



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto
Departamento de Engenharia de Minas
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral – PPGEM



ATRIÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO

Autora: **FABIANA FONSECA FORTES**

Orientador: **prof. Dr. CARLOS ALBERTO PEREIRA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mineral.

Área de concentração:
Tratamento de Minério

Ouro Preto/MG
Agosto de 2012.

F738a

Fortes, Fabiana Fonseca.

Atrição de minério de ferro [manuscrito] / Fabiana Fonseca Fortes – 2012.
x, 86f.: il. color; grafs.; tabs.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia de Minas. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral.

Área de concentração: Tratamento de Minérios.

Catálogo: sisbin@sisbin.ufop.br

"ATRIÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO"

AUTORA: FABIANA FONSECA FORTES

Esta dissertação foi apresentada em sessão pública e aprovada em 17 de agosto de 2012, pela Banca Examinadora composta pelos seguintes membros:



• Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira (Orientador) – UFOP



• Prof. Dr. Geraldo Magela da Costa (Membro) – UFOP



• Dr. Neymayer Pereira Lima (Membro) – VALE

Ao meu marido, Fabiano, por seu amor.

A minha filha Júlia, gerada junto com esse trabalho.

Aos meus pais, Marcos e Elizabete Fortes, pela compreensão.

A minha irmã, Flávia, por sempre me ajudar.

AGRADECIMENTOS

- Ao professor e orientador Carlos Alberto Pereira pela amizade, confiança e incentivo durante o desenvolvimento deste trabalho e outros anteriores.
- Ao Danilo Campos e Ieso Coutinho que viabilizaram a realização desse mestrado.
- Ao ex-gerente Ernandes Sávio pela indicação do tema dessa dissertação.
- Ao Douglas, Phillipe e Ana pelo comprometimento e realização dos testes laboratoriais.
- Aos técnicos dos laboratórios do Departamento de Engenharia de Minas, UFOP, Rubens Tavares e Antonio Pedro, pela disponibilidade em auxiliar nas atividades práticas.
- Aos amigos da Vale pela prontidão e ensinamentos, em especial ao Daniel Antipoff e Fátima Rodrigues.
- A Equipron, por ter cedido o equipamento para execução dos testes de atrição.
- A todos do Laboratório Vargem Grande, Vale, pela preparação e análise química das amostras.
- Ao CNPq e FAPEMIG pelo financiamento ao longo da realização do projeto.
- A Vale, que viabilizou o desenvolvimento acadêmico e parte do financiamento da pesquisa.
- A Prof. Rosa Malena Fernandes Lima e Prof Geraldo Magela pelo realização da caracterização mineralógica.

RESUMO

A presença de lamas na flotação reversa do minério de ferro é reconhecidamente prejudicial sob vários aspectos. Tradicionalmente, a deslamagem cumpre o papel de remover parte dessa lama. No entanto, dependendo da porosidade e a forma como ela se apresenta em relação aos minerais e a ganga, a deslamagem pode não ser suficiente para maximizar os resultados da concentração. A retirada das lamas pode ser mais eficiente adotando-se o processo de atrição seguida de deslamagem em meio disperso, no caso dessas lamas estarem aderidas as cavidades dos minerais ou adsorvidas em sua superfície. O atrito entre grãos maiores e mais duros uns contra os outros visando a limpeza superficial pode ser tanto melhor quanto for o ajuste de suas variáveis do processo. A atrição está inserida em fluxogramas de beneficiamento de fosfato e areia industrial. Existem pesquisas quanto sua aplicação para o pré-concentrado de zircão e minério de ferro. Porém, pouco se conhece sobre a influência das variáveis desse processo para o minério de ferro. Esse trabalho teve como objetivo investigar as possibilidades de aumento da recuperação metalúrgica e seletividade na flotação reversa do minério de ferro hematítico, beneficiado na instalação de tratamento de minério de Vargem Grande com a adoção da etapa de atrição da polpa de alimentação, seguida de deslamagem em meio disperso. Utilizou-se o planejamento e análise fatorial para identificação das variáveis significativas da atrição na recuperação metalúrgica e índice de seletividade na flotação reversa do minério de ferro, proveniente das Minas do Tamanduá e Capitão do Mato, Quadrilátero Ferrífero. A partir da realização de testes em escala de bancada, concluiu-se que a velocidade de rotação do impelidor da célula de atrição é o principal efeito da atrição com relação à recuperação metalúrgica na flotação, independente do percentual de sólidos na polpa e do tempo de atrição. As lamas obtidas após a atrição no processo de deslamagem eram compostas essencialmente por hematitas e o concentrado da flotação apresentou baixa porosidade.

Palavras-chave: Atrição, Flotação, Minério de Ferro.

ABSTRACT

The presence of sludge in iron ore reverse flotation is known to be harmful in many ways. Traditionally, desliming fulfills the role of removing some of this sludge. However, depending on the porosity and how it is presented on minerals and gangue, desliming may not be sufficient to maximize the concentration results. The sludge can be removed more efficiently by adopting the scrubbing then dispersed through the desliming. The friction between larger and harder grains in each other in order to clean surface can be better as for the adjustment of their process variables. The scrubbing is embedded in flowcharts beneficiation of phosphate and silica sand. There is research and its application to pre-concentrate of zircon and iron ore. However, little is known about the influence of the iron ore process variables. This study aimed to investigate the possibilities of increasing the metallurgical recovery and selectivity in reverse flotation of hematite iron ore received at the Instalação de Tratamento de Vargem Grande by adopting the scrubbing of the pulp supply, then in the midst of desliming dispersed. The experimental planning was used for identification of significant variables of attrition in the metallurgical recovery and selectivity index in reverse flotation of iron ore from the Mina Capitão do Mato e Tamanduá, both in Quadrilátero Ferrífero. The testing bench scale, it was concluded that the rotational speed of the impeller scrubbing cell is the major effect of metallurgical recovery at flotation, regardless of the percentage of solids in the pulp and the time scrubbing. The sludge obtained in desliming after the scrubbing were essentially composed of hematite and the flotation concentrate showed low porosity.

Key words: Scrubbing, Flotation and Iron Ore.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	2
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
3.1. <i>Minério de Ferro</i>	3
3.2. <i>Atrição</i>	10
3.2.1. Equipamentos de Atrição	13
3.2.2. Aplicações da atrição	19
3.2.3. Variáveis do processo de atrição.....	21
3.2.4. Avaliação efeitos da atrição	23
3.3. <i>Dispersão e coagulação</i>	26
3.4. <i>Planejamento de Experimentos</i>	36
3.4.1. Planejamento Fatorial Completo 2k.....	37
3.4.2. Abordagem Estatística de Plackett-Burman	39
3.4.3. Amostragem	41
4. MATERIAIS E MÉTODOS	45
4.1. <i>Origem e preparo das amostras</i>	45
4.2. <i>Planejamento de Experimentos</i>	48
4.2.1. Plackett-Burman.....	48
4.2.2. Experimento Fatorial Completo 2 ³	50
4.3. <i>Testes de Atrição</i>	51
4.4. <i>Deslamagem</i>	53
4.5. <i>Flotação em Bancada</i>	54
4.6. <i>Caracterização das amostras</i>	55
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
5.1. <i>Unidades amostrais</i>	58

5.2. <i>Experimento Plackett-Burman</i>	60
5.3. <i>Teses exploratórias adicionais</i>	71
5.4. <i>Experimento Fatorial Completo 2³</i>	73
5.5. <i>Parâmetros de porosidade</i>	79
5.6. <i>Caracterização mineralógica</i>	81
6. CONCLUSÃO	84
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
8. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	86

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Principais jazidas na Sinclinal de Moeda.....	4
Figura 2: Exemplo de martita (M) da Mina de Tamanduá com baixa porosidade	7
Figura 3: Exemplo de martita (M) da Mina de Tamanduá com porosidade interconectada	7
Figura 4: Exemplos de hematita sinuosa (Hs) com pouca porosidade (P), martita (Mt) e magnetita relictual (Mg) da Mina Capitão do Mato	8
Figura 5: Exemplos de hematita lamelar (Hl) com relictos de magnetita (Mg) e poros (P) da Mina Capitão do Mato.....	8
Figura 6: Planta de jateamento para atrição de material granulado.....	14
Figura 7: Lavagem em peneira de material granulado	14
Figura 8: Tambor de Atrição	15
Figura 9: Equipamentos para atrição de material fino: <i>Pug Mill</i>	15
Figura 10: Equipamentos para atrição de material fino: <i>Log washer</i>	16
Figura 11: Lavador de material: <i>Screw washer</i>	16
Figura 12: Lavador de rosca	17
Figura 13: Célula de atrição industrial.....	18
Figura 14: Circulação da polpa em célula de atrição.....	18
Figura 15: Modelo dupla camada elétrica na superfície de um sólido	27
Figura 16: Alteração do potencial eletrocinético da hematita pela adição de NaOH....	29
Figura 17: Alteração do potencial zeta da hematita pela adição de íons não determinantes do potencial	30
Figura 18: Teoria DLVO clássica: curvas de energia de interação em função da distância de aproximação mútua de duas partículas.	31
Figura 19: Estrutura do carboximetilcelulose.....	32
Figura 20: Estrutura do poliacrilato.....	33
Figura 21: Estrutura do hexametáfosfato.....	35
Figura 22: Seqüência de amostragem	45
Figura 23: Homogeneização e quarteamento da amostra de minério de ferro	46
Figura 26: Célula de atrição Equipron, 1500 cm ³	51
Figura 27: Seção de um sólido poroso e formação da monocamada molecular.....	56
Figura 28: Preenchimento completo dos poros	56
Figura 24: Histograma das amostras para teste	58
Figura 25: Gráfico de controle das amostras para teste.....	60
Figura 29: Cálculo do efeito das variáveis para a recuperação metalúrgica.....	67

Figura 30: Cálculo do efeito das variáveis da atrição e fictícias para a seletividade.....	69
Figura 31: Análise dados da alimentação da flotação dos experimentos fatoriais	73
Figura 32: Gráfico de dispersão do índice de seletividade e recuperação metalúrgica.	76
Figura 33: Gráfico de pareto dos efeitos das variáveis da atrição sobre a recuperação metalúrgica	77
Figura 34: Gráfico de probabilidade normal dos resíduos do experimento fatorial	79
Figura 37: Distribuição do tamanho dos poros.....	80
Figura 38: Espectro Mössbauer da amostra de alimentação da atrição	81
Figura 39: Espectro Mössbauer da amostra das lamas do teste de maior recuperação metalúrgica na flotação.....	82
Figura 40: Espectro Mössbauer da amostra das lamas do teste de menor recuperação metalúrgica na flotação	82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Percentual de hematita porosa nas Minas Capitão do Mato e Tamanduá.....	6
Tabela 2: Comparação das características do minério de alimentação da Instalação de Tratamento de Minério Vargem Grande	9
Tabela 3: Testes exploratórios sobre aplicabilidade da atrição do minério de ferro de Vargem Grande	20
Tabela 4: Variáveis da atrição.....	22
Tabela 5: Algoritmo de Yates	38
Tabela 6: Modelo de Plackett-Burman para 12 experimentos.....	40
Tabela 9: Níveis e variáveis da atrição para análise segundo Plackett-Burman.....	48
Tabela 10: Planejamento do experimento segundo Plackett-Burman para atrição.....	49
Tabela 11: Variáveis dos experimentos fatoriais e seus níveis.....	50
Tabela 12: Planejamento fatorial 2^3 para a atrição do minério de ferro.....	50
Tabela 7: Teor de ferro nas amostras para teste de bancada.....	59
Tabela 8: Teor de ferro nas amostras industriais (“população”).....	59
Tabela 13: Teores dos produtos da flotação dos experimentos Plackett-Burman	61
Tabela 14: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de ferro no concentrado	62
Tabela 15: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de sílica no concentrado	63
Tabela 16: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de ferro no rejeito	63
Tabela 17: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para sílica no rejeito	64
Tabela 18: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para recuperação metalúrgica	64
Tabela 19: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para índice de seletividade	65
Tabela 20: Teores dos testes válidos obtidos nos experimentos Plackett-Burman.....	66
Tabela 21: Resultado do experimento Plackett-Burman para variáveis da atrição	67
Tabela 22: Efeito e significância das variáveis para a recuperação metalúrgica.....	68
Tabela 23: Efeito e significância das variáveis para a seletividade	69
Tabela 24: Matriz do experimento Plackett-Burman gerada pelo MINITAB	70
Tabela 25: Primeira linha da matriz do experimento Plackett-Burman (1946).....	70
Tabela 26: Resultado dos testes exploratórios adicionais.....	71
Tabela 27: Comparação entre as células de flotação Engendrar e Denver	72
Tabela 28: Resultado dos testes dos experimentos fatoriais completos	73
Tabela 29: Erro entre réplicas para a variável recuperação metalúrgica	75

Tabela 30: Erro entre réplicas para a variável índice de seletividade.....	75
Tabela 31: Algoritmo de Yates para a resposta recuperação metalúrgica.....	76
Tabela 32: Análise de variância do Minitab para o experimento fatorial da atrição do minério de ferro.....	77
Tabela 33: Cálculo dos resíduos do experimento fatorial.....	78
Tabela 36: Resultados dos parâmetros avaliados pelo ensaio de adsorção de nitrogênio	79

1. INTRODUÇÃO

A flotação é o método de concentração usualmente selecionado sempre que se requer um nível muito baixo de sílica no pellet feed (SOUZA, 2005), o que não é alcançado nos processos físicos tradicionais baseados nas propriedades naturais dos minerais. Para Oliveira (2007), supondo que a flotação passasse a ser inadequada, não existem, no horizonte de algumas décadas, alternativas com perspectivas de sucesso. Desta forma, a solução para os problemas previsíveis seria o aprimoramento do processo de flotação.

A simples presença de partículas ultrafinas influencia negativamente no processo de flotação. Baltar (2008) aponta como efeitos nocivos para o processo de flotação: o maior consumo de reagentes, a cobertura das partículas grossas pelos finos, a maior rigidez da espuma, a elevada energia superficial, a adsorção não seletiva, a maior hidratação das superfícies, a maior solubilidade dos minerais, a pequena velocidade de sedimentação e a agregação não seletiva.

Como consequência, a recuperação metalúrgica diminui, os custos de produção são onerados e maior volume de rejeito é gerado. Aumenta-se o potencial de impacto ambiental, contrariando “uma tendência mundial de melhoria da ecoeficiência, ou seja, obtenção de resultados econômicos em paralelo à obtenção de ganhos ambientais (...) e que também se verifica no setor mineral” (SÁNCHEZ, 2008, p. 194). O cenário econômico estabelecido após a recessão mundial no quarto trimestre de 2008 forçou as empresas do setor a buscar formas de maximizar seus resultados.

É com a intenção de atingir a “ecoefficiência” que surge a necessidade de estudar formas de aumentar a recuperação metalúrgica no processo de concentração por flotação. Tradicionalmente, os finos, prejudiciais a flotação, são removidos do processo de beneficiamento em etapas de deslamagem. Porém, nem sempre esta prática tem-se mostrado suficiente. É neste âmbito, que será tratado o processo de atrição, intrinsecamente relacionado às características do mineral. Algumas características mineralógicas podem anunciar a necessidade da atrição para remoção de lamas das partículas de hematita e/ou ganga. Os equipamentos utilizados para atrição em escala industrial serão apresentados, assim como as variáveis de controle da atrição.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral desse trabalho é investigar as possibilidades de aumento da recuperação metalúrgica e seletividade na flotação reversa do minério de ferro hematítico beneficiado na instalação de tratamento de minério de Vargem Grande com a adoção da etapa de atrição da polpa de alimentação, seguida de deslamagem em meio disperso.

Os objetivos específicos são:

- i. determinar as variáveis do processo de atrição que influenciam na recuperação metalúrgica e seletividade da flotação;
- ii. determinar os valores ótimos das principais variáveis do processo de atrição do minério de ferro em questão;
- iii. caracterizar o minério de ferro estudado e suas lamas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Na revisão bibliográfica são abordadas as características das jazidas e do minério de ferro em estudo, os conceitos e aplicações da atrição na indústria mineral, os equipamentos utilizados e as variáveis do processo de atrição. Também é tratado o tema dispersão, condição importante para remoção das lamas aderidas às partículas dos minerais. A descrição de planejamento de experimentos fundamenta as análises dos testes realizados. A abordagem sobre amostragem busca validar a equidade entre as unidades amostrais utilizadas nos experimentos. A revisão termina com a descrição do estudo exploratório sobre a aplicação da atrição para o minério em questão.

3.1. Minério de Ferro

O minério de ferro hematítico a ser estudado provém de duas minas, Capitão do Mato e Tamanduá, localizadas na porção oeste do Quadrilátero Ferrífero, um dos mais importantes distritos de mineração de ferro do mundo. O Quadrilátero Ferrífero é caracterizado pelo arranjo grosseiramente quadrangular de sinclinais, que pode ser classificado segundo os domínios leste, de alta tensão, e oeste, de baixa tensão. O grau de metamorfismo aumenta progressivamente da porção oeste para leste do Quadrilátero Ferrífero e é evidenciado pelo aumento do tamanho dos grãos de quartzo. Contudo, nos domínios de baixa tensão, encontram-se preservadas várias feições sedimentares e diagenéticas¹ (Rosière et al, 2000). As minas em questão estão no flanco leste do Sinclinal de Moeda (Rosière et al., 2005) conforme ilustrado na Figura 1.

¹ Em geologia e oceanografia, diagenese é qualquer produto químico, físico ou mudança biológica sofrida por um sedimento após a sua deposição inicial.

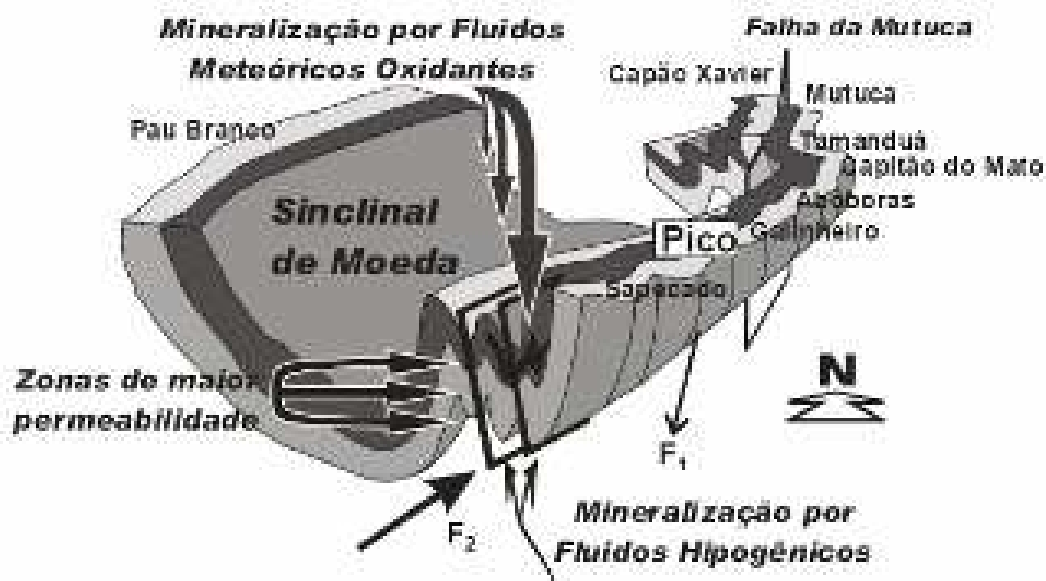


Figura 1: Principais jazidas na Sinclinal de Moeda.

Fonte: ROSIÈRE et al., 2005.

Os corpos de minério de ferro no Sinclinal de Moeda apresentam características semelhantes ao longo de quase todo flanco leste, especialmente pelo aumento da permeabilidade da rocha e percolação de fluídos meteoricos oxidantes (Rosière et al, 2005). Processo de enriquecimento dessa natureza resultou em depósitos de minério de ferro em todo o Quadrilátero Ferrífero com alto teor (acima de 62% de ferro) e baixo teor (de 32% a 62% de ferro) (Fernandes, 2008). Rosière et al.(2000) consideram relativamente “monótona” a seqüência de itabiritos no Quadrilátero Ferrífero, sendo hematita o óxido predominante sob diferentes formas e o quartzo o mineral de ganga predominante, além de dolomita e anfibólios.

A composição acima permite a definição dos três tipos composicionais principais: quartzo-itabirito, itabirito dolomítico e itabirito anfibolítico. O principal tipo de itabirito do Quadrilátero Ferrífero é o quartzo-itabirito (Rosière et al., 2001 apud Fernandes, 2008). O quartzo-itabirito tem como principais componentes mineralógicos hematita, martita, kenomagnetita e quartzo e como componentes acessórios clorita, sericita, dolomita ferroana, caulinita, cianita, óxidos de Mn, sulfetos, apatita, pirofilita (Rosière et al, 2000).

Na Mina do Tamanduá, situada no Sinclinal Tamanduá, dobra de segunda ordem do Sinclinal de Moeda (Figura 1), Vilela et al.(2004) identificaram minérios bandados formados pela alternância de martita e hematita e minérios hematíticos com nítida xistosidade. Dana (1969, p. 584) definiu xistosidade como sendo a “presença da disposição em lâminas [quartzo ou mica] (...) ao longo da qual a rocha pode ser quebrada facilmente”.

Fernandes (2008) completa a caracterização da jazida afirmando que:

O corpo de minério do Tamanduá é composto por minério macio e, secundariamente, por lentes de minério hematítico compacto. O corpo de minério é circundado por litologias impermeáveis como filitos, diques intermediários a básicos, os quais favoreceram o enriquecimento supergênico (Fernandes, 2008, p.29).

O minério hematítico friável é o tipo mais comum na Mina do Tamanduá e corresponde a aproximadamente 60 a 70% da massa. A porção de minério compacta na mina é composta por corpos de hematitas compactas ou porosas. No minério maciço, predomina uma “fina fábrica granoblástica² porosa”, com hematita lobular, granular e martita. A definição de hematitas lobular, granular, tabular e especularita diz respeito à forma do cristal de hematita. A martita é uma hematita com hábito de magnetita geralmente porosa (Souza, 2005).

A Mina de Capitão do Mato está localizada no eixo leste do Sinclinal Moeda, a aproximadamente 3 km da Mina do Tamanduá. É constituída basicamente por minério hematítico compacto, predominante em cerca de 60 a 70% do minério, porém são comuns as lentes de minério macio intercaladas com itabiritos ricos. Os contatos litológicos são usualmente falhados, com brechas localizadas (Fernandes, 2008), constituídas de fragmentos de hematita compacta ou itabirito em matriz de quartzo, carbonato ou hematita (Rosière et al, 2000).

Segundo Fernandes (2008), as litologias encontradas nas minas do Tamanduá e Capitão do Mato podem ser classificadas como minério hematítico, minério itabirítico silicoso friável, itabirito compacto/médio, filito, dolomito, quartzito, básica e xisto.

² Granoblástica: diz respeito à textura.

O minério itabirítico friável caracteristicamente desintegra-se em placas e o quartzo ocorre em diferentes proporções.

Os principais minerais de ganga no minério hematítico são o quartzo, caulinita, gibbsita e argilo-minerais. O quartzo é o principal mineral de ganga e é um óxido, SiO_2 , puro com 46,7% de silício e 53,3% de oxigênio. A caulinita é um silicato de alumínio hidratado, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, com 39,5% de alumina, 46,5% de sílica e 14,0% de água. A caulinita é de ocorrência ampla, sendo transportada pela água e deposita-se sob a forma de camadas de argilas, misturada com o quartzo e outros. A gibbsita é considerada como sendo $\text{Al}(\text{OH})_3$, com 62,8 a 65,3% de Al_2O_3 e 31,8 a 34,12% de perda ao fogo. O termo argila é empregado para designar material terroso, de granulação fina, que se torna plástico ao ser misturado com quantidade pequena de água. Porém, argilo-minerais são argilas constituídas, essencialmente, silicatos de alumínio hidratados, alguns misturados com feldspato, quartzo, carbonatos e micas (Dana, 1969).

Goethita terrosa, caulinita e gibbsita são as principais geradoras de lamas. As lamas quando aderidas à superfície do mineral de ferro ou quartzo, ou inseridas em seus poros ou interstícios, não são removidas por deslamagem. As lamas constituídas por apenas caulinita são tão prejudiciais para a flotação do quartzo com eteramina quanto as lamas naturais do minério de ferro composta pela mistura de goethita, hematita, caulinita e gibbsita (Araújo, 1982 apud Queiroz et al, 2005). A combinação de caulinita e gibbsita associadas aos poros de um minério de ferro com partículas policristalinas que sofreram intenso intemperismo e apresentam elevado nível de porosidade requerem atenção especial na deslamagem. Fernandes (2008) quantificou a ocorrência de poros na assembléia mineralógica dos granulados em Tamanduá e Capitão do Mato, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1: Percentual de hematita porosa nas Minas Capitão do Mato e Tamanduá

Mina	Hematita Compacta	Hematita Compacta Porosa e Hematita Porosa
Tamanduá	24,3%	63,7%
Capitão do Mato	43,17%	41,83%

Fonte: Fernandes, 2008.

Schneider et al.(2005) afirmam que, independente da mineralogia, a porosidade parece estar presente na maioria das reservas de minério de ferro. Para exemplificar cita o minério de ferro de Carajás com valores tão altos quanto 50% de porosidade. A porosidade depende do tamanho de partícula (Schneider et al., 2005). Uma partícula pode ter poros interconectados ou poros isolados. Queiroz et al. (2005) afirmam que o minério de ferro com predominância de hematita martítica com pequenas conexões entre seus microporos, como mostrado na Figura 3, tendem a apresentar bons resultados na deslamagem, enquanto hematita martítica mais porosa, mostrado nas Figuras 2, 4 e 5, é menos favorável para a deslamagem.



Figura 2: Exemplo de martita (M) da Mina de Tamanduá com baixa porosidade

Fonte: Mineralogical Studies: MBR Ores, 2001.

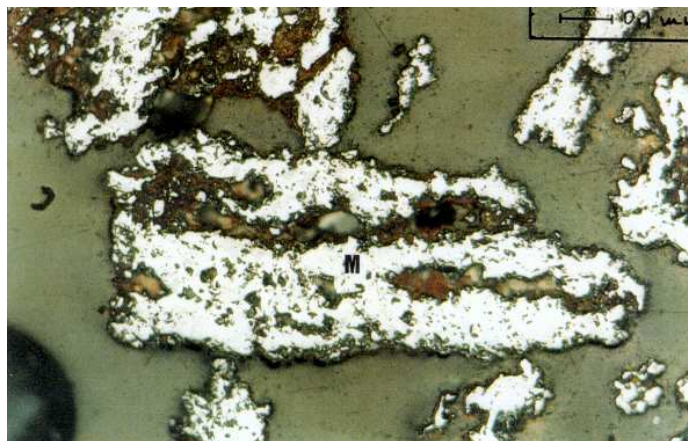


Figura 3: Exemplo de martita (M) da Mina de Tamanduá com porosidade interconectada

Fonte: Mineralogical Studies: MBR Ores, 2001.

