

MINISTERIO DAS MINAS E ENERGIA  
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL  
CONVÊNIO DNPM-CPRM


**PROJETO FLOTAÇÃO  
DE OXIDADOS DE ZINCO  
ESTUDO EM ESCALA DE BANCADA  
RELATÓRIO FINAL**

*Carlos Adolpho M. Baltar*

*Roberto C. Villas Bôas*

*I-96*

*PHL  
013411  
2007*

 CPRM	SUREMI SEDOTE
ARQUIVO TÉCNICO	
Relatório n.º	<i>979 - 5</i>
N.º de Volumes:	<i>1</i> v.:

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL  
CETEM

1980

**PROJETO FLOTAÇÃO DE OXIDADOS DE ZINCO  
ESTUDO EM ESCALA DE BANCADA**

**Coordenador**      *Roberto C. Villas Bôas*

**Chefe do Projeto**      *Carlos Adolpho M. Baltar*

**Colaboração**      *Adão Benvindo da Luz  
Ney Hamilton Porphirio  
Marcelo Mariz da Veiga*

## R E S U M O

A presença de minerais friáveis, proporcionando uma constante produção de finos na polpa, e o fato dos minerais de zinco possuírem a mesma natureza dos de ganga (carbonatos e silicatos), são alguns dos principais obstáculos enfrentados na flotação desse minério.

Este trabalho é iniciado com uma revisão do que existe publicado sobre processos de beneficiamento para minerais oxidados de zinco, e um apanhado dos fundamentos teóricos dos fenômenos estudados em laboratório.

A fase experimental foi desenvolvida em três etapas: Caracterização mineralógica, estudo de moagem e flotação. Nesta última, dentre quatro alternativas testadas, (flotação direta - com xantato e com amina, e flotação inversa - com ácidos graxos e com sulfonato de petróleo). Optou-se por uma flotação catiônica após sulfetação da polpa. Vários parâmetros foram estudados (tipo, concentração e tempo de condicionamento dos reagentes, tipo de água, aeração, temperatura, rotação da célula, tipo de célula, granulometria da alimentação, e tempo de flotação).

A eliminação dos finos mostrou-se indispensável. O tempo de condicionamento e a concentração do agente sulfetante da polpa exercem grande influência no processo.

Recuperações em torno de 85% do zinco concentrado na alimentação da flotação, foram alcançadas em concentrados com teor em zinco acima de 40%.

## Í N D I C E

	<u>Páginas</u>
Capítulo I - INTRODUÇÃO .....	1
I.1 - Objetivo e Justificativa da Pesquisa.....	12
Capítulo II - REVISÃO DA LITERATURA .....	15
Capítulo III - FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....	29
III.1 - Flotação Catiônica .....	29
III.2 - Sulfetação .....	33
III.3 - Efeito da "Lama" .....	36
III.4 - Atuação dos Aníons Inorgâ nicos na Flotação .....	42
III.5 - Efeito da Qualidade da Água .....	43
III.6 - Condições de Operação da Célula de Flotação .....	45
III.7 - Efeito da Variação de Temperatura.....	49
III.8 - Propriedades Estruturais e Superficiais dos Minerais Presentes .....	51
III.8.1 - Características dos Silicatos....	52
III.8.2 - Características dos Carbonatos...	53

III.8.3 - Características da Hematita.....	55
Capítulo IV - MATERIAL E MÉTODO .....	57
IV.1 - Amostragem .....	57
IV.2 - Preparação da Amostra.....	57
IV.3 - Caracterização do Minério.....	58
IV.3.1 - Análise Granulométrica.....	58
IV.3.2 - Análise por Difração de Raios-X.....	59
IV.3.3 - Análise por Espectrografia de Emissão.....	59
IV.3.4 - Análise Química por Via Úmida.....	59
IV.3.5 - Separação em Líquido Denso.....	60
IV.3.6 - Separação Magnética.....	60
IV.3.7 - Análise por Microscopia.....	61
IV.4 - Testes de Moagem .....	62
IV.5 - Flotação.....	62
IV.5.1 - Padronização dos Testes.....	63
IV.5.2 - Escolha da Amina.....	64
IV.5.3 - Testes com Sulfetação.....	66
IV.5.4 - Escolha dos Modificadores.....	67
IV.5.5 - Testes Programados por Planejamento Fatorial.....	68
IV.5.6 - Concentração dos Reagentes.....	69
IV.5.7 - Tempo de Condicionamento dos Reagentes.....	70
IV.5.8 - Rotação da Célula.....	71
IV.5.9 - Aeração da Polpa.....	71

	IV.5.10 - Qualidade da Água.....	72
	IV.5.11 - Temperatura.....	74
	IV.5.12 - Granulometria do Material de Alimentação.....	75
	IV.5.13 - Tipo de Célula de Flotação.....	77
	IV.5.14 - Testes com Metafosfato de Sódio e Sem Sulfetação.....	78
	IV.5.15 - Tempo de Flotação.....	79
Capítulo	V - RESULTADOS OBTIDOS.....	83
	V.1 - Caracterização do Minério.....	83
	V.1.1 - Análise Granulométrica.....	83
	V.1.2 - Análise por Difração de Raios-X.....	83
	V.1.3 - Análise Espectrográfica.....	83
	V.1.4 - Análise Quantitativa Via Úmida.....	87
	V.1.5 - Separação em Líquido Denso.....	88
	V.1.6 - Separação Magnética.....	88
	V.1.7 - Análise por Microscopia.....	95
	V.1.8 - Composição Mineralógica.....	100
	V.2 - Testes de Moagem.....	100
	V.3 - Flotação.....	103
	V.3.1 - Escolha da Amina.....	104
	V.3.2 - Testes com Sulfetação.....	104
	V.3.3 - Escolha dos Modificadores.....	106
	V.3.4 - Testes Programados por Planejamento Fatorial.....	111

V.3.5 - Concentração dos Reagentes.....	113
V.3.6 - Tempo de Condicionamento dos Reagentes e Rotação da Célula.....	121
V.3.7 - Aeração da Polpa.....	130
V.3.8 - Qualidade da Água.....	132
V.3.9 - Temperatura.....	132
V.3.10- Granulometria do Material de Alimentação.....	136
V.3.11- Tipo de Célula de Flotação.....	137
V.3.12- Testes com Metafosfato de Sódio e sem Sulfetação.....	138
V.3.13- Tempo de Flotação.....	140
Capítulo VI - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	146
VI.1 - Caracterização do Minério.....	146
VI.2 - Moagem.....	150
VI.3 - Flotação.....	150
Capítulo VII - CONCLUSÕES.....	163
VII.1 - Caracterização do Minério.....	163
VII.2 - Flotação.....	164
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	168
BIBLIOGRAFIA.....	170
Apêndice 1 - Condições de Operação do Aparelho (PHILIPS) para Difração de Raios-X....	178



Apêndice 2 - Método Utilizado para Dosagem de Zn. .	180
Apêndice 3 - Método Utilizado para Determinação do Grau de Liberação por Microscopia . . . . .	182
Apêndice 4 - Cálculos Relacionados à Análise Estatística dos Resultados . . . . .	184
Apêndice 5 - Difrátogramas de Raios-X . . . . .	215
Apêndice 6 - Espectros de Infra-Vermelho de Reagentes . . . . .	220
Apêndice 7 - Espectro de Ressonância Magnética. . .	224

C A P Í T U L O IINTRODUÇÃO

## 1.1 - Considerações Iniciais

O principal problema do zinco no Brasil, reside na qualidade do seu minério. Enquanto a maioria dos países produzem o zinco a partir do minério sulfetado de fácil concentração, o Brasil precisou desenvolver tecnologia própria para aproveitar a sua reserva de minério oxidado de Vazante, descoberta em 1954, por Angelo Solis, e a única de importância comercial até há pouco tempo conhecida.

Segundo GUIMARÃES <sup>(1)</sup>, a formação da jazida, em Vazante, teria ocorrido através de cinco fases sucessivas. Inicialmente, numa fase de diastrofismo, teria surgido uma mineralização epigenética com zinco, chumbo e cobre. Na fase seguinte, os sulfetos metálicos teriam se decomposto, originando a formação de possante chapéu de ferro, durante e após a erosão da rocha encaixante, na zona superficial. A seguir, uma alteração hidrotermal do minério, originaria a formação da willemita e outros minerais secundários, hoje desaparecidos devido às reações químicas posteriores. A quarta fase se caracterizaria pelo surgimento de um processo supergênico de enriquecimento secundário ou substituição da willemita e hemimorfita pela hidrozincita e zincita. Finalmente, um processo contínuo

de oxidação, por intemperismo, da calcita e galena, com lixiviação e dispersão do Cu.

A mineralização do depósito de Vazante é bastante complexa e formada basicamente de silicatos e carbonatos. A hemimorfita é o principal mineral de zinco presente, seguido de willemita e smithsonita. Outros minerais oxidados de zinco ocorrem em menor escala. A ganga é constituída principalmente por dolomita e hematita. Quartzo, magnetita, calcita, micas e argilo-minerais, aparecem em quantidade inferior.

Duas empresas brasileiras de capital privado detêm a concessão de lavra para a Região de Vazante: a Companhia Mineira de Metais - CMM e a Companhia Industrial e Mercantil Ingã. A primeira pertence ao Grupo Votorantim, e possui uma reserva estimada de 1,2 milhões toneladas em zinco contido. Segundo MARTINS<sup>(2)</sup>, o minério ocorre em dois corpos semi-paralelos. O primeiro corpo apresenta-se em forma de calha e há uma predominância de hemimorfita. No outro corpo, de forma tabular, há mais willemita, que ocorre associada à hematita. Na CMM o minério é classificado em três categorias de acordo com o teor em zinco. O minério considerado de primeira é rico em willemita, apresentando um teor acima de 40% Zn. Esse minério não sofre qualquer concentração, indo diretamente para usina hidrometalúrgica, instalada em Três Marias - MG, distante 350 Km da usina. O minério da segunda categoria apresenta um teor médio de 28% Zn, e durante muito tempo foi colocado em pátios de estocagens. Agora, no entanto, com a entrada em funcionamento do processo Waelz, esse minério tem sido aproveitado. Finalmente

te, há um minério pobre, com teor em zinco bastante baixo, que por não vir tendo nenhum aproveitamento, está sendo estocado nos pátios da mineração.

O processo Waelz, recentemente instalado, consiste basicamente de uma redução do silicato de zinco a zinco metálico, por vaporização, esses vapores são posteriormente submetidos a uma atmosfera oxidante e precipitam em câmaras de condensação, sob a forma de óxido de zinco (ZnO). Um esquema simplificado desse processo é mostrado na figura (I - 1). O concentrado produzido é enviado a Três Marias, onde é processado juntamente com o minério de primeira.

Na Usina de Três Marias, o zinco metálico é obtido por via hidrometalúrgica (2, 3). Após uma moagem a 100 malhas, o minério é lixiviado, por agitação, com ácido sulfúrico. A solução de sulfato de zinco proveniente da lixiviação é filtrada. A purificação da solução é feita pela adição de pó de zinco, óxido de arsênico e sulfato de cobre. A seguir, é encaminhada às células eletrolíticas onde ocorre a deposição do zinco metálico nos catodos de alumínio, figura (I - 2).

A Companhia Industrial e Mercantil Ingá, através da Mineração Areiense S/A (MASA), criada em 1972, é a outra detentora do direito da lavra do minério de Vazante. Ao que parece, sua jazida nunca foi estudada suficientemente, de modo que se torna difícil uma avaliação da reserva existente. A mineralogia difere daquela encontrada na jazida da CMM, principalmente pela ausência de willemita. AMARAL (4), estabeleceu

Figura [-1] - Esquema simplificado do processo WAEELZ adotado pela C.M.M.

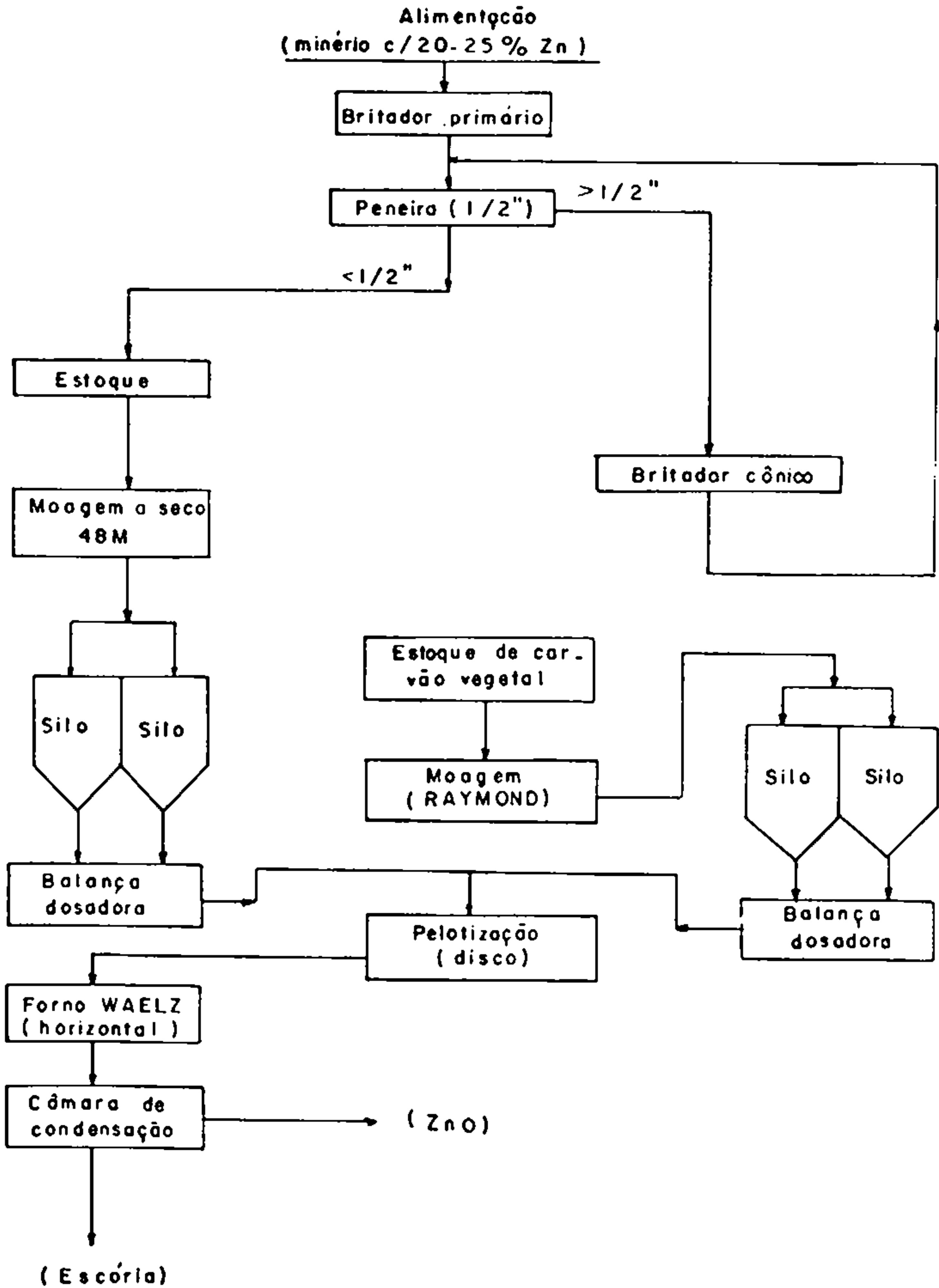
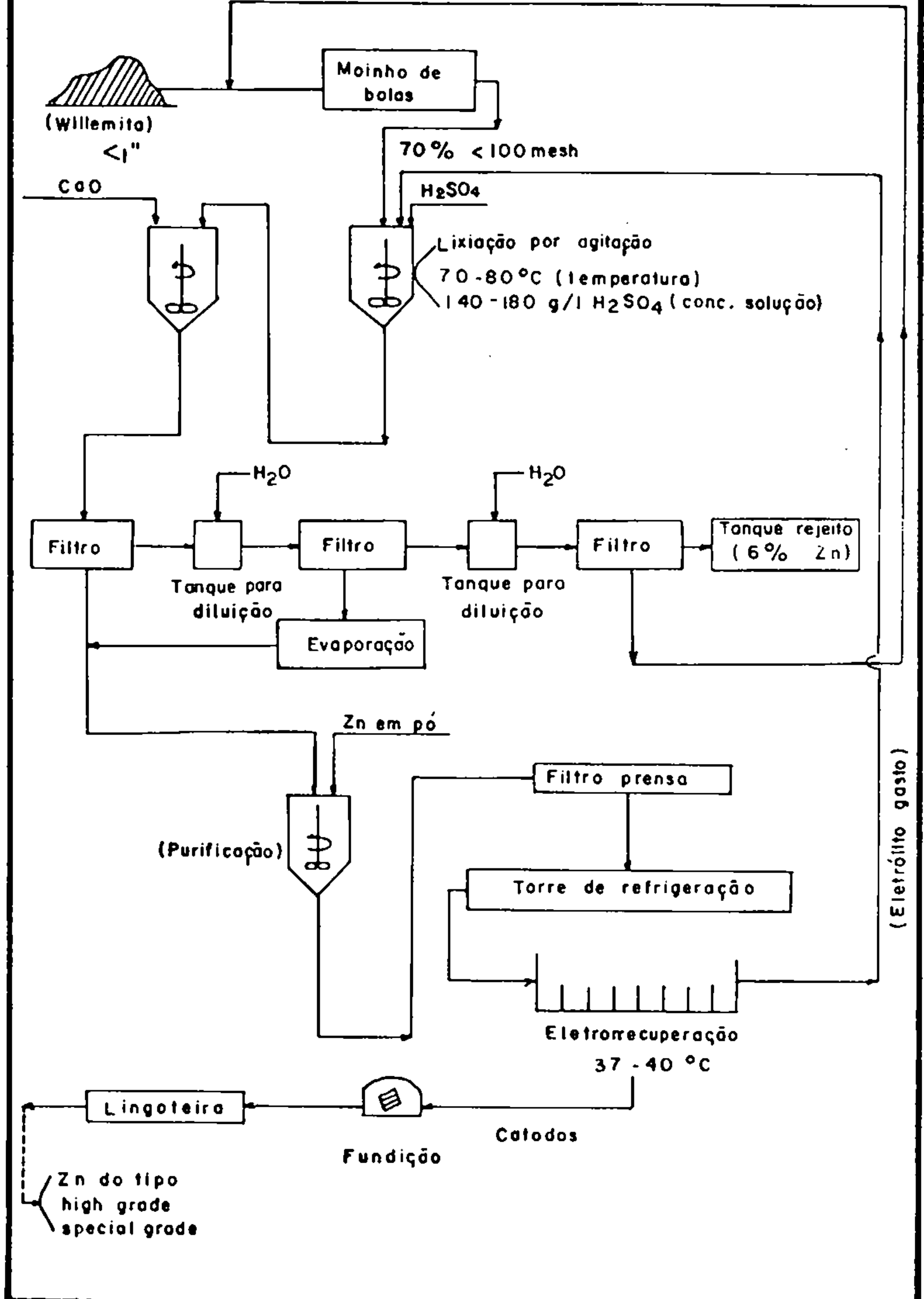


Figura (I-2) - Esquema simplificado do processo hidrometalúrgico adotado em Tres Marias (3)



dois tipos de minério: o Brecha de Folhelho, onde ocorre apenas hemimorfita, smithsonita, hidrozincita e piromorfita, e o minério hematítico, onde aparecem todos os minerais, com exceção da hemimorfita e da smithsonita.

O minério lavrado é beneficiado na própria mineração. A alimentação da usina é bastante variável, e o processo, mostrado na figura (I - 3), consta basicamente de uma britagem, catação manual e jigagem. Um concentrado com teor médio de 28% Zn é produzido e enviado em caminhões para usina hidrometalúrgica instalada em Itaguaí, no Estado do Rio de Janeiro, distante 1900 Km de Vazante. Nessa usina produz-se, atualmente, cerca de 30t/dia de zinco metálico, havendo um plano para duplicar esta produção.

O processo hidrometalúrgico adotado em Itaguaí, foi desenvolvido e patenteado por RADINO <sup>(5)</sup>. A figura (I-4) mostra um esquema simplificado do processo, atualmente em prática. Após a moagem, é feita uma lixiviação por agitação com ácido sulfúrico. A seguir, há uma filtração. A fase de purificação da solução é iniciada com a deposição do ferro, através da adição de CaO e conseqüente elevação do pH a 3. Posteriormente, utiliza-se flocculante para deprimir a sílica. A eliminação do cádmio é obtida através da adição de pó de zinco. E, finalmente, elimina-se o cobalto, usando-se arsenito de sódio, sulfato de cobre e pó de zinco e chumbo. Da solução purificada, extrai-se o zinco metálico por eletrólise. Nessa usina recupera-se o cádmio, havendo uma produção de cerca de 120 Kg/dia.

Figura (1-3) - Esquema simplificado da usina de beneficiamento da mineração Areiense S/A

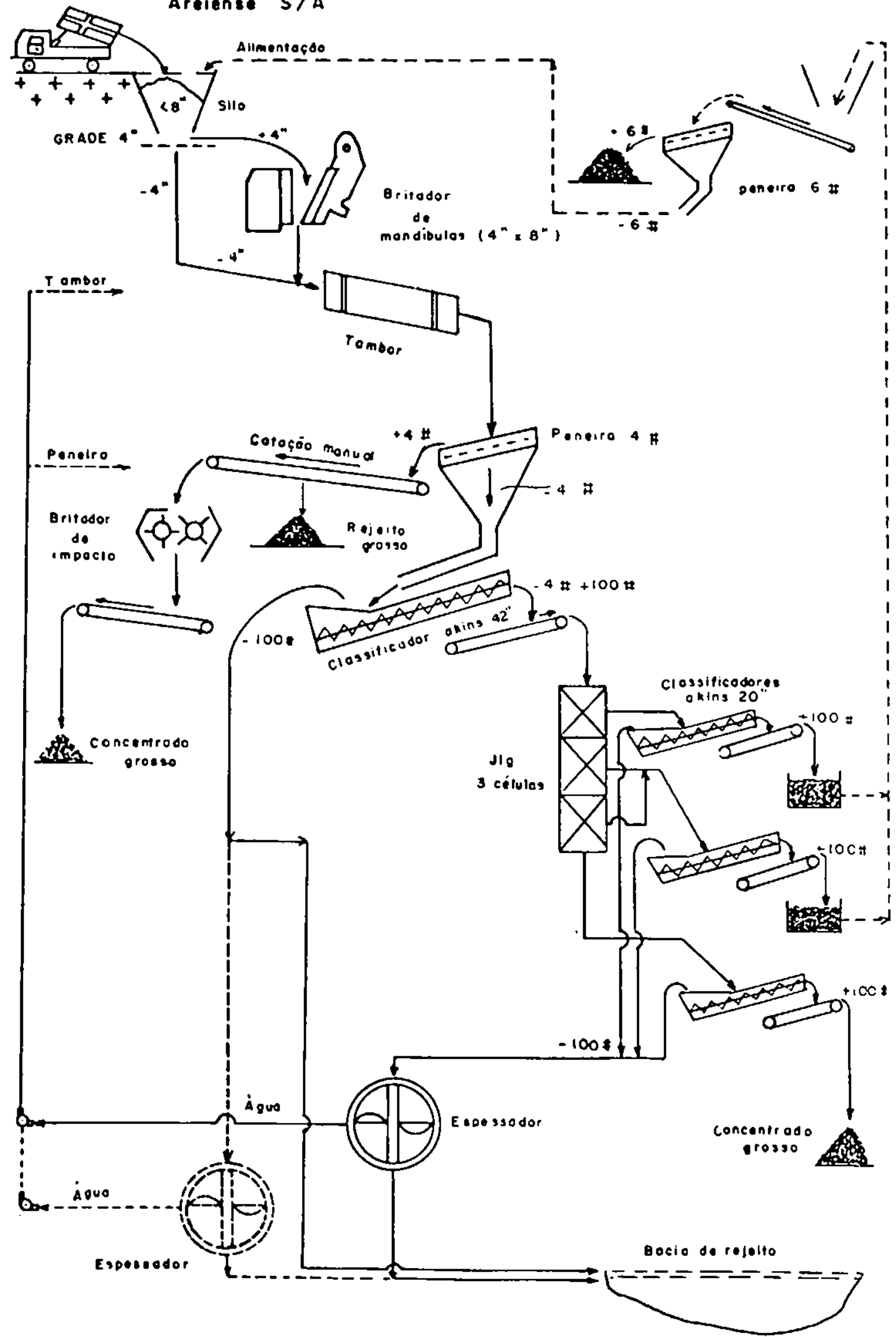
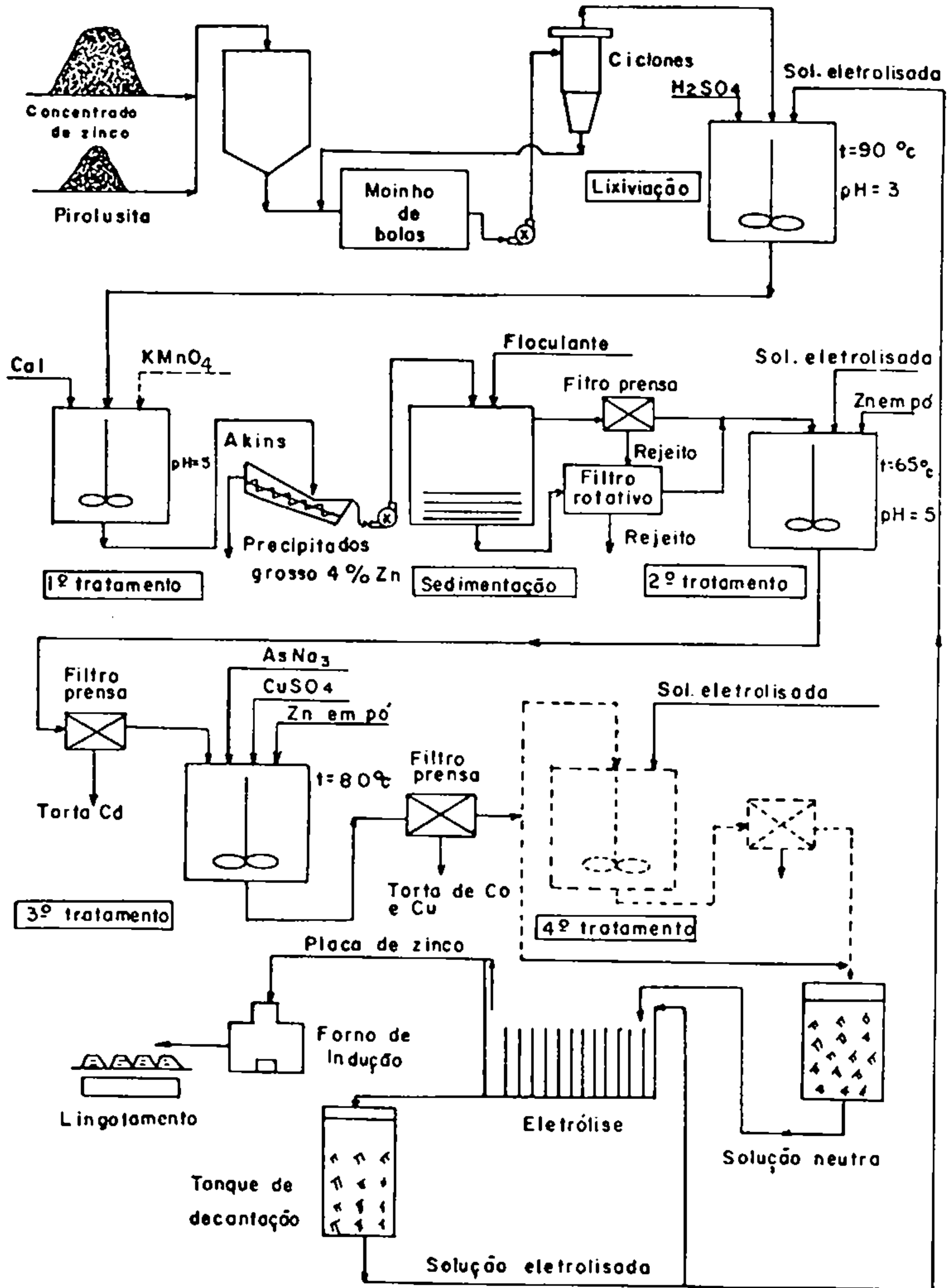




Figura (I - 4) - Esquema simplificado do processo hidro-metalúrgico adotado em Itaguai



Há em Paracatu-MG, uma área de zinco sulfetado, recentemente desenvolvida, que deverá entrar em produção no próximo ano, utilizando lavra subterrânea. A reserva estimada é de 15 milhões de toneladas de minério. A usina de concentração está dimensionada para uma produção anual de 69,2 mil toneladas de concentrado de esfarelita e de 18,5 mil toneladas de concentrado de galena.

A Mineração Boqueira, na Bahia, pertencente ao Grupo Francês Penarroya, obtém, sob a forma de concentrado de esfarelita, uma produção aproximada de 10 mil toneladas por ano, como subproduto da usina de flotação de galena. Esse concentrado é exportado para a França.

Está sendo instalada em Juiz de Fora-MG, pela Companhia Paraibuna de Metais, uma usina hidrometalúrgica dimensionada para produzir 30 mil toneladas anuais de zinco metálico, e 57 mil toneladas anuais de ácido sulfúrico. A empresa é formada pela associação do Grupo J. Torquato (42%), Fibase (30%), Asturiana de Zinco S/A, Espanha (14%) e a Union Minière, Bélgica (14%). A usina deverá aproveitar o concentrado produzido em Paracatu, mas terá que importar concentrado para atender às suas necessidades. O processo consistirá basicamente de uma etapa de ustulação do concentrado com produção de ácido sulfúrico, lixiviação do material ustulado, purificação nas soluções de sulfato de zinco, eletrólise e fundição do zinco catódico.

Nas tabelas (I - 1), (I - 2), (I - 3) e (I - 4) são apresentados, respectivamente, a produção das mi

nas brasileiras, a produção de zinco metálico, o consumo e as importações de zinco nos últimos anos no Brasil. Como se pode observar, o Brasil produziu no primeiro semestre de 1979, apenas 40% de zinco metálico que consumiu. Segundo o Anuário Mineral Brasileiro (1978)<sup>(6)</sup>, o Brasil importou em 1977, mais de 58 mil toneladas de zinco, gastando em valor CIF, US\$ 41.886.883,00.

Tabela (I - 1) - Produção das Minas do Brasil <sup>(7)</sup>

ANO	PRODUÇÃO (TONELADAS MÉTRICAS EM ZINCO CONTIDO)
1974	37800
1975	37400
1976	46500
1977	52500
1978	54000
1º Semestre - 1979	24000

Tabela (I - 2) - Produção de Zinco Metálico no Brasil (7)

ANO	PRODUÇÃO (TONELADAS MÉTRICAS)
1974	30500
1975	31400
1976	43200
1977	47000
1978	56100
1º Semestre - 1979	24000

Tabela (I - 3) - Consumo de Zinco Metálico no Brasil (7)

ANO	PRODUÇÃO (TONELADAS MÉTRICAS)
1974	93400
1975	82000
1976	97200
1977	105500
1978	123400
1º Semestre - 1979	60000

Tabela (I - 4) - Importação Brasileira de Zinco Metálico (7)

ANO	PRODUÇÃO (TONELODAS MÉTRICAS)
1974	47400
1975	23300
1976	51500
1977	58000
1978	67300

### 1.2 - Objetivo e Justificativa da Pesquisa

Como vimos no item anterior, o Brasil produz apenas 40% do zinco de que necessita para seu consumo. Este déficit significou para o país um gasto de mais de 41 milhões de dólares em 1977.

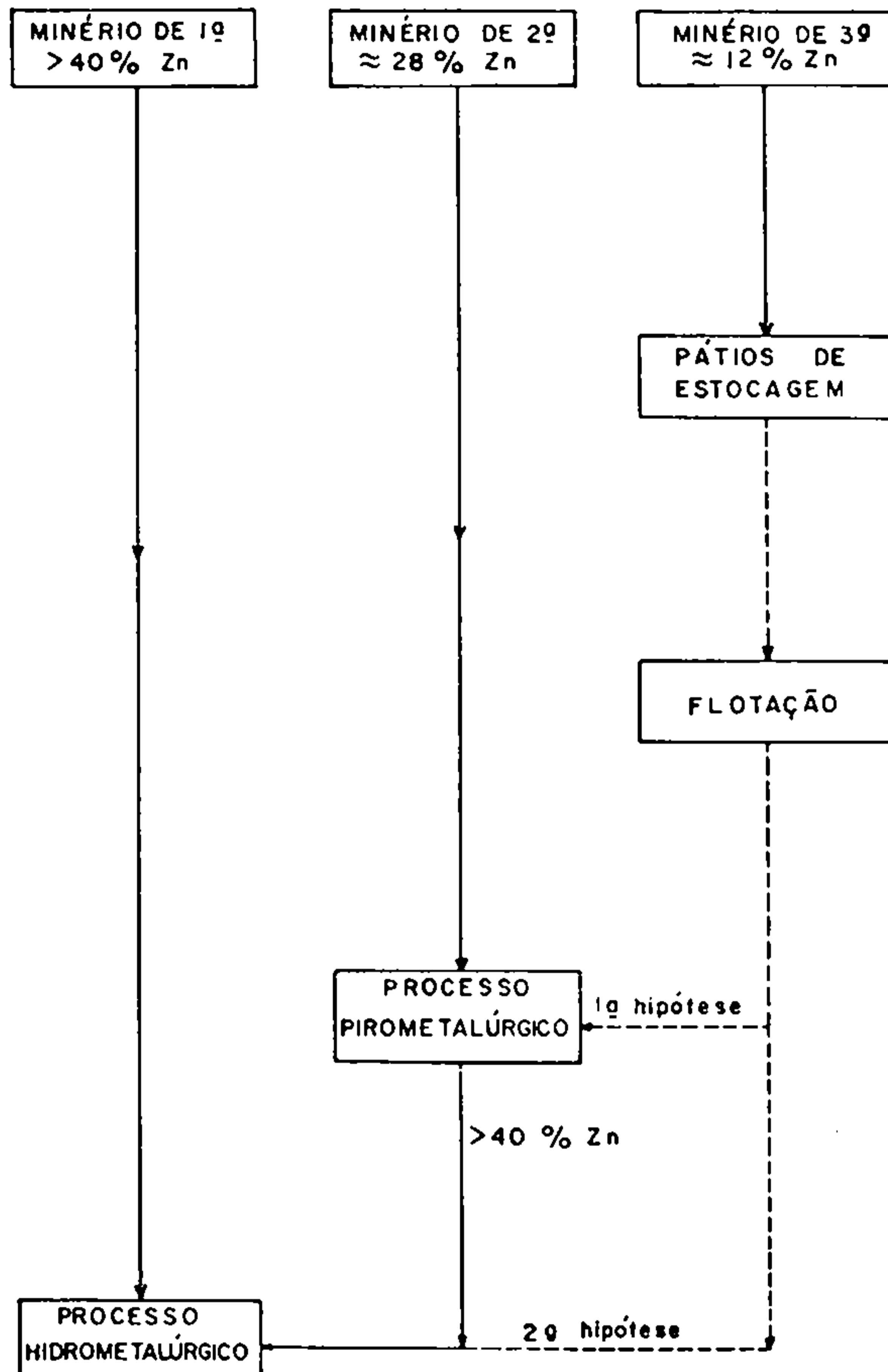
As reservas brasileiras, pelo que se conhece, são limitadas havendo pois, necessidade de um completo aproveitamento do potencial de suas minas.

