

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais –**  
**PPGE3M**

**CARACTERIZAÇÃO E FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FOSFATO DA**  
**MINA SOFIA - CHILE**

**Meise Pricila de Paiva**

**Dissertação para obtenção do título de Mestre em Engenharia**

**Porto Alegre**

**2012**

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais –**  
**PPGE3M**

**CARACTERIZAÇÃO E FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FOSFATO DA**  
**MINA SOFIA - CHILE**

**Meise Pricila de Paiva**

**Engenheira de Minas**

**Trabalho realizado no Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM) do Departamento de Engenharia de Minas (DEMIN) e do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M), como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.**

**Área de Concentração: Tecnologia Mineral, Ambiental e Metalurgia Extrativa**

**Porto Alegre**

**2012**

**Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração Tecnologia Mineral, Ambiental e Metalurgia Extrativa e aprovada em sua forma final pelos Orientadores e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.**

**Orientador:**

**Prof. Dr. Rafael Teixeira Rodrigues**

**Co-Orientador:**

**Prof. Dr. Jorge Rubio**

**Banca Examinadora:**

**Dra. Cristiane Oliveira Rodrigues – UFRGS**

**Prof. Dr. Diosnel Antônio Rodriguez Lopez – UNISC**

**Prof. Dr. Ivo André H. Schneider – PPGE3M/UFRGS**

**Coordenador do PPGE3M**

**Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker**

Aos meus pais,

**Davenir de Paiva e Maria Sueli de Paiva**

## **AGRADECIMENTOS**

A todos que, direta ou indiretamente, apoiaram a realização deste trabalho, o meu reconhecimento;

A toda minha família, em especial aos meus pais, Davenir e Sueli, e meus irmãos Mártin e Milânia, pelo amor, compreensão e estímulo aos estudos;

Ao Guilherme e a sua família, pelo companheirismo, apoio e paciência durante esse período;

À Angel, por sua amizade verdadeira;

Aos Professores Jorge Rubio e Rafael Teixeira Rodrigues, pela amizade, orientação, paciência e, principalmente, pela confiança e incentivo, que proporcionaram meu amadurecimento, pessoal e profissional;

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro;

À Minera Formas, do Chile, pelo fornecimento das amostras de minério de fosfato e apoio financeiro para a realização deste estudo;

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), e do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, pela qualidade de ensino e pesquisa;

A todos os colegas do Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM), em especial às amigadas que cultivei;

Aos bolsistas de iniciação científica do LTM e colegas, em especial ao Alberto Pompeo e Alex Rodrigues, pelo apoio técnico e auxílio na parte experimental deste trabalho.

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo contribuir para o desenvolvimento de uma rota tecnológica para o beneficiamento de um minério de fosfato proveniente da Mina Sofia-Chile, visando à obtenção de concentrados de fosfato com teores superiores a 35% de  $P_2O_5$ . Os objetivos específicos incluíram a caracterização do minério (principalmente aspectos relacionados à presença de arsênio), estudos de concentração por flotação em célula mecânica e em coluna (CCR e C3P), assim como a avaliação de técnicas para aumento da recuperação das partículas como o condicionamento em alta intensidade (CAI) e a flotação extensora (EXT). O minério de fosfato (amostras AM1 e AM2) foi caracterizado quanto à distribuição granulométrica (peneiramento e classificação por ciclones), composição química e mineralógica (fluorescência de raios X-FRX, difração de raios X-DRX, microscopia eletrônica de varredura-MEV) e carga elétrica superficial das partículas minerais (potencial zeta). A caracterização química por FRX indicou que a amostra AM1 possuía 20,7 % de  $P_2O_5$  e 87  $g.t^{-1}$  de arsênio (As) e a amostra AM2 continha 30,5 % de  $P_2O_5$  e 92  $g.t^{-1}$  de As. A fração fina ( $-37 \mu m$ ) de ambas as amostras apresentaram teores mais baixos de  $P_2O_5$  (12,6 % para AM1 e 20,5 % para AM2) e, conseqüentemente, maiores conteúdos de impurezas ( $Fe_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ). O As apresentou distribuição de teores uniformes entre 80 a 105  $g.t^{-1}$  para todas as faixas granulométricas. A caracterização por DRX indicou a presença de hidroxiapatita e carbonato-hidroxiapatita como principais minerais de minério e de actinolita, hornblenda, tremolita, clorita-serpentinita, quartzo, albita e dolomita como minerais de ganga. A caracterização por MEV-EDS identificou os elementos que compõem os minerais de minérios e de ganga presentes, corroborando os resultados de DRX. Com os resultados da caracterização química (FRX) de alíquotas obtidas por lixiviação ácida, separação magnética e flotação (concentrados e rejeitos) foi possível evidenciar uma correlação linear positiva entre os teores de CaO,  $P_2O_5$  e As e uma correlação linear negativa entre As e teores de impurezas ( $MgO$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$ ), evidenciando uma associação do As com os minerais de minério, onde provavelmente o As está substituindo o fósforo (P) na estrutura química da apatita. Os estudos de concentração por flotação em célula mecânica e coluna demonstraram que é possível enriquecer o minério de fosfato obtendo-se concentrados com teores superiores a 35 % de  $P_2O_5$  e baixos teores de impurezas, exceto para As. Os melhores resultados foram obtidos nos estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR), com a qual foi possível atingir 83,8 % de recuperação mássica, 99,4 % de recuperação de  $P_2O_5$  e teores de 38,3 %  $P_2O_5$  e 127  $g.t^{-1}$  de As.

## ABSTRACT

This study aimed to contribute to the development of a technological route for the beneficiation of a phosphate rock from Sofia Mine-Chile, aiming to produce concentrates containing phosphate grades  $> 35\%$   $P_2O_5$ . Specific objectives included the characterization of the phosphate ore (mainly on the aspects related to arsenic content), laboratory scale concentration studies by flotation (mechanical cell and column) and the evaluation of techniques for enhancing the recovery of particles, such as high intensity conditioning (HIC) and extender flotation (EXT). The phosphate ore samples (AM1 and AM2) were characterized for particle size distribution (by sieving and classification using a cyclosizer), chemical and mineralogical composition (X-ray fluorescence-XRF, X-ray diffraction-XRD and scanning electron microscopy-SEM) and electric surface charge of mineral particles (zeta potential measurements). The results obtained by XRF showed that AM1 sample had a lower  $P_2O_5$  and arsenic (As) content ( $20.7\%$  and  $87\text{ g.t}^{-1}$  respectively) than the AM2 sample ( $30.5\%$   $P_2O_5$  and  $92\text{ g.t}^{-1}$ ). The  $-400$  mesh size fractions (fines) of both samples showed lower grades ( $12.6\%$   $P_2O_5$  and  $20.5\%$   $P_2O_5$ , AM1 and AM2 respectively) and higher impurities grades ( $Fe_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$  and As). The As grades were similar for all size fractions ( $80$  to  $105\text{ g.t}^{-1}$ ). X-ray diffraction analysis showed that hydroxylapatite and carbonate-hydroxylapatite are the main ore minerals and actinolite, tremolite, albite, dolomite, chlorite-serpentine, quartz and hornblende are the main gangue minerals. Chemical characterization (XRF) of fractions obtained by magnetic separation, acid leaching and flotation (concentrates and tailings) showed a positive linear correlation among Ca, P and As and a negative linear correlation between Fe, Al, Si, Mg and As. It was concluded that As is associated with apatite, and probably phosphorus (P) was replaced by As into chemical structure of apatite. Based on the results of various flotation studies it was proved that it is possible to obtain a concentrate with  $> 35\%$   $P_2O_5$  and low content of impurities, except for As. The best results were obtained by conventional column flotation, with which it was possible to achieve mass recovery of  $83.8\%$ ,  $38.3\%$   $P_2O_5$ ,  $99.4\%$   $P_2O_5$  recovery and low grades of impurities, except of the As ( $127\text{ g.t}^{-1}$ ).

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diversos usos e aplicações do fósforo. Fonte: Gomes, 2006. ....	21
Figura 2. Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato. Fonte: Tabosa, 2007. ....	27
Figura 3. Efeito do diâmetro da partícula na recuperação ou cinética de flotação. Fonte: Capponi, 2005. ....	32
Figura 4. (a) Esquema da interação gota/partícula, espalhamento do óleo e formação de lente. (b) Esquema da adesão bolha/gota/partícula na flotação extensora. (c) Esquema do fenômeno de agregação entre as partículas F-UF recobertas por um filme de óleo. Fonte: Testa, 2008. .	40
Figura 5. (a) Esquema do fenômeno de adesão por homoagregação e flotação auto-transportadora. (b) Esquema do fenômeno de adesão por heteroagregação e flotação transportadora. ....	44
Figura 6. Esquema do fluxo provocado por impelidores do (a) tipo axial e do (b) tipo radial (adaptado de Perry e Green, 1997). ....	45
Figura 7. Esquema ilustrativo do cicloclassificador - <i>Cyclosizer</i> (Engendrar, modelo CL502). ....	50
Figura 8. (a) Separador magnético a seco (Carpco). (b) Esquema ilustrativo de separação magnética. Fonte: Maurício <i>et al.</i> (2007). ....	51
Figura 9. (a) Célula de flotação (Edemet) 1 - célula de flotação em acrílico; 2 - raspador mecânico, 3 - tanque e agitador mecânico para condicionamento da polpa. (b) Detalhe da polpa de minério de fosfato sendo condicionada. ....	54
Figura 10. Aspecto visual do óleo diesel/água antes e após sua emulsificação. ....	55
Figura 11. Impelidor tipo <i>Rushton</i> – Disc-Turbina de pás verticais; N° aletas: 6; inclinação: 90°; fluxo: radial. ....	56
Figura 12. (a) Esquema do aparato utilizado nos estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e (b) em coluna modificada de três produtos (C3P). ....	57
Figura 13. (a) Detalhe da camada de espuma em teste na CCR. (b) Inflexão da C3P. (c) Detalhe do transbordo do concentrado na calha da coluna de flotação. ....	58
Figura 14. Distribuição granulométrica das amostras AM1 e AM2. ....	60
Figura 15. Distribuição de teores de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> das amostras AM1 e AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas. ....	61



Figura 16. Distribuição de teores de arsênio das amostras AM1 e AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas. ....	61
Figura 17. Distribuição de teores de impurezas da AM1 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas. ....	62
Figura 18. Distribuição de teores de impurezas da AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas. ....	62
Figura 19. Potencial zeta das amostras selecionadas de mineral de minério e ganga. ....	64
Figura 20. (a) Micrografia obtida por MEV da AM1 <sub>(Bruta)</sub> . Magnificação: 650x; voltagem: 20kV; tempo de aquisição: 30 segundos. (b) Espectro por energia dispersiva (EDS) da AM1. ....	65
Figura 21. (a) Micrografia obtida por MEV da AM1 <sub>(Bruta)</sub> com detalhes dos pontos das análises por energia dispersiva. (b) Espectro por energia dispersiva do ponto 1, (c) e do ponto 2. ....	66
Figura 22. Difratoograma de raios-X da AM1 <sub>(Bruta)</sub> . ....	67
Figura 23. Distribuição granulométrica da AM1 <sub>(-149+37)</sub> . ....	69
Figura 25. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	71
Figura 26. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	72
Figura 27. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	72
Figura 28. Estudos de flotação com AM1-E <sub>(-149+37)</sub> e AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Carbonato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	74

Figura 29. Estudos de flotação com AM1-E <sub>(-149+37)</sub> e AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Carbonato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	74
Figura 30. Estudos de flotação com AM1-E <sub>(-149+37)</sub> e AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Carbonato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	75
Figura 31. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> .....	77
Figura 32. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> .....	77
Figura 33. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> .....	78
Figura 34. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	79
Figura 35. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	80
Figura 36. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições	

experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	80
Figura 37. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	81
Figura 38. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	82
Figura 39. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	82
Figura 40. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	84
Figura 41. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	84
Figura 42. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	85
Figura 43. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p. ....	86
Figura 44. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre o teor de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .	

Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.....	87
Figura 45. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p. ....	87
Figura 46. Aspecto visual das amostras dos produtos (a) concentrado e rejeito obtidos em estudos de flotação em CCR, e (b) concentrado, drenado e rejeito dos estudos de flotação em C3P. ....	92
Figura 47. Correlações determinadas entre os teores de arsênio e demais elementos analisados (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , CaO, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub> e MgO) por FRX. ....	93

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Densidade das diferentes amostras de minério de fosfato. ....	59
Tabela 2. Análise química das amostras de minério. ....	60
Tabela 3. Teores de $P_2O_5$ e As das amostras selecionadas de mineral de minério e ganga. ....	63
Tabela 4. Teores médios da amostra AM1 classificada em diversas granulometrias. ....	64
Tabela 5. Resultados semi-quantitativos da AM1 <sub>(Bruta)</sub> . ....	65
Tabela 6. Resultados semi-quantitativos da AM1 <sub>(Bruta)</sub> dos pontos 1 e 2. ....	66
Tabela 7. Minerais identificados por DRX e suas principais fórmulas químicas.....	67
Tabela 8. Teores de $P_2O_5$ , CaO e impurezas das amostras obtidas através de separação magnética.....	68
Tabela 9. Teores médios da AM1 <sub>(-149+37)</sub> antes e depois da lixiviação ácida. ....	68
Tabela 10. Teores médios da AM1-E <sub>(-149+37)</sub> e AM1 <sub>(-149+37)</sub> . ....	69
Tabela 11. Teores médios da AM2 <sub>(-149+37)</sub> . ....	70
Tabela 12. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/ $P_2O_5$ dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	73
Tabela 13. Estudos de flotação com AM1-E <sub>(-149+37)</sub> e AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/ $P_2O_5$ dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Carbonato de sódio]: 200 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	76
Tabela 14. Estudos de flotação com AM1 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/ $P_2O_5$ dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> . ....	78
Tabela 15. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/ $P_2O_5$ dos concentrados. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t <sup>-1</sup> ; [Óleo diesel]: 100 g.t <sup>-1</sup> ; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> . ....	83
Tabela 16. Estudos de flotação com AM2 <sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre os teores	

médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dos produtos concentrados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m <sup>-3</sup> .....	85
Tabela 17. Estudos de flotação com AM <sub>2(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dos produtos concentrados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p. ....	88
Tabela 18. Estudos de flotação com AM <sub>2(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do reagente utilizado como coletor dos minerais de minério (oleato de sódio e óleo de soja) sobre os parâmetros avaliados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; [Coletor]: 200 g.t <sup>-1</sup> .....	89
Tabela 19. Estudos de flotação em coluna com AM <sub>2(-149+37)</sub> . Resultados comparativos dos testes de flotação em CCR e C3P. Condições experimentais: pH: 6,0; J <sub>w</sub> : 0,25 cm.s <sup>-1</sup> ; H <sub>espuma</sub> : 20 cm; J <sub>alim</sub> : 0,66 cm.s <sup>-1</sup> ; J <sub>g</sub> : 0,49 cm.s <sup>-1</sup> ; [Oleato de sódio]: 444 g.t <sup>-1</sup> ; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.....	90

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

"	Polegadas
%	Percentual
[ ]	Concentração
°C	Graus Celsius
µm	Micrômetros
A	Ampéres
AA	Absorção Atômica
AM1	Amostra de minério de fosfato 1
AM2	Amostra de minério de fosfato 2
BI	Bolhas de Tamanho Intermediário
BPL	<i>Bone Phosphate Lime</i>
C3P	Coluna de Flotação Modificada de Três Produtos
CAI	Condicionamento em Alta Intensidade
CCR	Coluna de Flotação Convencional Reta
cm	Centímetros
cps	Contagens por segundo
D <sub>50</sub>	Tamanhos característicos à proporção em que 50 % do material é passante
d <sub>b</sub>	Diâmetro de bolha
d <sub>p</sub>	Diâmetro de partícula
DRX	Difração de Raios-X
Ec	Eficiência de coleção
EDS	Detector de energia dispersiva de raios-X
EXT	Flotação Extensora ou <i>Extender</i>
FAD	Flotação por Ar Dissolvido
FRC	Flotação por Reciclo de Concentrado
FRX	Fluorescência de Raios-X
F-UF	Finas-Ultrafinas
g	Gramas
h	Horas
H <sub>espuma</sub>	Altura da espuma
I	Corrente elétrica
ICP	<i>Inductively Coupled Plasma</i> ou Plasma Indutivamente Acoplado
J <sub>alim.</sub>	Velocidade superficial do fluxo da alimentação

$J_g$	Velocidade superficial do fluxo do gás
$J_w$	Velocidade superficial do fluxo da água de lavagem
$k$	Cinética de flotação
$kg$	Quilos
$kgf$	Quilogramaforça
$kWh$	QuiloWattthora
$L$	Litros
$m$	Metros
$m^2$	Metros quadrados
$m^3$	Metros cúbicos
$M$	Molar ou mol por litro
$MEV$	Microscopia Eletrônica de Varredura
$mm$	Milímetro
$\emptyset$	Ângulo de contato
$P$	Potência
$p$	Peso
$Pa$	Probabilidade de adesão
$Pc$	Probabilidade de colisão
$Pf$	Probabilidade de flotação
$Pp$	Probabilidade de permanência (resistência)
$Pr$	Probabilidade de remoção ou coleta
$rpm$	Rotações por minuto
$s$	Segundo
$Sb$	Fluxo da área superficial de bolhas por área de seção do equipamento
$t$	Toneladas
$UV$	Ultravioleta
$V$	Voltagem
$v$	Volume
$X$	Tamanho de partícula em uma distribuição granulométrica
$X_m$	Tamanho máximo teórico da distribuição granulométrica
$Y$	Percentual acumulado de material menor que o tamanho $X$
$\alpha$	Módulo da distribuição granulométrica



## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	18
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1 Fósforo, rochas fosfáticas e minérios de fosfato .....	21
2.1.1 A presença de arsênio em minérios de fosfato .....	23
2.2 O processo de flotação no tratamento de minérios.....	24
2.2.1 O processo de flotação no beneficiamento de minérios de fosfato .....	28
2.2.2 Influência do tamanho de partículas na eficiência de flotação.....	30
2.2.3 Alternativas para a recuperação de partículas finas e ultrafinas (F-UF) .....	33
2.2.3.1 Flotação com o uso de bolhas com tamanhos intermediários .....	34
2.2.3.2 Floculação seletiva .....	36
2.2.3.3 Floculação por Cisalhamento ( <i>Shear Flocculation</i> ).....	37
2.2.3.4 Flotação Extensora ( <i>Extender</i> ) .....	39
2.2.3.5 Flotação transportadora e auto-transportadora ( <i>Carrier flotation</i> ).....	40
2.2.3.6 Condicionamento em Alta Intensidade (CAI).....	43
3. EXPERIMENTAL .....	46
3.1 Materiais e reagentes .....	46
3.2 Metodologia.....	47
3.2.1 Preparo das amostras .....	47
3.2.2 Caracterização das amostras .....	48
3.2.3 Estudos de tratamento do minério .....	54
3.2.3.1 Estudos de flotação em célula mecânica .....	54
3.2.3.2 Estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e em coluna de três produtos (C3P).....	56
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	59
4.1 Caracterização do minério .....	59
4.2 Estudos de flotação em célula mecânica .....	71
4.3 Estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e em coluna de três produtos (C3P).....	89
4.4 Correlações estabelecidas entre arsênio e demais elementos .....	92
5. CONCLUSÕES .....	94
6. ESTUDOS FUTUROS .....	95
7. REFERÊNCIAS .....	96
ANEXOS .....	105

## 1. INTRODUÇÃO

Os minérios de fósforo são rochas naturais que se formam em ambientes geológicos variados, sendo os mais comuns os fosfatos de cálcio do grupo da apatita. Estes minérios podem ser utilizados diretamente, ou após beneficiamento, na manufatura de produtos comerciais. As principais aplicações são na agricultura, como fertilizante, (Loureiro *et al.*, 2008) e como ração animal.

A capacidade de ânions substituírem o fosfato da apatita não se restringe a fluoreto (F<sup>-</sup>), carbonato (CO<sub>3</sub><sup>-2</sup>) e hidroxila (OH<sup>-</sup>), que são encontrados na maioria das variantes de apatita. Os ânions silicato (SiO<sub>3</sub><sup>-2</sup>), vanadato (VO<sub>4</sub><sup>-</sup>), aluminato (AlO<sub>2</sub><sup>-</sup>), titanato (TiO<sub>3</sub><sup>-2</sup>) e arsenato (AsO<sub>4</sub><sup>-3</sup>) podem também ocorrer substituindo parte do fosfato (PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>) (Abouzeid, 2008). Assim, alguns fosfatos apresentam concentrações significativas dessas impurezas, dentre elas a mais problemática é a presença de arsênio, que limita o uso de rochas e concentrados fosfáticos como ração animal.

Na indústria de fertilizantes os produtos comercializados fosfatados devem apresentar teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> maiores do que 30 %, uma razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> menor do que 1,6, e teores de MgO inferiores a 1 %. Dessa forma, os minérios de fosfato com teores maiores do que esses devem ser beneficiados visando remover suas impurezas. Desde 1920 o beneficiamento de minérios de fosfato por flotação tem sido a operação unitária mais importante, na recuperação e obtenção de concentrados para a fabricação de fertilizantes. Outros métodos aplicados na indústria como a calcinação, lixiviação ácida e separação magnética também são aplicados, porém apresentam certas limitações e desvantagens quando comparados com a flotação (Sis e Chander, 2003). Diferentes tipos e estruturas de reagentes são usados na flotação de minérios de fosfato como coletores, depressores e reagentes auxiliares na flotação direta e reversa destes minérios (Sis e Chander, 2003).

O tratamento de partículas minerais finas (F: 40-13 µm) e ultrafinas (UF < 13 µm) constitui ainda um dos principais problemas e desafios do beneficiamento. A recuperação de frações finas e ultrafinas tem sido investigada por diversos autores (Collins e Read, 1971; Trahar e Warren, 1976; Trahar, 1981; Sivamohan, 1990; Song *et al.*, 2001; Liu *et al.*, 2002; Rubio *et al.*, 2003; Rubio *et al.*, 2004) que têm descrito as dificuldades existentes em relação à flotação, principalmente devido a baixa probabilidade de colisão e adesão entre partículas e bolhas e dificuldade para superar a barreira energética entre elas, ao arraste mecânico, ao recobrimento por ultrafinos ou *slime coating*, a maior capacidade de adsorção de reagentes, a

rigidez da espuma e baixa seletividade na adsorção de reagentes. Todos estes fatores contribuem para uma diminuição da cinética de flotação, uma menor recuperação e um maior consumo de reagentes.

A coluna de flotação é aplicada principalmente em estágios de limpeza, por ser mais seletiva evitando o arraste da ganga, e apresenta vantagens significativas quando comparadas às células mecânicas, principalmente, devido a melhoramentos metalúrgicos, simplificação de circuitos e ganhos em custo operacional e de capital (Finch e Dobby, 1990).

De um modo geral, as colunas aumentam a flotação de frações finas e ultrafinas e permitem eliminar, pela parte do arraste hidrodinâmico ascendente das partículas de ganga através da eficiente drenagem realizada pela adição de água de lavagem dentro da zona de espuma. Este fato, associado ao contato em contracorrente entre as bolhas de ar e a polpa, bem como as condições de fluxo mais tranquilas, devido à ausência de agitação mecânica, fazem da coluna um equipamento eficiente na recuperação de finos de minérios e enriquecimento de concentrados (Wheeler, 1988; Yianatos, 2002; Yianatos *et al.*, 2005). Industrialmente são utilizadas colunas na etapa de flotação de limpeza de cobre, molibdênio, zinco, chumbo, estanho e ouro, além de variados usos em minerais não metálicos como fosfatos, fluorita, calcita e carvão (Finch e Dobby, 1990) e em aplicações como na recuperação de prata em resíduos de lixiviação (Aquino *et al.*, 2004; Oliveira *et al.*, 2002).

A coluna modificada de três produtos (C3P-LTM) é utilizada para obtenção de concentrados com teores finais maiores do que os alcançados em colunas convencionais (Rodriguez, 1991; Rubio e Rodriguez, 1992; Santander, 1993; Santander *et al.*, 1994; Cabral, 1995; Valderrama *et al.*, 1995; Rubio, 1996; Cabral e Rubio, 1996; Valderrama, 1997; Valderrama *et al.*, 2000; Valderrama *et al.*, 2002). O projeto da célula C3P foi baseado em uma coluna modificada por Falutsu e Dobby (1989a; 1989b) e utilizada para determinar e caracterizar o material que retornava da zona de espuma à zona de coleção como material drenado (*drop back*). As principais modificações na C3P são a separação seletiva do material drenado da espuma, com o uso de uma seção de coleta, situada ao lado da zona de coleção e a adição de uma segunda corrente de água de lavagem acima do ponto de entrada da alimentação (zona intermediária). Pelo fato de produzir os produtos concentrado, drenado e rejeito, a célula de flotação recebeu o nome de “coluna de flotação modificada de três produtos (C3P)”. Esta coluna modificada apresenta vantagens significativas em relação à coluna convencional reta (CCR), produzindo concentrados com maior teor e menor conteúdo de impurezas. Este melhor desempenho é devido à eliminação parcial de finos de ganga que

são arrastados na zona intermediária e ao fato do produto drenado da fase espuma não se acumular na interface polpa-espuma, como ocorre na coluna reta, proporcionando a ausência deste material na zona de coleção (mistos e ultrafinos de ganga) (Rubio e Rodriguez, 1992; Valderrama *et al.*, 1995; Rubio, 1996).

O condicionamento em alta intensidade (CAI) destaca-se como uma boa alternativa de recuperar as frações finas e ultrafinas, em conjunto ou não com a coluna C3P (Valderrama e Rubio, 1998). No CAI, ocorre o fenômeno de adesão das partículas finas entre si ou na superfície das partículas maiores, devido a uma agitação intensa que favorece as colisões efetivas causando a agregação das partículas F-UF na superfície das maiores.

Outro processo empregado na recuperação de partículas ultrafinas é a flotação extensora ou *extender* (EXT), onde óleos não polares são utilizados naturalmente ou na forma de emulsões em concentrações da ordem de 20-100 g.t<sup>-1</sup> juntamente com os coletores tradicionais. A palavra *extender* refere-se ao fenômeno de espalhamento do óleo sobre superfície das partículas hidrofóbicas causando um aumento significativo na hidrofobicidade das mesmas, promovendo a interação por forças hidrofóbicas entre as partículas que já possuem coletores (hidrofóbicas) e o óleo (a gota) que se “espalha” sobre a superfície da partícula aumentando ainda mais a hidrofobicidade. As mesmas podem, sob turbulência, se aglomerar formando um agregado com melhor tamanho para flotação (Rubio *et al.*, 2003; Rubio *et al.*, 2004).

Este trabalho teve como objetivo contribuir para o desenvolvimento de uma rota tecnológica para o beneficiamento de minério de fosfato oriundo da Mina Sofia-Chile. Os objetivos específicos incluem a caracterização do minério; a avaliação do efeito da granulometria na flotação (convencional ou de coluna), em escala de laboratório, utilizando técnicas de recuperação de finos (CAI, EXT), visando à obtenção de concentrados de fosfato contendo teores superiores à 35 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, livre de impurezas; e analisar a presença de arsênio em relação a sua forma-associação e sua distribuição na flotação deste minério.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Fósforo, rochas fosfáticas e minérios de fosfato

O fósforo é o décimo elemento mais comum na natureza, sendo indispensável à vida, pois entra na composição do núcleo das células de todos os seres vivos, iniciando seu ciclo nos fosfatos naturais, passa para o solo por solubilização, é absorvido pelas plantas, entra na vida animal pela alimentação dos herbívoros e onívoros, havendo forte decaimento no seu retorno normal ao solo (Loureiro *et al.*, 2008). O fósforo não é substituído por nenhum outro elemento, considerado um dos três macronutrientes, juntamente com o nitrogênio e o potássio, é um elemento fundamental no processo de conversão da energia solar em alimento, fibra e óleo de plantas (Barros *et al.*, 2001; POTAFOS, 2010).

Os minérios de fosfato são rochas naturais que se formam em ambientes geológicos variados, sendo os mais comuns os fosfatos de cálcio do grupo da apatita. Quando em quantidade e concentração suficientes, formam depósitos de valor econômico que podem ser utilizados diretamente, ou após beneficiamento, na manufatura de produtos comerciais, como, por exemplo, na agricultura, como fertilizante (Loureiro *et al.*, 2008). O teor de fósforo é medido sob a forma de  $P_2O_5$  (pentóxido de difósforo) contido, ou em BPL (*Bone Phosphate Lime*) que exprime o P em termos de fosfato tricálcico –  $Ca_3(PO_4)_2$ , isto é, 1 % de  $P_2O_5$  = 2,185 % de BPL. A Figura 1 apresenta as diversas aplicações do fósforo.

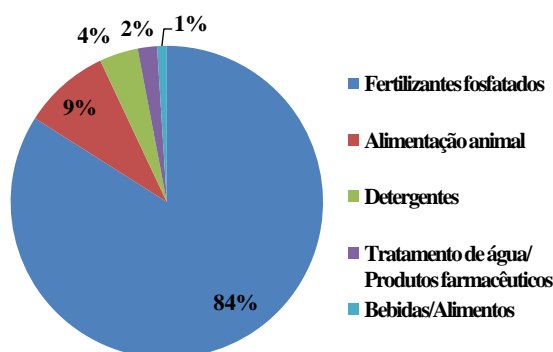


Figura 1. Diversos usos e aplicações do fósforo. Fonte: Gomes, 2006.

Toda a demanda mundial de fósforo é proveniente da mineração, beneficiamento e processamento químico dos materiais de origem natural. (Sis e Chander, 2003; Lopes *et al.*, 2004). A rocha fosfática está contida nos depósitos de origens sedimentares (em torno de 85 % da oferta mundial), ígneas (próximo de 15 %) e biogênicas. Os depósitos sedimentares e os depósitos de origem ígnea são os mais importantes do ponto de vista econômico. Já os

depósitos biogénicos são concentrações orgânicas nitrogenadas, originadas pelos dejetos de aves, e se constitui de menor importância econômica (Souza e Fonseca, 2010).

As reservas mundiais de rochas fosfáticas são de aproximadamente 50 bilhões de toneladas, concentradas, principalmente, no Marrocos (21 bilhões de toneladas, representando 42,3 %), na China (13 bilhões de toneladas, representando 26 %) e nos Estados Unidos (3,4 bilhões de toneladas, representando 7 %), que totalizam 75 % das reservas mundiais. O percentual restante está principalmente distribuído entre a República da África do Sul, Jordânia, Austrália, Tunísia, Rússia, Síria, Egito e Brasil (DNPM, 2008).

A crescente necessidade mundial de produção de alimentos garante o crescimento de longo prazo na demanda mundial de rocha fosfática, devido à exigência do crescente emprego de fertilizantes na agricultura. Dentro deste contexto, os Estados Unidos é o maior produtor e consumidor de fosfato mundial e o líder na produção de fertilizantes e das exportações (Sis e Chander, 2003).

O banco de dados internacional denominado Webmineral descreve 370 minerais com teores de fósforo acima de 10 %, e apresenta simultaneamente suas fórmulas químicas, teor e peso molecular. A grande maioria possui apenas significado científico e mineralógico e somente os do grupo da apatita constituem minerais de minério (Loureiro *et al.*, 2008).

Os minerais de fosfato que ocorrem no ambiente primário incluem:

- Fluorapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ ), encontrada, principalmente, em rochas ígneas e ambientes metamórficos, como em carbonatitos e mica-piroxenitos.
- Hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ), encontrada, principalmente, em ambientes ígneos e metamórficos, mas também em depósitos biogênicos, como em depósitos de fósseis.
- Carbonato-hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$ ), encontrada principalmente em ilhas e cavernas, como parte de excrementos (guano) de aves e morcegos.
- Francolita ( $\text{Ca}_{10-x-y}\text{Na}_x\text{Mg}_y(\text{PO}_4)_{6-z}(\text{CO}_3)_z\text{F}_{0.4z}\text{F}_2$ ). Este complexo de carbonato, substituindo apatita, é encontrado apenas em ambientes marinhos, e, em muito menor quantidade, em depósitos intemperizados, como carbonatitos.
- Dalita ( $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaCO}_3$ ). Esta estrutura de fosfato é encontrada nos sedimentos marinhos.
- Colofana ( $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot n\text{Ca}(\text{CO}_3, \text{F}_2, \text{O}) \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ). Este tipo de mineral de fosfato é típico de sedimentos marinhos.

A capacidade de ânions substituírem o fosfato da apatita não se restringe a  $\text{F}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  e  $\text{OH}^-$ , que são encontrados nas diferentes variantes de apatita. Silicato, vanadato, aluminato,

titanato e arsenato podem também ocorrer na estrutura química no lugar de parte do fosfato. Da mesma forma o cálcio, pode ser substituído em parte por urânio, lantanídeos terras raras ou certos traços de outros metais como cádmio, zinco, bário, magnésio e estrôncio. Em alguns casos ocorre cloro no lugar de parte do flúor (Abouzeid, 2008). Assim, a apatita pode ser representada pela fórmula geral  $M_{10}(XO_4)_6Z_2$  (Santana, 2007), onde,

M: cátion alcalino = Ca, Pb, Sr, elementos terras raras (ETR), Na, Ba, Mg, Mn, Zn, Ag, ...