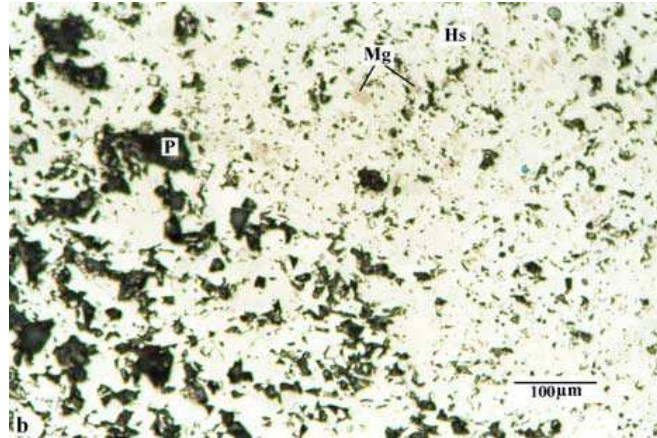


Figura 4: Exemplos de hematita sinuosa (Hs) com pouca porosidade (P), martita (Mt) e magnetita relictual (Mg) da Mina Capitão do Mato

Fonte: Fernandes (2008, p.255)

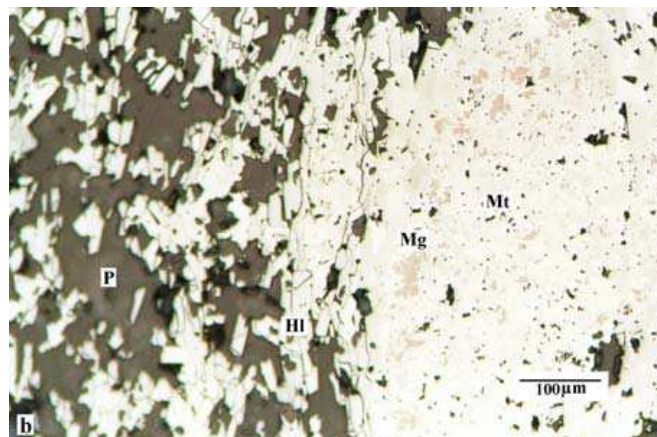


Figura 5: Exemplos de hematita lamelar (Hl) com relictos de magnetita (Mg) e poros (P) da Mina Capitão do Mato

Fonte: Fernandes (2008, p.255)

Fernandes (2008), comparando os minérios granulados do Tamanduá e Capitão do Mato chegou às seguintes conclusões:

- as minas apresentam proporção semelhante de hematita granular;
- a quantidade de hematita lamelar é maior em Tamanduá;
- Capitão do Mato apresenta percentual significativamente superior de hematita sinuosa que Tamanduá;

- o percentual de martita em Tamanduá é ligeiramente maior que em Capitão do Mato e inferior a 10%;
- a quantidade de magnetita em ambas as minas é inferior a 5%;
- não há ocorrência de hematita microcristalina, jacobsita, quartzo ou gibbsita nas partículas;
- a goethita está presente em maior proporção no minério de Tamanduá e é inferior a 10%;
- agregados terrosos fazem parte na composição do minério de Tamanduá.

A goethita está presente com variadas feições micro estrutural e associações variadas, formando uma matriz micro porosa no minério do Tamanduá. Nesses poros, pode existir material terroso característico na jazida. Na Mina de Capitão do Mato, a goethita também está presente circundando agregados de grãos de hematita e preenchendo cavidades e fraturas existentes e ainda na forma de uma matriz goethita terrosa, contendo grãos de quartzo e de hematita. (Fernandes, 2008).

O *run of mine* (ROM) de ambas as minas é homogeneizado em pilha chevron para posterior alimentação da Instalação de Tratamento de Minérios de Vargem Grande (ITM VGR). A proporção no ROM lavrado em 2009, proveniente das minas do Tamanduá e Capitão do Mato foi semelhante, respectivamente 49% e 51%. A Tabela 2 apresenta os teores nas frações granulométricas do ROM britado.

Tabela 2: Comparação das características do minério de alimentação da Instalação de Tratamento de Minério Vargem Grande

Fração	Mina Capitão do Mato				Mina Tamanduá			
	50 - 31,5 mm	31,5 - 6,3 mm	6,3 - 0,15 mm	- 0,15 mm	50 - 31,5 mm	31,5 - 6,3 mm	6,3 - 0,15 mm	- 0,15 mm
Massa	4%	35%	31%	30%	5%	32%	36%	27%
Fe	66,55	66,37	66,24	59,78	68,15	67,86	67,39	60,95
SiO ₂	2,70	2,33	2,55	9,71	1,30	1,45	1,99	6,62
Al ₂ O ₃	1,02	1,26	1,21	2,37	0,47	0,60	0,58	2,44
P	0,039	0,048	0,066	0,072	0,025	0,023	0,021	0,065
Mn	0,026	0,029	0,043	0,053	0,049	0,091	0,149	0,643
Fechamento Químico	99,0%	98,6%	98,7%	97,8%	99,3%	99,2%	99,1%	97,2%

A maior parte do minério, 70%, estava na fração acima de 0,15 mm na Mina do Tamanduá depois da britagem, enquanto na Mina do Capitão do Mato esse percentual

foi ligeiramente superior e igual a 73% do total lavrado em 2009. O teor de ferro na fração acima de 0,15 mm foi ligeiramente superior na Mina do Tamanduá. A fração fina (-0,15 mm) possuía teores de contaminantes (Al_2O_3 , SiO_2 e P) muito parecidos com exceção do teor de Mn, muito superior na Mina do Tamanduá. Essa disparidade, em parte, pode ser explicada pela presença de materiais terrosos. A variabilidade dos teores e granulometria do ROM são amenizadas pelo processo de homogeneização em pilha chevron.

A proximidade física entre as minas Tamanduá e Capitão do Mato no mesmo grupo e formação geológica dentro do Quadrilátero Ferrífero fizeram com que suas características fossem muito semelhantes, diferenciando apenas por ocorrências geológicas pontuais, tais como falhas. Sendo assim, às características mineralógicas do minério de ferro também são semelhantes, o que pode ser notado, sobretudo, a partir da comparação entre os teores de Fe e contaminantes no ROM lavrado. As hematitas compactas estão presentes em algumas de suas diversas formas (granular, lobular e martita). A presença de hematita porosa é relevante, principalmente devido à ocorrência conjunta da goethita terrosa, portadora do contaminante alumina em ambas as minas. Merece atenção especial neste trabalho a existência peculiar de material terroso na Mina do Tamanduá junto com predominância de martita, intrinsecamente porosa. A combinação de alto percentual de partículas porosas e minerais geradores de lamaz justificam a investigação da aplicabilidade da etapa de atrição no processo de beneficiamento. Se a etapa de deslamagem não é eficiente na remoção dessas lamaz e se as lamaz são prejudiciais à concentração por flotação, faz-se mister verificar quais são as tecnologias disponíveis para remoção das lamaz que impedem a recuperação e qualidade do produto adequados na flotação.

3.2. Atrição

O processo para remoção das lamaz, prejudiciais a flotação, depende do tipo de lamaz e estão presentes em relação ao mineral de interesse ou à ganga. As lamaz, também designadas como argilas ou argilominerais, são definidas por Santos (1975, p.1) como “material natural, terroso, de granulização fina, que geralmente adquire, quando umedecido com água, certa plasticidade.” Embora seja essa a definição, existe variação

considerável na terminologia nos diversos setores científicos e tecnológicos (Santos, 1975). Talvez por esse motivo não haja consenso quanto à faixa granulométrica das lammas.

Santos (1975) cita que um grande número de análises granulométricas mostrou que existe uma tendência geral dos argilominerais se concentrarem na fração de diâmetro inferior a 2 μm . Peres et al. (2007) propõe classificar partículas entre 10 μm e 1 μm como “ultrafinos” e abaixo de 1 μm como “colóides”, sendo eles constituintes das lammas. É certo, no entanto, que a fração argila é aquela que contém as partículas de menores diâmetros, que podem prejudicar o processo de beneficiamento de alguma forma.

As argilas são compostas por argilominerais, minerais e outros materiais (matéria orgânica). Os argilominerais, por sua vez, são constituídos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, além de conter traços de elementos alcalinos e alcalino-terrosos. Partículas de quartzo, calcita, dolomita são exemplos de minerais que podem ser encontrados nas argilas (Santos, 1975). Segundo Queiroz (2003), a goethita terrosa, caulinita e gibbsita são geradores de lammas no minério de ferro e podem aderir à superfície dos minerais de ferro e do quartzo ou hospedados em seus poros e interstícios.

Ao fenômeno de recobrimento da superfície do mineral por lammas, dá-se o nome de *slime coating*. O fenômeno estaria relacionado a forças eletrostáticas envolvidas na adsorção de lammas da superfície do mineral, conforme verificado em número considerável de investigações (Bulatovic, 2007). Dependendo do pH do meio, cargas opostas das partículas do mineral e das lammas são atraídas. Queiroz (2003) explica que as lammas constituídas exclusivamente por caulinita teriam cargas superficiais de mesmo sinal que o quartzo para uma ampla faixa de pH e por esse motivo seriam menos nocivas a flotabilidade do quartzo com eteraminas, quando comparadas às lammas naturais de minérios de ferro, mistura de goethita, hematita, caulinita, gibbsita e outros. Outro fenômeno seria a presença de lammas nas cavidades, relacionada, sobretudo, à porosidade do mineral. Sabedot e Sampaio (2002) avaliaram tanto a presença de lammas na cavidade do mineral quanto aquelas no recobrimento da superfície do zircão. O recobrimento dos minerais do minério de ferro seria influenciado pela heterocoagulação e seria menos freqüente em cristais compactos que naqueles com maior porosidade

(Queiroz, 2003). Por heterocoagulação entende-se o fenômeno em que as partículas de minerais distintos apresentam cargas opostas, para uma mesma condição de pH e dessa forma, ocorre a coagulação ordenada devido à atração eletrostática (Garcia et al, 2005). Assim, cristais compactos seriam suscetíveis ao fenômeno *slime coating* e minérios porosos à presença de lamas em suas cavidades.

A presença de poros nos cristais de minerais de ferro é resultante “de ambientes geológicos de maior hidratação, onde massas terrosas estão presente em maior frequência, sendo as cavidades e as fraturas do quartzo preenchidas ou recobertas por estas massas terrosas” (Queiroz, 2003, p.84). As massas terrosas são portadoras de Al_2O_3 e algumas vezes, de Mn, contaminantes do minério de ferro.

Silva et al.(2001) mostraram que os maiores teores de Al_2O_3 estavam concentrados na fração abaixo de 9 μm na alimentação da flotação do Pico (Minerações Brasileiras Reunidas), e a maior parte dessa lama foi removida no estágio de deslamagem. Identificou-se a presença de material terroso (caulinita e gibbsita) e goethita cimentando grãos de hematita fina, recobrando grãos lamelares de hematita grossa ou, até mesmo, associada à hematita com microporosidade. No caso no Pico, a deslamagem era suficiente para garantir condições de recuperação mássica e seletividade da flotação. Em outros casos, pode ser necessária a dispersão e a atrição do minério antes da deslamagem (Queiroz, 2003; Sabedot e Sampaio, 2002).

A atrição ou “scrubagem” (do inglês, *scrubbing*)

“é o efeito de desintegração por forças as quais são relativamente fracas, comparadas às da cominuição, mas suficiente para desfazer aglomerados não consolidados, tais como as argilas, ou romper vínculos entre grãos. Atrição é usualmente provocada pelo esfregamento de maiores e mais duros grãos uns contra os outros, assim como pelo abalroamento de massa, mas em alguns casos a força de jatos de água contra a massa bruta sobre uma superfície rígida é suficiente”³ (TAGGART, 1954, p. 10-1, tradução nossa).

³ *Scrubbing is disintegration effected by forces which are relatively light, judged by ordinary standards of comminution , but are sufficient to break down soft unconsolidated material such as clay, or to sever the bonding brought between grains by precipitates of salt and the like. Scrubbing is usually effected by rubbing the larger and harder grains together, as by tumbling the mass, but in some cases the force of a*

A atrição seria um processo de limpeza por desagregação de argilas dos minerais, podendo ser feita de diferentes formas dependendo do grau de dificuldade. Quando a atrição objetiva remover também incrustações de argilas nas partículas dos minerais aplica-se o termo *scuffing* (TAGGART, 1954).

3.2.1. Equipamentos de Atrição

Existem alguns tipos de equipamentos cuja finalidade é promover a remoção de argilo-minerais ou simplesmente lamas do minério. O método mais adequado deve ser selecionado em função do material. Taggart (1954) classifica os materiais a serem atricionados em: granular, cimentado e recoberto.

O material granular é aquele que possui grãos compactos e estão dispersos em uma matriz de argila ou argilo-mineral. O material cimentado é aquele no qual as partículas predominantes são compactas, mas nas quais existe suficiente massa “terrosa” entre os grãos preenchendo os espaços. Para estes dois tipos de material, a atrição por jateamento de água pode ser aplicado para remoção de lamas (TAGGART, 1954). O jateamento pode ser feito sobre uma superfície inclinada por onde corre o material (Figura 6 e 7). Os equipamentos e processos de lavagem nas instalações industriais de britagem e classificação têm a finalidade, dentre outros, de remover materiais indesejáveis (argilas). O material grosso pode ser lavado em peneiras vibratórias ou *scrubber*, quando a quantidade de argila é muito alta ou que possua índice de plasticidade elevado (METSO, 2005). No entanto, a desintegração de material agregado em uma *screen scrubber* é menos efetiva que nos tambores de atrição que são descritos a seguir (TAGGART, 1954).

water jet playing against a mass of crude backed by a rigid surface is sufficient. (Taggart, 1954, p.10-1)

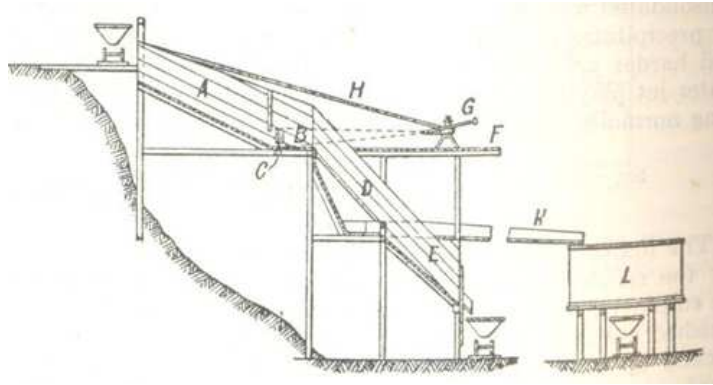


Figura 6: Planta de jateamento para atrição de material granulado

Fonte: TAGGART, 1954



Figura 7: Lavagem em peneira de material granulado

Fonte: METSO, 2005

A atrição por abalroamento pode ser aplicada para material granulado com tamanho variando de 2 a 12 polegadas. O abalroamento pode ser feito em diferentes tipos de equipamentos com o mesmo princípio de funcionamento do tambor de atrição apresentado na Figura 8. Porém, para alguns materiais, apresenta a desvantagem de formação de agregados de argila que não se desintegram facilmente. O material recoberto é usualmente de granulometria fina e friável, podendo ser levemente cimentado por uma camada dos produtos da decomposição, como os óxidos de ferro ou similares. Neste caso, a atrição por agitação do material em polpa é recomendada.

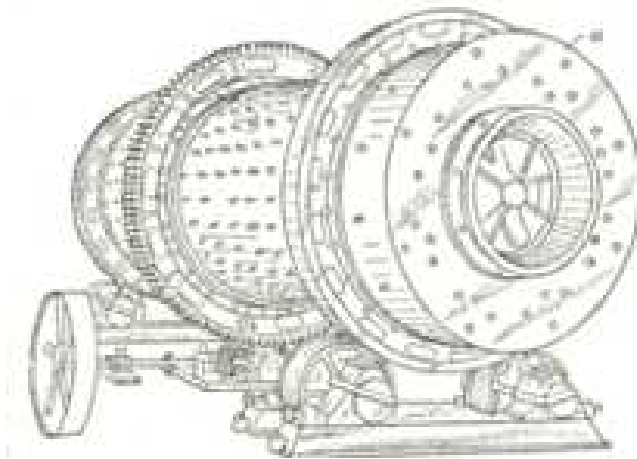


Figura 8: Tambor de Atrição

Fonte: TAGGART, 1954, p.10-03

O tratamento do material de menor granulometria com recobrimento de lamelas pode ser realizado em equipamentos que promovam a agitação. Taggart (1954) menciona duas classes de equipamento para agitação desse tipo de material: *pug mill* (Figura 9) e *log washer* (Figura 10).

O primeiro, *pug mill*, consiste em uma calha horizontal na qual é montado um ou mais eixos com hélices, usualmente ajustado em um ângulo suficiente para o eixo mover a polpa longitudinalmente. O diâmetro da hélice varia entre 0,4 a 0,9 metros dependendo da sua função e a rotação varia entre 10 e 50 rpm. A capacidade do equipamento depende do grau de desintegração necessário e do grau de dificuldade e deve ser verificado em teste experimental. No equipamento mostrado na Figura 9, observa-se que as hélices têm rotações contrárias, a exemplo das atuais células de atrição.

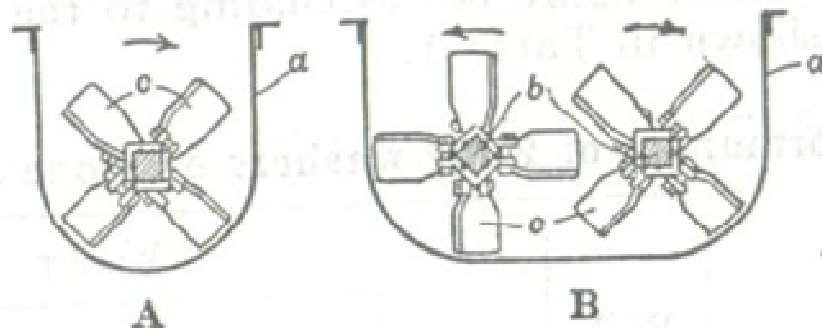


Figura 9: Equipamentos para atrição de material fino: *Pug Mill*

Fonte: TAGGART, 1954, p.10-05

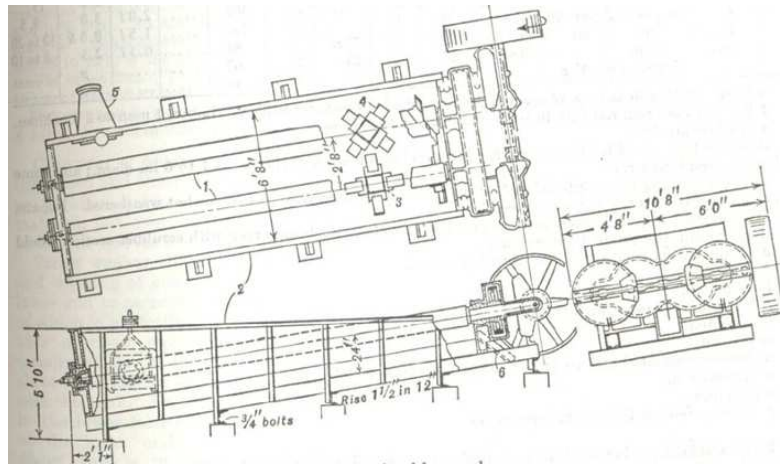


Figura 10: Equipamentos para atrição de material fino: *Log washer*

Fonte: TAGGART, 1954, p.10-05

O segundo, o *log washer*, tem duas funções: i) desintegrar as lamas e ii) separar os finos do material granulado. O *log washer*, em sua versão *screw washer* (Figura 11), se assemelha a um lavador de rosca mostrado na Figura 12. O lavador de rosca se destina à lavagem de partículas finas (abaixo de 10 mm) para remoção de superfinos e desaguamento (METSO, 2005). Segundo Taggart (1954), o *log washer* pode ser alimentado com granulometria abaixo de três polegadas e promover a atrição mais intensa que o um *screw washer*.

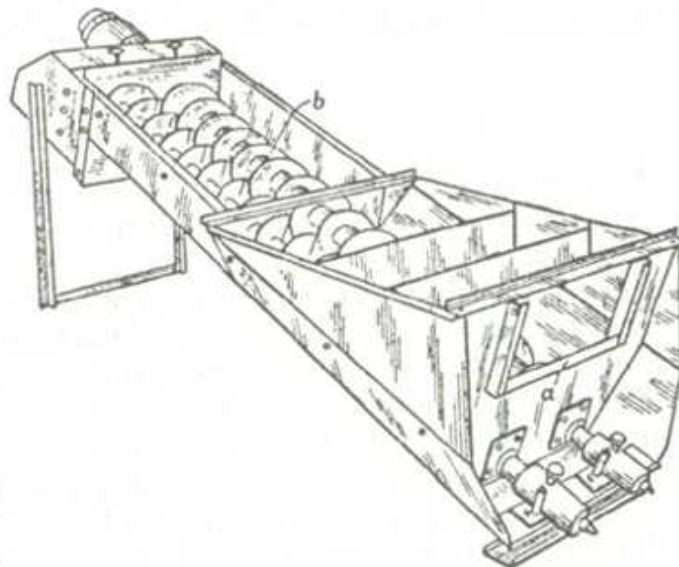


Figura 11: Lavador de material: *Screw washer*

Fonte: TAGGART, 1954, p.10-07



Figura 12: Lavador de rosca

Fonte: METSO, 2005

A célula de atrição, mencionada anteriormente, consiste basicamente em tanques retangulares conectados com agitadores verticais centrados com alimentação de polpa pelo topo (Figura 13). Esse equipamento promove a lavagem e limpeza das partículas por meio de intensa agitação entre as próprias partículas do material. Em cada célula, existem dois impelidores de pás perfiladas de alta eficiência, denominadas hidrofoil. Os impelidores em conjunto atuam produzindo fluxos em sentidos contrários (ENGENDRAR, 2009). Luz et al. (2002, p. 423) explica que

“devido à inversão de sentidos, a polpa movida por uma das hélices tem sentido oposto ao do fluxo movido pela outra hélice, de modo que os dois fluxos se chocam, acarretando a atrição necessária de superfície de grão contra superfície de grão”.

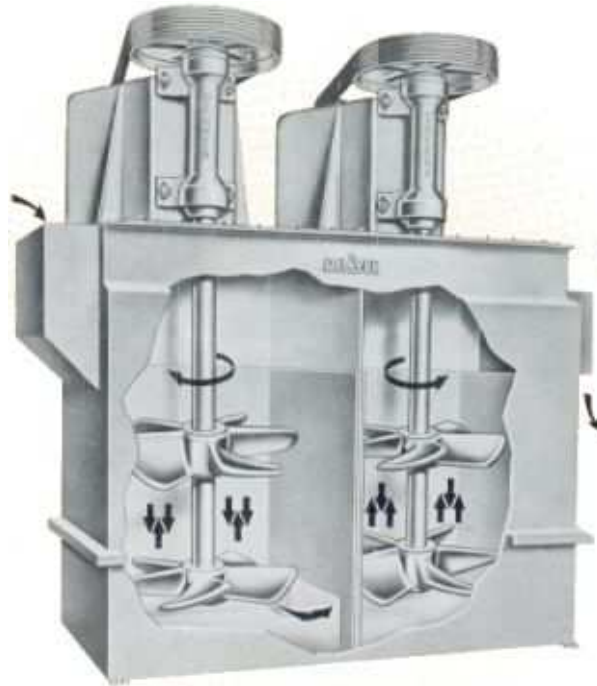


Figura 13: Célula de atrição industrial

Fonte: DARMA, 2009

Industrialmente, duas ou quatro células em série podem ser usadas, como mostrado na Figura 14. A primeira célula descarrega por baixo, a segunda por cima e assim sucessivamente, de modo a aumentar o tempo de permanência das partículas no equipamento.

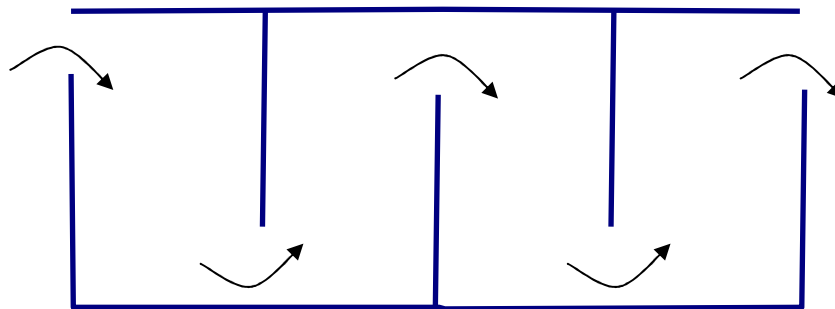


Figura 14: Circulação da polpa em célula de atrição

Fonte: Adaptado de Luz, 2002.

Conforme exposto, a atrição para remoção das lamas no minério pode ser feita por diferentes métodos usando diferentes equipamentos. Em seguida, são investigadas as aplicações mais recentes da atrição, especialmente no Brasil.

3.2.2. Aplicações da atrição

Taggart (1954) cita a aplicação de moinho de barras ou bolas com carga mais leve para atrição (ou “scrubagem”) de hematita e fosfato; assim como o *chaser mill*⁴ para areias para fabricação de vidros; e agitação vigorosa da polpa densa em um tanque na presença de um dispersante, para prevenir uma nova deposição de argilas na superfície dos minerais em geral.

No Brasil, podemos encontrar algumas propostas ou aplicações da atrição em beneficiamento mineral da areia, fosfato, zircão e hematita/goethita.

No caso da areia industrial, constituída essencialmente de quartzo, a atrição auxilia na remoção de algumas impurezas (óxidos de ferro, minerais pesados e argilas). A atrição é feita para limpar a superfície das partículas da areia que após purificação por flotação ou por métodos gravíticos será empregada na confecção de vidro. Na Mineração Jundu, o beneficiamento da areia consta de desagregação em tromel, atrição da polpa, deslamagem em hidrociclones, peneiramento, desaguamento em hidrociclones e secagem do produto final (Luz e Lins, 2008). O objetivo desse conjunto de operações unitárias é reduzir o teor de ferro, bastante crítico na fabricação de um vidro branco ou cristal. No entanto, a atrição não é suficiente para remoção dos minerais pesados (zircão, ilmenita, magnetita, cromita, etc) ou do recobrimento superficial de lamas dos grãos de quartzo. A flotação em meio ácido é aplicada para remoção dos metais pesados e a lixiviação a quente, com ácido sulfúrico, é mais eficiente para limpar a cobertura ferrosa das partículas de areias especiais. (Luz e Lins; 2008).

A atrição também é aplicada nos estágio que antecedem a flotação nos circuito de grossos e finos do fosfato na Fosfértil. A atrição se faz necessária para remoção das gangas constituídas por aglomerados e micas que podem recobrir a superfície da apatita. O minério cominuído em moinhos de bolas é adensado em ciclones e atricionado em células com a presença de soda cáustica. Após a atrição, o minério é deslamado em ciclones e alimenta o circuito de flotação. (Araújo et al., 2002).

⁴ *Chaser mill* é um tipo de moinho com corpos moedores de blocos de madeira e rotação entre 15 e 30 rpm.

Sabedot e Sampaio (2002) atestaram, em teste semipiloto, a eficiência da atrição em células para remoção da película argilo-ferruginosa e incrustações no pré-concentrado de zircão, prejudiciais aos processos de separação eletrostática e magnética. Os contaminantes do pré-concentrado de zircão são rutilo, ilmenita, cianita e estauroilita, entre outros. Além da aderência da película argilo-ferruginosa, os minerais continham argila aderida em cavidades e irregularidades dos grãos. O equipamento, em escala semipiloto, tratava-se de uma célula de atrição de base quadrada e agitação promovida por um eixo com dupla hélice.