Nos pátios de estocagem da Companhia Mineira de Metais, há, atualmente, 600 mil toneladas de um minério considerado de terceira categoria (teor de zinco variando entre 10 e 12%), que não encontra aproveitamento pela tecnologia em uso. Significativa fração da reserva total de Vazante é constituída desse tipo de minério, no momento considerado inútil.

Essa Companhia, há alguns anos atrás, instalou uma usina de flotação, onde tencionava concentrar o seu minério, aproveitando "Know-how" italiano. O processo, no entanto, não se compatibilizou com o tipo de minério brasileiro.

O presente trabalho teve por objetivo o deseenvolvimento de um processo de flotação que possibilitasse o aproveitamento do minério de baixo teor; levando-se em consideração a existência de uma usina de flotação já instalada em Vazante. Esse aproveitamento poderia se verificar pela obtenção de um concentrado com pelo menos 28% Zn, de modo a que pudesse ser utilizado no processo Waelz, recentemente instalado para enriquecer o minério de segunda categoria. No entanto, de forma mais pretenciosa, procurou-se chegar a um concentrado mínimo de 40% Zn, em condições de ser enviado diretamente à usina hidrometalúrgica. A figura (I - 5) mostra um esquema do que foi apresentado neste item.

Figura (I-5) - Destino atual do minério da C.M.M. e objetivo do trabalho



C A P Í T U L O   I IREVISÃO DA LITERATURA

Raros são os depósitos de minerais oxidados de zinco que apresentam importância comercial. A situação atual não é muito diferente daquela observada por PALLANCH<sup>(7)</sup>, em 1970, quando 90% da produção mundial de zinco eram provenientes de minas, onde os minerais de zinco estavam sob a forma de sulfeto. Devido a este fato, e levando-se ainda em consideração que a aplicação do processo de flotação à minerais oxidados de zinco só foi conseguida por volta de 1950, há poucos trabalhos publicados sobre o assunto.

BILLI<sup>(9)</sup>, após um histórico dos métodos de beneficiamento anteriormente adotados em Gorno (Itália), descreve um processo de flotação para recuperar os minerais oxidados de zinco, do rejeito do circuito da esfalerita. Um concentrado com 30,7% Zn e 76,4% de recuperação foi obtido. O processo consiste de uma deslamagem inicial, onde se utilizam ciclones e espessadores, seguida de uma etapa de aquecimento. É feito um condicionamento da polpa aquecida a 50°C, com sulfeto de sódio e silicato de sódio à um pH = 11. A flotação é realizada com amilxantato de potássio e sulfato de cobre, em polpa con

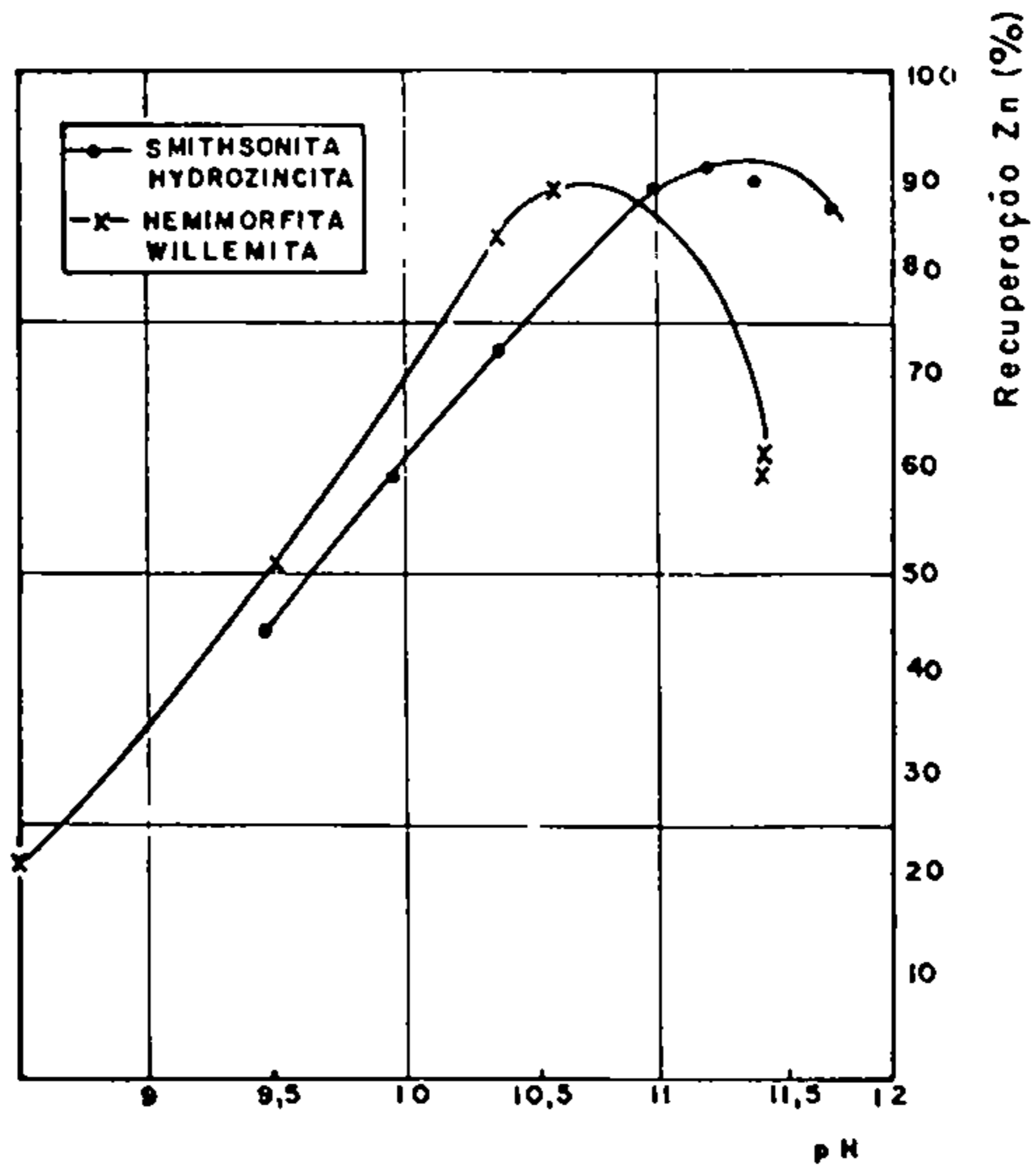


tendo 25% de sólidos. O autor chama a atenção para a importância do aquecimento da polpa, para a sulfetação, e para o cuidado na dosagem dos reagentes usados.

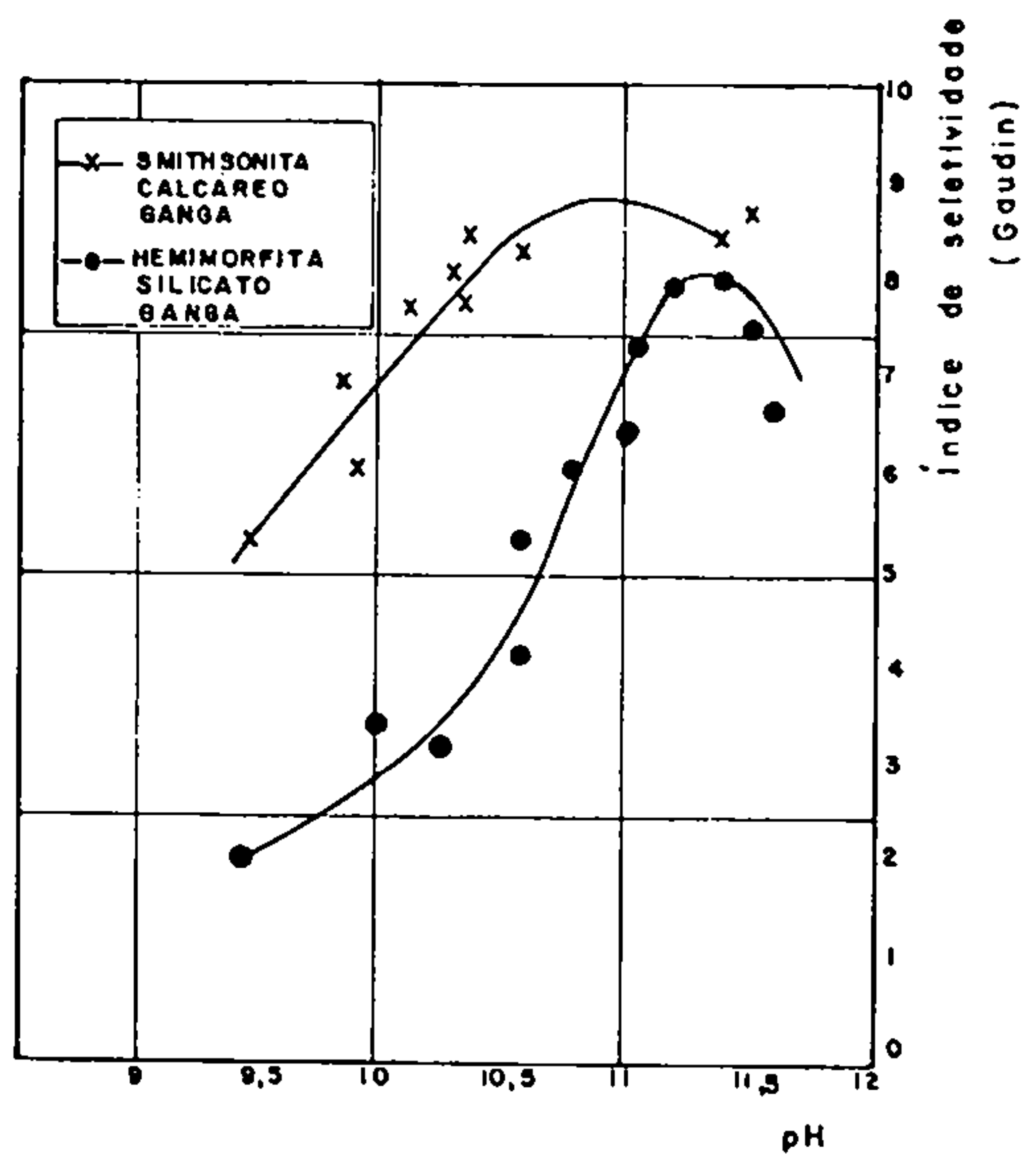
REY, SITIA, RAFFINOT e FORMANEK <sup>(10)</sup>, após seis anos de estudo em laboratório, estabeleceram um processo que foi testado com sucesso para minérios oxidados de zinco de diversas procedências (França, Itália, Espanha, Tunísia, Marroco, Congo e Sudoeste da África). Esse processo consiste basicamente, de três etapas: dispersão da lama, sulfetação e adição do coletor e do espumante. Segundo os autores, a dispersão pode ser feita com carbonato de sódio, silicato de sódio, polifosfatos e alguns colóides orgânicos. Estes reagentes atuam na lama, neutralizando a ação nociva de íons alcalino-terrosos. Para sulfetação, devem-se usar sulfetos alcalinos, não havendo necessidade de condicionamento. O pH ideal está entre 10,5 e 11,0 (figuras II.1 e II.2). A necessidade de pH elevado é explicada pelo fato de que um aumento na alcalinidade provoca uma maior quantidade de amina livre de seus sais. Mais de 50 diferentes reagentes catiônicos foram testados. Aminas secundárias e terciárias apresentaram resultados negativos. As aminas primárias foram as indicadas, e entre elas as alifáticas foram as que proporcionaram melhores resultados. Os autores explicam o mecanismo de ação do coletor, pela formação de um complexo com os íons de zinco na superfície mineral, semelhante aos complexos da amônia. É aconselhável o uso de espumante, que pode ser óleo de pinho, álcool ou Dowfroth (\*). Nessas

(\*) DOWFROTH é um polypropylene glycol methyl ether, produzido pela DOW CHEMICAL COMPANY.

Figura (II-1) - Relação entre pH e recuperação de minerais oxidados de zinco, segundo REY, SITIA, RAFFINOT e FORMANEK



Figura(II-2) - Relação entre pH e o índice de seletividade de Gaudin, segundo REY, SITIA, RAFFINOT e FORMANEK



condições, e após dois estágios de limpeza, o concentrado atinge 40 a 45% Zn, com uma recuperação variando de 50 a 90%, conforme o minério tratado. Um concentrado com 44,4% Zn e recuperação de 90,0%, foi obtido na usina de concentração para minério oxidado de zinco de Buggerru (Itália), partindo de uma alimentação constituída de carbonatos contendo 13,1% Zn. No tratamento do minério apenas parcialmente oxidado de Buggerru, foi obtido um concentrado de smithsonita com 44,4% Zn e uma recuperação de 45,3%. Em San Giovanni (Itália), onde o minério entra na usina com 10,0% Zn, o concentrado apresentou 40,9% Zn com recuperação de 69,5% do zinco contido.

BILLI e QUAI<sup>(11)</sup>, após alguns resultados favoráveis em laboratório, resolveram testar o método adotado por REY e RAFFINOT na usina industrial de Gorno (Itália). Industrialmente, o método testado apresentou baixa recuperação, concentrado com baixo teor e alto consumo de reagentes. Diante deste fato, os autores estudaram o tipo de coletor que seria mais adequado ao minério tratado. Concluíram que as aminas preparadas a partir de gordura animal, devido à excessiva espuma formada, não deveriam ser usadas. Os melhores resultados foram alcançados com as aminas de origem vegetal, obtidas de ácidos graxos. Várias aminas comerciais de origem vegetal foram então testadas. Excelentes resultados foram conseguidos com o Armac C (Armour)\* e o Kokoamin KK (Liljeholmens)\*. O processo finalmente adotado, consistiu numa combinação do método descrito

(\*) As aminas ARMAC C e KOKOAMIN KK, são aminas derivadas de ácido graxo obtido do óleo de côco.

por BILLI <sup>(9)</sup>, com o método de REY e RAFFINOT <sup>(10)</sup>. A recuperação alcançada com esse novo processo foi de 82,5% do zinco contido. Os autores chamaram a atenção para a vantagem de utilizar a amina emulsificada em óleo de pinho e querosene. Essa emulsão é menos sensível às lamas e às águas duras, o consumo de amina é conseqüentemente diminuído, e não se verifica a formação de uma espuma exagerada devido à presença do querosene. O método da flotação catiônica, foi testado para o minério da Sardenha, em estudo desenvolvido no Centro de Pesquisa de Masua (Itália). Os autores observaram que: as aminas de origem vegetal eram mais ativas e seletivas que as de origem animal. A atividade máxima do coletor ocorre a um pH 12 (figura II-3). O coletor deve ser usado numa emulsão constituída de óleo de pinho (4 partes em peso), petróleo (2 partes), água (73 partes) e amina (12 partes). O sulfeto de sódio foi o mais eficiente sulfetante da polpa (a figura II-4 mostra o teor e a recuperação alcançada em função da concentração do  $\text{Na}_2\text{S}$ ), e o silicato de sódio o melhor dispersante. Dentre os depressores de ganga testados, apenas o dicromato apresentou um resultado satisfatório. A faixa granulométrica, onde há maior recuperação de zinco contido, está compreendida entre 10 e 38 microns. Esses resultados foram, a seguir, testados industrialmente, confirmando-se, na prática, a maioria das observações feitas em laboratório. Este trabalho <sup>(11)</sup> foi apresentado no 6º Congresso Internacional de Preparação de Minerais (Cannes - 1963). Nos debates, o Profº M. Rey e Mr. V. Formanek (França), chamaram a atenção para a importância da composição da água, explicando que as águas duras aumentam a nocividade das lamas, implican

Figura (II-3) - Atividade da amina em função do pH, segundo BILLI e QUAI  
( 70 g/t de amina )

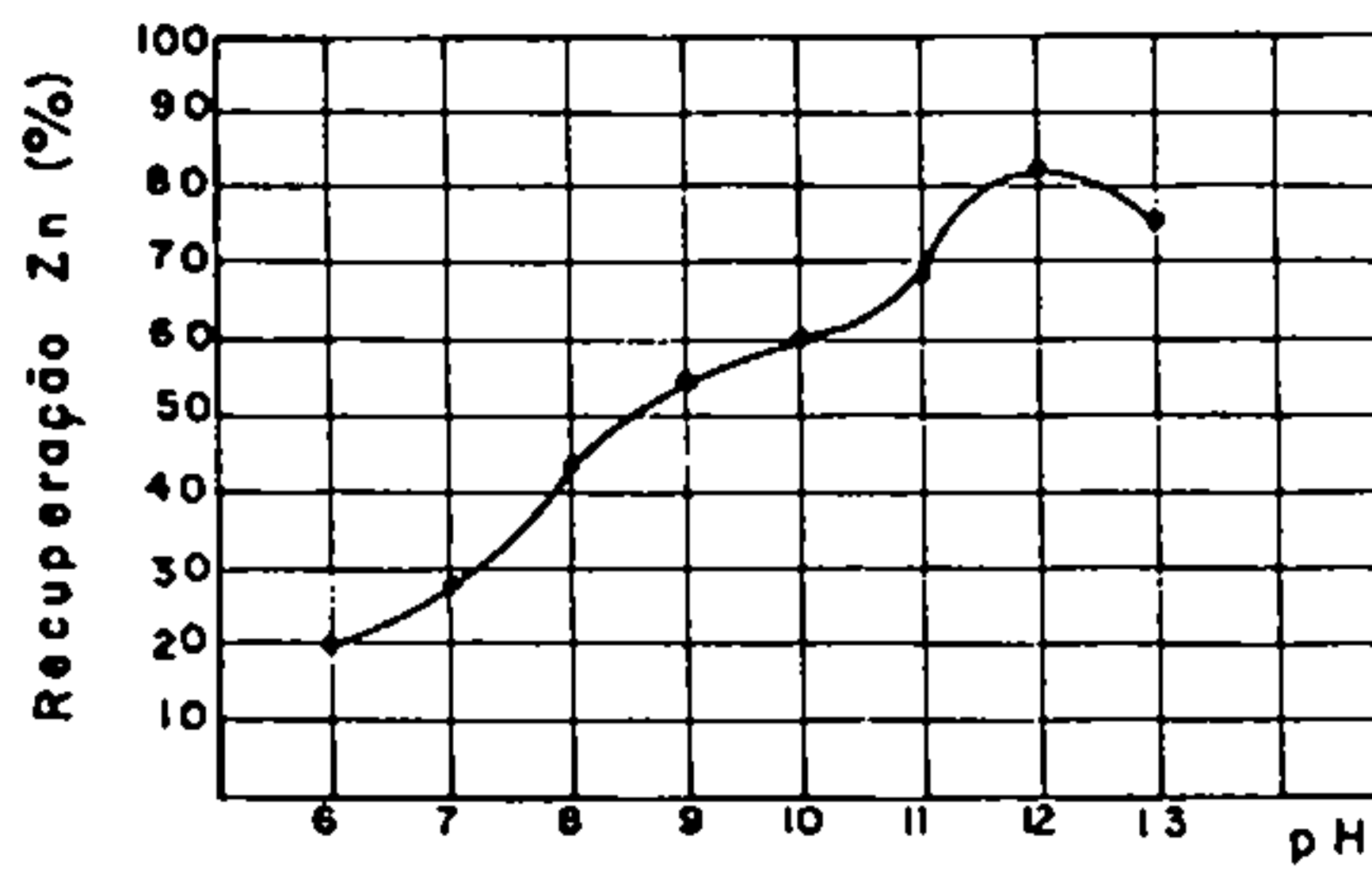
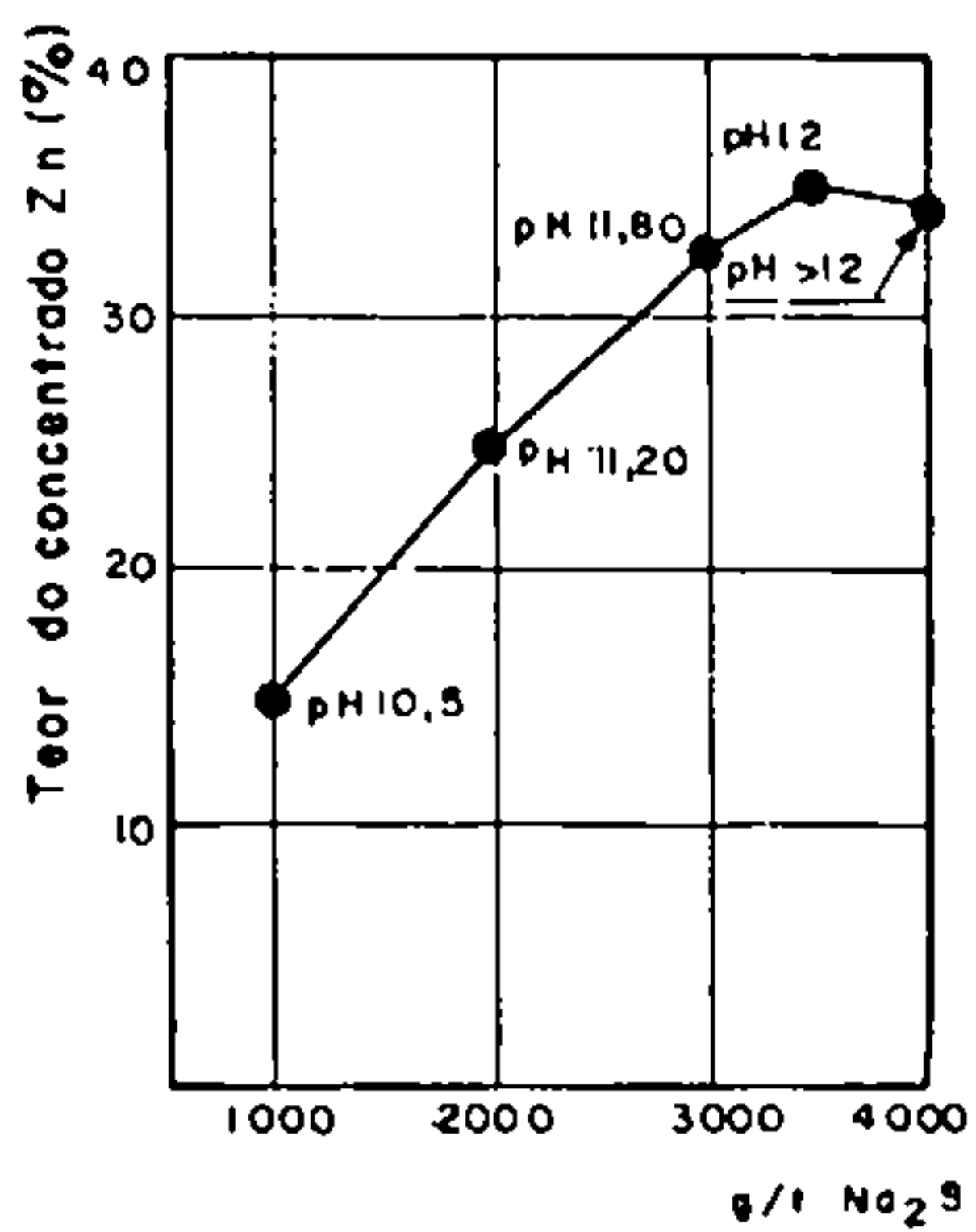
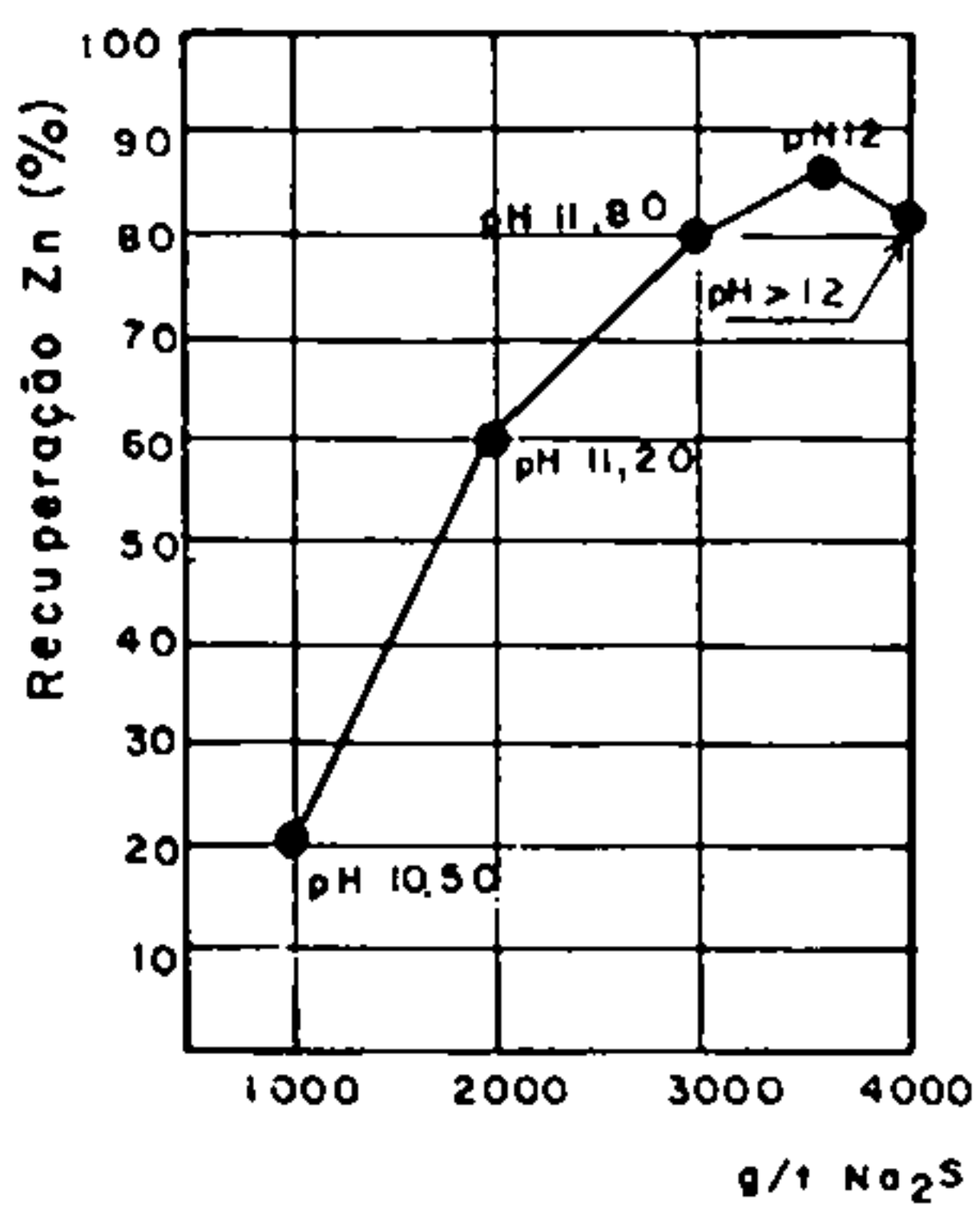


Figura (II-4) - Atividade e seletividade da amina, em função da concentração de sulfeto de sódio, segundo BILLI e QUAÍ (70 g/l de amina)



do, entre outras coisas, num maior consumo de amina. Em outra observação, consideram prejudicial o condicionamento do sulfeto de sódio. Respondendo a uma pergunta formulada por Mr. Zachikhine (URSS), os autores afirmaram que a concentração residual do sulfeto de sódio na polpa, após o condicionamento, é quase a mesma do início, não deixando de ocorrer, no entanto, uma degradação do reagente por hidrólise e oxidação, durante a flotação. O Prof. Gaidarjiev (Bulgária), observa que além de 3 a 5 minutos o condicionamento da smithsonita em sulfeto de sódio tem sempre um efeito desfavorável na flotação. A seguir, salienta a influência que a natureza da superfície e o caráter do agente alcalino exercem na adsorção do coletor. O Prof. Gaidarjiev comparou as adsorções verificadas em superfície fresca de smithsonita e alcalinidade devida à soda cáustica, em superfície sulfurada e presença de soda cáustica, e em superfície sulfurada e alcalinidade devida exclusivamente ao sulfeto de sódio. Neste último caso, a adsorção dos coletores catiônicos aumenta consideravelmente, tornando-se duas vezes maior que nos dois outros casos citados. Isto significa que o papel do sulfeto de sódio na flotação da smithsonita não se limita à sulfetação de superfície do mineral, sendo também importante para a formação de um meio favorável à flotação. Foi observado um paralelismo entre a adsorção máxima do coletor (pH 10,8 a 11,0), a hidrofobia e a flotabilidade ótima da smithsonita. Abordando o problema sob o aspecto do potencial eletrocínético, ele observou que para um pH = 10,8, por exemplo, obtido com NaOH ou com Na<sub>2</sub>S, há um potencial eletrocínético constante de -35mV. Comparando a adsorção do coletor sobre



a smithsonita nas mesmas condições. Vê-se que a adsorção é muito maior (aproximadamente 5 vezes) no caso em que a alcalinidade é devida ao sulfeto de sódio. Este fato, segundo o autor, mostra de uma maneira incontestável que a adsorção é devida não somente à carga absoluta da superfície do mineral, mas também à presença de sulfeto de sódio na polpa. O estudo radiométrico na influência do pH sobre a adsorção do sulfeto de sódio mostrou que a adsorção do sulfetante sobre a superfície da smithsonita diminui com o aumento do pH. Para um pH = 11, esta adsorção é mínima, o que significa dizer que a hidrofobia ótima não exige uma sulfetação máxima.

CAPRONI, CUCCU, GHIANNI e TRUDU<sup>(12)</sup>, estudando em laboratório o minério da usina de Campo Pisano (Itália) contendo smithsonita e hemimorfita associadas a óxidos de ferro, observaram que uma amina primária, não ramificada, com 18 átomos de carbono, seria o coletor ideal para esse tipo de minério, e que a flotação separada para várias faixas granulométricas, proporcionaria um melhor resultado. Para o minério tratado na Usina de San Giovanni (Itália), testaram-se aminas originadas de côco, sendo os resultados claramente negativos, principalmente com relação à recuperação do metal. Nesta usina, o sulfeto de bário foi substituído pelo de sódio - Os íons Ba livres na polpa exercem um efeito prejudicial na flotação (BILLI e QUAI<sup>(11)</sup>). A adição de pequena quantidade de carbonato de sódio nos estágios de limpeza, melhora consideravelmente o teor do concentrado final. De fundamental importância é a qualidade da água utilizada. Íons como  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$  e  $\text{SO}_4^{2-}$

são prejudiciais à flotação. Os melhores resultados foram obtidos com água desionizada.

CICCU, CURRELI e GHIANI<sup>(13)</sup>, experimentaram um coletor, cuja molécula era formada por uma associação de um acetato e um xantato de sódio numa proporção de 10 para 2, para tratar um minério misto contendo 50% de oxidados e 50% de sulfetos. A concentração do agente sulfetante na polpa foi fator fundamental para o sucesso do processo. Uma deslamagem preliminar aumentou a recuperação obtida.