X: ânion trivalente = P, Si, S, C, As, V, ...

Z: ânion monovalente = F, Cl, OH, ...

### 2.1.1 A presença de arsênio em minérios de fosfato

O arsênio é o vigésimo elemento mais abundante na crosta terrestre, o décimo quarto na água do mar e o décimo segundo no corpo humano. Este elemento é utilizado em várias áreas como medicina, agricultura, indústria e metalurgia, embora apresente um efeito tóxico que depende, principalmente, da sua forma química (Anderson *et al.*, 1986). O arsênio ocorre naturalmente em, aproximadamente, 200 diferentes formas minerais, das quais 60 % são arseniados, 20 % sulfetos e sulfoarsenais e os 20 % restantes incluem arsenitos, óxidos, silicatos e arsênio elementar (As). Apenas algumas destas formas são encontradas em quantidades significantes (Mandal e Suzuki, 2002). Este elemento é cristalino sendo sua concentração média nas rochas ígneas e sedimentares de, aproximadamente,  $2 \text{ g.t}^{-1}$ . As concentrações mais elevadas são encontradas em sedimentos argilosos e fosforitas. Depósitos de ferro, ligas de ferro sedimentar e nódulos de manganês são ricos em arsênio (Mandal e Suzuki, 2002).

Diversos tipos de depósitos metalíferos apresentam arsênio, podendo este estar co-precipitado com hidróxidos e sulfetos de ferro em rochas sedimentares, principalmente, na arsenopirita, pirita, galena e calcopirita e menos comum em esfarelita (Mandal e Suzuki, 2002).

A análise estatística de seixos de fosfatos comerciais na Florida indicou uma correlação linear inversa entre arsênio e fósforo e uma correlação linear direta entre arsênio e óxido de ferro na rocha. Isto sugere que a maioria do arsênio ocorre como íons adsorvidos sobre o óxido de ferro coloidal e não como uma substituição para o fósforo (Stow, 1969). Hill, Marshall e Jacob (1932) relataram médias de  $63 \text{ g.t}^{-1}$  de As em fosfato de Montana e  $22 \text{ g.t}^{-1}$  de As em seixos do solo na Flórida. Sheldon (1963) detectou arsênio em abundância de  $200 \text{ g.t}^{-1}$  em minério de Wyoming.

A maioria dos pesquisadores assumiram que o arsênio está presente como o íon arseniato para substituição de fosfato em fluorapatita e ser dependente do conteúdo de fosfato (McConnell, 1938; Krauskopf, 1955). Entretanto, Gulbrandsen (1966) acredita que o enriquecimento de arsênio de fosfatos ocidental é dependente do conteúdo de matéria orgânica na rocha.

Um estudo realizado com minério de fosfato do Grupo Hawthorn, na Florida, mostrou que o conteúdo de arsênio estava principalmente concentrado em pirita (Lazareva e Pichler, 2006).

A instrução normativa N° 27 (Anexo A), de 05 de junho de 2006, estipula o limite máximo de arsênio admitido em fertilizantes minerais que contenham o nutriente fósforo no Brasil. Este valor está associado ao conteúdo de  $P_2O_5$ , sendo permitido aos fertilizantes minerais simples  $2 \text{ g.t}^{-1}$  de arsênio para cada ponto percentual de  $P_2O_5$  ( $10^4 \text{ g.t}^{-1}$ ).

## 2.2 O processo de flotação no tratamento de minérios

A flotação é um processo físico-químico de separação de partículas (ou agregados) de uma suspensão pela adesão destas às bolhas de ar. As unidades bolhas-partículas formadas apresentam uma densidade aparente menor que a do meio aquoso e ascendem (flotam) até a superfície de um reator (célula de flotação) ou interface líquido-ar, onde são removidas. Atualmente, a flotação é o processo mais importante na recuperação e/ou concentração de minerais, aplicado a diferentes sistemas tais como (Rubio *et al.* 2002):

- Minérios sulfetados: Cu, Pb, Zn, Mo, Fe, Ni;
- Oxi-Minerais: Óxidos de Mn, Nb, Mn, Cr, Ti, Fe, Al, Si, argilas, etc;
- Minerais semisolúveis (não metálicos, industriais): Fosfatos,  $CaF_2$  (fluorita),  $CaWO_4$  (schelita), Magnesita ( $MgSO_4$ ), Barita ( $BaSO_4$ ), Calcita ( $CaCO_3$ );
- Metais nativos: Au, Ag, Hg;
- Carvão metalúrgico;
- Sais solúveis: KCl, NaCl;
- Beneficiamento (adequação) de matérias primas, como remoção de impurezas em feldspatos, caulim, argilas para cerâmicos, tintas entre outros;
- Outros: Iodo, ácido bórico.

No cenário mineral brasileiro, a flotação é responsável pelo beneficiamento de minérios de ferro, fosfato, grafita, magnesita, talco, sulfetos de cobre, sulfetos de chumbo-



zinco, óxidos de zinco, níquel, ouro, nióbio, fluorita, carvão, feldspato, silvita e resíduo hidrometalúrgico contendo prata (Araújo e Peres, 1995).

De Witt (1940) descreveu que o processo de concentração de minerais por flotação envolve os seguintes passos: (a) o minério é cominuído até o estágio onde o mineral de valor possa ser substancialmente separado do material de ganga; (b) o minério cominuído é mantido em suspensão em água e são adicionados reagentes químicos que com agitação e injeção de bolhas de ar promovem a adesão bolhas-partículas; (c) as bolhas ascendem à superfície e são coletadas pelo topo da célula de flotação.

Industrialmente o processo de flotação ocorre após o minério ser condicionado em tanques agitados onde são adicionados os reagentes (coletores/hidrofobizantes, coagulantes, floculantes, espumantes e modificadores de carga) necessários para promover a seletividade do processo. A flotação é realizada de forma contínua em reatores estruturados em circuitos, os quais geram fluxogramas com etapas de reciclo dos produtos flotado e não flotado.

As células de flotação se dividem basicamente em dois tipos, mecânicas e colunas. As células mecânicas convencionais consistem de uma câmara de flotação com um sistema *impeller-edutor* (associado a um estator) de alta velocidade de rotação, que cisalha o ar auto aspirado formando bolhas com diâmetro entre 400 e 2000  $\mu\text{m}$ . A relação volumétrica gás/água (*hold up*) pode ser incrementada pela injeção de um volume maior de ar. As principais características desse tipo de célula são o regime hidrodinâmico turbulento, a alta cinética de flotação (resultando no curto tempo de retenção) e a elevada razão gás/líquido. Já as colunas de flotação possuem uma alta relação altura/diâmetro, não possuem peças móveis e a geração de bolhas é realizada através de borbulhadores situados em sua base. Possuem um regime hidrodinâmico pouco turbulento e são utilizadas, principalmente, para obter concentrados com altos teores.

A taxa de flotação das partículas depende da composição mineralógica do minério (alimentação), densidade da polpa, tamanho da partícula, grau de turbulência na célula, parâmetros físicos e físico-químicos, complexidade do fluxograma (tipo de células, remoagem, entre outros).

Os principais mecanismos de flotação têm sido descritos por diversos autores (Sastry, 1978; King, 1982; Ek, 1992;) que demonstram que a flotação é determinada pelos subprocessos de colisão bolha-partícula, adesão e permanência. Schuhmann (1942) ao estudar a cinética de flotação relacionou a taxa de flotação em função da probabilidade de colisão, probabilidade de adesão e um fator de estabilidade do flotado. Posteriormente, um modelo

probabilístico, microcinético, desta tecnologia pode ser apresentado pela probabilidade de flotação, que é função da colisão/adesão entre bolha-partícula, permanência (resistência) da unidade bolha-partícula e remoção do produto flotado, de acordo com seguinte equação (Ek, 1992):

$$P_f = P_c.P_a.P_p.P_r \quad (\text{Eq. 1})$$

onde,  $P_f$  é a probabilidade de flotação,  $P_c$  é a probabilidade de colisão,  $P_a$  é a probabilidade de adesão  $P_p$  é a probabilidade de permanência (resistência) e  $P_r$  é a probabilidade de remoção ou coleta (do produto flotado).

A probabilidade de colisão é um subprocesso não seletivo, tanto partículas hidrofóbicas quanto hidrofílicas têm a mesma probabilidade de colisão (Sastry, 1978). Yoon e Luttrell (1989) descrevem a probabilidade de colisão entre uma bolha de ar e uma partícula ( $P_c$ ) como sendo diretamente proporcional ao quadrado do diâmetro da partícula ( $d_p$ ) e inversamente proporcional ao quadrado do diâmetro da bolha ( $d_b$ ):

$$P_c \propto \frac{d_p^2}{d_b^2} \quad (\text{Eq. 2})$$

Para se obter uma boa recuperação no processo de flotação deve se ter uma distribuição de tamanho de bolhas adequadas com o tamanho das partículas. Isto normalmente não ocorre nas condições atuais de flotação em usinas de tratamento de minérios e, por isso, a recuperação das partículas minerais F e UF é normalmente baixa (Rubio *et al.* 2003). A adesão bolha-partícula é a etapa (microprocesso) mais importante da flotação e depende de uma série de características do sistema de flotação, incluindo tamanho de bolha, tamanho de partícula, propriedades superficiais da fase dispersa, temperatura, propriedades físico-químicas da fase contínua e condições hidrodinâmicas. A adesão bolha partícula envolve o adensamento laminar interferindo no filme líquido (Sastry, 1978). Este fenômeno ocorre somente se a força de interação resultante entre a superfície e a bolha de ar é de caráter atrativo, condição que é determinada pela hidrofobicidade da superfície. No entanto, além desse critério puramente termodinâmico, existe uma condição de ordem cinética (fatores hidrodinâmicos) para que ocorra a adesão, o contato bolha-partícula deve ter tempo suficiente

para que ocorra a indução, o adensamento do filme líquido e sua ruptura e o deslocamento do filme líquido até o ponto de equilíbrio, como mostrado na Figura 2.

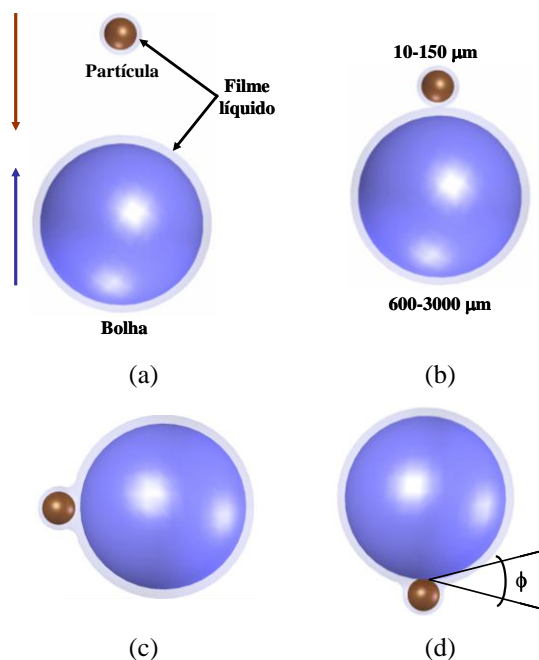


Figura 2. Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato. Fonte: Tabosa, 2007.

A probabilidade de permanência (resistência) inclui os subprocessos que seguem à captura, ou seja, os de ascensão das unidades bolha-partícula e sua recuperação como produto flotado. Esse fator depende, portanto dos parâmetros termodinâmicos (hidrofobicidade), hidrodinâmicos (turbulência, fricção, velocidade de ascensão, densidade das partículas e aceleração das unidades bolhas-partículas) e físicos, que seriam o teor do material a ser flotado, diâmetro das partículas, diâmetro das bolhas, viscosidade e densidade da polpa.

A probabilidade de remoção das unidades bolha-partícula está relacionada com a capacidade de transferência dessas unidades ao produto flotado via coleta mecânica e (principalmente nas colunas de flotação) com a probabilidade de drenagem da espuma. A drenagem da espuma depende da estrutura da espuma (tipo de espumante), concentração de sólidos (razão água/sólidos), diâmetro das partículas de ganga e largura dos canais de drenagem. Este fator é controlado por parâmetros termodinâmicos (hidrofobicidade - ângulo de contato,  $\theta$ ), pelos diâmetros das partículas e bolhas e por parâmetros físicos, como a

viscosidade-rigidez (proporção de sólidos) da espuma e a ação mecânica do raspador de espuma.

### 2.2.1 O processo de flotação no beneficiamento de minérios de fosfato

A rocha fosfática requer processamento para adequar o conteúdo de minerais associados (impurezas) incluindo o quartzo, chert, argila, feldspato, mica, calcita e dolomita. Na indústria de fertilizantes é necessário que os minérios de fosfato tenham teor de  $P_2O_5$  maior que 30 %, uma razão  $CaO/P_2O_5$  menor do que 1,6 (valores superiores ocasionam um maior consumo de ácido na fabricação de fertilizantes a partir de rocha fosfática), e um teor de MgO inferior a 1 %. No caso em que os minérios de fosfato não preencham estes critérios, é necessário remover suas impurezas por alguns meios de beneficiamento. O beneficiamento de minérios de fosfato por flotação tem sido importante desde 1920, quando foi possível recuperar as partículas de apatita. Outros métodos aplicados na indústria como a calcinação, lixiviação ácida e separação magnética têm certas limitações e desvantagens quando comparados com a flotação (Sis e Chander, 2003).

Devido à grande quantidade de substituições, a composição química das apatitas e, portanto, suas propriedades de superfície variam muito de um minério para outro. Minerais semi-solúveis como a apatita, fluorita, calcita, scheelita, magnesita e barita são hidrofílicos, e a hidrofobização seletiva desses minerais com o uso de reagentes é determinante na eficiência do processo de separação. A separação dos minerais semi-solúveis dos minerais de silicato e óxidos tem sido eficiente pelo processo de flotação. No entanto, a separação entre estes minerais, como no caso da apatita e da calcita, apresenta dificuldades devido à similaridade das propriedades químicas superficiais dos minerais (Sis e Chander, 2003; Ledo *et al.*, 2004).

O tipo de depósito de fosfato afeta fortemente o desempenho da flotação (Sis e Chander, 2003). Diferentes tipos e estruturas de reagentes são usados na flotação de minérios de fosfato como coletores, depressores e reagentes auxiliares na flotação direta e reversa destes minérios (Sis e Chander, 2003).

O processo *Crago Double Float*, utilizado na Flórida, consiste na flotação da apatita com ácido graxo ( $360-900 \text{ g.t}^{-1}$ ) e óleo combustível ( $450-1800 \text{ g.t}^{-1}$ ) em pH 9. O concentrado desta etapa passa por uma escrubagem ácida com ácido sulfúrico para remover os reagentes da superfície do fosfato. Após a lavagem, é realizada a flotação reversa da sílica com amina ( $45-90 \text{ g.t}^{-1}$ ) em pH neutro. Um concentrado de flotação típico desse circuito contém em torno

de 18 – 25 % de  $P_2O_5$  na etapa *rougher* e 30 % na *cleaner* (Sis e Chander, 2003).

Já, no Processo “Crago Reverso”, a sílica é flotada primeiramente, com amina, sendo o concentrado desta etapa posteriormente submetido à flotação de apatita com ácido graxo e óleo combustível como coletor (Zhang *et al.*, 1997). Os óleos são utilizados como coletor *extender* para diminuir o consumo dos coletores convencionais (El-Shall *et al.*, 2000).

Um processo de flotação reversa de impurezas de carbonato de metais alcalinos terrosos, particularmente dolomita e calcita, foi patenteado nos EUA sob o nome de *Flotation of phosphate ores containing dolomite*. Este processo utiliza um sal de sódio de ácido oléico sulfonatado como coletor e o tripolifosfato de sódio como depressor do fosfato, com pH 5,5-6, regulado com ácido sulfúrico (Snow, 1982).

No caso da apatita proveniente de rochas ígneas, como a grande maioria dos minérios fosfáticos brasileiros, o processo de concentração pode ser feito a partir do uso de ácidos graxos e seus sabões como coletor de apatita e da utilização de amido de milho como depressor dos minerais de ganga (Guimarães e Peres, 2002; 2003; Barros, 2006).

A concentração de partículas finas e ultrafinas ( $< 44 \mu m$ ) de minério de fosfato iniciou em 1984, na Ultrafértil (Catalão/GO), onde foram observados vários problemas no circuito que utilizava células mecânicas convencionais, inviabilizando a continuidade da sua implantação. A utilização de colunas de flotação, que proporciona adequada limpeza das espumas em diferentes estágios de flotação, foi um avanço tecnológico que possibilitou uma melhor seletividade e, conseqüentemente, melhorou a qualidade do concentrado, o que não era obtido em células mecânicas convencionais. Com o desenvolvimento das colunas obteve-se seletividade e enriquecimento necessário exigido pelas especificações químicas dos concentrados apatíticos (Silva *et al.*, 2002).

Dentro deste contexto, Tabosa (2007), Testa (2008) e Matiolo (2008) avaliaram a recuperação de partículas finas e ultrafinas de minério de fosfato da BUNGE por flotação em colunas. Tabosa (2007) avaliou, em escala de laboratório, a flotação com recirculação parcial de frações concentradas (flotadas) à alimentação da flotação primária, denominada de Flotação com Reciclo de Concentrado – FRC. O reciclo de concentrado possibilitou um aumento de 7 % na recuperação metalúrgica de apatita e de 1 % no teor de  $P_2O_5$  no concentrado de flotação. Foi observada também uma redução de aproximadamente 1 % no teor de impurezas ( $SiO_2$  e  $Fe_2O_3$ ) no concentrado.

Testa (2008), estudou o efeito do CAI (condicionamento em alta intensidade) em escala laboratorial em coluna de flotação de 1 ”, e piloto (colunas de 4 ” e 24 ” de diâmetro)

na flotação de finos de minério de fosfato. Os melhores resultados, com ganhos aproximados de 8 % na recuperação de apatita, foram obtidos em laboratório após uma energia transferida a polpa (pelo CAI) de  $2,5 \text{ kWh.m}^{-3}$ , com uma redução de aproximadamente 6 % no teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$  no concentrado. Foi observado também que o impelidor de fluxo radial apresentou melhor rendimento que um impelidor de fluxo axial, provavelmente, em função do maior número de colisões efetivas. Nos estudos de validação em escala piloto, em coluna de flotação (4 '' e 24 '' de diâmetro), a recuperação de apatita aumentou, no mínimo 2 %, com a adição do regime de condicionamento turbulento, com valores de energia transferida à polpa acima de  $0,23 \text{ kWh.m}^{-3}$  de polpa, sem diminuir o teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$  do concentrado.

Na mesma linha de pesquisa, Matiolo (2008), desenvolveu estudos fundamentais e de flotação em coluna modificada de três produtos (C3P) em escala de laboratório, com uma coluna de 2,54 cm de diâmetro e altura total de 2,2 m, e em escala piloto em uma coluna de 9 cm de diâmetro e 7,2 m de altura total. Estes estudos foram realizados de forma comparativa com a coluna convencional reta (CCR), e os resultados mostraram que a coluna modificada produz concentrados com maior teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$  e menor conteúdo de impurezas ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ ).

### **2.2.2 Influência do tamanho de partículas na eficiência de flotação**

Apesar de haver discordâncias entre autores para a definição do tamanho de partículas, Sivamohan e Forssberg (1985) classificaram o tamanho de partícula do seguinte modo: grossas ( $> 500 \mu\text{m}$ ), intermediárias ( $< 500 \mu\text{m}$ ), finas ( $< 100 \mu\text{m}$ ), muito finas ( $< 20 \mu\text{m}$ ), ultrafinas ( $< 5 \mu\text{m}$ ), colóides ( $< 1 \mu\text{m}$ ) e super colóides ( $< 0,2 \mu\text{m}$ ). Segundo estes mesmos autores, lamas são constituídas por partículas ultrafinas, colóides e super colóides.

Os termos finos, ultrafinos (e lamas) são utilizados para designar uma fração granulométrica que apresenta problemas de manuseio, separação transporte, etc. O tamanho a partir do qual as partículas passam a ser consideradas finas, ultrafinas ou lamas varia em função do processo e das próprias características do minério (Rosa, 1997).

Já Somasundaran (1980) classificou estas partículas, com base em seu tamanho e comportamento em meio aquoso, da seguinte forma:

- finos - partículas que não são facilmente separáveis por processos gravitacionais e cujo tamanho médio está compreendido entre  $10 \mu\text{m}$  e  $100 \mu\text{m}$ ;

- ultrafinos - partículas que não são facilmente separadas por processos não gravitacionais convencionais, inclusive a flotação, e cujo tamanho médio está compreendido entre 1  $\mu\text{m}$  e 10  $\mu\text{m}$ ;
- colóides - partículas cujo tamanho médio é inferior a 1  $\mu\text{m}$ ;
- lamas - mistura de colóides e ultrafinos naturais e aqueles gerados em processos de cominuição e que apresentam características de sedimentação lenta.

As partículas finas (F: 13-40  $\mu\text{m}$ ) e ultrafinas (UF < 13  $\mu\text{m}$ ) de minério sempre representaram um problema para a indústria mineral, no processo de concentração por flotação. As partículas com granulometria entre 10  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$  geralmente apresentam as melhores recuperações, variando esse tamanho ótimo para diferentes sistemas minerais, por exemplo, 6-70  $\mu\text{m}$  para galena, 8-90  $\mu\text{m}$  para esfarelita, 15-60  $\mu\text{m}$  para calcopirita e 20-150  $\mu\text{m}$  para pirita (Subrahmanyam e Forssberg, 1990). Essa faixa de tamanho depende também da escala de operação, concentração de reagentes, hidrodinâmica do sistema, tamanho e distribuição de tamanho e tempo de residência. Os principais problemas e características observadas na flotação de partículas finas e ultrafinas (F-UF) são (Pease *et al.*, 2006):

- Partículas F-UF possuem uma alta área superficial por unidade de massa, acarretando em um maior consumo de reagentes, além de apresentar uma baixa seletividade na adsorção dos reagentes. Esta alta área superficial também pode levar à formação de espumas mais resistentes (estáveis) tornando mais difícil as etapas de espessamento e filtração;
- Estas partículas possuem baixo *momentum* (energia de colisão), o que facilita o arraste hidrodinâmico pelas linhas de fluxo de água, e leva à menor energia de colisão com as bolhas de ar, ocasionando baixa probabilidade de colisão e dificuldade em superar a barreira energética entre partícula e bolha;
- Estas frações são mais passíveis ao fenômeno de *slime coating* (recobrimento por lamas), devido a sua alta área superficial, tornando-as assim mais reativas; ou ao seu baixo *momentum*, diminuindo a limpeza superficial pelo mecanismo de atrição com outras partículas;
- As partículas F-UF reagem muito mais do que as grossas com íons em solução presentes na água de processo, em função da maior energia livre superficial. Também apresentam problemas de adsorção não específica de reagentes, alta hidratação, rápida reação superficial, aumento da solubilidade;

- A cinética de flotação para as frações F-UF é menor. Essas frações podem flotar com bolhas grandes, porém o uso de bolhas pequenas, cujos tempos de residência são maiores, aumenta a cinética de flotação e, portanto, a adesão efetiva.

A elevada energia superficial das partículas finas é devido, principalmente, à imperfeições durante a cristalização, aumento das fendas e deslocamento de bordas na superfície da partícula, assim como a presença de outros sítios superficiais de alta energia (Rosa, 1997).

Tanto as partículas grossas quanto as partículas muito finas apresentam uma baixa eficiência de flotação, enquanto que partículas de tamanhos intermediários apresentam uma ótima eficiência de flotação. Esse fenômeno é devido a problemas de captura de partículas (finas) por bolhas e da menor capacidade de carregamento (*lifting-power*) pelas bolhas das maiores (grossas), além de apresentarem liberação insuficiente (mistos com baixo grau de hidrofobicidade).

Esse efeito do tamanho de partículas tem sido investigado experimentalmente através dos parâmetros de cinética de flotação ( $k$ ) e medidas de eficiência de coleção ( $E_c$ ). Os estudos experimentais relativos ao efeito do tamanho de partícula na cinética de flotação têm apresentado resultados contraditórios, porém indicam uma diminuição na cinética de flotação quando ocorre o decréscimo do tamanho de partícula (Dobby, 1984; Rodrigues, 2004).

A Figura 3 mostra a influência do tamanho de partículas na recuperação metalúrgica no processo de flotação. Esse comportamento ocorre em todos os sistemas minerais já relatados por diversos estudos (Matiolo, 2005; Capponi 2005; Pease *et al*, 2006; Tabosa, 2007).

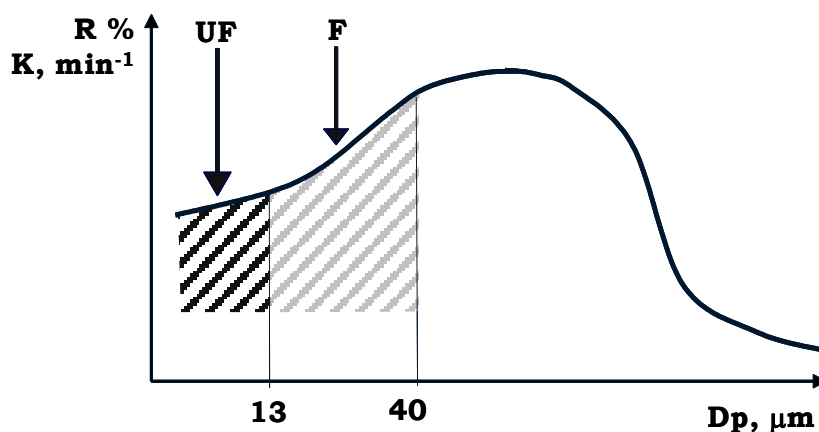


Figura 3. Efeito do diâmetro da partícula na recuperação ou cinética de flotação. Fonte: Capponi, 2005.



### 2.2.3 Alternativas para a recuperação de partículas finas e ultrafinas (F-UF)

As partículas minerais finas estão presentes na maioria dos minérios devido a intempéries e à decomposição de componentes rochosos. Subseqüentemente, ocorre a geração de finos secundários nos processos de transporte e cominuição. A geração de finos primários é mais comum para minérios não metálicos e minerais oxidados, bem como alguns minérios maciços sulfetados com alteração na gênese. A natureza dos finos depende das características físicas do próprio minério (Rosa, 1997).

A geração de finos secundários é normalmente mais associada ao requerimento de moagem e ao desempenho da classificação, do que às características físicas do minério (último estágio do processo de fragmentação). Nesse estágio as partículas são reduzidas, pela combinação de impacto, compressão, abrasão e atrito, a um tamanho adequado à liberação do material. Cada minério tem uma granulometria ideal para ser moído, dependendo de muitos fatores incluindo a distribuição do mineral de valor na ganga e o processo de separação que vai ser utilizado. A submoagem do minério resulta num produto grosso com liberação parcial do mineral de valor, inviabilizando o processo de concentração. A sobremoagem também não é desejada, pois ela reduz o tamanho das partículas, desnecessariamente, o que acarretará maior consumo de energia e perdas no processo de concentração. A produção de finos secundários é mais comum no processamento de minérios maciços ou semi-maciços sulfetados onde uma moagem muito fina é requerida para alcançar a liberação do mineral de valor. Finos secundários também podem ser gerados em usinas de beneficiamento quando a classificação no circuito de moagem não é eficiente. Normalmente, os minerais pesados acumulam-se na carga circulante do circuito de moagem, submetendo-se a uma moagem maior do que aquela requerida para sua liberação.

Quando um minério é submetido a um processo de cominuição para liberação dos minerais de valor, o produto final é caracterizado por uma determinada distribuição granulométrica, que pode ser representada pela equação de Gaudin/Schuhman (Eq. 3):

$$Y = 100 \cdot \left( \frac{X}{X_m} \right)^\alpha \quad (\text{Eq. 3})$$

onde,  $Y$  é a percentagem acumulada de material menor que o tamanho  $X$ ,  $X_m$  é o tamanho máximo teórico da distribuição e  $\alpha$  é o módulo da distribuição. Neste caso, quanto menor o valor de  $\alpha$  maior a proporção de finos no material analisado.

As técnicas emergentes existentes para o aumento da recuperação de partículas F e UF são baseadas em novos conceitos de diminuição da geração (em planta) de finos e ultrafinos, da otimização da captura de partículas por bolhas. Para aumentar a probabilidade de colisão bolha-partícula, normalmente, é efetuado o aumento da distribuição de tamanho de bolhas médias (100-600  $\mu\text{m}$ ) ou pequenas (< 100  $\mu\text{m}$ ) na célula de flotação agregação das partículas através de reagentes (Song *et al.*, 2001; Rubio *et al.*, 2003). Dentre as principais técnicas pode-se destacar a flotação com o uso de bolhas com tamanhos intermediários, floculação seletiva, floculação por cisalhamento, flotação extensora, flotação transportadora ou auto-transportadora e condicionamento em alta intensidade.

### **2.2.3.1 Flotação com o uso de bolhas com tamanhos intermediários (BI)**

Utilizar bolhas mais finas que as geradas nos equipamentos de flotação convencionais é uma das alternativas para recuperar as partículas F-UF. As bolhas geradas nas células convencionais, dependendo da tensão superficial líquido/ar, variam de diâmetro no intervalo de 600-2000  $\mu\text{m}$ , podendo ser um pouco menores em colunas, e não são eficientes na coleta das frações F-UF. As alternativas neste sentido têm por meta ampliar a distribuição de tamanho das bolhas gerando frações com bolhas com diâmetros entre 300-600  $\mu\text{m}$  ou menores (Rodrigues e Rubio, 2003). Os fundamentos de apoio a esta alternativa são baseados no aumento da probabilidade de colisão e adesão entre partículas e bolhas pequenas. Esta técnica também visa aumentar o valor do fluxo superficial de bolhas ( $S_b$ ), ou taxa de área superficial de bolhas por área de seção de equipamento.

Rodrigues (2004) relatou a importância do tamanho de bolhas nos processos de flotação, como sendo uma das variáveis físicas de maior impacto na flotação, afetando, principalmente, a eficiência de captura de partículas pelas bolhas e o *hold up* (relação gás/líquido) de ar.

Assim, uma ampla distribuição de bolhas na flotação é mais apropriada para uma maior recuperação das partículas finas, porém em células mecânicas existe uma grande dificuldade em gerar bolhas com diâmetros pequenos. Na flotação em colunas existem diferentes tipos de aeradores, e o sistema de geração de bolhas é bastante estudado, porém

existem muitos problemas operacionais como entupimento nos aeradores internos e desgaste nos externos, com a recirculação de polpa (Takata, 2006).

As bolhas podem ser classificadas segundo seu diâmetro em microbolhas, bolhas intermediárias e bolhas grandes, sendo estas últimas normalmente geradas nos equipamentos de flotação.

As microbolhas possuem uma distribuição de diâmetro entre 30-100  $\mu\text{m}$  e são geradas através da depressurização de água saturada, em um vaso saturador onde a água é saturada em ar a uma pressão de 3 a 6  $\text{kgf.cm}^{-2}$ . Também existe um tipo específico de bomba multifásica que gera microbolhas através da cavitação no seu rotor. Outro método é conhecido como eletroflotação onde as bolhas ( $\text{H}_2$  e  $\text{O}_2$ ) menores que 30  $\mu\text{m}$  são geradas pela eletrólise de soluções aquosas salinas diluídas (Testa, 2008).

A utilização de bolhas de ar dissolvido na flotação já é utilizada e bastante conhecida para tratamento de água (Sastry, 1979). Rodrigues e Rubio (2007) fizeram um levantamento do potencial da utilização da flotação por ar dissolvido (FAD) na indústria mineral. A técnica é utilizada em separação sólido-líquido, remoção de íons em águas de processo, tratamento de drenagens ácidas de mina, entre outros.

A geração de bolhas intermediárias, ou seja, com tamanhos médios entre 100-600  $\mu\text{m}$ , é possível através da aeração de soluções contendo concentrações baixas de espumantes (tensoativos). Um exemplo deste sistema é o gerador de bolhas da coluna Microcel<sup>TM</sup>. Esta coluna utiliza dispersões de bolhas com 100 a 400  $\mu\text{m}$  de diâmetro geradas por *spargers* Microcel<sup>TM</sup>, que consiste de um misturador estático e uma bomba centrífuga. Parte da corrente dos rejeitos é recirculada da base da coluna e introduzida no misturador estático, onde o gás injetado e a polpa são misturados em condições altamente cisalhantes, resultando na dispersão das bolhas. Em seguida, a mistura ar-bolha-partícula é introduzida próximo a base da coluna. O tamanho de bolhas é controlado pela velocidade do fluxo através do *sparger*, vazão de ar e concentração de tensoativo (Gebhardt *et al.*, 1994).

Outro sistema importante nesta área é a célula Jameson, na qual ocorre a passagem forçada de um líquido por constricção tipo venturi ou orifício com auto-aspiração de gás, e de acordo com várias publicações também gera uma alta proporção de bolhas < 600  $\mu\text{m}$  (Clayton *et al.*, 1991; Rodrigues e Rubio, 2003). Estas células têm mostrado que com o uso destas bolhas pequenas pode aumentar em 10-100 vezes a velocidade de coleta de partículas F-UF (Finch, 1995; Mohanty e Honaker, 1999).