Queiroz (2003) realizou teste em escala de bancada de atrição de minérios de ferro (hematita e goethita) poroso e compacto na presença dos minerais contaminantes caulinita e gibbsita. Nesse caso, o objetivo da atrição era remover as lamas para maior eficiência na flotação e, conseqüente, aumento da qualidade do produto final a ser comercializado. Nesse ensaio de atrição, foi utilizada uma célula de atrição com quatro aletas, duas hélices invertidas, acopladas em um eixo.

Fortes (2009) descreve testes exploratórios realizados em escala de bancada como o objetivo de investigar a possibilidade de aumento da recuperação metalúrgica e seletividade na flotação com a adoção da atrição do minério de ferro das minas de Capitão do Mato e Tamanduá. Foram realizados quatro testes em escala de bancada. Os resultados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Testes exploratórios sobre aplicabilidade da atrição do minério de ferro de Vargem Grande

	Descrição	Recuperação	Índice Seletividade
Teste 1	Flotado em pH natural	68,3	5,4
Teste 2	Deslamado e flotado em pH natural	74,3	4,8
Teste 3	Deslamado e flotado em pH 9,8	71,5	6,5
Teste 4	Atricionado, deslamado e flotado em pH 9,8	79,9	7,5

Fonte: Fortes, 2009.

A recuperação metalúrgica e a seletividade na flotação foram os maiores no teste 4, o que faz supor que o minério atricionado torna a superfície dos minerais mais adequada

para a concentração por flotação e a deslamagem em meio disperso aumenta o potencial de descarte de partículas finas (lamas) contidas na polpa.

Em todos os exemplos citados, a atrição em células para a limpeza superficial é sugerida ou aplicada. A finalidade nestes casos era adequar o material para ser concentrado, seja por flotação (fosfato e ferro), separação eletrostática e magnética (zircão) ou por métodos gravíticos (areia industrial), e obter maior qualidade no produto final. É importante observar que, a efetividade da atrição dependerá do controle de suas variáveis.

3.2.3. Variáveis do processo de atrição

Pode-se citar alguns processos de beneficiamento que incluem a atrição antes de etapas de concentração.

A limpeza superficial do minério na Fosfértil é realizada em células de atrição de 72x72 polegadas com capacidade para 50 t/h, agitador com rotação de 73 rpm, podendo ter 2, 3 ou 4 agitadores por máquina. O percentual de sólidos na polpa é de 60%. O pH da polpa é superior ao do condicionamento para flotação. O tempo de residência no minério na célula é de 15 minutos. O pH, alterado pela adição de NaOH, e o tempo de agitação da polpa mostraram serem estes dois aspectos bastante significativos para a resposta da flotação na Fosfértil, sobretudo na presença de micas alteradas, quando o controle do pH é crítico. O tempo de condicionamento para a flotação, depois da atrição, por outro lado, não deve ser excessivo, evitando-se assim novo recobrimento da superfície. (Barros, 1996).

Na atrição do pré-concentrado de zircão em escala semi-piloto, os parâmetros operacionais foram o percentual de sólidos, concentração de NaOH e tempo de agitação da polpa. Os testes foram realizados segundo a combinação do percentual de sólidos na polpa de 70 e 80%; concentração de soda cáustica de 400, 500, 600 g/t e nula; tempo de agitação de 10, 20, 30 e 40 minutos. A rotação do agitador foi fixada em 1.000 rpm. A remoção total das argilas dos grãos foi observada nos ensaios realizados com 30 minutos de agitação, dosagem de soda de 500 ou 600 g/t independente do percentual de sólidos. Os resultados não satisfatórios foram encontrados nos ensaios sem adição de dispersante ou tempo de residência reduzido (10 min). Nessas situações, existiam vários

grãos com argila aderida em cavidades rasas e profundas, e argila aderida nas superfícies dos minerais (Sabedot e Sampaio, 2002).

Os ensaios de atrição dos minérios de ferro (hematita/ goethita) realizados por Queiroz (2003) contemplavam pH da polpa do ponto de menor dispersão (5,3 a 5,8) e de maior dispersão (pH 9,8). O pH foi alterado pela adição de solução de NaOH a 5%. Os tempos de agitação experimentados foram de 5 e 20 minutos. A rotação foi fixada em 800 rpm. O percentual de sólidos fixado em 40%. Queiroz (2003) concluiu que, no ponto de maior dispersão, as lamas apresentam maior grau de liberação à medida que aumenta o tempo de atrição, independente das características do mineral. No ponto de menor dispersão, o aumento do tempo de atrição influi nos resultados de formas distintas para hematitas compactas (especular, lamelar e granular) e porosas (hematita martítica e goethita), possuindo materiais terrosos em seus poros e interstícios. O grau de liberação das argilas das hematitas compactas foi maior com o aumento do tempo de agitação. O aumento do tempo de atrição de hematitas porosas ocasiona a coagulação da polpa ou até mesmo a não liberação das argilas quando o percentual de poros ultrapassa 39%. A Tabela 4 resume os valores ótimos para as variáveis da atrição em cada caso. Em todos os casos citados, a atrição foi realizada no pH de maior dispersão das partículas.

Vistos os exemplos de atrição dos minérios de fosfato, zircão e ferro, pode-se afirmar que sua eficácia depende do grau de dispersão da polpa, tempo de residência do minério na célula de atrição, percentual de sólidos na polpa e, bem menos da rotação do agitador. Nos três casos mencionados, a rotação aplicada foi fixa e mínima de 73 rpm, em aplicação industrial recentes, e máxima de 1.000 rpm, em teste em escala piloto. A rotação será uma variável importante no que diz respeito à potência absorvida pelo sistema (Botelho, [ca. 2009]). A dispersão, no entanto, é relevante quando se trata da remoção das lamas, quer na condição de *slime coating*, quer na forma de incrustações em partículas porosas.

Tabela 4: Variáveis da atrição

Minério	Rotação (rpm)	Tempo de Atrição (min)	Percentual de Sólidos (%)
Fosfato	73	15	60
Zircão	1000	30	70 a 80
Ferro	800	20	40

3.2.4. Avaliação dos efeitos da atrição

Os parâmetros mais adequados para a atrição geralmente são selecionados em função da eficiência na remoção das lamelas das partículas minerais. Trata-se da comparação da quantidade de lamelas antes e depois da atrição.

Sabedot e Sampaio (2002) fizeram a qualificação de forma subjetiva, pela observação em lupa binocular da quantidade de argila aderida aos grãos dos produtos da atrição. Grãos com argila aderida em cavidades rasas e profundas, e com vestígios de película sobre o grão, conferindo opacidade, foram classificados como atrição regular. A presença de grãos com argila aderida apenas em algumas cavidades profundas, mas sem opacidade, possibilitou afirmar que a atrição foi boa. A atrição foi ótima quando os grãos estavam completamente liberados da argila e com superfícies brilhantes.

Uma segunda quantificação experimentada foi através de análise química do produto da atrição antes e depois da etapa de concentração, com a finalidade de medir a redução do teor de contaminantes no produto final. Sabedot e Sampaio (2002) mediram todos os contaminantes do pré-concentrado de zircão, no entanto, constataram que o método mostrou-se inadequado. Isso porque as diferenças entre os teores da maioria dos contaminantes antes e depois da atrição foram valores considerados coincidentes com os da "margem de erro" do processo analítico. Queiroz (2003) mediu, principalmente, os teores de Fe, SiO₂ e Al₂O₃, para verificação dos indicadores de performance no processo de concentração.

O desempenho da flotação foi mensurado pela recuperação metalúrgica e índice de seletividade. A recuperação metalúrgica traduz numericamente a quantidade do elemento útil que estava na alimentação e está presente no concentrado. Quanto maior esse valor, melhor. O índice de seletividade, conforme proposto por Gaudin, indica a melhor relação entre teor e recuperação. Teoricamente, esse índice pode variar de 1, quando não há separação, até ∞. Na prática, os valores estão, em geral, entre 4 e 40 (Valadão e Araújo, 2007).

A recuperação metalúrgica é calculada pela equação (3.1)

$$(3.1) \quad R = \frac{c(a-r)}{a(c-r)} \times 100$$

R = recuperação metalúrgica

a = teor do elemento útil na alimentação

c = teor do elemento útil no concentrado

r = teor do elemento útil no rejeito

O índice de seletividade de Gaudin é obtido pela equação (3.2)

$$(3.2) \quad IS = \sqrt{\frac{R_1 \times T_2}{R_2 \times T_1}}$$

IS = índice de seletividade

R₁ = recuperação da espécie 1 no concentrado

R₂ = recuperação da espécie 2 no concentrado

T₁ = recuperação da espécie 1 no rejeito

T₂ = recuperação da espécie 2 no rejeito

A avaliação da atrição experimentada, com sucesso, por Queiroz (2003) e Sabedot e Sampaio (2002) foram: microscopia eletrônica de varredura e a microsonda com microanalisador EDS associado, para o caso do minério de ferro e a qualificação subjetiva pela observação em lupa binocular da quantidade de argila aderida aos grãos do pré-concentrado de zircão atricionados.

Supondo que a atrição possa remover as lamas que preenchem os poros de um grão, então seria possível medir o volume dos poros antes de depois da atrição. A medida do volume dos poros pode ser realizada pela técnica desenvolvida por Brunauer, Emmett e Teller, conhecida como B.E.T., que inclui a formação de uma monocamada de moléculas de gás sobre a superfície do sólido. O princípio da condensação capilar é aplicada para avaliar a presença de poros, o volume de poro e distribuição de tamanho de poro. Essa técnica se baseia na medida direta do volume das partículas, incluindo o esqueleto e os poros intra-particulares e excluindo-se a porosidade inter-particular. Os poros podem ser conectados ou isolados dependendo da permeabilidade de um determinado fluido de intrusão, em uma dada pressão, quando analisados em picnômetro. Uma partícula pode apresentar poros interconectados quando analisado utilizando gás hélio, que tem poder de penetração muito alto, e poros isolados, com o

mercúrio, que tem tensão superficial muito alta e baixo poder de penetração. (Schneider et al., 2005).

Outra forma de medir a porosidade em partículas é por meio de análise de imagens e somente pode ser aplicado quando uma das fases presentes não tenha porosidade conhecida, como é o caso da mistura de hematita porosa com quartzo (porosidade zero). Este método pode ser considerado um método indireto e utiliza um padrão de calibração. Existe limitação para análise qualitativa da porosidade de grãos. Apenas poros grandes podem ser observados por microscopia e análise de imagens. Poros pequenos são observados no microscópio ótico, nos quais a profundidade de campo é menor do que a profundidade do poro. Microscópios eletrônicos possuem profundidade de campo maior que dos microscópios óticos. (Schneider et al., 2005). A International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) classifica os poros segundo seu tamanho em: microporos – largura menor que 2 nm ou 20 Å; mesoporos - largura interna entre 2 nm ou 20 Å e 50 nm ou 500 Å e; macroporos – largura maior que 50 nm ou 500 Å (Pena et al., 2008).

A caracterização de minérios de ferro e de lammas pode ser feita por espectroscopia de refletância difusa, método bem sucedido para identificação e quantificação das principais fases presentes no minério de ferro. Nesse método, a análise pode ser feita com a fração abaixo de 100# (0,15 mm). Os teores de cada fase mineralógica contendo ferro são calculados com o uso das áreas relativas obtidas nos ajustes dos espectros Mössbauer e os valores de ferro total obtidos por análise química. Outro método é a microscopia de luz refletida que se baseia na contagem e identificação de aproximadamente 500 partículas. O método possibilita identificar goethita, caolinita, hematita, gibbsita, quartzo, especularita e martita em uma amostra de minério de ferro. (CARIOCA et al., 2011).

Outras maneiras de identificar as fases seriam a por difração de raios-X, análises químicas ou microscopia óptica. No entanto, Santos e Brandão (1996) apud Queiroz (2003) atestaram a impossibilidade de quantificar a “fase terrosa” (lammas) por difração de raio X, análises químicas ou microscopia óptica. Alegaram o fato de a “fase terrosa ser bastante rara, de tamanho muito pequeno além de tender a ocorrer em microporos de fases majoritárias e não apresentarem morfologia típica”(Santos e Brandão, 1996 apud Queiroz, 2003). A difração de raio X é uma técnica utilizada para identificação mineral,

porém é raramente empregada para a quantificação devido a efeitos que interferem na intensidade dos picos, como efeitos de textura (orientação preferencial), estresse e tamanho do cristal (Jenkins e Snyder, 1996 apud Carioca et al, 2011).

3.3. Dispersão e coagulação

A dispersão é uma condição importante para remoção das lamas aderidas às partículas dos minerais submetidos ao processo de flotação. Partículas coloidais tendem a se depositarem na superfície de partículas maiores ou formar agregados entre si (Baltar, 2008). A eficácia da atrição dos minérios de fosfato, zircão e ferro depende da condição de dispersão dos minerais (Barros, 1996; Sabedot e Sampaio, 2002; Queiroz, 2003). As partículas sólidas têm a tendência de interagirem com íons de oxigênio da água e adquirem uma carga elétrica superficial (Coelho, 2009), podendo apresentar um excesso de carga positiva ou negativa. Essa reação química ocorre mais facilmente em meio aquoso porque o oxigênio dissolvido em água tem maior atividade que o oxigênio na fase gasosa, devido à presença de formas atômicas e iônicas de oxigênio O e O⁻² (Glembotski, 1972 apud Pereira, 2004).

Três diferentes mecanismos contribuem para o surgimento desse excesso de carga na superfície de um mineral: cristais iônicos, hidratação da superfície e substituição isomórfica (Shaw apud Baltar, 2008; Lyklema, 1978; Everett, 1988).

Os cristais iônicos são formados quando em contato com um líquido polar, como a água, espécies iônicas da superfície do mineral sólido migram para a solução, ao mesmo tempo em que alguns íons da solução podem adsorver-se na superfície do sólido até que seja atingido o equilíbrio eletroquímico do sistema. Após o equilíbrio, a superfície sólida apresenta geralmente carga negativa, devido à maior probabilidade dos cátions à hidratação e sua permanência na fase aquosa.

A superfície hidratada do mineral hidrofílico dá origem aos grupamentos ácidos (H⁺) e básicos (OH⁻), que são dissociados em função do pH da suspensão. A ionização dos grupos ácidos dá origem à superfície com carga negativa. A ionização dos grupos básicos resulta em superfície positiva do mineral.

A substituição isomórfica de um cátion de maior valência por outro de menor valência na estrutura cristalina de alguns minerais induz a necessidade de incorporação de um

terceiro cátion para estabelecer a neutralidade elétrica. Em contato com a água, esse terceiro cátion é dissociado deixando a superfície do mineral negativa. A resultante das forças da interação entre as partículas do mineral determinará sua dispersão ou agregação. Se a resultante das forças tende a afastar uma partícula em relação às outras, tem-se a dispersão. Quando a resultante das forças é a atração entre as partículas sólidas ocorre à agregação, podendo ser ela por aglomeração, coagulação, agregação hidrófoba ou floculação.

Os fenômenos de dispersão e agregação ocorrem porque os sólidos, quando apresentam energia livre superficial, necessitam interagir com o meio a fim de abaixar o seu nível energético. Coelho (2009, p.26) lembra que “a formação de agregados estáveis ocorre através das ligações químicas, que podem ser iônicas ou covalentes”. O excesso de carga na superfície de um mineral em meio aquoso dá origem ao conceito da dupla camada elétrica.

A teoria da dupla camada elétrica foi desenvolvida por Helmholtz, em 1879 e aprimorada por Gouy (1910), Chapman (1913) e posteriormente, por Stern (1924). Em síntese, uma das camadas tem excesso de cargas positivas e a outra, excesso de cargas negativas, de forma que a dupla camada elétrica, como um todo, é eletricamente nula (Baltar, 2008). Na Figura 15, é apresentado um modelo para a dupla camada elétrica.

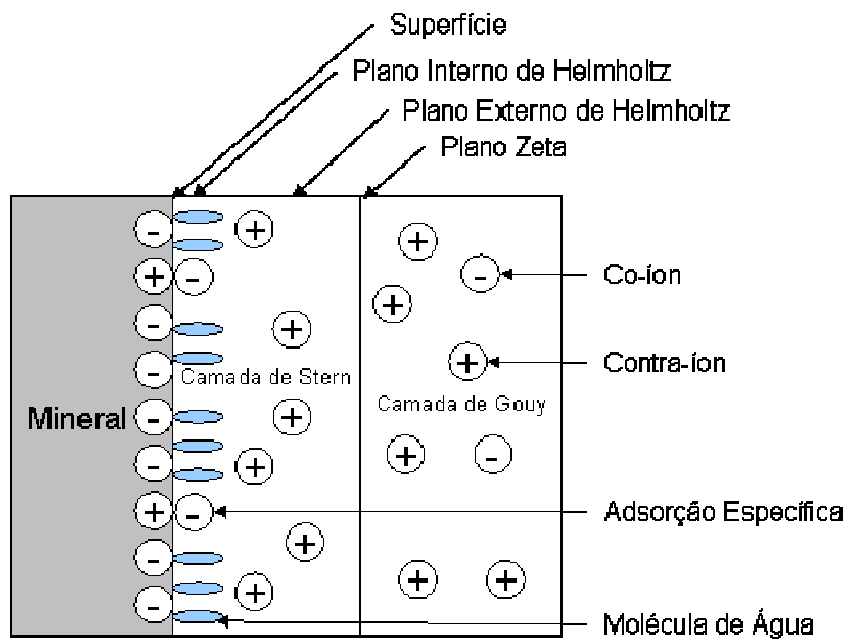


Figura 15: Modelo dupla camada elétrica na superfície de um sólido

Fonte: Adaptado de Baltar, 2008.

Junto à superfície do sólido predominam as moléculas de água e algumas espécies iônicas, que dependendo de sua natureza química, ali se mantêm por meio de uma adsorção específica. O centro de carga dos íons adsorvidos especificamente constitui o Plano Interno de Helmholtz. O centro de carga dos íons solvatados constitui o Plano Externo de Helmholtz. A Camada de Stern compreende o espaço entre a superfície do sólido e o final da camada onde os contra-íons (íons com sinal contrário da superfície) estão em posições rígidas em relação ao sólido e estão sujeitos a interações específicas e/ou eletrostáticas. A interação eletrostática está sempre presente, ao contrário da específica que possui natureza seletiva (Baltar, 2008).

Na Camada de Gouy, os íons estão em movimentação sob influência da energia térmica, formando uma camada difusa. As forças ocasionadas pela energia térmica e as forças eletrostáticas são da mesma ordem de grandeza. As interações específicas são desprezíveis devido à distância da superfície do sólido (Baltar, 2008).

Baltar (2008) distingue três tipos de íons que podem estar presentes na interface sólido-líquido: íons determinantes de potencial, íons específicos e íons indiferentes.

Íons determinantes de potencial são espécies iônicas que têm a possibilidade de transitar da fase líquida para a fase sólida e vice-versa, dependendo das condições eletroquímicas da suspensão e da espécie mineral em questão (Bruyn e Agar apud Baltar, 2008; Fuerstenau, 1982). No caso específico dos óxidos, as espécies H^+ e OH^- são determinadoras de potencial e sua concentração determinará o excesso de cargas na superfície do sólido. Os óxidos tendem a apresentar superfície positiva em meio ácido (altas concentrações de H^+) e negativa em meio alcalino (baixas concentrações de H^+). Daí a importância do pH na formação da carga elétrica dos minerais óxidos. Quando a concentração desses íons é tal que resulte na neutralização da carga elétrica na superfície do mineral, diz-se que a superfície está em seu ponto de carga zero e o potencial é nulo.

Íons específicos são aqueles com afinidade química por algum componente do mineral e, portanto, formam um composto químico na superfície do sólido. Eles também podem adsorver-se por atração eletrostática.

Íons indiferentes são aqueles que estão sob ação de forças eletrostáticas e como tal nunca farão parte na rede cristalina do sólido. Com o intuito de prevalecer a neutralidade elétrica, os íons com carga contrária à da superfície do sólido são atraído. Esses íons estão sempre solvatados e movimentam-se entre a Camada Externa de Helmholtz e a Camada de Gouy.

Esses íons podem ou não alterar o potencial zeta e o potencial da superfície do mineral. A concentração de íons determinantes de potencial altera o potencial da superfície e o potencial zeta. A concentração de íons indiferentes influencia apenas o valor do potencial zeta. Os íons indiferentes, por atração eletrostática, se aproximam e compactam a dupla camada elétrica. A presença de íons adsorvidos pode ser notada pela diferença entre o potencial da superfície e o potencial zeta (Baltar, 2008).

O exemplo ilustrado na Figura 16 mostra como a adição de soda (NaOH) pode alterar a interface formada pela superfície de uma hematita em água. A molécula de NaOH, em meio aquoso, libera OH^- , íons determinantes de potencial dos óxido, como é o caso da hematita (Fe_2O_3).

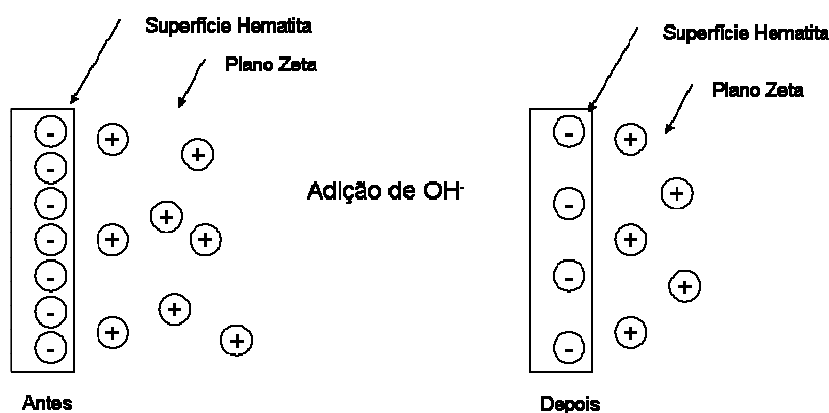


Figura 16: Alteração do potencial eletrocinético da hematita pela adição de NaOH

Fonte: Adaptado de Baltar (2008)

O grupamento OH^- reagirá com os cátions livres no meio aquoso. O excesso de carga positiva no meio será menor e, portanto, menor a força eletrostática atuando sobre a superfície da hematita, acarretando em diminuição do potencial zeta. Assim, menos cátions serão atraídos para a superfície do mineral, diminuindo o potencial da superfície. Por outro lado, caso a quantidade de cátions livres no meio aquoso aumente,

maior quantidade de carga negativa estará na superfície do mineral, elevando o potencial superficial e o potencial zeta.

Alguns íons que não são determinantes de potencial podem apenas provocar a compressão da dupla camada elétrica, elevando o potencial zeta, mas não alterando o potencial da superfície do mineral como representado na Figura 17.

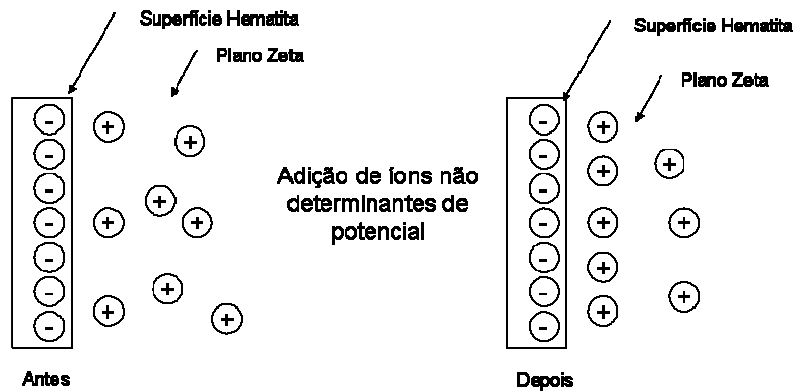


Figura 17: Alteração do potencial zeta da hematita pela adição de íons não determinantes do potencial

Fonte: Adaptado de Baltar (2008)

Partículas finas suspensas em meio líquido estão sujeitas às forças atrativa de London-van der Waals e a força repulsiva da dupla camada elétrica, energias de interação normalmente consideradas influentes na agregação e dispersão de lamas (Lu et al., 1997 apud Pereira, 2004). As forças de London-van der Waals para duas partículas de mesma natureza, em meio aquoso, são sempre atrativas. Essa força depende da natureza da partícula, do meio e da distância entre as partículas somente. O efeito resultante da interação entre as duplas camadas elétricas de partículas com cargas superficiais idênticas é a repulsão. A intensidade dessa interação depende da distância entre as partículas, do potencial de superfície e, em muitos casos, do valor do pH do meio aquoso. As interações elétricas, também possíveis de acontecer, dependem da natureza e concentração do eletrólito, porém, na existência de carga superficial, independerá da natureza da partícula (Lyklema, 1989 apud Lins e Adamian, 2000).

O grau de estabilidade dos finos é determinado pela resultante das forças de atração e repulsão, consolidada na conhecida teoria DLVO, em referência a Derjaguin-Landau e

Verwey-Overbeek, duplas de cientistas russos e holandeses, respectivamente, que nos anos 40 desenvolveram independentemente essa teoria. O procedimento consiste essencialmente em calcular a energia livre total de interação em função da distância de separação entre as partículas (Lins e Adamian, 2000).

Segundo Lins e Adamian (2000), supondo-se a aproximação de duas partículas, de acordo com a teoria DLVO, a energia total de interação (V_T) é a soma da energia devida às forças de van der Waals (V_W) e a energia devida às forças elétricas de repulsão (V_E). As expressões para V_W e V_E são definidas para o caso de partículas idênticas e diferentes. A expressão V_W depende a constante de Hamaker, característico do material, e da geometria do sistema. Quanto maior o valor da constante de Hamaker, maior será a atração entre dois corpos de mesma natureza. A expressão V_E está em função do potencial zeta e da espessura da parte difusa da dupla camada elétrica das partículas. A Figura 18 ilustra uma curva típica dessas equações.

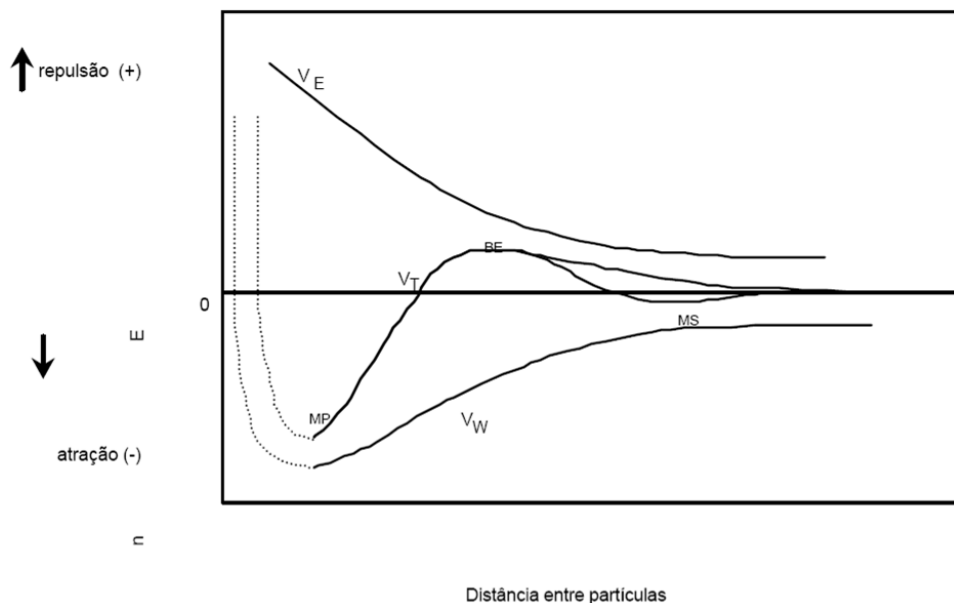


Figura 18: Teoria DLVO clássica: curvas de energia de interação em função da distância de aproximação mútua de duas partículas.

