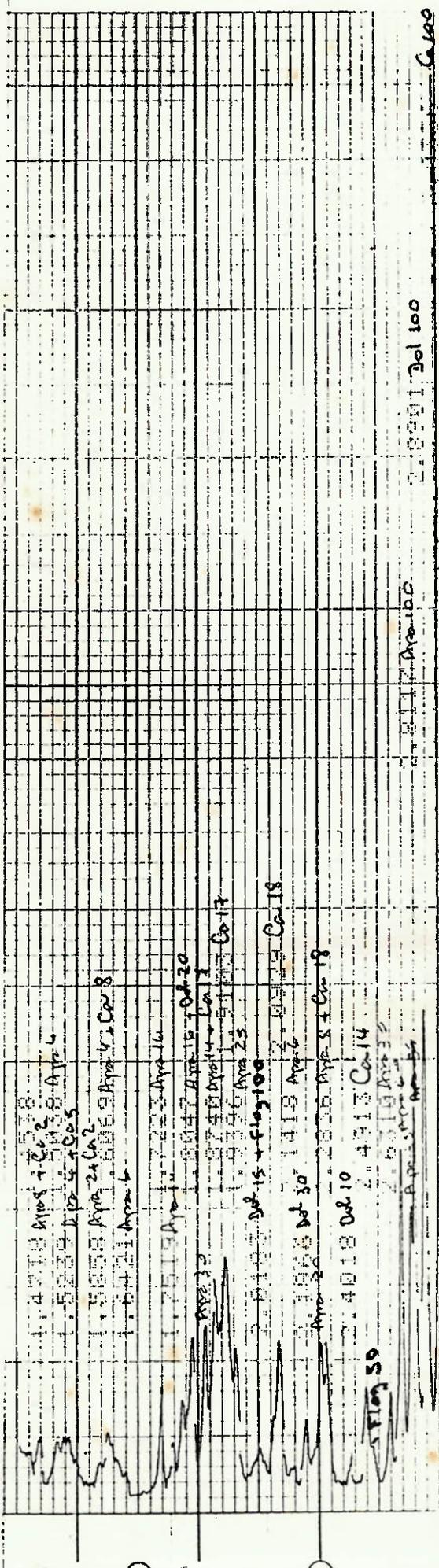
DIFRATOGRAMA DA FRAÇÃO +150 MESH -100 MESH



DIFRATOGRAMA DA FRAÇÃO +200 MESH -150 MESH



DIFRATOGRAMA DA FRAÇÃO +325 MESH -270 MESH



Peak No.	2θ (degrees)	Phase / Identification
1	14.710	Apr 8 + Ca 2 + Apr 4
2	15.239	Apr 4 + Ca 2
3	15.558	Apr 24 Ca 2
4	16.421	Apr 6
5	17.519	Apr 16
6	18.047	Apr 15 + Ca 1
7	18.441	Apr 14 + Ca 1
8	19.396	Apr 23
9	20.813	Dub 15 + Fluor 100
10	20.929	Ca 18
11	21.149	Apr 6
12	23.56	Apr 3 + Ca 18
13	24.018	Dub 10
14	24.413	Ca 14
15	25.019	Apr 22
16	25.310	Apr 26
17	25.445	Apr 40
18	30.550	Apr 8 + Ca 12
19	32.746	Apr 4
20	32.790	Apr 8
21	39.2841	Fluor 100

Apr 12
 Col 12
 Solow 12
 -Fluor 100

REGISTER NUMBER: 0096-07-4
 DATE: 1987
 PROJECT: 247