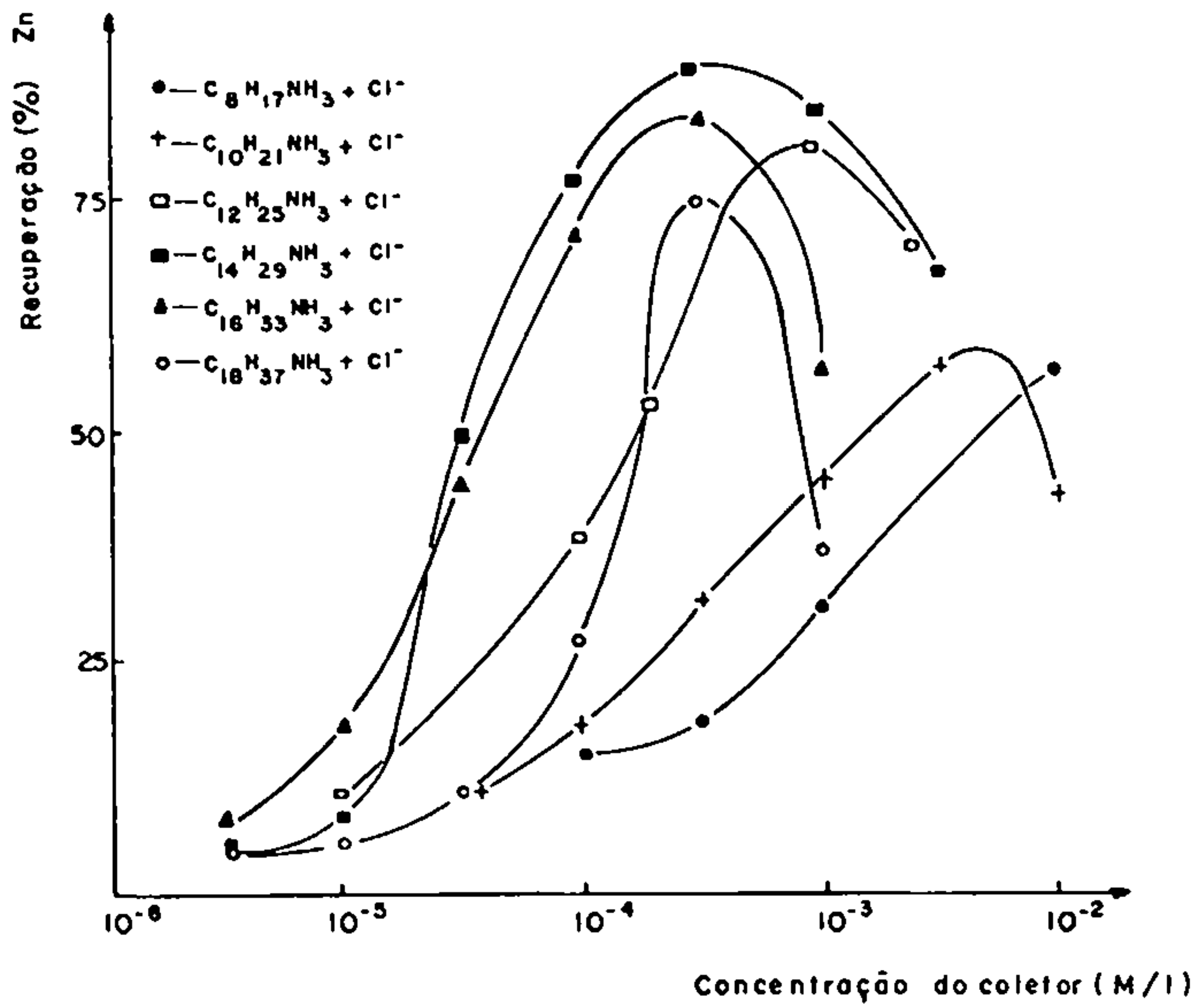
Segundo REY<sup>(14)</sup>, o uso dos reagentes numa proporção adequada é mais importante que a quantidade absoluta adicionada. Um excesso do agente sulfetante tem efeito depressor, exigindo um maior consumo da amina. O autor acredita que o papel do sulfeto seja o de bloquear os íons de zinco na superfície do mineral, onde a amina livre ( $\text{RNH}_2$ ) forma com estes íons de zinco um complexo de coordenação análoga aos complexos amoniacais. É salientada a importância da não utilização de águas duras. Os cátions presentes neste tipo de água, acentuam o efeito nocivo das argilas. As lamas são bastante prejudiciais; a simples deslamagem, na maioria das vezes, não é suficiente, já que, com o atrito dos minerais friáveis nas células, há uma produção contínua de finos. É aconselhável o uso de dispersante para neutralizar a ação da lama, a modificação das aminas através de emulsões, que se tornem menos sensíveis às lamas, ou o uso de um anti-espumante que modifique a natureza da interface ar - água. É lembrado o problema das células. Uma rotação baixa retarda a flotação, enquanto que uma forte

turbulência provoca resultados negativos.

CASES, TRABELSI, PREDALI e BRION<sup>(15)</sup>, estudaram a flotação da smithsonita inicialmente, utilizando como coletor o ácido oleico e seus sais, e posteriormente, um cloreto de alquil-amina. No primeiro caso, os autores observaram que a deslamagem não é necessária, e que um excesso de silicato de sódio (usado como depressor da ganga) deprime também a smithsonita. Uma recuperação de 84,5% foi alcançada. Na flotação com cloreto de alquil-amina, os resultados foram decepcionantes, Isto levou os autores a um estudo do mecanismo da adsorção do coletor sobre a smithsonita. Foi observado que: o pH e a concentração do cloreto de amina exercem efeito considerável na recuperação da smithsonita. A recuperação é também dependente do número de grupamento  $\text{CH}_2$  da cadeia alquil (figura II-5). A sulfetação da superfície da smithsonita é processada pela fixação do enxofre sobre átomos de zinco. A adsorção do coletor deve-se às ligações eletrostáticas, podendo, no entanto, haver também ligações de outras naturezas.

COELHO e PERES<sup>(16)</sup>, estudaram o minério de zinco de Vazante através de uma amostra proveniente da MASA. Segundo os autores, devido à grande variação na sua composição e à qualidade de sua ganga (carbonática e ferruginosa), esse minério pode ser considerado de difícil concentração por flotação. Os autores sugerem uma separação magnética inicial para a retirada da hematita, e o emprego de mesa vibratória para produzir um concentrado de smithsonita, e uniformizar a alimentação da flotação. Nestas condições e com o minério moído a 65 e

Figura(II- 5) - Recuperação da smithsonita, em função da concentração de cloreto de alquil-amina, e do comprimento da cadeia alquil, segundo CASES, TRABELS, PREDALI e BRION



deslamado a 150 malhas, foi obtido um concentrado na flotação com 31,9% de Zn, e uma recuperação global (mesagem e flotação) de cerca de 65% do zinco contido na amostra inicial.

CAMPOS. MENDES, RAMOS e FONSECA <sup>(17)</sup>, também estudaram esse minério, propondo separação magnética e calcinação. O concentrado seria, a seguir, tratado por processo pirometalúrgico.

C A P Í T U L O    I I IFUNDAMENTOS TEÓRICOS

## III.1 - Flotação Catiônica

Os reagentes empregados como coletores catiônicos, são constituídos por moléculas que se dissolvem em solução aquosa, liberando um íon de longa cadeia orgânica carregado positivamente.

Todas as usinas de beneficiamento de minério que adotam o processo de flotação catiônica, utilizam aminas como agente coletor.

As aminas são formadas a partir da amônia <sup>(18)</sup>, pela substituição de um, dois ou três de seus átomos de hidrogênio, por radicais hidrocarbônicos (aminas primárias, secundárias e terciárias, respectivamente).

Em flotação, utilizam-se aminas derivadas de substâncias graxas de diferentes comprimentos de cadeia hidrocarbônica. As mais comuns são as originadas de "tallow", ôleo de côco ou soja. A primeira é uma mistura de cadeias aminas C<sub>18</sub> saturadas e insaturadas, contendo ainda alguma amina C<sub>16</sub> saturada. A derivada de ácido graxo do óleo de côco, é uma

mistura de amina  $C_{12}$  com pequena quantidade de  $C_8$ . Da soja, obtem-se uma amina semelhante àquela obtida do "tallow", porém com uma maior proporção de amina  $C_{18}$  insaturada, o que a torna comparativamente mais solúvel (19).

A solubilidade de uma amina está relacionada ao comprimento de sua cadeia hidrocarbônica, sendo mais solúveis as que possuem cadeia curta (19, 20, 21, 22).

De modo geral, as aminas apresentam uma limitada solubilidade na água. Devido a este fato, frequentemente são utilizadas em flotação, sob a forma de sais solúveis. O ácido acético é o mais usado para neutralizar a base orgânica formada pela amina. Em meio aquoso, o acetato de amina é ionizado:



A flotação de minerais oxidados por coletor catiônico, ocorre por adsorção física (23). Este tipo de adsorção caracteriza-se por uma fraca energia de ligação da molécula adsorvida (3 a 4 Kcal/mol), por uma completa reversibilidade do processo, e uma não seletividade da superfície adsorvente (24, 25).

Na adsorção física, o íon adsorvido e a rede cristalina do material adsorvente formam dois sistemas independentes. Neste tipo de adsorção, como a ligação é instável, uma simples redução da concentração do coletor na polpa de flotação, desloca o equilíbrio do processo, provocando o fenômeno da desadsorção, ou seja, os íons do coletor deixam a superfície.

perfície mineral, e voltam à solução, tirando a condição de flotabilidade do mineral.

Neste tipo de adsorção, os íons coletores ficam mais uniformemente distribuídos na superfície adsorvente que no caso de uma adsorção química.

A adsorção física se processa de modo rápido, não havendo assim, necessidade de um condicionamento prolongado com a polpa para flotação.

Há uma relação entre a massa e a facilidade com que um íon é adsorvido. Quanto mais pesado for o íon, mais fortemente será adsorvido. Isto se deve à força de Van der Waals que também exerce influência nesta atração (25).

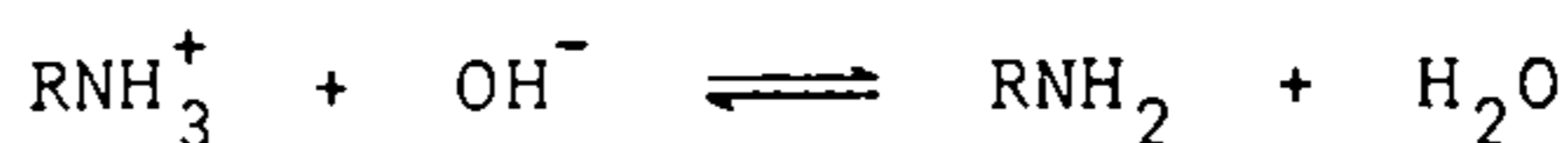
Na flotação de minerais oxidados, na maioria dos casos, os fenômenos de adsorção dos íons coletores na interfase mineral-água, são controlados pela camada elétrica dupla. A adsorção sendo física, os íons se adsorvem na camada externa, não havendo a formação de compostos na superfície. A quantidade de íons adsorvidos depende da carga elétrica superficial da partícula mineral. Esta adsorção não é seletiva. Havendo mais de uma espécie iônica com a carga do mesmo sinal, a proporção de cada espécie iônica na adsorção total será função direta de suas concentrações na solução. Isto põe em evidência a importância do pH como determinante da carga superficial do mineral oxidado, e o efeito prejudicial de cátions inorgânicos dissolvidos na polpa, reduzindo a adsorção do coletor. Este fato explica o fenômeno da desadsorção verificado quando ocorre uma redução da concentração de coletor na polpa. Por outro lado



do, os íons multi-valentes adsorvem nos sítios de carga positiva da superfície, promovendo a adsorção de coletores catiónicos.

Segundo FUERSTENAU e APLAN <sup>(26)</sup>, quando em concentrações baixas, o coletor é adsorvido pela sua parte polar na superfície mineral, deixando sua cadeia hidrocarbônica orientada de modo aleatório na fase líquida. Com um aumento da concentração do coletor, a adsorção passa a se desenvolver de forma compacta, de modo que a parte polar de sua molécula fica orientada verticalmente (adsorção hemi-micelar). Continuando o aumento da concentração do coletor até exceder a formação de uma primeira camada, é iniciada uma formação bimolecular, na qual as moléculas do coletor dirigem sua parte polar para o lado da fase líquida, dando à superfície mineral um caráter hidrofílico.

REY e colaboradores <sup>(10)</sup> observaram um efeito benéfico na flotação de minerais oxidados de zinco, com a elevação do pH. O aumento da alcalinidade do meio provoca uma maior liberação de íons de amina a partir de seu sal.



Isto sugere que a amina livre é que atua como coletor. Esta hipótese é aceita por SUTHERLAND e WARK <sup>(25)</sup>. Todos os minerais de zinco são coletados por aminas, enquanto a amônia e seus sais atuam como depressores. Este fato levou REY <sup>(14)</sup> a propor seu mecanismo, baseado na reação da amina livre com os íons de zinco na superfície mineral, dando origem a

um complexo de coordenação análogo aos complexos amoniacaais.

### III.2 - Sulfetação

Na flotação de minerais oxidados de zinco, com coletores catiônicos, uma etapa de condicionamento prévio com um sulfeto alcalino, é indispensável para que se consiga um bom resultado, em termos de recuperação de zinco e seletividade.

O sulfeto de sódio tem sido amplamente utilizado neste tipo de flotação, onde desempenha uma dupla função; formar na superfície mineral uma película de sulfeto de zinco, e proporcionar uma alcalinidade no meio que favoreça o processo<sup>(27)</sup>.

CASES e colaboradores<sup>(15)</sup> encontraram evidências de que na sulfetação da superfície, a fixação dos íons sulfeto ocorre sobre os átomos de zinco. REY<sup>(14)</sup> acredita que o enxofre, até um certo ponto, tem o papel de bloquear os íons de zinco na superfície mineral. Pode-se dizer, em outras palavras, que a presença de íons sulfeto e hidrosulfeto na superfície do mineral oxidado, implicaria num aumento da sua carga superficial negativa, favorecendo, pois, o processo da flotação catiônica.

A sulfetação é tanto mais fácil, quanto maior for a afinidade do íon metálico do mineral pelo enxofre, e menor a solubilidade dos sulfetos formados.

Os metais formam, segundo SCHÜRMAN<sup>(28)</sup>, a seguinte série, por ordem decrescente de afinidade pelo enxofre, e crescente de facilidade de oxidação e de solubilidade de seus sulfetos. Hg, Ag, Cu, Bi, Cd, Pb, Zn, Ni, Co, Fe, Mn, Ca e Na.

Deve-se observar que a facilidade de sulfetação não indica uma maior flotabilidade do sulfeto resultante (29).

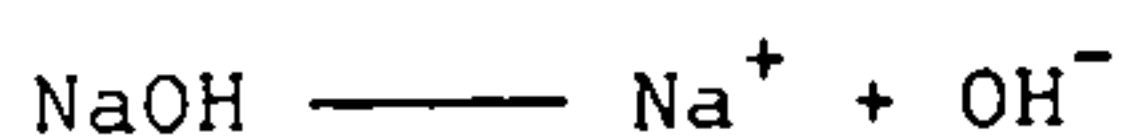
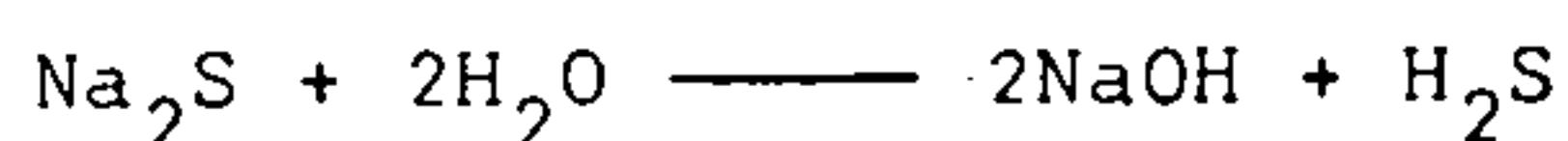
No caso da flotação de carbonatos de cobre ou chumbo, um excesso de sulfeto na polpa, exerce um efeito de pressor, havendo, pois, necessidade de um determinado tempo de condicionamento, já que a flotação só é iniciada quando o excesso for consumido pelo minério. Isto não acontece na flotação catiônica dos minerais oxidados de zinco, pelo fato do sulfeto de zinco ser muito mais solúvel que os sulfetos de chumbo e de cobre. Ao contrário do que ocorre com o cobre e o chumbo, o sulfeto de zinco formado é mais solúvel que o mineral oxidado. As constantes de equilíbrio calculadas a partir das energias livres de formação do PbS e ZnS, são respectivamente:  $8,4 \times 10^{-29}$  e  $8,8 \times 10^{-26}$  (15).

A película de sulfeto formada na superfície do mineral tem grande facilidade de oxidar-se. Antes, porém, ocorre a oxidação dos íons  $S^{2-}$  e  $HS^-$  da polpa. Este fato torna a formação de uma nova película de sulfeto impossível, e a flotação é paralisada.

GLEMBOTSKII (22) observou para os carbonatos de chumbo e cobre, que a formação da película de sulfeto é

acompanhada pela produção de colóides de sulfetos destes metais. Quando há um aumento na alcalinidade do meio, a formação destes colóides torna-se mais rápida e a película é enfraquecida. Durante o processo de agitação, essa película é arrancada mecanicamente da superfície mineral.

A outra função do agente sulfetante - de proporcionar uma alcalinidade ao meio, propícia à flotação dos minerais de zinco - tem início na sua pronta dissolução e hidrólise em água. Sendo um sal de basicidade forte, e acidez fraca, o sulfeto de sódio se hidrolisa, segundo as reações<sup>(22)</sup>:



Como as constantes de dissociação do  $\text{SH}^-$  e do  $\text{H}_2\text{S}$  são extremamente baixas, e o  $\text{NaOH}$  é totalmente dissociado, as soluções aquosas de sulfeto de sódio sempre proporcionam uma reação alcalina. O uso do sulfeto de sódio como regulador, proporciona a introdução de íons  $\text{OH}^-$ ,  $\text{SH}^-$  e  $\text{S}^{2-}$  na polpa. Estes íons são de grande importância na flotação dos oxidados de zinco, onde atuam nas superfícies dos minerais<sup>(22)</sup>.

GAIDARJIEV<sup>(27)</sup>, comparando a adsorção da tridecilamina sobre a smithsonita, observou que ela é cinco vezes mais intensa, quando a alcalinidade do meio é devida ao sulfeto de sódio.

## III.3 - Efeito de "Lama"

Considera-se como "lama" o material fino natural, ou que se forma pela fragmentação dos minerais, nas operações de cominuição, e na célula de flotação pela agitação da polpa. Este material tem, em geral, composição mineralógica indefinida; podendo ser originado tanto do mineral precioso, quanto dos minerais de ganga.

Os efeitos destas partículas extremamente finas na flotação, são variados e profundamente prejudiciais. Podendo-se citar como exemplos:

- maior consumo de reagentes
- cobertura da superfície mineral que se deseja flotar
- redução na velocidade da flotação
- contaminação do concentrado
- bloqueio da superfície das espumas

As partículas constituintes da lama possuem uma superfície específica bastante elevada. Além disso, esta superfície é extremamente ativa na flotação. Devido a esses fatos, os coletores catiônicos atuam inicialmente na lama, o que implica numa sensível queda da sua concentração na polpa, tornando-se necessária uma maior dosagem do reagente para que a flotação das partículas grosseiras possa ocorrer.

Talvez o efeito mais nocivo das lamas, seja o de recobrir a superfície do mineral que se deseja flotar.

Como a seletividade de um processo de flotação se baseia, fundamentalmente, nas diferenças de propriedades físico-químicas de superfície entre os minerais; o recobrimento destas superfícies mascaram estas diferenças, impossibilitando uma adsorção seletiva dos reagentes.

Segundo GLEMBOTSKII<sup>(22)</sup>, a formação deste capeamento superficial impede a adesão da partícula grosseira às bolhas de ar, seja pela ligação extremamente instável que se verifica entre a lama e a bolha, ou (dependendo da constituição da lama) pelo caráter hidrofílico da capa formada.

Para explicar a formação desse capeamento, existe a hipótese de DEL GIUDICE, da reação química e a hipótese de atração eletrostática de INCE e SUN<sup>(24,25)</sup>. A primeira hipótese, também defendida por DORENFELD<sup>(30)</sup>, sugere uma troca iônica entre a partícula grosseira e a lama, dando origem a uma ligação através de um íon comum. Esta hipótese é ilustrada por uma experiência de DEL GIUDICE, descrita por SUTHERLAND e WARK<sup>(25)</sup>, na qual uma polpa constituída de galena e finos de calcita, após uma agitação de alguns minutos, foi lavada em água destilada, secada e examinada microscopicamente, apresentando um recobrimento dos finos de calcita na superfície parcialmente oxidada da galena.

SUN argumenta que a energia de ligação entre a superfície da partícula maior e a lama não é suficientemente intensa para que possa ser considerada de origem química; e lança a hipótese da atração eletrostática, segundo a qual a formação do capeamento de lama é controlado pelo sinal

e intensidade de carga iônica das partes envolvidas.

FUERSTENAU, GAUDIN e MIAW <sup>(31)</sup> relacionaram a densidade do capeamento, com a recuperação da flotação e com propriedades da camada elétrica dupla na superfície mineral. Segundo eles, o capeamento é mais intenso quando a lama é neutra, ou possui carga elétrica oposta à da superfície do mineral flotado. A figura (III - 1) mostra que com o aumento da lama, a flotação só ocorre em pH, no qual tanto a lama quanto o mineral se tornam negativamente carregados.

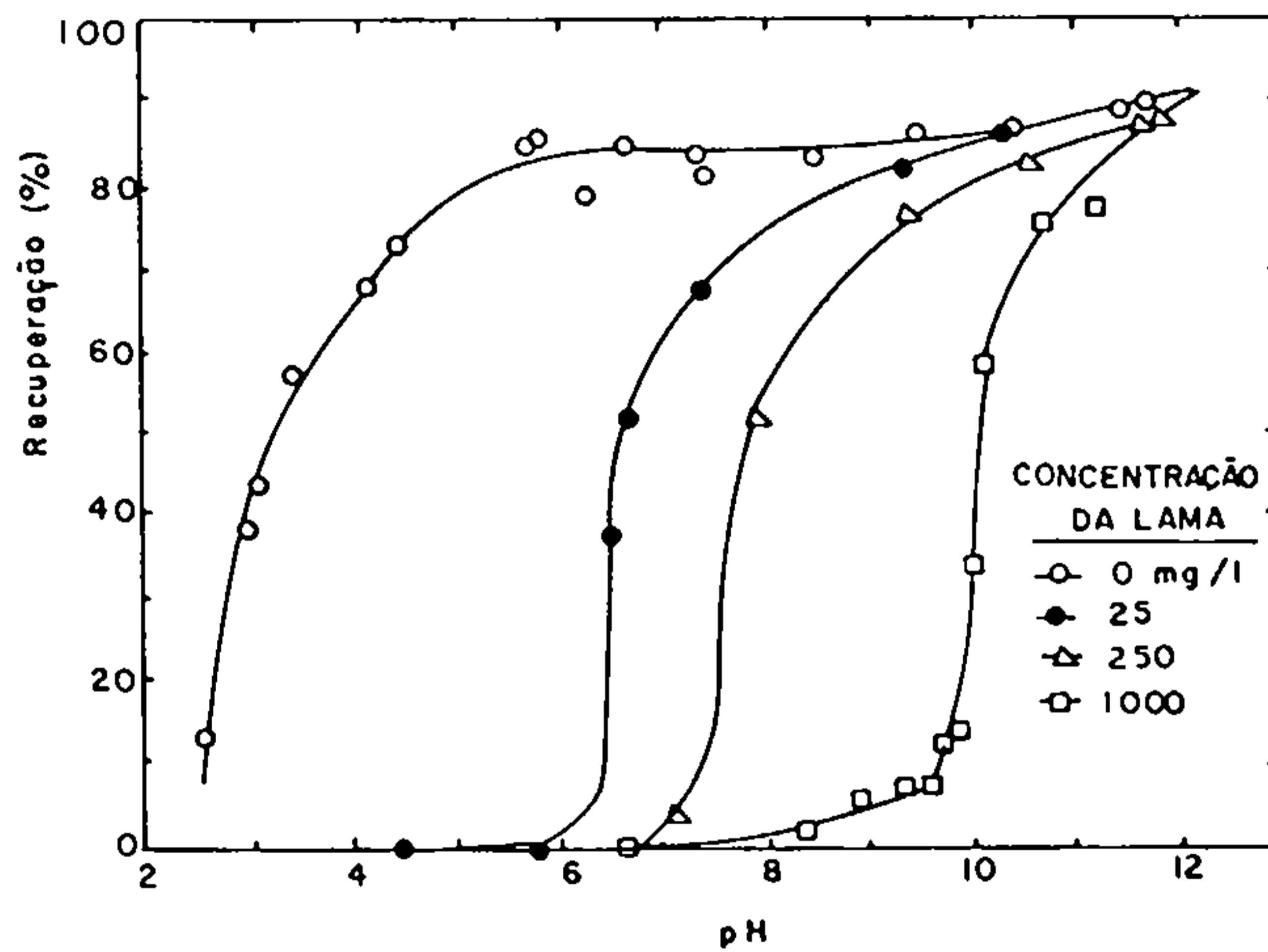
Segundo GLEMBOTSKII <sup>(22)</sup>, as partículas constituintes da lama, devido ao seu pequeno volume, necessitam de uma enorme quantidade de bolhas para flotarem. As células atualmente em uso, não têm condições de proporcionarem a aeração requerida.

A contaminação do concentrado pode ocorrer de duas maneiras. A lama, em alguns casos, pode favorecer a atuação do coletor nas partículas grosseiras da ganga. As partículas de ganga da lama, tendo uma massa bastante pequena, demoram a sedimentarem, e são facilmente arrastadas mecanicamente pelas bolhas de ar juntamente com o concentrado.

As partículas finas da lama podem aderir às bolhas de ar, tornando-as tão rígidas, que fica difícil a adesão das partículas de tamanho normal.

Em seus estudos de flotação com minerais oxidados de zinco, REY <sup>(14)</sup> observou a formação de uma espuma rígida e volumosa na flotação com amina e óleo de pinho, em presença de lama.

Figura (III-1) - Efeito do pH e da quantidade de lama de óxido de ferro, na recuperação de quartzo com acetato de dodecila. monio (segundo FUERSTENAU e colaboradores(31))





A formação de capeamento de lama na superfície do mineral que se deseja flotar, pode ser combatida pela utilização de agentes dispersantes (item III - 4). Segundo MELOY <sup>(32)</sup>, este problema pode ser suavizado através de uma forte agitação na célula, capaz de enfraquecer as ligações do capeamento.

Uma polpa quanto mais diluída, menos possibilidade oferece para o arraste mecânico dos finos da ganga.

A adição fracionada do coletor, segundo GLEMBOTSKII <sup>(22)</sup>, proporciona um melhor aproveitamento para o reagente, diminuindo a quantidade inutilmente adsorvida nas partículas da lama.

A eliminação da lama do circuito de flotação, apesar do inconveniente da perda do mineral valioso contido nas frações finas, é o método mais eficaz de combate aos efeitos nocivos destes finos, especialmente na flotação com coletor catiônico.

BILLI <sup>(9)</sup>, utilizou uma deslamagem inicial para recuperar os minerais oxidados de zinco, do rejeito do circuito para esfarelita.

REY, SITIA, RAFFINOT e FORMANEK <sup>(10)</sup> estabeleceram um processo para flotação de oxidados de zinco, cuja primeira etapa consta de uma dispersão da lama.

BILLI e QUAI <sup>(11)</sup> utilizaram uma amina emulsificada para se tornar menos sensível à lama.

CAPRONI, CICCUCO, GHIANNI e TRUDU<sup>(12)</sup> adotaram um processo em que a flotação é feita separadamente para cada faixa granulométrica, em minério constituído por hemimorfita, smithsonita e óxidos de ferro.

CICCUCO, CURRELI e GHIANNI<sup>(13)</sup> aumentaram a recuperação do zinco de um minério formado por 50% de oxidados, através de uma deslamagem prévia.

COELHO e PERES<sup>(16)</sup>, estudando a flotação do minério de Vazante, realizaram uma deslamagem a 150 malhas.

REY<sup>(14)</sup> considera de importância primordial o problema da presença de finos em flotação com aminas. Após numerosos estudos, o autor mostra os caminhos para o combate aos efeitos nocivos da lama:

- neutralização da lama
- modificação da amina
- modificação na espuma

A neutralização da lama pode ser feita com a adição de colóides minerais e orgânicos (item III - 4).

A amina pode ser modificada, de modo a se tornar menos sensível aos efeitos da lama. Isto acontece quando se utiliza uma base de amina com um agente emulsificante, uma amidoamina (onde a presença do oxigênio reduz o poder de fixação das argilas) ou uma mistura amina-xantato.

Pode-se ainda, agir sobre a espuma, modificando a natureza da interfase água-ar, pela adição de reagentes com pouca ou nenhuma solubilidade, como por exemplo, os

hidrocarburetos. A natureza exata do fenômeno, segundo o autor, não é clara mas o resultado é certo.

### III.4 - Atuação dos Aníons Inorgânicos na Flotação

Os aníons inorgânicos adicionados numa polpa de flotação desempenham duas funções básicas. Podem atuar como agente dispersante das partículas muito finas, prejudiciais à flotação, ou na superfície dos minerais presentes na polpa, tornando-a mais susceptível à adsorção do coletor, no caso da flotação catiônica, ou menos susceptível quando o coletor é aniônico (33, 34).

MODI e FUERSTENAU (35), mostraram que a um pH = 6, o corindon ( $Al_2O_3$ ) não é flotável com um sal de dodecilamônio, já que nestas condições ambos possuem carga positiva. Após a adição de uma quantidade suficiente de sulfato de sódio, os íons  $SO_4^{2-}$  fortemente adsorvidos na superfície do corindon, deslocam seu ponto de carga zero para um pH mais ácido. A partir daí, é possível a flotação do corindon com aquele coletor catiônico em pH = 6.

KOMLEV e colaboradores (36) estudaram o efeito depressor dos polifosfatos na flotação de carbonatos com coletor aniônico. Eles observaram uma adsorção seletiva do polifosfato na superfície da dolomita, em relação à magnesita.

SALEEB e HANNA (37) atribuem a redução na flotabilidade da calcita, com sulfonato de dodecilbenzeno e adição de fosfato, à competição dos íons sulfonato e fosfato pe

los locais positivamente carregados da superfície da calcita.

SUTHERLAND e WARK <sup>(25)</sup> lembram a importância do controle da concentração do ativador na polpa. Uma concentração elevada pode provocar o fenômeno da pseudo-depressão ou seja, estes íons precipitam os íons do coletor, reduzindo sua concentração na polpa a um nível em que não é mais possível a flotação.

BILLI e QUAI <sup>(9)</sup> escolheram o silicato de sódio como agente dispersor na flotação dos oxidados de zinco da Sardenha (Itália). É salientada a importância da utilização do reagente em dosagem correta.

REY, SITIA, RAFFINOT e FORMANTEK <sup>(10)</sup> consideram importante uma etapa de dispersão na flotação de minerais oxidados de zinco. O carbonato de sódio, o silicato de sódio ou os polifosfatos podem ser utilizados com esta finalidade. Estes reagentes atuam na lama, neutralizando a ação nociva de íons alcalino-terrosos.

REY <sup>(14)</sup> sugere o uso de um reagente para neutralizar a ação das lamas. Segundo ele, os polifosfatos são de grande utilidade para a depressão da lama ferruginosa. Estes dispersantes agem sequestrando os íons alcalinoterrosos da polpa.

### III.5 - Efeito da Qualidade da Água

A composição química da água é um fator importante para o resultado de uma flotação. A utilização de uma

água dura pode provocar uma queda na seletividade do processo e um maior consumo de reagentes.

A água natural, geralmente, contém uma certa quantidade de íons cloreto, sulfato, carbonato, sódio, potássio, cálcio, magnésio e hidrogênio, juntamente com moléculas de gases como oxigênio e dióxido de carbono <sup>(22)</sup>. A constante circulação da polpa na célula de flotação provoca a solubilização, em diferentes níveis, dos minerais presentes, dando origem a que diferentes íons e compostos passem à fase aquosa. Segundo TAGGART <sup>(38)</sup>, durante uma moagem, por exemplo, uma água fresca pode facilmente adquirir 200 ppm de sais dissolvidos dos minerais. Estes íons podem agir na superfície dos minerais alterando as condições de flotabilidade ou reagir quimicamente com o coletor e modificadores utilizados. Os efeitos que resultam são variados e poderosos, já tendo merecido a atenção de vários pesquisadores <sup>(12,14,21,22,25,34,38,39,47)</sup>.

SUN e colaboradores <sup>(39)</sup> consideram a composição da água, um fator crítico para a flotação de fosfato com ácido graxo. Eles observaram que a concentração total de cátions na polpa não pode ser maior que 17 ppm.

GLEMBOTSKII <sup>(22)</sup> estudou a ativação do quartzo por cátions, e concluiu que a superfície de quartzo puro reage quimicamente com íons de cobre, e de ferro, dissolvidos na fase aquosa. Estes íons adsorvidos servem como elo de ligação entre o mineral e o coletor.

REY <sup>(14)</sup>, em seus estudos com minerais oxidados de zinco, observou o caráter nocivo da presença de cá

tions na água. Segundo o autor, os cátions acentuam a atividade prejudicial da lama. Em água dura, as dificuldades na flotação crescem enormemente e uma melhora nos resultados só é alcançada com uma das alternativas: adição de carboxil-metil-celulose, adição de uma emulsão de gás-óleo ou óleo combustível, emprego de uma amidoamina, em vez de uma amina ou adição de uma xantato de cadeia longa.

CAPRONI, CICCUCI, GHIANI e TURDU<sup>(12)</sup> salientam as dificuldades na flotação dos oxidados de zinco da Sardenha, causadas pela dureza da água na usina de San Giovanni. Resultados satisfatórios só foram conseguidos com água desionizada.

### III.6 - Condições de Operação da Célula de Flotação

O controle operacional da célula é um fator importante que, no entanto, as vezes é relegado a plano secundário.

Dentre os tipos de célula fabricados, as máquinas com agitação mecânica são as mais usadas nas usinas de beneficiamento que adotam o processo de flotação, pois possibilitam a flotação de partículas grosseiras e polpas espessas, proporcionando um maior teor no concentrado e melhor recuperação. Isto não acontece nas células pneumáticas. Neste tipo de célula, como não há agitação mecânica, o ar introduzido tem a função suplementar de manter a polpa em suspensão, devendo, portanto, ser adicionado em maior quantidade, o que acarreta

uma maior oxidação nas partículas minerais, prejudicando a flotação das partículas de sulfeto.

Nas células com agitação mecânica, observa-se uma forte turbulência na sua parte inferior junto ao rotor. Esta agitação deve ser suficiente para proporcionar um movimento ascendente na polpa que supere à tendência natural de sedimentação das partículas <sup>(40)</sup>. Desta forma, todos os sólidos, inclusive as partículas maiores e mais densas, são mantidas em suspensão durante um período maior de tempo, possibilitando um contato mais amplo com as bolhas de ar. Uma fraca agitação não evita a sedimentação das partículas mais pesadas, acarretando uma perda no volume da célula e um declínio na recuperação do processo. Para o caso de flotação de partículas - grosseiras e/ou densas, além de um aumento na velocidade de agitação, é interessante o uso de polpa com elevada percentagem de sólidos, de modo a retardar a velocidade de sedimentação das partículas <sup>(40,41,42,43)</sup>.