No caso da flotação em coluna com tamanho de bolhas controlado, o objetivo é aumentar as probabilidades de adesão e estabilidade das unidades partícula-bolha. Existem colunas com controle de tamanho de bolhas através de sistemas auto-aspirados, placas, venturi, injeção de tensoativos, entre outros.

### 2.2.3.2 Floculação seletiva

A agregação de partículas finas específicas, utilizando um reagente polimérico, seguida por separação dos agregados via sedimentação, elutriação, peneiramento ou flotação dos flocos é conhecida como floculação seletiva. (Baltar, 2004). Desde que sejam resistentes o suficiente, estes flocos podem ainda ser limpos, melhorando a qualidade do concentrado (Mathur *et al.*, 2000).

Esta técnica é uma alternativa conhecida desde a década de 1960 e tem tido êxito relativo em função de diversos problemas, entre os quais a falta de “seletividade”, principalmente devido à presença de partículas mistas. A aplicação industrial mais conhecida é a floculação seletiva de minerais de ferro, não como uma operação de tratamento, mas como operação unitária auxiliar na flotação reversa da ganga (quartzo).

Existem diversos trabalhos (Rubio, *et al.*, 1987, Behl *et al.*, 1992, 1993; Ravishankar, *et al.*, 1995; Mathur *et al.*, 1995, 1996, 2000) que investigaram este processo, porém, o número de aplicações industriais ainda são restritas.

Uma aplicação massiva da floculação seletiva encontra-se na recuperação de partículas minerais de ferro em associação com a flotação reversa, catiônica da ganga silicosa. No Brasil, a floculação seletiva de minérios de ferro é hoje um processo estabelecido e incorporado à escala industrial em várias plantas de beneficiamento (Rubio e Fuerstenau, 1979).

As principais barreiras para o incremento da aplicação comercial da floculação seletiva é consequência da transição ineficiente entre sistemas com partículas liberadas para sistemas com partículas mistas, sistemas com partículas mistas sintéticas para sistemas naturais, e escalonamento de estudos de bancada para escala real. Esta seletividade observada é muitas vezes perdida em sistemas reais devido a um ou mais dos seguintes fatores: heterocoagulação, interferência de íons dissolvidos, recobrimento por lamelas, aprisionamento físico, heterofloculação e contaminação cruzada durante a moagem (Mathur *et al.*, 2000).

O principal problema na floculação seletiva é assegurar a seletividade na adsorção do polímero. O mecanismo de adsorção de polímeros na interface mineral/solução ainda não é um fenômeno suficientemente esclarecido. Claramente têm-se a necessidade de estudos de aspectos físico-químicos relacionados aos tipos e preparo por gelatinização das soluções de amido, uso de novos polímeros e otimização de processos de separação sólido/líquido (Santos, 2010).

Outra aplicação em *Tilden Iron Ore Mine*, Michigan, EUA. O processo consiste de dispersão de partículas do minério, com tamanho inferior a 30  $\mu\text{m}$ , em faixa de pH 10-11 utilizando silicato de sódio e/ou fosfatos, floculação seletiva da hematita com amido de milho, sedimentação e flotação reversa para separação dos flocos de hematita da sílica (Weissenborn *et al.*, 1994). Os floculantes mais comuns para minérios de ferro são o amido e poliacrilamidas hidrolisadas.

Os estudos realizados por Rubio e Fuerstenau (1979), mostram que no sistema sintético hematita/quartzo ocorre contaminação do quartzo após moagem das misturas em moinho de bolas. A separação da hematita do quartzo por floculação seletiva com amido de milho é quase perfeita quando os dois minérios são moídos separadamente, enquanto que a eficiência da separação é bem menor quando os minérios são moídos juntos. Já no sistema real, com minério da *Tilden Iron Ore Mine*, a contaminação é manifestada na ausência de reagentes dispersantes no processo de moagem. Os autores ainda citam que o resultado de maior interesse prático é a contaminação sofrida após moagem a diferentes densidades de polpa, onde aparentemente existe uma razão ótima sólido/líquido na moagem, sem contaminação do quartzo pelo efeito da formação de pontos de contato sólido-sólido devido à alta energia de colisão entre as partículas (efeito *smearing*) na presença de agentes dispersantes como silicato de sódio e NaOH. Essa contaminação exige a necessidade do estudo e uso de agentes dispersantes, lixiviantes ou quelantes, específicos em cada caso e cuja aplicação deve ser cuidadosamente analisada (Costa, 1985).

### **2.2.3.3 Floculação por Cisalhamento (*Shear Flocculation*)**

Floculação por cisalhamento é a agregação de partículas finas após hidrofobização pela adsorção de reagentes em um regime convenientemente agitado, normalmente observado em finas partículas suspensas em uma suspensão aquosa (Ozkan *et al.*, 2006). Este processo é baseado na agregação seletiva das partículas hidrofóbicas em um sistema de alta turbulência

(Valderrama e Rubio, 1998) com objetivo de formar agregados seletivos, tornando possível a concentração dos finos em conjunto com processos convencionais, tais como sedimentação ou flotação (Rosa, 1997).

Koh e Warren (1981) definem que o objetivo de aplicar flocculação por cisalhamento em partículas ultrafinas é para aumentar o tamanho efetivo dessas partículas.

As características do processo de flocculação por cisalhamento podem ser demonstradas pelos estudos de Fuerstenau *et al.*, (1988, 1991). Nesses estudos, partículas finas de hematita foram mantidas em suspensão à pH 3, onde apresentaram uma carga superficial positiva. Nestas condições, uma velocidade de 1600 rpm, por 60 minutos, não foi suficiente para obtenção de agregados destas partículas. Porém, após a adição de dodecil sulfato de sódio ( $10^{-4}$  M), a hematita hidrofobizada e com carga superficial negativa, pode ser agregada, no intervalo de agitação de 800-1600 rpm, sendo que para velocidade abaixo de 800 rpm, não foi observada uma formação significativa de agregados.

Warren (1975) estudou detalhadamente em um sistema scheelita e oleato de sódio, o efeito de agitação turbulenta na formação de agregados através de interações hidrofóbicas. Ele criou o termo *shear flocculation* para distinguir o efeito de outros como: coagulação por eletrólitos ou flocculação por polímeros.

Nos estudos de *shear flocculation* de Warren (1982) com partículas de scheelita o autor concluiu que:

- As partículas devem ser hidrofóbicas para ocorrer a agregação;
- Uma energia de colisão mínima é necessária para iniciar o processo de agregação, uma vez que as partículas estão carregadas e necessitam vencer uma barreira de energia de repulsão, para que ocorra o efeito hidrofóbico;
- Os agregados formados são mais resistentes do que aqueles obtidos nos processos de coagulação ou flocculação, cujas estruturas tendem a quebrar quando submetidos a altas agitações (cisalhamento).

Dentro deste contexto, Lu e Dai (1988) sugerem que há duas razões para a interação hidrofóbica entre partículas hidrofobizadas por reagentes. A primeira é o efeito da repelência da água que força as partículas hidrofóbicas a se agregarem, causada pela perturbação da estrutura da água nas vizinhanças das partículas hidrofóbicas (efeito entrópico). A outra razão é a associação hidrofóbica das cadeias orgânicas dos coletores (hidrofobizantes/surfactantes) adsorvidos entre as partículas.

Gräsberg e Mattson (1979) citam como exemplo de aplicação industrial de floculação por cisalhamento o processo empregado na Mina Yxsöberg de scheelita situada na Suécia, em que as partículas finas de minério são recuperadas por flotação após a agregação seletiva.

#### 2.2.3.4 Flotação Extensora (*Extender*)

A flotação extensora ou *extender* utiliza óleos não polares como tal ou na forma de emulsão em concentrações da ordem de 20-120 g.t<sup>-1</sup> juntamente com os coletores (hidrofobizantes) tradicionais para provocar uma agregação hidrofóbica e com isso aumentar a recuperação. Os óleos (diesel, querosene entre outros) são utilizados em diversas plantas de flotação, em sistemas de Cu e Cu/Mo (Gorodetskii *et al.*, 1973; Bos e Quast, 2000; Capponi *et al.* 2005), minério de ferro (Araujo *et al.*, 2006), carvões (Laskowski, 1992; Rubio, 1998) e na flotação direta de minérios fosfáticos (El-Shall *et al.*, 2000; Sis e Chander, 2003). A flotação de carvão ilustra bem o benefício do efeito hidrofóbico pretendido com a adição de óleos. Os carvões, em geral, correspondem a partículas com uma determinada hidrofobicidade natural, devido a isso muitas dessas partículas flotam sem a utilização de coletor e somente com espumantes. Com a oxidação parcial essa hidrofobicidade diminui e por isso é adicionado o óleo (Laskowski, 1992; Rubio, 1998; Capponi *et al.*, 2005) .

Os óleos são insolúveis em água, sendo assim, a dispersão deles para a superfície das partículas é dada devido à agitação do sistema e a forma de adição. A emulsificação em água de coletores insolúveis (óleo combustível, por exemplo) é muito importante devido a emulsificação e a estabilidade das gotas de óleo afetarem consideravelmente os resultados de flotação. Aumentando a dispersão do óleo na água através da geração de gotículas de óleo (1-5 µm), aumenta a probabilidade de colisões entre partículas e gotas, o que por sua vez, aumenta a recuperação (Sis e Chander, 2003).

Dmitreva *et al.* (1970) obteve um incremento de 5 % na recuperação de calcopirita com a adição de óleo diesel emulsificado. Capponi (2005) realizou um estudo com minério de cobre e molibdênio mostrando um ganho de 4,6 % na recuperação real de cobre e 6 % na recuperação metalúrgica de molibdênio utilizando 90 g.t<sup>-1</sup> de óleo diesel emulsificado.

Os mecanismos reportados que ocorrem com a adição de óleo mostram que a interação do óleo com as partículas, já hidrofobizadas pela adição de coletor, ocorre devido às forças hidrofóbicas (Figura 4 (a) e Figura (b)) (Laskowsky, 1992; Capponi, 2005). Após ocorrer a adesão do óleo nas partículas a gota se espalha pela superfície da partícula aumentando sua

hidrofobicidade. Este fenômeno de espalhamento é o que lhe dá o nome de *extender* à técnica e tem o sentido de extensão de uma película superficial.

Outro mecanismo provável citado por Capponi (2005) é o aumento do tamanho de partículas via interação hidrofóbica entre as próprias partículas (homoagregação), conforme mostrado na Figura 4 (c).

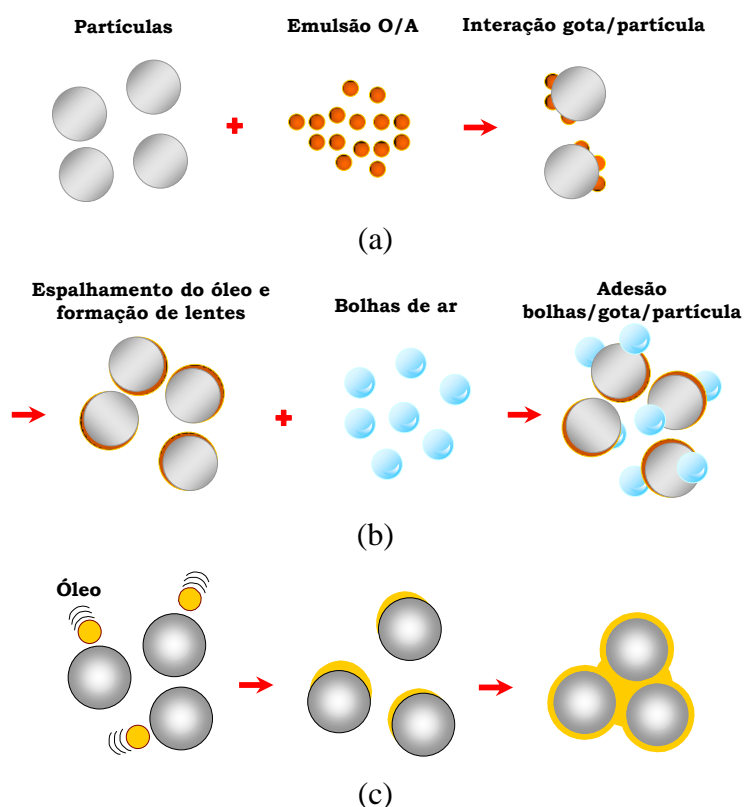


Figura 4. (a) Esquema da interação gota/partícula, espalhamento do óleo e formação de lente. (b) Esquema da adesão bolha/gota/partícula na flotação extensora. (c) Esquema do fenômeno de agregação entre as partículas F-UF recobertas por um filme de óleo. Fonte: Testa, 2008.

Como desvantagens da técnica de flotação extensora são observadas o abatimento da camada de espuma e possíveis dificuldades na filtração com a adição de óleo, além da preocupação com a contaminação das águas caso o óleo não fique totalmente aderido nas partículas e seja levado ao concentrado.

### 2.2.3.5 Flotação transportadora e auto-transportadora (*Carrier flotation*)

O processo de flotação transportadora (*carrier flotation*) consiste na aplicação prática do conceito de floculação por cisalhamento em conjunto com uma separação por flotação,



onde as partículas com alta flotabilidade são utilizadas como carregadoras de partículas com menor flotabilidade, como finos e ultrafinos.

Na prática esta agregação pode ser induzida ou pode ocorrer em condições hidrodinâmicas favoráveis. No primeiro caso é necessário adicionar ao sistema partículas hidrofóbicas (*carrier*) e no segundo caso, a agregação é entre as partículas hidrofóbicas existentes no sistema, tal como ocorre na *shear flocculation* ou no CAI.

Quando a partícula transportadora é da mesma espécie da partícula carregada ocorre o fenômeno de homoagregação e a flotação é chamada auto-transportadora. Se as espécies são diferentes ocorre uma heteroagregação e, posteriormente, uma flotação transportadora (Matiolo, 2005).

A aplicação industrial que tem sido reportada consiste na purificação de caulim (100 % abaixo de 3  $\mu\text{m}$ ), através da flotação da espécie contaminante (anatásio abaixo de 1  $\mu\text{m}$ ) (Chia e Somasundaram, 1983). Esses finos de anatásio foram flotados com auxílio de partículas transportadoras de calcita (abaixo de 44  $\mu\text{m}$ ), sendo que os agregados calcita/anatásio eram formados a partir da hidrofobização destas espécies e da aplicação de intensa agitação. Greene e Duke (1962), que ainda estudaram outros minerais como sílica, fluorita e ciânita, concluíram que o mecanismo de agregação calcita/anatásio, deve-se preferencial à adsorção e forte ligação do oleato em calcita e anatásio.

Nesta área, Rubio e Hoberg (1993) desenvolveram um processo especial de flotação transportadora que utiliza partículas plásticas poliméricas como transportador. Esse processo é baseado na adesão seletiva de partículas minerais hidrofóbicas na superfície de partículas de polipropileno (com diâmetros da ordem de 3,7 mm) hidrofobizadas previamente com um tratamento com ácido oleico. As partículas minerais aderidas são posteriormente separadas do sistema por flotação (flutuação), aproveitando a baixa densidade das partículas transportadoras (0,68  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ). Após, as partículas minerais são extraídas de polipropileno por um tratamento com agitação usando uma solução alcalina de NaOH (pH 12).

Ateşok (2001) utilizou carvão com baixo teor de cinzas como partículas transportadoras (0,1-0,3 mm) para flotação de carvão com maior teor de cinzas e de difícil flotabilidade (partículas de 0,02 mm).

Tabosa (2007) utilizou as partículas com maior flotabilidade da polpa (primeiras a serem flotadas) como as transportadoras no beneficiamento de minério de cobre, chamando flotação com reciclo de concentrado (FRC), onde obteve um incremento de 17 % na

recuperação metalúrgica quando comparado ao sistema sem recirculação, bem como um aumento na cinética de flotação.

Os principais parâmetros que definem esse processo são a hidrofobicidade e granulometria das partículas, a hidrodinâmica do sistema e a relação de massas entre as partículas minerais e as transportadoras. Separações eficientes foram alcançadas para os diferentes sistemas estudados (minerais de bornita, calcopirita, hematita, ouro, calcita, fosfatos e fluorita) (Rosa, 1997).

As principais desvantagens do processo de flotação transportadora são a dificuldade na separação do mineral do transportador (no caso de recuperação da espécie valiosa na forma de ultrafinos), o preparo e recuperação das partículas transportadoras e o alto consumo de reagentes. Como alternativa a estes problemas, o processo de flotação transportadora autógena ou auto-transportadora, desenvolvido por Hu em 1960, utiliza a mesma espécie mineral como partícula transportadora ao invés de usar uma espécie mineral de distinta composição. Uma das principais vantagens desse processo reside no fato de não ser necessário separar o agregado flotado, uma vez que esse é formado por partículas de uma mesma espécie. Outra vantagem, considerando que a partícula transportadora é obtida por recirculação de concentrado, é a melhor dispersão e economia dos reagentes envolvidos no sistema. Nestes estudos, a recuperação de partículas finas de wolframita ( $< 5 \mu\text{m}$ ) foi intensificada pela formação de agregados contendo partículas maiores (25-35  $\mu\text{m}$ ), com auxílio de reagentes surfactantes e intensa agitação (Hu *et al.*, 1988).

Fuerstenau *et al.* (1988, 1991), em estudo de flotação auto-transportadora de hematita, concluíram que a adição de partículas grossas deste mineral, em uma proporção de 40 % em peso, hidrofobizadas em um pré-condicionamento com dodecil sulfato de sódio, aumentou tanto a recuperação como a seletividade do processo de flotação auto-transportadora de finos.

Subrahmanyam e Forssberg (1989), em estudos de flotação auto-transportadora de galena, utilizaram partículas grossas (20-38  $\mu\text{m}$ ) para intensificar a recuperação da fração de partículas menores que 5  $\mu\text{m}$ . Porém, quando usaram partículas grossas no intervalo de 38-53  $\mu\text{m}$ , a turbidez da solução aumentou e diminuiu com o tempo, de modo que em períodos longos de agitação ocorreu a formação com posterior ruptura dos agregados. Tais flutuações na turbidez da solução foram explicadas pela variação na proporção de finos para grossos.

Assim, os processos como a floculação seletiva com polímeros, a flotação por cisalhamento (*shear flocculation*), a flotação transportadora e auto-transportadora são todos exemplos do mesmo efeito de agregação das partículas. A hidrofobização e a agregação sob

uma intensa agitação são os principais parâmetros envolvidos nestes processos (exceto para a floculação seletiva), que se diferenciam, posteriormente, na forma de separação dos agregados formados (Rosa, 1997).

### 2.2.3.6 Condicionamento em Alta Intensidade (CAI)

O conceito de floculação cisalhante foi estendido ao estágio de condicionamento antes da flotação, onde a agregação das partículas hidrofóbicas ocorre através de condições hidrodinâmicas favoráveis, denominado condicionamento em alta intensidade (CAI).

O condicionamento normal da polpa, em sistemas agitados e por suficiente tempo de contato, permite aos reagentes (coletores, ativadores, espumantes, etc.) reagirem com as partículas minerais presentes no minério. O condicionamento em alta intensidade (CAI), por outro lado, é baseado na necessidade de exceder essa transferência mínima de energia, sob um adequado aumento de turbulência ou do tempo de agitação, para que ocorra a agregação seletiva induzida das partículas finas. O limite mínimo de transferência de energia depende das propriedades superficiais das partículas finas, dos reagentes utilizados e da hidrodinâmica do sistema (velocidade de agitação, número de defletores, geometria das hélices impulsoras, etc.) (Testa *et al.*, 2009).

A energia transferida à polpa na etapa de condicionamento pode ser expressa em termos de kWh.m<sup>-3</sup> de polpa, que representa o consumo de energia de um motor que emprega determinada potência, durante um dado tempo, para agitar um determinado volume de polpa. A potência empregada nesse motor é função da velocidade de rotação, do diâmetro e forma das hélices do impulsor, das propriedades da polpa e da geometria do tanque de condicionamento (número de defletores, etc.) (Engel *et al.*, 1997; Valderrama e Rubio, 1997; Valderrama, 1997; Rosa *et al.*, 1998; Chen *et al.*, 1999; Matiolo, 2006; Tabosa, 2007).

O aumento de recuperação através do CAI é atribuído por diferentes mecanismos, tais como “limpeza” da superfície das partículas evitando fenômenos de *slime coating*, aumento da difusão e distribuição de reagentes na polpa condicionada, *shear flocculation* (agregação hidrofóbica) das partículas e incorporação de microbolhas no condicionamento devido à cavitação causada pelas pás do impelidor (Valderrama, 1997; Rosa, 1997; Testa, 2008).

Além de um ganho na recuperação o CAI também apresenta outros benefícios, tais como, aumento da cinética de flotação (Brum *et al.*, 1997, Valderrama e Rubio, 1998) e melhor dispersão de reagentes resultando em uma economia na dosagem.

Com o acréscimo de energia transferida para o condicionamento, as colisões efetivas são otimizadas causando a agregação das partículas F-UF, formando agregados maiores. Quando as partículas finas são agregadas em partículas maiores de mesma composição mineralógica é chamado homoagregação e ocorrerá uma flotação autotransportadora (Figura 55.a). Se a agregação for de espécies minerais diferentes ocorrerá uma heteroagregação seguida por uma flotação transportadora (Figura 5.b).

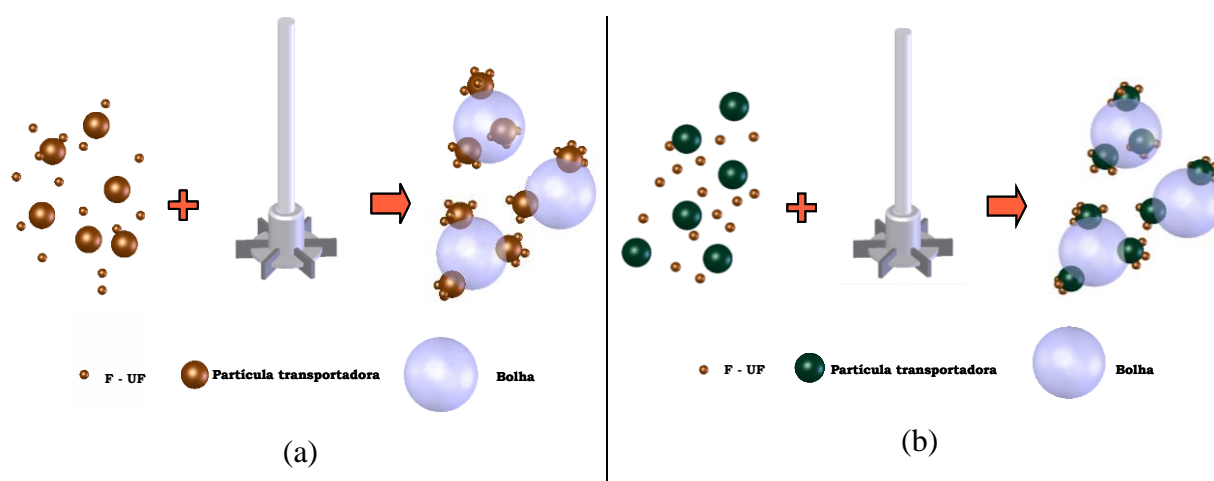


Figura 5. (a) Esquema do fenômeno de adesão por homoagregação e flotação autotransportadora. (b) Esquema do fenômeno de adesão por heteroagregação e flotação transportadora.

Para que ocorra a agregação existe a influência de diversos fatores, tais como: o tamanho das partículas, sua carga superficial, sua hidrofobicidade, o tempo que as partículas em suspensão são agitadas, a velocidade de agitação e a proporção de minerais de valor na polpa (Koh e Warren, 1981). Outra variável importante é a geometria do sistema (impelidor e tanque) estudada por diversos autores. O reator deve operar em um regime turbulento alcançado devido a uma alta rotação transmitida ao eixo pelo motor (Engel *et al.*, 1997; Rosa, 1997; Valderrama *et al.*, 2001; Negeri *et al.* 2006).

Tanques e vasos cilíndricos verticais com fundo plano ou arredondado são, geralmente, os mais utilizados em sistemas mecânicos agitados. A adição de defletores também auxilia no desempenho, da agitação no vaso. Porém, o uso excessivo de defletores reduzem o fluxo de massa e localizam a mistura, resultando em um rendimento baixo (Oldshue, 1983), sendo recomendado o uso de defletores com até 1/10 do diâmetro do tanque. Neste sentido, Rosa (1997) estudou o condicionamento turbulento na flotação de minério sulfetado de chumbo e zinco, onde aplicou o CAI na ausência e presença (2 e 4) de defletores,

obtendo um ganho na recuperação da flotação com o aumento do número de defletores utilizados.

Os impelidores utilizados para sistemas com sólidos e líquidos são divididos basicamente em duas classes, axial e radial, dependendo do tipo de fluxo que irá provocar na polpa, conforme mostrado na Figura 6.

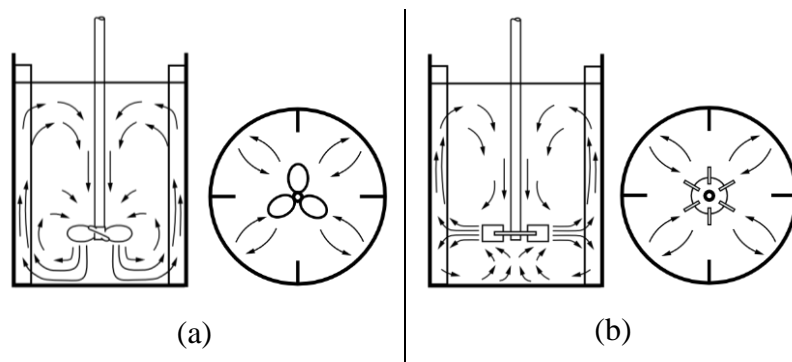


Figura 6. Esquema do fluxo provocado por impelidores do (a) tipo axial e do (b) tipo radial (adaptado de Perry e Green, 1997).

Negeri *et al.* (2006) comparou o desempenho do CAI com um impelidor axial com um radial na flotação de um sistema Cu-Pb-Zn. Os experimentos mostraram um incremento na recuperação de Cu e Pb com o impelidor radial, enquanto o Zn manteve a mesma recuperação para os dois sistemas. Valderrama *et al.* (2001) comparou os tipos de impelidores na flotação de um minério de Cu-Au, e obteve uma melhor recuperação metalúrgica na flotação quando utilizou os impelidores do tipo axial no CAI. Testa (2008) realizou ensaios comparativos com impelidores de fluxo axial e radial e obteve melhor desempenho de recuperação de apatita em todas as energias transferidas a polpa com o impelidor de fluxo radial (turbina *Rushton* de 6 aletas). Porém, em escala industrial é indispensável o uso de impelidor que promova fluxo axial na parte superior do agitador para que haja o bombeamento no reator (Testa *et al.*, 2009).

### 3. EXPERIMENTAL

A parte experimental desta dissertação foi realizada no Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM-DEMIN-UFRGS). Os estudos foram conduzidos utilizando duas amostras de minério de fosfato fornecidas pela empresa Minera Formas (Mina Sofia - Chile). Os procedimentos experimentais incluíram métodos para caracterização e preparação do minério, assim como a sua concentração por flotação em coluna e em célula mecânica. Os estudos de concentração foram direcionados para obtenção de concentrados com características técnicas para indústria de fertilizantes.

#### 3.1 Materiais e reagentes

Foram utilizadas duas amostras (AM1 e AM2) representativas de minério de fosfato, totalizando 160 kg, fornecidas pela empresa Minera Formas (Mina Sofia - Chile). Estas amostras são provenientes de etapas de cominuição e classificação realizadas pela empresa, e possuem teores de  $P_2O_5$  e impurezas diferenciados. Além destas, também foram fornecidas amostras selecionadas de mineral de minério e de ganga para caracterização química e análise de potencial zeta.

Todos os reagentes utilizados são listados a seguir, sendo suas dosagens realizadas a partir de soluções preparadas com concentração de 1 % p/v, com água destilada/deionizada. Foi utilizada água proveniente do sistema de abastecimento do município de Porto Alegre-RS para as demais aplicações.

Soluções do reagente  $KNO_3$  (Merck) foram preparadas e utilizadas como eletrólitos nas determinações de potencial zeta e soluções de  $HNO_3$  (Vetec) e  $KOH$  (Merck), para ajustes de pH nestas medidas.

Foram utilizados como coletores oleato de sódio, óleo de soja saponificado, preparados conforme anexos B e C, e óleo diesel fornecido por um posto de combustíveis de Porto Alegre-RS.

Como agentes depressores de carbonatos e silicatos foram utilizados carbonato de sódio (Synth) e silicato de sódio (Vetec), ambos de pureza analítica.

Como agentes reguladores de pH foram aplicadas soluções de hidróxido de sódio (10 % p/v) e ácido sulfúrico (10 % v/v).

Ácido sulfúrico concentrado (Synth) foi utilizado nas etapas de escrubagem (*scrubbing*) previamente a flotação e ácido clorídrico (Synth) empregado nos testes de lixiviação. Ambos os ácidos foram utilizados nas análises químicas realizadas por espectroscopia de absorção molecular UV-VIS, juntamente com molibdato (Vetec) e metavanadato de amônio (Nuclear).

## **3.2 Metodologia**

### **3.2.1 Preparo das amostras**

#### **(a) Preparo de amostras brutas**

As amostras ( $AM1_{(Bruta)}$  e  $AM2_{(Bruta)}$ ) foram previamente preparadas para os estudos de caracterização e de concentração através homogeneização, utilizando o método da pilha cônica, quarteamento com divisor de *Riffles* (quarteador tipo Jones), amostragem do material para caracterização com a retirada de alíquotas para análises granulométrica, química, mineralógicas, densidade aparente, e as amostras quarteadas foram armazenadas em baldes plásticos.

As amostras selecionadas de mineral de minério e ganga foram moídas separadamente em moinho de disco orbital obtendo um produto 100 % < 37  $\mu\text{m}$  para análise química e de potencial zeta.

#### **(b) Preparo de amostras para estudos de flotação**

##### **Amostra 1 (AM1)**

A amostra bruta (AM1) foi peneirada a seco (peneiras de 50 x 50 cm) obtendo as seguintes frações granulométricas: -149  $\mu\text{m}$  ( $AM1_{(-149)}$ ), -149+37  $\mu\text{m}$  ( $AM1_{(-149+37)}$ ) e +37  $\mu\text{m}$  ( $AM1_{(+37)}$ ).

##### **Amostra 2 (AM2)**

A amostra bruta (AM2) foi peneirada a seco (peneiras de 50 x 50 cm) para obtenção da fração granulométrica -149+37  $\mu\text{m}$  ( $AM2_{(-149+37)}$ ). A fração de minério +149  $\mu\text{m}$  foi moída

em moinho de bolas fabricado em material cerâmico (jarro e corpos moedores de alumina) obtendo um produto 100 % < 149  $\mu\text{m}$ . Este material foi peneirado a úmido com peneiras de 50 x 50 cm e a fração de minério -37  $\mu\text{m}$  foi descartada.

### **Preparo de amostra com lavagem ácida (*scrubbing* ou *escrubagem*)**

A *escrubagem* foi realizada somente com a amostra AM1. Neste caso, a lavagem ácida foi realizada em um tanque de seção circular com quatro defletores (*baffles*), promovendo assim a alta turbulência necessária para limpeza superficial das partículas. Para tanto, foi preparada uma polpa contendo 60 % de sólidos (em peso) com a amostra AM1<sub>(-149+37)</sub>. Nesta amostra, foi adicionado ácido sulfúrico concentrado até atingir pH 4, por um tempo de contato total de 3 minutos. Após, foi adicionado água para diluição e elevação do pH (faixa neutra) e os sólidos foram filtrados e secos em estufa a temperatura de 100 °C por 24 horas. O material seco foi desagregado, homogeneizado e quarteado obtendo alíquotas para os estudos de flotação.

### **3.2.2 Caracterização das amostras**

#### **(a) Determinação de densidade aparente**

As densidades das amostras de minério foram medidas através de procedimento padrão de picnometria. Esse método consiste na determinação da densidade aparente de materiais sólidos por meio da medição indireta da massa e do volume do sólido em balão volumétrico de fundo chato (picnômetro), utilizando água (ou outro líquido). Foram utilizadas as seguintes etapas para o cálculo da densidade do sólido, e água como líquido: a massa de água foi medida pela diferença entre a massa do picnômetro com água e a massa do picnômetro vazio. Com este valor foi determinado o volume de água adicionado, utilizando a relação densidade e massa de água. O volume de água corresponde ao próprio volume do picnômetro. A massa de sólidos foi determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com o sólido e o picnômetro vazio e a massa de água foi obtida através da diferença entre a massa do picnômetro com água e sólido e a massa do picnômetro com sólido, sendo o volume de água adicionado foi determinado através da relação entre a densidade da água e a sua massa (contida no picnômetro com sólido e água). Assim, o volume do sólido foi determinado



através da diferença entre o volume total do picnômetro e o volume de água adicionado ao sólido.