Fonte: Lins e Adamian, 2000, p. 07.

No ponto de mínimo primário (MP), a distância entre as partículas é muito pequena e possibilita que as partículas se agreguem de forma irreversível, normalmente. Pode

também ocorrer o mínimo secundário (MS) em soluções eletrolíticas concentradas e/ou com partículas relativamente mais grossas. Nesse ponto, ocorre uma agregação (atração) mais fraca, facilmente desfeita por uma agitação moderada, causando a redispersão do sistema (Lyklema, 1989 apud Lins e Adamian, 2000).

A teoria DLVO estendida ou teoria X-DLVO, como o próprio nome sugere, é uma extensão da teoria DLVO clássica. Nela, admite-se a possibilidade da existência de forças adicionais referidas comumente como forças estruturais. Essas forças surgem do estruturamento das moléculas do líquido quando estas estão confinadas entre duas superfícies próximas. Em meio aquoso, entre superfícies hidrofílicas, existem forças estruturais repulsiva com intensidade dependendo do grau de hidratação das superfícies. Superfícies hidrofóbicas tenderão a serem atraídas e sua intensidade estará sujeita à hidrofobicidade da superfície (Israelachvili e McGuiggan, 1988 apud Lins e Adamian, 2000). Os dispersantes têm função específica e atuam no sentido de provocar o aumento da repulsão eletrostática ou a estabilização estérica entre as partículas. A maioria dos dispersantes são também depressores (Bulatovic, 2007). É exemplo de depressor com função de dispersante é o carboximetilcelulose.

O carboximetilcelulose é um polímero aniônico mais extensamente utilizado na flotação de minerais. Ele é obtido pela reação do ácido monocloroacético ou seus sais de sódio com celulose alcalina. Carboximetilcelulose é fabricado com pesos moleculares variando de 50.000 a 800.000. Exibem propriedade altamente depressora para alguns minerais (Bulatovic, 2007) e dispersante para o minério de ferro (Totou, 2010). A figura 19 mostra a estrutura do carboximetilcelulose.

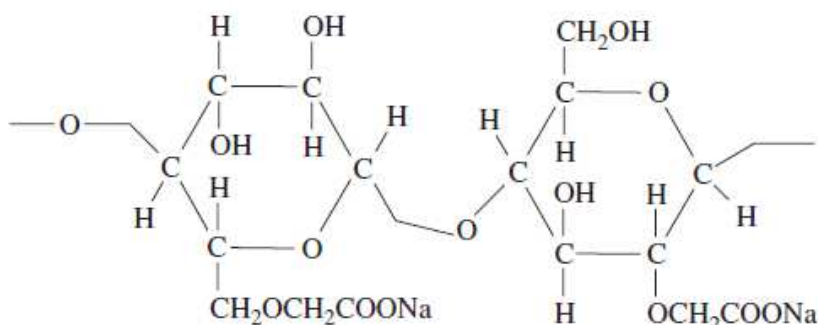


Figura 19: Estrutura do carboximetilcelulose

Fonte: BULATOVIC, 2007

O poliacrilato, amplamente utilizado para a depressão de silicatos ativados com cátions (Bulatovic, 2007), foi experimentado por Souza (1996 apud Totou, 2010) para dispersão de lamelas no minério de ferro. Os poliacrilatos são o mais novo grupo de polímeros aniônicos, e têm aplicação limitada. (Bulatovic, 2007) . A figura 20 mostra a estrutura do poliacrilato.

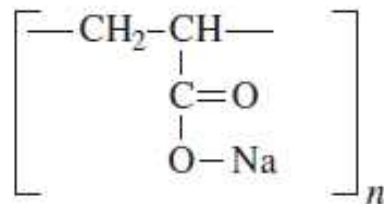


Figura 20: Estrutura do poliacrilato

Fonte: Bulatovic, 2007

Os dispersantes ganham importância quando a flotação é realizada em meio ácido. Os reguladores de pH podem ser ácidos (sulfúrico ou clorídrico) ou bases (hidróxidos de cálcio, magnésio, sódio e carbonato de sódio, etc.). O hidróxido de sódio (conhecido como soda cáustica) caracteriza-se por propiciar grandes variações de pH em pequenas dosagens na faixa alcalina (Baltar, 2008).

Para Bulatovic (2007), os dispersantes são utilizados para prevenir o fenômeno de *slime coating* quando existem lamelas na polpa e agregação das partículas finas ou minerais de ganga durante uma floculação seletiva. Argilo-minerais têm diferentes propriedades de superfície em comparação com partículas maiores em relação ao potencial energético.

Os dispersantes podem ser polímeros orgânicos ou compostos inorgânicos. Amido, dextrina, lignina e éter glicólico são representantes dos dispersantes orgânicos. Silicato de sódio e polifosfato de sódio são exemplos de dispersantes inorgânicos.

Os reagentes inorgânicos atuam principalmente aumentando a carga da dupla camada elétrica, adsorvendo na superfície das partículas através de pontes de hidrogênio ou adsorção química. Krishnan e Iwasaki (1984) mostraram que a adição de silicato de sódio pode neutralizar os efeitos adversos do Ca^{++} em suspensão na dispersão do minério de goethita e quartzo. O potencial zeta diminui consideravelmente com o aumento da concentração de Ca^{++} , devido à adsorção do Ca^{++} na superfície do quartzo,

indicando que os íons Ca^{++} atraem os ânions silicato, mas não o suficiente para elevar o potencial zeta ao nível da solução sem Ca^{++} . Aumentando a concentração de silicato de sódio, na ausência de Ca^{++} , o potencial zeta do quartzo e da goethita decrescem, indicando que os íons silicato agem como íons indiferentes desses minerais.

No caso do amido, forças columbianas atuam entre as superfícies do mineral e moléculas desses dispersantes dificultam a adsorção causada por interações não-iônicas. A adsorção das moléculas do polissacarídeo é possibilitada por pontes de hidrogênio. Tais conclusões foram viabilizadas a partir de investigação sobre a adsorção de amidos em hematita e quartzo (Balajee e Iwasaki apud Bulatovic, 2007).

A existência de forças eletrostáticas na adsorção de argilas na superfície dos minerais é devido à atração das cargas opostas (Jewet e Pearse 1956 apud Bulatovic, 2007; Plaskin, 1965). Os minerais com recobrimento de argilas são menos propensos a formar um sistema disperso, porém, isso dependerá do potencial da superfície das lamelas em diferentes ambientes.

Existem três diferentes formas para dispersão das lamelas (Bankoff, 1943 apud Bulatovic, 2007):

- remover as cargas positivas por transferência de prótons ou adição de NaOH;
- neutralização, carregando positivamente, com adsorção de ânions de Cl^- ;
- adicionar argilo-minerais com cargas opostas.

A ação de dispersão de polímeros não está associada à adsorção do polímero em partículas maiores no caso de quartzo e óxidos. Na realidade, o polímero proporciona as condições para que as argilas sejam mantidas dispersas. Na prática, os amidos modificados são bons dispersantes de lamelas de silicato, mas não são eficazes para a dispersão de argilas caulinita-ilita.

As lamelas liberadas dos poros dos minerais na etapa de atrição tenderam a retornar para a superfície dessas partículas ou formarem agregados entre si após adquirirem carga ao reagirem com íons de oxigênio da água. O dispersante atua modificando a carga seletivamente a fim de evitar a atração entre partículas. Industrialmente, é comum a utilização de soda cáustica como é conhecida popularmente o hidróxido de sódio (NaOH). Por se tratar de uma base, o hidróxido de sódio modifica o pH da polpa. Isso implica em menor presença de íons de oxigênio livres e, portanto, menor potencial

elétrico na superfície de alguns minerais, que por sua vez, praticamente deixarão de atrair partículas de carga oposta, no caso as lamas.

Totou (2010) mostrou que houve aumento no nível de estabilidade da suspensão do minério itabirítico na fração -0,15 mm (58,69% Fe), utilizando dosagem de 900 g/t de hexametáfosfato de sódio e mantendo o pH em 9,60 com adição de hidróxido de sódio. O menor nível de dispersão da polpa ocorre em pH 5,20 a 5,80. Esse fato confirmou o mecanismo de atuação desses reagentes no sentido de promover um aumento e manutenção da carga elétrica na dupla camada elétrica que envolve as partículas em uma suspensão. O hexametáfosfato de sódio é um metafosfato com estrutura característica ramificada como mostrado na Figura 21.

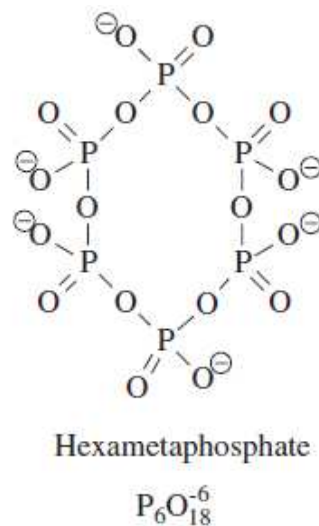


Figura 21: Estrutura do hexametáfosfato

Fonte: Bulatovic, 2007

São reguladores importantes. Em solução, metafosfatos têm uma reação neutra e são relativamente estáveis à temperatura ambiente. Em elevada temperatura, cerca de 60° C, hidrolisam em ortofosfato. Em solução alcalina, se decompõem em polifosfatos. O pH desta solução é de cerca de 5. Por causa de uma reação ácido fraco, o hexametáfosfato de sódio reage com cátions de metais bivalentes. Na presença de oxigênio, o hexametáfosfato de sódio lentamente se decompõe em pirofosfato e ortofosfato. A principal característica desse grupo de reagentes é a carga negativa (PO_4^{3-}) e a ponte de oxigênio. O hexametáfosfato de sódio é usado como depressor de sulfuretos de ferro e

sais minerais alcalino-terrosos durante flotação de minérios de cobre-molibdênio (Bulatovic, 2007).

3.4. Planejamento de Experimentos

Planejamentos experimentais baseados em princípios estatísticos permitem extrair do sistema em estudo o máximo de informação útil, fazendo um número mínimo de experimentos. Nesses experimentos, todos os fatores variam ao mesmo tempo, ou seja, todas as combinações possíveis dos níveis dos fatores são investigadas, sendo possível observar a interação entre os fatores. São raras as situações em que dois fatores atuam de forma realmente independente.

Os métodos de planejamento de experimentos permitem resolver problemas e tem potencial de baixar drasticamente custo e reduzir tempo de desenvolvimento de novos produtos ou processos (Montgomery e Runger, 2003). Podem ser aplicados para:

- Identificação de problemas do processo
- Desenvolvimento e otimização de processos
- Avaliação do material e alternativas
- Confiabilidade e teste de durabilidade
- Teste de desempenho
- Configuração de projeto do produto
- Determinação da tolerância do componente

Uma investigação experimental pode iniciar de uma situação de pouca informação, quando sequer se conhece a variável mais importante para o sistema em estudo ou o conhecimento se limite a uma pequena experiência prática ou alguma informação bibliográfica. Nessas condições, deve-se fazer uma triagem e descartar as variáveis não significativas. O uso do método proposto por Planckett e Burman (1946) permite estimar todos os efeitos principais com variância mínima. Uma desvantagem apontada por Neto et al. (2010) é a complexidade das relações entre os contrastes calculados e os efeitos de um fatorial completo, o que torna difícil a escolha de ensaios adicionais para desconfundir os efeitos.

Selecionados os fatores importantes, passa-se a avaliar quantitativamente sua influência sobre a resposta de interesse, assim como as possíveis interações. Pode-se empregar planejamentos fatoriais completos.

3.4.1. Planejamento Fatorial Completo 2^k

Para K variáveis controladas, um planejamento fatorial completo de dois níveis exige a realização de 2^k ensaios diferentes, sendo chamado por isso de planejamento fatorial 2^k . Para fazer o planejamento 2^k , deve-se escolher os níveis de cada variável amparado no conhecimento disponível sobre o sistema.

Todos os ensaios devem ser feitos em duplicata para estimativa do erro experimental de uma resposta individual. A extensão desse erro é importante para decisão da existência ou não de efeitos significativos que possam ser atribuídos à ação dos fatores (Neto, 2010).

A quantidade de experimentos necessários para se fazer um planejamento fatorial 2^k completo aumenta rapidamente com o número de fatores investigados. Um planejamento com oito fatores, por exemplo, exigiria $2^8 = 256$ experimentos. Quando o número de fatores aumenta, crescem as chances de um ou mais deles não afetem a resposta e o número de interações de ordem alta aumenta significativamente. Porém, na maioria dos casos, essas interações são destituídas de importância prática (Neto et al, 2010).

Pereira (2004) utilizou planejamento fatorial completo 2^k para avaliar a influência e interações entre sete variáveis (valor do pH, ordem de adição de reagentes, dosagem de sulfeto de sódio, de hexametáfosfato de sódio, de poliacrilato, de carboximetilcelulose e de Calgon) no grau de dispersão do minério calamínico. Chegou a conclusão que os reagentes hexametáfosfato, calgon, poliacrilato e carboximetilcelulose apresentavam maior influência na dispersão e as interações geram queda na resposta.

A análise dos resultados dos experimentos fatoriais é conduzida individualmente para cada variável resposta através do algoritmo de Yates, considerando um determinado grau de significância. O algoritmo de Yates tem tantas colunas quantas forem as variáveis estudadas, sendo designadas por $Y-1$, $Y-2$, ... $Y-n$, onde n é o número de

variáveis. O algoritmo de Yates é descrito por Martins (1976) e a memória de cálculo pode ser resumida na Tabela 5. As variáveis respostas R_{i1} e R_{i2} são réplicas do teste i .

Tabela 5: Algoritmo de Yates

Testes	Efeito	Resposta		$R_{i1} + R_{i2}$	Y-1	Y-2	Y-3	DM
1	-	R_{11}	R_{12}	$R_{11} + R_{12} = r_1$	$r_1 + r_2 = y_{11}$	$y_{11} + y_{12} = y_{21}$	$y_{21} + y_{22} = y_{31}$	$y_{31} / 2^n$
2	a	R_{21}	R_{22}	$R_{21} + R_{22} = r_2$	$r_3 + r_4 = y_{12}$	$y_{13} + y_{14} = y_{22}$	$y_{23} + y_{24} = y_{32}$	$y_{32} / 2^n$
3	b	R_{31}	R_{32}	$R_{31} + R_{32} = r_3$	$r_5 + r_6 = y_{13}$	$y_{15} + y_{16} = y_{23}$	$y_{25} + y_{26} = y_{33}$	$y_{33} / 2^n$
4	ab	R_{41}	R_{42}	$R_{41} + R_{42} = r_4$	$r_7 + r_8 = y_{14}$	$y_{17} + y_{18} = y_{24}$	$y_{27} + y_{28} = y_{34}$	$y_{34} / 2^n$
5	c	R_{51}	R_{52}	$R_{51} + R_{52} = r_5$	$r_2 - r_1 = y_{15}$	$y_{12} - y_{11} = y_{25}$	$y_{22} - y_{21} = y_{35}$	$y_{35} / 2^n$
6	ac	R_{61}	R_{62}	$R_{61} + R_{62} = r_6$	$r_4 - r_3 = y_{16}$	$y_{14} - y_{13} = y_{26}$	$y_{24} - y_{23} = y_{36}$	$y_{36} / 2^n$
7	bc	R_{71}	R_{72}	$R_{71} + R_{72} = r_7$	$r_6 - r_5 = y_{17}$	$y_{16} - y_{15} = y_{27}$	$y_{26} - y_{25} = y_{37}$	$y_{37} / 2^n$
8	abc	R_{81}	R_{82}	$R_{81} + R_{82} = r_8$	$r_8 - r_7 = y_{18}$	$y_{18} - y_{17} = y_{28}$	$y_{28} - y_{27} = y_{38}$	$y_{38} / 2^n$

O desvio-padrão (σ_{cal}) é calculado como sendo a razão entre a diferença média (DM) e o erro padrão da diferença média (EPDM) para cada unidade experimental.

$$(3.3) \quad \sigma_{cal} = DM / EPDM$$

O experimento tecnológico tem o desvio-padrão conjunto (σ_{exp}) de todos os experimentos, dado por

$$(3.4) \quad \sigma_{exp} = \sqrt{(\sum(R_{i1} + R_{i2})^2 / 2 \Phi_{exp})}$$

em que Φ_{exp} é o número total de graus de liberdade do experimento. No caso de três variáveis em dois níveis, tem-se $\Phi_{exp} = n = 2^3 = 8$.

Assumindo que o erro padrão da média inferior (EPMI) é igual ao erro padrão da média superior (EPMS), tem-se

$$(3.5) \quad EPMI = EPMS = \sigma_{exp} / \sqrt{n}$$

Logo,

$$(3.6) \quad EPMD = \sqrt{(EPMI^2 + EPMS^2)}$$

No Anexo I, consulta-se o $t_{(\alpha,n)}$, com $\Phi_{exp} = n = 8$ e o nível de confiança escolhido, α . Se $t_{cal} > t_{(\alpha,n)}$, então pode-se afirmar que a variável ou interação das variáveis correspondente é significativa, ao nível de $1-\alpha$. O sinal que acompanha o valor da

diferença média (DM) indica que a variável resposta aumenta caso seja positivo e diminui, caso negativo.

Em qualquer experimento planejado, é importante examinar os resíduos e verificar a violação das suposições básicas que poderiam invalidar os resultados. A análise de variância considera que as observações sejam normal (Montgomery e Runger, 2003). Essa suposição deve ser verificada através do exame dos resíduos. Os resíduos de um planejamento fatorial desempenham um papel importante na verificação da adequação de um modelo. O modelo de regressão para obter os valores previstos é

$$(3.7) \quad Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3 + \epsilon$$

em que x_1 , x_2 e x_3 representam os fatores A, B e C. O coeficiente β_1 , β_2 , β_3 , β_{12} , β_{23} , β_{13} e β_{123} são estimados como sendo metade das estimativas dos efeitos e β_0 é a média global. Em muitas situações, no entanto, não se conhece a relação completa de todas as variáveis que afetam significativamente a resposta. Nesses casos, para não cometer equívocos de excluir fatores importantes, convém estudar maior número possível de variáveis, sem aumentar a quantidade de experimentos. Isso pode ser feito através de planejamentos fracionários ou pelo método proposto por Plackett-Burman (1946).

3.4.2. Abordagem Estatística de Plackett-Burman

Os planejamentos fracionários propostos por R. L. Plackett e J. P. Burman (1946) tem como objetivo simplificar, diminuir a quantidade de experimentos e tornar eficiente a seleção de variáveis. A matriz construída por esse método inclui todos os valores de $N = 4K$ até 100, exceto 92. Sendo assim, o método emprega 8, 12, 16, 20, ..., n experimentos para investigar simultaneamente até 7, 11, 15, 19, ..., $n-1$ variáveis, em dois níveis, superior (+) e inferior (-). Os efeitos principais de cada variável são determinados individualmente, admitindo-se que os efeitos de interação são desprezíveis. Embora num planejamento com n experimentos seja possível estudar até $n-1$ variáveis, recomenda-se que o número de fatores reais não ultrapasse $n-4$, para que os demais graus de liberdade restantes façam o papel de variáveis inertes ou fictícias para estimar o erro nos valores calculados para os efeitos principais (Neto et al., 2010).

O uso do planejamento de experimentos proposto por Plackett e Burman (1946) aparece como uma técnica bem sucedida na escolha eficiente e na precisão da seleção de variáveis importantes de um dado processo. Santos et al. (2010) relatou a aplicação dessa ferramenta no estudo das variáveis: porcentagem de sólidos, concentração de ácido sulfúrico, temperatura e tempo de reação no estudo de obtenção de níquel por lixiviação. Carvalho (2010) aplicou o método de Plackett-Burman para identificar a importância das variáveis: tempo, inclinação, vazão de água, massa e agitação na separação magnética no Tubo Davis.

Para aplicação do método, determinam-se quantas variáveis serão estudadas e então, escolhe-se o bloco mais adequado. Por exemplo, o bloco de 12 experimentos é adequado para avaliar 8 variáveis, sendo 4 variáveis fictícias. A Tabela 6 apresenta o bloco proposto por Plackett-Burman para 12 experimentos (N = 12). No caso de haver apenas oito variáveis, utiliza-se apenas as oito primeiras colunas da matriz (Plackett e Burman, 1946).

Tabela 6: Modelo de Plackett-Burman para 12 experimentos

		Variáveis										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Experimentos	1	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	-
	2	+	-	+	+	+	-	-	-	+	-	+
	3	-	+	+	+	-	-	-	+	-	+	+
	4	+	+	+	-	-	-	+	-	+	+	-
	5	+	+	-	-	-	+	-	+	+	-	+
	6	+	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+
	7	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	+
	8	-	-	+	-	+	+	-	+	+	+	-
	9	-	+	-	+	+	-	+	+	+	-	-
	10	+	-	+	+	-	+	+	+	-	-	-
	11	-	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+
	12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: PLACKETT e BURMAN, 1946; MARTINS, 1976 e NETO, SCARMINIO E BRUNS, 2010.

Uma análise do bloco construído na Tabela 7 mostra que durante 12 testes as variáveis aparecem seis vezes tanto no seu nível superior quanto inferior. O efeito de uma

variável (fictícia ou não) na variável resposta (m_i) é a diferença entre a soma dos valores da resposta para os $N/2$ testes em nível superior ($R_{(+)}$) e a soma dos valores da resposta para $N/2$ testes no nível inferior ($R_{(-)}$).

$$(3.8) \quad m_i = (\sum r_{i(+)} - \sum r_{i(-)}) / N$$

Como exemplo, o efeito da variável 5 será estimado por

$m_5 = (r_1 + r_2 + r_6 + r_8 + r_9 + r_{11} - r_3 - r_4 - r_5 - r_7 - r_{10} - r_{12}) / 12$, onde r_i é o resultado do i -ésimo experimento de uma determinada variável da matriz.

O efeito apresentado por uma variável fictícia deve ser zero. Esse não é o erro experimental. A variância devido ao erro pode ser estimada pela equação

$$(3.9) \quad s^2 = 4K (m_{n+1}^2 + m_{n+2}^2 + \dots + m_{4K-1}^2) / (4K - n - 1)$$

No caso de haver oito variáveis, a variância devido ao erro será dada por

$$(3.10) \quad s^2 = 12 (m_9^2 + m_{10}^2 + m_{11}^2) / (12 - 8 - 1)$$

$$(3.11) \quad s^2 = 12 (m_9^2 + m_{10}^2 + m_{11}^2) / 3$$

E a variância do erro será

$$(3.12) \quad m_i = s_i^2 = s^2 / 4K$$

$$(3.13) \quad m_i = s_i^2 = (m_9^2 + m_{10}^2 + m_{11}^2) / 3$$

O erro padrão (s) é calculado a partir da variância

$$(3.14) \quad s = \sqrt{s^2}$$

A significância de cada efeito pode ser determinada pelo teste t_{cal}

$$(3.15) \quad t_{cal} = m_i / s$$

Em geral, admite-se que uma variável é significativa para um grau de confiança superior a 95%.

3.4.3. Amostragem

A amostragem não se trata de uma simples técnica mecânica. É um processo aleatório, possível de introduzir erros. O lote a ser amostrado deve ser o mais homogêneo possível, tornando exequível a amostragem como um processo exato de seleção. Mas geralmente os lotes são heterogêneos. O erro total de amostragem é o somatório do erro

de amostragem propriamente dita e do erro de preparação da amostra primária, para obtenção da amostra final.

O erro de amostragem é o somatório de sete erros independentes, resultantes do processo de seleção da amostra primária, e provenientes, principalmente, da variabilidade do material que está sendo amostrado. Os fatores que contribuem para ocorrência de erros dessa natureza são a não uniformidade da densidade ou da vazão, heterogeneidade de distribuição das partículas, variações periódicas da característica de interesse, massa da amostra, heterogeneidade de distribuição localizada, configuração incorreta da delimitação da dimensão dos incrementos e erro na operação de tomada dos incrementos.

O erro de preparação é o somatório de cinco erros independentes, provenientes das operações de redução de granulometria, homogeneização e quarteamento a que a amostra primária é submetida. Influenciam nesse erro a perda de partículas pertencentes à amostra, contaminação da amostra por material estranho, alteração não intencional da característica de interesse a ser medida na amostra final, erros não intencionais do operador e alteração intencional da característica de interesse a ser medida na amostra final.

Todavia, é possível minimizá-los e, em alguns casos, eliminá-los, evitando os erros sistemáticos indesejáveis. Os procedimentos e orientações da NBR ISO 3082 (2003) visam minimizar os erros de delimitação de incrementos e extração, principalmente, para o minério de ferro. Os erros de preparação podem ser minorados seguindo alguns métodos.

A preparação de uma amostra primária envolve operações de cominuição, homogeneização e quarteamento, até a obtenção de amostra final, com massa e granulometria adequadas para realização de ensaios (Góes et al, 2004).

A redução da granulometria da amostra permite o trabalho com uma amostra de menor massa. Essa redução pode ser obtida em britadores de mandíbula (até 50,8 mm), britadores cônicos ou de rolos (de 50,8 mm até 1,2 mm) ou moinhos (abaixo de 1,2 mm). A cominuição minimiza a segregação granulométrica principalmente em pilhas, onde as partículas de maiores dimensões tendem a rolar sobre a superfície de deposição enquanto os finos tendem a se moverem apenas por escorregamento.

O erro ocasionado pela segregação pode ser minorado através da homogeneização, geralmente seguida da operação de quarteamento. A homogeneização implica na mistura de quantidades de materiais com a finalidade de tornar uniforme a composição da porção de tamanho Q (Schofield, 1980). O quarteamento é a operação de redução do tamanho da amostra até a obtenção da amostra final, com massa maior ou igual à massa mínima requerida para ser representativa. Para dimensionar a massa mínima, pode-se aplicar a equação geral de Pierre Gy (Luz et al, 2004).

Existem diferentes técnicas de homogeneização e quarteamento, dentre as quais pode-se citar formação de pilhas cônicas e alongadas, utilização de quarteador Jones e mesa homogeneizadora/ divisora.

O objetivo de formar uma pilha cônica é obter uma porção onde a segregação deve ser simétrica em relação ao vértice do cone. Depois de ser feito o cone, o vértice é achatado para facilitar a divisão em quatro alíquotas, segundo dois planos verticais que se cruzam no eixo geométrico do cone. Duas frações em diagonal são reunidas e as outras duas rejeitadas. Se for preciso uma amostra menor repete-se o processo.