Na parte superior da célula, onde ocorre o acúmulo e retirada das bolhas mineralizadas, não deve haver agitação. Uma turbulência nesta região, reduz a estabilidade das bolhas, e constitui para um aumento de arraste mecânico de partículas de ganga dentro da espuma.

A aeração pode se constituir em fator fundamental numa flotação, sendo de grande interesse o seu controle independente da agitação mecânica.

WRIGHT <sup>(44)</sup> lembra que, não é difícil introduzir ar numa célula, o problema é colocá-lo na melhor con

dição física para a flotação.

A principal função do ar numa célula é proporcionar a formação de bolhas que sobem à superfície da polpa, carregadas de partículas minerais.

Deve-se levar em consideração o efeito oxidante do ar na polpa, que pode provocar uma diminuição da flotabilidade dos minerais sulfetados.

Numa flotação é indispensável que haja uma perfeita mistura do ar com a polpa. A dispersão do ar introduzido, dando origem à formação de pequenas bolhas, aumenta a probabilidade de colisão com as partículas minerais, devido ao aumento na área da superfície específica das bolhas. A figura (III.2) mostra a probabilidade de colisão e de adesão de uma bolha de ar em função do tamanho da partícula, segundo GLEMBOTSKII (22).

CAPRONI e colaboradores (12), estudando a flotação de minerais oxidados de zinco, observaram a necessidade de uma intensa agitação na polpa, de modo a proporcionar uma perfeita mistura das partículas minerais com o ar.

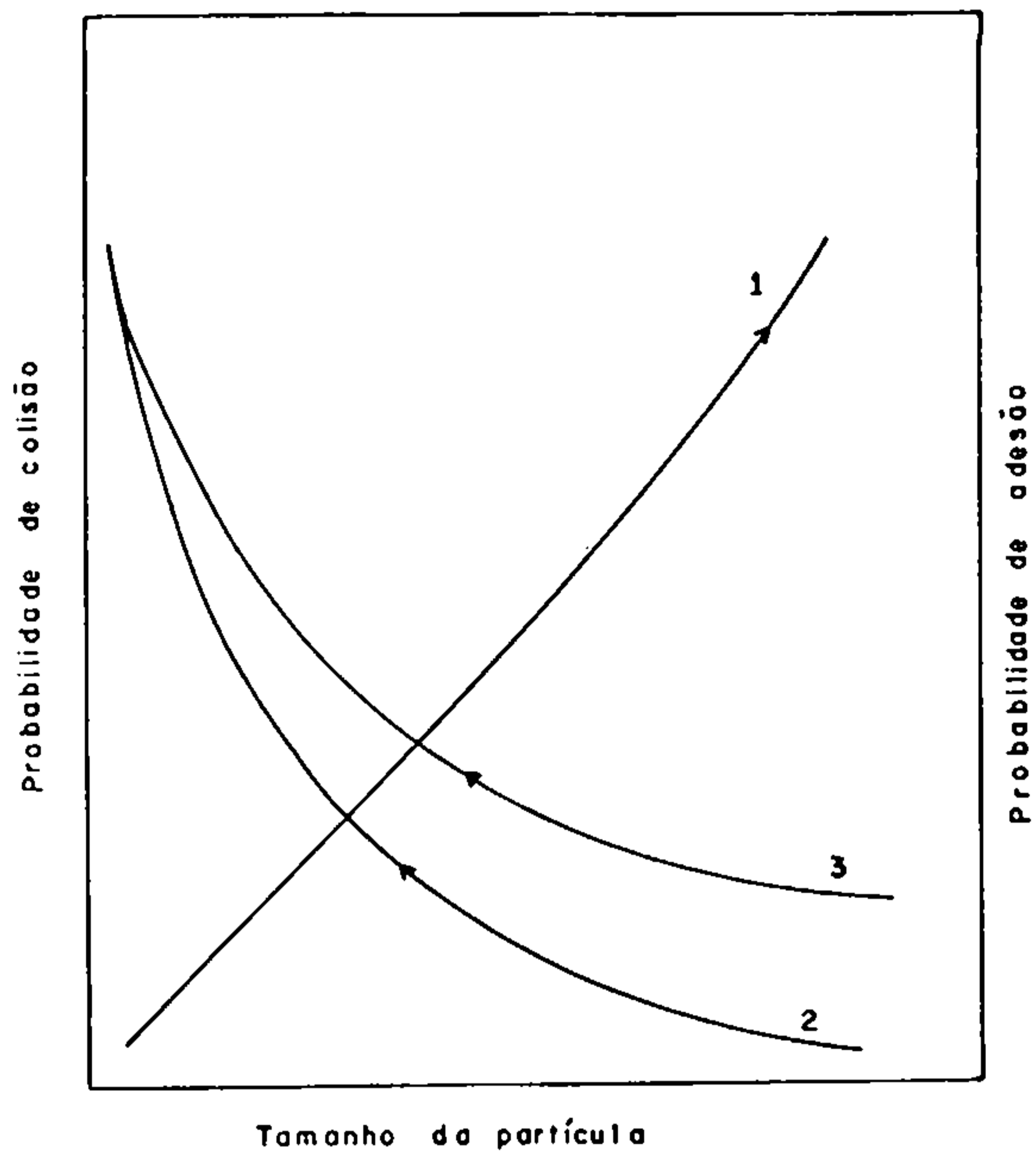
Para REY (14), uma baixa velocidade de agitação proporciona um atraso na flotação, enquanto uma turbulência violenta é prejudicial na flotação de calaminas.

Pode-se então afirmar que as funções básicas de uma célula são agitação e aeração.

A agitação deve ser tal que mantenha em suspensão todos os sólidos da polpa, proporcionando uma per



Figura (III -2) - Probabilidade de colisão e de adesão de uma bolha de ar em função do tamanho da partícula (segundo GLEMBOTSKII<sup>(22)</sup>)



- 1 - Probabilidade de colisão
- 2 - Probabilidade de adesão (coletor em pequena quantidade)
- 3 - Probabilidade de adesão (coletor em grande quantidade)

feita mistura das partículas minerais com o ar. No entanto, não pode ser exagerada, para que não afete a região superior da célula, onde deve predominar um regime laminar, de modo que seja mantida a estabilidade da espuma e haja tempo suficiente para que as partículas de ganga, arrastadas mecanicamente, se libertem. A agitação tem ainda papel importante na atuação dos reagentes empregados no processo.

A aeração deve ser suficiente para proporcionar condições a que todas as partículas tenham contato com as bolhas formadas. Este processo é favorecido, quando o ar introduzido na célula é finamente disperso, dando origem a bolhas de pequeno diâmetro. Um aumento na aeração pode contribuir para uma redução no consumo dos reagentes, especialmente do espumante. No entanto, quanto maior for a quantidade de ar introduzido, mais intensa será a oxidação das partículas, diminuindo a flotabilidade dos sulfetos.

### III.7 - Efeito da Variação de Temperatura

O efeito da variação de temperatura da polpa no processo de flotação é sempre quase relegado a um plano secundário, haja visto que, na grande maioria das usinas a flotação é realizada à temperatura ambiente. No entanto, a temperatura pode exercer um papel marcante, e até decisivo num processo de flotação. É o que ocorre, por exemplo, no caso da flotação seletiva fluorita/barita.

A influência da temperatura na flotação

se faz sentir principalmente nos fenômenos de adsorção e na drenagem das bolhas, através da polpa.

Segundo FUERSTENAU e RAGHAVAN <sup>(45)</sup>, o ponto de carga zero (PZC) dos minerais oxidados decresce com a elevação de temperatura. LYKLEMA <sup>(46)</sup> observou um decréscimo na carga superficial do iodeto de prata com o aumento da temperatura, e, atribui este fato a uma gradual desadsorção de íons da dupla camada elétrica.

O efeito benéfico da elevação de temperatura é evidente nas flotações em que a adsorção dos reagentes na superfície mineral ocorre por reação química. Nestes casos, naturalmente, há uma aceleração do processo, devido ao acréscimo do número de moléculas ativadas do sistema. Uma maior solubilidade e menor consumo dos reagentes são consequências desta ativação. Segundo SUTHERLAND e WARK <sup>(25)</sup>, a velocidade de uma reação química é duplicada em cada 10°C de aumento de temperatura.

Para SOMASUNDARAN <sup>(20)</sup> e FUERSTENAU e RAGHAVAN <sup>(45)</sup>, nas flotações em que os reagentes são fisicamente adsorvidos na superfície das partículas, uma elevação na temperatura provoca uma queda na flotabilidade dos minerais.

GISLER <sup>(47)</sup>, no entanto, considera a aceleração do processo como efeito benéfico da elevação de temperatura, mesmo nos casos de adsorção física.

Para uma flotação com adsorção puramente física, MIRANDA <sup>(29)</sup> estabelece que a melhor temperatura será aquela em que a tensão superficial Mineral/ar for maior

que a soma das tensões superficiais ar/líquido e mineral/líquido.

Em todo caso, um aumento na flotabilidade dos minerais pode prejudicar o índice de seletividade do processo.

A elevação da temperatura, depois de um certo ponto, pode provocar um aumento na solubilidade dos minerais e dos compostos fixados por ação dos reagentes na superfície do mineral que se deseja flotar.

Outro fator negativo, que pode ocorrer com o aquecimento da polpa é a degradação dos reagentes, como é o caso das aminas ARMAC, que sofrem uma transformação, quando a temperatura da polpa ultrapassa os  $76^{\circ}\text{C}$ , dando origem à formação de acetamida, devido à perda de moléculas de água do acetado de amina (19).

Portanto, para cada caso, há uma temperatura ótima, que deve ser investigada em favor de um resultado mais positivo.

Uma seletividade satisfatória na flotação de minerais oxidados de zinco em Gorno, na Itália, só foi conseguida depois de uma sulfetação em polpa aquecida a  $50^{\circ}\text{C}$  (9).

### III.8 - Propriedades Estruturais e Superficiais dos Minerais Presentes

Sendo a flotação um processo baseado em

fenômenos físico-químicos de superfície, o conhecimento e, conseqüente exploração das diferenças de características estruturais e superficiais dos minerais componentes do minério é o primeiro requisito para se conseguir uma separação eficiente.

### III.8.1 - Características dos Silicatos

A unidade fundamental do cristal de um mineral silicatado é um tetraedro, no qual um átomo de silício ocupa a posição central, e átomos de oxigênio se localizam em seus quatro vértices.

A distância entre o átomo de silício e um átomo de oxigênio, dentro do tetraedro, é de aproximadamente  $1,62\text{Å}$ , sendo a força de ligação bastante intensa. Entre dois átomos de oxigênio, a distância é de cerca de  $2,65\text{Å}$  (21).

Esses tetraedros podem permanecer isolados um do outro, ou podem se ligar pelo compartilhamento de um ou mais de seus átomos de oxigênio.

Apesar de quimicamente semelhantes, os silicatos podem ser separados por flotação, graças às diferenças estruturais, provocadas pela maneira como ocorre a polimerização dos tetraedros (48).

A willemita ( $\text{Zn}_2\text{SiO}_4$ ) é típica da classe dos ortosilicatos, caracterizados por apresentarem tetraedros independentes, ligados entre si pelo cátion do zinco.

Na fratura do cristal, esta estrutura favorece à criação de uma superfície polarizada.

A estrutura da hemimorfita,  $Zn_4Si_2O_7(OH)_2 \cdot H_2O$ , resulta de uma simples polimerização de tetraedros, pelo compartilhamento de um dos átomos de oxigênio. Estes pares formados são, então, unidos iônicamente pelo zinco (49).

Segundo FUERSTENAU e RAGHAVAN (45), a formação da camada elétrica dupla na interfase entre o mineral silicatado e o meio aquoso, é controlada pela quebra das ligações Si-O e M-O na superfície mineral (Para a willemita e hemimorfita, o M seria o Zn). Os íons  $H^+$  e  $OH^-$  funcionam como íons determinantes do potencial da superfície.

No caso da willemita, a quebra do cristal ocorre preferencialmente nas ligações Zn-O, sendo praticamente nula a probabilidade da quebra acontecer no tetraedro  $(SiO_4)^{-4}$ . Este fato contribui para que a superfície seja bastante hidrofílica, e o PZC só ocorra em pH relativamente elevado (48).

### III.8.2 - Características dos Carbonatos

A estrutura cristalina dos carbonatos é constituída por um cátion, iônicamente ligado a um radical aniônico  $(CO_3)^{-2}$ , o qual possui suas espécies iônicas fortemente unidas entre si por forças covalentes e eletrostáticas (34).

A smithsonita ( $\text{ZnCO}_3$ ) possui uma estrutura cristalina isomorfa a da calcita<sup>(50)</sup>. O cristal é romboédrico, com os átomos de zinco ocupando os vértices, e o centro de cada uma das faces. Os radicais ( $\text{CO}_3^{-2}$ ) aparecem no centro de cada aresta e no centro da figura geométrica formada. Com isto, cada  $\text{Zn}^{+2}$  é coordenado na estrutura por seis átomos de oxigênio de diferentes grupos ( $\text{CO}_3^{-2}$ ).

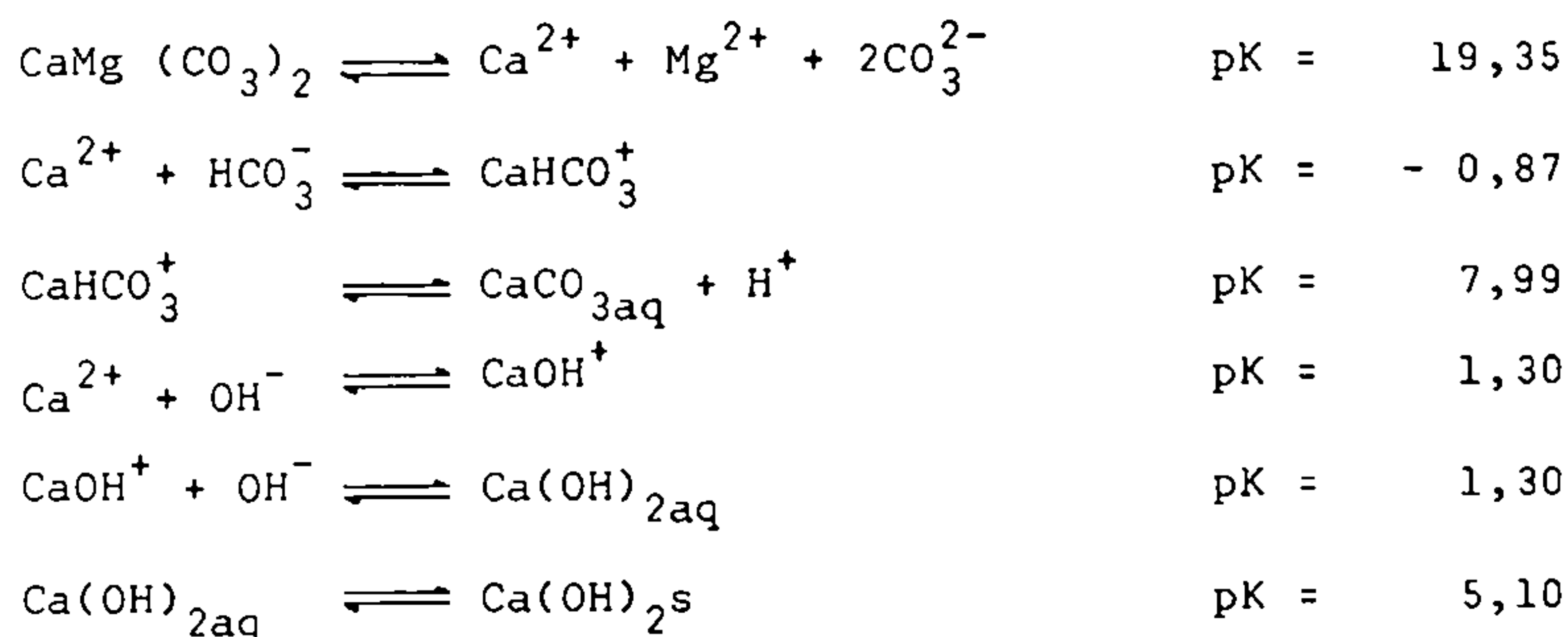
A dolomita possui fórmula,  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , mas o  $\text{Fe}^{2+}$  é frequentemente encontrado na sua estrutura em substituição ao  $\text{Mg}^{2+}$ . Outros cátions como  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$ , podem aparecer no lugar do  $\text{Mg}^{2+}$ , porém, é menos comum<sup>(50, 51)</sup>.

Uma das características dos carbonatos é sua solubilidade relativamente alta em comparação com a maioria dos óxidos e silicatos minerais. A solubilidade dos minerais torna-se importante na flotação, pelo fato de afetar a composição química da água, e a carga da interfase água-mineral<sup>(22, 34)</sup>.

Segundo HANNA e SOMASUNDARAN<sup>(34)</sup>, o carregamento na superfície de minerais complexos, como a calcita, é controlada pela dissolução preferencial das espécies constituintes, e também pela presença de várias espécies complexas carregadas, que resultam das reações de hidrólises. As reações experimentadas pela calcita, dão origem ao surgimento de espécies carregadas, como:  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{-2}$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{CaHCO}_3^+$  e  $\text{CaOH}^+$ . Perto do ponto de equilíbrio entre a calcita e a água, em pH elevado, há excesso de  $\text{HCO}_3^-$  na superfície mi

neral. Em pH ácido, por sua vez, observou-se um excesso de  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{CaHCO}_3^+$  e  $\text{CaOH}^+$ . Os autores acrescentam que neste caso, os íons determinantes do potencial são:  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{CO}_3^{-2}$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{H}^+$  e  $\text{HCO}_3^-$ .

PRÉDALI e CASES<sup>(52)</sup>, calcularam as constantes de equilíbrio, a partir da energia livre de formação dos compostos tomados nas condições padrão de temperatura e pressão, para o sistema dolomita-água- $\text{CO}_2$ . Segundo os autores, os seguintes equilíbrios devem ser considerados:



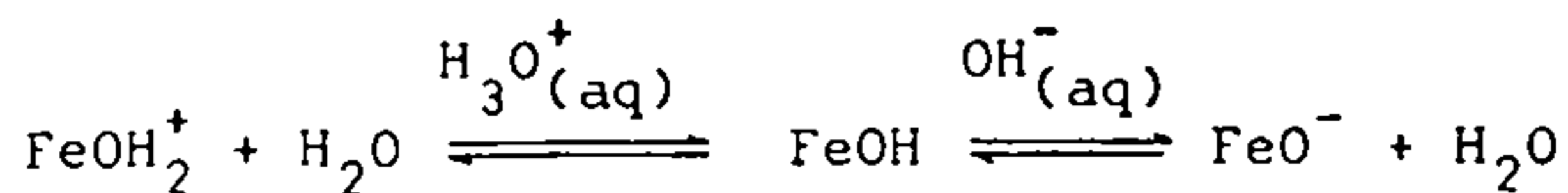
### III.8.3 - Características da Hematita

A estrutura cristalina da hematita apresenta camadas aniônicas, formadas por íons de oxigênio dispostos em forma hexagonal ligeiramente distorcida, e camadas catiônicas, contendo íons de ferro em coordenação com seis átomos de oxigênio<sup>(51)</sup>.

De acordo com RAGHAVAN e FUERSTENAU<sup>(53)</sup>, os íons  $\text{H}^+$  e  $\text{OH}^-$  são determinantes de potencial para a hematita. A adsorção ou desadsorção destes íons na superfície do

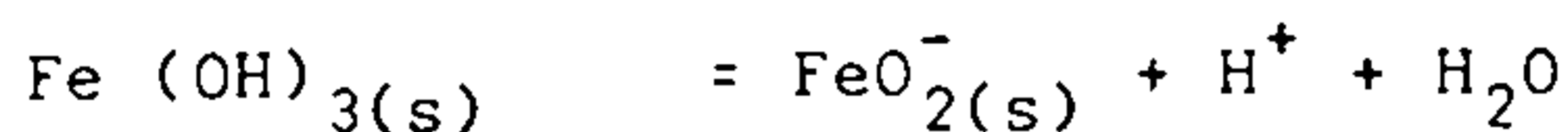
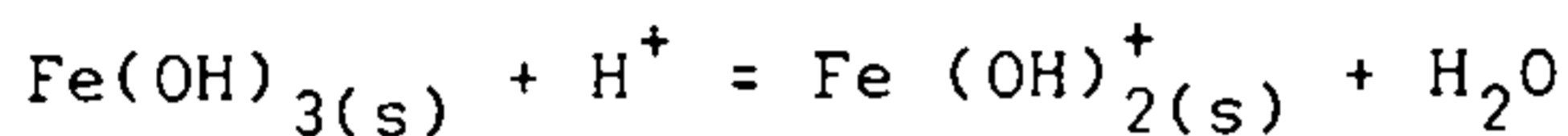


mineral, ocorre segundo as reações:



Quando em contato com a água, a superfície da hematita, dependendo do pH da solução, apresentará uma proporção definida de sítios com  $\text{FeOH}$ ,  $\text{FeOH}_2^+$  e  $\text{FeO}^-$ .

Para BRUYN e AGAR<sup>(54)</sup>, o equilíbrio entre a fase sólida (hematita) e a aquosa pode ser considerado como um processo de duas etapas; a hidratação da superfície e a dissociação desse hidróxido, dando origem a uma superfície positiva ou negativamente carregada. A dissolução do hidróxido ocorre de acordo com as reações:



C A P Í T U L O    I VMATERIAL E MÉTODO

## IV.1 - Amostragem

Foi feita criteriosa amostragem nos pátios de estocagem de minério de baixo teor (minério de terceira) da Companhia Mineira de Metais. Há, no momento, três desses pátios, totalizando uma reserva de 600 mil toneladas de minério. Para este trabalho de amostragem utilizou-se pá e baldes de plástico. A tomada de material foi feita no topo e nos flancos dos montes formados; a representatividade da amostra não foi prejudicada, porque a constituição do minério que vem sendo a cumulado desde o início é bastante uniforme. De cada pilha formada no topo dos montes pelo despejo dos caminhões, retirou-se pequena quantidade de material (cerca de 5 kg). Desse material coletado, após homogeneização e quarteamento, resultava uma amostra de aproximadamente 100 kg. A amostragem total foi feita em três dias.

## IV.2 - Preparação da Amostra

O material proveniente dos três pátios de

estocagem de minério de baixo teor (cerca de 300 kg), foi todo passado em britador de mandíbula até atingir a granulometria de 10 malhas. Antes, porém, retiram-se algumas amostras grosseiras de hemimorfita para estudo mineralógico.

A homogeneização do material foi feita através de uma pilha de 12,5 metros de comprimento. Cada quilo de amostra era igualmente espalhado ao longo de toda pilha, de modo a se obter uma perfeita distribuição.

A seguir, o material empilhado foi distribuído em sacos plásticos, constituindo amostras de 1 kg. A cada dez amostras ensacadas retirava-se uma (denominada amostra cabeça), para análise química, a fim de se verificar a qualidade da homogeneização.

#### IV.3 - Caracterização do Minério

##### IV.3.1 - Análise Granulométrica

Numa das amostras provenientes da pilha de homogeneização, efetuou-se uma análise granulométrica. Tinha-se por objetivo, conhecer a composição granulométrica do material britado, bem como a distribuição de zinco nas diversas faixas de granulometria. O peneiramento foi feito a seco até 65 malhas; daí em diante, a classificação foi feita a úmido. Usaram-se peneiras marca Granuteste.

#### IV.3.2 - Análise por Difração de Raios-X

A fim de se conhecer a composição mineralógica qualitativa, uma das amostras de cabeça foi analisada por difração de raios-X. Usou-se um aparelho Philips, operando nas condições mostradas no apêndice 1.

#### IV.3.3 - Análise por Espectrografia de Emissão

Foi feita análise espectrográfica semi-quantitativa para 30 elementos em duas amostras de cabeça, usando-se um aparelho Jarrel-Ash. O objetivo principal dessa análise foi realizar uma varredura dos elementos que poderiam estar presentes na amostra.

#### IV.3.4 - Análise Química por Via Úmida

Numa das amostras de cabeça, foram dosados por métodos de determinação via-úmida, os elementos ou compostos que constituem os minerais detectados pela difração de raios-X.

A Análise química por via-úmida foi ainda utilizada com a finalidade de verificar a homogeneidade da pilha descrita no item 2 deste capítulo, dosando-se Zn e Fe em dez amostras de cabeça.

O método empregado para dosagem de Zn durante toda a pesquisa, é mostrado no apêndice 2.

#### IV.3.5 - Separação em Líquido Denso

Foram realizados ensaios de separação em líquido denso. Estes ensaios tiveram por finalidade fornecer subsídios à definição do grau de liberação. Cada fração granulométrica das amostras foi passada em iodeto de metileno (densidade  $3,3 \text{ g/cm}^3$ ). Como os minerais de zinco tem densidade superior a destes líquidos (Tabela IV.1), é natural se esperar que a concentração destes minerais na fração afundada, cresça à medida que for aumentando a sua liberação em relação aos minerais leves.

As frações de granulometria acima de 200 malhas, foram separadas em balões de vidro de 500 ml. Para as frações finas, usou-se uma centrífuga da FANEM, modelo 209.

#### IV.3.6 - Separação Magnética

Estes testes foram realizados em separador magnético "Box Rapid" de alta intensidade, modelo LHW de laboratório. Procurou-se trabalhar com um campo suficiente para atrair toda hematita, de modo que as partículas não liberadas seguissem o caminho da fração magnética. Para isto, utilizou-se o "grid" de  $2 \times 4 \text{ mm}$ , e uma corrente de 17,5A, o que proporcionou um campo magnético de 18.000 gauss. Estes testes tiveram por objetivo definir a liberação dos minerais de zinco em relação à hematita e à magnetita, já que através da separação em líquido denso é impossível obter esta informação, pelo fato

de todos esses minerais afundarem nos líquidos usados.

Tabela (IV.1) - Peso Específico dos principais Minerais Oxidados de Zinco

Minerais	Peso Específico
hemimorfita	3,4 - 3,5
willemita	3,9 - 4,2
smithsonita	4,3 - 4,5
hidrozincita	3,6 - 3,8
zincita	5,4 - 5,6

#### IV.3.7 - Análise por Microscopia

Através de microscópio polarizante de luz transmitida, foi estudada, em lâmina delgada, uma seção de uma amostra de hemimorfita escolhida do material coletado para o estudo, conforme foi mencionado no item IV.2.

A seguir, foram confeccionadas lâminas delgadas de grãos. O material foi, inicialmente, passado em iodeto de metileno. As frações leves (flutuadas) e pesadas (afundadas) foram estudadas separadamente.

O grau de liberação foi investigado microscopicamente pelo método de Gaudin, cuja descrição é dada no apêndice 3.

#### IV.4 - Testes de Moagem

Estes testes foram realizados com a finalidade de definir o melhor tempo para a moagem do material a ser utilizado na flotação. Desejava-se uma moagem que proporcionasse uma liberação satisfatória dos minerais de zinco, mas houve sempre a preocupação de se evitar a produção de finos. Sendo a hemimorfita um mineral friável, uma moagem excessiva poderia provocar uma perda significativa de zinco, na deslamagem.

A moagem foi feita em moinho de barras, em aço inoxidável, de 32 cm de comprimento e 16 cm de diâmetro, utilizando-se seis barras de 2,5 cm de diâmetro e uma relação sólido-líquido de 2:1. A classificação do material moído foi feita por peneiramento.

#### IV.5 - Flotação

Com base nos resultados obtidos durante a fase de caracterização, iniciou-se o estudo de flotação do minério amostrado.

Tendo em vista o fato de que são raros os trabalhos publicados, envolvendo a flotação deste minério e a experiência negativa, vivida em Vazante, com a tentativa de adaptação do processo italiano, procurou-se, inicialmente, uma linha básica para a pesquisa, já que não havia uma indicação segura do caminho que se devia seguir.

Dentro deste raciocínio, iniciou-se o tra

balho, com o estudo simultâneo de quatro diferentes linhas de processo: experimentou-se uma flotação com xantato, antecedida de uma etapa de sulfetação, e fez-se testes com sulfato de cobre, como ativador e com aquecimento da polpa. Em outra linha, procurou-se flotar a ganga com um sulfonato de petróleo<sup>(\*)</sup>, tendo-se testado a flotação em meio ácido e em meio alcalino. A flotação inversa também foi tentada com ácidos graxos, onde se pretendia flotar principalmente a dolomita. A quarta linha de pesquisa estava voltada para uma flotação catiônica, precedida de uma etapa de sulfetação e, ofereceu os melhores resultados, conforme é mostrado no item (V.3.1).

Após a escolha da linha básica do proceso, estudou-se separadamente em cada série de testes, o comportamento das variáveis consideradas (com base em testes exploratórios) de maior importância. O estudo foi desenvolvido através da realização de 252 testes de flotação (neste número não estão incluídos os testes de caracter exploratório).

#### IV.5.1 - Padronização dos Testes

Houve desde a fase inicial, uma intensa preocupação de se padronizar, nos mínimos detalhes, a metodologia empregada em cada teste; de modo que, a diferença observada de um teste para o outro, refletisse o tanto quanto possível o efeito da variável que estava sendo examinada.

(\*) - Aero 825, produzido pela AMERICAN CYANAMID COMPANY.



Utilizou-se, para a efetivação dos testes (\*), uma célula Agitair, modelo LA-500, da GALIGHER, com capacidade para 500 g de minério. Em cada teste, controlava-se a vazão e a pressão de entrada de ar. Os testes foram realizados à temperatura ambiente (\*\*).

Uma amostra pesando 1 Kg (conforme foi descrito no item IV.2), era, inicialmente, moída, nas condições apresentadas no item IV.4, durante 15 minutos. A fim de se conseguir uma maior quantidade de amostra dentro da faixa granulométrica desejada (100x400 malhas), realizou-se a moagem em duas etapas, sendo a primeira de 5 minutos e a outra de 10 minutos.

Preferiu-se realizar a deslamagem em peneira, pelo fato delas proporcionarem um "corte" mais regular, favorecendo uma maior homogeneidade na alimentação de cada teste.

A retirada de espuma durante os testes, era feita a cada 15 segundos, e, a partir do teste nº 88 (início da série planejada por fatorial), passou-se a fazer a adição fracionada do coletor.

#### IV.5.2 -Escolha da Amina

Enquanto se desenvolviam as etapas de pes

(\*) - Excetuando os testes descritos no item IV.5.13

(\*\*) - Excetuando os testes descritos no item IV.5.11

quisa bibliográfica, e caracterização do minério, enviaram-se cartas a diversos fabricantes de aminas distribuídos em várias partes do mundo. Alguns produtos foram solicitados diretamente com base nas informações da literatura. Em outros casos, quando não se conheciam os produtos de determinado fabricante, descreviam-se as características principais do minério e solicitava-se que o próprio fabricante indicasse qual o produto mais apropriado. Desta forma, doze diferentes tipos comerciais de aminas foram experimentadas na primeira série de testes. Alguns produtos chegaram posteriormente, e por isso, não foram incluídos na programação.

Esta série inicial envolveu a realização de dois testes com cada amina. De um teste para o outro, variou-se a concentração do coletor (50 e 250 g/t). As demais condições foram mantidas constantes.

- tempo de condicionamento. . . . 5 minutos
- espumante. . . . . óleo de pinho (adicionado no último minuto do condicionamento)
- concentração do espumante. . . . 50 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada de ar. . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de ar. . . . . 7,2 l/min.
- pH. . . . . 11
- regulador do pH. . . . . carbonato de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . 100x400 malhas

- água. . . . . torneira
- % sólidos na polpa. . . . . 30

Como se pode observar, estes testes foram realizados apenas com o espumante e o regulador de pH. Evitou-se a utilização de outros agentes modificadores, a fim de que se pudesse melhor observar a atuação isolada da cada amina.

Quatro aminas foram selecionadas com base na análise dos resultados.

#### IV.5.3 - Testes com Sulfetação

Na série seguinte, experimentou-se o efeito de uma sulfetação prévia na polpa. Como agente sulfetante, escolheu-se, com base em informações da literatura, o sulfeto de sódio. Com cada uma das quatro aminas selecionadas, realizou-se dois testes com sulfetação. Nestes testes, fixaram-se as seguintes condições:

- condicionamento. . . . . a) sulfetante - 10 minutos  
b) coletor - 3 minutos
- concentração do coletor. . . . 500 g/t
- concentração do sulfetante. . . 3000 g/t
- espumante. . . . . óleo de pinho(adicionado no último minuto do condicionamento)
- concentração do espumante. . . 50 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada de ar. . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>

- vazão de ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 11
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . 100x400 malhas
- água. . . . . desionizada
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

Duas aminas destacaram-se nestes testes, e foram escolhidas para a série seguinte.

#### IV.5.4 - Escolha dos Modificadores

Como se sabe, os modificadores podem desempenhar diferentes papéis num processo de flotação. Um mesmo reagente pode funcionar como depressor, ativador, dispersante, regulador de pH, etc, dependendo das condições atuantes (tipo do minério, concentração do reagente, pH da polpa, etc). Após a definição da composição mineralógica, e com base nas informações da literatura, fez-se uma relação de reagentes modificadores que poderiam afetar de modo positivo a flotação que se estava estudando.

Quando foi iniciada esta série de testes, dispunha-se de oito dos reagentes selecionados. Com cada um desses modificadores, realizaram-se quatro testes (dois testes com cada uma das aminas selecionadas no item anterior). Nos testes com a mesma amina, variou-se a concentração do modificador. As demais condições foram mantidas constantes:

- condicionamento. . . . . a) sulfetante - 10 minutos  
b) coletor - 3 minutos
- concentração do coletor. . . . . 500 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 3000 g/t
- espumante. . . . . Óleo de pinho(adicionado na  
célula no último minuto do  
condicionamento)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão do ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . . 100x400 malhas
- água. . . . . desionizada
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

De acordo com os resultados observados nestes testes, foram escolhidos três reagentes modificadores; e definiu-se o melhor coletor para os testes subsequentes .