Como a massa de sólido já havia sido calculada, a densidade do sólido foi obtida através da razão: massa de sólido/volume de sólido. As medidas de massa para o método de picnometria foram realizadas com uma balança analítica Shimadzu (modelo AY 220), com precisão de 0,1 mg.

### **(b) Análise granulométrica – Peneiramento e cicloclassificação**

O peneiramento foi realizado via úmida com peneiras com aberturas de 37, 53, 74, 105, 149 e 210  $\mu\text{m}$ . Neste procedimento, as amostras em forma de polpa, foram colocadas no topo de uma série de peneiras sobrepostas e inseridas em uma estrutura para recolhimento do *underflow* da última peneira. Sobre este conjunto de peneiras foi adicionado um jato de água para facilitar a passagem das partículas pelos seus orifícios. As frações granulométricas retidas em cada peneira foram secas em estufa a uma temperatura de 100 °C por 24 h. Depois de secas e pesadas, as frações granulométricas foram desagregadas, homogeneizadas e quarteadas.

A fração inferior a 37  $\mu\text{m}$  foi classificada em um cicloclassificador (*Cyclosizer* Engendrar, modelo CL502) (Figura 7). Neste instrumento, a amostra sólida suspensa em água foi inserida em um recipiente, e posteriormente introduzida no primeiro hidrociclone através da abertura de alimentação, sob pressão de água a uma vazão de 600 L.h<sup>-1</sup>. A fração grossa, resultante do processo de classificação em cada hidrociclone, foi armazenada em câmeras de amostra (CA), situadas logo acima do *apex* dos hidrociclones. A fração fina é descarregada pelo vórtice do hidrociclone, que alimenta o seguinte e, assim, sucessivamente. Após o tempo de elutriação de 20 minutos, as amostras de cada um dos hidrociclones (*underflow*) foram coletadas e secas em estufa para posterior balanço de massa. Para a determinação dos fatores de correção do cálculo do diâmetro médio de cada hidrociclone, foram utilizados os gráficos do manual do fabricante, tendo como parâmetros o tempo de ensaio, a vazão de água, a densidade do minério e a temperatura.

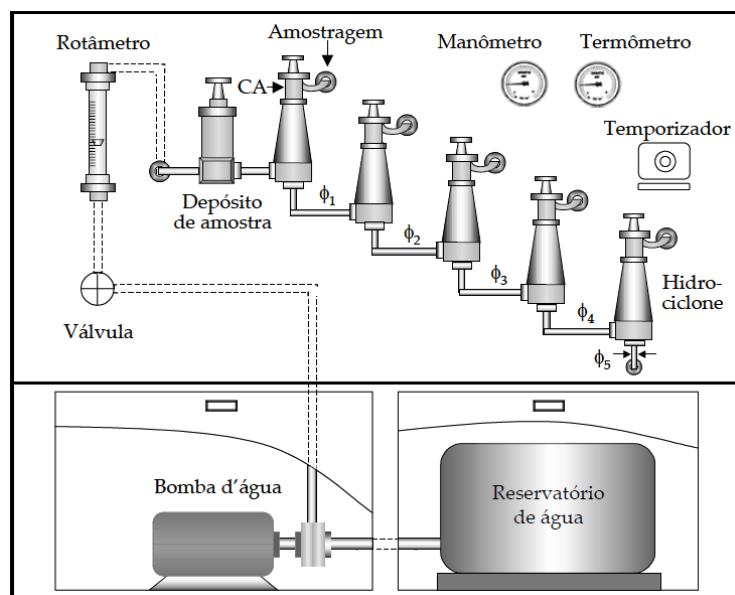


Figura 7. Esquema ilustrativo do cicloclassificador - *Cyclosizer* (Engendrar, modelo CL502).

### (c) Análise granulométrica – Difração a *laser*

As frações granulométricas  $-149+37 \mu\text{m}$  das amostras AM1 e AM2 também foram caracterizadas quanto à distribuição de tamanho de partícula pela técnica da difração de *laser* (Cilas, modelo 1064). O princípio de funcionamento deste equipamento está baseado na difração da luz *laser* (*Light Amplification by Stimulate Emission of Radiation*). Segundo este princípio o ângulo de difração da luz *laser* é inversamente proporcional ao tamanho da partícula. O analisador de tamanho de partículas Cilas 1064 permite a análise de amostras em poucos segundos fornecendo a distribuição dos tamanhos por número, área e volume, bem como o diâmetro médio. A distribuição de tamanho de partículas adotado em todas as análises foi do tipo volume.

### (d) Caracterização via ensaio de separação magnética

Para determinar a presença de material magnético na amostra de minério e caracterizar a associação do As aos minerais magnéticos e não magnéticos foi realizado um ensaio em um separador magnético a seco de laboratório de marca Carpco (Figura 8.a). A amostra AM1<sub>(-149+37)</sub> foi inserida no silo de alimentação, a rotação do rolo foi ajustada em 70 rpm e a corrente em 2,7 A (diâmetro do rolo: 62 mm, espaçamento: 2,5 mm). Os produtos magnéticos e não magnéticos foram coletados separadamente através de um divisor de fluxos após ocorrer

interação (susceptibilidade magnética) entre o campo magnético gerado pelo equipamento e as partículas minerais, como ilustrado na Figura 8.b.

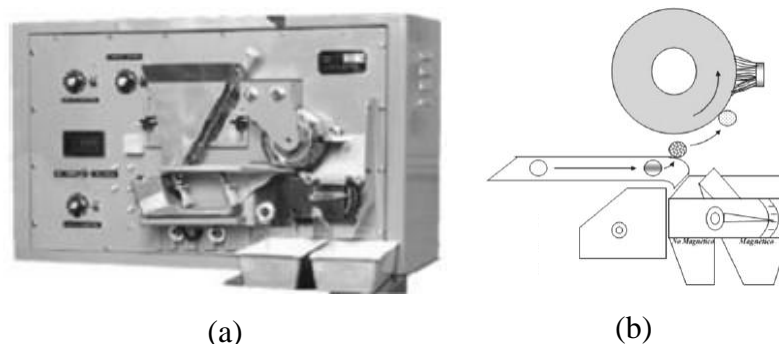


Figura 8. (a) Separador magnético a seco (Carpco). (b) Esquema ilustrativo de separação magnética. Fonte: Maurício *et al.* (2007).

#### (e) Caracterização via ensaio de lixiviação ácida

Foi realizado um ensaio de lixiviação ácida para avaliar a presença de As após a solubilização de parte dos minerais de Ca, incluindo os do grupo da apatita, e concentração dos demais minerais (silicatos, entre outros). Para tanto, foi preparada uma polpa com uma alíquota da amostra AM1<sub>(-149+37)</sub> (25 % de sólidos em peso) em uma solução de ácido clorídrico 20 % v/v. Os sólidos foram mantidos em suspensão em um béquer com agitação mecânica de 350 rpm (marca Fisatom, modelo 713D), por 2 horas. A amostra foi filtrada e seca em estufa a temperatura máxima de 100 °C por 24 horas. Os sólidos secos foram desagregados, homogeneizados e quarteado.

#### (f) Determinação de potencial zeta de amostras selecionadas

A medida do potencial no plano de cisalhamento zeta, localizado entre a partícula em movimento e o líquido circundante, é denominada potencial zeta ou potencial eletrocinético zeta. Quando um campo é aplicado através de um eletrólito, partículas carregadas em suspensão são atraídas para o campo de carga oposta. A velocidade da partícula no campo é definida como mobilidade eletroforética relacionada ao potencial zeta.

Amostras de mineral de minério e de ganga foram utilizadas para análise química e determinação do potencial zeta. O potencial zeta das amostras foi determinado utilizando o equipamento ZetaPlus (marca Brookhaven).

### **(g) Caracterização química e mineralógica**

#### **Fluorescência de raios-X (FRX)**

As análises químicas das amostras brutas, das faixas granulométricas, da amostra da etapa *scrubbing* e dos produtos da lixiviação ácida, separação magnética e estudos de flotação foram realizadas em um espectrômetro de fluorescência de raios-X (marca PANanalytical, modelo MiniPal 4, versão 7.0), contendo o software Omniam para análise semi-quantitativa. Este método fornece uma análise química elementar, no qual é detectada a energia de decaimento de elétron, de um nível de maior energia para outro de menor. Foram determinadas curvas de calibração a partir de amostras padrão. O aplicativo Omniam foi utilizado em análises semi-quantitativas para obtenção das melhores condições de análise (tensão e corrente do tubo de raios-X, filtro e meio da câmara) para cada elemento analisado. Estas condições foram estabelecidas variando os parâmetros de condições analíticas para otimização sinal de intensidade (contagens por segundo-cps). O anexo E apresenta as condições analíticas para cada elemento e dados das curvas obtidas, como desvio padrão, correlação, sensibilidade e faixa de concentração.

Com base nos resultados das análises químicas por FRX foram estabelecidas correlações entre os principais elementos (P, Ca, Mg, Fe, Si, Al) e o As, objetivando estabelecer as suas associações entre os constituintes da amostra. Estes resultados foram apresentados na forma de óxidos e em concentrações percentuais (%), como são usualmente quantificados, com exceção ao As, indicado na sua forma elementar e em  $\text{g.t}^{-1}$  (ppm).

#### **Análises químicas por via úmida**

As análises químicas de fosfato das amostras selecionadas (mineral de minério e ganga) foram realizadas por espectroscopia de absorção molecular UV/VIS (Anexo D), e as análises de As foram realizadas pelo laboratório Laborquímica por ICP (Método 3120B do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*).

A amostras padrão utilizadas para calibração do FRX foram analisadas por absorção atômica de chama (AAS) para concentração de ferro, plasma indutivamente acoplado (ICP) para Ca, Mg, As, Si e Al e espectroscopia de absorção molecular UV/VIS para P.

### **Difração de raios-X (DRX)**

A difração de raios-X fornece a caracterização das fases presentes no material, sendo um método analítico qualitativo. A caracterização mineralógica por difração de raios-X foi realizada com a amostra AM1 utilizando o difratômetro Philips X'Pert, modelo MPD, do Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER-UFRGS), seguindo o procedimento experimental para análise total. Os minerais identificados nesta análise foram comparados a padrões de um banco de dados do software *PANalytical Highscore Plus* indicando as principais fases minerais da amostra.

### **Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma ferramenta útil na caracterização da morfologia, composição química e da microestrutura de diversos tipos de materiais e espécimes biológicos.

O MEV é geralmente utilizado para observações da superfície. Quando um feixe de elétrons é irradiado na superfície de uma amostra a interação entre o feixe de elétrons e a superfície produz vários tipos de informações (elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X característicos, elétrons Auger, fótons, entre outros). As informações topográficas são obtidas utilizando-se elétrons de baixa energia, os elétrons secundários, da ordem de 50 eV e informações sobre número atômico ou orientação são obtidas utilizando-se elétrons de alta energia, os elétrons retroespalhados.

Foi utilizado o MEV equipado com um detector de energia dispersiva de raios-X (EDS JEOL JSM 5800), do Centro de Microscopia Eletrônica (CME-UFRGS), com tensão de aceleração de 20 kV e tempo de aquisição de 30 segundos para obtenção de imagens detalhadas, assim como a composição química pontual das fases minerais da amostra AM1.

### 3.2.3 Estudos de tratamento do minério

#### 3.2.3.1 Estudos de flotação em célula mecânica

##### i. Flotação Convencional

Os estudos de flotação em célula mecânica foram realizados com a amostra bruta ( $AM1_{(Bruta)}$ ) e também com frações granulométricas definidas das amostras AM1 e AM2 ( $AM1_{(-149+37)}$ ;  $AM1_{(+37)}$ ;  $AM1_{(-149)}$ ;  $AM1-E_{(-149+37)}$ ;  $AM2_{(-149+37)}$ ) sendo condicionadas previamente em um tanque de seção circular com agitação mecânica (Fisatom, modelo 713D). A polpa, com percentual de sólidos e pH ajustados, foi condicionada por 1 minuto a 350 rpm com cada reagente. Após, a polpa foi diluída para ajuste do percentual de sólidos da flotação.

Os ensaios de flotação foram realizados em uma máquina de flotação de bancada automatizada (Edemet) (Figura 9), utilizando uma célula de flotação em acrílico com capacidade de 1,2 L e uma vazão de ar de  $5,5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , controlada por um rotômetro. A velocidade de rotação do rotor foi de 750 rpm e o tempo de flotação foi fixado em 2 minutos. A raspagem da espuma foi realizada por um raspador mecânico e o volume da célula foi mantido constante pela injeção manual de água. Os concentrados e rejeitos foram quantificados e preparados para análise química através das seguintes etapas: filtração a vácuo em um filtro de laboratório de 8 ” (Denver), secagem em estufa por 24 h a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , pesagem em balança semi-analítica (marca Marte, modelo AS 5500C), desagregação, homogeneização e quarteamento.

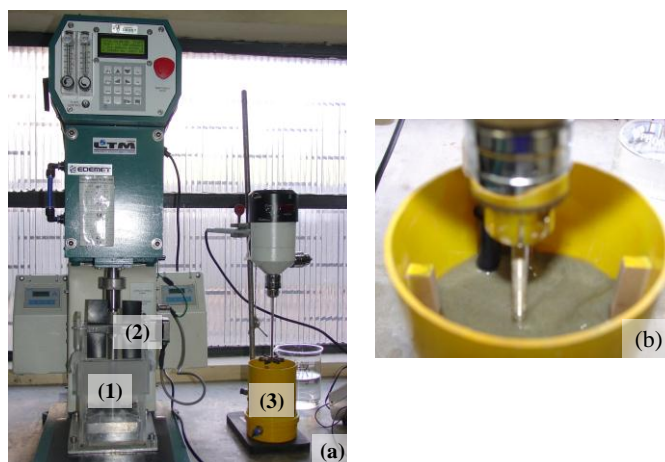


Figura 9. (a) Célula de flotação (Edemet) 1 - célula de flotação em acrílico; 2 - raspador mecânico, 3 - tanque e agitador mecânico para condicionamento da polpa. (b) Detalhe da polpa de minério de fosfato sendo condicionada.

## ii. Flotação extensora com óleo emulsificado (EXT)

Os estudos de flotação extensora foram realizados com a adição de óleo emulsificado (emulsão óleo diesel/água) na etapa de condicionamento imediatamente após a adição do coletor. A Figura 10 apresenta o aspecto visual do óleo diesel/água antes e após a sua emulsificação. Estas emulsões foram preparadas na concentração de 1 % p/v com o auxílio de um emulsificador tipo “Turrax” (Marconi, modelo MA 102) durante 10 minutos a 20.000 rpm. Este equipamento de alta velocidade possui elevada eficiência de emulsificação, sendo capaz de gerar emulsões estáveis com gotículas de tamanho médio inferior a 5  $\mu\text{m}$  e 100 % menores que 12  $\mu\text{m}$ .



Figura 10. Aspecto visual do óleo diesel/água antes e após sua emulsificação.

## iii. Flotação com condicionamento em alta intensidade (CAI)

O condicionamento em alta intensidade da polpa foi realizado com um agitador mecânico (Fisatom, modelo 713D) após o condicionamento dos reagentes ambos no mesmo tanque.

Neste estudo foi utilizado o impelidor tipo *Rushton* (Figura 11) de seis aletas. Este tipo de impelidor possui um disco central com pás verticais montadas nas suas extremidades que geram um fluxo predominantemente radial que pode ser utilizado em sistemas que requerem elevados níveis de turbulência e cisalhamento.

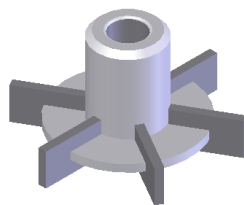


Figura 11. Impelidor tipo *Rushton* – Disc-Turbina de pás verticais; N° aletas: 6; inclinação: 90°; fluxo: radial.

Neste caso, a potência fornecida ao sistema foi medida com o auxílio de um amperímetro digital e calculadas conforme expressão a seguir:

$$P = V * I \quad (\text{Eq. 4})$$

onde, P é a potência (W), V é tensão medida no sistema (V), e I é a corrente medida no sistema (A).

### 3.2.3.2 Estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e em coluna de três produtos (C3P)

Os ensaios de flotação em coluna (CCR e C3P) foram realizados em uma coluna, fabricada em vidro, com diâmetro interno de 2,54 cm e 2,20 m de altura (volume efetivo de 1,5 L) com a amostra AM2<sub>(-149+37)</sub>. A Figura 17 mostra o esquema do aparato.

Neste sistema, a polpa foi condicionada sob agitação mecânica a 350 rpm em um tanque com defletores de 15 litros de capacidade. O volume de polpa preparada foi de 10 litros com 40 % de sólidos em peso. O tempo de condicionamento foi de 10 minutos para o coletor (oleato de sódio). Após o condicionamento com os reagentes a polpa foi diluída para 25 % de sólidos em peso sob agitação de 600 rpm, e posteriormente, alimentada à coluna de flotação com o auxílio de uma bomba peristáltica (*Masterflex*<sup>®</sup>, modelo 7523-27).

O rejeito da flotação foi retirado pela parte inferior da coluna através de uma bomba peristáltica (*Masterflex*<sup>®</sup>, modelo 7553-71) e o concentrado foi coletado em uma calha situada no topo da coluna. O ar foi injetado na base da coluna através de um tubo poroso de aço inox sinterizado e a vazão controlada por um rotâmetro. A altura da camada de espuma foi



controlada pela variação do fluxo da corrente do rejeito. Os fluxos da alimentação, do rejeito e da água de lavagem foram controlados visando um “*bias*” positivo.

A velocidade superficial do fluxo de alimentação ( $J_{\text{alim}}$ ) foi fixada em  $0,66 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$  e a do ar ( $J_g$ ) em  $0,49 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Os ensaios de flotação tiveram a duração de 35 min, sendo 15 min de estabilização e 20 min para amostragem dos produtos. As amostras (concentrados, drenado e rejeitos) foram secas em estufa por 24 h a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , pesadas em balança semi-analítica (marca Sartorius – modelo QS64B-000V2), filtradas em um filtro a vácuo de laboratório (Denver), desagregadas, homogeneizadas e quarteadas para obtenção de alíquotas para análise química.

A adaptação da CCR para a C3P foi realizada através da substituição do último trecho da CCR (1,50 m), por um trecho contendo a zona de inflexão. As Figuras 12 (a, b) ilustram os fluxogramas adotados.

Os efeitos da altura da camada de espuma (20 e 30 cm) e da água de lavagem I ( $0,25$  e  $0,4 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) sobre o teor e recuperação de  $\text{P}_2\text{O}_5$  e impurezas em ambas as colunas foram avaliados.

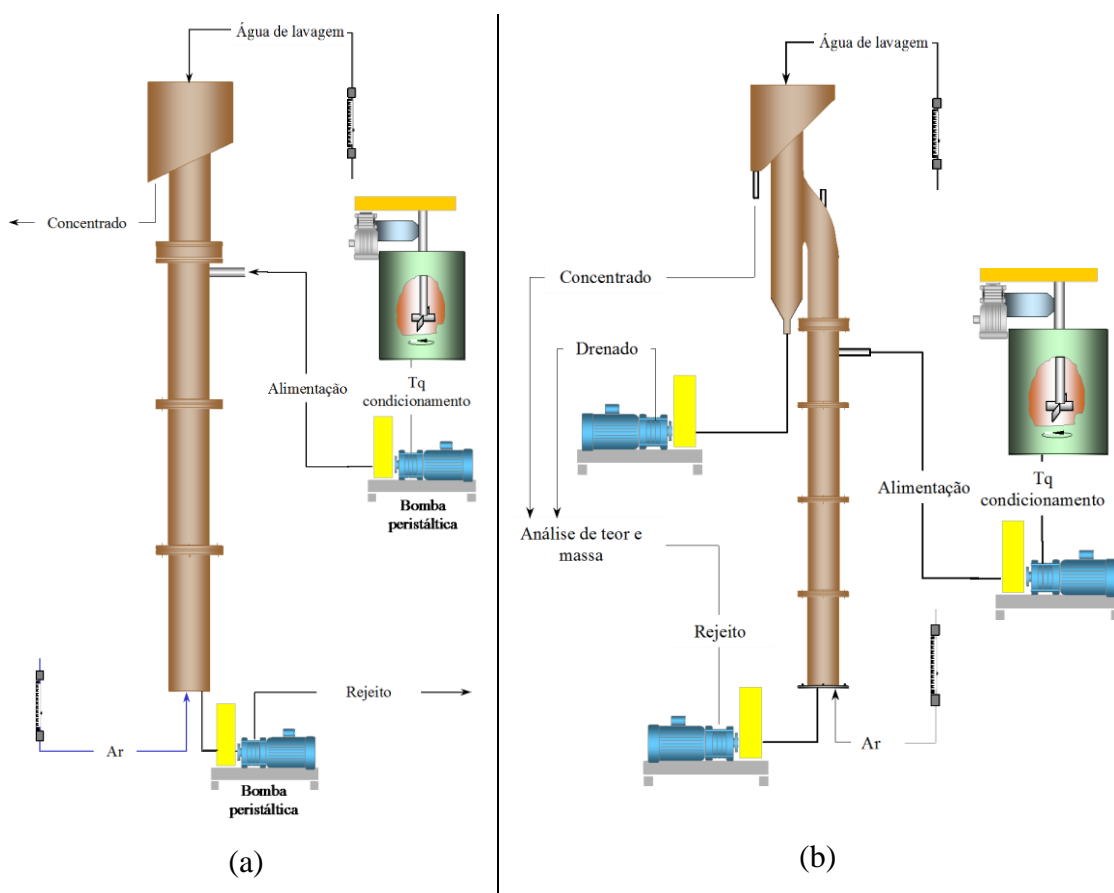


Figura 12. (a) Esquema do aparato utilizado nos estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e (b) em coluna modificada de três produtos (C3P).

As Figuras 13 (a, b, c) apresentam detalhes da camada de espuma na CCR, a inflexão da C3P e o transbordo da espuma na calha desta coluna.

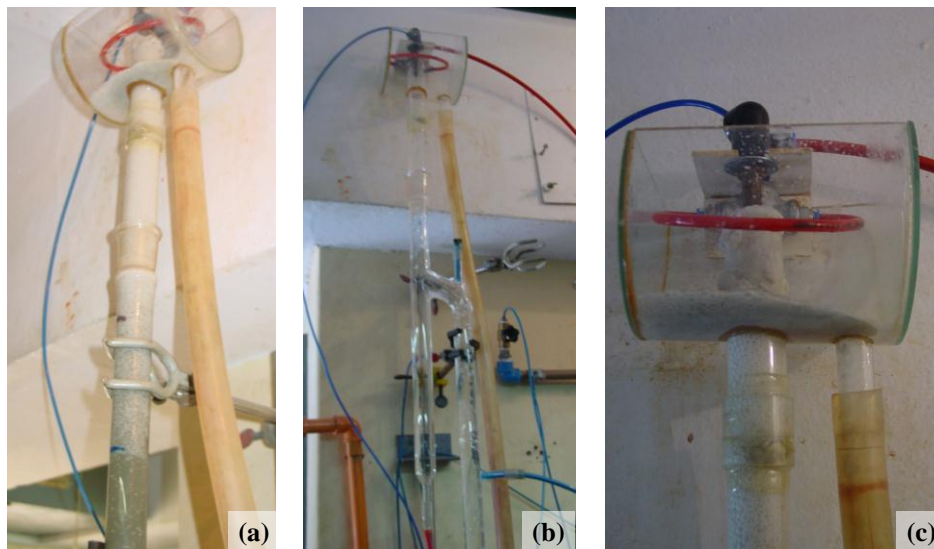


Figura 13. (a) Detalhe da camada de espuma em teste na CCR. (b) Inflexão da C3P. (c) Detalhe do transbordo do concentrado na calha da coluna de flotação.

Todos os ensaios de flotação foram realizados em duplicata e foram considerados desvios padrão menores que 5 % entre os dados obtidos.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização do minério

#### i. Amostras brutas

##### Densidade aparente

A tabela 1 apresenta os resultados das análises de densidade das amostras de minério de fosfato. As amostras apresentaram pequena diferença de densidade.

Tabela 1. Densidade das diferentes amostras de minério de fosfato.

Amostras	Densidade
AM 1 <sub>(Bruta)</sub>	2,96
AM 2 <sub>(Bruta)</sub>	3,18

##### Distribuição granulométrica

A Figura 14 apresenta a distribuição de tamanho de partículas das amostras AM1<sub>(Bruta)</sub> e AM2<sub>(Bruta)</sub>. Tais distribuições são semelhantes, sendo a AM2<sub>(Bruta)</sub> ligeiramente mais grosseira. Em ambas as amostras, aproximadamente 30 % das partículas apresentam tamanho médio inferior a 37  $\mu\text{m}$  (partículas finas). O diâmetro médio ( $D_{50}$ ) das partículas da AM1<sub>(Bruta)</sub> foi de 90  $\mu\text{m}$ , e a AM2<sub>(Bruta)</sub> apresentou  $D_{50}$  de 105  $\mu\text{m}$ .

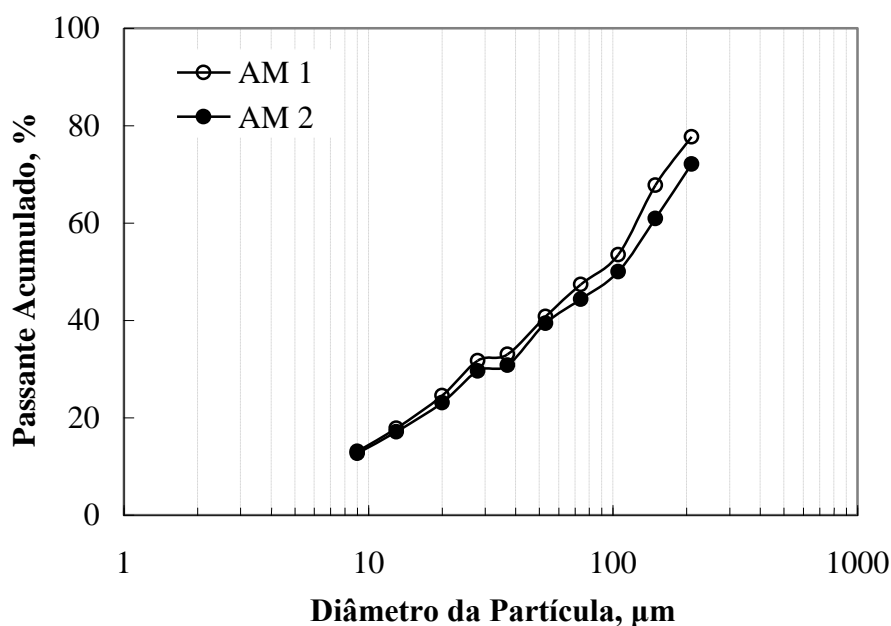


Figura 14. Distribuição granulométrica das amostras AM1 e AM2.

### Fluorescência de raios-X

A Tabela 2 mostra os valores dos teores médios das amostras de minério de fosfato. A amostra AM1<sub>(Bruta)</sub> apresentou maiores conteúdos de impurezas ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e menor teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$  (20,7 %), enquanto que para a AM2<sub>(Bruta)</sub> este valor foi de 24,2 %. Os teores de arsênio são da mesma ordem de grandeza em ambas as amostras.

Tabela 2. Análise química das amostras de minério.

Amostras	$\text{P}_2\text{O}_5$ , %	$\text{CaO}$ , %	$\text{As}$ , $\text{g.t}^{-1}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$ , %	$\text{MgO}$ , %	$\text{SiO}_2$ , %	$\text{Al}_2\text{O}_3$ , %
AM1 <sub>(Bruta)</sub>	20,7	36,9	87	3,9	1,4	8,5	5,1
AM2 <sub>(Bruta)</sub>	24,2	40,4	88	3,1	1,0	6,9	4,3

As análises químicas das frações obtidas por peneiramento mostraram que nas faixas granulométricas entre 37 e 149  $\mu\text{m}$  tem-se os maiores teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , variando na AM1 entre 21 e 25 %, e na AM2, entre 28 e 32 % (Figura 15). As frações mais finas (<37  $\mu\text{m}$ ) apresentaram menores teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  na AM1 e AM2, 12,6 e 20,5 % respectivamente.

Os teores de arsênio não oscilam, se distribuindo em todas as faixas granulométricas (Figura 16), possivelmente, devido ao As estar associado aos minerais de ganga como aos minerais de minério. As Figuras 17 e 18 apresentam a distribuição de teores por faixa granulométrica para  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (impurezas) das amostras AM1 e AM2,

respectivamente. Os maiores teores de impurezas encontram-se nas faixas granulométricas  $-37 \mu\text{m}$  e  $+210 \mu\text{m}$  e devem-se, principalmente, a sílica.

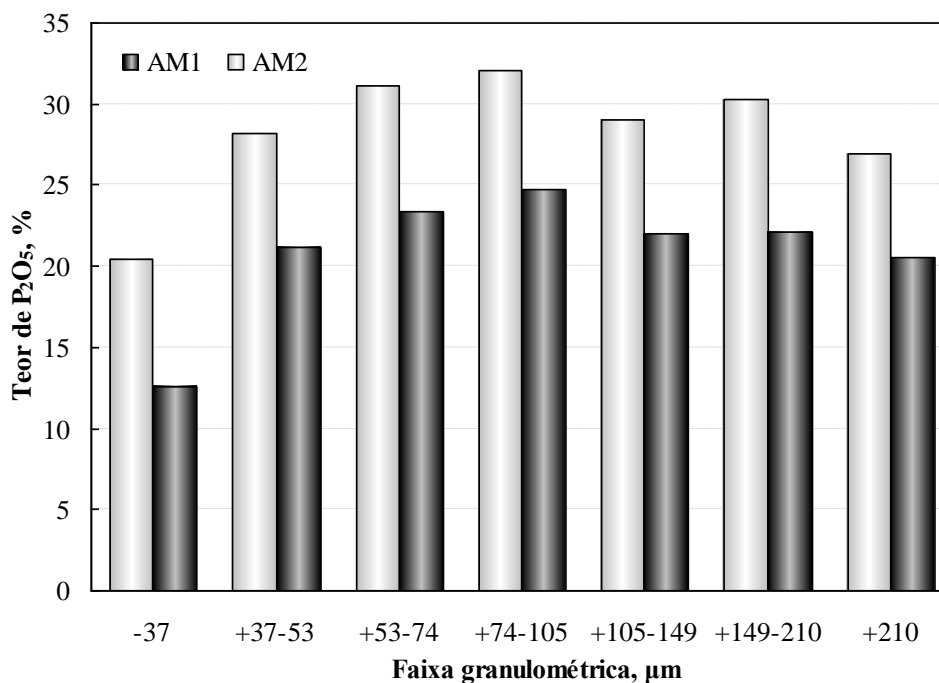


Figura 15. Distribuição de teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  das amostras AM1 e AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas.

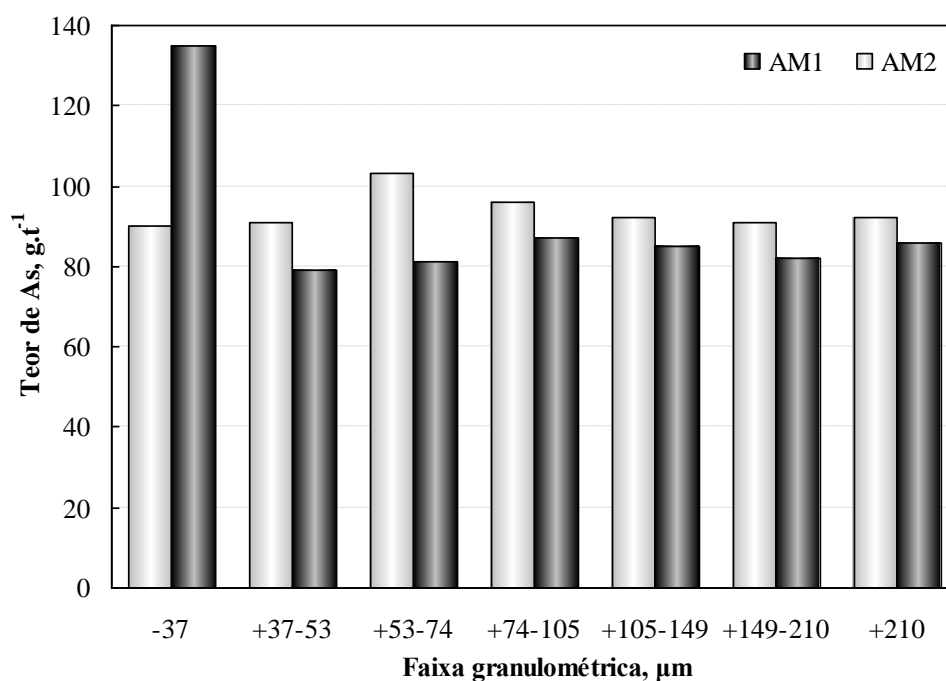


Figura 16. Distribuição de teores de arsênio das amostras AM1 e AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas.