A pilha alongada é indicada tanto em laboratório como industrialmente. O material (amostra primária) é distribuído em sucessivas camadas com velocidade constante, utilizando uma pá ou equipamento adequado. Ao final da formação, o material das extremidades da pilha deve ser retomado e distribuído ao longo da pilha. Essa recomendação se faz necessária, porque, segundo Chaves e Ferreira (1996), as extremidades são depósitos perturbados que não representam a média do lote e afetarão o resultado da homogeneização. A pilha é dividida ao meio no sentido longitudinal e, posteriormente, em partes iguais no sentido transversal. As partes são enumeradas seqüencialmente. O quarteamento efeito formando-se duas pilhas cônicas, uma tomando as porções de índice ímpares e outra, as de índice par. O procedimento é repetido até a obtenção da massa mínima requerida.

O divisor Jones é constituído de uma série de divisórias paralelas igualmente distanciadas. No espaço entre duas divisórias existe um fundo inclinado, de forma a desviar o material que cai nesse espaço para um dos lados do aparelho. É o amostrador mais utilizado em laboratórios para material sólido seco (Luz et al, 2004).

A mesa homogeneizadora é um equipamento acionado mecanicamente que consiste de uma calha vibratória de vazão e altura de descarga variável, que descreve uma trajetória

circular sobre uma mesa, sendo alimentada por um silo. A mesa proporciona a formação de uma pilha de secção triangular, que é dividida por um dispositivo constituído por dois interceptadores triangular articulados e reguláveis pelo deslizamento do seu suporte em um aro regulado.

Os métodos de quarteamento em cone e pilha alongada apresentam como vantagem utilização de equipamentos de custo baixo e em caso de pequenos lotes de material de alto teor não há perigo de perdas significativas. Como desvantagem desses métodos pode-se citar o número considerável de trabalhadores necessário, demasiadas manipulações durante a operação, dificuldade na obtenção de um cone vertical e quando o cone é achatado pode ocorrer que o material fino do ápice do vértice espalhe-se de maneira irregular (Sampaio et al, 2007).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão apresentados os materiais e métodos utilizados para atender aos objetivos específicos desse trabalho. Os procedimentos incluem coleta e preparação de amostras, planejamento de experimentos, ensaios de atrição, deslamagem e flotação, todos em escala de bancada e caracterização mineralógica.

4.1. Origem e preparo das amostras

Foi utilizada amostra do minério de ferro hematítico fornecida pela VALE proveniente do *run of mine* das Minas Capitão do Mato e Tamanduá britado industrialmente abaixo de 35 mm. Essa amostra foi coletada a partir da amostragem industrial.

A amostra industrial do minério britado é rotineiramente composta por incrementos coletados por amostrador primário automático do tipo Cross Belt. Nos pontos de amostragem, o intervalo de coleta de amostra é base massa conforme referenciado na NBR ISO 3082 (2003), sendo que o fechamento da amostra global se dá a cada turno. O intervalo de coleta de incrementos que compõe a amostra é em função da variabilidade da qualidade do minério. O intervalo de amostragem é relativamente curto. Quanto maior a variação da qualidade esperada para o minério, maior o número de incrementos e menor o intervalo de coleta dos incrementos necessários a fim de tornar a amostra representativa (NBR ISO 3082, 2003). A amostra primária constituída foi homogeneizada e quarteada no laboratório da VALE, utilizando o quarteador Jones. Uma das porções da amostra resultante do quarteamento é reservada por algumas horas antes do descarte. A amostra para os testes de bancada foi composta por essa alíquota que seria descartada. As alíquotas de descarte foram reunidas no período de 173 turnos de 6 horas, aproximadamente 43 dias, formando a amostra para os testes. A Figura 22 representa a seqüência para obtenção das amostras.

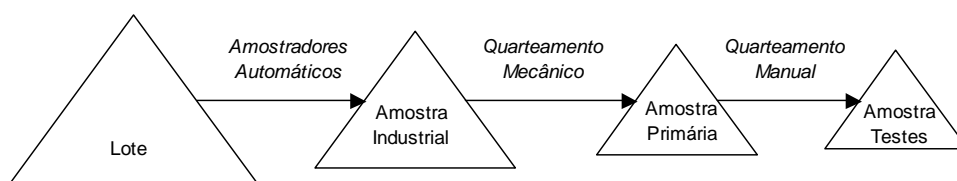


Figura 22: Seqüência de amostragem

A amostra para os testes totalizou 433 kg de minério de ferro com granulometria abaixo de 35 mm. A preparação da amostra, realizada no Laboratório de Tratamento de Minérios da UFOP, incluiu a classificação por peneiramento a úmido em 0,15 mm (100#), filtragem, secagem em estufa, homogeneização em pilha cônica seguida da formação de pilha alongada, a partir da qual a amostra foi quarteada manualmente, conforme mostrado na Figura 23.



(a) Pilha Cônica



(b) Pilha Alongada

Figura 23: Homogeneização e quarteamento da amostra de minério de ferro

Apenas a fração abaixo de 0,150 mm foi utilizada. Embora essa fração pudesse ser obtida por britagem e moagem em laboratório, não seria recomendado. A intenção dos testes é simular o processo industrial em busca de melhorias. A britagem do minério poderia comprometer os resultados, uma vez que esse material, a partir do ponto de amostragem, passa apenas por processos de classificação, sendo o retido em 0,15mm produto final e o passante, deslamado em hidrociclones e concentrado por flotação.

O tamanho das amostras para testes deveria ser a mínima recomendada segundo a teoria de Pierre Gy e igual à massa necessária para realização das bateladas de testes.

A metodologia para determinação da massa mínima pressupõe o conhecimento prévio de características do material a ser amostrado. “Em geral, as teorias mais simples fazem uma estimativa pessimista e implicam em amostras desnecessariamente grandes” (Luz et al, 2004). A teoria desenvolvida por Pierre Gy abrange várias características complexas de uma situação prática de amostragem e aproximações empíricas permitem

que ela seja usada com relativa facilidade. Essa metodologia se aplica somente a distribuições de Gauss (Normal) e considera que a massa do material a ser amostrado (W) é muito grande, e a razão ($1/W$) tende a zero. A massa mínima da amostra (w), em gramas, pode ser calculada pela equação 1.

$$(4.1) \quad w = (1/ Sa^2) d^3 \cdot Q \cdot l \cdot f \cdot h$$

O material a ser amostrado é a amostra primária coletada e analisada rotineiramente pela mineradora. Neste caso, a estimativa do erro total de amostragem expresso como desvio-padrão (Sa) da amostra primária foi 4,38% de Fe (desvio-padrão das 173 amostras industriais). Considerou-se o diâmetro máximo (d) das partículas no material a ser amostrado igual a 0,15 mm, o fator forma das partículas (f) igual a 0,5 (LUZ, SAMAPAIIO e ALMEIDA, 2004), o fator de distribuição de tamanho (h) das partículas igual a 0,25 (para minérios que não tiveram os finos removidos). O fator de composição mineralógica (Q) para a hematita foi calculada pela equação

$$(4.2) \quad Q = x(100-x)[x \rho_A / 100 + (100-x) \rho_B / 100]$$

onde,

X é o teor do mineral de interesse na amostra, em decimal

ρ_A é o peso específico do mineral de interesse, em g/cm^3

ρ_B é o peso específico da ganga, em g/cm^3

Para a hematita com 59,43% Fe, esse fator é igual a 10.129,3 g/cm^3 . O fator de liberação (l) do mineral igual a 0,82, estimado pela seguinte fórmula

$$(4.3) \quad l = \sqrt{(d_0 / d)}$$

onde,

d_0 é o diâmetro máximo das partículas que assegure uma completa liberação do mineral de interesse, em centímetros. Nessas condições, a massa mínima recomendada é de 0,182 gramas. No entanto, são necessários 2.000 g de material para realização de cada batelada de testes, conforme será visto adiante.

Após a obtenção das amostras para os testes de bancada, foi verificada a representatividade e uniformidade dessas amostras comparando-as à amostra industrial da qual foi gerada. Essa avaliação consistiu em verificar se a série de resultados pertencia ou não à população ou mesmo localizar um elemento estranho através do teste de hipótese, ao nível de confiança de 95%. Se o quarteamento não está afetado por erros grosseiros nem sistemáticos, restam apenas erros aleatórios. Então, um gráfico de

controle pode auxiliar na identificação de causas especiais, que levariam as amostras para testes a não serem uniformes.

4.2. Planejamento de Experimentos

O planejamento dos experimentos foi dividido em duas etapas: pré-seleção das variáveis mais importantes utilizando a técnica de Plackett-Burman e a investigação das variáveis significativas do processo de atrição através do Experimento Fatorial Completo 2^3 .

4.2.1. Plackett-Burman

O método proposto por Plackett e Burman (1946) foi utilizado na tentativa de fazer uma triagem das variáveis do processo de atrição significativas na recuperação metalúrgica e no índice de seletividade da flotação reversa do minério de ferro, estimando a magnitude e a direção dos efeitos dos fatores. As variáveis avaliadas foram: percentual de sólidos em massa na polpa, rotação do impelidor da célula de atrição, pH da polpa, tempo de atrição, dosagem dos dispersantes hexametáfosfato de sódio, carboximetilcelulose, biopolímero 3M e poliacrilato. As variáveis e seus respectivos níveis são mostrados na Tabela 9, construída pela combinação de conhecimento e informações a cerca do processo, proveniente da bibliografia pesquisada.

Tabela 9: Níveis e variáveis da atrição para análise segundo Plackett-Burman

Variáveis				Nível	
				+	-
1	Percentual sólidos na atrição	PS	%	70	30
2	Rotação na célula de atrição	RO	rpm	1.000	100
3	pH. na atrição	PH	-	11	7
4	Tempo atrição	TE	min	20	5
5	Dosagem Hexametáfosfato de sódio	D1	g/t	1.200	300
6	Dosagem Carboximetilcelulose	D2	g/t	1.200	300
7	Dosagem Biopolímero 3M	D3	g/t	1.200	300
8	Dosagem Poliacrilato	D4	g/t	1.200	300

A escolha dos níveis para o percentual de sólidos foi embasado nos resultados das pesquisas de Queiroz (2003), menor percentual entre as referências (40% de sólidos em

massa) e de Sabedot e Sampaio (2002), maior percentual (80% de sólidos em massa). Os níveis para a rotação do impelidor da célula de atrição foram embasados no processo de beneficiamento do fosfato (1000 rpm) e nos estudos de Sabedot e Sampaio (2002) (73 rpm). A variação no tempo de atrição corresponde ao melhor valor testado por Queiroz (2003) e o maior valor (30 min) experimentado por Sabedot e Sampaio (2002). Sabendo que a dispersão é tanto maior quanto mais próxima do seu ponto ótimo de pH, optou-se por testar os extremos, pH neutro (7) e básico (11). Os tipos e as dosagens de dispersantes foram escolhidos em função de bons resultados de pesquisas anteriores (TOTOU, 2009; PEREIRA, 2004).

Para analisar as oito variáveis, foi utilizado o modelo com 12 experimentos (N=12). No caso em questão, são oito variáveis, então somente oito colunas são necessárias. Selecionando as oito primeiras colunas, conforme indicado por Plackett e Burman (1946), obtém-se a matriz da Tabela 10.

Tabela 10: Planejamento do experimento segundo Plackett-Burman para atrição

Testes	Variáveis							
	%Sólidos	Rotação	p.H	Tempo	Hexametafosfato	Carboximetilcelulose	Biopolímero 3M	Poliacrilato
1	70	1.000	7	20	1.200	1.200	300	300
2	70	100	11	20	1.200	300	300	300
3	30	1.000	11	20	300	300	300	1.200
4	70	1.000	11	5	300	300	1.200	300
5	70	1.000	7	5	300	1.200	300	1.200
6	70	100	7	5	1.200	300	1.200	1.200
7	30	100	7	20	300	1.200	1.200	300
8	30	100	11	5	1.200	1.200	300	1.200
9	30	1.000	7	20	1.200	300	1.200	1.200
10	70	100	11	20	300	1.200	1.200	1.200
11	30	1.000	11	5	1.200	1.200	1.200	300
12	30	100	7	5	300	300	300	300

Os testes foram realizados em duplicata com a finalidade de apurar o erro. A ordem de execução dos testes foi aleatorizada através sorteio, assim como os testes em duplicatas. O método proposto por Plackett-Burman não pressupõe que os testes sejam realizados em réplica. No entanto, para elevar a assertividade do método, optou-se por fazê-las. Foram aceitos apenas pares de testes que tiveram erro menor que 5%. Considerou-se como erro a razão entre o desvio-padrão e a média das réplicas de cada par de testes. Erros superiores ao aceitável implicaram na repetição do teste. A recuperação metalúrgica e o índice de seletividade na flotação foram as variáveis respostas.

4.2.2. Experimento Fatorial Completo 2³

Como será mostrado no capítulo Resultados, os experimentos de seleção (*screening experiment*) realizados pelo método proposto por Plackett-Burman (1946) se mostram inadequados. Sendo assim, o número de variáveis foi reduzido com base nos conhecimentos e informações a cerca do processo obtidos na revisão bibliográfica. Optou-se por estudar o grau de influências das variáveis habitualmente referenciadas quando se trata de atrição de partículas minerais: velocidade de rotação do impelidor da célula de atrição, tempo de atrição e percentual de sólidos em massa. Os níveis de cada variável foram os mesmos considerados nos experimentos de seleção. Foi realizado um experimento fatorial completo 2^k, com três variáveis em dois níveis, descrito na Tabela 11, para as variáveis respostas recuperação metalúrgica e índice de seletividade.

Tabela 11: Variáveis dos experimentos fatoriais e seus níveis

Variáveis			Nível	
			+	-
Percentual sólidos na atrição	A	%	70	30
Tempo atrição	B	min	20	5
Rotação na célula de atrição	C	rpm	1000	100

A Tabela 12 apresenta o planejamento fatorial 2³ para a atrição do minério de ferro. Os testes foram realizados em ordem aleatória com duas réplicas.

Tabela 12: Planejamento fatorial 2³ para a atrição do minério de ferro

Ordem	Variáveis		
	% Sólidos	Tempo	Rotação
4	30	5	100
3	70	5	100
6	30	20	100
2	70	20	100
7	30	5	1000
8	70	5	1000
5	30	20	1000
1	70	20	1000

Foi aceito erro de 5% entre pares de réplica. Ocorrendo erros superiores a esse, o teste foi repetido.

O resultado do experimento fatorial também foi tratado pela análise de variância (Montgomery e Runger, 2003). O planejamento 2^3 , com dois níveis permite que três efeitos principais (A,B e C) sejam estimados, juntamente com as interações de segunda ordem (AB, AC e BC) e de terceira ordem (ABC). A análise de variância foi realizada com o auxílio do software Minitab e a determinação das variáveis com efeito significativo feita considerando 95% de confiabilidade.

4.3. Testes de Atrição

Delineado o planejamento dos experimentos e determinadas as amostras necessárias, passou-se a execução dos testes em escala de bancada necessários para atender aos objetivos desse trabalho.

Os testes de atrição do minério de ferro foram realizados utilizando uma célula de atrição gentilmente cedida pela Equipron. As células de atrição promovem fluxo em sentidos opostos, aumentando a probabilidade de colisão entre as partículas do minério e conseqüentemente a limpeza da superfície por atrito. A célula de atrição tem cuba de aço com visor transparente e capacidade de 1,5 litros. Possui um eixo com dois impelidores com pás em sentidos contrários. A frequência é variável por inversor. A velocidade de rotação está compreendida entre 0 a 60 Hz, correspondendo a 0 a 1.750 rpm. A célula de atrição é mostrada na Figura 26.



Figura 26: Célula de atrição Equipron, 1500 cm³

Os testes foram realizados da seguinte forma.

Preparou-se a polpa de minério de ferro com o percentual de sólidos indicado. Considerando o volume útil da célula de atrição de 1,0 litros e o teor de ferro da amostra, calculou-se a massa de minério de ferro e o volume de água pelas equações a seguir:

$$\text{Densidade do sólido (ds):} \quad (4.5) \quad ds = \frac{100}{\frac{(Fe * 1,4297)}{5,26} + \frac{(100 - Fe * 1,4297)}{2,65}}$$

$$\text{Massa de sólido (Ms):} \quad (4.6) \quad Ms = \frac{- \%sol * Vp}{\frac{(\%sol * ds) - (\%sol * Vp)}{ds}}$$

$$\text{Volume de água (Va):} \quad (4.7) \quad Va = Vp - \frac{Ms}{ds}$$

Onde:

ds é a densidade do minério de ferro, em t/m³;

Fe é o teor de ferro na amostra, em %;

Ms é a massa de sólido a ser utilizado no ensaio, em kg;

%sol é o percentual de sólidos da polpa, em %;

Vp é o volume de polpa. Volume útil da célula de flotação, em m³;

Va é o volume de água a ser utilizado no ensaio, em m³.

Mediu-se o pH. Modificou-se o pH da polpa para o valor indicado para o teste, adicionando-se NaOH ou HCl. O NaOH eleva o pH da polpa ao liberar o grupo hidroxila (OH). O HCl abaixa o pH da polpa ao liberar o hidrogênio (H).

Os reagentes (dispersantes) foram utilizados na concentração de 0,5% na dosagem pretendida.

Os reagentes utilizados nos experimentos Plackett-Burman foram:

- Hexametáfosfato de sódio (NaPO₃)_n, peso molar 101,96, fabricante Vetec Química Fina
- Carboximetilcelulose com baixo peso molecular
- Biopolímero, fabricante 3M
- Poliacrilato

A frequência de rotação do impelidor da célula de atrição foi ajustada conforme necessidade no teste. A polpa foi agitada na célula de atrição pelo período de tempo previsto para cada ensaio.

4.4. Deslamagem

A polpa resultante do processo de atrição foi transferida para um balde de aproximadamente 20 litros.

Ajustou-se o percentual de sólidos da polpa para 25% de sólidos em massa. A massa de água (M_a) necessária para adequar a polpa ao percentual de sólidos desejável (% sól requerido) foi calculada utilizando a fórmula a seguir:

$$(4.8) \quad M_a = M_p \times \left(\frac{\% \text{ sól}_{\text{medido}}}{\% \text{ sól}_{\text{requerido}}} - 1 \right)$$

Onde, M_p é a massa de polpa, em kg.

A polpa no balde foi agitada com agitador eletromecânico por 5 minutos. O agitador foi utilizado em sua rotação mínima. Tomou-se o cuidado de posicionar o eixo de forma que a hélice ficasse próxima ao fundo do balde, sem o tocar. Essa operação teve que ser realizada de forma gradativa.

Com um bastão, checkou-se a existência de material sedimentado no fundo do balde. Repetiu-se o procedimento quando necessário. Após agitação, o agitador era desligado e a polpa deixada em descanso por 3 minutos para sedimentação.

Transcorrido o tempo de sedimentação, o sobrenadante foi sifonado com auxílio de uma mangueira com água, tomado o devido cuidado para não sifonar o afundado. A lama (sobrenadante) foi depositada em um recipiente.

O segundo estágio de deslamagem foi realizado completando o nível de polpa até a marca inicial no balde e repetindo o procedimento anteriormente descrito. O material sobrenadante (lama) e o afundado foram coletados em vasilhames distintos, filtrados e secos em estufa. O sobrenadante foi reservado para análise posterior e o afundado, utilizado nos testes de flotação.

4.5. Flotação em Bancada

Os ensaios previstos no experimento Plackett-Burman foram realizados em escala de bancada na célula Denver, fabricante CIMAC, modelo CFB 1000, aeração fixa. Os testes do experimento fatorial completo foram realizados utilizando a célula “Engendrar”, fabricante CDC, modelo CFB-1000 EEP NBA, em cuba com uma capacidade volumétrica de 1.000 cm³, com rotação de 1.200 rpm, aeração controle automático fixado em 8 ml. Foi adotado como padrão para todos os ensaios de flotação as seguintes concentrações de reagentes:

- i. coletor: amina, solução 1%, dosagem de 45g/t de alimentação;
- ii. depressor: amido, solução 1%, dosagem 720 g/t de alimentação (experimentos Plackett-Burman) e 1.000 g/t de alimentação (experimentos fatoriais completo);
- iii. modulador de pH: NaOH, solução de 5%;
- iv. O coletor a 1% foi preparado pesando-se 1,0 g de amina em um béquer e avolumando para 100 ml com água destilada. Agitou-se por 5 (cinco) minutos;
- v. O depressor a 1% foi preparado pesando-se 4,0 g de depressor em um béquer de 500 ml e adicionando 33 ml de água destilada. Foi colocado o bastão magnético para agitação magnética durante 3 (três) minutos;
- vi. A solução de soda (NaOH) a 2,5% foi preparada pesando 1,0g de NaOH (em lentilhas) em um béquer e adicionando 40,0 ml de água destilada. Com um bastão de vidro, a solução foi agitada até que toda soda se dissolvesse. Adicionou-se à solução de soda à suspensão de depressor preparada anteriormente para o processo de gelatinização. Deixou-se no agitador magnético por mais 4 minutos e completou-se o volume para 400 ml. Agitou-se por mais 20 minutos.

O volume de solução de depressor e coletor (V_r) utilizados foi calculado pela equação

$$(4.9) \quad V_r = \frac{Ms * dr * 100}{1.000 * Conc_{reag}}$$

M_s é a massa de sólido a ser utilizada no teste, em kg;
 d_r é dosagem real de reagente (g/t de alimentação definida na programação do ensaio);
 $Conc_{reag}$ é a concentração do reagente, em %.

O teste de flotação foi realizado conforme descrito a seguir.

Ajuste do percentual de sólidos da polpa para 50%.

Transferência da polpa para a cuba de flotação.

Dosagem de amido, condicionando-o por 3 minutos.

Ajuste do pH da polpa para 10,5 adicionando ácido ou base conforme necessidade.

Adição de amina, condicionando por 1 minuto.

Coleta da espuma até a exaustão, completando o volume da cuba com água em pH 10,5 quando necessário.

Secagem, pesagem e preparação das amostras para análise química do rejeito e do concentrado final.

As amostras do concentrado e rejeito da flotação tiveram os teores de Fe, SiO₂, Al₂O₃, P e Mn analisados por fluorescência de raio-x no Laboratório da VALE.

Com esses resultados, foram calculados a recuperação metalúrgica e o índice de seletividade em cada ensaio.

4.6. Caracterização das amostras

Com a finalidade de interpretar os resultados dos ensaios em escala de bancada, foram analisadas a porosidade, área superficial, tamanho dos poros, granulometria e a composição mineralógica dos produtos dos testes com maior e menor recuperação metalúrgica no experimento fatorial.

A distribuição dos tamanhos de poros foi determinada utilizando-se o equipamento Nova Station A *Quantachrome*. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Tratamento de Minérios DEMIN/ UFOP. É um analisador simultâneo e automático de área superficial e tamanho de poros. O equipamento determina a quantidade de gás adsorvido e ou dessorvido na superfície de um sólido, em condições de equilíbrio de pressão de vapor. Os dados são obtidos pela admissão ou remoção de uma quantidade conhecida de gás (adsorbato), neste caso o nitrogênio à 77,3 K, dentro ou fora da célula

de amostra contendo o sólido (adsorvente). Estas moléculas de gás adsorvidas formam uma monocamada molecular, cobrindo a totalidade superfície do sólido. A Teoria Brunauer, Emmett e Teller (BET) prevê o número de moléculas adsorvidas possibilitando estimar a área superficial do adsorvente (figura 27).

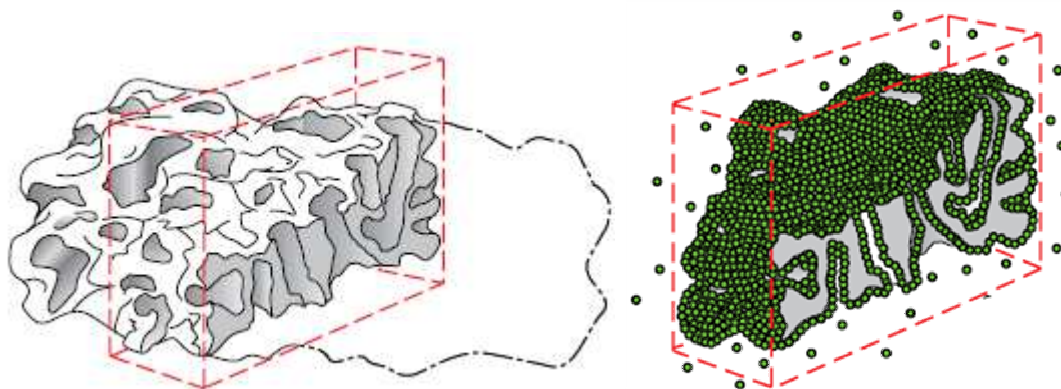


Figura 27: Seção de um sólido poroso e formação da monocamada molecular

Fonte: Quantachrome, 2012

O equipamento também permite avaliar o tamanho dos poros pelos métodos propostos por Barrett, Joyner e Halenda (BJH) e pela Teoria do Funcional da Densidade (DFT) a partir da informação de pressão de gás no equilíbrio (figura 28).

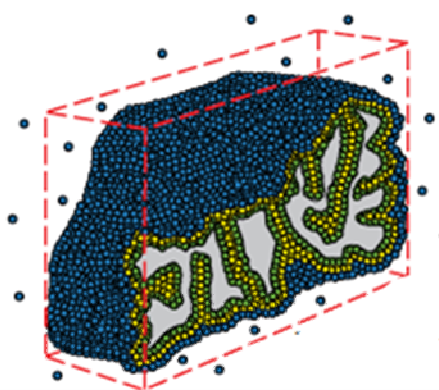


Figura 28: Preenchimento completo dos poros

Fonte: Fonte: Quantachrome, 2012

A classificação granulométrica, realizada do Laboratório de Tratamento de Minério do DEMIN/ UFOP, foi feita utilizando as malhas 100# (0,15 mm), 200# (0,076 mm) e 400# (0,038 mm).

A composição mineralógica da amostra de alimentação da atrição e das lamas resultante da deslamagem dos testes com maior e menor recuperação metalúrgica no experimento fatorial foi realizada por espectroscopia Mössbauer no Laboratório DEQUI/ UFOP.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados as análises de homogeneidade das unidades amostrais, os resultados dos experimentos realizados de acordo com a proposta de Plackett-Burman, os resultados de investigações intermediárias que se fizeram necessárias no decorrer da pesquisa, os resultados dos experimentos fatoriais, os resultados das análises granulométrica, dos parâmetros de porosidade e da composição mineralógica.

5.1. Unidades amostrais

As unidades amostrais para teste seguem uma distribuição normal, conforme mostrado na Figura 24, o que possibilita as conclusões a seguir.