#### IV.5.5 - Testes Programados por Planejamento Fatorial

Utilizando-se a técnica estatística do planejamento fatorial de experimentos, realizou-se uma série de testes que tinham por objetivo a definição de quais dos modificadores, selecionados na etapa anterior, deveriam ser empregados no processo.

Os demais parâmetros foram fixados nas condições apresentadas no item anterior.

#### IV.5.6 - Concentração dos Reagentes

Nesta série de testes, procurou-se definir a concentração ideal para cada um dos reagentes. Inicialmente, foram realizados testes com apenas sulfeto de sódio e coletor. A concentração do sulfeto de sódio testada variou de 1000 a 4000 g/t, enquanto o coletor foi experimentado na faixa de 250 a 750 g/t.

A concentração destes reagentes, foi a seguir, mantida constante, e fez-se variar a concentração dos agentes modificadores de 250 a 750 g/t. As demais condições fixadas nestes testes, foram:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos
  - b) sulfetante - 7 minutos
  - c) M23 - 3 minutos
  - d) coletor - 1 minuto
- espumante. . . . . óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . 50 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada de ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 10,5 - 11,5

- regulador de pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . . 100x400 malhas
- água. . . . . desionizada
- % sólidos na polpa. . . . . 30

#### IV.5.7 - Tempo de Condicionamento dos Reagentes

Este parâmetro foi estudado em duas etapas. Na primeira procurou-se observar o efeito da variação do tempo de condicionamento do sulfeto de sódio, fazendo-o variar de 2 a 12 minutos. As seguintes condições foram mantidas sem alteração:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos  
b) sulfetante  
c) coletor - 1 minuto
- espumante. . . . . Óleo de pinho( adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . . 250 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 3000 g/t
- pressão de entrada de ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 10,5 - 11,0
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . . 100x400 malhas

- água. . . . . desionizada
- % sólidos na polpa. . . . . 30

Em seguida, fixando-se o condicionamento do sulfeto de sódio em 10 minutos, procurou-se o melhor tempo de condicionamento para o dispersor e para o M23, numa faixa de variação de 1 a 10 e 1 a 5 minutos, respectivamente. As demais condições foram fixadas como nos testes anteriores.

#### IV.5.8 - Rotação da Célula

Estes testes foram realizados sem o M23, e nas condições mostradas no item anterior. Experimentou-se as rotações de 900, 1000 e 1100 r.p.m.

Como o efeito da rotação da célula na flo<sub>ta</sub>ção pode estar diretamente relacionado com o tempo de condi<sub>ci</sub>onamento dos reagentes, esta variável foi estudada em conjun<sub>to</sub> com o tempo de condicionamento do sulfeto de sódio.

#### IV.5.9 - Aeração da polpa

A variável da aeração estudada foi a vazão de ar que entra na célula. Observou-se o efeito desta variável na faixa de 5,4 a 10,8 litros por minuto. As demais condições foram mantidas constantes:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos
- b) sulfetante - 10 minutos
- c) coletor - 1 minuto



- espumante. . . . . óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . . 500 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 4000 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada de ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . . 100x400 malhas
- água. . . . . desionizada
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

#### IV.5.10 - Qualidade da Água

O efeito, geralmente nocivo da presença de íons inorgânicos na água, alertado pela literatura, foi estudado nesta série de testes, em que utilizou-se água destilada, água desionizada e água de torneira. A composição da água de torneira utilizada no teste 153, bem como a ratificação da qualidade das outras águas testadas, é mostrada na tabela (IV.2). As condições mantidas fixas foram as seguintes:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos  
b) sulfetante -10 minutos  
c) coletor - 1 minuto

Tabela (IV.2) - Composição Química da Água usada nos testes  
151, 153 e 154

Íons	torneira (t 153)	destilada (t 154)	desionizada (t 151)
$\text{Ca}^{+2}$	6,25 ppm	L 0,10 ppm	L 0,10 ppm
$\text{Mg}^{+2}$	1,00	L 0,05	L 0,05
$\text{Ba}^{+2}$	ND	ND	ND
$\text{Al}^{+3}$	ND	ND	ND
$\text{Fe}^{+2}$	10,00	L 3,00	L 3,00
$\text{Fe}^{+3}$	ND	ND	ND
$\text{K}^{+}$	2,25	L 0,05	L 0,05
$\text{SO}_4^{-2}$	ND	ND	ND
$\text{PO}_4^{-2}$	ND	ND	ND
$\text{HCO}_3^{-}$	ND	ND	ND

Obs.: 1) ND = não detectado

2) L = menor que

- espumante. . . . . óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . 500 g/t
- concentração do sulfetante. . . 4000 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . 100x400 malhas
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

#### IV.5.11 - Temperatura

O efeito da variação de temperatura foi observado numa série de testes em que a polpa foi aquecida. Comparou-se a eficiência do processo nas temperaturas de 20,40 e 60°C.

Os demais parâmetros foram fixados nas condições mostradas abaixo:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos
- b) sulfetante -10 minutos
- c) coletor - 1 minuto

- espumante. . . . . Óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . . 250 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 3000 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 11
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . . 100x400 malhas
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

#### IV.5.12 - Granulometria do Material de Alimentação

Desde o início do estudo da flotação, vi nha-se realizando todos os testes com o material classificado na faixa granulométrica de 100 a 400 malhas. O limite superior foi escolhido com base nos resultados preliminares do estudo de liberação, enquanto o "corte" da deslamagem foi fixado em 400 malhas, para que pudesse ser realizado por peneiramento, de modo que a reprodutibilidade da operação fosse favorecida.

Observou-se, no decorrer da pesquisa, que a granulometria do concentrado era sempre mais fina que a do rejeito do respectivo teste. Realizou-se, então, a análise gra

nulométrica dos produtos de testes escolhidos aleatoriamente.

Experimentou-se uma mudança no limite superior do "corte" para 150 malhas. Isto implica, naturalmente, na necessidade de uma moagem mais prolongada e, conseqüentemente, numa maior produção de finos. Procurou-se, então, reduzir a granulometria da deslamagem para 20 microns.

As demais condições foram mantidas constantes, como é mostrado a seguir:

- condicionamento. . . . .
  - a) dispersante - 3 minutos
  - b) sulfetante - 7 minutos
  - c) M23 - 3 minutos
  - d) coletor - 1 minuto
- espumante. . . . . Óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . . 500 g/t
- concentração do dispersor. . . . . 250 g/t
- concentração do M23. . . . . 750 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 4000 g/t
- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . .  $2,5 \text{ Kg/cm}^2$
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min
- pH. . . . . 11
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

## IV.5.13 - Tipo de Célula de Flotação

Desde o primeiro teste, estava se utilizando de uma célula Agitair, da GALIGHER, conforme foi indicado no item (IV.5.1).

Nesta série de testes, experimentou-se mais dois tipos de células de flotação:

A DENVER, modelo D-12, com uma cuba para 500 gramas de amostra, e a célula modelo 52254, da WEMCO. Em ambas, a aeração ocorre através da abertura de uma válvula que dá acesso ao ar atmosférico.

As condições fixadas foram:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos
  - b) sulfetante - 7 minutos
  - c) M23 - 3 minutos
  - d) coletor - 1 minuto
- espumante. . . . . óleo de pinho(adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor)
- concentração do espumante. . . . . 50 g/t
- concentração do coletor. . . . . 500 g/t
- concentração do dispersor. . . . . 250 g/t
- concentração do M23. . . . . 750 g/t
- concentração do sulfetante. . . . . 4000 g/t
- aeração. . . . . abertura máxima da torneira que dá acesso ao ar atmosférico

- rotação da célula. . . . . 1000 r.p.m.
- pH. . . . . 11.0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- tempo de flotação. . . . . 6 minutos
- granulometria do material. . . . 100x400 malhas
- % de sólidos na polpa. . . . . 30

#### IV.5.14 - Testes com Metafosfato de Sódio e sem Sulfetação

Conforme foi visto no capítulo III, SALEEB e HANNA <sup>(37)</sup> observaram uma competição de íons fosfato e íons aniônicos do coletor por sítios de carga positiva na superfície da calcita. KOMLEV e colaboradores <sup>(36)</sup> falam da adsorção de polifosfato na superfície da dolomita.

Com o objetivo de verificar se a atuação do polifosfato na presente flotação envolveria também uma adsorção nas superfícies minerais, de modo a torná-las mais negativamente carregadas, realizou-se uma série de testes, sem sulfetação. Acreditava-se que, se houvesse esta adsorção, e ela fosse seletiva, poderia ocorrer uma boa separação entre os minerais, sem necessidade da sulfetação prévia.

Nestes testes, as condições fixadas foram as seguintes:

- condicionamento. . . . . a) dispersante - 3 minutos  
b) coletor - 1 minuto

- espumante..... (Óleo de pinho (adicionado na célula na metade do condicionamento do coletor))
- concentração do espumante..... 50 g/t
- concentração do coletor..... 500 g/t
- rotação da célula..... 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar.....  $2,5 \text{ kg/cm}^2$
- vazão de entrada do ar..... 7,2 l/min.
- tempo de flotação..... 6 minutos
- granulometria do material..... 100 x 400 malhas
- % de sólidos na polpa..... 30

#### IV.5.15 - Tempo de Flotação

Com objetivo de se obter uma maior padronização, todos os testes foram realizados em 6 minutos, tempo suficiente para que toda espuma mineralizada fosse retirada, mesmo naqueles testes em que se verificasse uma flotação mais lenta.

Nesta série de testes, procurou-se definir o melhor tempo de duração para o processo; para isto, o material flotado a cada minuto foi analisado separadamente. A partir do terceiro minuto, a quantidade retirada foi tão pequena que decidiu-se misturar os respectivos concentrados. As condições em que foram realizados os testes são, a seguir, apresentadas:



## Teste 225:

- coletor. . . . . Hoe F 2792 (500 g/t)
- sulfetante. . . . .  $\text{Na}_2\text{S}$  (4000 g/t)
- modificador. . . . . calgon (250 g/t)
- espumante. . . . . óleo de pinho (50 g/t)
- condicionamento. . . . . a) calgon - 1 minuto  
b)  $\text{Na}_2\text{S}$  - 8 minutos  
c) Hoe F 2792 - 1 minuto
- célula. . . . . modelo LA-500 da GALIGHER
- rotação. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . . 2,5  $\text{Kg/cm}^2$
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min.
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- temperatura. . . . . ambiente
- % de sólidos na polpa. . . . . 30
- granulometria. . . . . 100x400 malhas

## Teste 226:

- coletor. . . . . Hoe F 2792 (500 g/t)
- sulfetante. . . . .  $\text{Na}_2\text{S}$  (4000 g/t)
- modificadores. . . . . calgon (250 g/t)  
M23 (750 g/t)
- espumante. . . . . óleo de pinho (50 g/t)
- condicionamento. . . . . a) calgon - 1 minuto  
b)  $\text{Na}_2\text{S}$  - 8 minutos  
c) M23 - 3 minutos  
d) Hoe F 2792 - 1 minuto

- célula. . . . . modelo LA-500 da GALIGHER
- rotação. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min.
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- temperatura. . . . . ambiente
- % de sólidos na polpa. . . . . 30
- granulometria. . . . . 100x400 malhas

#### Teste 227

- coletor. . . . . Hoe F 2792 (500 g/t)
- sulfetante. . . . . Na<sub>2</sub>S (4000 g/t)
- modificador. . . . . calgon (250 g/t)
- espumante. . . . . óleo de pinho (50 g/t)
- condicionamento. . . . . a) calgon - 1 minuto  
b) Na<sub>2</sub>S - 8 minutos  
c) Hoe F 2792 - 1 minuto
- célula. . . . . modelo LA-500 da GALIGHER
- rotação. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min.
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- temperatura. . . . . ambiente
- % de sólidos na polpa. . . . . 30
- granulometria. . . . . 150x400 malhas

## Teste 228:

- coletor. . . . . Hoe F 2792 (500 g/t)
- sulfetante. . . . .  $\text{Na}_2\text{S}$  (4000 g/t)
- modificadores. . . . . calgon (250 g/t)  
M23 (750 g/t)
- espumante. . . . . óleo de pinho (50 g/t)
- condicionamento. . . . . a) calgon - 1 minuto  
b)  $\text{Na}_2\text{S}$  - 8 minutos  
c) M23 - 3 minutos  
d) Hoe F 2792 - 1 minuto
- célula. . . . . modelo LA-500 da GALIGHER
- rotação. . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada do ar. . . . .  $2,5 \text{ Kg/cm}^2$
- vazão de entrada do ar. . . . . 7,2 l/min.
- pH. . . . . 11,0 - 11,5
- regulador do pH. . . . . sulfeto de sódio
- temperatura. . . . . ambiente
- % de sólidos na polpa. . . . . 30
- granulometria. . . . . 150x400 malhas

C A P Í T U L O    VRESULTADOS OBTIDOS

## V.1 - Caracterização do Minério

## V.1.1 - Análise Granulométrica

O resultado obtido com a análise granulométrica realizada no material após britagem a 10 malhas, é mostrado na tabela (V.1) e na figura (V.1). O teor e a distribuição do Zn em cada uma das frações, é apresentado nas figuras (V.2 e V.3), respectivamente.

## V.1.2 - Análise por Difração de Raios-X

O resultado desta análise, com o aparelho operando nas condições mostradas no apêndice 1 é apresentado na tabela (V.2).

## V.1.3 - Análise Espectrográfica

A análise espectrográfica realizada em duas amostras de cabeça, não detectou a presença de As, Au, Bi,

Figura(V-1)-Análise granulométrica do material britado a 10 malhas

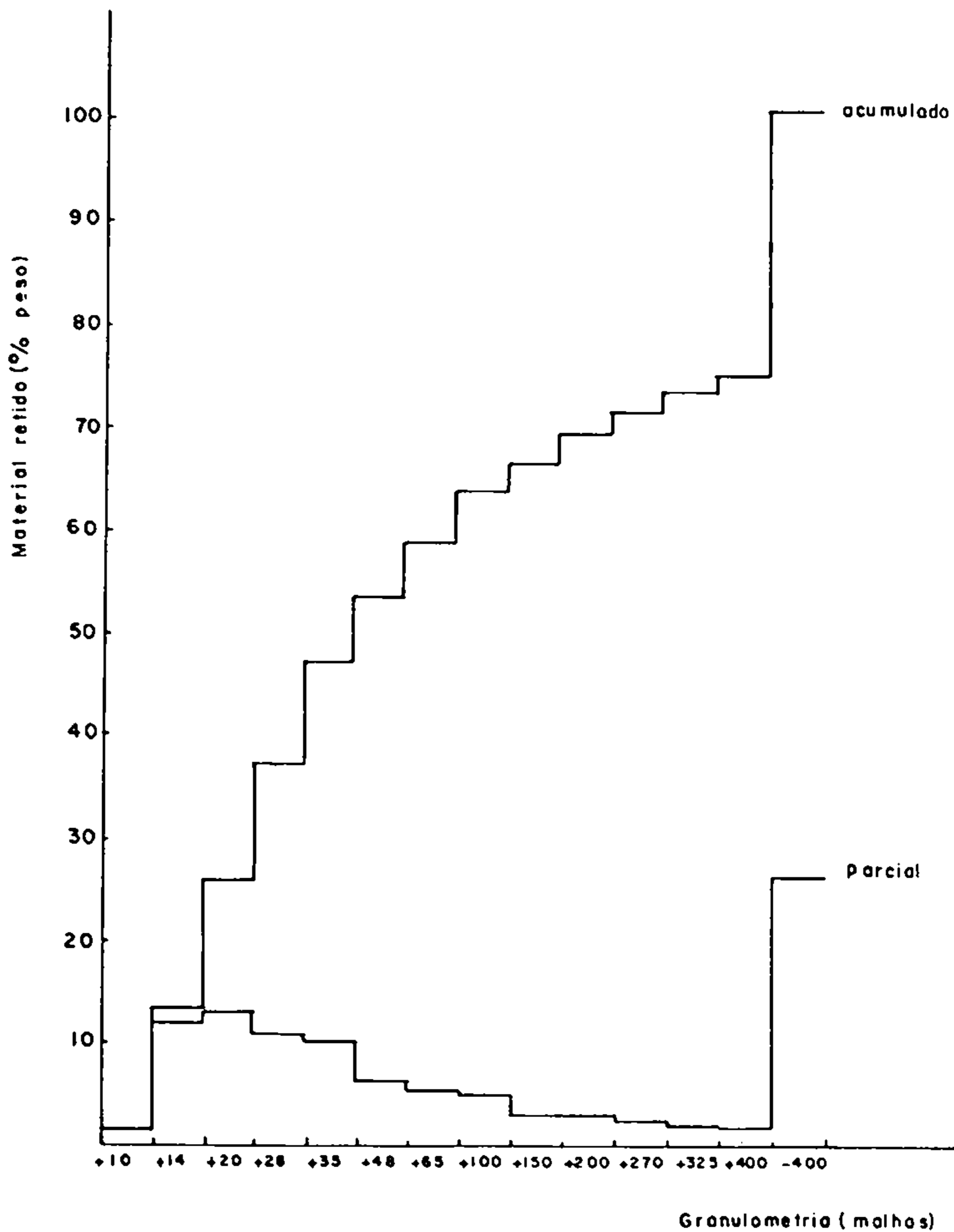


Figura (V-2) - Teor de zinco em cada fração granulométrica do material britado a 10 malhas

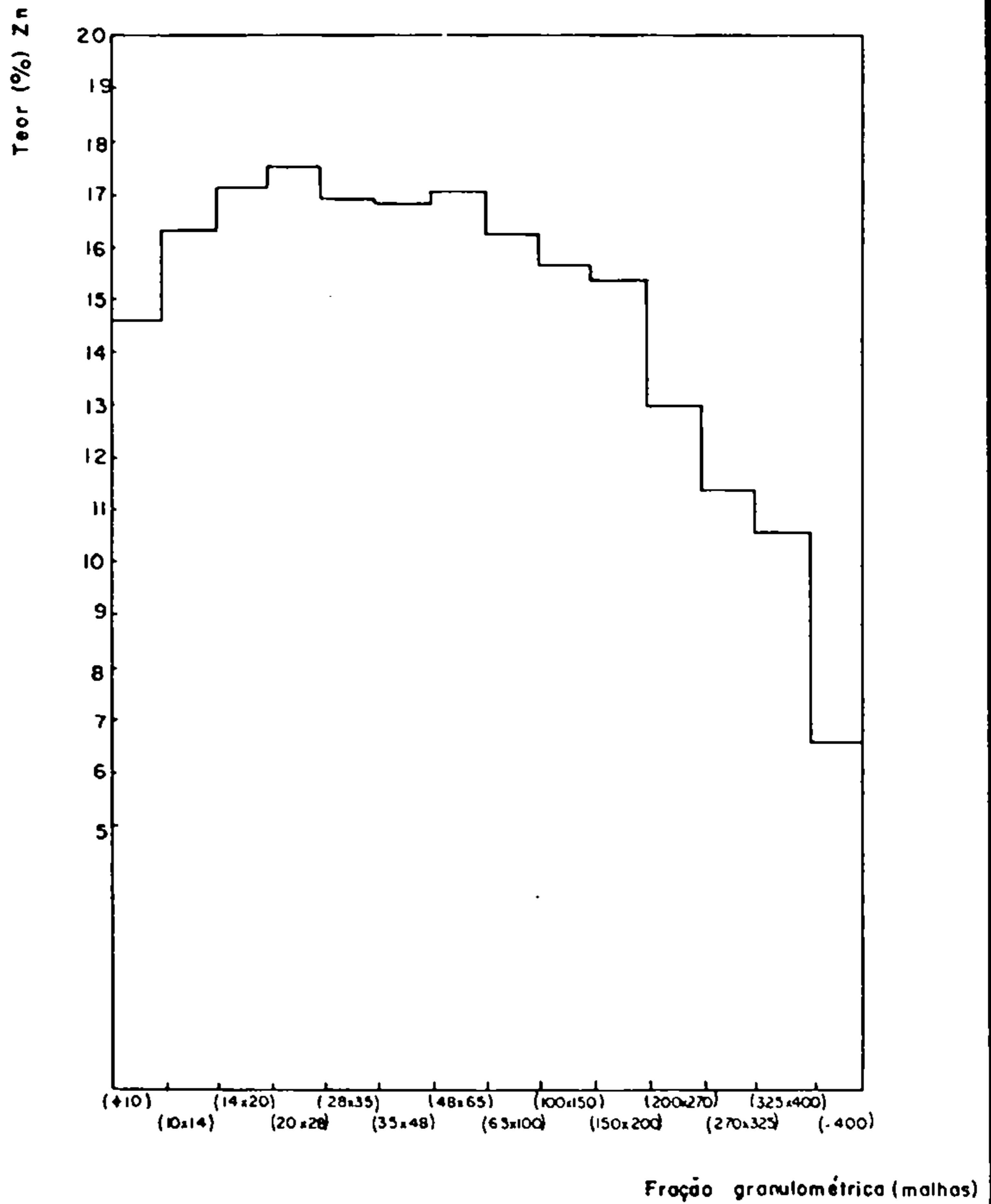
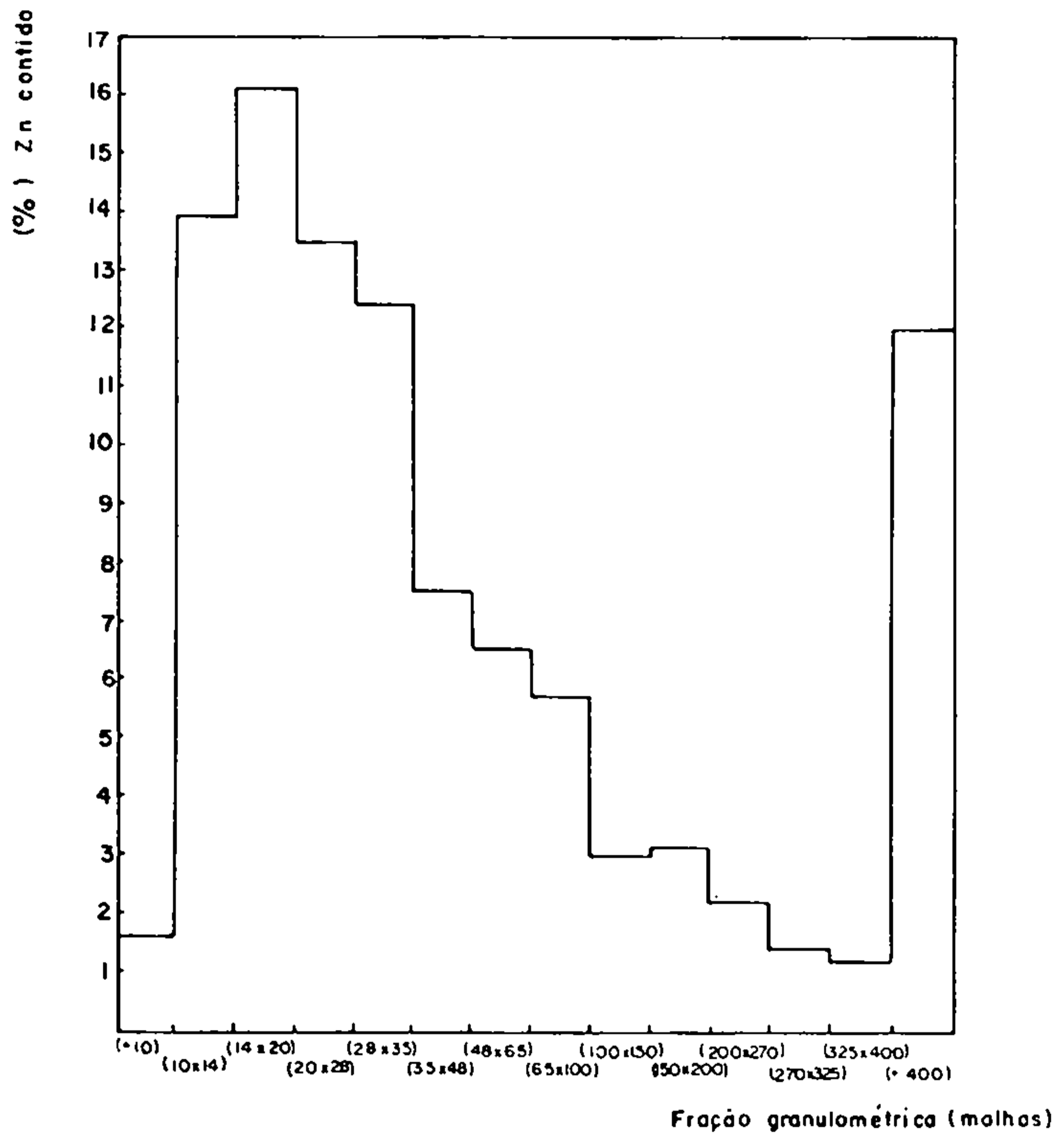


Figura (V-3) - Percentagem do zinco contido em cada fração granulométrica do material obtido a 10 malhas



Sb, Sr e W. O resultado encontrado para os demais elementos a nalisados é mostrado na tabela (V.3).

Tabela (V.1) - Composição Granulométrica e Distribuição do Zinco

Peneira (malhas)	% (em peso) retida		teor (% Zn)	Distribuição do Zn (%)
	parcial	acumulado		
10	1,5	1,5	14,6	1,6
14	11,8	13,3	16,3	13,9
20	13,0	26,3	17,1	16,1
28	10,7	37,0	17,5	13,5
35	10,1	47,1	16,9	12,4
48	6,2	53,3	16,8	7,5
65	5,3	58,6	17,0	6,5
100	4,9	63,5	16,2	5,7
150	2,7	66,2	15,6	3,0
200	2,8	69,0	15,3	3,1
270	2,3	71,3	12,9	2,2
325	1,7	73,0	11,3	1,4
400	1,5	74,5	10,5	1,2
- 400	25,6		6,5	12,0

#### V.1.4 - Análise Quantitativa "via-úmida"

Os resultados obtidos através deste método, são apresentados nas tabelas (V.4 e V.5).



Tabela (V.2) - Composição Mineralógica Qualitativa da Amostra

Minerais Identificados
dolomita
clorita
mica
quartzo
smithsonita
willemita
hemimorfita
hematita
mineral do grupo da smectita
magnetita (detectado por imã de mão)

#### V.1.5 - Separação em Líquido Denso

A tabela (V.6) e as figuras (V.4 e V.5) ,  
mostram os resultados fornecidos pelos ensaios de separação em  
líquido denso para cada fração granulométrica.

#### V.1.6 - Separação Magnética

A passagem de cada fração granulométrica  
em separador magnético "Box Rapid" de alta intensidade forne

Figura(V-4) - Teor de zinco em cada fração resultante da separação em líquido-denso.

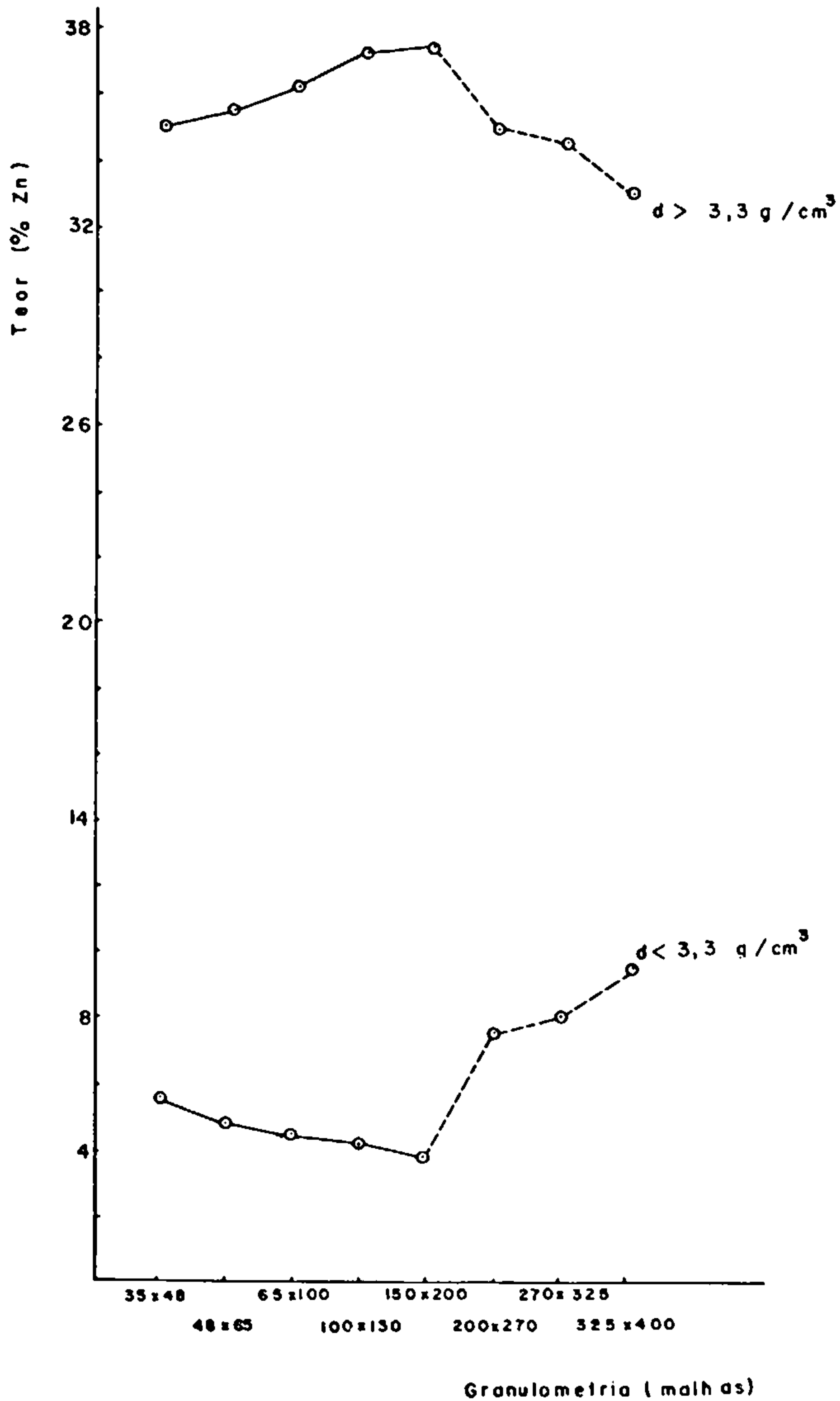
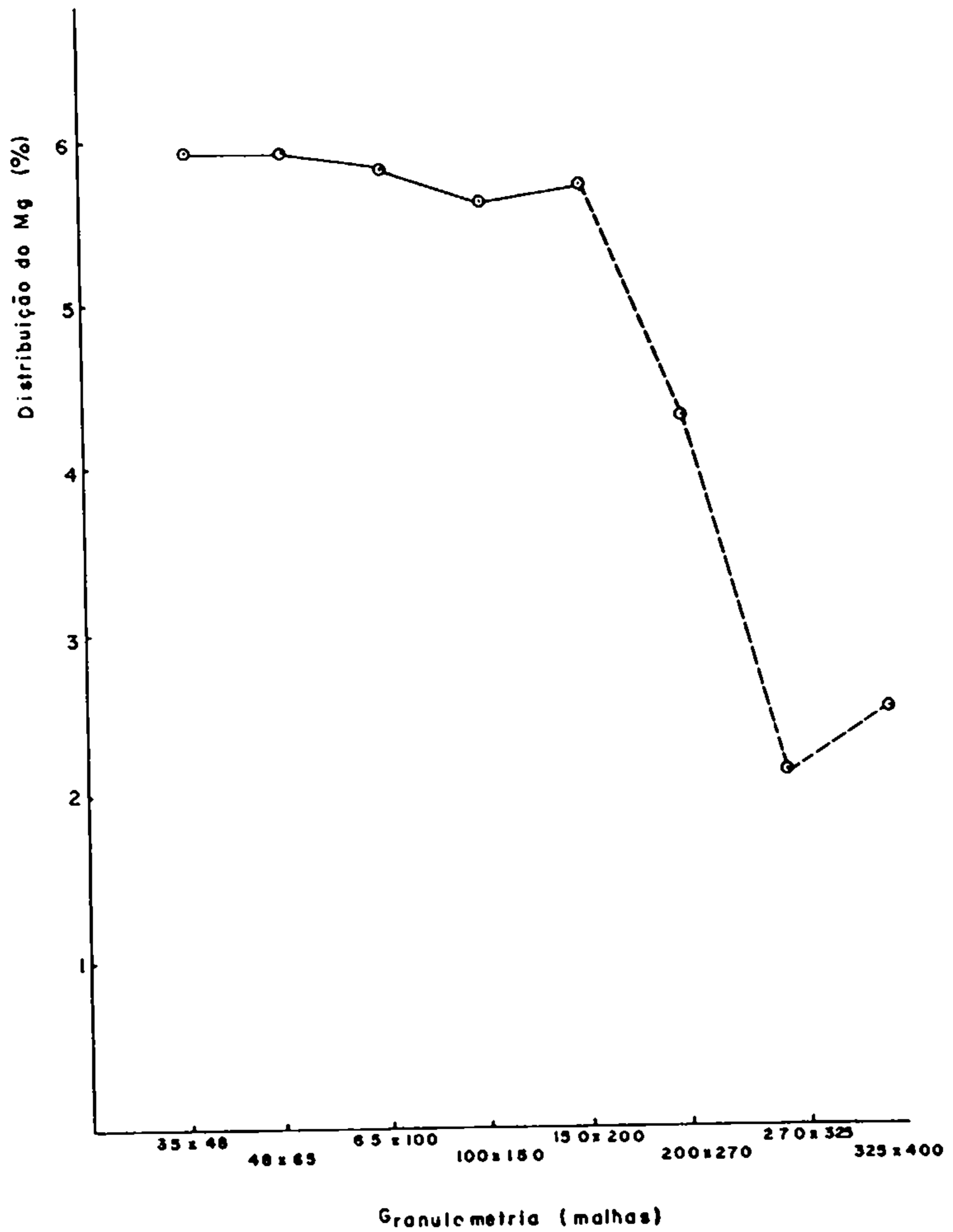


Figura (V-5) - Distribuição do magnésio na fração de densidade maior que 3,3 g/cm<sup>3</sup>

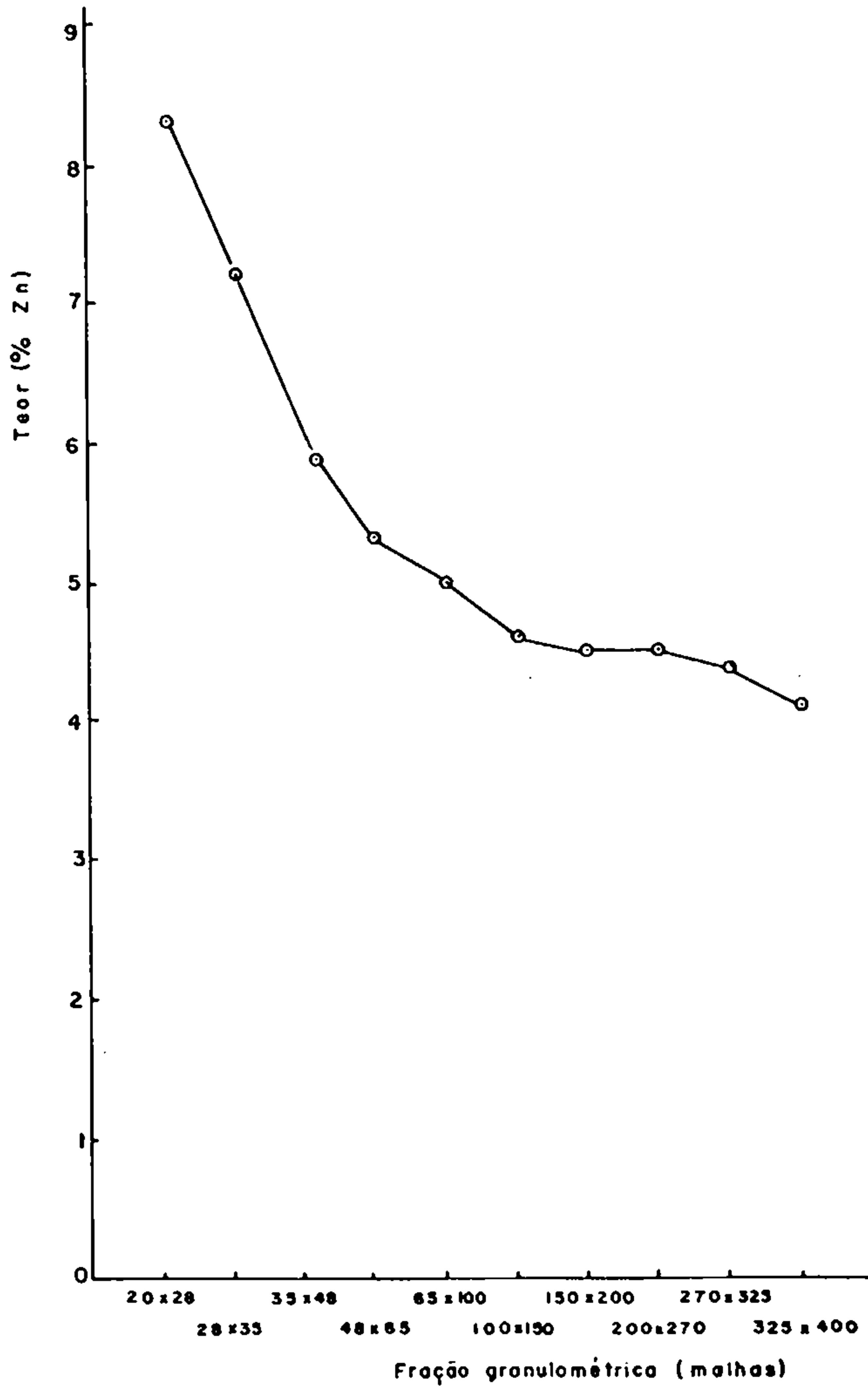


ceus resultados apresentados na tabela (V.7) e nas figuras (V.6 e V.7).