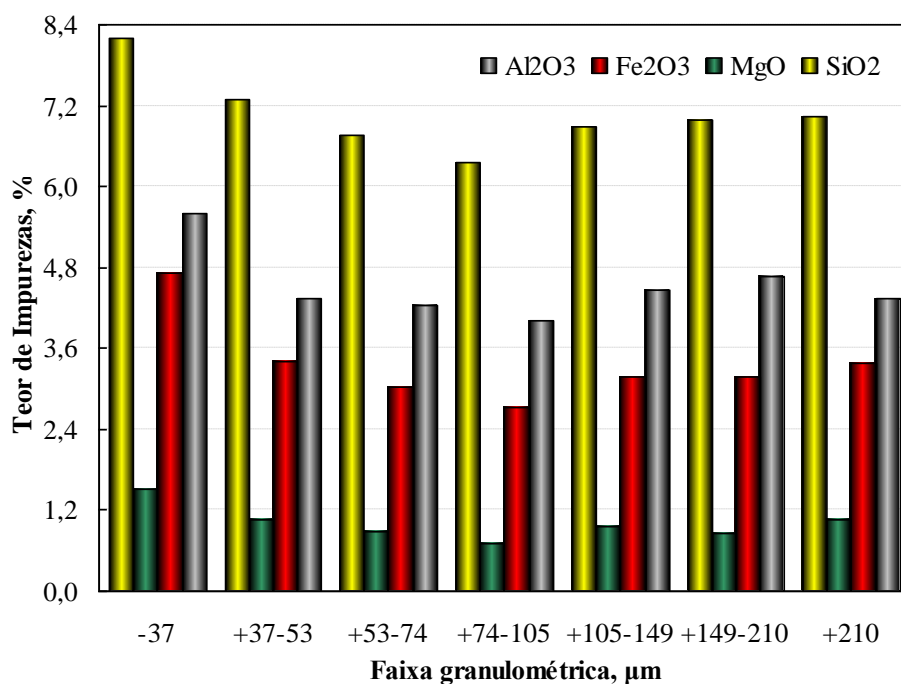


Figura 17. Distribuição de teores de impurezas da AM1 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas.

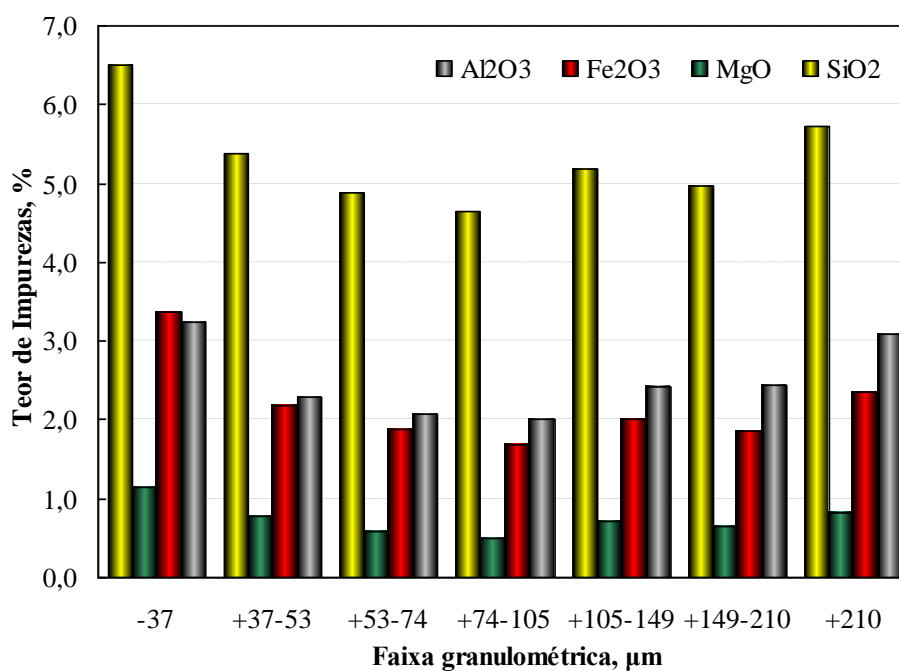


Figura 18. Distribuição de teores de impurezas da AM2 em função da distribuição do tamanho de partículas por faixas.

### i. Amostras de mineral de minério e ganga

#### Análise química via úmida

A Tabela 3 apresenta os teores de  $P_2O_5$  e As para as amostras utilizadas na determinação do potencial zeta. O arsênio está contido em ambas as amostras, sendo mais concentrado no mineral de minério. A hidroxiapatita, principal mineral de minério, contém teor de aproximadamente 42 % de  $P_2O_5$  em sua composição, comprovando o alto grau de pureza desta amostra, que apresentou teor de 39,9 % de  $P_2O_5$ .

Tabela 3. Teores de  $P_2O_5$  e As das amostras selecionadas de mineral de minério e ganga.

Amostras	$P_2O_5$ , %	As, $g.t^{-1}$
Mineral de minério	39,9	97,3
Ganga	2,6	45,6

#### Potencial zeta

Os resultados obtidos na determinação de potencial zeta das amostras de mineral de minério e ganga mostraram que as partículas de ganga apresentaram maior eletronegatividade em relação às partículas de mineral de minério. As densidades de carga são similares no pH 12, sendo o ponto isoelétrico da ganga atingido aproximadamente em pH 2 e do mineral de minério em pH 4,5, conforme mostra a Figura 19.

Os valores de potencial zeta podem caracterizar uma maior concentração de hidroxiapatita no minério enriquecido, e elevada concentração de silicatos compondo a ganga (Romano *et al.*, 2008; Oliveira e Peres, 2010).

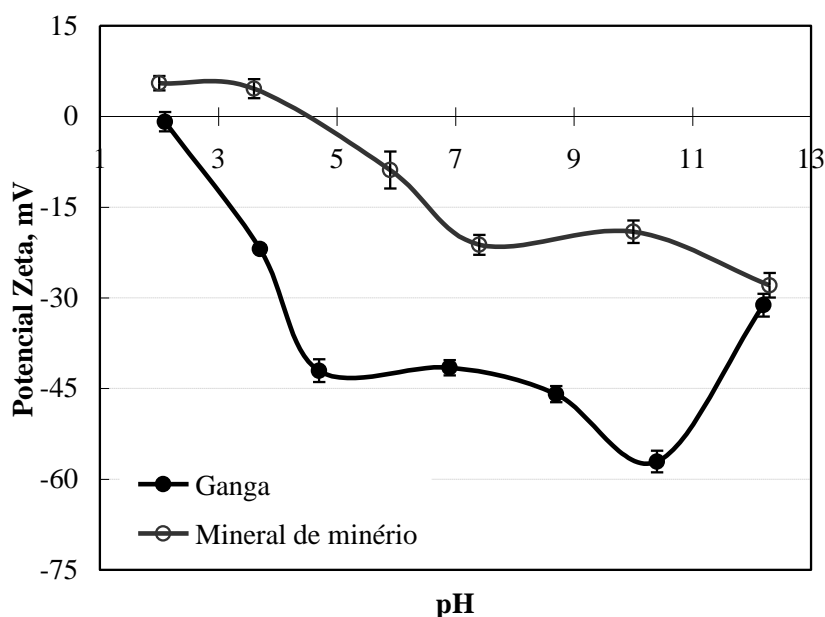


Figura 19. Potencial zeta das amostras selecionadas de mineral de minério e ganga.

## ii. Amostra AM1

A Tabela 4 apresenta os teores médios das amostras utilizadas nos testes de flotação. As amostras AM1<sub>(-149)</sub> e AM1<sub>(Bruta)</sub>, apresentaram similaridades em todos os teores dos elementos analisados, assim com as amostras AM1<sub>(+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub>, que foram concentradas com a simples classificação granulométrica.

Tabela 4. Teores médios da amostra AM1 classificada em diversas granulometrias.

Amostras	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
AM1 <sub>(Bruta)</sub>	20,7	36,9	87	3,9	1,4	8,5	5,1
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	24,3	40,1	87	3,1	1,1	7,0	4,5
AM1 <sub>(+37)</sub>	23,5	38,5	90	3,3	1,1	7,3	4,7
AM1 <sub>(-149)</sub>	19,5	34,8	89	4,1	1,5	8,6	5,4

## Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 20.a apresenta uma micrografia da AM1<sub>(Bruta)</sub> de minério de fosfato obtida por MEV, na qual foram observadas partículas finas aderidas à superfície de partículas mais grosseiras. O espectro por energia dispersiva apresentado na Figura 20.b mostrou a presença de elementos que compõem os minerais de minério como cálcio, fósforo, e cloro e elementos



constituintes dos minerais de ganga como magnésio, silício e ferro. Os resultados semi-quantitativos de análise química, apresentados na Tabela 5, mostraram a predominância de cálcio, fósforo, ferro e silício. O baixo conteúdo de arsênio não foi detectado pela técnica aplicada.

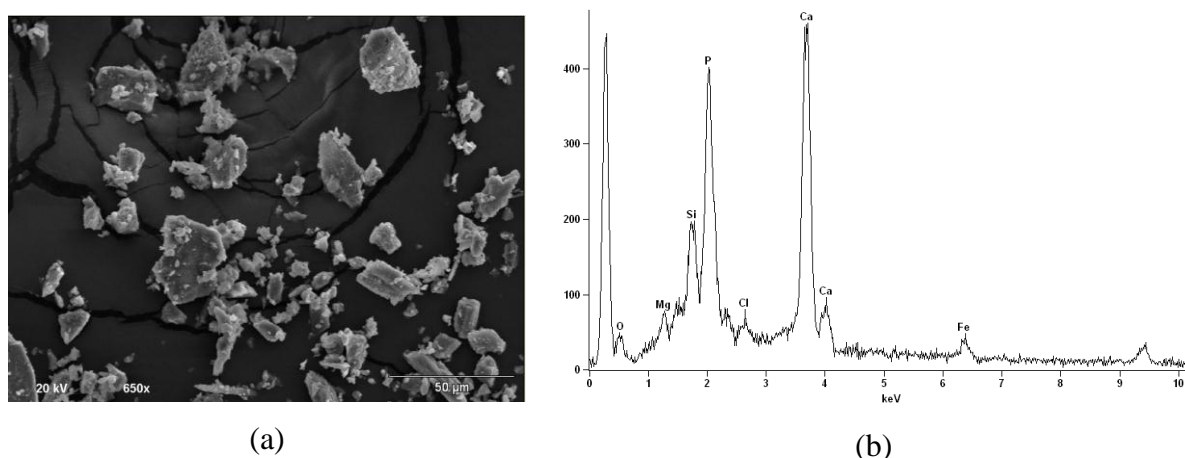


Figura 20. (a) Micrografia obtida por MEV da AM1<sub>(Bruta)</sub>. Magnificação: 650x; voltagem: 20kV; tempo de aquisição: 30 segundos. (b) Espectro por energia dispersiva (EDS) da AM1.

Tabela 5. Resultados semi-quantitativos da AM1<sub>(Bruta)</sub>.

Elementos	Concentração em peso, %	Desvio padrão, %
O	19,83	3,32
Mg	2,07	0,25
Si	6,38	0,32
P	22,41	0,86
Cl	2,23	0,32
Ca	42,64	1,21
Fe	4,44	0,66

Em uma outra micrografia (Figura 21.a) obtida por MEV foram realizadas análises químicas semi-quantitativas pontuais por EDS. Os resultados destas análises são apresentados na Tabela 6. O ponto 1 (Figura 21.b) apresentou maior conteúdo de impurezas (Si, Mg, Fe) e menor concentração de fósforo, e o oposto foi observado no ponto 2 (Figura 21.c), revelando a presença de partículas com composições distintas.

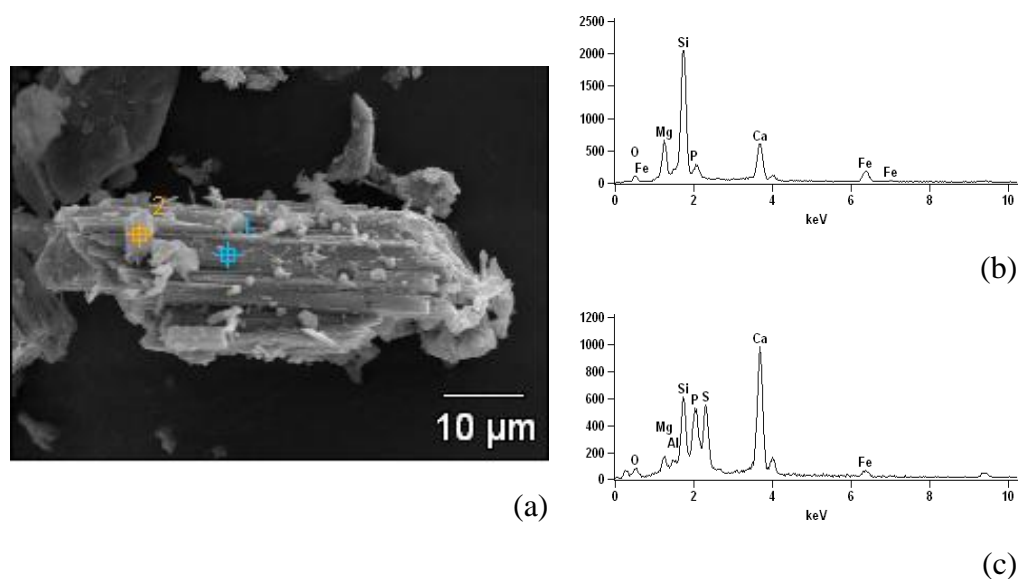


Figura 21. (a) Micrografia obtida por MEV da AM1<sub>(Bruta)</sub> com detalhes dos pontos das análises por energia dispersiva. (b) Espectro por energia dispersiva do ponto 1, (c) e do ponto 2.

Tabela 6. Resultados semi-quantitativos da AM1<sub>(Bruta)</sub> dos pontos 1 e 2.

Elementos	Ponto 1		Ponto 2	
	Concentração em peso, %	Desvio padrão, %	Concentração em peso, %	Desvio padrão, %
O	19,13	0,91	22,66	1,57
Mg	11,17	0,28	2,55	0,14
Al	-	-	0,43	0,14
Si	35,14	0,49	9,23	0,19
P	4,70	0,56	10,49	0,59
S	-	-	14,51	0,55
Ca	17,85	0,43	35,81	0,64
Fe	12,01	0,58	4,31	0,55

### Difração de raios-X

A Figura 22 apresenta o resultado da análise mineralógica por difração de raios-X. O difratograma de raios-X indicou a presença de hidroxiapatita, actinolita, hornblenda, tremolita, clorita-serpentina, quartzo, albita, dolomita e carbonato-hidroxiapatita como os principais minerais presentes na amostra de minério de fosfato (AM1<sub>(Bruta)</sub>). Estes minerais

não apresentam o As como constituinte em suas principais fórmulas químicas (Tabela 7). O As não foi detectado por este método devido ao seu baixo conteúdo na amostra.

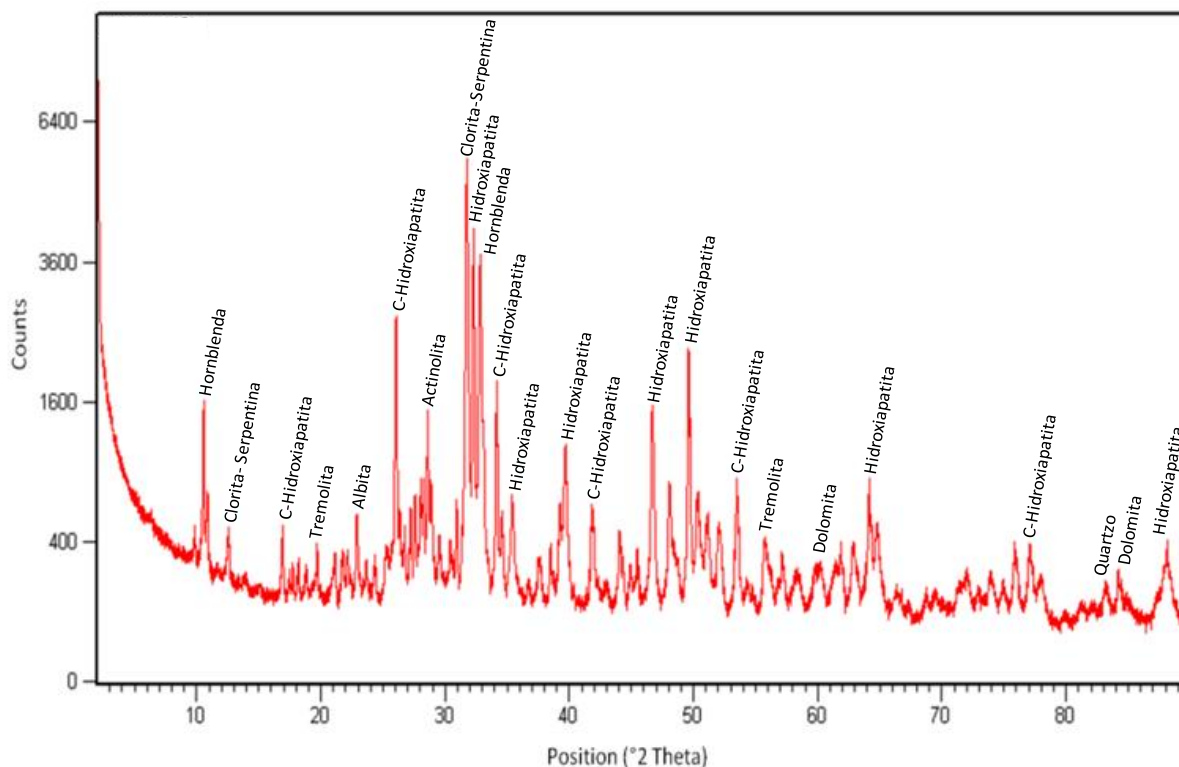


Figura 22. Difratoograma de raios-X da AM1<sub>(Bruta)</sub>.

Tabela 7. Minerais identificados por DRX e suas principais fórmulas químicas.

Minerais	Fórmula Química
Actinolita	$\text{Ca}_2(\text{Mg,Fe})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
Albita	$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$
Carbonato-Hidroxiapatita	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$
Clorita-Serpentina	$(\text{Mg,Fe})_3(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot (\text{Mg,Fe})_3(\text{OH})_6 - (\text{Mg, Fe})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
Hidroxiapatita	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
Hornblenda	$(\text{Ca,Na})_{2-3}(\text{Mg,Fe,Al})_5(\text{Al,Si})_8\text{O}_{22}(\text{OH,F})_2$
Quartzo	$\text{SiO}_2$
Tremolita	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$

### Caracterização via ensaio de separação magnética

A Tabela 8 mostra os resultados de teores obtidos no teste de separação magnética realizado com amostra AM1<sub>(-149+37)</sub>.

O teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> teve incremento de 1,6 % em relação à alimentação (AM1<sub>(-149+37)</sub>), e decréscimo nos valores de teores das impurezas com exceção do arsênio. O teor de arsênio teve um acréscimo de 9 g.t<sup>-1</sup> no produto não magnético e o magnético apresentou menor conteúdo do elemento, demonstrando sua associação aos minerais de minério (não magnético) e também aos minerais de ganga (magnéticos).

Tabela 8. Teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO e impurezas das amostras obtidas através de separação magnética.

Amostras	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	24,3	40,1	87	3,1	1,1	7,0	4,5
Magnético	7,6	12,6	55	8,7	2,8	10,9	8,1
Não Magnético	25,9	42,7	96	2,3	1,1	6,3	4,1

### Caracterização via ensaio de lixiviação ácida

Os resultados do teste de lixiviação ácida (Tabela 9) realizados com a AM1<sub>(-149+37)</sub> mostraram um decréscimo nos teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO e As, e acréscimo nos teores de impurezas (Fe, Mg, Si e Al). Isto demonstra que os minerais de fosfato e de cálcio sofrem lixiviação na presença de ácido clorídrico e os minerais de ganga permanecem resistentes, não sendo solubilizados. O menor conteúdo de arsênio na amostra lixiviada evidencia sua associação, principalmente, aos minerais de minério.

Tabela 9. Teores médios da AM1<sub>(-149+37)</sub> antes e depois da lixiviação ácida.

Amostras	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	24,3	40,1	87	3,1	1,1	7,0	4,5
AM1 <sub>(-149+37)</sub> Lixiviada	17,8	15,3	62	5,1	1,3	9,4	6,2

### Amostra preparada por escrubagem

A Tabela 10 apresenta a análise química da amostra AM1<sub>(-149+37)</sub> e AM1-E<sub>(-149+37)</sub>. As amostras apresentaram teores similares, porém com a amostra escrubada foram obtidos teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e CaO inferiores aos da amostra não escrubada. O uso de ácido sulfúrico no processo *scrubbing* pode ter promovido a dissolução parcial dos minerais de cálcio e também a formação de gesso (CaSO<sub>4</sub>).

Tabela 10. Teores médios da AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub>.

Amostras	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	24,3	40,1	87	3,1	1,1	7,0	4,5
AM1-E <sub>(-149+37)</sub>	22,5	38,4	88	3,5	1,2	7,3	4,7

A amostra AM1<sub>(-149+37)</sub> apresentou uma distribuição granulométrica (em volume) do tipo modal, com pico em 85 μm. Os diâmetros característicos da amostra foram 90 % passante em 140 μm, 50 % passante em 66 μm e 10 % passante em 8,5 μm. A Figura 23 apresenta o resultado das análises de distribuição granulométrica.

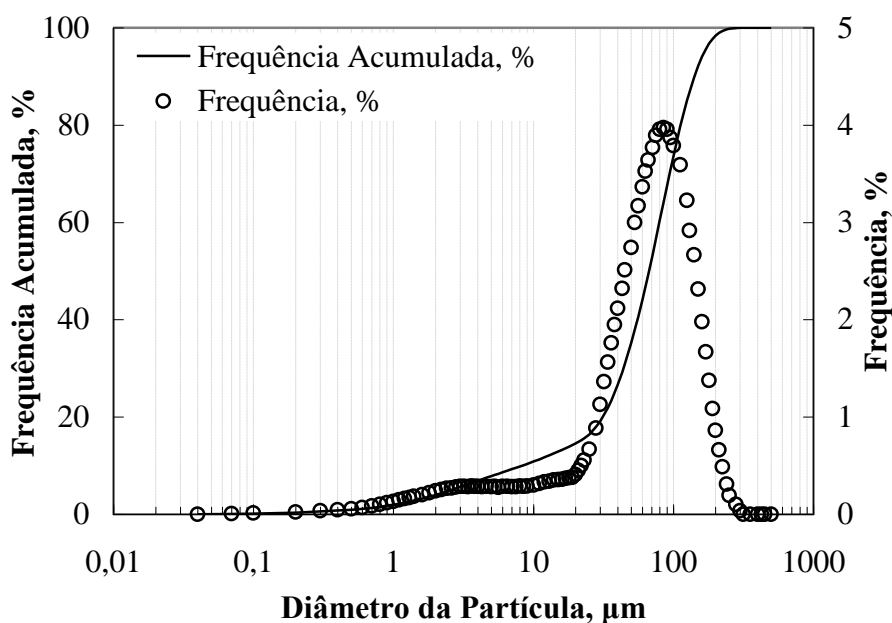


Figura 23. Distribuição granulométrica da AM1<sub>(-149+37)</sub>.

### iii. Amostra AM2

A Tabela 11 apresenta os teores médios da AM2<sub>(-149+37)</sub> utilizada nos testes de flotação. Ao comparar estes valores com os teores da amostra AM2<sub>(Bruta)</sub> foi observado que a simples classificação granulométrica concentrou a amostra de minério de fosfato, elevando o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, e diminuindo o teor de impurezas.

Tabela 11. Teores médios da AM2<sub>(-149+37)</sub>.

P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
30,5	49,0	109	2,1	0,8	4,6	2,4

A AM2<sub>(-149+37)</sub> apresentou uma distribuição granulométrica (em volume) do tipo modal, com pico em 112 µm. Os diâmetros característicos da amostra foram 90 % passante em 160 µm, 50 % passante em 80 µm e 10 % passante em 32 µm. A Figura 24 apresenta o resultado das análises de distribuição granulométrica.

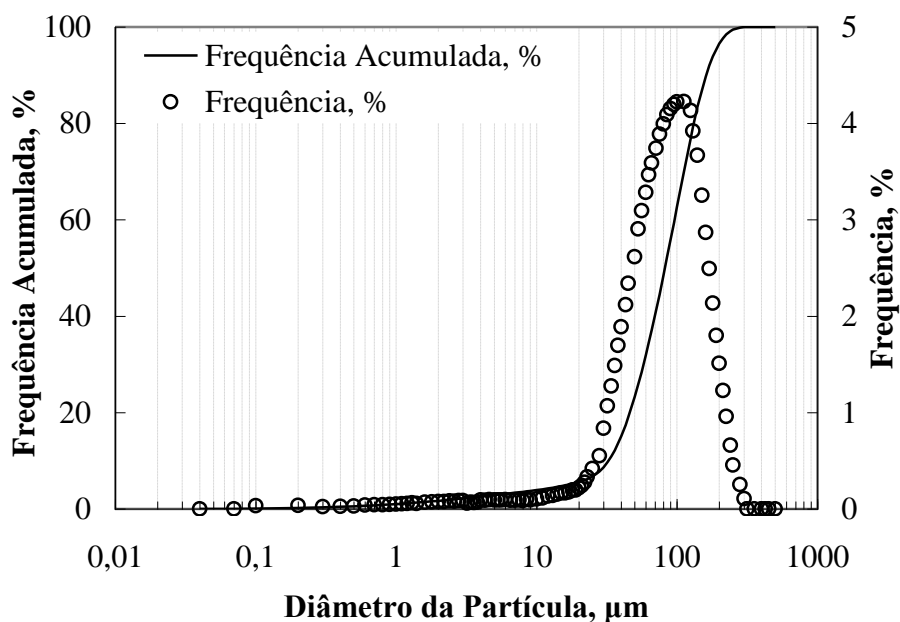


Figura 24. Distribuição granulométrica da AM2<sub>(-149+37)</sub>.

## 4.2 Estudos de flotação em célula mecânica

### i. Amostra AM1

Nos testes de flotação com as concentrações de reagentes fixas, oleato de sódio ( $800 \text{ g.t}^{-1}$ ) e óleo diesel ( $100 \text{ g.t}^{-1}$ ), e energia transferida a polpa durante o CAI ( $0,9 \text{ kWh.m}^{-3}$ ), foi avaliada a granulometria das amostras ensaiadas ( $-149+37 \mu\text{m}$ ,  $+37 \mu\text{m}$ ,  $-149 \mu\text{m}$  e Bruta).

A amostra  $\text{AM1}_{(-149+37)}$  apresentou melhores resultados para recuperação mássica ( $42,1 \%$ ) e de  $\text{P}_2\text{O}_5$  ( $62,6 \%$ ) (Figuras 25 e 27). Porém, os teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  obtidos nos testes realizados com as amostras  $\text{AM1}_{(-149+37)}$  ( $35,6 \%$ ) e  $\text{AM1}_{(+37)}$  ( $35,8 \%$ ) não apresentaram diferença (Figura 26).

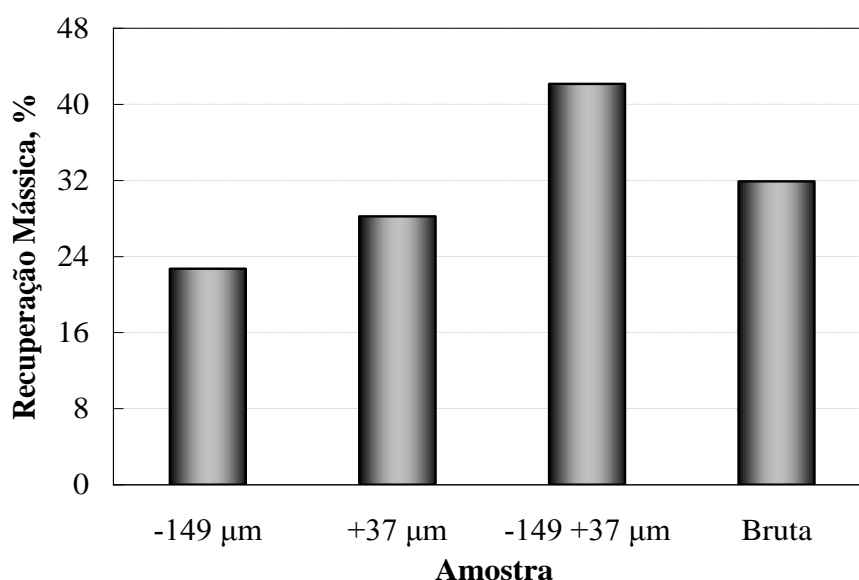


Figura 25. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]:  $800 \text{ g.t}^{-1}$ ; [Óleo diesel]:  $100 \text{ g.t}^{-1}$ ; Energia transferida no CAI:  $0,9 \text{ kWh.m}^{-3}$ .

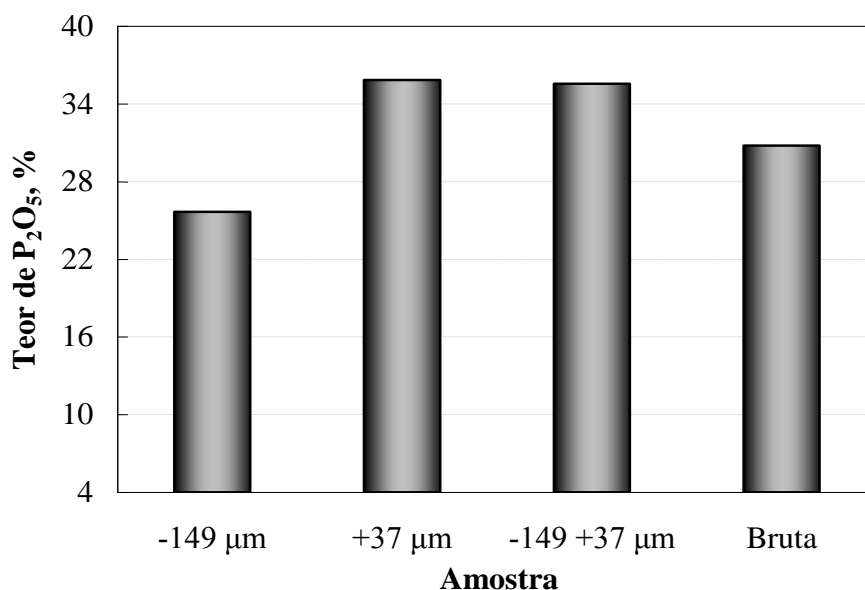


Figura 26. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre o teor de  $P_2O_5$ . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]:  $800 \text{ g.t}^{-1}$ ; [Óleo diesel]:  $100 \text{ g.t}^{-1}$ ; Energia transferida no CAI:  $0,9 \text{ kWh.m}^{-3}$ .

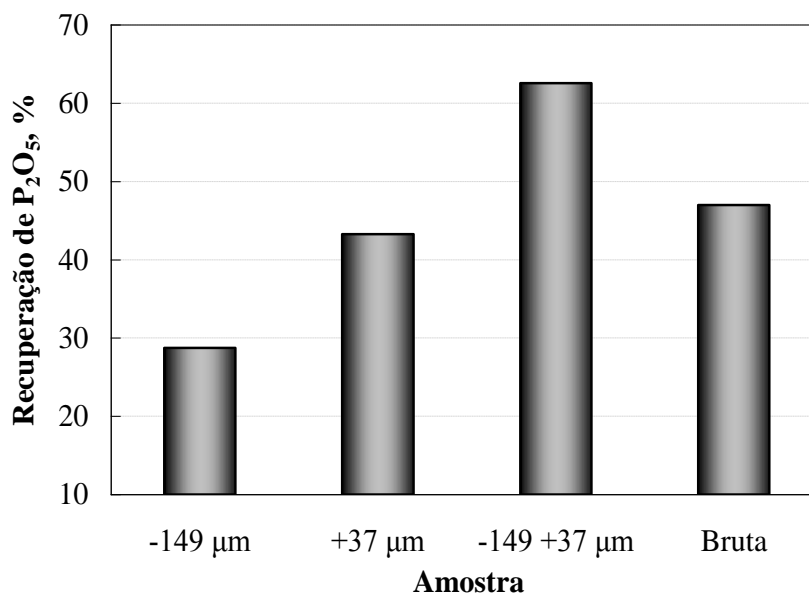


Figura 27. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre a recuperação de  $P_2O_5$ . Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]:  $800 \text{ g.t}^{-1}$ ; [Óleo diesel]:  $100 \text{ g.t}^{-1}$ ; Energia transferida no CAI:  $0,9 \text{ kWh.m}^{-3}$ .



Os concentrados das amostras AM1<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(+37)</sub> apresentaram menores conteúdos de impurezas, elevado BPL e baixas razões de CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, como apresentado na Tabela 12.

Tabela 12. Estudos de flotação com AM1 em célula mecânica. Efeito da granulometria da amostra sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

Concentrados	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
AM1 <sub>(Bruta)</sub>	50,4	117	1,8	0,8	4,6	2,6	67,4	1,6
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	55,7	124	1,0	0,4	2,4	0,7	78,0	1,6
AM1 <sub>(+37)</sub>	53,9	122	1,2	0,5	2,9	1,1	78,4	1,5
AM1 <sub>(-149)</sub>	46,4	105	2,5	1,1	6,3	3,7	56,3	1,8

Nos testes com as concentrações fixas de reagentes depressores de gangas silicatadas e carbonatadas, silicato de sódio (200 g.t<sup>-1</sup>) e carbonato de sódio (200 g.t<sup>-1</sup>), de óleo diesel emulsificado (100 g.t<sup>-1</sup>), e energia transferida a polpa durante o CAI (0,9 kWh.m<sup>-3</sup>), foi avaliada a concentração de oleato de sódio (800, 900, 1000 e 1500 g.t<sup>-1</sup>). Estes ensaios foram realizados de forma comparativa com a AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub>.