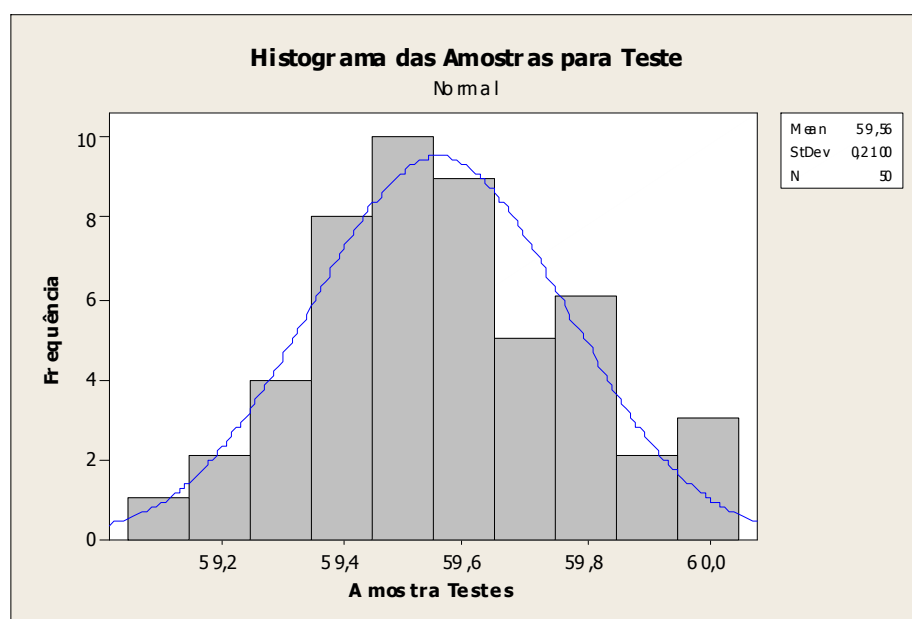


Figura 24: Histograma das amostras para teste

A média das 50 amostras para testes foi $\bar{x} = 59,56\%$ Fe e desvio-padrão $s = 0,21\%$ Fe. Para concluir que a amostra é representativa, é preciso decidir se a evidência fornecida pelos 50 resultados é incompatível com a hipótese de que eles tenham vindo de uma população (amostra industrial) com média $\mu = 59,43\%$ Fe e desvio-padrão $\sigma = 3,34\%$ Fe. Os valores das amostras são apresentados nas Tabelas 7 e 8.

Tabela 7: Teor de ferro nas amostras para teste de bancada

59,96	59,88	59,79	59,95	59,55	59,67	59,45	59,96	59,53	59,45	59,49	59,82	59,76
59,31	59,83	59,82	59,79	59,89	59,61	59,62	59,26	59,59	59,55	59,54	59,45	59,37
59,39	59,39	59,55	59,74	59,48	59,07	59,65	59,68	59,34	59,42	59,45	59,70	
59,53	59,59	59,61	59,62	59,41	59,39	59,44	59,33	59,45	59,24	59,37	59,19	

Tabela 8: Teor de ferro nas amostras industriais (“população”)

59,85	61,02	58,95	60,98	61,93	60,79	53,56	60,07	60,34	62,84	60,79	59,74	62,58
65,45	61,18	52,33	57,79	60,98	59,88	55,75	59,19	59,38	55,57	59,21	56,20	59,97
59,25	58,54	49,40	50,29	55,20	62,51	55,89	59,03	58,50	63,36	60,64	61,60	59,24
62,32	59,87	60,87	60,59	56,53	53,04	56,31	60,65	61,06	61,80	63,38	57,80	60,93
58,50	59,00	61,41	61,04	60,68	60,55	60,32	60,99	62,31	66,06	65,54	61,76	59,75
63,61	66,24	60,98	60,59	55,95	57,07	60,90	54,96	56,50	56,82	57,70	56,79	64,22
63,34	62,66	61,16	60,40	62,01	62,31	61,04	61,10	62,27	59,19	60,65	62,36	57,93
59,88	53,21	54,45	58,43	59,35	60,46	56,44	63,57	61,79	61,65	60,67	59,50	60,16
57,39	55,44	56,99	56,42	57,17	53,20	59,28	58,13	56,23	54,41	56,92	57,88	64,66
58,02	64,25	57,20	56,05	63,32	48,76	56,77	57,95	60,31	64,93	64,21	59,34	63,91
61,70	58,65	53,33	62,43	58,06	56,73	52,45	56,67	43,43	46,82	57,29	59,39	62,31
58,27	56,40	55,52	59,88	58,06	59,78	59,23	56,82	58,85	64,76	60,33	59,25	62,13
61,47	61,59	55,43	59,77	57,61	64,52	60,98	60,17	56,19	59,21	59,02	59,26	65,79
61,37	54,64	64,18	61,44									

Usando a equação 2 para definição do o intervalo de confiança,

$$(4.4) \quad \bar{x} - z \left(\sigma / \sqrt{N} \right) < \mu < \bar{x} + z \left(\sigma / \sqrt{N} \right)$$

pode-se escrever, para $t_{(0,05, 49)} = 2,011$ (Anexo I).

$$59,56\% - 2,011 (0,21 / \sqrt{50}) < \mu < 59,56\% + 2,011 (0,21 / \sqrt{50})$$

$$59,32\% < \mu < 59,80\%$$

Como o intervalo de confiança contém o valor da média da população (amostra industrial), 59,43% Fe, não se pode afirmar que esse não seja o valor verdadeiro da média das amostras para testes. Em outras palavras, a amostra para testes é representativa da amostra industrial.

A partir da análise do gráfico de controle mostrado na Figura 25, conclui-se que não existem causas especiais no processo de preparação das amostras para teste, isto é, o método de preparação propiciou a minimização dos erros de amostragem. O gráfico de controle construído os limites de 3 sigmas implica que a probabilidade do ponto cair fora dos limites de controle quando o processo estiver sob controle é 0,0027%. Assim,

pode-se assumir que as amostras têm teores de ferro uniformes. A variabilidade existente é a natural do processo de preparação.

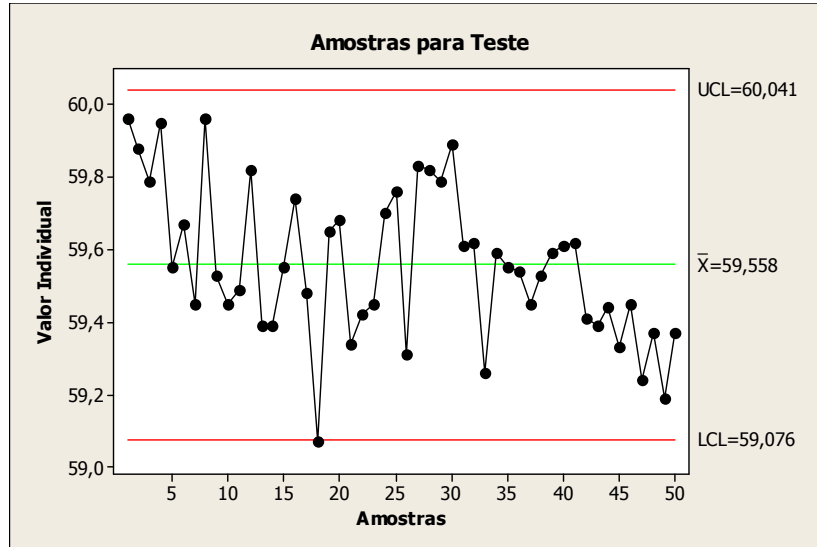


Figura 25: Gráfico de controle das amostras para teste

A técnica de amostragem e preparação utilizadas garantiram a redução dos erros. Isso pode ser constatado pelo teste de hipótese estatística e a construção do gráfico de controle, uma vez verificada a normalidade da distribuição estatística das amostras para teste. As amostras para teste são representativas da amostra industrial, logo, são representativas do lote (produção nos 43 dias). Essa verificação aumenta a segurança na interpretação dos resultados dos futuros testes de bancada.

5.2. Experimento Plackett-Burman

A Tabela 13 apresenta o resultado de todos os ensaios previstos no experimento segundo Plackett-Burman. O teor da alimentação foi calculado pelo resultado das análises química do concentrado e rejeito da flotação dos testes.

Foram aceitos apenas pares de testes cujos teores de ferro e sílica do concentrado e rejeito da flotação em bancada tiveram erro menor que 5%. Por exemplo, o teste 1 (R12 e R14), teve como resultados 63,05 e 62,91% de Fe e 8,28 e 9,16% de SiO₂ no

concentrado da flotação. A média entre essas amostras foi $62,98 \pm 0,04\%$ de Fe e $8,72 \pm 0,05\%$ de SiO₂. Nesse caso, o erro foi, respectivamente, 0,1 e 2,5%. Para a maioria dos testes, foi necessário quatro repetições para encontrar o erro aceitável. As Tabelas 14 a 16 mostram os erros entre os pares de réplicas e os erros válidos em destaque.

Tabela 13: Teores dos produtos da flotação dos experimentos Plackett-Burman

Teste	Alimentação			Concentrado			Rejeito			Recuperação Metalúrgica	Seletividade
	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂		
R11	637	62,97	8,96	562	65,80	5,04	75	41,68	38,40	92,2	3,5
R12	625	63,15	8,02	570	63,39	7,77	55	60,62	10,60	91,6	1,2
R13	643	63,07	8,25	603	63,05	8,28	40	63,32	7,85	93,8	1,0
R14	655	62,84	9,19	610	62,91	9,16	45	61,94	9,64	93,2	1,0
R21	665	62,00	9,57	600	62,52	9,01	65	57,16	14,72	91,0	1,3
R22	655	61,85	9,69	595	62,32	9,24	60	57,23	14,13	91,5	1,3
R31	400	62,44	9,26	350	65,14	5,60	50	43,54	34,84	91,3	3,1
R32	515	62,73	8,53	485	63,63	7,31	30	48,18	28,24	95,5	2,3
R33	405	63,29	7,69	375	63,45	7,56	30	61,33	9,38	92,8	1,1
R34	405	62,66	9,11	355	63,12	8,46	50	59,39	13,71	88,3	1,3
R41	655	62,55	9,16	575	64,55	6,37	80	48,14	29,22	90,6	2,5
R42	665	62,92	8,03	610	63,84	6,96	55	52,68	19,89	93,1	1,9
R43	655	62,74	8,96	585	63,58	7,89	70	55,75	17,94	90,5	1,6
R51	590	62,69	8,30	530	64,19	6,43	60	49,45	24,79	92,0	2,2
R52	655	63,42	8,92	610	64,64	7,36	45	46,85	30,10	94,9	2,4
R53	620	62,54	9,07	555	63,23	8,18	65	56,62	16,70	90,5	1,5
R54	645	62,41	9,35	530	62,99	8,54	115	59,73	13,07	82,9	1,3
R61	635	62,67	8,14	535	63,19	7,59	100	59,91	11,07	84,9	1,2
R62	645	61,79	9,76	570	62,76	8,50	75	54,38	19,35	89,8	1,6
R63	665	61,91	9,42	595	63,07	7,86	70	52,01	22,72	91,2	1,9
R71	410	61,99	9,34	370	62,33	9,04	40	58,82	12,15	90,7	1,2
R72	420	61,69	9,73	390	62,07	9,43	30	56,80	13,65	93,4	1,3
R81	405	62,04	9,68	360	62,71	8,92	45	56,67	15,76	89,9	1,4
R82	430	62,19	9,40	395	62,89	8,50	35	54,25	19,59	92,9	1,6
R91	415	62,42	8,87	375	64,10	6,62	40	46,68	29,97	92,8	2,5
R92	410	62,64	8,79	360	64,86	5,75	50	46,65	30,68	90,9	2,7
R101	640	62,10	9,46	560	63,07	8,27	80	55,29	17,80	88,9	1,6
R102	635	62,10	9,39	580	62,32	9,26	55	59,75	10,71	91,7	1,1
R111	390	62,59	9,12	330	62,79	8,95	60	61,50	10,06	84,9	1,1
R112	405	62,83	8,26	370	62,92	8,26	35	61,87	8,31	91,5	1,0
R113	420	61,83	9,21	380	63,27	7,23	40	48,20	27,98	92,6	2,3
R114	420	62,57	8,88	375	63,51	7,66	45	54,77	19,02	90,6	1,7
R121	400	62,39	8,58	370	62,41	8,64	30	62,13	7,89	92,5	1,0
R122	415	61,79	9,65	350	62,65	8,65	65	57,16	15,03	85,5	1,4
R123	360	62,22	9,31	300	62,60	8,88	60	60,30	11,48	83,8	1,2
R124	400	61,94	9,46	380	62,40	9,03	20	53,12	17,62	95,7	1,5

Tabela 14: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de ferro no concentrado

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	0,9	1,1	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	0,1	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	0,6	0,7	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	0,1	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	0,3	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,2	0,4	0,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6	0,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,2	0,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	0,2	0,3	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	0,2	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	0,1	0,0
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0	0,1
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1

Na Tabela 14, todos os pares de réplicas obtiveram erro menor que 5% para o teor de ferro no concentrado da flotação.

Na Tabela 15, todos os testes tiveram pares de réplica com o erro aceitável para o teor de sílica no concentrado da flotação.

Na Tabela 17, para os testes 3 e 10, não foi possível encontrar erro menor que 9,4 e 12,4% para a sílica do rejeito da flotação. Apesar dessa fonte de incerteza, para todos os pares de resultados de recuperação metalúrgica e índice de seletividade foi encontrado erro menor que 5%, como mostrado nas Tabelas 10 e 11.

Tabela 15: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de sílica no concentrado

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	10,7	12,2	12,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	1,6	4,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	0,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	6,6	7,4	10,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	0,8	3,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	2,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	2,2	5,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	3,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,4	6,0	7,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,6	3,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,8	0,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,2	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,5	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,8	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	5,3	3,9	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,3	1,9	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,4	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0	0,7	1,1
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	1,1
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,4

Tabela 16: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para teor de ferro no rejeito

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	9,3	10,3	10,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	1,1	0,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	0,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	0,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	2,5	8,5	7,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	6,0	5,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	2,3	3,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	1,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,3	3,4	4,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,7	6,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,4	3,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,9	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	6,1	2,9	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6,2	3,0	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,2	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,1	0,7	3,9
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,3	1,8
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,2

Na Tabela 16, todos os testes tiveram pares de réplica com o erro aceitável para o teor de ferro no rejeito da flotação.

Tabela 17: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para sílica no rejeito

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	28,4	33,0	33,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	7,5	2,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	5,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	5,2	28,8	21,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	25,1	17,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	9,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	9,5	12,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	2,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,8	9,7	15,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14,3	19,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	13,6	17,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5,4	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	12,4	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,8	23,6	15,4	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	27,1	19,6	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9,5	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15,6	9,3	19,1
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6,7	4,0
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10,5

Tabela 18: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para recuperação metalúrgica

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	0,2	0,4	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	0,6	0,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	1,1	0,4	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	0,7	2,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	1,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	0,7	0,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	0,4	2,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,2	3,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,4	1,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,9	2,2	1,6	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	0,2	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	2,5	0,8
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	2,8
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,3

Tabela 19: Erro entre réplicas do experimento Plackett-Burman para índice de seletividade

	R12	R13	R14	R22	R32	R33	R34	R42	R43	R52	R53	R54	R62	R63	R72	R82	R92	R102	R112	R113	R114	R122	R123	R124
R11	0,2	0,4	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	0,6	0,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R13	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	-	-	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	-	-	1,1	0,4	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	-	-	0,7	2,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R33	-	-	-	-	-	-	1,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	-	-	-	0,7	0,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R42	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	0,4	2,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,2	3,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,4	1,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-	-	-
R91	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-	-	-	-	-
R101	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-
R111	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,9	2,2	1,6	-	-	-
R112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	0,2	-	-	-
R113	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-
R121	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	2,5	0,8
R122	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	2,8
R123	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,3

Feita a seleção dos testes válidos, os teores médios encontrados para os testes são os apresentados na Tabela 20.

Cabe uma observação com relação ao teor de ferro na alimentação da flotação. As alíquotas preparadas para os ensaios apresentavam $59,6\% \pm 0,24\%$ de ferro diferente os teores encontrados na alimentação da flotação, $62,4\% \pm 0,45\%$. Esse fato pode ser uma indicação de que o processo de deslamagem, padronizado nos ensaios laboratoriais, depois da atrição, tanto contribuiu para elevação do teor de ferro, quanto para o aumento da variabilidade. Independente da quantidade de lamas geradas, ou desagregadas, depois da atrição em diferentes condições, foi realizada apenas uma etapa de deslamagem.

Tabela 20: Teores dos testes válidos obtidos nos experimentos Plackett-Burman

Teste	Alimentação			Concentrado			Rejeito			Recuperação Metalúrgica	Seletividade
	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂		
1	643	63,07	8,25	603	63,05	8,28	40	63,32	7,85	93,8	1,0
	655	62,84	9,19	610	62,91	9,16	45	61,94	9,64	93,2	1,0
2	665	62,00	9,57	600	62,52	9,01	65	57,16	14,72	91,0	1,3
	655	61,85	9,69	595	62,32	9,24	60	57,23	14,13	91,5	1,3
3	405	63,29	7,69	375	63,45	7,56	30	61,33	9,38	92,8	1,1
	405	62,66	9,11	355	63,12	8,46	50	59,39	13,71	88,3	1,3
4	665	62,92	8,03	610	63,84	6,96	55	52,68	19,89	93,1	1,9
	655	62,74	8,96	585	63,58	7,89	70	55,75	17,94	90,5	1,6
5	590	62,69	8,30	530	64,19	6,43	60	49,45	24,79	92,0	2,2
	655	63,42	8,92	610	64,64	7,36	45	46,85	30,10	94,9	2,4
6	645	61,79	9,76	570	62,76	8,50	75	54,38	19,35	89,8	1,6
	665	61,91	9,42	595	63,07	7,86	70	52,01	22,72	91,2	1,9
7	410	61,99	9,34	370	62,33	9,04	40	58,82	12,15	90,7	1,2
	420	61,69	9,73	390	62,07	9,43	30	56,80	13,65	93,4	1,3
8	405	62,04	9,68	360	62,71	8,92	45	56,67	15,76	89,9	1,4
	430	62,19	9,40	395	62,89	8,50	35	54,25	19,59	92,9	1,6
9	415	62,42	8,87	375	64,10	6,62	40	46,68	29,97	92,8	2,5
	410	62,64	8,79	360	64,86	5,75	50	46,65	30,68	90,9	2,7
10	640	62,10	9,46	560	63,07	8,27	80	55,29	17,80	88,9	1,6
	635	62,10	9,39	580	62,32	9,26	55	59,75	10,71	91,7	1,1
11	390	62,59	9,12	330	62,79	8,95	60	61,50	10,06	84,9	1,1
	405	62,83	8,26	370	62,92	8,26	35	61,87	8,31	91,5	1,0
12	415	61,79	9,65	350	62,65	8,65	65	57,16	15,03	85,5	1,4
	400	61,94	9,46	380	62,40	9,03	20	53,12	17,62	95,7	1,5

Feitas todas as considerações, passou-se para análise dos resultados mostrados na Tabela 21, conforme proposto por Plackett e Burman (1946).

Tabela 21: Resultado do experimento Plackett-Burman para variáveis da atrição

Testes	Variáveis									Recuperação Metalúrgica	Seletividade
	%Sólidos	Rotação	p.H	Tempo	Hexametafosfato	Carboximetilcelulose	Biopolímero 3M	Poliacrilato			
1	70	1.000	7	20	1.200	1.200	300	300	300	93,5	1,0
2	70	100	11	20	1.200	300	300	300	300	91,3	1,3
3	30	1.000	11	20	300	300	300	1.200	1.200	90,6	1,2
4	70	1.000	11	5	300	300	1.200	300	300	91,8	1,7
5	70	1.000	7	5	300	1.200	300	1.200	1.200	93,5	2,3
6	70	100	7	5	1.200	300	1.200	1.200	1.200	90,5	1,7
7	30	100	7	20	300	1.200	1.200	300	300	92,1	1,2
8	30	100	11	5	1.200	1.200	300	1.200	1.200	91,4	1,5
9	30	1.000	7	20	1.200	300	1.200	1.200	1.200	91,9	2,6
10	70	100	11	20	300	1.200	1.200	1.200	1.200	90,3	1,3
11	30	1.000	11	5	1.200	1.200	1.200	300	300	88,2	1,0
12	30	100	7	5	300	300	300	300	300	90,6	1,4

A Figura 29 mostra o cálculo do efeito de cada variável (m_{ps} , m_{ro} , etc), inclusive das variáveis fictícias (fictícia 1, fictícia 2 e fictícia 3) para a recuperação metalúrgica na flotação.

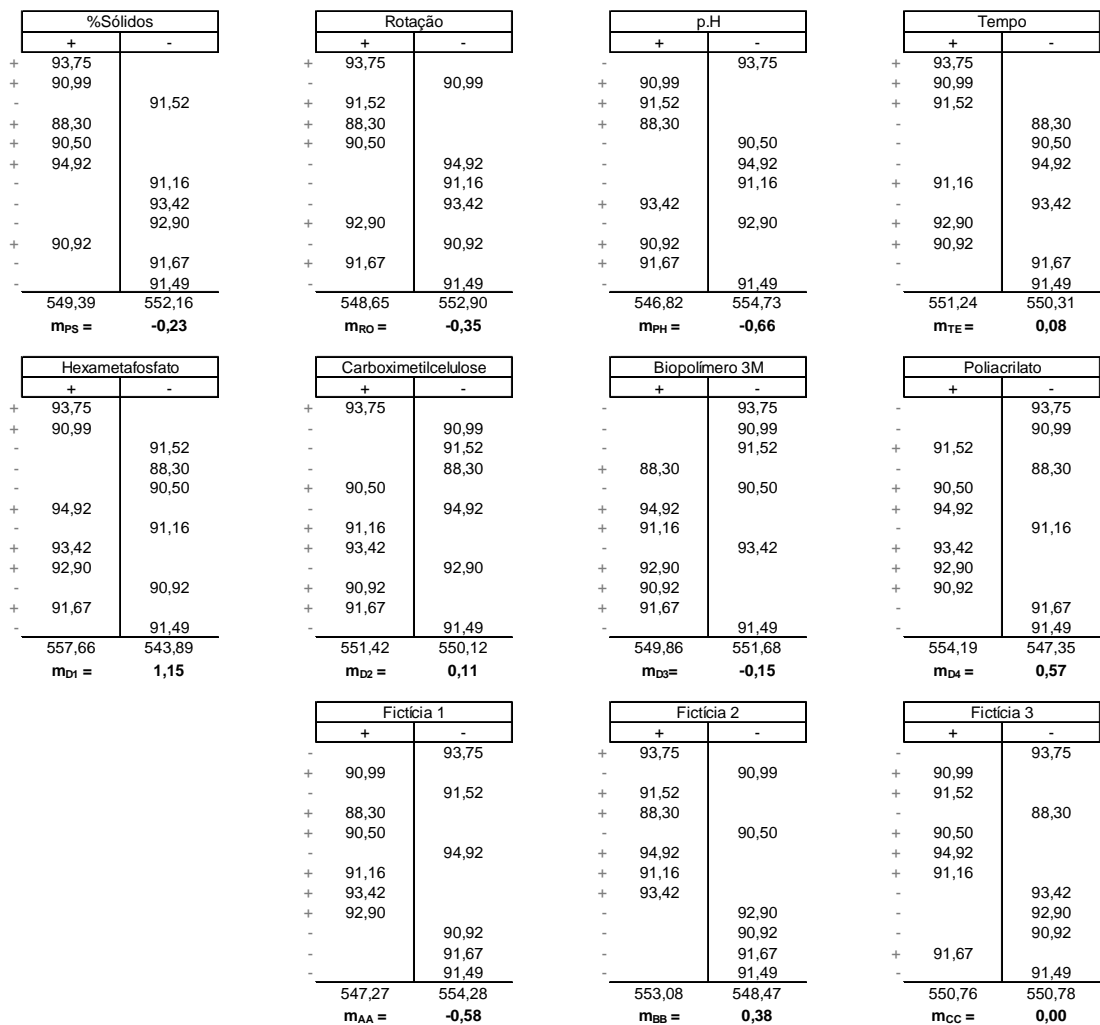


Figura 29: Cálculo do efeito das variáveis para a recuperação metalúrgica

A variância (s^2) e o erro padrão (s) para a recuperação metalúrgica foram 0,16 e 0,40%, respectivamente. A Tabela 22 mostra o resumo dos efeitos para cada variável e a estatística teste (T). Nenhuma variável da atrição se mostrou significativa para a recuperação metalúrgica, considerando 95% de significância e grau de liberdade igual a 3 ($= (4K-1) - n$), pois neste caso $t_{(0,05,3)} = 3,182$.

Tabela 22: Efeito e significância das variáveis para a recuperação metalúrgica

Variáveis	Efeito	T
%Sólidos	-0,23	-0,57
Rotação	-0,35	-0,88
p.H	-0,66	-1,63
Tempo	0,08	0,19
Hexametafosfato	1,15	2,84
Carboximetilcelulose	0,11	0,27
Biopolímero 3M	-0,15	-0,38
Poliacrilato	0,57	1,41
Fictícia 1	-0,58	-1,45
Fictícia 2	0,38	0,95
Fictícia 3	0,00	0,00

A Figura 30 mostra o cálculo do efeito de cada variável para a seletividade na flotação.

%Sólidos		Rotação		p.H		Tempo	
+	-	+	-	+	-	+	-
0,97		0,97			0,97	0,97	
1,34			1,34	1,34		1,34	
	1,13	1,13		1,13		1,13	
1,86		1,86		1,86			1,86
2,24		2,24			2,24		2,24
1,62			1,62		1,62		1,62
	1,19		1,19		1,19		1,19
	1,40		1,40	1,40		1,40	
	2,49	2,49			2,49		2,49
1,57			1,57	1,57		1,57	
	1,07	1,07		1,07		1,07	
	1,38		1,38		1,38		1,38
9,59	8,67	9,77	8,50	8,37	9,90	8,69	9,57
$m_{PS} =$	0,08	$m_{RO} =$	0,11	$m_{pH} =$	-0,13	$m_{TE} =$	-0,07

Hexametafosfato		Carboximetilcelulose		Biopolímero 3M		Poliacrilato	
+	-	+	-	+	-	+	-
0,97		0,97			0,97		0,97
1,34			1,34		1,34		1,34
	1,13		1,13		1,13		1,13
	1,86		1,86	1,86			1,86
	2,24	2,24			2,24		2,24
1,62			1,62	1,62		1,62	
	1,19		1,19		1,19		1,19
1,40			1,40		1,40		1,40
2,49			2,49	2,49		2,49	
	1,57	1,57		1,57		1,57	
	1,07	1,07		1,07		1,07	
	1,38		1,38		1,38		1,38
8,89	9,37	8,44	9,82	9,81	8,46	10,45	7,81
$m_{D1} =$	-0,04	$m_{D2} =$	-0,12	$m_{D3} =$	0,11	$m_{D4} =$	0,22

Ficticia 1		Ficticia 2		Ficticia 3	
+	-	+	-	+	-
	0,97	0,97			0,97
1,34			1,34	1,34	
	1,13		1,13		1,13
1,86		1,86			1,86
2,24			2,24	2,24	
	1,62		1,62		1,62
1,19			1,19		1,19
1,40			1,40		1,40
2,49			2,49		2,49
	1,57		1,57		1,57
	1,07		1,07	1,07	
	1,38		1,38		1,38
10,52	7,74	8,18	10,09	8,59	9,67
$m_{AA} =$	0,23	$m_{BB} =$	-0,16	$m_{CC} =$	-0,09

Figura 30: Cálculo do efeito das variáveis da atrição e fictícias para a seletividade

A variância (s^2) e o erro padrão (s) para a seletividade foram 0,03 e 0,17%, respectivamente. A Tabela 23 mostra o resumo dos efeitos para cada variável e a estatística teste (T).