Tabela (V.3) - Resultados da Análise Espectrográfica para Elementos 30

Elemento	Unid.	Amostra 1	Amostra 2
Fe	(%)	15	15
Mg	"	7	7
Ca	"	5	5
Ti	"	0,2	0,2
Mn	(p.p.m.)	2000	2000
Ag	"	15	15
B	"	100	100
Ba	"	200	200
Be	"	2	2
Cd	"	acima de 500	acima de 500
Co	"	300	300
Ge	"	1000	1000
Cu	"	300	300
La	"	20	20
Mo	"	15	15
Nb	"	abaixo de 10	abaixo de 10
Ni	"	150	150
Pb	"	15000	15000
Sc	"	15	15
Sm	"	10(c/interferência)	10(c/interferência)
V	"	200	200
Y	"	30	30
Zn	"	acima de 10000	acima de 10000
Zr	"	100	100

Figura(V-6) - Teor em Zn no produto magnético, em função da granulometria.



Figura(V-7) - Distribuição do zinco na fração não magnética.

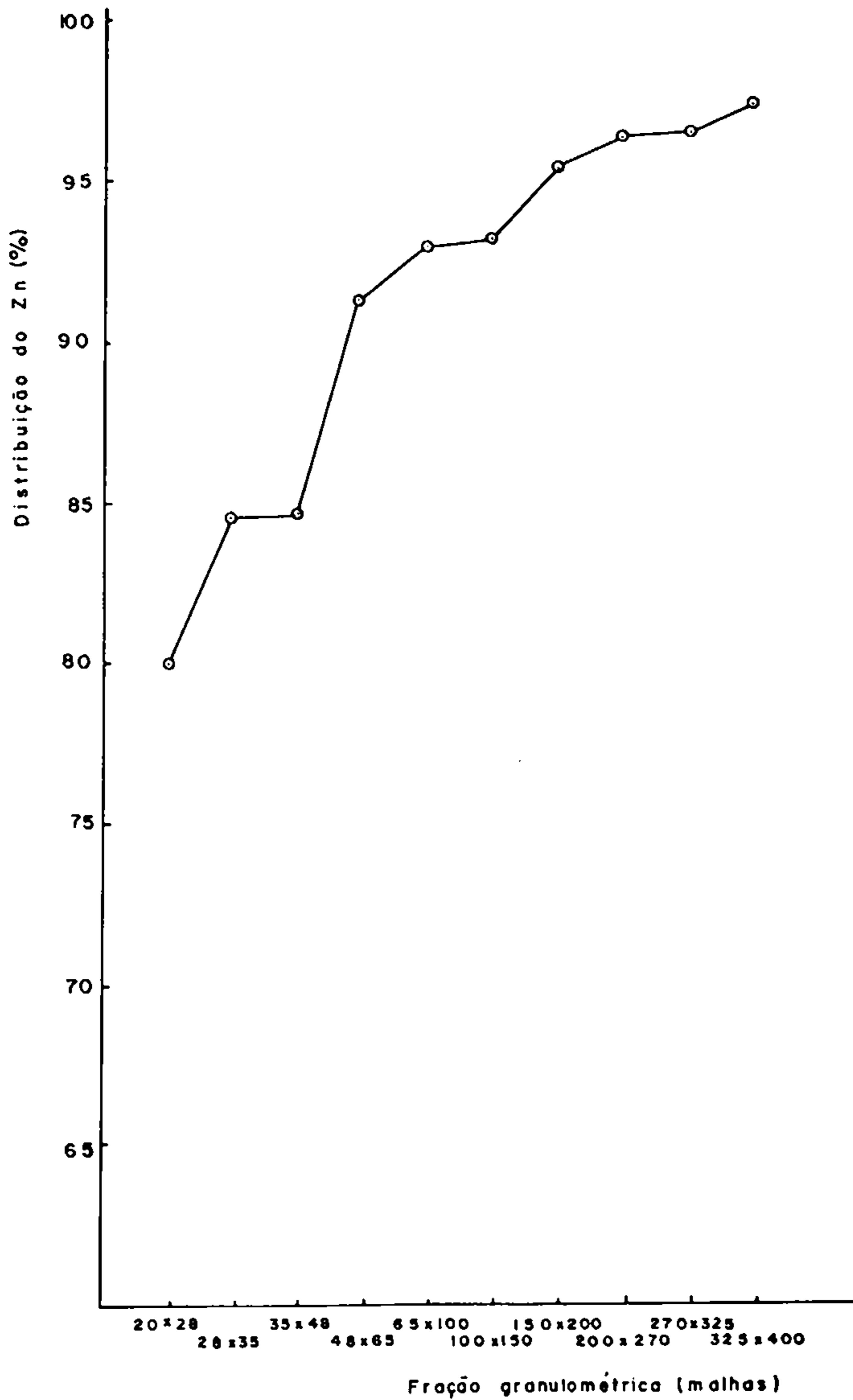


Tabela (V.4) - Composição Química do Minério

Composto	teor (%)
FeO	0,32
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,42
ZnO(t)	15,81
MgO(t)	7,53
CaO(t)	6,44
PbO	0,52
CdO	0,07
K <sub>2</sub> O	2,57
Na <sub>2</sub> O	não detectado
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,56
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,10
SiO <sub>2</sub>	31,50
CO <sub>2</sub>	<u>15,88</u>
	99,72
ZnO (solúvel)	15,25
MgO ( " )	5,28
CaO ( " )	6,44

Tabela (V.5) - Dosagem de Zn e Fe em Dez Amostras Cabeça Pro  
venientes da Pilha de Homogeneização

Amostra Cabeça (nº)	teor em Zn (%)	teor em Fe (%)
3	12,9	10,8
4	12,7	10,7
5	12,8	10,9
6	12,5	10,8
7	12,6	12,5
8	12,5	12,0
9	12,1	12,3
10	12,9	11,2
11	13,2	11,0
12	12,4	11,9
Média	12,7	11,4

#### V.1.7 - Análise por Microscopia

A lâmina delgada de uma seção de hemimorfita apresentou uma predominância de cristais desenvolvidos e prismáticos de hemimorfita, incolores, e normalmente com uma ou duas direções de clivagem típicas. Estes cristais muitas vezes exibem formações radiais perfeitas, havendo em alguns uma impregnação de um material de aspecto pulverulento e coloração amarronzada (provavelmente material limonítico).



Tabela (V.6) - Resultados Obtidos com a Separação em Iodeto de Metileno (densidade 3,3 g/cm<sup>3</sup>)

Granulometria	fração leve		fração pesada		Percentagem do Mg contido
	(% Zn)	(% Mg)	(% Zn)	(% Mg)	
35 x 48	5,6	6,1	35,0	0,7	5,9
48 x 65	4,9	5,9	35,5	0,7	5,9
65 x 100	4,4	5,9	36,3	0,7	5,8
100 x 150	4,3	5,9	37,3	0,7	5,6
150 x 200	3,8	5,8	37,5	0,8	5,7
200 x 270	7,6	4,6	35,0	0,8	4,3
270 x 325	8,0	4,7	34,5	0,8	2,1
325 x 400	9,6	4,9	33,0	1,0	2,5

Tabela (V.7) - Resultados dos Ensaio de Separação Magnética

Fração Granulometria (mesh)	Produto Magnético		Não Magnético
	teor em Zn (%)	distribuição (% Zn)	distribuição (% Zn)
20 x 28	8,3	9,0	80,0
28 x 35	7,2	7,5	84,4
35 x 48	5,9	5,6	84,5
48 x 65	5,3	4,2	91,3
65 x 100	5,0	4,2	92,9
100 x 150	4,6	4,1	93,2
150 x 200	4,5	2,9	95,5
200 x 270	4,5	2,4	96,4
270 x 325	4,4	2,1	96,5
325 x 400	4,1	1,5	97,4

Além da hemimorfita, assinalou-se a presença de grãos de carbonato em pequena quantidade, e de grãos irregulares de opacos.

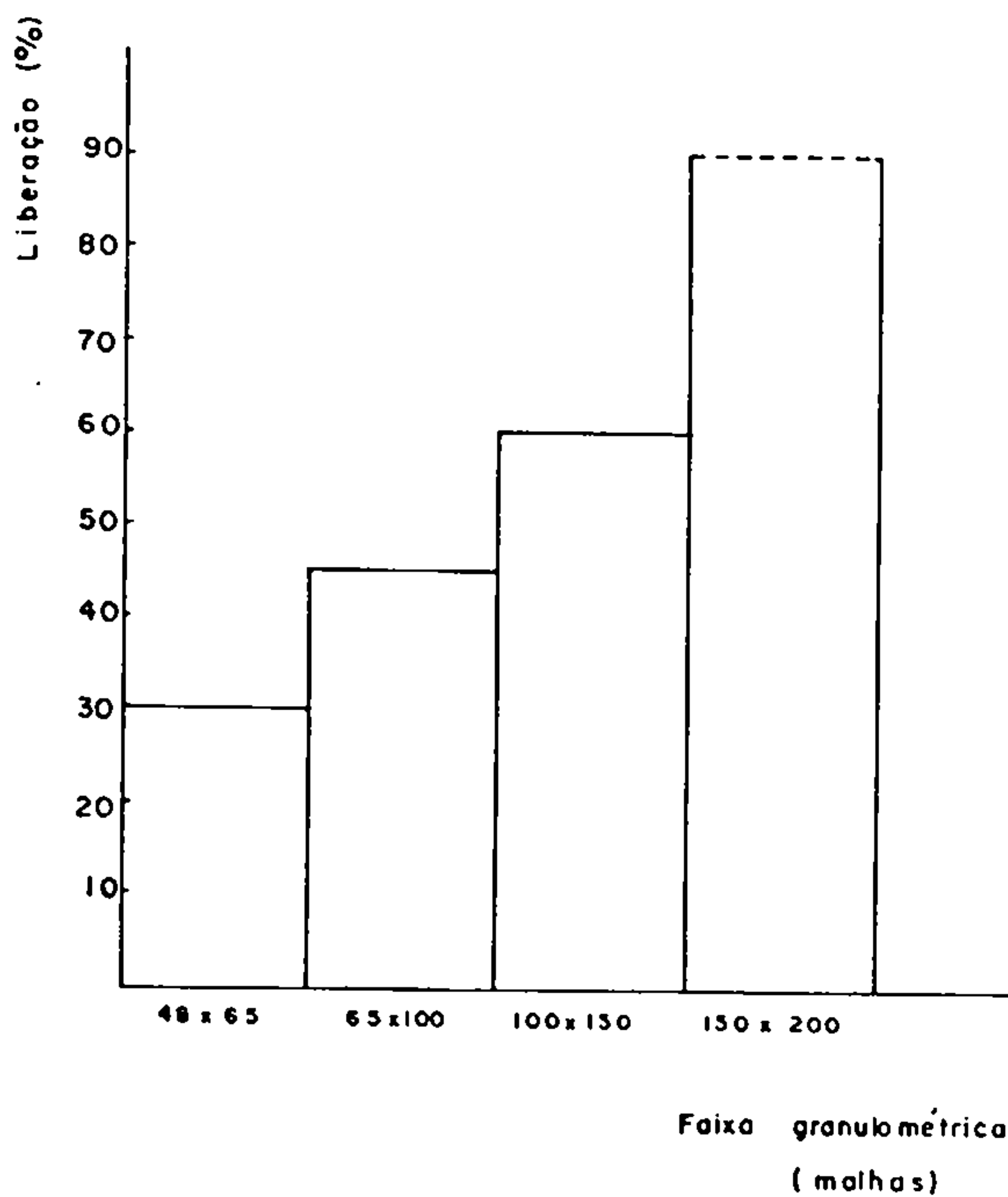
Nas lâminas delgadas de grãos, não causou dificuldades a identificação dos cristais de hemimorfita, porém a caracterização da willemita foi bastante prejudicada não só pela aglomeração dos microcristais, como também pelas impregnações de óxido de ferro que tingiram estes minerais, mascarando sua características. Evidenciou-se ainda a presença de vários cristais de carbonato e de opacos (hematita, magnetita, limonita e, provavelmente, zincita).

O grau de liberação, investigado pelo método de Gaudin, é mostrado na tabela (V.8) e na figura (V.8). Na fração 65 x 100 malhas, observou-se uma liberação dos grãos de carbonato em relação aos opacos de 90% aproximadamente.

Tabela (V.8) - Liberação dos Silicatos de Zinco em Relação aos Opacos, pelo Método de Gaudin

Granulometria (malhas)	Liberação aproximada (%)
65 x 100	30
100 x 150	45
150 x 200	60
200 x 270	acima de 90

Figura (V-8) - Liberação aproximada dos silicatos de zinco em relação aos minerais opacos, (método de GAUDIN)



## V.1.8 - Composição Mineralógica

A composição mineralógica quantitativa a aproximada é apresentada na tabela (V.9).

Tabela (V.9) - Composição Quantitativa Aproximada do Minério

Mineral	(%)
dolomita	21,2
clorita	8,9
mica	11,4
quartzo	12,5
smithsonita	5,5
willemita	6,3
hemimorfita	17,8
hematita	9,6
smectita	5,8
magnetita	1,0

## V.2 - Testes de Moagem

A distribuição granulométrica, de amostras moídas nas mesmas condições durante 5, 10 e 15 minutos, é mostrada na tabela (V.10) e na figura (V.9).

Figura (V-9) - Resultados observados nos testes de moagem

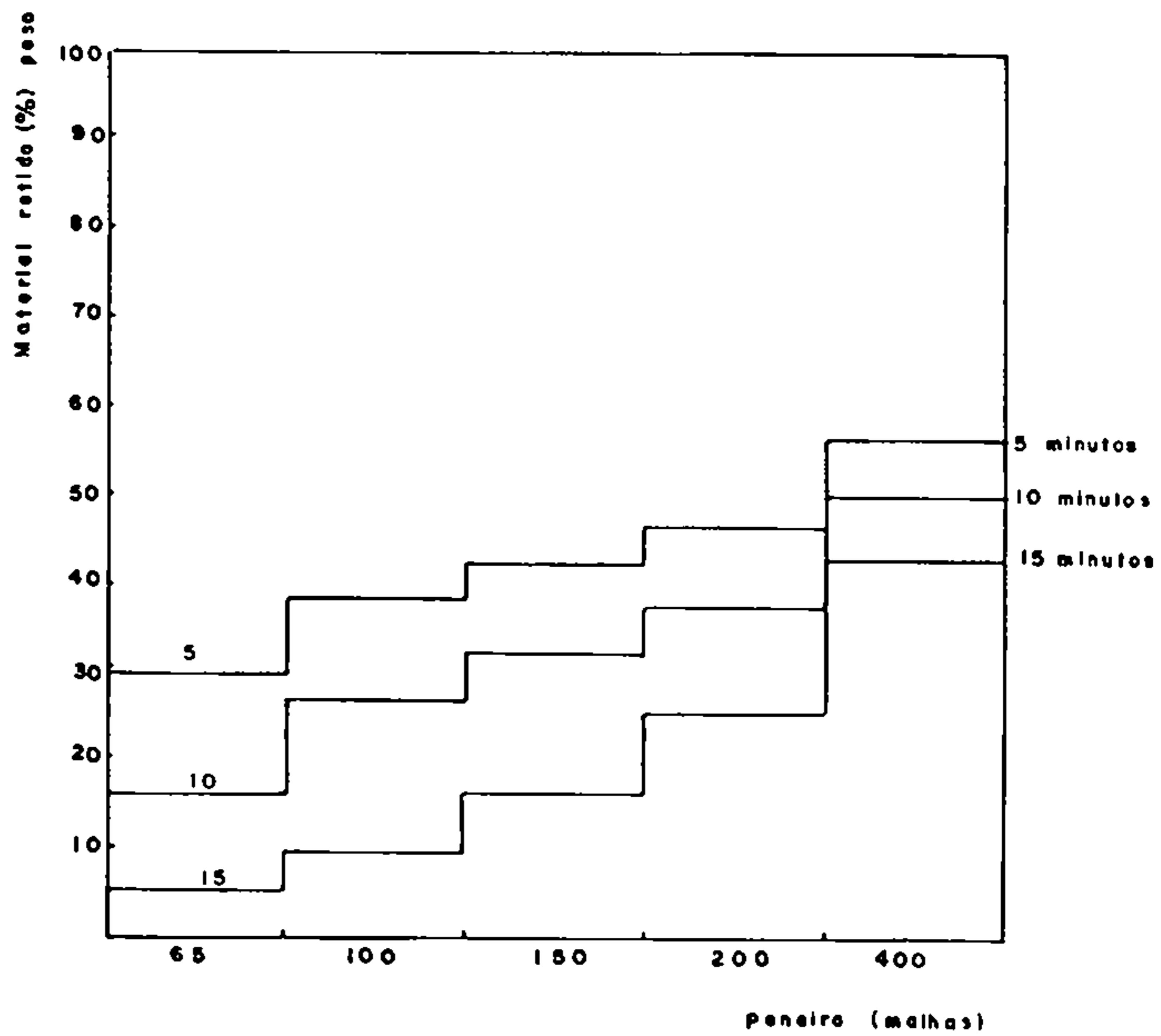


Tabela (V.10) - Resultados Observados nos Testes de Moagem

teste	nº 1 (5 min.)		nº 2 (10 min.)		nº 3 (15 min.)	
	Granulometria (mesh)	peso (g) retido	passante (%)	peso (g) retido	passante (%)	peso (g) retido
65	287	70,4	157	84,0	50	94,9
100	83	61,9	104	73,4	43	90,5
150	42	57,6	55	67,8	62	84,1
200	39	53,6	54	62,3	90	74,9
400	99	43,5	121	50,0	177	56,7
- 400	422		490		553	

## V.3 - Flotação

Conforme foi visto no item (IV.5), o estudo de flotação, em sua fase preliminar, envolveu a realização de testes que visavam definir a linha de processo que se deveria seguir.

Nos testes com xantato, o teor máximo alcançado foi de 12,1% em Zn, no teste em que não se usou aquecimento da polpa. Em todos os testes, a percentagem, em peso, de material flotado foi insignificante.

Os resultados obtidos na tentativa de se realizar uma flotação inversa, com um sulfonato de petróleo e com ácidos graxos, são apresentados nas tabelas (V. 11) e (V. 12), respectivamente.

Tabela (V.11) - Resultados Obtidos na Flotação Inversa com o AERO 825

AERO 825 (g/t)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g/t)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (g/t)	pH	Não Flotado	
					teor(% Zn)	distrib. (% Zn)
250	500			9,0	17,2	94,6
1500	500			9,1	18,4	72,4
1500		250		9,0	19,6	67,7
1500		1500		10,0	19,6	63,6
1500			500	5,5	17,6	62,0
1500			3000	5,3	17,8	74,8
1500			12000	5,0	18,4	87,2



Tabela (V.12) - Resultados Obtidos na Flotação Inversa com Ácidos Graxos

coletor	concent. (g/t)	flotado	
		teor(% Zn)	distrib.do Zn(%)
ácido oleico	250	19,8	77,9
ácido oleico	500	20,0	85,7
ácido oleico	1000	22,0	89,4
oleato de sódio	250	20,0	81,2
oleato de sódio	1000	19,0	96,7
ácido esteárico	250	13,4	1,1
ácido esteárico	1000	13,2	1,0

### V.3.1 - Escolha da Amina

O resultado obtido com cada amina, em termos de teor e de recuperação, é apresentado na tabela (V.13).

### V.3.2 - Testes com sulfetação

Diante dos resultados negativos dos testes iniciais, introduziu-se uma etapa de sulfetação prévia da polpa com sulfeto de sódio. As quatro aminas que demonstraram melhor poder coletor, foram testadas. Os resultados são apresentados na tabela (V.14).

Tabela (V. 13) - Resultados Obtidos com cada uma das Aminas Testadas

Aminas		Concent. (g/t)	concentrado	
Fabricante	Nome Co mercial		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
ARMOUR	Armac T	50	12,0	1,2
		250	11,0	7,7
HOECHST	Flotigan OA	50	11,0	1,0
		250	8,5	2,4
STEETLEY	FB Amine CA	50	10,5	0,7
		250	7,5	3,1
HOECHST	Hoe F 2792	50	11,0	2,7
		250	14,5	12,5
ASHLAND	Arosurf MG 83-A	50	11,0	1,4
		250	10,5	11,0
HOECHST	Flotigan SA	50	14,0	1,1
		250	13,5	4,0
HOECHST	Hoe F 2603	50	11,5	0,7
		250	10,5	1,1
STEETLEY	FB Amine 526	50	11,5	1,5
		250	12,5	2,1
ARMOUR	Armac C	50	9,0	1,8
		250	15,5	18,6
HOECHST	Flotigan CA	50	8,0	2,0
		250	12,0	11,2
PIERREFITTE	Cataflot	50	11,0	1,0
AUBY	P39	250	14,5	3,0
HOECHST	Hoe F 2642	50	11,5	2,5
		250	13,0	4,7

Tabela (V.14) - Resultados Obtidos nos Testes com Sulfetação

Teste	Coletor	Concent. (g/t)	Resultado	
			teor(% Zn)	distrib.(% Zn)
26	Flotigan CA	500	25,4	41,1
27			24,0	34,3
28	Hoe F 2792	500	40,5	52,1
29			42,5	57,5
30	Armac C	500	31,5	49,1
31			26,8	40,4
32	AROSURF MG83A	500	37,5	66,1
33			41,3	58,7

## V.3.3 - Escolha dos Modificadores

As tabelas (V.15) a (V.22) a seguir, mostram os resultados obtidos com cada um dos modificadores em dois níveis de concentração.

Tabela (V.15) - Resultados Obtidos nos Testes com Silicato de Sódio

Coletor (500 g/t)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	500	17,1	37,1	52,6
Hoe F 2792	1500	17,5	38,9	75,6
Arosurf	500	17,5	33,5	56,5
Arosurf	1500	16,7	32,2	58,4

Tabela (V.16) - Resultados Obtidos nos Testes com o Dispersor Hoe F 2758 da HOECHST

Coletor (500 g/t)	Hoe F 2758 (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	100	16,9	37,5	52,3
Hoe F 2792	500	16,9	42,3	47,3
Arosurf	100	16,8	29,3	51,1
Arosurf	500	16,9	26,8	37,5

Tabela (V.17) - Resultados Obtidos nos Testes com Metafosfato de Sódio

Coletor (500 g/t)	Calgon (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	100	17,3	40,5	55,8
Hoe F 2792	500	16,1	42,5	60,1
Arosurf	100	16,9	32,8	65,1
Arosurf	500	16,8	35,0	62,0

Tabela (V.18) - Resultados Obtidos nos Testes com o Modificador 23 da STEETLEY

Coletor (500 g/t)	M23 (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	100	17,0	41,3	61,4
Hoe F 2792	500	17,0	42,6	67,3
Arosurf	100	17,0	36,5	64,8
Arosurf	500	16,9	37,0	73,6

Tabela (V.19) - Resultados Obtidos nos Testes com Dicromato de Sódio

Coletor (500 g/t)	Dicromato (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	500	16,4	28,0	44,2
Hoe F 2792	1500	16,1	19,3	18,9
Arosurf	500	16,8	24,6	35,6
Arosurf	1500	17,3	14,9	18,0

Tabela (V.20) - Resultados Obtidos nos Testes com o Depressor 128 da STEETLEY

Coletor (500 g/t)	D 128 (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	250	16,6	36,1	59,6
Hoe F 2792	500	16,4	37,0	58,9
Arosurf	250	16,9	29,5	63,1
Arosurf	500	16,6	32,3	61,7

Tabela (V.21) - Resultados Obtidos nos Testes com Ácido Cítrico

Coletor (500 g/t)	Ácido Cítrico (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	250	16,7	33,5	35,3
Hoe F 2792	500	16,5	37,6	50,8
Arosurf	250	16,7	26,1	39,7
Arosurf	500	16,3	27,0	36,0

Tabela (V.22) - Resultados Obtidos nos Testes com Quebracho

Coletor (500 g/t)	Quebracho (g/t)	teor (% Zn)		Recuper. (% Zn)
		aliment.	concent.	
Hoe F 2792	50	16,6	31,2	28,8
Hoe F 2792	250	16,0	37,0	47,9
Arosurf	50	16,7	31,8	48,7
Arosurf	250	16,7	32,3	50,5

## V.3.4 - Testes Programados por Planejamento Fatorial

Nesta série de experimentos, estudou-se três variáveis a dois níveis. As variáveis estudadas foram o Modificador 23 (A), o Calgon (B) e o Depressor 128 (C). O nível alto corresponde a uma concentração de 500 g/t, enquanto o nível baixo significa a não utilização do respectivo modificador. As respostas em termos de teor e de recuperação dos testes realizados em duplicatas são apresentadas na tabela(V.23).

Tabela (V.23) - Resultados Obtidos nos Testes Programados por Planejamento Fatorial

Código do Tratamento	Resposta			
	teor (% Zn)		Recuper. em Zn (%)	
(1)	30,3	35,0	64,8	52,4
a	40,8	42,6	74,3	67,3
b	41,5	41,3	57,0	47,1
ab	42,3	39,3	82,3	92,0
c	32,3	37,0	60,5	58,9
ac	34,8	29,0	17,3	14,8
bc	38,5	39,8	67,5	50,8
abc	43,3	43,3	65,8	60,6



A consistência e a significância destas respostas foram analisadas estatisticamente, através do cálculo da razão F e do desvio padrão normalizado t. Os valores encontrados são apresentados nas tabelas (V.24) e (V.25), respectivamente.

Tabela (V.24) - Valores Obtidos no Cálculo da Razão F Através do Yates da Consistência

Código do Tratamento	Efeito	Razão F	
		Teor	Recuperação
(1)	T		
a	A	1,03	3,02
b	B	5,38	2,35
ab	AB	1,51	1,56
c	C	1,47	1,25
ac	AC	1,21	1,49
bc	BC	2,40	2,53
abc	ABC	2,35	3,02

Tabela (V.25) - Valores Obtidos para t no Yates da Significância

Código do Tratamento	Efeito	t	
		Teor	Recuperação
(1)	T		
a	A	2,05	0,58
b	B	4,95	4,25
ab	AB	0,58	5,32
c	C	1,58	5,31
ac	AC	1,47	6,55
bc	BC	1,68	2,77
abc	ABC	3,45	1,87

#### V.3.5 - Concentração dos Reagentes

Os teores obtidos nos testes iniciais desta série são apresentados na tabela (V.26) e na figura (V.10). A tabela (V.27) e a figura (V.11) mostram as recuperações alcançadas.