Os resultados mostram um acréscimo da recuperação mássica e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com o aumento da concentração de coletor (Figuras 28 e 30). Os ensaios com amostra lavada apresentaram maiores valores de recuperação mássica (86,9 %) e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (98,8 %) em comparação a amostra não lavada. Porém, o teor mínimo de 35% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> não foi alcançado em nenhuma das condições testadas com a amostra lavada. Este teor foi obtido com a amostra não lavada e 800 g.t<sup>-1</sup> de oleato de sódio (Figura 29).

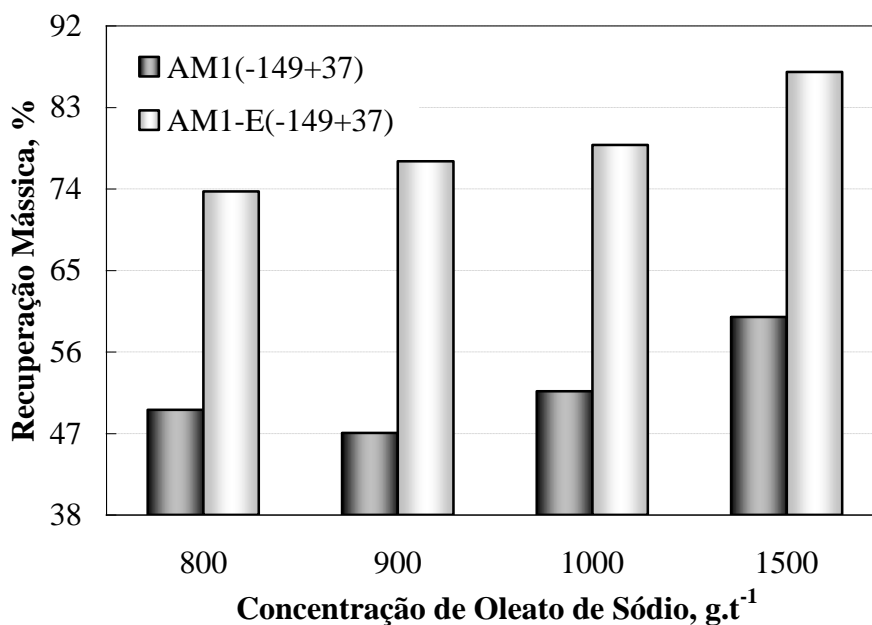


Figura 28. Estudos de flotação com AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Carbonato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

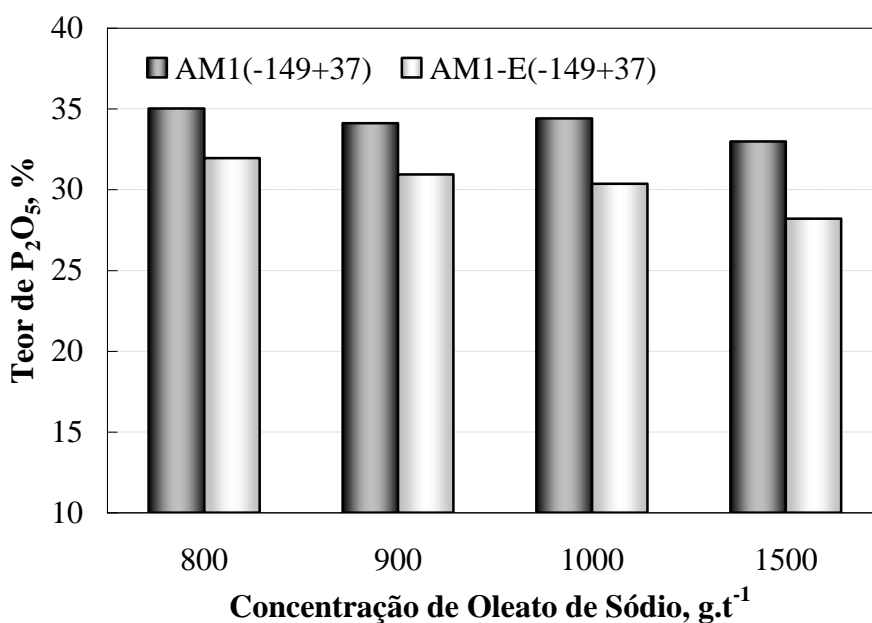


Figura 29. Estudos de flotação com AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Carbonato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

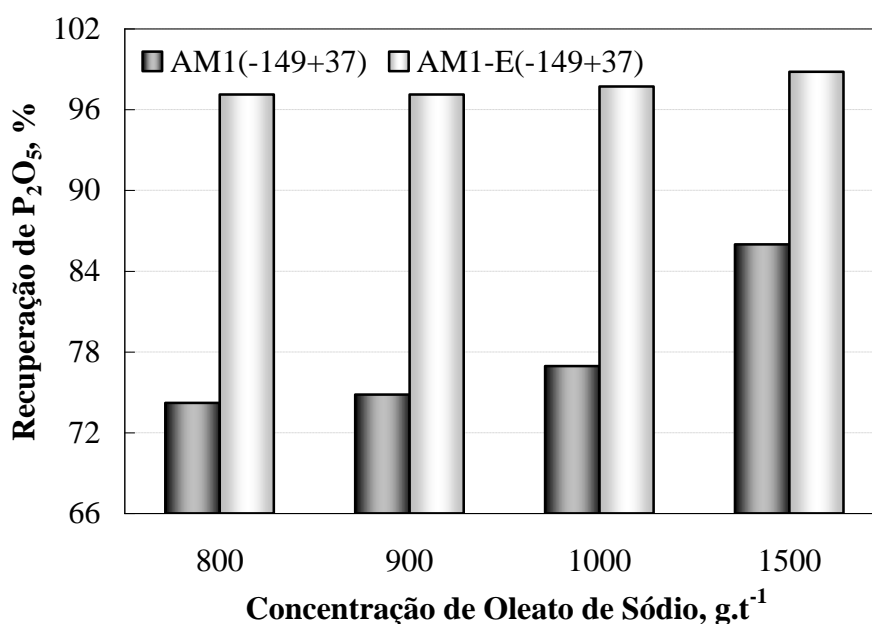


Figura 30. Estudos de flotação com AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Carbonato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

Os produtos concentrados dos testes de flotação com a AM1<sub>(-149+37)</sub> apresentaram menor conteúdo de impurezas, maiores teores de CaO e BPL (Tabela 13), mostrando ser mais limpo em relação à amostra lavada.

O acréscimo na recuperação mássica e nos teores de impurezas, e o decréscimo no teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, podem estar relacionados à dissolução da apatita e dos minerais de cálcio, formação de gesso (CaSO<sub>4</sub>) e ativação das partículas de ganga (SiO<sub>2</sub>) pelo íon cálcio presente na polpa.

Tabela 13. Estudos de flotação com AM1-E<sub>(-149+37)</sub> e AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Silicato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Carbonato de sódio]: 200 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

Amostra	[Oleato de sódio], g.t <sup>-1</sup>	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	800	54,8	117	1,1	0,4	2,7	1,0	76,6	1,6
AM1-E <sub>(-149+37)</sub>		50,6	110	2,0	0,5	3,9	2,4	69,8	1,6
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	900	55,1	123	1,1	0,4	2,6	1,1	74,7	1,6
AM1-E <sub>(-149+37)</sub>		48,8	108	2,2	0,7	4,3	2,7	67,7	1,6
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	1000	54,3	123	1,2	0,5	2,8	1,2	75,3	1,6
AM1-E <sub>(-149+37)</sub>		48,4	104	2,3	0,7	4,6	3,0	66,6	1,6
AM1 <sub>(-149+37)</sub>	1500	52,8	114	1,5	0,5	3,4	1,9	72,3	1,6
AM1-E <sub>(-149+37)</sub>		45,1	100	2,7	0,8	5,6	3,9	61,7	1,6

Para concentrações de reagentes fixas, oleato de sódio (800 g.t<sup>-1</sup>) e óleo diesel (100 g.t<sup>-1</sup>), foram avaliadas as energias transferidas à polpa durante o CAI (0, 0,9 e 1,2 kWh.m<sup>-3</sup>) nos testes de flotação em célula mecânica. Foi utilizada a amostra AM1<sub>(-149+37)</sub> devido à obtenção dos melhores resultados entre as diferentes frações granulométricas estudadas.

Os melhores resultados de recuperação mássica (42,1 %) e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (62,6 %) foram obtidos com 0,9 kWh.m<sup>-3</sup> de energia transferida à polpa durante o CAI (Figura 31 e 33). Os resultados mostram um decréscimo de recuperação mássica quando foram fornecidos 1,2 kWh.m<sup>-3</sup> de energia, que pode ser explicado pela quebra dos agregados formados durante o CAI. O teor mínimo de 35 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> somente foi obtido quando foi aplicado o CAI (Figura 32), podendo ser devido à limpeza superficial das partículas, conferida pela agitação turbulenta do CAI, e a agregação entre partículas de mesma espécie.

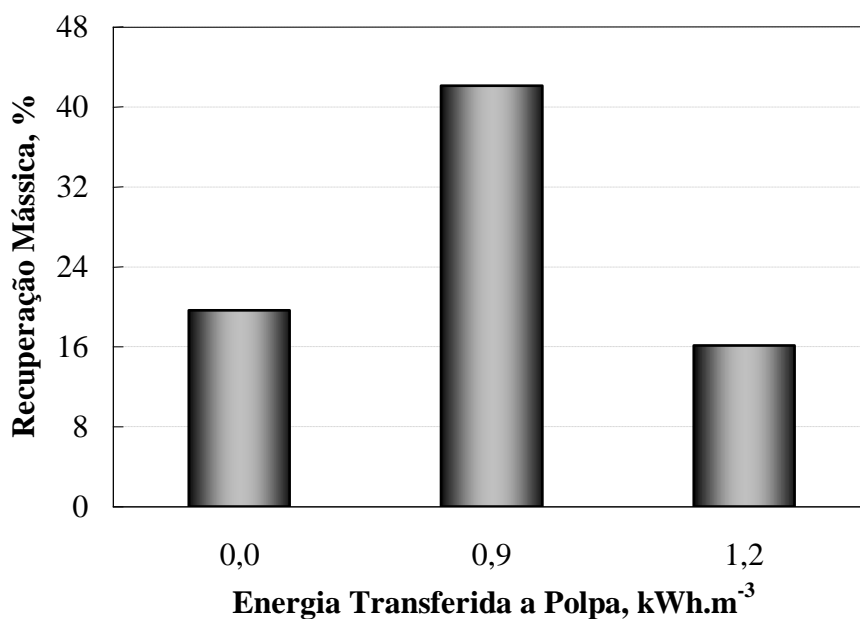


Figura 31. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>.

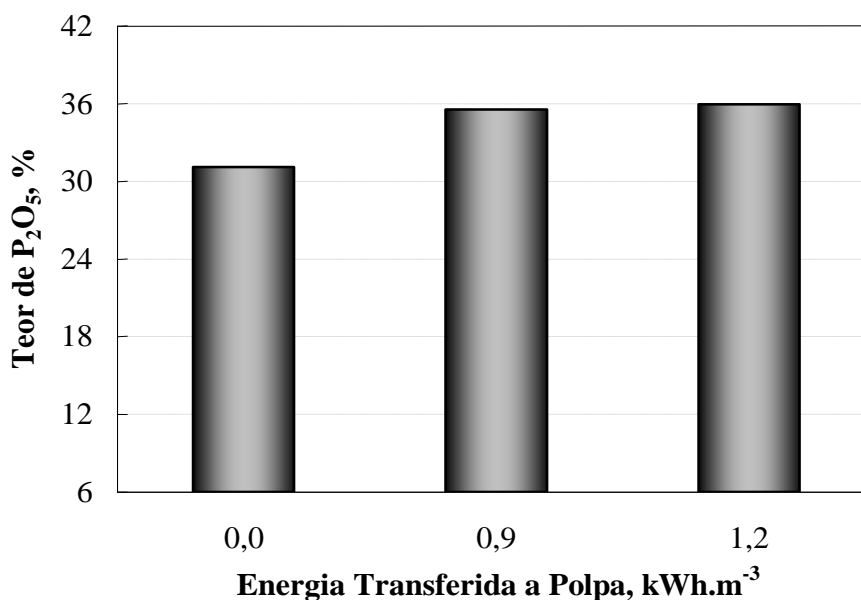


Figura 32. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>.

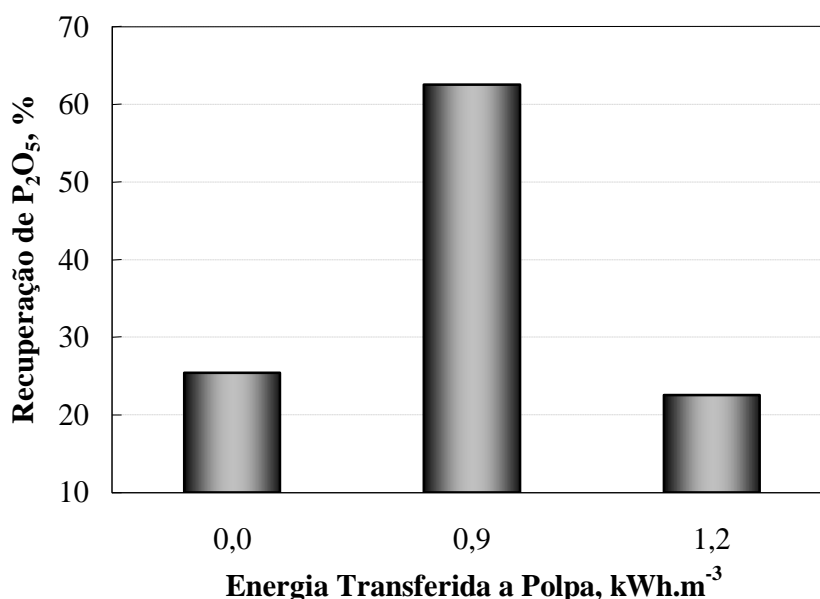


Figura 33. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>.

Com o emprego do CAI foram alcançados menores conteúdos de impurezas (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e razões CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, e maiores valores de BPL, como mostrado na Tabela 14.

Tabela 14. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da energia transferida à polpa durante o CAI sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos concentrados. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>.

Energia, kWh.m <sup>-3</sup>	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
0	55,0	121	1,4	0,6	3,3	1,5	68,1	1,8
0,9	55,7	124	1,0	0,4	2,4	0,7	78,0	1,6
1,2	54,1	121	1,0	0,4	2,6	1,1	78,6	1,5

Foram realizados ensaios de flotação em célula mecânica com AM1<sub>(-149+37)</sub>, com diferentes concentrações dos reagentes oleato de sódio (300, 500 e 800 g.t<sup>-1</sup>) e óleo diesel emulsificado (25, 50 e 100 g.t<sup>-1</sup>), e as demais condições experimentais fixas.

Os melhores resultados de recuperação mássica e  $P_2O_5$  foram observados utilizando  $800 \text{ g.t}^{-1}$  de oleato de sódio e  $100 \text{ g.t}^{-1}$  de óleo diesel (Figura 34 e 36). Os teores mínimos de 35 % de  $P_2O_5$  foram obtidos com  $500 \text{ g.t}^{-1}$  de oleato de sódio e  $50 \text{ g.t}^{-1}$  de óleo diesel, com  $800 \text{ g.t}^{-1}$  de oleato de sódio e  $50 \text{ g.t}^{-1}$  de óleo diesel, e com  $800 \text{ g.t}^{-1}$  de oleato de sódio e  $100 \text{ g.t}^{-1}$  de óleo diesel (Figura 35). O decréscimo de teor, recuperação de massa e de  $P_2O_5$  nos testes com  $500 \text{ g.t}^{-1}$  de oleato de sódio e  $100 \text{ g.t}^{-1}$  de óleo diesel pode ser devido a uma elevada concentração de agente extensor em relação à concentração de coletor, abatendo a espuma e dificultando a flotação da apatita.

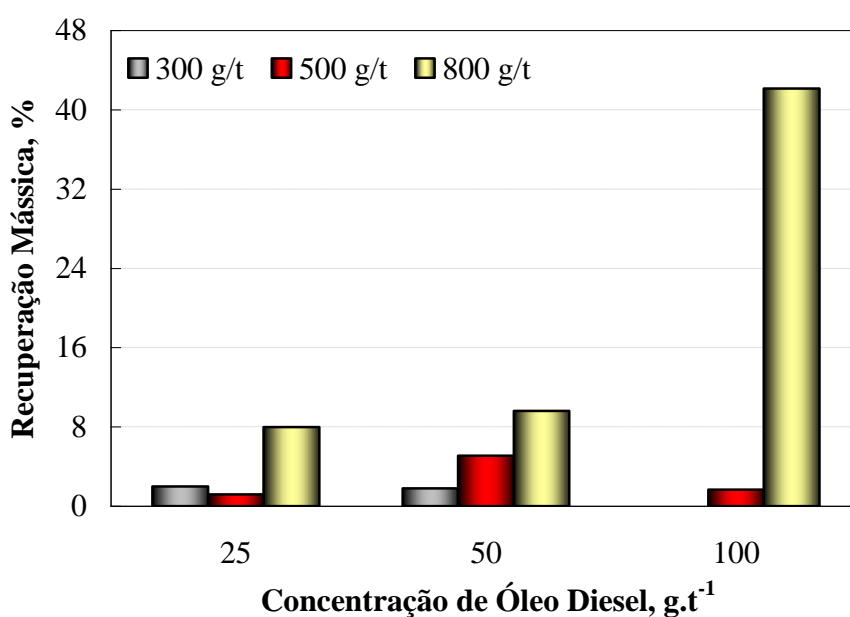


Figura 34. Estudos de flotação com  $AM1_{(-149+37)}$  em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI:  $0,9 \text{ kWh.m}^{-3}$ .

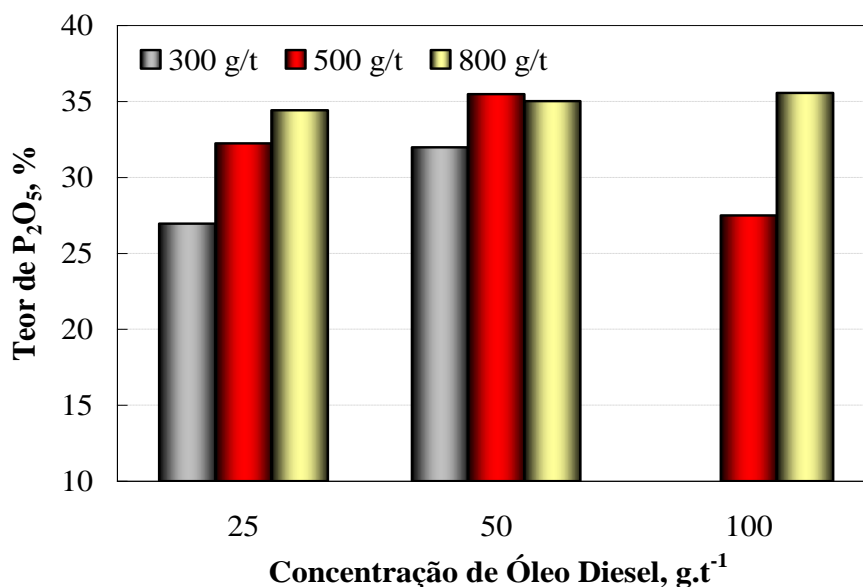


Figura 35. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

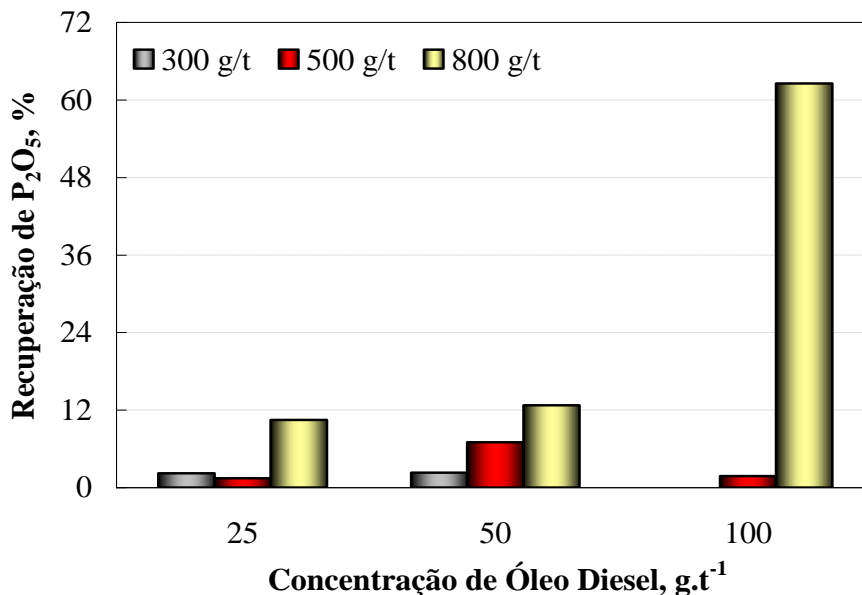


Figura 36. Estudos de flotação com AM1<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio e óleo diesel emulsificado sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH 6,0; Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.



## ii. Amostra AM2

Foram realizados testes em célula mecânica com a AM2<sub>(-149+37)</sub> para avaliar o melhor pH da polpa (6, 10 e 12) para a flotação. Os melhores resultados de recuperação mássica, teor e recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram obtidas com pH 6, atingindo 63,7 %, 38,9 % e 80,3 %, respectivamente, como mostram as Figuras 37, 38 e 39.

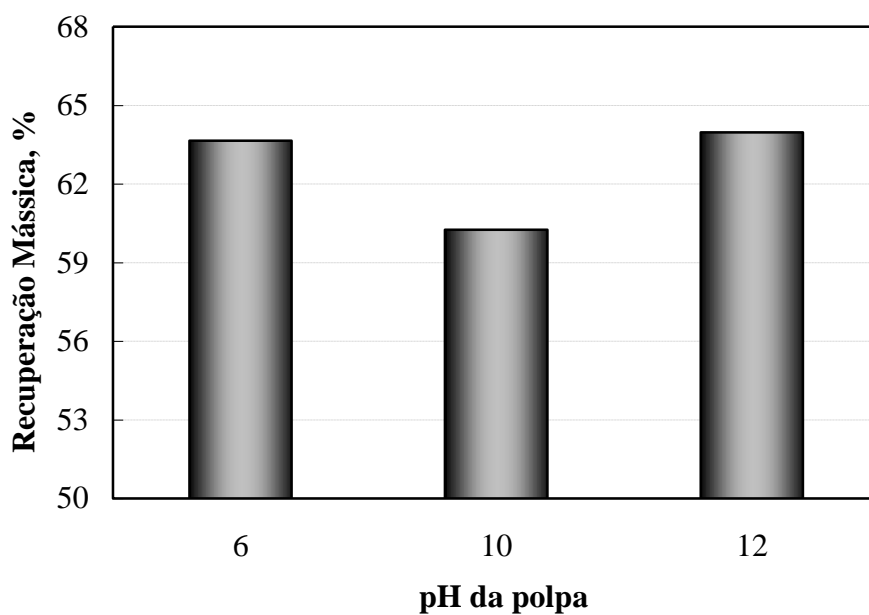


Figura 37. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

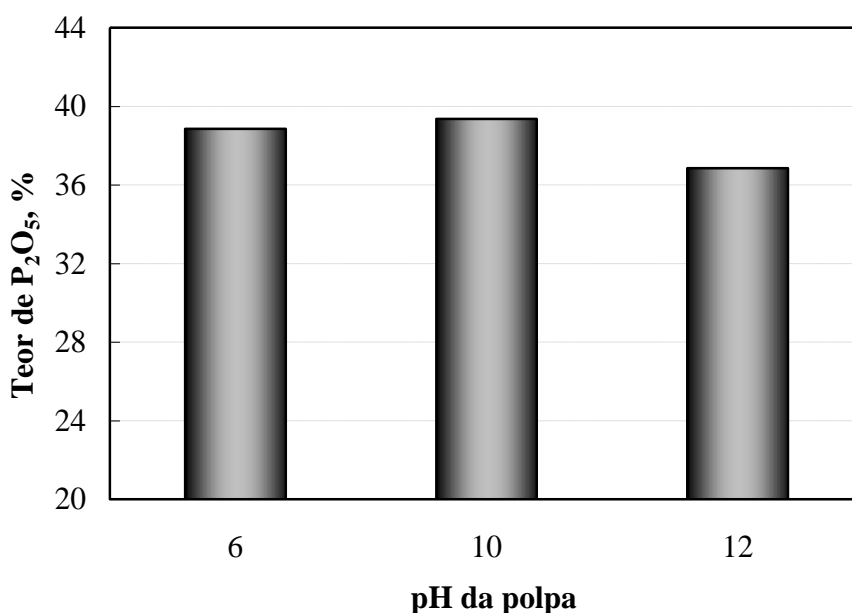


Figura 38. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

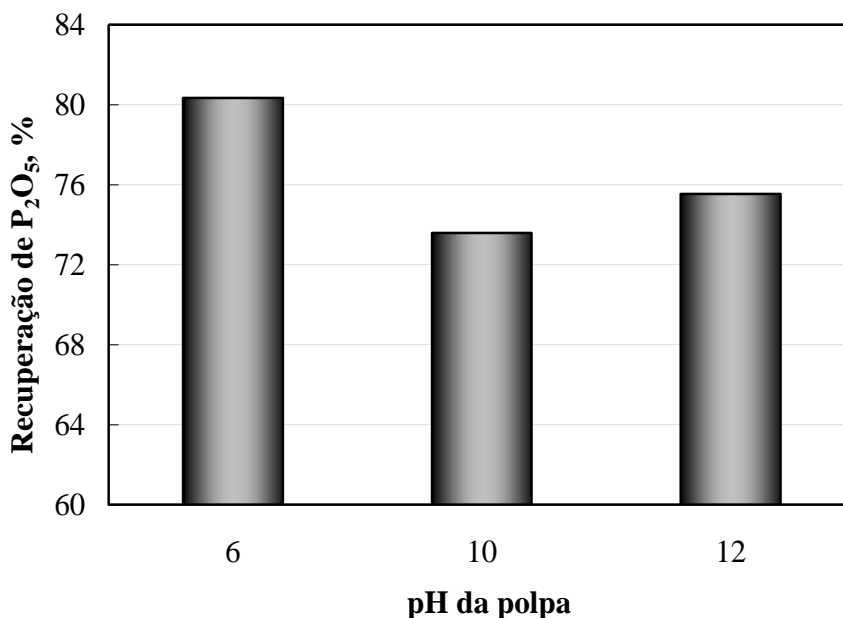


Figura 39. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

Nos ensaios com pH 6 e 10 foram obtidos concentrados mais limpos, com menores conteúdos de impurezas, razões CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e maiores valores de BPL, como apresentado na Tabela 15.

Tabela 15. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do pH sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos concentrados. Condições experimentais: Condicionamento: 25 % sólidos p/p; Flotação: 15 % sólidos p/p; [Oleato de sódio]: 800 g.t<sup>-1</sup>; [Óleo diesel]: 100 g.t<sup>-1</sup>; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

pH da polpa	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
6	55,1	117	0,8	0,3	1,6	0,4	85,2	1,4
10	55,5	123	0,8	0,2	1,6	0,2	86,3	1,4
12	54,0	118	1,1	0,4	2,3	0,8	80,6	1,5

Foram avaliadas diversas concentrações de oleato de sódio (200, 300 e 444 g.t<sup>-1</sup>) com e sem a adição de óleo diesel emulsificado, utilizando CAI após o condicionamento dos reagentes nos ensaios de flotação em célula mecânica.

Os melhores resultados de recuperação mássica e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram obtidos com 444 g.t<sup>-1</sup> de oleato de sódio. A recuperação mássica alcançada com 300 (75 %) e 444 g.t<sup>-1</sup> (75,1 %) de oleato de sódio é a mesma com adição de óleo diesel, e levemente superior com 444 g.t<sup>-1</sup> e sem adição de óleo diesel (76,5 %), como apresentado na Figura 40. Em todos os testes os produtos concentrados apresentaram teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> muito próximos e superiores a 38 % (Figura 41). Com ou sem a adição de óleo diesel (EXT) foram obtidos recuperações de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> próximas a 93 % utilizando 444 g.t<sup>-1</sup> de oleato de sódio (Figura 42).

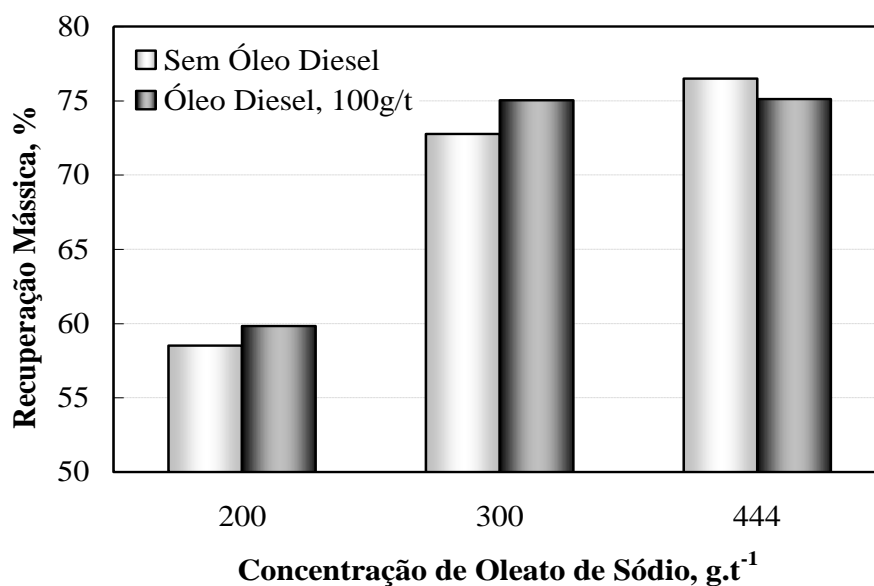


Figura 40. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

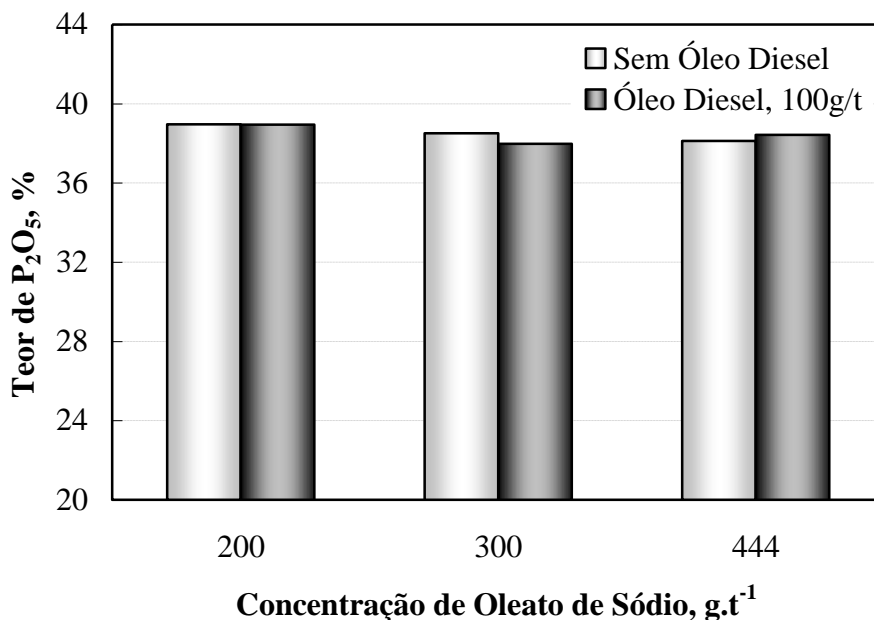


Figura 41. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

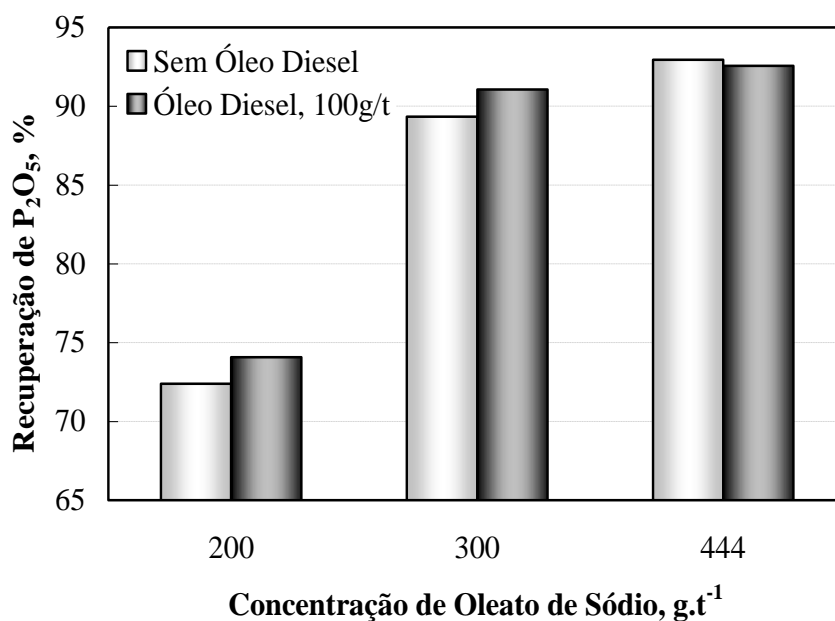


Figura 42. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

Os teores de impurezas, valores de BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram muito similares, demonstrando que a adição de óleo diesel não apresentou efeito significativo sobre estes parâmetros (Tabela 16) com a utilização de CAI.