Tabela 23: Efeito e significância das variáveis para a seletividade

Variáveis	Efeito	T
%Sólidos	0,08	0,45
Rotação	0,11	0,62
p.H	-0,13	-0,75
Tempo	-0,07	-0,43
Hexametafosfato	-0,04	-0,23
Carboximetilcelulose	-0,12	-0,68
Biopolímero 3M	0,11	0,66
Poliacrilato	0,22	1,29
Ficticia 1	0,23	1,36
Ficticia 2	-0,16	-0,93
Ficticia 3	-0,09	-0,53

Tampouco, nenhuma variável da atrição se mostrou significativa para a seletividade, considerando 95% de significância e grau de liberdade igual a 3 ($t_{(0,05,3)}= 3,182$).

Com base na revisão bibliográfica, esperava-se que alguma das variáveis pré-selecionadas fosse significativa no processo de atrição e seus resultados pudessem ser notados na flotação depois de deslamagem em meio disperso.

A fim de confirmar os resultados, tentou-se utilizar o software MINITAB, que oferece uma ferramenta para compor um experimento Plackett-Burman e analisa-lo. A matriz gerada pelo software é a apresentada na Tabela 24.

Tabela 24: Matriz do experimento Plackett-Burman gerada pelo MINITAB

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-	-
2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	+	-	+	+	-	+	-	-	-	+	+
4	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-
5	-	+	-	-	-	+	+	+	-	+	+
6	-	-	-	+	+	+	-	+	+	-	+
7	+	-	+	-	-	-	+	+	+	-	+
8	-	+	+	-	+	-	-	-	+	+	+
9	-	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-
10	+	+	-	+	-	-	-	+	+	+	-
11	+	-	-	-	+	+	+	-	+	+	-
12	+	+	-	+	+	-	+	-	-	-	+

Nenhuma linha da matriz coincide com a primeira linha do modelo Plackett-Burman (1946) para N=12 (Tabela 25).

Tabela 25: Primeira linha da matriz do experimento Plackett-Burman (1946)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	-

Essa divergência impossibilitou a utilização desse software para análise dos resultados. Feitas todas as considerações, conclui-se que o método proposto por Plackett e Burman (1946) não se mostrou adequado para analisar as oito variáveis pré-selecionadas no processo de atrição. Acredita-se que as variáveis hexametáfosfato, carboximetilcelulose,

biopolímero 3M, poliacrilato, combinados com diferentes pH ajustados no processo de atrição, não são independentes entre si como exige o método.

Comparando os resultados desse trabalho com aqueles descritos por Fortes (2010), observa-se que a seletividade foi aquém do esperado, apesar de maior recuperação metalúrgica em todos os testes. Nos testes exploratórios realizados por Fortes (2010), a seletividade mínima de 4,8 foi encontrada para o minério de ferro de Vargem Grande deslamado e flotado em pH natural.

5.3. Teses exploratórios adicionais

Para verificar a influência do pH, dosagem de hexametáfosfato e da própria atrição na performance da flotação, foram realizados os testes exploratórios adicionais. Optou-se por experimentar novamente o hexametáfosfato devido o destaque de seu efeito para a recuperação metalúrgica nos experimentos Plackett-Burman ($T = 2,84$).

Tabela 26: Resultado dos testes exploratórios adicionais

Teste	Atrição	Hexameta	pH 7	pH 11	Recuperação Metalúrgica	Seletividade
1 Sem atrição e Sem Hexametáfosfato					74,76	1,11
2 Deslamagem em pH 11				X	85,92	2,71
3 Deslamagem em pH 7			X		86,92	1,45
4 Com atrição e Sem Hexametáfosfato	X				67,37	1,51
5 Sem atrição e Com Hexametáfosfato		X			69,73	1,48
6 Com atrição e Com Hexametáfosfato	X	X			77,74	1,53

Analisando a Tabela 26, verifica-se que os melhores resultados foram obtidos nos ensaios com pH 11 e pH 7 ajustados na deslamagem que antecedeu a flotação. Apesar dos valores de recuperação metalúrgica muito próximos (85,92 e 86,92%, respectivamente), a seletividade foi maior para o ensaio com pH 11 (2,71), o que era esperado devido a maior dispersão. A menor seletividade (1,11) foi encontrada no ensaio sem atrição e sem adição de hexametáfosfato. A menor recuperação metalúrgica foi 67,37%, resultado do ensaio com atrição, mas sem adição do dispersante hexametáfosfato. Apesar das observações feitas, os resultados não foram conclusivos. A

seletividade em todos os testes foi aquém do esperado para o minério de ferro beneficiado em Vargem Grande (superior a 4,8), conforme mencionado anteriormente. Para investigar o motivo da baixa seletividade encontrada em todos os ensaios laboratoriais, foram realizados testes “em branco” de flotação padrão utilizando dois modelos de células de flotação: Engendrar e Denver. Os resultados são apresentados na Tabela 27.

Tabela 27: Comparação entre as células de flotação Engendrar e Denver

Teste	Alimentação			Concentrado			Rejeito			Recuperação Metalúrgica	Seletividade
	Massa	Fe	SiO ₂	Massa	Fe	SiO ₂	Massa	Fe	SiO ₂		
Engendrar	220	59,16	8,37	160	61,65	6,45	60	52,52	13,50	75,8	4,3
Denver	375	57,03	10,04	180	58,70	9,79	195	55,48	10,28	49,4	2,2

Massa em gramas

A célula de flotação Engendrar forneceu maior recuperação metalúrgica (75,8%) e maior seletividade (4,3) que a célula Denver, utilizada em todos os ensaios até então. Esses valores são aproximadamente iguais aos encontrados por Fortes (2010). Além da alteração da célula de flotação, nesses ensaios, foi utilizada maior dosagem de amido (1.000 g/t), mantendo-se a dosagem de amina (45 g/t). Tanto o coletor como o depressor foram os mesmos utilizados na flotação industrial de Vargem Grande, o que não foi contemplado nos testes anteriores.

A célula de flotação Engendrar mostrou-se mais eficiente na aeração (ajuste de vazão de ar de 8 ml). A célula de flotação Denver possui vazão de ar fixa e provavelmente por isso, pode ter sido a causa da ineficiência da aeração durante os testes. Todos os testes a partir de então foram realizados na célula de flotação Engendrar, com as dosagem e reagentes mencionados acima.

Apesar de comprovada a ineficiência da célula de flotação Denver, julga-se os ensaios realizados com ela válidos. O experimento visa detectar variações entre os valores, independente da média da amostra. O tipo de célula de flotação alterou a média da seletividade e da recuperação metalúrgica das amostras.

Mesmo que se tenha realizado mais ensaios (40 ensaios) que o previsto (12 ensaios) pelo método proposto por Plackett-Burman, foram gastos menos recursos do que seria

para se fazer um experimento fatorial completo 2^8 (= 256 ensaios). No entanto, o método não permitiu selecionar variáveis significativas para o processo de atrição. Existiam variáveis, provavelmente, não independentes (reagentes químicos) entre si, para as quais seria necessário avaliar interações, o que o método proposto por Plackett-Burman não contempla. Nos experimentos conduzidos por Carvalho (2010) e Silva (2010), quando existia, era apenas um reagente químico, diminuindo assim o efeito de interação. Além do percentual de sólidos, rotação, tempo de atrição e pH avaliados, seria conveniente, em estudos futuros, avaliar o efeito do percentual de partículas maiores que 0,15 mm e menores que 1,0 mm e tipo de impelidor da célula de atrição, através do método Plackett-Burman. Dessa forma, diminui-se a possibilidade do efeito das interações entre as variáveis.

5.4. Experimento Fatorial Completo 2^3

O teor da alimentação foi calculado pelo resultado das análises química do concentrado e rejeito da flotação dos testes.

Observa-se que os teores da alimentação da flotação são diferentes e não apresentam distribuição normal, como pode ser observado na Figura 31.

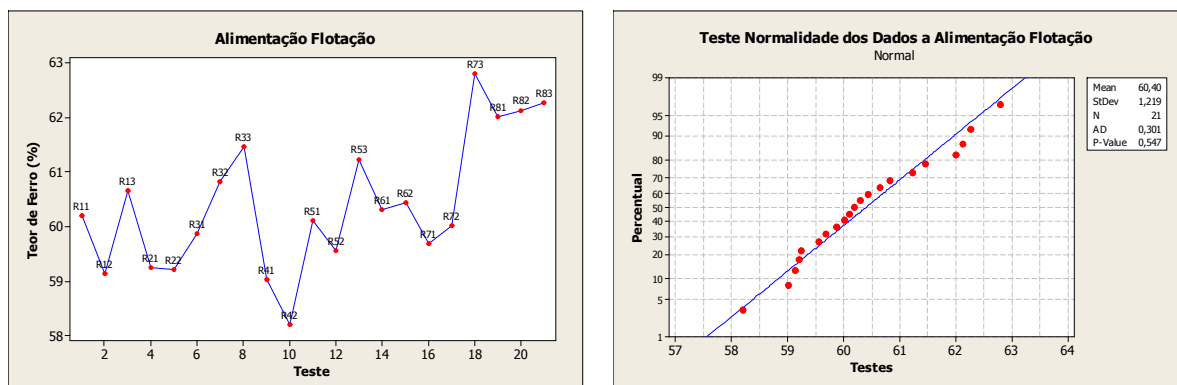


Gráfico Sequencial

Teste Normalidade

Figura 31: Análise dados da alimentação da flotação dos experimentos fatoriais

Esse comportamento era esperado, uma vez que o teor de alimentação varia em função do desempenho das etapas anteriores: atrição e deslamagem. Partindo do princípio que

as unidades amostrais são idênticas, como comprovado no ensaio de amostragem realizados nessa pesquisa, pode-se constatar que as condições da atrição e deslamagem do teste R8 (R81, R82 e R83) enriqueceram a alimentação da flotação. O teor de ferro aumentou e o teor de sílica diminuiu.

Os resultados das análises químicas e as respostas: recuperação metalúrgica e índice de seletividade são apresentados na Tabela 28.

Tabela 28: Resultado dos testes dos experimentos fatoriais completos

Testes	Alimentação			Concentrado			Rejeito			Resultado	
	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Massa (g)	Fe	SiO ₂	Recuperação Metalúrgica	Índice de Seletividade
R11	310	60,20	11,00	210	62,30	8,23	100	55,80	16,83	70,1	1,5
R12	320	59,14	12,27	260	61,25	9,91	60	49,97	22,52	84,2	1,7
R13	365	60,65	11,44	310	65,90	4,21	55	31,05	52,22	92,3	5,1
R21	310	59,25	12,33	240	60,60	10,8	70	54,60	17,59	79,2	1,3
R22	320	59,21	12,29	250	62,28	8,49	70	48,25	25,88	82,2	2,0
R31	310	59,87	11,29	250	62,50	7,79	60	48,90	25,88	84,2	2,1
R32	580	60,82	10,50	260	62,65	8,23	320	59,34	12,35	46,2	1,3
R33	370	61,46	9,94	315	66,52	2,96	55	32,49	49,93	92,1	5,9
R41	315	59,02	12,37	265	62,00	8,21	50	43,20	34,39	88,4	2,5
R42	350	58,20	13,85	310	59,98	11,58	40	44,41	31,44	91,3	1,9
R51	300	60,11	12,30	235	65,40	4,97	65	40,97	38,78	85,2	3,5
R52	305	59,56	12,89	260	65,99	3,87	45	22,41	64,98	94,4	7,0
R53	365	61,23	10,60	305	67,57	1,78	60	28,98	55,42	92,2	8,5
R61	315	60,30	11,73	260	66,90	2,59	55	29,10	54,94	91,6	7,0
R62	325	60,43	11,88	275	66,69	3,28	50	26,00	59,20	93,4	6,8
R71	300	59,69	12,10	215	66,60	2,86	85	42,20	35,46	80,0	4,4
R72	310	60,01	12,08	255	67,70	1,51	55	24,35	61,11	92,8	10,6
R73	360	62,80	8,59	310	67,74	1,82	50	32,20	50,57	92,9	7,6
R81	310	62,01	9,92	250	68,20	1,03	60	36,20	46,98	88,7	9,3
R82	320	62,13	9,48	270	68,21	1,01	50	29,31	55,21	92,6	11,3
R83	360	62,27	9,45	300	67,86	1,38	60	34,33	49,80	90,8	8,4

Outra ressalva deve ser feita antes de prosseguir as análises: o erro entre as réplicas. Considerou-se como erro a razão entre o desvio-padrão e a média das réplicas de cada teste. Foram aceitos apenas pares de testes cujos índices de seletividade e recuperação metalúrgica na flotação em bancada diferiam em menos de 5%. Para alguns testes, foi necessário realizar terceira réplica para encontrar o erro aceitável. A análise do erro entre as réplicas para a recuperação metalúrgica é apresentada na Tabela 29 e para o índice de seletividade, na Tabela 30.

Avaliando a Tabela 29, definiu-se que a análise do experimento fatorial para a variável resposta recuperação metalúrgica é adequada considerando apenas os seguintes pares de resultados: R13 e R12, R21 e R22, R31 e R33, R41 e R42, R52 e R53, R61 e R62, R72 e R73, R82 e R83.

O mesmo não foi possível para a variável resposta índice de seletividade. Em apenas três testes foi alcançado erro menor que 5%, nos pares de teste: R11 e R12, R61 e R62, R81 e R83. Sendo assim, não é adequado prosseguir na análise do experimento fatorial para a resposta do índice de seletividade.

Tabela 29: Erro entre réplicas para a variável recuperação metalúrgica

	R12	R22	R32	R33	R42	R52	R53	R62	R72	R73	R82	R83
R11	4,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	0,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	14,6	2,3	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	16,6	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	0,8	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	2,6	2,0	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	0,6	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	3,7	3,7	-	-
R72	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,0	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,1	0,6
R82	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5

Tabela 30: Erro entre réplicas para a variável índice de seletividade

	R12	R22	R32	R33	R42	R52	R53	R62	R72	R73	R82	R83
R11	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R21	-	9,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R31	-	-	12,1	24,0	-	-	-	-	-	-	-	-
R32	-	-	-	32,4	-	-	-	-	-	-	-	-
R41	-	-	-	-	6,1	-	-	-	-	-	-	-
R51	-	-	-	-	-	16,6	20,7	-	-	-	-	-
R52	-	-	-	-	-	-	4,8	-	-	-	-	-
R61	-	-	-	-	-	-	-	0,7	-	-	-	-
R71	-	-	-	-	-	-	-	-	20,6	13,3	-	-
R72	-	-	-	-	-	-	-	-	-	8,1	-	-
R81	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,9	2,3
R82	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	7,2

Na Figura 32, nota-se a relação entre as respostas índice de seletividade e recuperação metalúrgica. Existem dois grupos bem definidos de comportamento. No primeiro grupo, a seletividade foi inferior a 2,5 e a recuperação metalúrgica variou de 79,2% a 91,3%. No segundo grupo, a seletividade acima de 2,5, a recuperação foi aproximadamente estável em torno de 92,5%. Não há correlação entre as variáveis respostas em nenhum dos dois grupos. É possível, ainda, constatar que todos os valores do índice de

seletividade abaixo de 2,5 foram encontrados nos testes cuja velocidade de rotação do impelidor foi mínima (100 rpm).

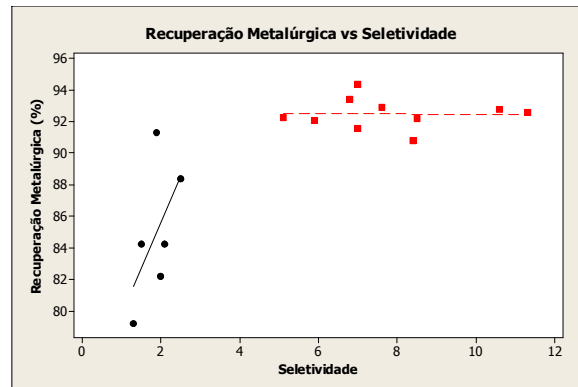


Figura 32: Gráfico de dispersão do índice de seletividade e recuperação metalúrgica

A Tabela 31 apresenta a análise do experimento fatorial para a resposta recuperação metalúrgica segundo o algoritmo de Yates. Nela é possível examinar a magnitude dos efeitos das variáveis e as interações. Observa-se claramente que a rotação é dominante ($\sigma_{cal} = 3,73$) e é a única variável com efeito significativo ao nível de confiabilidade de 95% ($t_{0,05,8} = 2,306$). O efeito da variável tempo ($\sigma_{cal} = 1,25$) e da interação tempo e rotação ($\sigma_{cal} = 1,65$) são significativos, porém ao nível de 50% ($t_{0,5,8} = 0,706$).

Tabela 31: Algoritmo de Yates para a resposta recuperação metalúrgica

Testes	Efeito	Resposta		$R_{11} + R_{22}$	Y-1	Y-2	Y-3	DM	$(R_{11} - R_{22})$	$(R_{11} - R_{22})^2$	σ_{cal}
		R_{11}	R_{22}								
1	-	84,2	92,3	176,4	337,8	693,8	1434,5	179,3	-8,1	66,1	
2	%Sólidos	79,2	82,2	161,4	356,0	740,7	-15,7	-2,0	-3,0	8,9	-1,25
3	Tempo	84,2	92,1	176,3	371,6	-11,8	15,7	2,0	-8,0	63,2	1,25
4	%Sólidos e Tempo	88,4	91,3	179,7	369,1	-4,0	17,9	2,2	-2,9	8,4	1,42
5	Rotação	94,4	92,2	186,7	-15,1	18,2	46,9	5,9	2,2	5,0	3,73
6	%Sólidos e Rotação	91,6	93,4	185,0	3,3	-2,5	7,8	1,0	-1,8	3,3	0,62
7	Tempo e Rotação	92,8	92,9	185,7	-1,7	18,4	-20,7	-2,6	-0,1	0,0	-1,65
8	%Sólidos, Tempo e Rotação	92,6	90,8	183,4	-2,2	-0,5	-18,9	-2,4	1,8	3,3	-1,51
Total										158,2	

A análise de variância do Minitab, resumida na Tabela 32, confirma a interpretação das estimativas dos efeitos. O efeito da variável rotação ($T = 3,74$) é maior que a estatística teste ($t_{0,05,8} = 2,306$) e o intervalo de confiança é menor ($P = 0,006$) que o requerido ($P = 0,025$) para confiabilidade de 95%.

Tabela 32: Análise de variância do Minitab para o experimento fatorial da atrição do minério de ferro

Estimated Effects and Coefficients for Recuperação Metalúrgica (coded units)

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		89,663	0,7825	114,58	0,000
% Sólidos	-1,950	-0,975	0,7825	-1,25	0,248
Tempo	1,950	0,975	0,7825	1,25	0,248
Rotação	5,850	2,925	0,7825	3,74	0,006
% Sólidos*Tempo	2,225	1,112	0,7825	1,42	0,193
% Sólidos*Rotação	0,975	0,487	0,7825	0,62	0,551
Tempo*Rotação	-2,575	-1,288	0,7825	-1,65	0,139
% Sólidos*Tempo*Rotação	-2,400	-1,200	0,7825	-1,53	0,164

O gráfico de pareto mostrado na Figura 33 ilustra esses resultados. Apenas a barra do termo C (rotação) ultrapassa a linha que define as variáveis significativas no experimento ($t_{0,05,8} = 2,306$) assumindo um intervalo de confiança de 95%.

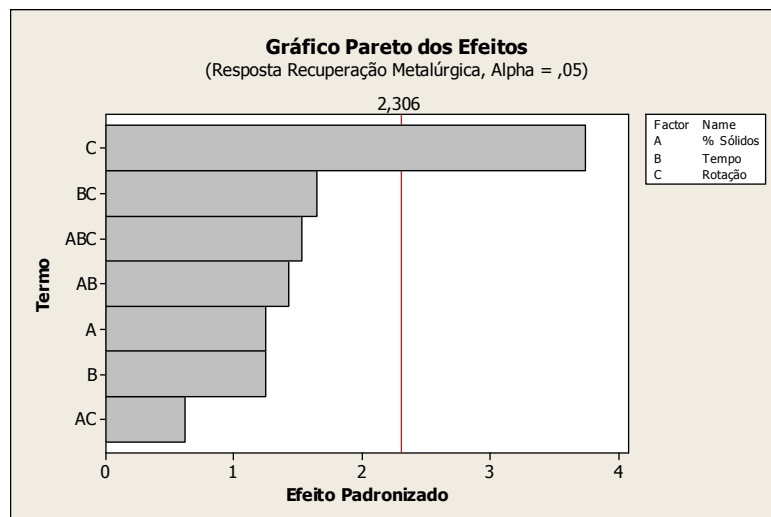


Figura 33: Gráfico de pareto dos efeitos das variáveis da atrição sobre a recuperação metalúrgica

Em qualquer experimento planejado, é importante examinar os resíduos e verificar a violação das suposições básicas que poderiam invalidar os resultados. A análise de variância considera que as observações sejam normal. Essa suposição deve ser verificada através do exame dos resíduos. Os resíduos de um planejamento fatorial

desempenham um papel importante na verificação da adequação de um modelo. O modelo de regressão para obter os valores previstos é

$$(5.1) \quad Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3 + \epsilon$$

em que x_1 , x_2 e x_3 representam os fatores A (%Sólidos), B (tempo) e C (rotação). O coeficiente β_1 , β_2 , β_3 , β_{12} , β_{23} , β_{13} e β_{123} são estimados como sendo metade das estimativas dos efeitos e β_0 é a média global. Esses coeficientes podem ser vistos na coluna “coef” da Tabela 32. Foram considerados apenas os efeitos significativos a 95% de confiabilidade, de tal forma que, o modelo para estimativa da recuperação metalúrgica é dados por

$$(5.2) \quad \text{Recuperação Metalúrgica}_{\text{Estimada}} = 89,663 + (2,925 / 2) \text{ Rotação}$$

Os valores previstos são obtidos pela substituição dos níveis baixo e alto da rotação nessa equação. Os resíduos (e_{ij}) são as diferenças entre os valores estimados e os valores encontrados em cada teste (Tabela 33).

Tabela 33: Cálculo dos resíduos do experimento fatorial

Rec Metalúrgica Estimada	Rec Metalúrgica Encontrada		e_{ij}	
88,20	84,16	92,29	4,04	-4,08
88,20	79,19	82,17	9,01	6,03
88,20	84,19	92,14	4,01	-3,94
88,20	88,38	91,28	-0,18	-3,08
91,13	94,45	92,22	-3,32	-1,09
91,13	91,57	93,38	-0,45	-2,26
91,13	92,80	92,88	-1,68	-1,75
91,13	92,63	90,81	-1,50	0,31

O gráfico de probabilidade normal dos resíduos é mostrado na Figura 34. Uma vez que os resíduos estão aproximadamente ao longo de uma linha reta, não se suspeita de qualquer problema com a normalidade dos dados. Não há indicação de *outliers* graves.

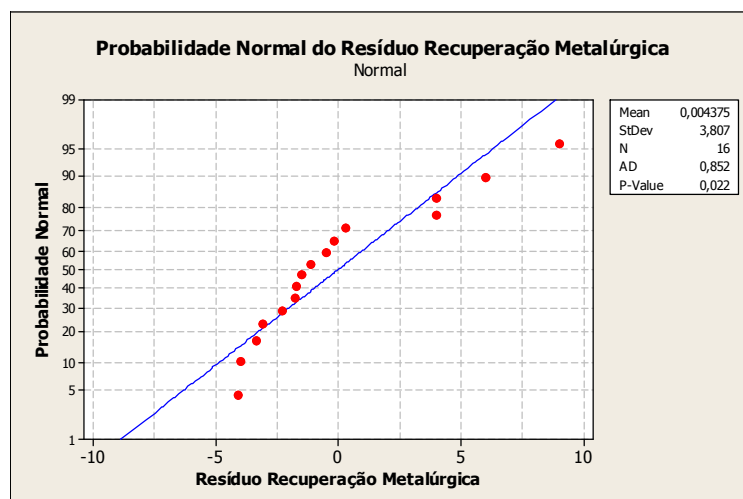


Figura 34: Gráfico de probabilidade normal dos resíduos do experimento fatorial

Fica então atestada a validade do modelo de regressão para a recuperação metalúrgica na flotação em função da velocidade de rotação do impelidor na célula de atrição.

5.5. Parâmetros de porosidade

O volume e tamanho dos poros, superfície específica e a densidade das amostras de alimentação da atrição, do concentrado da flotação do teste com maior e menor recuperação metalúrgica no experimento fatorial são mostrados na tabela 36.

Tabela 36: Resultados dos parâmetros avaliados pelo ensaio de adsorção de nitrogênio

Amostras	Volume de poros (cm ³ /kg)	Volume de microporos (cm ³ /kg)	Volume de mesoporos (cm ³ /kg)	Raio médio dos poros (Å)	Superfície específica B.E.T. (m ² /g)	Densidade média (g/cm ³)	Coef. variação da densidade (%)
Alimentação atrição	1,578	0,071	1,507	15,22	8,024	5,190	0,685
Concentrado flotação maior rec. metalúrgica	0,417	0,016	0,402	16,98	2,453	5,196	0,016
Concentrado flotação menor rec. metalúrgica	0,558	0,024	0,533	15,23	2,696	5,341	0,405

O volume de poros analisado pelo método BJH de adsorção da amostra de alimentação da atrição (1,578 cm³/kg) foi, aproximadamente, 3,8 vezes maior que o volume de poros

na amostra de concentrado da flotação (0,417 e 0,558 cm³/kg). Os microporos em todas as amostras representaram algo em torno de 5% do total de poros. O restante dos poros pode ser classificado como mesoporos. Não foram identificados macroporos.

A superfície específica, dada pelo método MultiPoint B.E.T., como era de se esperar, foi maior na amostra da alimentação da atrição (8,024 m²/g) do que nas amostras de concentrado (2,453 e 2,696 m²/g). A amostra de alimentação da atrição ainda continha os finos (ou lamas), que viriam a ser eliminados na etapa de deslamagem.

O diâmetro médio dos poros segundo o método BJH de adsorção foi de 15,22 Å na amostra de alimentação da atrição e não muito diferente nas amostras dos concentrados, 16,98 e 15,23 Å. No entanto, existe diferença significativa na distribuição do diâmetro dos poros nas três amostras. A figura 37 mostra maior volume de mesoporos com raio acima de 60 Å na amostra da alimentação da atrição. O volume desses mesoporos diminuiu, em média, 71% nas amostras de concentrado.

Pode-se considerar que as amostras de concentrado analisadas foram pouco porosas e de apresentaram granularidade semelhantes comparadas com as amostras de concentrado de minério martítico goethítico especularítico analisadas por Pena et al (2008). O volume de poros encontrado por esses autores variou de 4,76 cm³/Kg a 6,25 cm³/Kg. O raio médio dos poros variou de 43,48 Å a 49,89 Å. A superfície específica variou de 1,96 m²/g a 2,74 m²/g.