Figura (V-10) - Teor em Zn no concentrado da flotação, em função da concentração do sulfeto de sodio e da amina Hoe F 2792

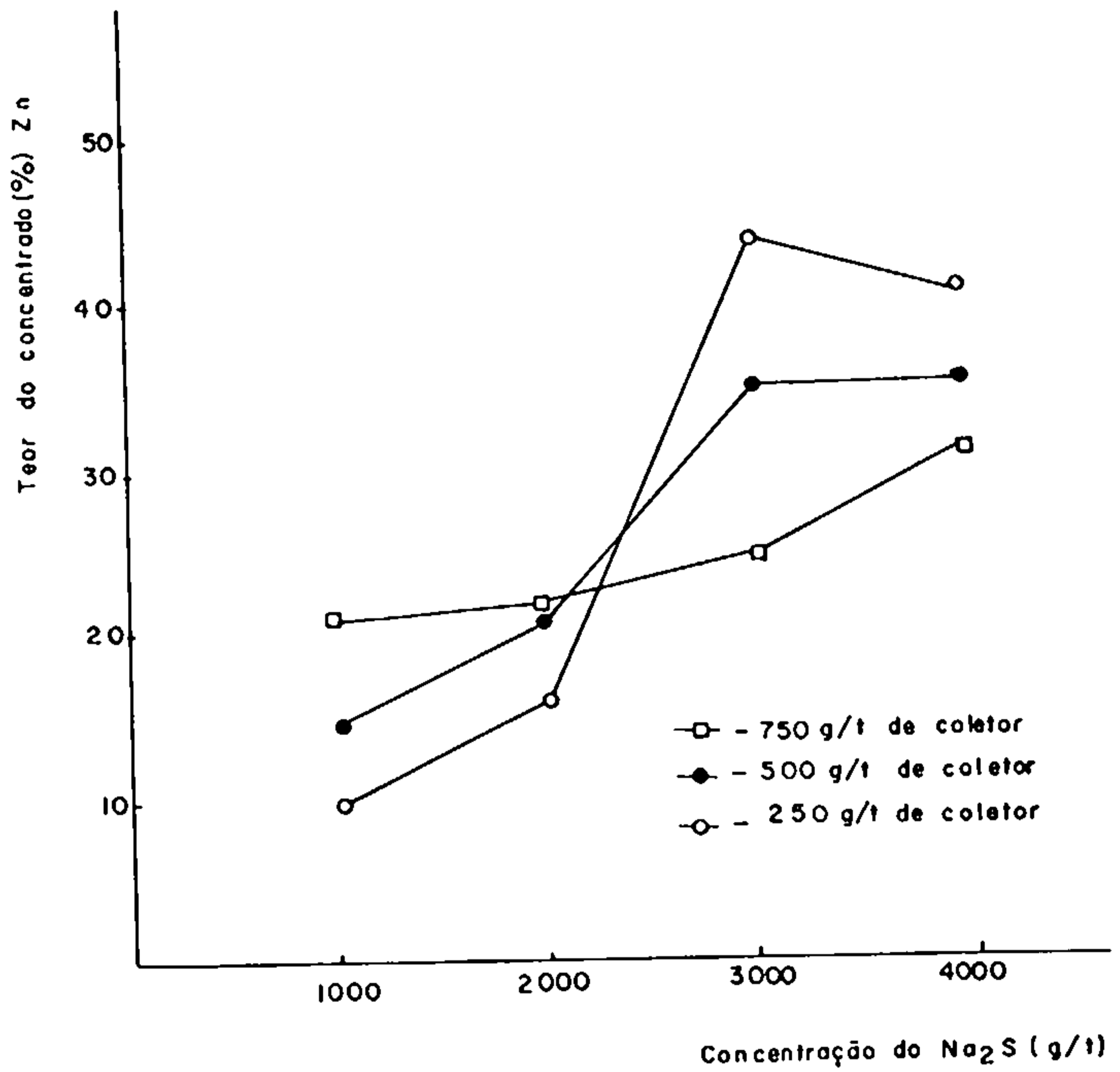


Figura (V-11) - Recuperação do Zn no concentrado da flotação, em função da concentração do sulfeto de sódio e da amina Hoe F 2792

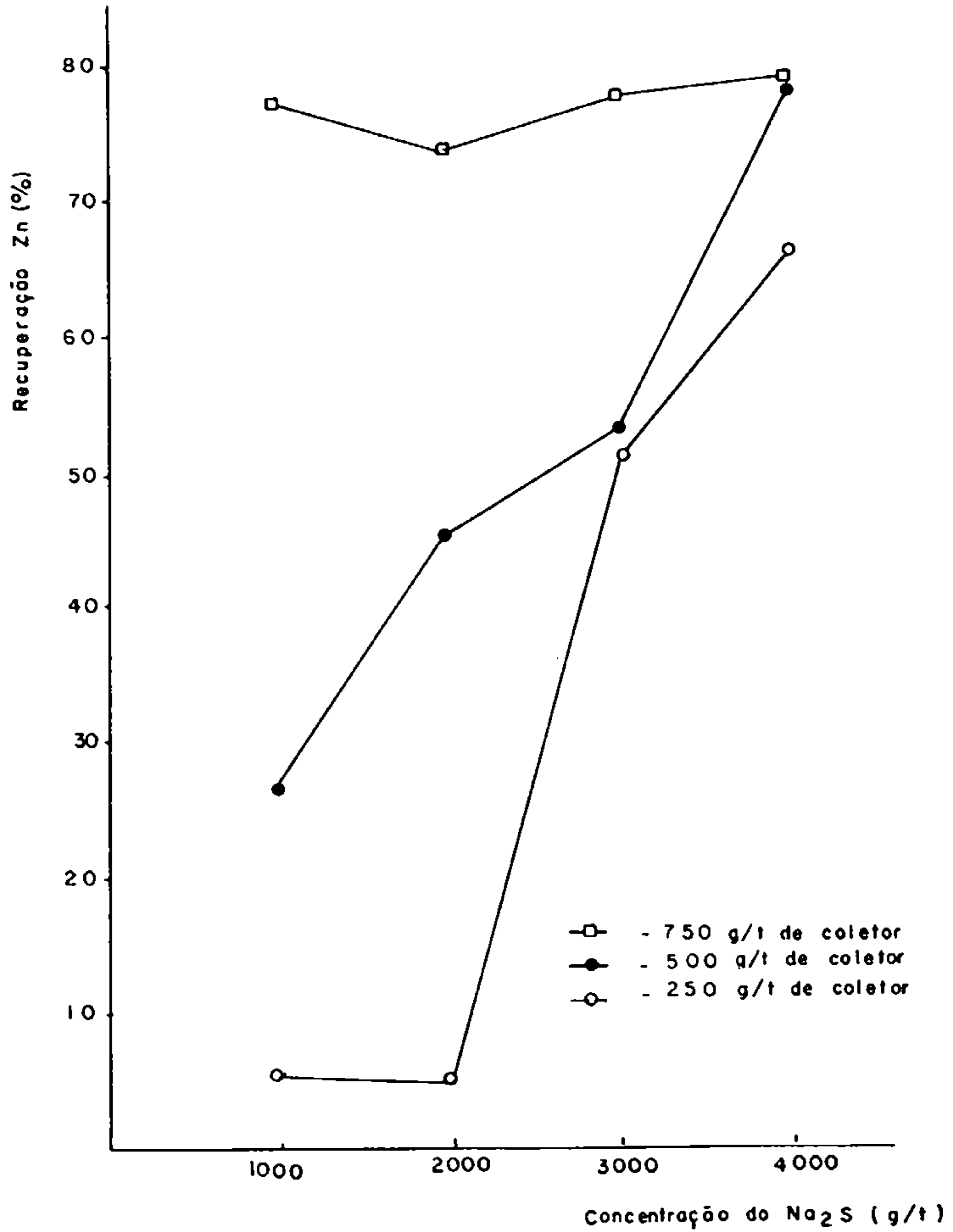


Tabela (V.26) - Teor Obtido em Função da Concentração do Sulfetante e do Coletor

Concentração (g/t)	Na <sub>2</sub> S			
	1000	2000	3000	4000
250	9,6	15,6	43,8	41,0
Hoe F 2792 500	14,8	20,5	35,0	35,0
750	21,0	21,9	24,4	31,3

Tabela (V.27) - Recuperação do Zinco no Concentrado em Função da Concentração do Sulfetante e do Coletor

Concentração (g/t)	Na <sub>2</sub> S			
	1000	2000	3000	4000
250	5,5	4,8	51,1	62,2
Hoe F 2792 500	26,6	44,9	52,4	78,2
750	77,2	72,6	77,4	78,6

A variância destes resultados foi analisada pelo cálculo da Razão F a partir da tabela ANOVA. Os valores calculados são mostrados nas tabelas (V.28) e (V.29), onde S.Q., G.L. e M.Q., são abreviaturas de Soma dos Quadrados, Grau de Liberdade e Média Quadrática.

Tabela (V.28) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Teor de Zn no Concentrado, em Função da Concentração do Coletor e do  $\text{Na}_2\text{S}$ .

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre Conc. Col.	22,10	2	11,05	4,36	19,30
Entre Conc. $\text{Na}_2\text{S}$	966,50	3	322,17	6,68	4,76
-Comp. Linear	877,84	1	877,84	18,20	5,99
-Comp.Quadrática	8,17	1	8,17	5,90	234,00
-Comp. Cúbica	80,50	1	80,50	1,67	5,99
Resíduo	289,40	6	48,23		
Total	1278,00	11			

Tabela (V.29) - Cálculo da Razão F para Resposta em Recuperação do Zn no Concentrado, em Função da Concentração do Coletor e do  $\text{Na}_2\text{S}$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre Conc. Col.	4707,66	2	2353,76	7,40	5,14
-Comp. Linear	4441,53	1	4441,53	13,96	5,99
-Comp.Quadrática	266,13	1	266,13	1,20	234,00
Entre Conc. $\text{Na}_2\text{S}$	3129,53	3	1043,18	3,28	4,76
Resíduo	1908,49	6	318,08		
Total	9745,55	11			

Nos testes seguintes, com as concentrações do coletor e do sulfetante mantidas constantes, procurou-se a melhor concentração para os modificadores. Os resultados em termos de teor e recuperação no concentrado, são apresentados nas tabelas (V.30) e (V.31) e nas figuras (V.12) e (V.13).

Tabela (V.30) - Teores em Zn Obtidos em Função da Concentração dos Modificadores

Concentração (g/t)	M23		
	250	500	750
250	44,5	45,0	43,0
Calgon 500	44,0	43,3	43,3
750	44,5	43,5	43,3

Tabela (V.31) - Recuperação do Zinco no Concentrado em Função da Concentração dos Modificadores

Concentração (g/t)	M23		
	250	500	750
250	32,0	40,7	73,3
Calgon 500	75,5	83,6	73,3
750	67,6	56,2	63,5

Figura (V-12) .Influência da concentração do M23 e do calgon no teor em Zn do concentrado

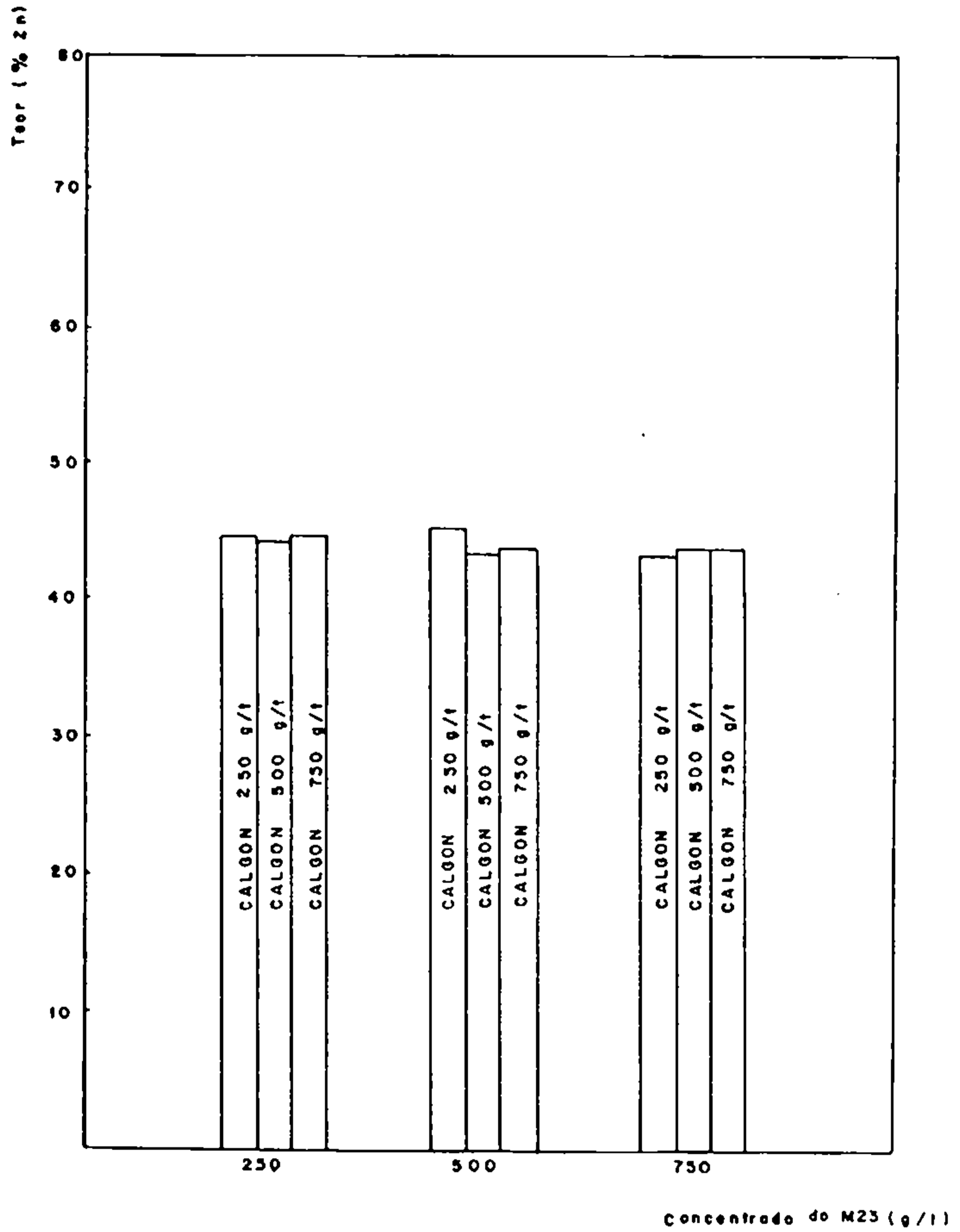
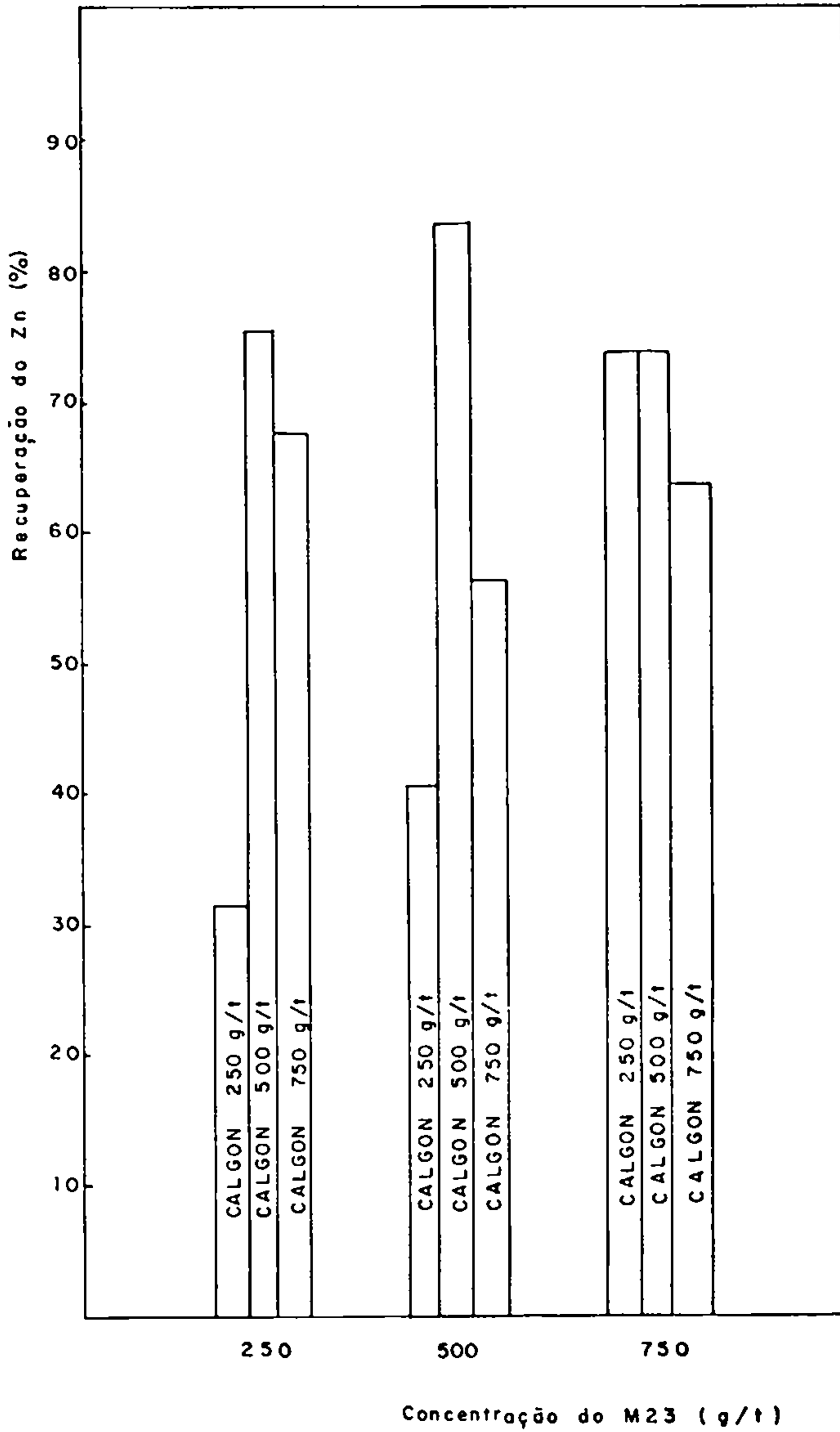




Figura (V-13)- Influência da concentração do M 23 e do calgon na recuperação em Zn no concentrado.



A análise estatística destes resultados é apresentada nas tabelas (V.32) e (V.33).

Tabela (V.32) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Teor de Zn no Concentrado, em Função da Concentração dos Reagentes Modificadores

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre conc. M23	1,99	2	0,99	3,00	6,49
Entre conc.Calgon	0,62	2	0,31	1,06	19,20
Resíduo	1,33	4	0,33		
Total	3,94	8			

Tabela (V.33) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Recuperação do Zn no Concentrado, em Função da Concentração dos Reagentes Modificadores

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre conc. M23	236,70	2	118,35	1,77	19,20
Entre conc.Calgon	1244,96	2	622,48	2,97	6,49
Resíduo	836,88	4	209,22		
Total	2318,54	8			

#### V.3.6 - Tempo de Condicionamento dos Reagentes e Rotação da Célula

Conforme foi visto no capítulo anterior, o

tempo de condicionamento para o sulfeto de sódio foi estudado em conjunto com o parâmetro da rotação da célula; os resultados alcançados são mostrados nas tabelas (V.34), (V.35) e (V.36) e nas figuras (V.14), (V.15) e (V.16).

Tabela (V.34) - Resultados Obtidos com uma Rotação da Célula de 900 r.p.m., em Função do Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio

Alimentação teor (% Zn)	t.cond. (min.)	concentrado	
		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
16,8	2	37,3	90,0
16,3	4	37,0	90,2
16,5	6	35,5	90,6
16,6	8	39,4	88,5
16,6	10	40,3	64,4

Tabela (V.35) - Resultados Obtidos com uma Rotação da Célula de 1000 r.p.m., em Função do Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio

Alimentação teor (% Zn)	t.cond. (min.)	concentrado	
		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
16,8	2	36,8	90,8
16,6	4	36,0	90,7
16,4	6	39,1	88,3
16,5	8	41,9	80,3
16,8	10	42,5	69,0
16,8	12	40,8	17,2

Figura (V-14) - Influência do tempo de condicionamento do sulfato de sódio  
(rotação da célula, 900 rpm)

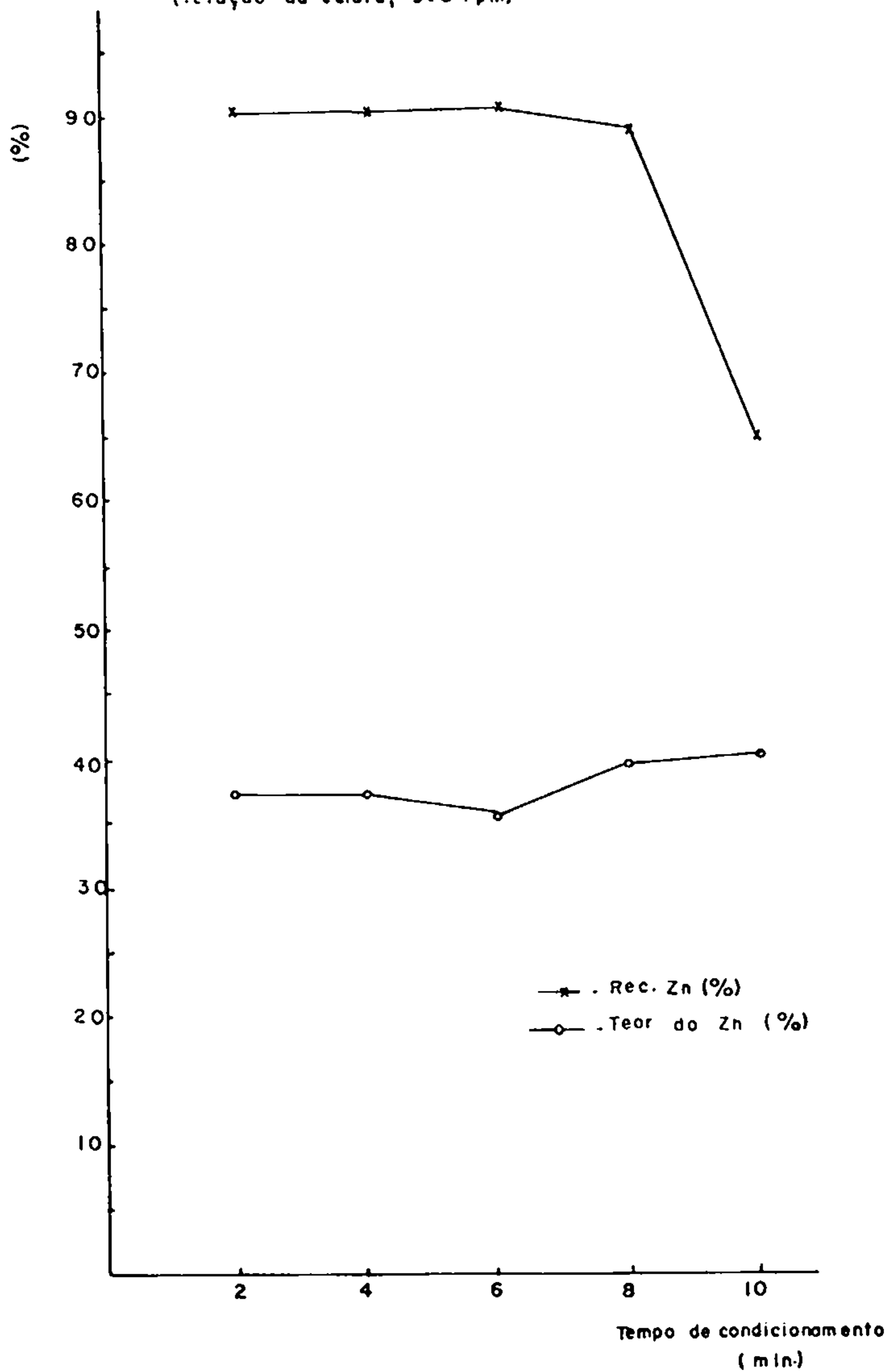


Figura (V-15) - Influência do tempo de condicionamento do sulfeto de sódio (rotação da célula, 1000 rpm)

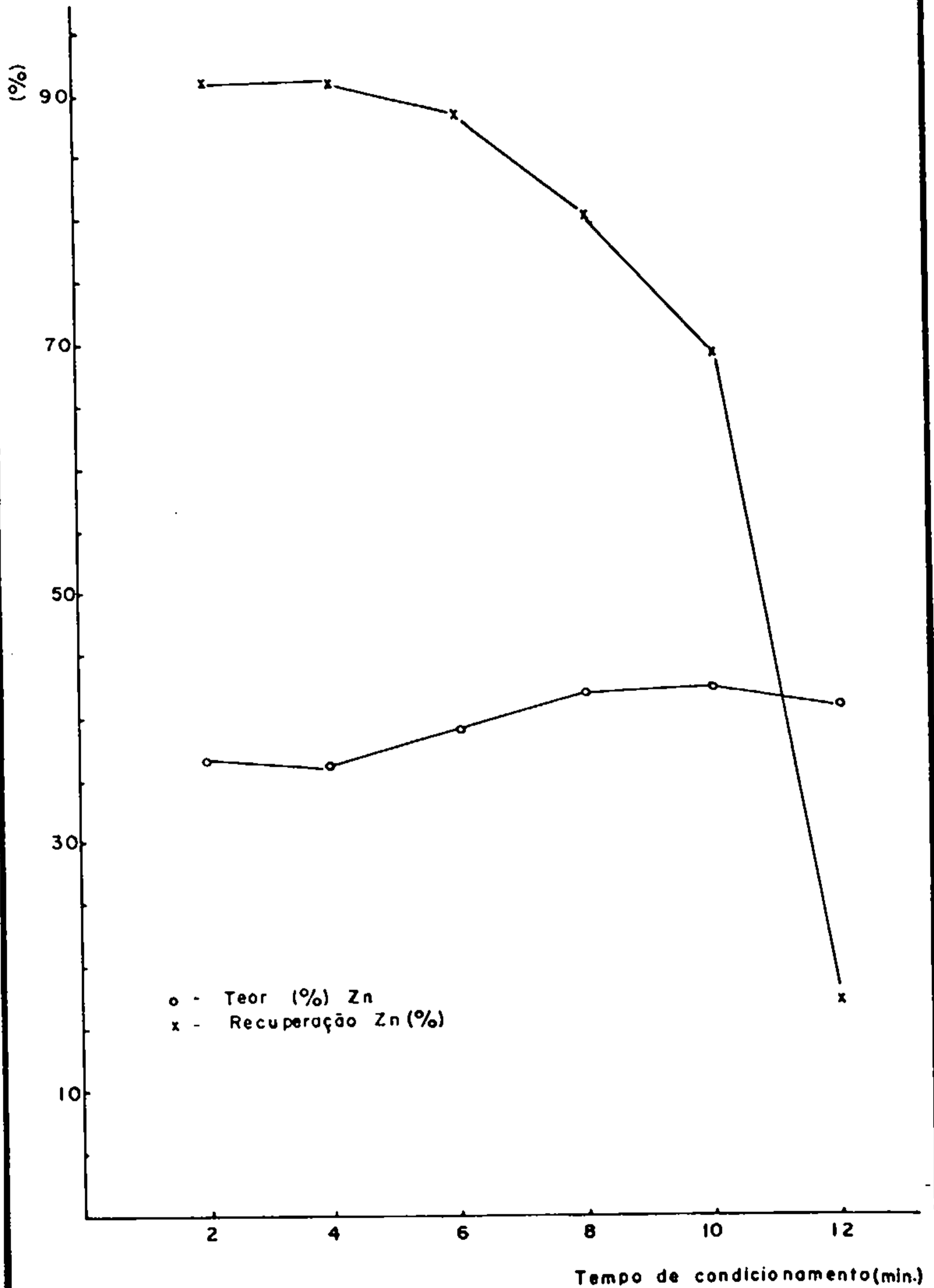


Figura (V-16)- Influência do tempo de condicionamento do sulfeto de sódio (rotação da célula, 1100 rpm).

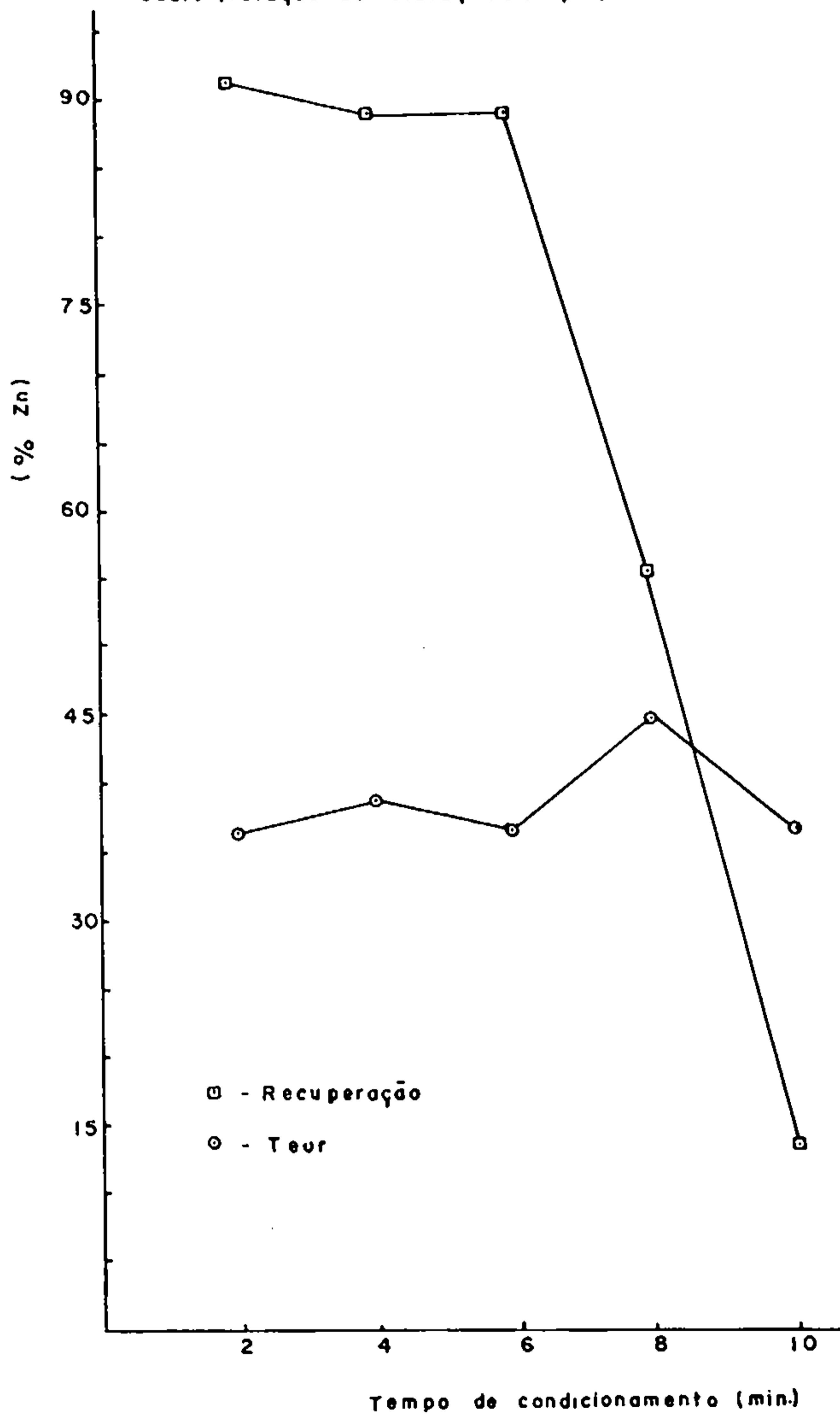


Tabela (V.36) - Resultados Obtidos com uma Rotação da Célula de 1100 r.p.m., em Função do Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio

Alimentação teor (% Zn)	t.cond. (min.)	concentrado	
		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
16,7	2	36,5	91,3
16,8	4	38,5	88,7
16,9	6	36,0	91,5
17,0	8	44,5	55,0
17,5	10	35,8	12,4

As tabelas (V.37) e (V.38), a seguir, apresentam a tabela A:OVA e o valor da Razão F calculado para os resultados desta série de testes.

Tabela (V.37) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Teor de Zn no Concentrado, em Função do Tempo de Condi<sub>u</sub>cionamento do Na<sub>2</sub>S e da Rotação da Célula

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre rot. célula	0,39	2	0,20	29,15	19,40
-Comp. linear	0,32	1	0,32	18,21	239,00
-Comp. quadrática	0,07	1	0,07	83,28	239,00
Entre t.cond.Na <sub>2</sub> S	92,72	4	23,18	3,98	3,84
-Comp. linear	30,60	1	30,60	5,25	5,32
-Comp. quadrática	4,09	1	4,09	1,43	239,00
-Comp. cúbica	14,15	1	14,15	2,43	5,32
-Comp. quártica	43,88	1	43,88	7,52	5,32
Resíduo	46,60	8	5,83		
Total	139,71	14			



Tabela (V.38) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Recuperação do Zn no Concentrado, em Função do Tempo de Condicionamento do  $\text{Na}_2\text{S}$  e da Rotação da Célula

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre rot. célula	909,61	2	454,81	2,16	4,46
Entre t.cond. $\text{Na}_2\text{S}$	3966,61	4	991,65	4,71	3,84
-Comp. linear	2968,09	1	2968,09	14,09	5,32
-Comp. quadrática	937,20	1	937,20	4,45	5,32
-Comp. cúbica	40,14	1	40,14	5,25	239,00
-Comp. quártica	21,18	1	21,18	9,94	239,00
Resíduo	1684,96	8	210,62		
Total	6561,18	14			

O melhor tempo de condicionamento para os modificadores foi investigado numa série de testes cujos resultados são apresentados nas tabelas (V.39) e (V.40).

Tabela (V.39) - Teores em Zn Obtidos em Função do Tempo de Condicionamento dos Modificadores

tempo de condicionamento (min.)	M23			
	1	3	5	
1	37,0	65,4	63,8	
Calgon	5	30,4	50,1	31,5
10	52,6	51,1	32,8	

Tabela (V.40) - Recuperação do Zn no Concentrado, em Função do Tempo de Condicionamento dos Modificadores

tempo de condicionamento (min.)	M23		
	1	3	5
1	37,0	65,4	63,8
Calgon 5	30,4	50,1	31,5
10	52,6	51,1	32,8

A análise da variância destes resultados é apresentada nas tabelas (V.41) e (V.42).

Tabela (V.41) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Teor de Zn no Concentrado, em Função do Tempo de Condicionamento dos Reagentes Modificadores

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre t.cond. M23	0,60	2	0,30	2,27	19,20
Entre t.cond.calgon	3,90	2	1,95	2,87	6,49
Resíduo	2,71	4	0,68		
Total	7,21	8			

Tabela (V.42) - Cálculo da Razão F para a Resposta em Recuperação do Zn no Concentrado, em Função do Tempo de Condicionamento dos Reagentes Modificadores

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.	F calc.	F tab.(5%)
Entre t.cond.M23	413,27	2	206,64	1,42	6,49
Entre t.cond.calgon	491,11	2	245,56	1,68	6,49
Resíduo	584,00	4	146,00		
Total	1488,38	8			

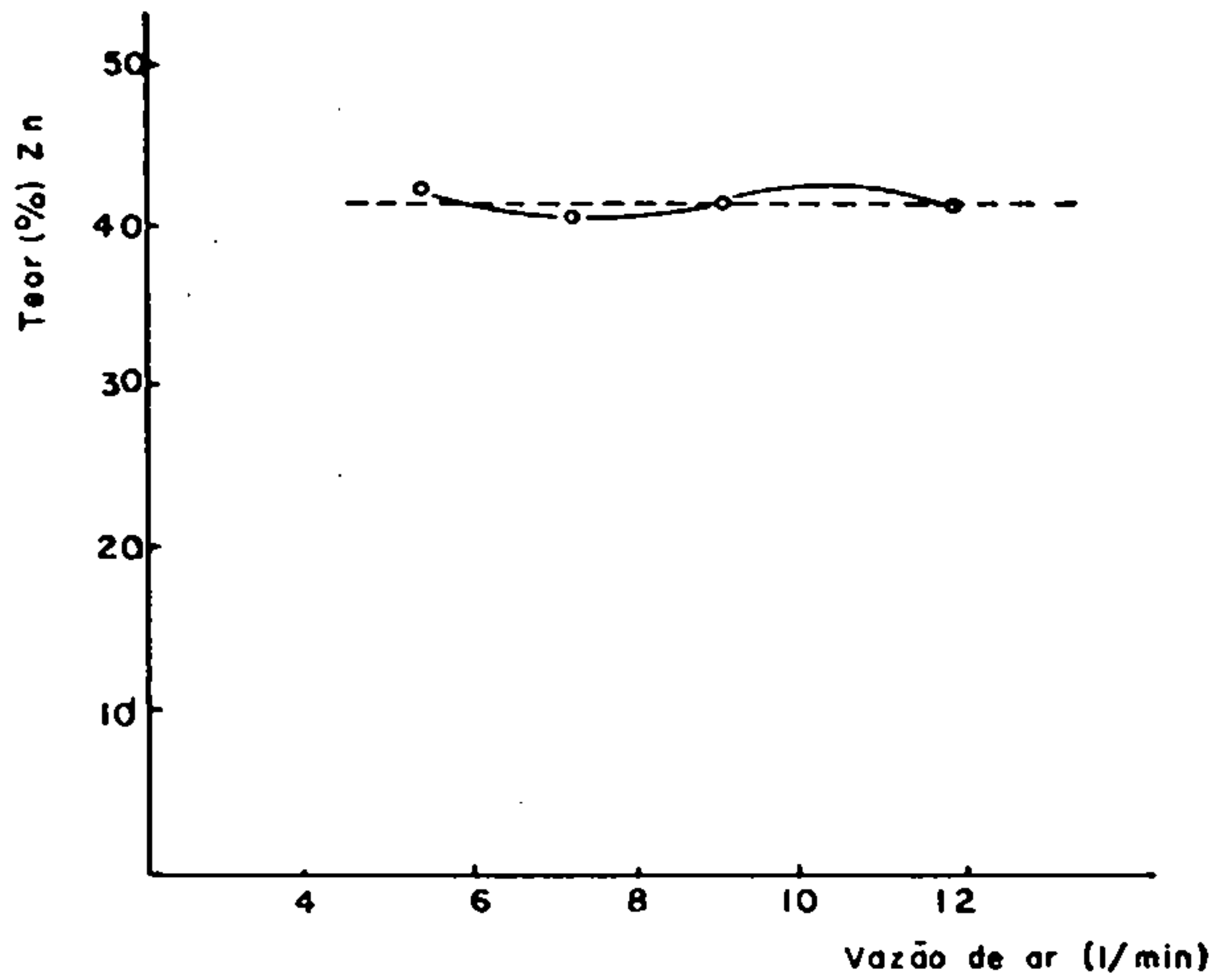
### V.3.7 - Aeração da Polpa

Os resultados desta série de testes em que variou-se a vazão de entrada de ar na célula, são apresentados na tabela (V.43) e nas figuras (V.17) e (V.18).