Tabela 16. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, com e sem adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos produtos concentrados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; Energia transferida no CAI: 0,9 kWh.m<sup>-3</sup>.

[Oleato de sódio], g.t <sup>-1</sup>	[Óleo diesel], g.t <sup>-1</sup>	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
200	0	55,8	124	0,7	0,2	1,8	0,1	85,4	1,4
	100	55,8	123	0,7	0,2	1,4	0,2	85,2	1,4
300	0	55,6	122	0,7	0,2	1,9	0,2	84,3	1,4
	100	55,7	125	0,8	0,2	1,5	0,2	83,2	1,5
444	0	55,0	123	0,9	0,3	1,9	0,5	83,4	1,4
	100	55,6	126	0,8	0,2	1,5	0,2	84,1	1,4

Foram realizados experimentos em célula mecânica de flotação sem utilização de CAI para avaliar seu efeito, com diversas concentrações de oleato de sódio (200, 300 e 444 g.t<sup>-1</sup>), sem e com a adição de óleo diesel (EXT), e com a AM2<sub>(-149+37)</sub>.

Os melhores resultados de recuperação mássica e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram obtidos com 444 g.t<sup>-1</sup> de oleato de sódio, atingindo 79 % e 95,2 %, respectivamente, com o uso de óleo diesel (Figura 43 e 45). Estes resultados foram comparados com os obtidos com a utilização CAI (Figuras 40 e 42) e apresentaram maiores valores para estes parâmetros. Estes dados demonstraram que não é necessário utilizar o CAI, podendo estar prejudicando a flotação com a quebra dos agregados bolha-partícula. Os teores de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos concentrados foram praticamente constantes e próximos a 38 %, como mostrado na Figura 44.

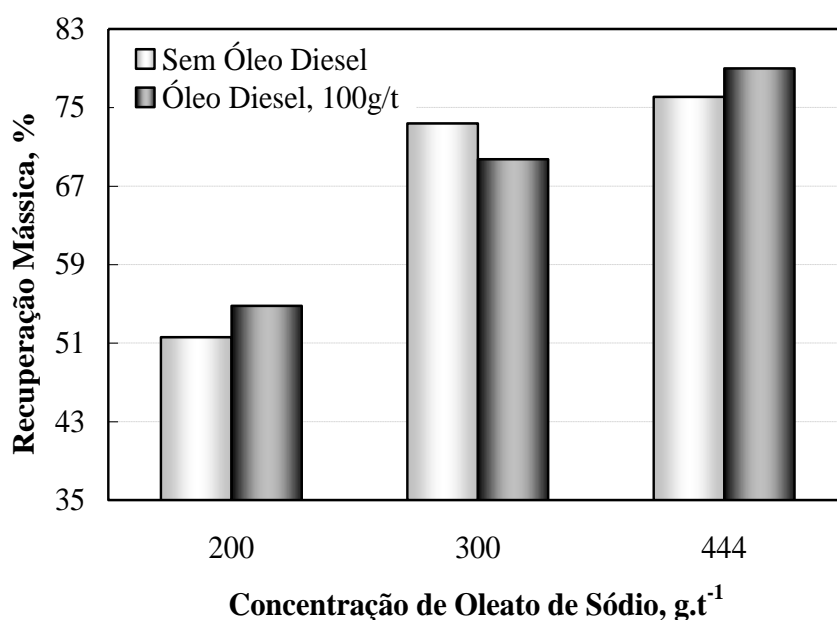


Figura 43. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação mássica. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

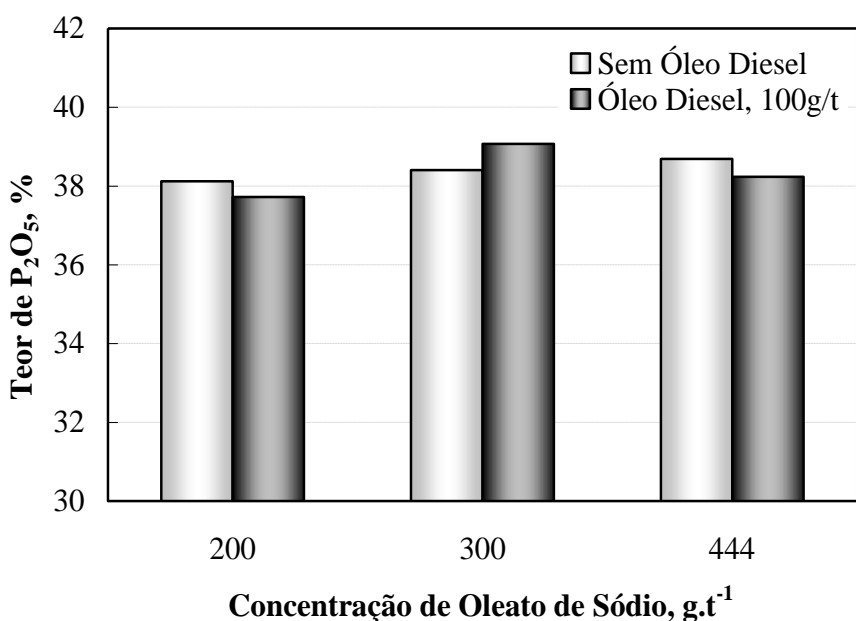


Figura 44. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre o teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

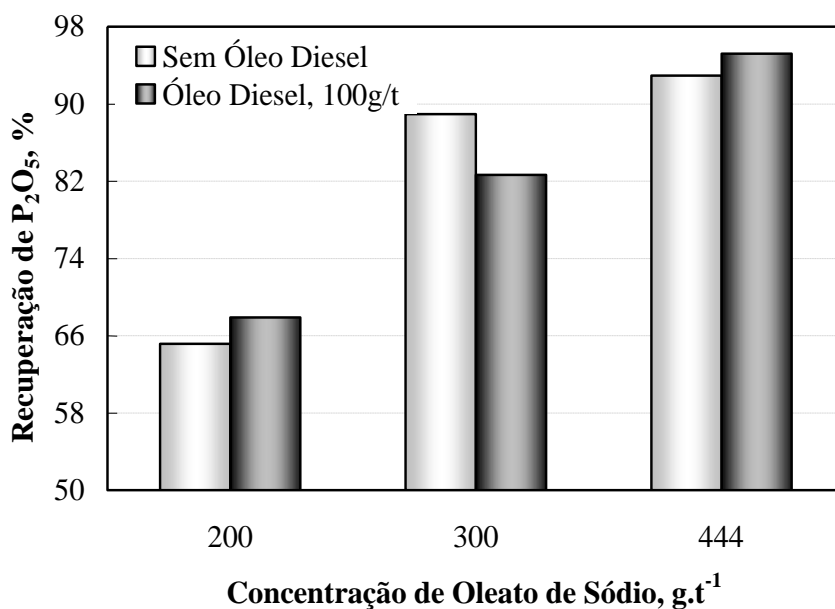


Figura 45. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre a recuperação de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

Os concentrados apresentaram teores de impurezas baixos, valores de BPL de 85,6 % de razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 1,4, como apresentado na Tabela 17. Em todos os casos os valores foram muito próximos entre si evidenciando que a adição de óleo diesel não apresenta um efeito significativo. Além disto, ao comparar estes valores com os obtidos com o uso de CAI, foi verificado que este também não apresentou efeito significativo para os parâmetros avaliados nas Tabelas 16 e 17.

Tabela 17. Estudos de flotação com AM<sub>2(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito da concentração de oleato de sódio, sem e com adição de óleo diesel emulsificado (EXT), sobre os teores médios de CaO, impurezas, BPL e razão CaO/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dos produtos concentrados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

[Oleato de sódio], g.t <sup>-1</sup>	[Óleo diesel], g.t <sup>-1</sup>	CaO, %	As, g.t <sup>-1</sup>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	MgO, %	SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	BPL, %	CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
200	0	56,2	124	0,7	0,2	1,8	0,1	83,4	1,5
	100	56,3	122	0,7	0,2	1,4	0,2	82,5	1,5
300	0	55,6	128	0,7	0,2	1,8	0,2	84,1	1,4
	100	55,9	121	0,7	0,2	1,5	0,2	85,6	1,4
444	0	55,6	124	0,8	0,2	1,9	0,3	84,7	1,4
	100	55,5	122	0,8	0,2	1,6	0,3	83,6	1,4

Foram estudados dois tipos de coletores de minerais de minério (oleato de sódio e óleo de soja saponificado) nas mesmas concentrações e condições experimentais. Os dois reagentes apresentaram seletividade, porém, o reagente oleato de sódio apresentou melhores resultados, com maiores recuperações mássicas e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, comparativamente ao óleo de soja, e os teores de impurezas, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e CaO foram similares na corrente do concentrado (Tabela 18).



Tabela 18. Estudos de flotação com AM2<sub>(-149+37)</sub> em célula mecânica. Efeito do reagente utilizado como coletor dos minerais de minério (oleato de sódio e óleo de soja) sobre os parâmetros avaliados. Condições experimentais: pH: 6,0; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p; [Coletor]: 200 g.t<sup>-1</sup>.

Parâmetros	Oleato de sódio		Óleo de soja	
	Concentrado	Rejeito	Concentrado	Rejeito
Recuperação Mássica, %	51,6	48,4	32,4	67,6
Teor P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	38,1	23,8	38,9	28,8
Recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	63,1	36,9	39,3	60,7
Teor CaO, %	56,2	43,2	56,5	47,2
Teor As, g.t <sup>-1</sup>	124	75	126	82
Teor Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,7	3,9	0,6	3,2
Teor MgO, %	0,2	1,5	0,2	0,9
Teor SiO <sub>2</sub> , %	1,8	8,1	1,3	6,7
Teor Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,1	4,3	0,1	3,0
BPL, %	83,4	52,1	85,2	63,1
CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,5	1,8	1,5	1,6

### 4.3 Estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) e em coluna de três produtos (C3P)

Foram realizados estudos de flotação comparativos entre a CCR e C3P, sendo avaliados altura da camada de espuma (20 e 30 cm) e velocidade superficial da água de lavagem (0,25 e 0,4 cm.s<sup>-1</sup>). Nestes testes foi utilizada a AM2<sub>(-149+37)</sub>, a concentração de oleato de sódio (444 g.t<sup>-1</sup>), a velocidade superficial do gás ( $J_g$ : 0,49 cm.s<sup>-1</sup>) e da alimentação ( $J_{alim}$ : 0,66 cm.s<sup>-1</sup>) foram mantidos constantes, e os resultados são apresentados nas Tabelas 19, 20 e 21.

Nos ensaios de flotação com a CCR, variando a altura da camada de espuma, não foi observado efeito significativo sobre os parâmetros avaliados. Por outro lado, a C3P apresentou melhores resultados com uma maior altura de camada de espuma (30 cm), obtendo maior recuperação mássica, recuperação e teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, e valores de BPL (85,8 %) nas correntes dos produtos concentrado e drenado. O terceiro produto também apresentou menores conteúdos de impurezas nestas condições. Comparando as colunas de flotação, a CCR apresentou maiores valores de recuperação mássica e de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> na corrente do

concentrado, porém, com a C3P foi obtido maior teor de  $P_2O_5$  e, conseqüentemente, maior valor de BPL.

Os parâmetros avaliados no concentrado não apresentaram diferença significativa com a variação da velocidade superficial da água de lavagem na CCR. Na corrente do rejeito foi observado um efeito no acréscimo dos teores de CaO e impurezas (As, MgO,  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$ ) com o aumento da velocidade superficial da água de lavagem de 0,25 para 0,4  $cm.s^{-1}$ . Na C3P não foram observadas nenhuma diferença significativa nos parâmetros avaliados em nenhum dos produtos. O produto drenado da espuma apresentou teores semelhantes aos da AM1<sub>(Bruta)</sub>, com exceção do teor de CaO (~22 %). Comparando os resultados obtidos com a variação da velocidade superficial da água de lavagem na CCR e na C3P são observados os mesmos efeitos verificados anteriormente, na variação da altura de camada de espuma. Foram obtidos rejeitos com teores semelhantes nos ensaios realizados na CCR e C3P com 0,25  $cm.s^{-1}$  de velocidade superficial de água de lavagem e 30 cm de altura de camada de espuma.

Tabela 19. Estudos de flotação em coluna com AM2<sub>(-149+37)</sub>. Resultados comparativos dos testes de flotação em CCR e C3P. Condições experimentais: pH: 6,0;  $J_w$ : 0,25  $cm.s^{-1}$ ;  $H_{espuma}$ : 20 cm;  $J_{alim}$ : 0,66  $cm.s^{-1}$ ;  $J_g$ : 0,49  $cm.s^{-1}$ ; [Oleato de sódio]: 444  $g.t^{-1}$ ; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

Parâmetro	CCR		C3P		
	Conc.	Rej.	Conc.	Dren.	Rej.
Recuperação Mássica, %	83,8	16,2	76,8	6,3	16,9
Teor $P_2O_5$ , %	38,3	1,2	38,3	14,9	13,0
Recuperação de $P_2O_5$ , %	99,4	0,6	90,3	2,9	6,8
Teor CaO, %	55,0	4,9	55,1	12,2	24,8
Teor As, $g.t^{-1}$	127	17	122	67	61
Teor $Fe_2O_3$ , %	0,9	7,4	0,8	6,8	5,7
Teor MgO, %	0,2	3,3	0,2	1,7	2,0
Teor $SiO_2$ , %	1,6	13,8	1,4	10,1	9,8
Teor $Al_2O_3$ , %	0,3	9,0	0,1	6,9	6,8
BPL, %	83,9	2,2	83,9	32,6	28,5
CaO/ $P_2O_5$	1,4	4,1	1,4	0,8	1,9

Tabela 20. Estudos de flotação em coluna com AM2<sub>(-149+37)</sub>. Resultados comparativos dos testes de flotação em CCR e C3P. Condições experimentais: pH: 6,0;  $J_w$ : 0,25 cm.s<sup>-1</sup>;  $H_{\text{espuma}}$ : 30 cm;  $J_{\text{alim}}$ : 0,66 cm.s<sup>-1</sup>;  $J_g$ : 0,49 cm.s<sup>-1</sup>; [Oleato de sódio]: 444 g.t<sup>-1</sup>; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

Parâmetro	CCR		C3P		
	Conc.	Rej.	Conc.	Dren.	Rej.
Recuperação Mássica, %	83,0	17,0	77,4	8,2	14,3
Teor P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	38,4	1,5	39,2	18,0	1,3
Recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	99,2	0,8	94,8	4,6	0,6
Teor CaO, %	54,9	5,6	55,1	21,7	4,1
Teor As, g.t <sup>-1</sup>	128	16	129	77	9,0
Teor Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,9	7,8	0,7	5,3	7,0
Teor MgO, %	0,2	3,4	0,2	1,5	3,2
Teor SiO <sub>2</sub> , %	1,6	14,0	1,5	8,9	13,8
Teor Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,3	9,0	0,1	5,9	11,7
BPL, %	84,1	3,3	85,8	39,4	2,8
CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,4	3,7	1,4	1,2	3,2

Tabela 21. Estudos de flotação em coluna com AM2<sub>(-149+37)</sub>. Resultados comparativos dos testes de flotação em CCR e C3P. Condições experimentais: pH: 6,0;  $J_w$ : 0,4 cm.s<sup>-1</sup>;  $H_{\text{espuma}}$ : 30 cm;  $J_{\text{alim}}$ : 0,66 cm.s<sup>-1</sup>;  $J_g$ : 0,49 cm.s<sup>-1</sup>; [Oleato de sódio]: 444 g.t<sup>-1</sup>; Condicionamento: 40 % sólidos p/p; Flotação: 25 % sólidos p/p.

Parâmetro	CCR		C3P		
	Conc.	Rej.	Conc.	Dren.	Rej.
Recuperação Mássica, %	82,2	17,8	79,2	8,8	12,1
Teor P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	38,2	0,5	39,1	17,9	1,3
Recuperação de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	99,2	0,8	94,7	4,8	0,5
Teor CaO, %	55,0	10,3	55,6	21,8	4,7
Teor As, g.t <sup>-1</sup>	126	37	129	83	15
Teor Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,9	6,5	0,7	5,1	7,3
Teor MgO, %	0,2	4,7	0,2	1,6	3,5
Teor SiO <sub>2</sub> , %	1,6	18,9	1,3	9,0	14,1
Teor Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	0,3	15,1	0,1	5,9	8,9
BPL, %	83,6	1,1	85,6	39,2	2,8
CaO/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,4	20,6	1,4	1,2	3,6

As Figuras 46 (a, b) apresentam o aspecto visual dos produtos obtidos nos estudos de flotação em CCR e C3P. Foram observadas grandes diferenças entre os produtos concentrados e rejeitos caracterizando a qualidade destes produtos.

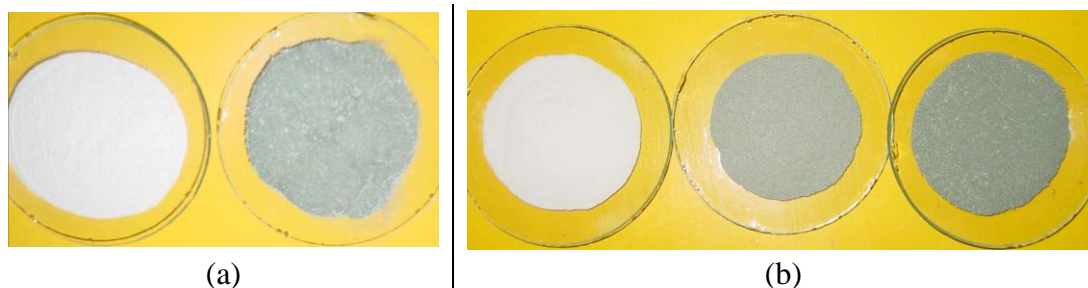


Figura 46. Aspecto visual das amostras dos produtos (a) concentrado e rejeito obtidos em estudos de flotação em CCR, e (b) concentrado, drenado e rejeito dos estudos de flotação em C3P.

#### 4.4 Correlações estabelecidas entre arsênio e demais elementos

Com os resultados das análises químicas dos produtos, realizadas por FRX, foram determinadas as correlações entre o arsênio, presente nas amostras de minério, e os demais constituintes analisados ( $P_2O_5$ , CaO,  $Fe_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  e MgO). O elemento arsênio e fosfato, e arsênio e cálcio, mostraram estar diretamente relacionadas, ou seja, o As se concentrou juntamente com Ca e P. Os elementos constituintes das impurezas (Si, Al, Mg e Fe) apresentaram correlação inversa ao As, como mostram as Figuras 47 (a-f). Estes dados mostraram que o processo de flotação não foi eficiente para separação do contaminante arsênio do concentrado fosfático, e indicaram que o arsênio está associado à mineralogia do Ca e P, podendo estar substituindo o P na estrutura do fosfato. Apesar disto, o As também está associado aos minerais de ganga, como foi evidenciado nas diversas análises químicas realizadas ao longo do trabalho, como por exemplo, das amostras de material magnético e não magnético, da distribuição granuloquímica, das amostras de mineral de minério e ganga.

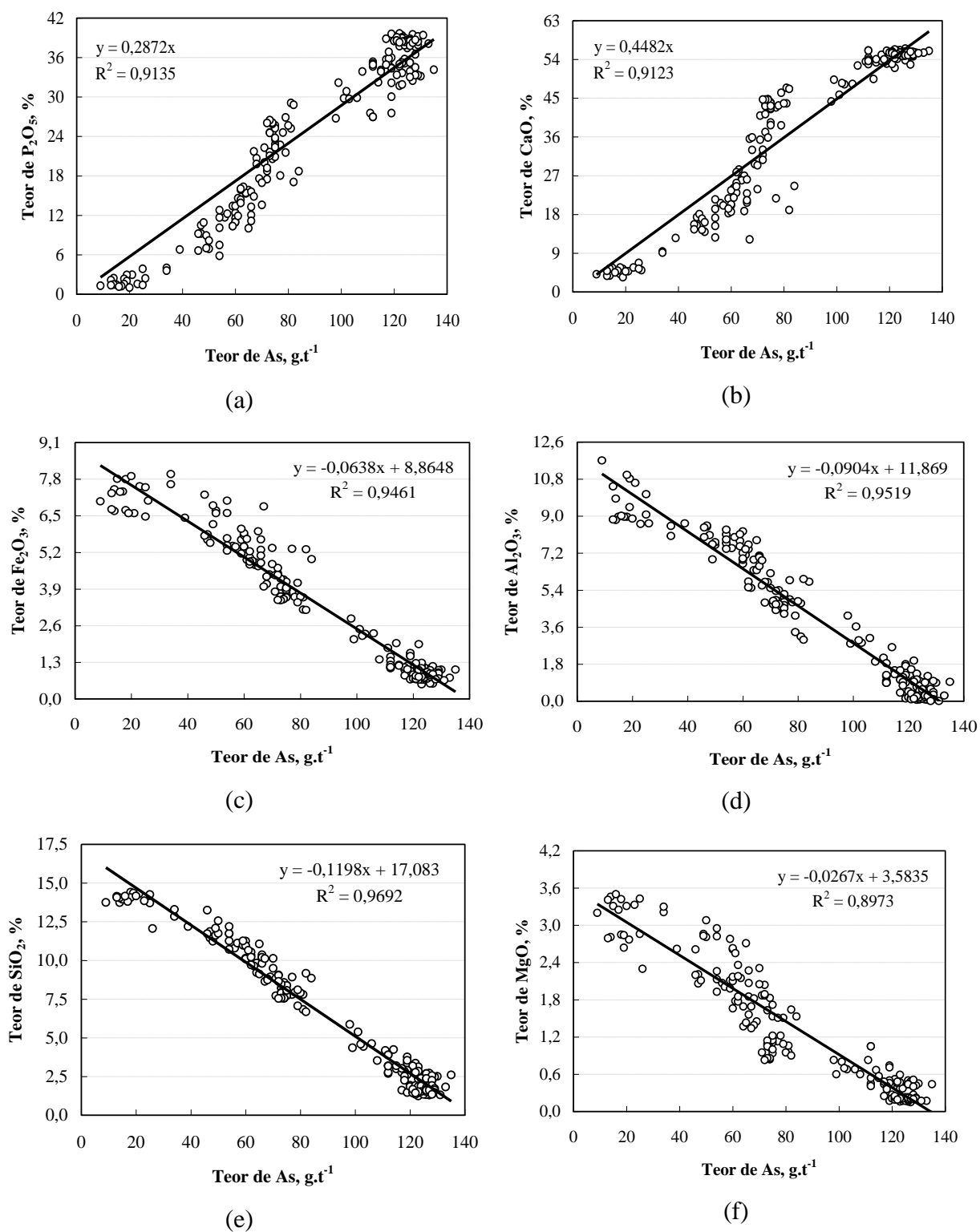


Figura 47. Correlações determinadas entre os teores de arsênio e demais elementos analisados ( $P_2O_5$ , CaO,  $Fe_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  e MgO) por FRX.

## 5. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste trabalho foi possível estabelecer as seguintes conclusões:

1. É possível concentrar o minério de fosfato por flotação, obtendo-se concentrados finais com teores de  $P_2O_5$  superiores a 35% e baixos teores de impurezas ( $Fe_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ).

2. O teor de arsênio apresentou uma correlação linear positiva em relação aos teores de  $P_2O_5$  e  $CaO$ , indicando uma possível associação do mesmo com os minerais de minério. A hipótese sugerida é de que, provavelmente, o arsênio está substituindo o fósforo na estrutura química da apatita. Além disto, o As também apresentou associação aos minerais de ganga.

3. Os melhores resultados dos estudos de flotação em célula mecânica, com a amostra de minério AM1 (24,3 % de  $P_2O_5$  e 87  $g.t^{-1}$  de As), foram obtidos com a amostra classificada na faixa granulométrica +37-149  $\mu m$  para dosagens de 800  $g.t^{-1}$  de oleato de sódio e 100  $g.t^{-1}$  óleo diesel emulsificado (flotação extensora). Neste caso, o efeito do condicionamento em alta intensidade, com 0,9  $kWh.m^{-3}$ , foi fundamental para obtenção de concentrados com teores mínimos de 35 % de  $P_2O_5$ . A recuperação mássica foi de 42,1 %, a recuperação de  $P_2O_5$  foi de 62,6 % e o teor do concentrado final foi de 35,6 %  $P_2O_5$ , com baixos teores de impurezas ( $Fe_2O_3 < 1,0$  %,  $SiO_2 < 2,4$  %,  $MgO < 0,4$  %,  $Al_2O_3 < 0,7$  %), exceto para o arsênio, o qual passou para 124  $g.t^{-1}$ . O processo *scrubbing*, previamente a flotação, não resultou em melhor desempenho do processo.

4. Os melhores resultados dos estudos de flotação em célula mecânica, com a amostra de minério AM2 (30,5 % de  $P_2O_5$  e 92  $g.t^{-1}$  de As), foram obtidos com dosagens de 444  $g.t^{-1}$  de oleato de sódio e 100  $g.t^{-1}$  de óleo diesel emulsificado (flotação extensora), sem o uso do CAI. Neste caso, a recuperação mássica foi de 79 %, a recuperação de  $P_2O_5$  foi de 95,2 % e o teor do concentrado final foi superior a 38 %  $P_2O_5$ , com baixos teores de impurezas ( $Fe_2O_3 < 0,8$  %,  $SiO_2 < 2$  %,  $MgO < 0,2$  %,  $Al_2O_3 < 0,3$  %), exceto para o arsênio, o qual passou para 126  $g.t^{-1}$ .

5. Os estudos de flotação em coluna convencional reta (CCR) apresentaram maiores recuperações mássicas e de  $P_2O_5$ , porém a C3P gerou concentrados mais limpos, com maior teor de  $P_2O_5$ , evidenciando o caráter de coluna enriquecedora. Os melhores resultados (CCR) apresentaram 83,8 % de recuperação mássica, 99,4 % de recuperação de  $P_2O_5$  e teores de 38,3 %  $P_2O_5$  e 127  $g.t^{-1}$  de arsênio.

## 6. ESTUDOS FUTUROS

1. Estudos de otimização dos parâmetros operacionais aplicados a concentração de minério de fosfato em coluna de flotação;
2. Avaliar a possibilidade de recirculação do produto drenado, no caso da aplicação da C3P, como forma de aumentar a recuperação global do circuito de flotação;
3. Estudos de validação dos resultados em escala piloto;
4. Estudos da etapa de escrubagem com uso de  $H_3PO_4$  para evitar a formação de  $CaSO_4$  e avaliar a influência sobre o teor de  $P_2O_5$ ;
5. Estudos de avaliação dos produtos concentrados para fabricação de fertilizantes fosfatados.

## 7. REFERÊNCIAS

ABOUZEID, A-Z. M. Physical and thermal treatment of phosphate ores – An Overview. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 85, p. 59-84, 2008.

ANDERSON, R. K., THOMPSON, M., CULBARD, E. Selective reduction of arsenic species by continuous hydride generation. Part I. Reaction media. *Analyst* Vol. 111, p. 1143-1152, 1986.

AQUINO, J.A., OLIVEIRA, M.L.M., DE PAULA JÚNIOR. W.E., TAKAYAMA. T. Flotação em coluna aplicada à recuperação de prata em resíduo de lixiviação. Em: XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Florianópolis, Brasil, Vol. II, p. 27-34, 2004.

ARAUJO, A. C., VIANA, P.R.M., PERES, A.E.C. Flotation Machines in Brazil - Columns versus Mechanical Cells. In: Centenary of Flotation Symposium, 2005, Brisbane. Proceedings of the Centenary of Flotation Symposium. Carlton, VIC., Australia: The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Vol. Único. p. 187-192, 2005.

ARAUJO, A. C., PERES, A. E.C., VIANA, P. R.M., OLIVEIRA, J. F. Flotação de Minérios de Ferro. Flotação: o estado da arte no Brasil. Ed. Chaves A.P. São Paulo. Signus, Vol. 4, p. 444, 2006.

ATEŞOK, G., BOYLU, F., ÇELIK, M.S. Carrier flotation for desulfurization and deashing of difficult-to-float coals. *Mineral Engineering*, Vol. 14, N° 6, p. 661-670, 2001.

BALTAR, C. A.M. Flocculação. Tratamento de Minérios. Ed. Luz, *et al.*, 4ª Edição. Rio de Janeiro. CETEM/MCT, p. 497-531, 2004.

BARROS, L.A.F., LEAL FILHO, L.S., PERES, A.E.C. Plant practice innovations in a phosphate concentrator – Technical note. *Mineral Engineering*. Vol. 14, N° 1, p. 117-121, 2001.

BARROS, L. A. F. Concentração de minérios fosfáticos. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. Flotação – O Estado da Arte no Brasil. Arthur Pinto Chaves (Organizador), Ed. Signus, Vol. IV, Cap. 5, 444 p., 2006.

BEHL, S., MOUDGIL, B.M. Enhanced selectivity of polymer adsorption in selective flocculation. *Minerals and Metallurgical Processing*, May, p. 92-94, 1992.

BOS, J. L., QUAST, K. B. Effects of oils and lubricants on the flotation of copper sulphide minerals. *Minerals Engineering*. Vol. 13 (14-15), p. 1623-1627, 2000.

BRUM I. S., VALDERRAMA L, RUBIO J. Condicionamento turbulento para a recuperação de finos de minérios por flotação - XVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia Vol. 1, 1997.

CABRAL, S. A. Desenvolvimento de um processo de beneficiamento de um minério de chumbo e zinco da CBC. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da UFRGS. Porto Alegre – RS, Brasil. 133 p., 1995.



CABRAL, S. A., RUBIO, J. Flotacão coletiva de sulfetos de Zn e Pb em coluna C3P. In: III Congresso Italo-brasileiro de Mineração. Anais publicados na revista Egatea, 1996, Vol. 11/96. p. 522, 1996.

CAPPONI, F. Avanços na recuperação de finos de minérios pelo processo de flotação “extensora”, o caso da mina de Chuquicamata – Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, 2005.

CHEN, G., GRANO, S, SOBIERAJ, S., RALSTON, J. The effect of high intensity conditioning on the flotation of nickel ore, Part 1. size-by-size analysis. Minerals Engineering. Vol. 12, Nº10 p. 1185-1200, 1999. (a)

CHEN, G., GRANO, S, SOBIERAJ, S., RALSTON, J. The effect of high intensity conditioning on the flotation of nickel ore, Part 2. mechanisms. Minerals Engineering. Vol. 12, Nº11 p. 1359-1373, 1999. (b)

CHIA, Y. H., SOMASUNDARAM, P. A theoretical approach of flocculation in carrier flotation for beneficiation of clay. Colloids and Surfaces. Vol. 8, p. 187-202, 1983.

CLAYTON, R., JAMESON, G. J., MANLAPIG, E. V. The development and application of the Jameson cell. Minerals Engineering. Vol. 4 (7-11), p. 925-933, 1991.

COLLINS, D. N., READ, A. D. The treatment of slimes. Mineral Science and Engineering, Randburg – África do Sul. Vol. 3, p. 19-31, 1971.

COSTA, T. M.H. Estudos de flocação seletiva em um sistema Amilopectina Hematita / Quarto. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, - PPGEM/UFRGS, p. 135, 1985.

DE WITT, C.C. Froth flotation concentration – Industrial and Engineering Chemistry. Separations Operations. Vol. 32, Nº 5, 1940.

DMTRIEVA, G. M., SOLNYSHKIN, V. I. e SHMIDT, O. V. The influence of certain nonpolar reagents on the flotation of chalcopyrite. Flotation Agents and Effects. Ed. Solnyshkin, G.M. Israel Program for Scientific Translations, Jerusalem. p. 25-32, 1970.

DOBBY, G. S. A fundamental flotation model and flotation column scale-up. Doctor thesis – Department of Mining and Metallurgical Engineering – McGill University, Montreal-Canada. p. 259, 1984.

EK, C. Flotation kinetics. In: Innovations in flotation technology. P. Mavros and K. A. Matis (Eds), p. 183-210, 1992.

EL-SHALL, H., ABDEL-KHALEK. N.A., SVORONOS. S. Collector-frother interaction in column flotation of Florida phosphate. International Journal of Mineral Processing. Vol. 20, p. 187-199, 2000.

ENGEL, M. D., MIDDLEBROOK, P. D., JAMESON, G.J. Advanced in the study of high intensity conditioning as a means of improving mineral flotation performance. Minerals Engineering. Vol. 10, p. 55-68, 1997.