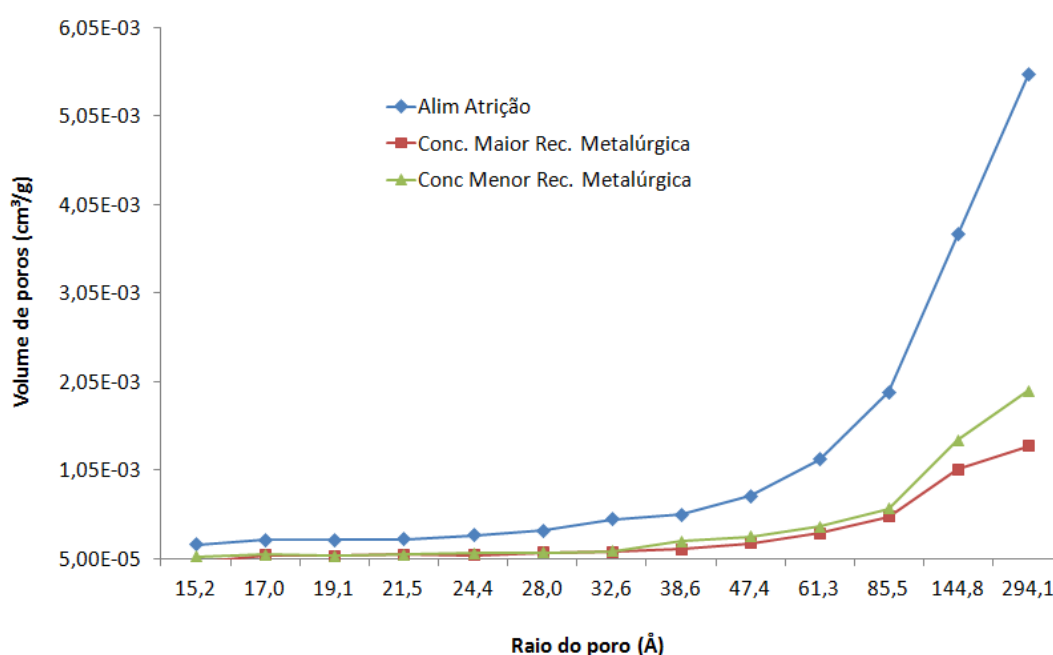


Figura 37: Distribuição do tamanho dos poros

5.6. Caracterização mineralógica

A figura 38 mostra o espectro Mössbauer da amostra de alimentação da atrição. Considerando-se que o teor de ferro total é de 59,56% e que as áreas relativas do sexteto são de 94% e 5% respectivamente, calcula-se que o teor de hematita é de 80% e de goethita é de 5%. Neste cálculo, foi admitido que todo o dubleto é devido à presença de goethita.

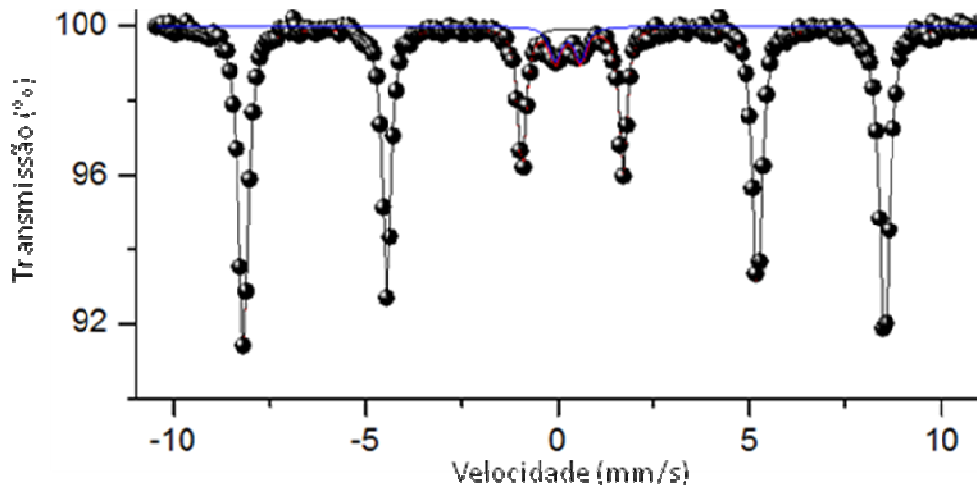


Figura 38: Espectro Mössbauer da amostra de alimentação da atrição

A figura 39 apresenta o espectro Mössbauer da amostra das lamelas obtidas na etapa de deslamagem do teste com maior recuperação metalúrgica. Foram identificadas 83% de hematitas no total de minérios portadores de ferro e 17% de dubleto, que representam outros minerais portadores de ferro.

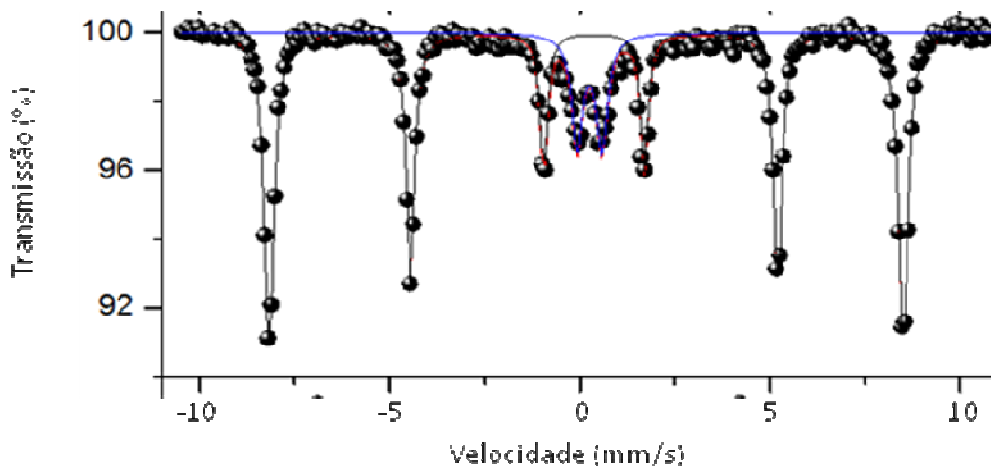


Figura 39: Espectro Mössbauer da amostra da lama do teste de maior recuperação metalúrgica na flotação

A figura 40 apresenta o espectro Mössbauer da amostra das lammas obtidas na etapa de deslamagem do teste com menor recuperação metalúrgica. Foram identificadas 92% de hematitas e 8% de dubleto, no total de minerais portadores de ferro.

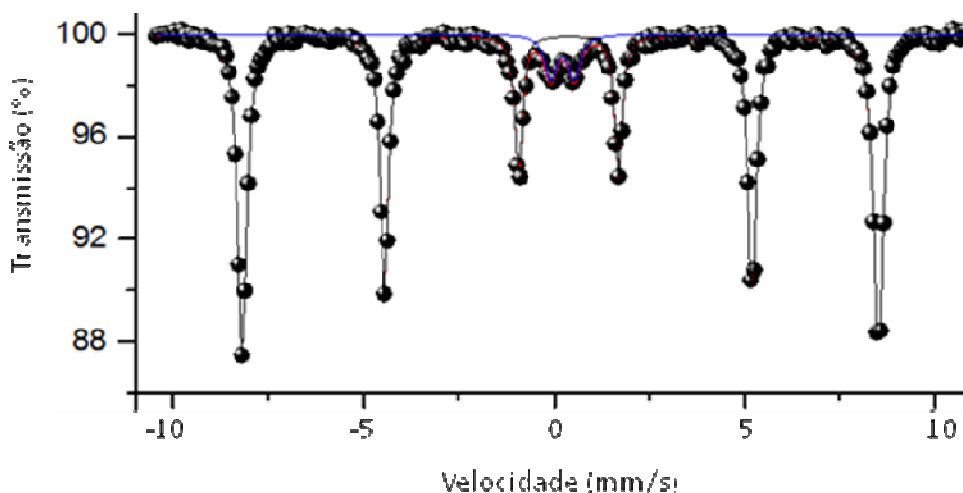


Figura 40: Espectro Mössbauer da amostra da lama do teste de menor recuperação metalúrgica na flotação

Constatou-se que o ferro contido nas lammas era proveniente principalmente de hematita e, portanto, muito mais nocivas a flotabilidade do quartzo (Araújo apud Queiroz et al, 2005). Lammas naturais de minérios de ferro (mistura de goethita, hematita, caulinita,

gibbsita e outros) têm cargas superficiais de sinal contrário ao do quartzo, e quando não removidas no processo de deslamagem, tenderão a propiciar os efeitos negativos apontados por Baltar (2008).

Ainda com relação à remoção da lama, pode-se avaliar que no ensaio de atrição realizada a 1.000 rpm em meio disperso (17 p.p) possibilitou remoção de 47% a mais de outros minerais portadores de ferro diferentes da hematita (goethita, por exemplo) na etapa de deslamagem do que no testes da atrição a 100 rpm em meio disperso (8 p.p).

6. CONCLUSÃO

É possível concluir que houve aumento da recuperação metalúrgica na flotação reversa do minério de ferro hematítico beneficiado na instalação de tratamento de minério de Vargem Grande com a adoção da etapa de atrição da polpa de alimentação, seguida de deslamagem em meio disperso. Não foi possível chegar a uma conclusão a respeito do índice de seletividade, devido à dificuldade na obtenção de réplicas adequadas para análise estatística.

O planejamento e análise de experimento fatorial permitiu identificar a velocidade de rotação do impelidor de pás perfiladas para geração de fluxos em sentidos contrários na célula de atrição como a principal variável na busca da maior recuperação metalúrgica na célula de flotação em escala de bancada. A dispersão na atrição em pH 9,8 se mostrou condição essencial para alcance desse resultado.

Independentemente o percentual de sólidos na polpa e do tempo de atrição, a rotação em 1.000 rpm foi responsável pelo incremento da recuperação metalúrgica na flotação, que no caso dos testes em escala de bancada foi máximo de 94,4%. Esse valor é maior que os 75,8% de recuperação metalúrgica encontrados na flotação do minério de ferro sem atrição anterior.

A atrição também apresentou feitos colaterais. Houve evidência de degradação das partículas de minério. O percentual da fração abaixo de 0,038 mm na amostra de alimentação da flotação aumentou em relação à amostra de alimentação da atrição, mesmo tendo sido deslamada. Além disso, o volume de mesoporos acima de 60 Å diminuiu no concentrado em relação à alimentação da atrição, sugerindo que houve degradação.

As lamas obtidas após a atrição no processo de deslamagem eram compostas essencialmente por hematitas (92%) e o concentrado da flotação apresentou baixa porosidade (0,417 cm³/g de volume de mesoporos com raio menor que 300 Å).

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O aprendizado adquirido no decorrer desse estudo possibilitou fazer algumas sugestões para desenvolvimento de trabalhos futuros adotando a metodologia, as ferramentas estatísticas utilizadas e o tema atrição.

É aconselhável preparar uma quantidade bem superior de unidades amostrais para eventualidades. Nesse trabalho, optou-se por preparar apenas 25% a mais de unidades amostrais, o que se mostrou insuficiente.

O planejamento de experimentos proposto por Plackett- Burman não necessita de réplica. A principal vantagem desse método, maximização dos recursos, desaparece quando se opta pelas réplicas.

O método Plackett-Burman não se mostrou adequado para analisar variáveis dependentes entre si, como no caso de reagentes químicos (dispersantes no caso em questão). Nesse caso, é recomendado que os reagentes fossem pré-selecionados e fixados em um experimento dessa natureza.

Sugere-se que novas pesquisas possam ser realizadas utilizando o método proposto por Plackett-Burman para investigar a influência das variáveis tempo, rotação, tipo de impelidor (duplo ou simples), percentual de partículas acima de 0,15 mm, percentual de sólidos na polpa, na atrição de minérios.

8 . REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ARAÚJO, R. V. de; SOBRAL, L. G. S.; SANTOS, R. L. C. Produção de fosfato no Brasil: Complexo Mineração de Tapira / Fosfertil. **XIX ENTMME**. Pernambuco: CETEM, 2002. Disponível em: <http://www.cetem.gov.br/publicacao/CTs/CT2002-050-00.pdf>. Acessado em: 14/10/09.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO 3082. Minérios de ferro. Procedimentos de amostragem e preparação de amostra. Rio de Janeiro, 2003. p.57

BALTAR, C. A. M. **Flotação no Tratamento de Minérios**. Recife: Departamento de Engenharia de Minas/ UFPE, 2008. 211 p.

BALTAR, C. A. M. **Flotação no Tratamento de Minérios**. Recife: Departamento de Engenharia de Minas/ UFPE, 2008.

BARROS, L. A. F. de. **Relatório de Visita: Fosfertil - Fertilizantes Fosfatados S/A. Mina de Tapira**. Araxá, 1996.

BOTELHO, L. C. S. **Sistemas Mecanicamente Agitados**. Campinas: Engendrar, [ca. 2009]. Apostila.

BULATOVIC, Srdjan M. **Handbook of flotation reagents: chemistry, theory and practice**. 1st edition. pp.128-130. Netherlands: Elsevier Science & Technology, 2007. Disponível em: [http://ktrunghuy.free.fr/SACHBOOKS/Handbook%20of%20Flotation%20Reagents,%20Elsevier%20\(2007\),%200444530290.pdf](http://ktrunghuy.free.fr/SACHBOOKS/Handbook%20of%20Flotation%20Reagents,%20Elsevier%20(2007),%200444530290.pdf) .

CARLOS, M. O.; GARCIA J. R.; OLIVEIRA, I. R.; SALOMÃO, R.; PANDOLFELLI, V. C. Heterocoagulação como técnica para obtenção de cerâmicas porosas. **Cerâmica**, 51, pp.78-84, 2005. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/ce/v51n318/25582.pdf>. Acessado em: 13 out. 2009.

CARVALHO, Marly; MARQUES, Michael; SANTOS, ADRIANO; GOOSSENS, Marcos; SILVA, Camilo. **Uso de ferramentas estatísticas para desenvolvimento de**

teste padrão de concentração magnética. In: 11º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro. Belo Horizonte - MG – Brasil, 2010.

CHAVES, Arthur Pinto; Ferreira, Flávio Moreira. Apostila Estocagem, Homogeneização. [S.l.]: [S.n], 1996. (mimeo).

COELHO, L. C. **Separação seletiva entre a willemita e seus minerais de ganga.** 2009. 44 p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009. (Inédito)

DANA, J. D. **Manual de Mineralogia.** Rio de Janeiro: Livro Técnico S.A. e Editora da Universidade de São Paulo, 1969, v.2, p. 355-642,

DARMA. Disponível em: <http://www.aeromecanicadarma.com.br/mineracao.htm>. Acessado em 28/09/09.

ENGENDRAR, Engenheiros Associados. Produtos e Catálogos. Amostrador tipo Cross-Belt. Disponível em <http://www.engendrar.com.br/produtos.asp?local=0amostragem&url=produtos>. Acessado em 09/11/2005.

ENGENDRAR. Disponível em: http://www.engendrar.com.br/aplicacao.asp?paramCat=bene_¶mID=51. Acessado em 17/09/2009.

FERNANDES, E. Z. **Caracterização Física, Química, Mineralógica e Metalúrgica dos Produtos Granulados de Minério de Ferro.** 2008. 299 p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

FORTES, Fabiana F. **Aplicabilidade da atrição do minério de ferro na flotação.** 2009. 55 p. Monografia (Pós-Graduação) – Escola de Mina, Universidade Federal de Ouro Preto, Belo Horizonte, 2009.

FORTES, Fabiana F. **Aplicabilidade da atrição do minério de ferro na flotação.** 2009. 55 p. Monografia (Pós-Graduação) – Escola de Mina, Universidade Federal de Ouro Preto, Belo Horizonte, 2009.

GÓES, M. A. C.; LUZ, A. B.; POSSA, M. V. **Amostragem**. In: Tratamento de Minérios. Luz, A. B.; Sampaio, J. A.; Almeida, S. L. M. CETEM-MCT, Rio de Janeiro, p. 19-51, 2004.

Krishnan, S. V.; Iwasaki, I. Pulp dispersion in selective desliming of iron ores. **Elsevier International Journal of Mineral Processing**, 12, pp. 1—13. Elsevier Science Publishers B.V.: Amsterdam, 1984

LINS, F. A. F.; ADAMIAN, Rupen. **Minerais coloidais, teoria DLVO estendida e forças estruturais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2000.

LUZ, A. B. da; LINS, F. A. F. **Areia Industrial**. Rio de Janeiro: CETEM, 2008. Disponível em <http://www.cetem.gov.br/publicacao/CTs/CT2008-157-00.pdf>. Acessado em 24/10/09.

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; MONTE, M. B. M.; ALMEIDA, S. L. M. **Tratamento de Minérios**. 3. ed. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 2002.

MARTINS, Afonso Henrique. **Curso de Planejamento e Análise Racional de Experimentos Tecnológicos**. Usinas Siderúrgica de Minas Gerais. Ipatinga: 1976 (apostila).

MARTINS, Afonso Henrique. **Curso de Planejamento e Análise Racional de Experimentos Tecnológicos**. Usinas Siderúrgica de Minas Gerais. Ipatinga: 1976 (apostila).

METSO Minerals. **Manual de Britagem**. 6ª ed. Publicação Técnica da Metso Mineral, 2005.

Mineralogical Studies: MBR Ores, 2001. Apresentação em Power Point.

MONTGOMERY, Douglas C. e Runger, George C. Estatística Aplicada e probabilidade para engenheiros. 2. ed. Tradução de Verônica Calado. Rio de Janeiro: LTC, 2003.

MOREIRA, Zu. Fabricante nacional procura mais aço no mercado externo. In: **O tempo**. Belo Horizonte. 29 de abril de 2009.

NETO, Benício de Barros; SCARMINIO, Ieda Spacino; BRUNS, Roy Edward. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 4. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.

OLIVEIRA, J. F. de. Flotação. In: FERNANDES, F. R. C.; MATOS, G. M. M. de; CASTILHOS, Z. C.; LUZ, A. B. da. **Tendências Tecnológicas Brasil 2015: Geociências e Tecnologia Mineral**. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 2007. 104 - 156 p.

PENA, Eloisio Queiroz; VIEIRA, Cláudio Batista; SILVA, Carlos Antônio da; SESHADRI, Varadarajan; ARAÚJO, Fernando Gabriel da Silva. Caracterização dos parâmetros de porosidade de concentrados de minérios de ferro pelo método de adsorção de nitrogênio. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, São Paulo, v.4, n.4, p. 53-57, abr.-jun. 2008.

PEREIRA, C. A. **Estudo da dispersão e concentração de minério calamínico**. 2004. 119 p. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Belo Horizonte, 2004.

PERES, Antônio Eduardo Clark; SALUM, Maria José Gazzi; VALADÃO, George Eduardo Sales; ARAÚJO, Armando Corrêa de. Métodos de Concentração. pp. 105-139. In: **Introdução ao Tratamento de Minérios**. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2007.

PLACKETT, R.L. e BURMAN, J.P. **The Design of Optimum Multifactorial Experiments**. *Biometrika* 33 (4), pp. 305-25, Junho 1946.

QUANTACHROME. **NOVAe SERIES: Analizadores de área superficial y de tamaño de poros de alta velocidad**. Quantachrome Corporation, 2011. Disponível em: http://www.quantachrome.com/pdf_brochures/07122_S.pdf. Acessado em: 27/05/2012.

QUEIROZ, L.A.. **Emprego da atrição na deslamagem: efeitos na flotação reversa de minérios itabiríticos**. 2003. 117 p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2003. (Inédito)

QUEIROZ, Leonardo de Almeida ; PADOVEZI, Antonio Daher ; FERREIRA, Antonio Delfonso ; PERES, A. E. C. . The effect of mineralogy on desliming and flotation of itabirite iron ores. In: **Iron Ore 2005**, 2005, Fremantle. Iron Ore 2005 Proceedings, 2005. v. 1. p. 385-388.

ROSIÈRE, C. A.; CHEMALE, F. Jr. Itabiritos e minérios de ferro de alto teor do quadrilátero ferrífero – uma visão geral e discussão. **Geonomos**, Belo Horizonte, v.8, n.2, p. 27–42, 2000. Disponível em www.igc.ufmg.br/geonomos/PDFs/8_2_27_43_Rosiere.pdf. Acessado em 20/10/08.

ROSIÈRE, C. A.; RENGER, F. E.; PIUZANA, D.; SPIER, C. A. Pico de Itabira, MG - Marco estrutural, histórico e geográfico do Quadrilátero Ferrífero. In: WINGER, M; SCHOBENHAUS, C.; BERBERT-BORN, M.; QUEIROZ, E. T.; CAMPOS, D. A.; SOUZA, C. R. G.; FERNANDES, A. C. S. (Ed.) **Sítios Geológicos e Paleontológicos do Brasil**. Disponível em <http://www.unb.br/ig/sigep/sitio042/sitio042.pdf>. Acessado em 05/04/09.

SABEDOT, Sydney; SAMPAIO, Carlos Hoffmann. Ensaio de atrição em pré-concentrado de zircão: um processo semipiloto. **Revista da Escola de Minas**. Vol. 55. nº 2. Ouro Preto. Abril/ 2002.

SÁNCHEZ, L. E. Mineração e Meio Ambiente. In: FERNANDES, F. R. C.; MATOS, G. M. M. de; CASTILHOS, Z. C.; LUZ, A. B. da. **Tendências Tecnológicas Brasil 2015: Geociências e Tecnologia Mineral**. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 2007. 191 - 208 p.

SANTOS, Pécio de Souza. **Tecnologia de argilas, aplicada às argilas brasileiras**. São Paulo, Edgard Blücher, Ed. Da Universidade de São Paulo, 1975.

SANTOS, Rômulo Boechat, MASSON, Ivan Ondino de Carvalho, LEMOS, Flávio de Almeida. **Estudo de Obtenção de Níquel Empregando Lixiviação Sob Pressão**, 2006. Disponível em http://www.cetem.gov.br/publicacao/serie_anais_XIV_jiv_2006/Romulo%20Boechat.pdf Acesso em 28 nov. 2010.

SCHNEIDER, C.L.; ROCHA, V.A.; ABDEL-REHIM, M.A.; NEUMANN, R. Método expedito para medição de porosidade em partículas. In: **Anais do XXI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa**. 2 v. Natal: O2 Editora, 2005. pp. 41-46.

SCHOFIELD, Charles G. Homogenisation/Blending Systems Design and Control for Minerals Processing. Clausthal: Trans Tech, 1980.

SILVA, R. V. G.; ARAÚJO, A. C.; PERES, A. E. C. The effect of alumina on the flotation of some iron ores. In: **Southern Hemisphere Meeting on Mineral Technology**. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 2001. pp. 199-203.

SOUZA, E. S. de. **Rota de processo para aproveitamento de rochas itabiríticas estéreis da Mina de Conceição**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2005. 104 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

TAGGART, A. F. **Handbook of Mineral Dressing: Ore and Industrial Minerals**. Sydney: John Wiley & Sons, Inc., 1954.

TOTOU, Adriano R.; PEREIRA, Carlos A.; MACHADO, Philipe P.G.F; BALTAR, Carlos A. M. Estudo do efeito da dispersão em polpas de minérios itabiríticos. **REM: R. Esc. Minas**, Ouro Preto, 64(2), 227-232, abr. jun. 2011.

VALADÃO, G. E. S.; ARAÚJO, A. C. **Introdução ao Tratamento de Minérios**. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2007.

VILELA, R. A. ; MELO, R. J. de; COSTA, T. A. V. da; LAGOEIRO, L. E.; VARAJÃO, C. A. C. Petrografia do minério hematita compacta da Mina do Tamanduá (Quadrilátero Ferrífero, MG). **REM: R. Esc. Minas**, Ouro Preto, 57(3): 157-164, jul, set. 2004.

ANEXO I

Pontos Percentuais $t_{\alpha,n}$ da Distribuição t

<i>Graus de liberdade</i>	α										
	0,25	0,20	0,15	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005	0,0025	0,001	0,0005
1	1,00	1,38	1,96	3,08	6,31	12,71	31,82	63,66	127,30	318,30	636,600
2	0,82	1,06	1,39	1,89	2,92	4,30	6,97	9,93	14,09	22,33	31,600
3	0,77	0,98	1,25	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84	7,45	10,21	12,920
4	0,74	0,94	1,19	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60	5,60	7,17	8,610
5	0,73	0,92	1,16	1,48	2,02	2,57	3,37	4,03	4,77	5,89	6,869
6	0,72	0,91	1,13	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71	4,32	5,21	5,959
7	0,71	0,90	1,12	1,42	1,90	2,37	3,00	3,50	4,03	4,79	5,408
8	0,71	0,89	1,11	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36	3,83	4,50	5,041
9	0,70	0,88	1,10	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25	3,69	4,30	4,781
10	0,70	0,88	1,09	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17	3,58	4,14	4,587
11	0,70	0,88	1,09	1,36	1,80	2,20	2,72	3,11	3,50	4,03	4,437
12	0,70	0,87	1,08	1,36	1,78	2,18	2,68	3,06	3,43	3,93	4,318
13	0,69	0,87	1,08	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01	3,37	3,85	4,221
14	0,69	0,87	1,08	1,35	1,76	2,15	2,62	2,98	3,33	3,79	4,140
15	0,69	0,87	1,07	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95	3,29	3,73	4,073
16	0,69	0,87	1,07	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92	3,25	3,69	4,015
17	0,69	0,86	1,07	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90	3,22	3,65	3,965
18	0,69	0,86	1,07	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88	3,20	3,61	3,922
19	0,69	0,86	1,07	1,33	1,73	2,09	2,54	2,86	3,17	3,58	3,883
20	0,69	0,86	1,06	1,33	1,73	2,09	2,53	2,85	3,15	3,55	3,850
21	0,69	0,86	1,06	1,32	1,72	2,08	2,52	2,83	3,14	3,53	3,819
22	0,69	0,86	1,06	1,32	1,72	2,07	2,51	2,82	3,12	3,51	3,792
23	0,69	0,86	1,06	1,32	1,71	2,07	2,50	2,81	3,10	3,49	3,767
24	0,69	0,86	1,06	1,32	1,71	2,06	2,49	2,80	3,09	3,47	3,745
25	0,68	0,86	1,06	1,32	1,71	2,06	2,49	2,79	3,08	3,45	3,725
26	0,68	0,86	1,06	1,32	1,71	2,06	2,48	2,78	3,07	3,44	3,707
27	0,68	0,86	1,06	1,31	1,70	2,05	2,47	2,77	3,06	3,42	3,690
28	0,68	0,86	1,06	1,31	1,70	2,05	2,47	2,76	3,05	3,41	3,674
29	0,68	0,85	1,06	1,31	1,70	2,05	2,46	2,76	3,04	3,40	3,659
30	0,68	0,85	1,06	1,31	1,70	2,04	2,46	2,75	3,03	3,39	3,646
40	0,68	0,85	1,05	1,30	1,68	2,02	2,42	2,70	2,97	3,31	3,551
50	0,68	0,85	1,05	1,30	1,68	2,01	2,40	2,68	2,94	3,26	3,496
60	0,68	0,85	1,05	1,30	1,67	2,00	2,39	2,66	2,92	3,23	3,460
80	0,68	0,85	1,04	1,29	1,66	1,99	2,37	2,64	2,89	3,20	3,416
100	0,68	0,85	1,04	1,29	1,66	1,98	2,36	2,63	2,87	3,17	3,390
120	0,68	0,85	1,04	1,29	1,66	1,98	2,36	2,62	2,86	3,16	3,373
∞	0,67	0,84	1,04	1,28	1,65	1,96	2,33	2,58	2,81	3,09	3,291