FALUTSU, M., DOBBY, G. S. Direct measurement of froth drop back and collection zone recovery in a laboratory flotation column. *Minerals Engineering*. Vol. 2(3), p. 377-386, 1989. (a)

FALUTSU, M., DOBBY, G. S. Direct measurement of froth zone performance in a laboratory flotation column. *The International Symposium on Processing of Complex Ore*. Dobby and Rao Ed., Halifax, p. 335-347, 1989. (b)

FINCH, J. A., DOBBY, G. S. *Column flotation*. Pergamon Press, Great Britain, first edition, 1990.

FINCH, J. A. Column flotation: A selected review - part IV: Novel flotation devices. *Minerals Engineering*. Vol. 8 (6), p. 587-602, 1995.

FUERSTENAU, D. W., LI, C., HANSON, J. S. Shear-flocculation and carrier flotation of fine hematite. In: *Proceedings of Symposium on the Production and Processing of fine particles*. Vol. 17, p. 329-335, 1988.

FUERSTENAU, D. W., LI, C., HANSON, J. S. Enhancement of fine hematite flotation by shear flocculation and carrier flotation. In *Proceedings of XVII International Mineral Processing Congress, Dresden, Alemanha*, Vol. 2, p. 169-180, 1991.

GOMES, M. A. B. *Processamento industrial de fosfatos naturais de rocha para obtenção de fosfatos livres de flúor*. Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Zootecnia, 2006.

GRÄSBERG, M. E MATTSON, K. Novel process at Yxsjöberg, a pointer towards future more sophisticated flotation methods. In *Proceedings of 13th International Mineral Processing Congress*, ed. J. Laskowski, Warsw, p.294-315, 1979.

GUIMARÃES, R.C., PERES, A.E.C. Experiência brasileira de produção de concentrado fosfático a partir de lamas. Em: *XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*, Recife, Brasil, Vol. I, p. 247-253, 2002.

GUIMARÃES, R.C., PERES, A.E.C. Production of phosphate concentrates from slimes: Brazilian experience. In: *Proceedings XXII International Mineral Processing Congress*, Cape-Town, África do Sul, p. 606-612, 2003.

GULBRANDSEN, R.A. Chemical composition of phosphorites of the Phosphoria Formation. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol. 30(8), p. 769-778, 1966.

GREENE, E. W., DUKE, J. B. Selective froth flotation of ultrafine minerals of slimes. *Mining Engineer*, Litleton, Vol. 14, p. 51-55, 1962.

HILL, W. L., MARSHALL, H. L., AND JACOB, K. D. Minor metallic constituents of phosphate rock. *Ind. Eng. Chem.*, Vol. 24, p. 1306-1312, 1932.

HU, W., LIU, G. Design and operating experiences with flotation column in China. In *Column flotation, '88, annual SME Meeting*, K.V. Sastry Ed., Phoenix-Arizona, p. 35-42, 1988.

- KING, R.P. Flotation of fine particles, In: Principles of Flotation, Ed. King, R. P., South Africa Institute of Mining and Metallurgy, Johannesburg, p. 215-226, 1982.
- KOH, P.T.L., WARREN, L.J. Flotation of Floccs of Ultrafine Scheelite Trans. Inst. Min. Metall., June , Vol. 86 C, p. 94-95, 1977.
- KRAUSKOPF, K. B. Sedimentary deposits of rare metals: in Economic Geology (50th Anniversary Volume, 1905-1955), A. M. Bateman, ed. Economic Geology. p. 411-463, 1955.
- LAPIDO-LOUREIRO, F. E. V., MELAMED, R. O fósforo na agricultura brasileira: uma abordagem minero-metalúrgica – Série estudos e documentos. – VERSÃO PROVISÓRIA, 2007.
- LASKOWSKI, J.S. Oil assisted fine particle processing. En: Fuerstenau D.W. (advisory editor). *Developments in Mineral Processing*, Vol.12: Laskowski, J.S. and Ralston, J. (Eds.) Colloid Chemistry in Mineral Processing. Elsevier, p. 361-394, 1992.
- LAZAREVA, O., PICHLER, T. Naturally occurring arsenic in the Miocene Hawthorn Group, southwestern Florida: Potential implication for phosphate mining. *Geochemistry*. Vol. 22, p. 953-973, 2007.
- LEDO, P.G.S., PAULO, J.B.A., LIMA, R.F.S., BRANDÃO, P.R.G., Vieira, M. Flotação de calcita utilizando óleos vegetais regionais saponificados. Em: Anais XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Florianópolis, Brasil, Vol. 2, p. 61-69, 2004.
- LIU, J., MAK, T., ZHOU, Z., XU, Z. Fundamental study of reactive oily-bubble flotation. *Minerals Engineering*. Vol. 15, p. 667-676, 2002.
- LOPES, A.S., SILVA, C.A.P., BASTOS, A.R.R. Reservas de fosfatos e produção de fertilizantes fosfatados no Brasil e no mundo – em Fósforo na Agricultura Brasileira Eds Yamada, T. e Abdalla, S.R.S. - Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 2004.
- LOUREIRO, F. E. L., MONTE, M. B. M., NASCIMENTO, M. Agrominerais – Fosfato em Rochas & Minerais Industriais – Usos e especificações, p. 141-174, 2º Ed. Rio de Janeiro, CETEM, 2008.
- LU, S. e DAI, Z. Separation of ultrafine mineral particles by hydrophobic aggregation methods. In: International Symposium on the production and processing of fine particles. Vol. 17, p. 308-316, 1988.
- MCCONNELL, D. A structural investigation of the isomorphism of the apatite group. *Amer. Mineral.*, Vol. 23, p. 1-19, 1938.
- MANDAL, B. K., SUZUKI, K. T. Arsenic round the world: a review. *Talanta*, Vol. 58, p. 201-235, 2002.
- MATHUR, S., MOUDGIL, B.M. Separation of apatite from high MgO phosphates by selective flocculation. *Proceedings of the XIX International Mineral Processing Congress*. San Francisco, CA, p. 43-46, 1995.

MATHUR, S., MOUDGIL, B.M., PRADIP. Apatite-dolomite separation by selective flocculation using polyacrylic acid. *Minerals and Metallurgical Processing*, Vol. 13 (1), p. 1-3, 1996.

MATHUR, S., SINGH, P., MOUDGIL, B.M. Advances in selective flocculation technology for solid-solid separations. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 58, p. 201-222, 2000.

MATIOLO, E. Recuperação otimizada de finos de minérios de cobre e molibidênio por flotação não convencional. Dissertação de mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais - PPGEM/UFRGS, Porto Alegre, 2005.

MATIOLO, E. Avanços na coluna de três produtos - C3P: Fundamentos e Aplicações. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, - PPGEM/UFRGS, p. 122, 2008.

MAURICIO, A; BERMUDEZ, CELLA; ANAYA, RAQUEL C. Calibración del separador magnético de alta intensidad magnet-lift mlh (13) 111-5 para su uso en el laboratorio de termocronología de la UCV. *Rev. Fac. Ing. UCV, Caracas*, Vol. 22, n. 3, 2007. Disponível em <[http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S079840652007000300007&lng=es&nrm=iso](http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S079840652007000300007&lng=es&nrm=iso)>. Acesso em 08 agosto de 2012.

MOHANTY, M. K. e HONAKER, R. Q. A comparative evaluation of the leading advanced flotation technologies. *Minerals Engineering*, Vol. 12 (1), p.1-13, 1999.

NEGERI, T., BOISCLAIR, M, COTNOIR, D. Flotation pulp conditioning intensity determination and scale-up considerations. *International Mineral Processing Congress Turkey*, 2006.

OLDSHUE, J.Y. The role of mixing in beneficiation of minerals fines. *Beneficiation of mineral fines: Problems and Research needs*. National Science Foundation Workshop Rep. P. Somasundaran e N. Albiter (Ed). Chapter 16, p. 201-223, 1978.

OLIVEIRA, M.L.M., AQUINO, J.A., SEMAAN, W.M. Análise técnica da unidade industrial de flotação de prata da Companhia Paraibuna de Metais. Em: *XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*. Recife-PE, Brasil. Vol I, p. 221-227, 2002.

OLIVEIRA, M. S., PERES, A. E. C. Flotabilidade da apatita e minerais de ganga provenientes de minério sílico-carbonatado com oleato de sódio. *REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto*, Vol. 63(3), p. 551-557, 2010.

OZKAN, A., USLU, Z., DUZYOL, S., UCBEYIAY, H. Correlation of shear flocculation of some salt-type minerals with their wettability parameter – *Chemical Engineering and Processing*, 2006.

PEASE, J. D., CURRY, D. C., YOUNG, M. F. Designing flotation circuits for high fines recovery. *Minerals Engineering*. Vol. 19, p. 831-840, 2006.

PERRY, R.H., GREEN, D.W. Eds. *Perry's Chemical Engineers Handbook*, 7<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill, New York, 1997.

POTAFOS. [www.potafos.org](http://www.potafos.org), ARQUIVO DO AGRÔNOMO Nº 10 – MARÇO/96, 12p., acesso 07/04/2010.

RAVISHANKAR, S.A., PRADIP, KHOSLA, N.K. Selective flocculation of iron oxide from its synthetic mixtures with clays: a comparison of polyacrylic acid and starch polymers. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 43, p. 235-247, 1995.

RODRIGUES, R. T., RUBIO, J. New basis for measuring size distribution of bubbles. *Minerals Engineering*, Vol. 16 (8), p. 757-765, 2003.

RODRIGUES, R. T. Desenvolvimento da técnica LTM-BSizer para a caracterização de bolhas e avaliação de parâmetros no processo de flotação. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, - PPGEM/UFRGS, p. 114, 2004.

RODRIGUEZ, D. A. Caracterização do sistema de flotação em coluna de finos de fluorita de Santa Catarina. Dissertação de Mestrado – Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da UFRGS, 177 p, 1991.

RODRIGUES, R. T.; RUBIO, J. DAF-dissolved air flotation: Potential applications in the mining and mineral processing industry. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 82, p. 1-13, 2007.

ROMANO, R. C. O., SCHREURS, H., JOHN, V. M., PILEGGI R. G. Influência da técnica de dispersão nas propriedades de sílica ativa. *Cerâmica*, Vol. 54, p. 456-461, 2008.

ROSA, J. J. O condicionamento à alta intensidade e a recuperação de finos de minérios por flotação – Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, 1997.

ROSA, J. J., RODRIGUES R. T., RUBIO, J. Condicionamento em alta intensidade para aumentar a recuperação de finos de minérios por flotação. *Anais XVII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa e I Seminário de Química de Colóides aplicada à Tecnologia Mineral*. Águas de São Pedro, SP-Brasil. Vol. 2, p. 521-542, 1998.

RUBIO, J., FUERSTENAU, D. W. Flocculação seletiva em um sistema Hematita/Quartzo. In: VI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia. Rio de Janeiro-RJ. p. 747-751, 1979.

RUBIO, J., MARABINI, A. M. Factors affecting the selective flocculation of hydroxyapatite from a quartz/calcite system. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 20, p. 59-71, 1987.

RUBIO, J, RODRIGUEZ, D. Processo de Flotação de finos de fluorite em coluna modificada. *Proceedings of the II Meeting of the Souther Hemisphere on Mineral Technology, Flotação: Fundamentos, Prática e Meio Ambiente*. Belo Horizonte, Brasil, p. 369-388, 1992.

RUBIO, J.; HOBERG, H. The process of separation of fine mineral particles by flotation with hydrophobic polymeric carrier. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 37, p. 109-122, 1993.

RUBIO, J. Modified column flotation of mineral particles. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 48, p 183-196, 1996.

RUBIO, J. Carvão Mineral - Caracterização e Beneficiamento. Porto Alegre-RS. Vol. 1, p. 240, 1988.

RUBIO, J., SOUZA, M. L., SMITH, R. W. Overview of flotation as a wastewater treatment technique. *Minerals Engineering*. Vol. 15, p. 139-155, 2002.

RUBIO, J., CAPPONI, F., MATIOLO, E., NUNES, D., GUERRERO, C. P., BERKOWITZ, G. Advances in flotation of mineral fines. In *Proceedings XXII International Mineral Processing Congress, Cape-Town, África do Sul*, p. 1014-1020, 2003.

RUBIO, J., CAPPONI, F., MATIOLO, E., ROSA, J. Avanços na flotação de finos de minérios sulfetados de cobre e molibdênio. *Anais XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Florianópolis – SC, Brasil*. Vol. 2, p. 69-77, 2004.

SANTANA, R. C. Análise da influência do tamanho da partícula na flotação da apatita em coluna. *Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, da UFU. Uberlândia – MG, Brasil*. 106 p., 2007.

SANTANDER, M. E. Aplicação de uma coluna de flotação modificada no tratamento de sulfetos metálicos. *Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da UFRGS. Porto Alegre – RS, Brasil*. 162 p., 1993.

SANTANDER, M. E., BEAS, E., RUBIO, J. Flotación en columna modificada de sulfuros de cobre. *Anais do IV Southern Hemisphere Meeting on Mineral Technology, Concepción – Chile, S. Castro e J. Alvarez, (Eds), Vol. 4, p. 165-178, 1994*

SANTOS, E. P. Alternativas para o tratamento de ultrafinos de minério de ferro da Mina do Pico/MG por flotação em coluna. *Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, - PPGE-3M/UFRGS*, p. 136, 2010.

SASTRY, K.V.S. Flotation separation of mineral fines. *N.S.F. Workshop on Beneficiation of Mineral Fines. Problems and Research Needs, Tuxedo, N.Y., 1978*.

SCHUHMANN, R., JR. Flotation kinetics, 1. Methods for steady-state study of flotation problems. *J. Phys. Chem.*, Vol. 46, p.891-902, 1942.

SHELDON, R. P. Physical stratigraphy and mineral resources of Permian rocks in western Wyoming: II. *S. Geol. Surv. Prof. Paper*, Vol. 313-B, p. 49-271, 1963.

SILVA, J. C. F., SOUZA, M. D., BARROS. O circuito de recuperação de ultrafinos do complexo de mineração de Tapira (CMT-Fosfertil). Em: *XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Recife, Brasil, Vol. I, p. 32-40, 2002*.

SIS, H., CHANDER, S. Reagents used in the flotation of phosphate ores: a critical review. *Minerals Engineering*, Vol. 16, p. 577-585, 2003.

SIVAMOHAN, R., FORSSBERG, E. Recovery of heavy minerals from slimes. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 15, p. 297-314, 1985.

SIVAMOHAN, R. The problem of recovering very fine particles in mineral processing – a review. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, Vol. 28, p. 247-288, 1990.

SNOW, R. E. Flotation of Phosphate ores containing Dolomite. United States Patent, Nº 4.364.824, 1982.

SOMASUNDARAN, P. Principles of flocculation, dispersion, and selective flocculation. Fine particle processing. New York : AIME, p. 947-976, 1980.

SONG, S., LOPEZ-VALDIESO, A., REYES-BAHENA, J. L., LARA-VALENZUELA, C. Floc flotation of galena and sphalerite fines. *Minerals Engineering*. Vol. 14 (1), p. 87-98, 2001.

SOUZA, A. E., FONSECA, D. S. Fosfato.

[https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra\\_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=4003](https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=4003)  
Publicação DNPM, 23p., acesso 07/04/2010.

STOW, S. H. The occurrence of arsenic and the color-causing components in Florida land-  
pebble phosphate rock. *Economic Geology*. Vol. 64, p. 667-671, 1969.

SUBRAHMANYAN, T. V., FOSSBERG, E. S. Carrier flotation of galena. In: Conference -  
Mineral Technology, Hogskolan i Lulea, Sweden, p. 61-73, 1989.

TABOSA, E. O. Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de  
minérios: fundamentos e aplicações. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação  
em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, - PPGEM/UFRGS, p. 102, 2007.

TAKATA, L. A. Flotação em coluna – em Teoria e Prática do Tratamento de Minérios, Vol.  
4. Flotação – O Estado da Arte no Brasil. Ed. Chaves, A.P. p. 45-71, 2006.

TESTA, F. G. Avanços na flotação de finos de minério com condicionamento em alta  
intensidade. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas,  
Metalúrgica e Materiais, - PPGEM/UFRGS, p. 82, 2008.

TESTA, F. G., FONSECA, R., RUBIO, J. O condicionamento em alta intensidade (CAI) na  
flotação de fosfatos. In: XXIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia  
Extrativa. Gramado-RS. Vol. 1, p. 331-338, 2009.

TRAHAR, W. J. A rational interpretation of role of particle size in flotation. *International  
Journal of Mineral Processing*. Vol. 2, p. 289-327, 1981.

TRAHAR, W. J., WARREN, L. J. The flotability of very fine particles - A review.  
*International Journal of Mineral Processing*. Vol. 3 (2), p. 103-131, 1976.

VALDERRAMA, L.; PAVEZ, O.; PEREZ, C.; RUBIO, J. High intensity conditioning to  
improve flotation of gold fine particles. *Proceedings International Mineral Processing  
Congress, San Francisco – EUA*. Vol. 4, pp. 27-30, 1995.

VALDERRAMA, L. C. Estudos de flotação não convencional para o tratamento de rejeitos de  
ouro. Tese de Doutorado, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica  
e de Materiais da UFRGS, 124 p, 1997.

VALDERRAMA, L., PÉREZ, C., RUBIO, J. High intensity conditioning to improve flotation of gold fine particles - XX International Mineral Processing Congress – Vol. 4, 1997.

VALDERRAMA, L., RUBIO, J. High intensity conditioning and the carrier flotation of gold fine particle. *Int. Journal of Mineral Processing*, Vol. 52, p. 273-258, 1998.

VALDERRAMA, L., DA ROSA, J. J. SANTANDER, M., RUBIO, J. Treatment of Gold Tailings with the 3PC-Column Flotation. In: *Proceedings of the XXI International Mineral Processing Congress*, Roma, Itália, 23-27 de julho de 2000, Vol. B (9), p. 30-36, 2000.

VALDERRAMA, L., GUZMÁN, D., ZAZZALI, B. Efecto de la hélice en la recuperación de partículas finas de cobre y oro en relaves . *Anais do VI SHMMT e XVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*, Rio de Janeiro, 2001.

VALDERRAMA, L., RUBIO, J., PÉREZ, S. Comparación entre la columna de flotación modificada y la columna recta usando relaves de oro. *Anais XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*. Recife, Brasil, Vol. 1, p. 216-220, 2002.

WARREN, L. J. Flocculation of stirred suspensions of cassiterite and tourmaline. *Colloids and Surfaces*. Vol. 5 (4), p. 301-319, 1982.

WARREN, L. J. Shear-flocculation of ultrafine scheelite in sodium oleate solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol. 50 (2), p. 307-318, 1975.

WEISSENBORN, P. K., WARREN, L. J., DUNN, J. G. Optimisation of selective flocculation of ultrafine iron ore. *International Journal of Mineral Processing*. p. 191-213, 1994.

WHEELER, D. Historical view of column flotation development, In *Column Flotation '88*, Annual SME meeting, K. V. Sastry Ed. Phoenix-Arizona, p. 3-4, 1988.

YIANATOS, J. B., BERGH, L. G., DÍAZ, F., RODRÍGUEZ, J. Mixing characteristics of industrial flotation equipment. *Chemical Engineering Science*. Vol. 60, p. 2273-2282, 2005.

YIANATOS, J., Current status of column flotation. In *Proceedings of flotation and flocculation: From Fundamentals to Applications*, Strategic Conference and Workshop, Kona-Hawaii, p. 213-220, 2002.

YOON, R.H., LUTRELL, G.H. The effect of bubble size on fine particle flotation. *Frothing in flotation*. Ed. Janusz S. Laskowski, p. 101-122, 1989.

ZHANG, P. YU, Y. BOGAN, M. Challenging the “Crago” Double Float Process II. Amine-Fatty Acid Flotation of Siliceous Phosphates. *Minerals Engineering*, Vol.10, p. 983-994, 1997.



## ANEXOS

### ANEXO A – Instrução Normativa SDA N° 27, 5 DE JULHO DE 2006

INSTRUÇÃO NORMATIVA SDA N° 27, 05 DE JUNHO DE 2006.  
Publicada no D.O.U do dia 09/06/2006, n° 110, seção 1, páginas 15 e 16

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SUBSTITUTO, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que confere o art. 42, do Anexo I, do Decreto n° 5.351, de 21 de janeiro de 2005, tendo em vista o disposto no Decreto n° 4.954, de 14 de janeiro de 2004, que regulamentou a Lei n° 6.894, de 16 de dezembro de 1980, e o que consta do Processo n° 21000.001052/2005-96, resolve:

Art. 1° Os fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, para serem produzidos, importados ou comercializados, deverão atender aos limites estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V desta Instrução Normativa no que se refere às concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas.

Art. 2° Os estabelecimentos que produzam ou importem fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes deverão manter controle periódico das matérias-primas e dos produtos no que se refere aos contaminantes previstos nesta Instrução Normativa, sem prejuízo de controles previstos em outras legislações e normas.

Art. 3° Aos resultados analíticos obtidos serão admitidas tolerâncias limitadas a 30% (trinta por cento) dos valores definidos nesta Norma.

Parágrafo único. A tolerância prevista no caput deste artigo não se aplica aos limites estabelecidos como ausentes dos Anexos IV e V.

Art. 4° Os métodos analíticos para determinação dos agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas previstos nesta Norma serão estabelecidos em até um ano, a partir da data de publicação desta Instrução Normativa, por ato da Secretaria de Defesa Agropecuária - SDA, de acordo com o disposto nos arts. 70 e 71 do regulamento aprovado pelo Decreto n° 4.954, de 14 de janeiro de 2004.

Art. 5° Os valores constantes dos Anexos I, II, III, IV e V deverão ser revistos em até quatro anos contados da data de publicação da presente Instrução Normativa.

Art. 6° Esta Instrução Normativa não se aplica aos produtos fabricados, importados e comercializados em data anterior a sua publicação.

Art. 7° Aos infratores desta Instrução Normativa serão aplicadas as sanções previstas no Decreto n° 4.954, de 2004.

Art. 8° Os casos omissos e as dúvidas suscitadas na execução desta Instrução Normativa serão resolvidos pela Secretaria de Defesa Agropecuária.

Art. 9° Sem prejuízo do disposto no art. 17, do Anexo do Decreto n° 4.954, de 2004, os estabelecimentos produtores terão prazo de até um ano, a partir da data de publicação desta Instrução Normativa, para adequarem seus produtos aos limites máximos estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V desta Norma.

Art. 10. Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

NELMON OLIVEIRA DA COSTA

## ANEXO I

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS EM FERTILIZANTES MINERAIS QUE CONTENHAM O NUTRIENTE FÓSFORO, MICRONUTRIENTES OU COM FÓSFORO E MICRONUTRIENTES EM MISTURA COM OS DEMAIS NUTRIENTES

Metal Pesado	Valor admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) por ponto percentual (%) de $P_2O_5$ e por ponto percentual da somatória de micronutrientes (%)		Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) na massa total do fertilizante	
	Coluna A $P_2O_5$	Coluna B Somatório da garantia de micronutrientes	Coluna C Aplicável aos Fertilizantes minerais mistos e complexos com garantia de macronutrientes primários e micronutrientes	Coluna D Aplicável aos Fertilizantes fornecedores exclusivamente de micronutrientes e aos fertilizantes com macronutrientes secundários e micronutrientes
Arsênio (As)	2,00	500,00	250,00	4.000,00
Cádmio (Cd)	4,00	15,00	57,00	450,00
Chumbo (Pb)	20,00	750,00	1.000,00	10.000,00
Cromo (Cr)	40,00	500,00		-
Mercurio (Hg)	0,05	10,00		-

## • Notas:

- Para os fertilizantes minerais fornecedores exclusivos de micronutrientes e para os fertilizantes minerais com macronutrientes secundários e micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória das percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna D;
- Para os fertilizantes minerais simples que contenham  $P_2O_5$  e não contenham micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação do maior percentual de  $P_2O_5$  garantido ou declarado pelo valor da coluna A;
- Para os fertilizantes minerais mistos e complexos que contenham  $P_2O_5$  e não contenham micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação do maior percentual de  $P_2O_5$  garantido ou declarado pelo valor da coluna A. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
- Para os fertilizantes mistos e complexos que contenham  $P_2O_5$  e micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória das percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B, somado ao valor obtido pela multiplicação do maior percentual de  $P_2O_5$  garantido ou declarado pelo valor da coluna A. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
- Para os fertilizantes mistos e complexos que contenham Nitrogênio e/ou Potássio e micronutrientes, sem garantia de  $P_2O_5$ , o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória das percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B, somado ao valor definido no Anexo II desta Norma. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
- Para os fertilizantes minerais com Fósforo cujo maior valor garantido ou declarado de  $P_2O_5$  seja de até 5% e que não contenham micronutrientes, aplicam-se os valores máximos de contaminantes definidos no Anexo II desta Norma.

## ANEXO II

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS PARA OS FERTILIZANTES MINERAIS COM NITROGÊNIO, POTÁSSIO, MACRONUTRIENTES SECUNDÁRIOS, PARA OS COM ATÉ 5% DE  $P_2O_5$  E PARA OS DEMAIS NÃO ESPECIFICADOS NO ANEXO I

Metal Pesado	Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) na massa total do fertilizante
Arsênio (As)	10,00
Cádmio (Cd)	20,00
Chumbo (Pb)	100,00
Cromo (Cr)	200,00
Mercurio (Hg)	0,20

## ANEXO III

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS EM CORRETIVOS DE ACIDEZ, DE ALCALINIDADE, DE SODICIDADE E PARA SILICATO DE CÁLCIO, SILICATO DE MAGNÉSIO, CARBONATO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO E ESCÓRIA SILICATADA

Metal Pesado	Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg)
Cádmio	20,00
Chumbo	1.000,00

## ANEXO IV

## LIMITES MÁXIMOS DE CONTAMINANTES ADMITIDOS EM SUBSTRATO PARA PLANTAS E CONDICIONADORES DE SOLO

Contaminante	Valor máximo admitido
Sementes ou qualquer material de propagação de ervas daninhas	0,5 planta por litro, avaliado em teste de germinação
As espécies fitopatogênicas dos Fungos do gênero <i>Fusarium</i> , <i>Phytophthora</i> , <i>Pythium</i> , <i>Rhizoctonia</i> e <i>Sclerotinia</i>	Ausência
Arsênio (mg/kg)	20,00
Cádmio (mg/kg)	8,00
Chumbo (mg/kg)	300,00
Cromo (mg/kg)	500,00
Mercurio (mg/kg)	2,50
Níquel (mg/kg)	175,00
Selênio (mg/kg)	80,00
Coliformes termotolerantes - número mais provável por grama de matéria seca (NMP/g de MS)	1.000,00
Ovos viáveis de helmintos - número por quatro gramas de sólidos totais (n° em 4g ST)	1,00
<i>Salmonella</i> sp	Ausência em 10g de matéria seca

## ANEXO V

## LIMITES MÁXIMOS DE CONTAMINANTES ADMITIDOS EM FERTILIZANTES ORGÂNICOS

Contaminante	Valor máximo admitido
Arsênio (mg/kg)	20,00
Cádmio (mg/kg)	3,00
Chumbo (mg/kg)	150,00
Cromo (mg/kg)	200,00
Mercurio (mg/kg)	1,00
Níquel (mg/kg)	70,00
Selênio (mg/kg)	80,00
Coliformes termotolerantes - número mais provável por grama de matéria seca (NMP/g de MS)	1.000,00
Ovos viáveis de helmintos - número por quatro gramas de sólidos totais (n° em 4g ST)	1,00
<i>Salmonella</i> sp	Ausência em 10g de matéria seca

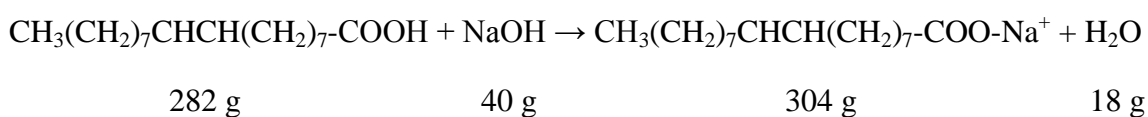
## • Nota:

1. Para os fertilizantes organominerais, o valor máximo admitido para cada contaminante será obtido pela soma dos valores deste Anexo V com os valores referentes às garantias dos nutrientes, calculados pelo Anexo I ou Anexo II desta Norma, conforme o caso.

## ANEXO B – Procedimento de preparo do Oleato de sódio

1. Preparar uma solução de NaOH (Pesar ~ 10 g e diluir e 10 mL de água), e depois dissolver em 50 g de ácido Oleico (reação exotérmica). Agitar bem até ficar pastoso. Detalhamento da reação estequiométrica está descrito abaixo.
2. Deixar por um período de 2 horas em estufa a 105-110 °C, até secar.
3. Deixar esfriar, e utilizar o moinho de facas para a pulverização do oleato de sódio.

### REAÇÃO DO ÁCIDO OLEICO COM NaOH



Densidade do ácido oleico = 0,9 g/cm<sup>3</sup>

v = 1 L de ácido oleico = 1000 cm<sup>3</sup>

m = 900 g de ac. oleico

Massa de soda necessária para a estequiometria:

282 g - 40 g

900 g - x = 127,66 g (massa de soda necessária)

Produto formado (saponificação)

282 g - 304 g

900 g - y = 970,21 g (produto formado)

**ANEXO C – Preparo de solução de óleo de soja saponificado (1 % p/v)**

1. Pesar 10 g de óleo de soja em um béquer;
2. Adicionar 25,7 g de água destilada/deionizada e agitar por 5 min.;
3. Adicionar 11,9 mL de hidróxido de sódio a 10 % p/v e manter sob agitação;
4. Aquecer à 70 °C por 15 min.;
5. Adicionar 950 g de água destilada/deionizada para diluição.

## ANEXO D – Preparo de amostra e análise de fosfato

### DIGESTÃO DA AMOSTRA

- Pesar 1 g da amostra
- Adicionar 10 mL de HCl P.A. e 50 mL de água deionizada
- Levantar à chapa de aquecimento e tampar cada béquer com vidro de relógio
- Reduzir a amostra a um volume menor que 25 mL
- Resfriar
- Transferir para balão volumétrico de 250 mL utilizando papel de filtro quantitativo e avolumar

### ANÁLISE DE FOSFATO

#### 1. Preparo da solução Corante

- Dissolver 20 g de Molibdato de Amônio e 1 g de Metavanadato de amônio em 100 mL de água deionizada quente
- Esfriar e transferir pra balão de 1000 mL
- Adicionar 140 mL de HNO<sub>3</sub> P.A.
- Avolumar

#### 2. Curva de Calibração

- Preparar padrões para curva de calibração a partir de um padrão Merck de 1000 ppm de fosfato
- As concentrações para curva de calibração são: 0 (Branco), 10, 20, 30, 40, 50 e 60 ppm
- Pipetar o volume necessário para cada concentração para balões de 100 mL
- Adicionar 25 mL da solução corante e avolumar
- Deixar em repouso por 10 minutos
- Proceder com a leitura no fotômetro de UV, em 430 nm
- Realizar as leituras do branco e dos padrões preparados
- Fazer regressão linear e obter equação

#### 3. Análise

- Pipetar uma alíquota de 2,5 mL da amostra digerida para balão volumétrico de 100 mL
- Adicionar 25 mL da solução corante e avolumar
- Deixar em repouso por 10 minutos
- Proceder com a leitura no fotômetro de UV, em 430 nm

## ANEXO E – Condições analíticas do FRX

Elemento	Condições de Análise				Curva Concentrados				Curva Rejeitos			
	Tensão, kV	Corrente, $\mu$ A	Filtro	Meio	Desvio Padrão	Correlação	Faixa de Concentração	Sensibilidade	Desvio Padrão	Correlação	Faixa de Concentração	Sensibilidade
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	5	1000	Não	Hélio	0,65 %	0,9983	16,5 – 37,3 %	421 cps/%	0,7 %	0,9957	2,3 – 16,5 %	356 cps/%
As	20	413	Al	Hélio	11,9 ppm	0,9668	13 – 137 ppm	0,892 cps/ppm	9,55 ppm	0,9885	13 - 146 ppm	1,46 cps/ppm
CaO	9	1000	Não	Ar	1,86 %	0,9896	30,6 – 53,9 %	1796 cps/%	1,86 %	0,9984	4,9 – 26,3 %	2550 cps/%
MgO	5	1000	Não	Hélio	0,02 %	0,9998	0,4 – 1,8 %	120 cps/%	0,02 %	0,9928	1,4 – 3,2 %	70,1 cps/%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30	100	Não	Ar	0,04 %	0,9999	1,0 – 4,4 %	9475 cps/%	0,04 %	0,9665	3,1 – 6,7 %	17165 cps/%
SiO <sub>2</sub>	5	1000	Não	Hélio	1,0 %	0,9848	2,1 – 11,3 %	526 cps/%	0,33 %	0,9978	5,2 – 15,1 %	706 cps/%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	1000	Não	Hélio	0,16 %	0,9992	0,6 – 8,2 %	74.2 cps/%	0,26 %	0,9964	4,1 – 11,3 %	73,8 cps/%