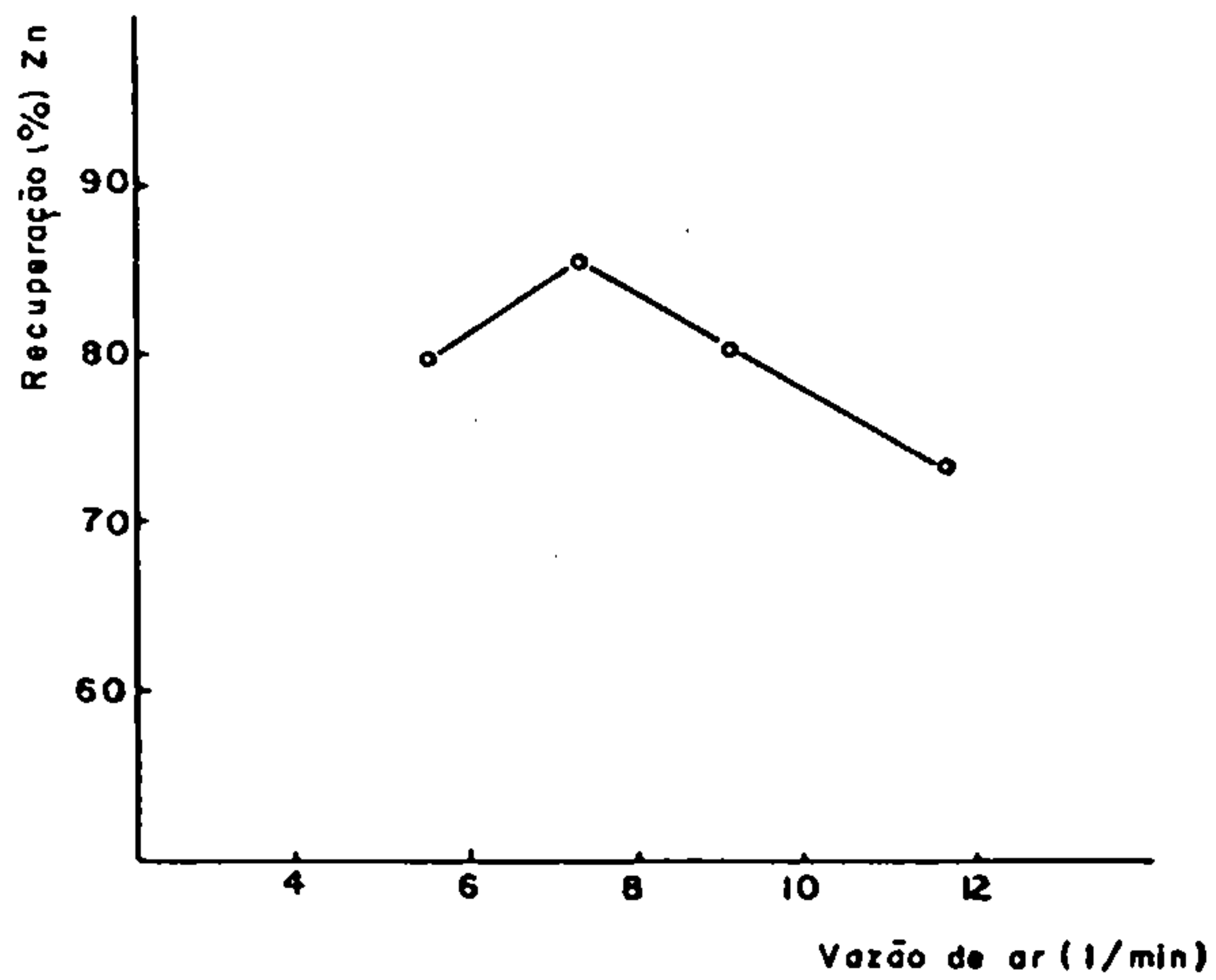
Tabela (V.43) - Resultados Obtidos para Diferentes Aerações de Polpa

Aeração (l/min)	Alimentação teor (% Zn)	concentrado	
		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
5,4	16,7	42,0	80,4
7,2	16,6	40,3	86,1
9,0	16,9	41,0	81,3
10,8	17,1	40,8	73,4

Figura(V-17)-Influência da aeração no teor do concentrado-



Figura(V-18) -Influência da aeração na recuperação do zinco no concentrado



## V.3.8 - Qualidade de Água

Realizou-se testes de flotação com água de torneira, água desionizada e água destilada. Os resultados são apresentados na tabela (V.44) e nas figuras (V.19) e (V.20).

Tabela (V.44) - Resultados Obtidos com Diferentes Tipos de Água

Tipo de Água	Alimentação teor (% Zn)	Concentrado	
		teor(%Zn)	Rec.(%Zn)
torneira	16,7	39,5	87,2
desionizada	16,6	40,3	86,1
destilada	16,5	42,3	58,5

## V.3.9 - Temperatura

O efeito do aquecimento da polpa pode ser observado na tabela (V.45) e nas figuras (V.21) e (V.22).

Tabela (V.45) - Resultados Obtidos em Diferentes Temperaturas

Temperatura (°C)	Alimentação teor (% Zn)	Concentrado	
		teor(%Zn)	Rec.(%Zn)
20	16,6	42,5	69,0
40	16,7	21,0	4,7
60	16,4	9,4*	1,0

\* Como a quantidade da fração flotada foi insignificante, o arraste mecânico da ganga, que sempre ocorre no início da operação, contribuiu significativamente para este baixo teor obtido.

Figura (V-19) - Influência do tipo de água no teor em Zn do concentrado

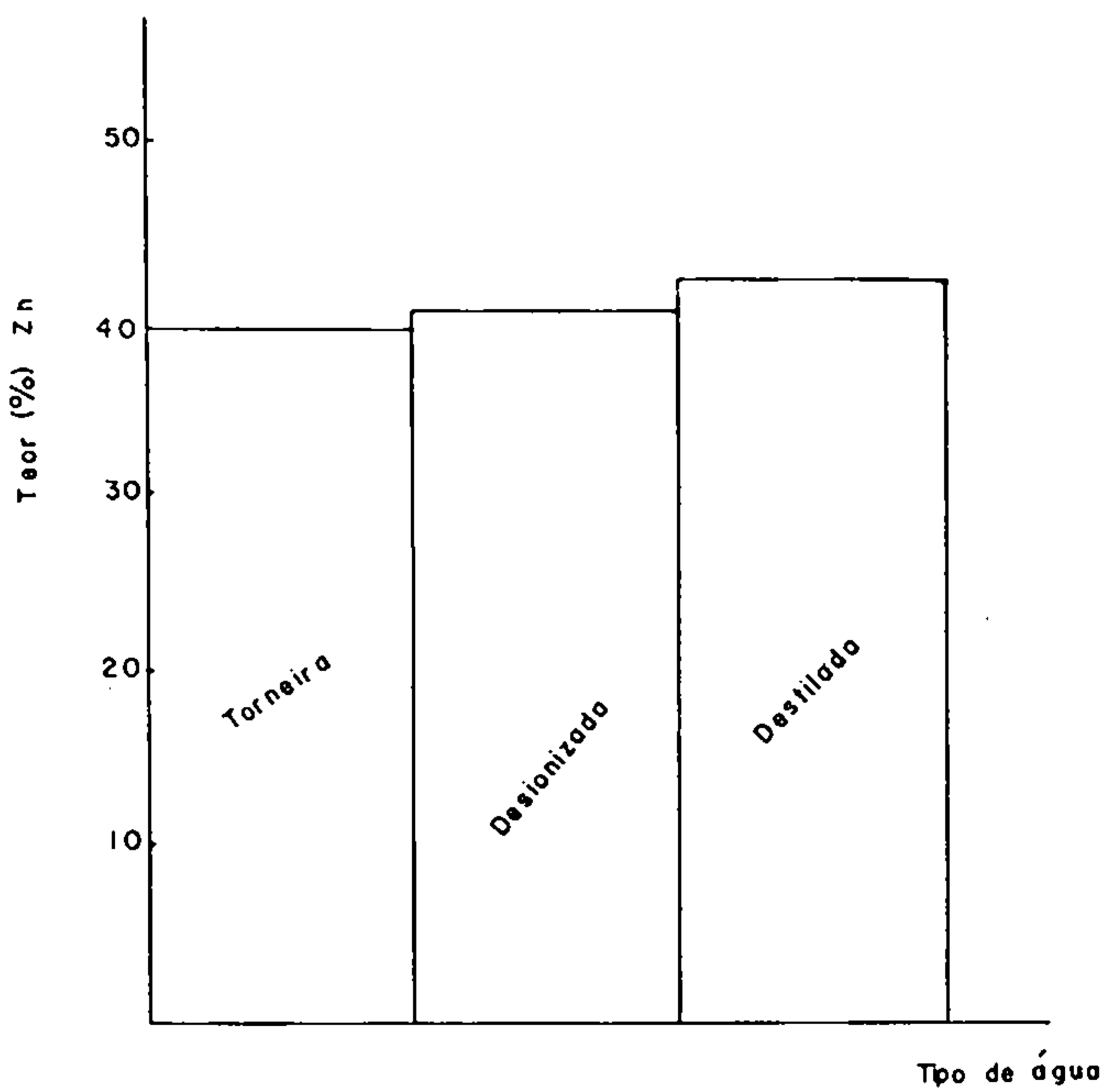


Figura (V-20) - Influência do tipo de água na recuperação do Zn no concentrado

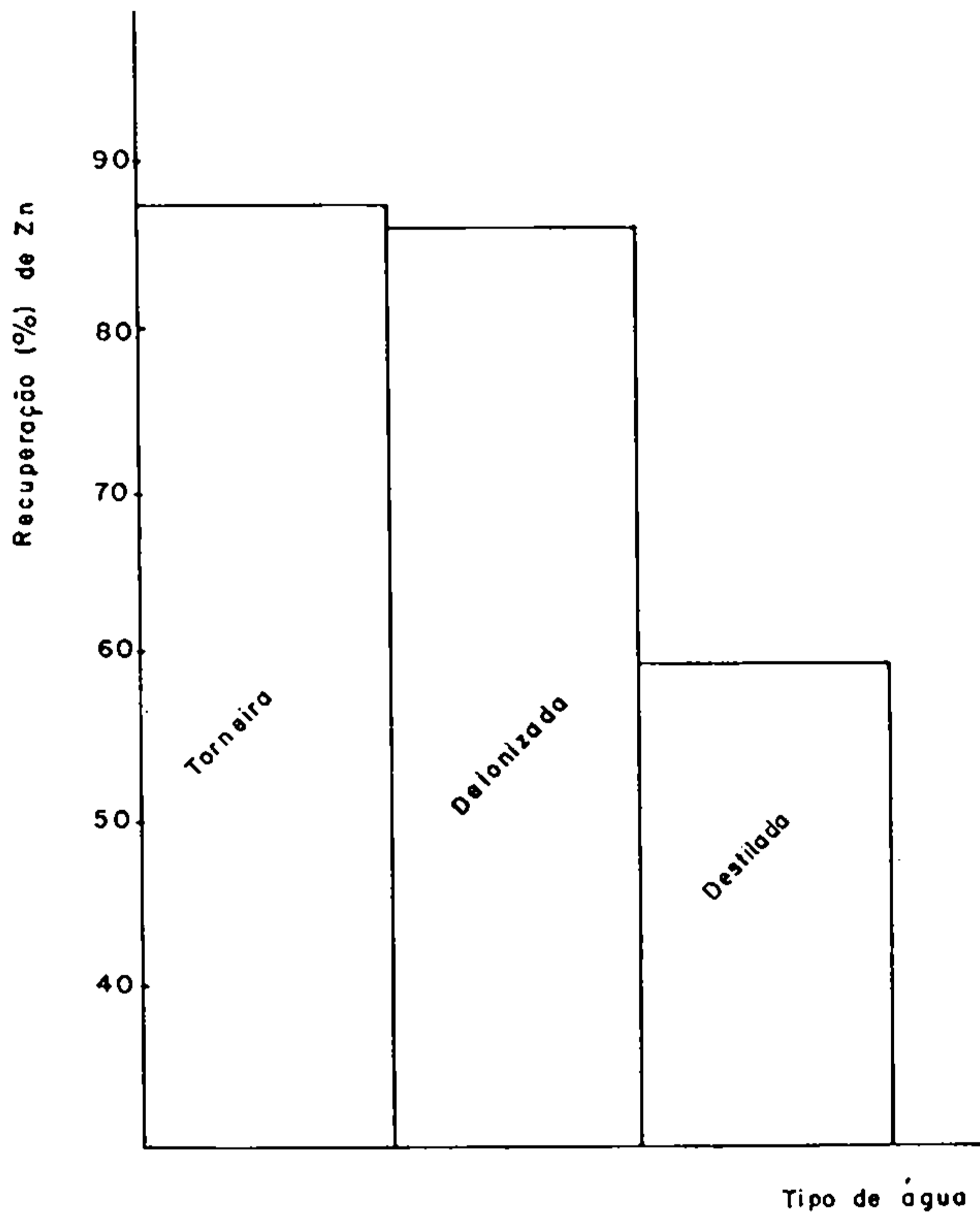


Figura (V-21) - Influência da temperatura no teor do concentrado

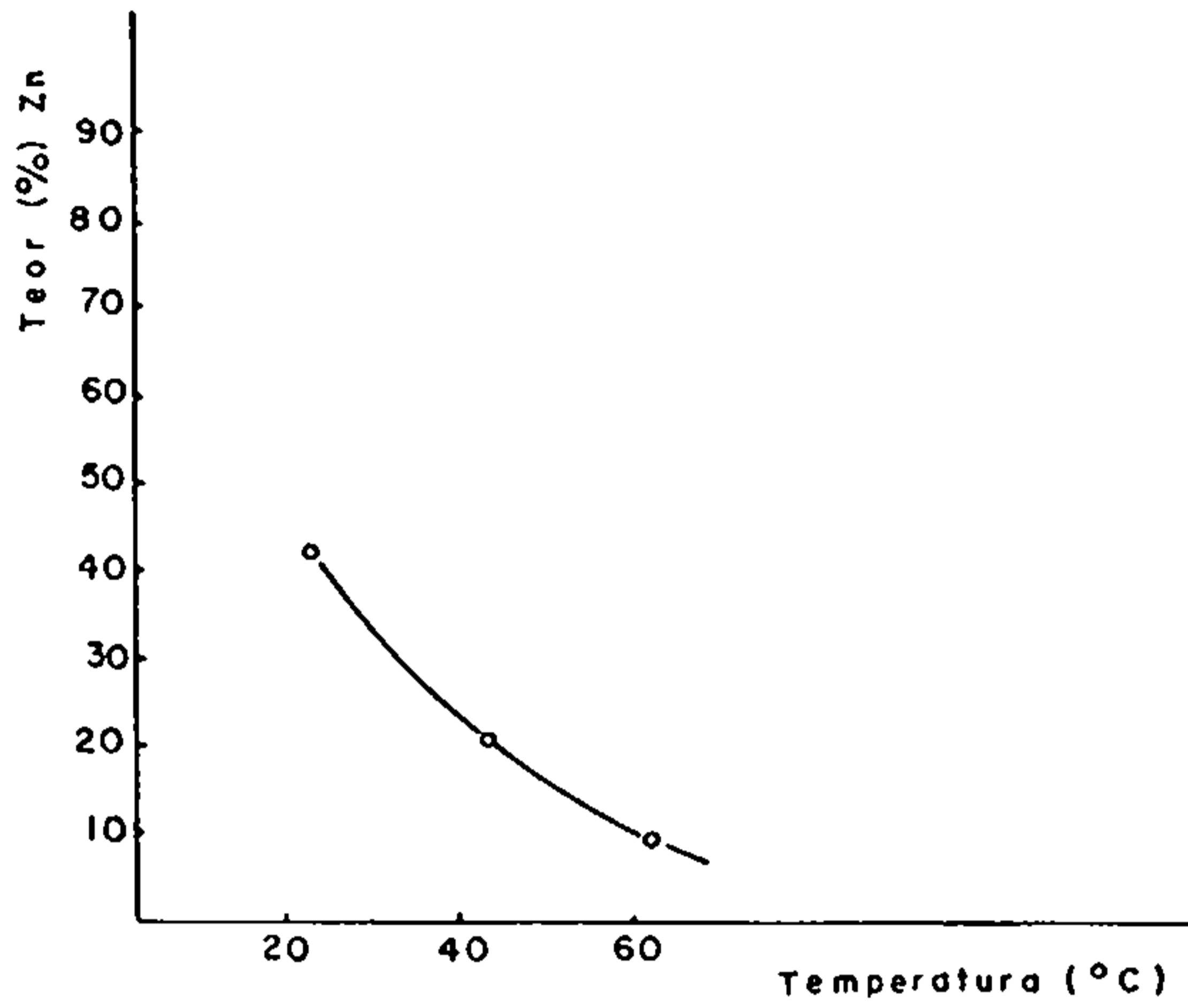
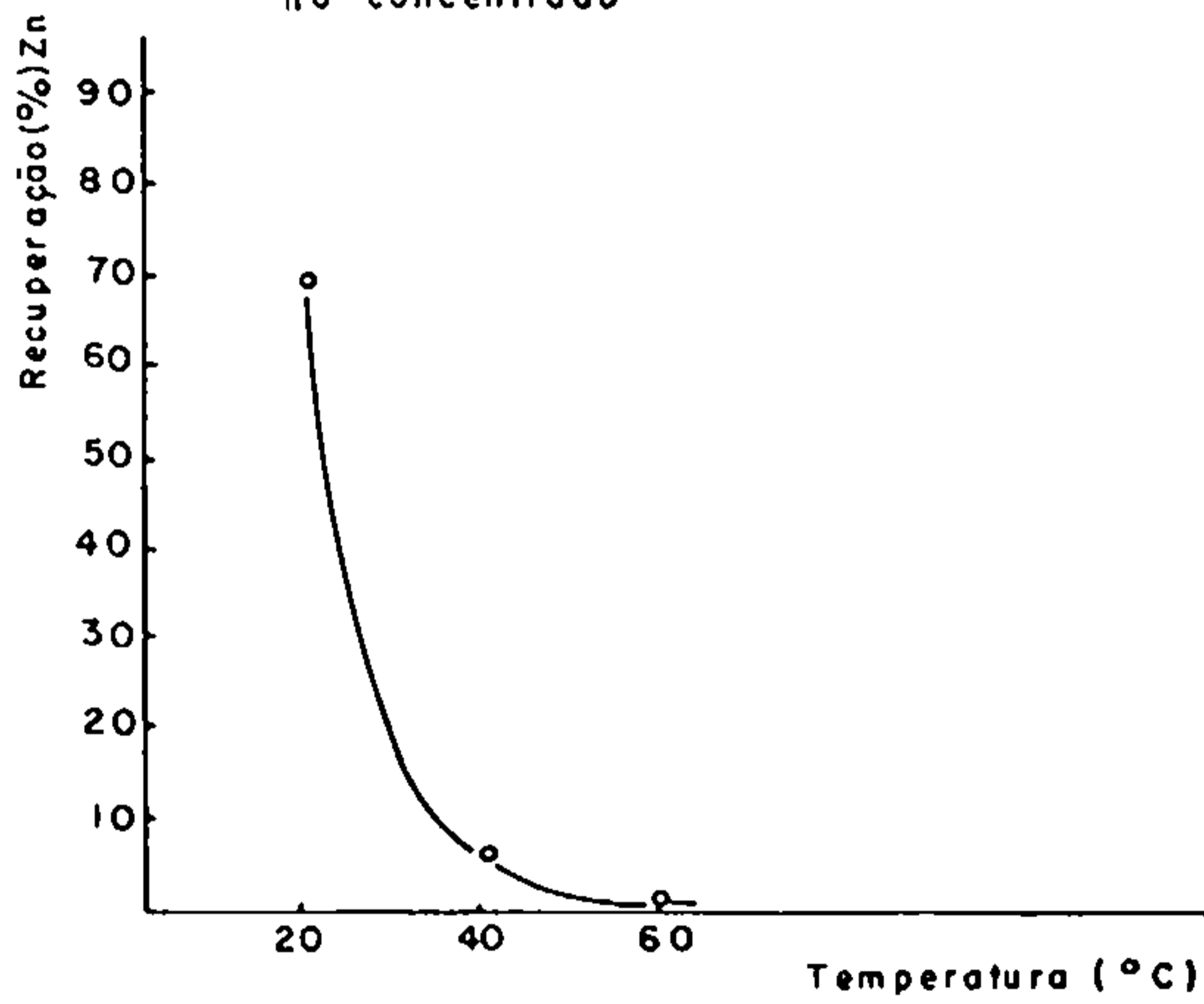


Figura (V-22) - Influência da temperatura na recuperação do zinco no concentrado





## V.3.10 - Granulometria do Material de Alimentação

Foram efetuadas análises granulométricas em concentrados e rejeitos de três testes de flotação, escolhidos aleatoriamente, e com granulometria de alimentação (100x400) malhas. Os resultados apresentados na tabela (V.46) indicaram a possibilidade de se conseguir um aumento na recuperação pela redução da granulometria de alimentação.

Tabela (V.46) - Análise Granulométrica dos Produtos de Flotação

T.	Prod.	granulometria (malhas)					
		(100x150)		(150x200)		(200x400)	
		(%) peso	teor (% Zn)	(%) peso	teor (% Zn)	(%) peso	teor (% Zn)
56	conc.	5,8		23,0		71,2	
	rej.	12,7	11,8	28,1	10,1	59,2	7,1
61	conc.	3,7		20,8		75,6	
	rej.	12,7	11,5	31,0	10,1	56,4	7,4
68	conc.	7,4		23,9		68,7	
	rej.	13,4	8,8	30,0	6,8	56,6	4,5

A tabela (V.47) apresenta o resultado da flotação para diferentes faixas granulométricas da alimentação.

Tabela (V.47) - Resultados Obtidos em Diferentes Faixas de Granulometria

faixa granulométrica (malhas)	alimentação teor (% Zn)	concentrado	
		teor(% Zn)	Rec.(% Zn)
100x400	17,4	43,3	83,6
150x400	17,7	40,6	90,4
150x20 (microns)	14,5	15,5	3,1

#### V.3.11 - Tipo de Célula de Flotação

O processo foi testado em célula da DENVER e da WEMCO. A tabela (V.48) mostra os resultados destes testes, e aquele obtido na célula da GALIGHER.

Tabela (V.48) - Comparação dos Resultados Obtidos em Diferentes Tipos de Célula de Flotação

Tipo de Célula		Alimentação teor (% Zn)	concentrado	
Modelo	Fabricante		teor (% Zn)	Rec. (% Zn)
LA-500	GALIGHER	16,7	43,3	83,6
52254	WEMCO	16,2	44,5	49,4
D-12	DENVER	17,2	34,5	23,0

V.3-12 - Testes com Metafosfato de Sódio e sem Sulfetação

A tabela (V.49) e as figuras (V.23) e (V.24) apresentam resultados de testes com Calgon, com e sem sulfetação prévia da polpa.

Tabela (V.49) - Comparação dos Resultados Obtidos com o Calgon, em testes com e sem sulfetação

Calgon (g/t)	concentrado			
	com sulfetação		sem sulfetação	
	teor(% Zn)	Rec.(% Zn)	teor(% Zn)	Rec.(% Zn)
250	41,0	53,8	19,5	52,4
500	38,5	38,4	18,0	38,1
750	38,0	43,2	17,8	38,3

Figura (V-23) - Influência da sulfetação, no teor do concentrado

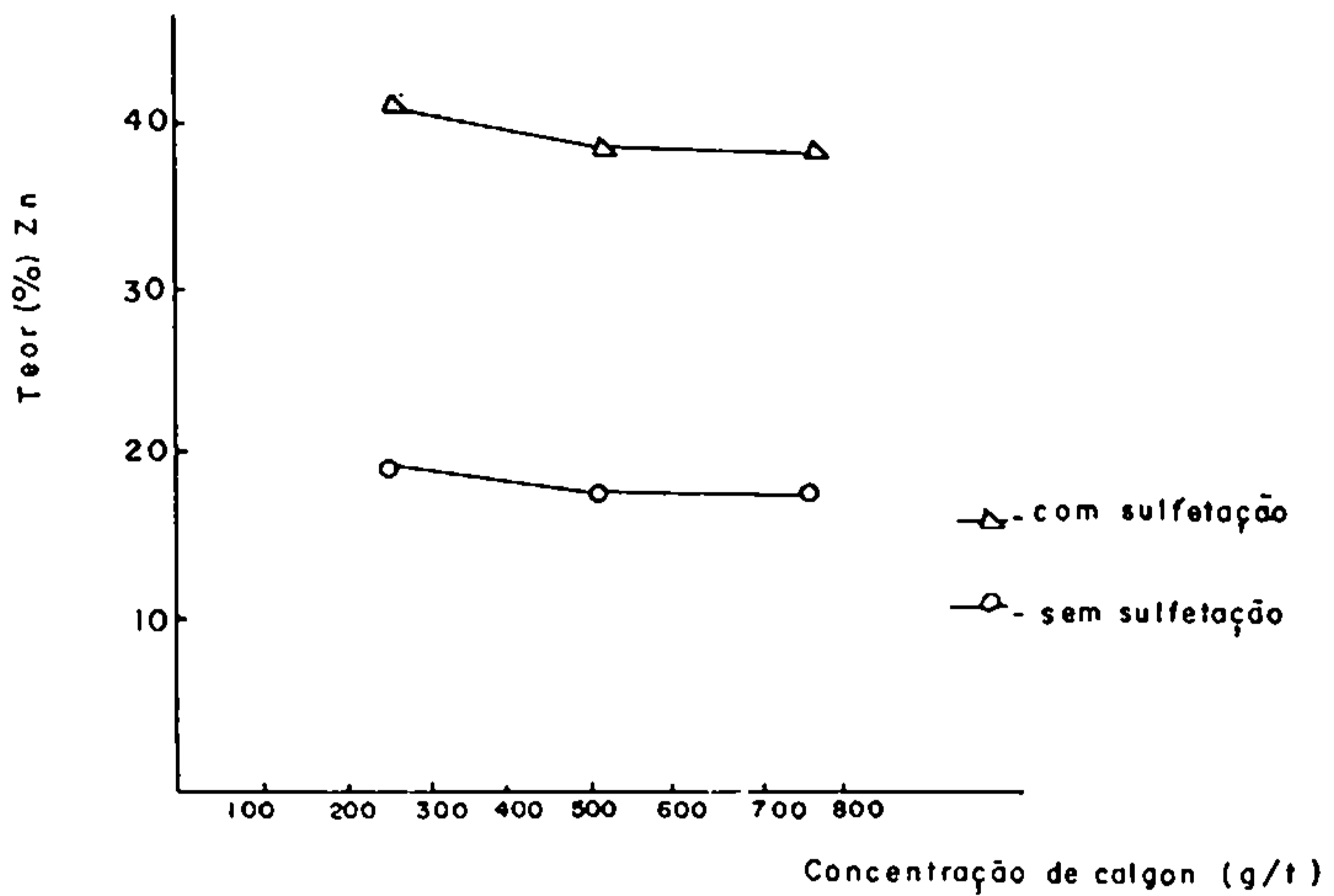
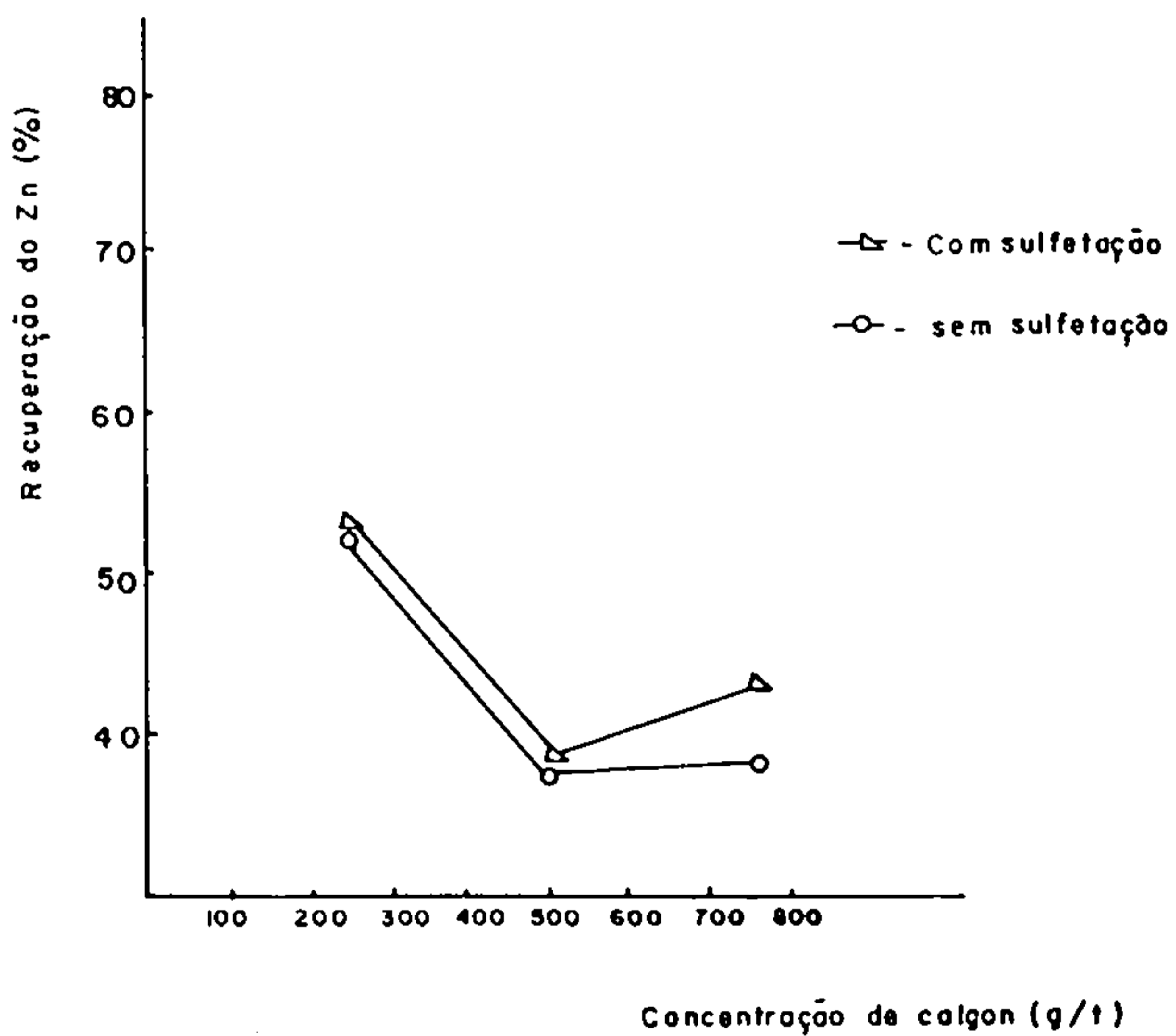


Figura (V-24) - Influência da sulfetação, na recuperação do zinco no concentrado



## V.3.13 - Tempo de Flotação

As tabelas (V.50) a (V.53) e as figuras (V.25) a (V.28) apresentaram as variações de teores e a recuperação de zinco, para diferentes tempos de duração da flotação. As dosagens de Ca, Mg, e Fe só foram feitas para os concentrados dos testes 226 e 227.

Tabela (V.50) - Resultados Obtidos nas Condições do Teste 225

Tempo de Flotação (min)	% em peso (flotado)	teor (% Zn)	Recuperação do Zn (%)
1	38,7	35,5	82,5
2	40,8	35,8	87,7
3	41,9	35,7	89,7
6	42,6	35,4	90,5

Tabela (V.51) - Resultados Obtidos nas Condições do Teste 226

Tempo de Flotação (min)	% em peso (flotado)	teores (%)				Recup. do Zn (%)
		Zn	MgO	CaO	Fe	
1	33,0	40,0	2,6	2,7	2,6	80,9
2	34,6	40,0	2,6	2,7	2,6	84,8
3	35,6	39,5	2,7	2,7	2,7	86,4
6	36,1	39,1	2,7	2,7	2,7	86,7

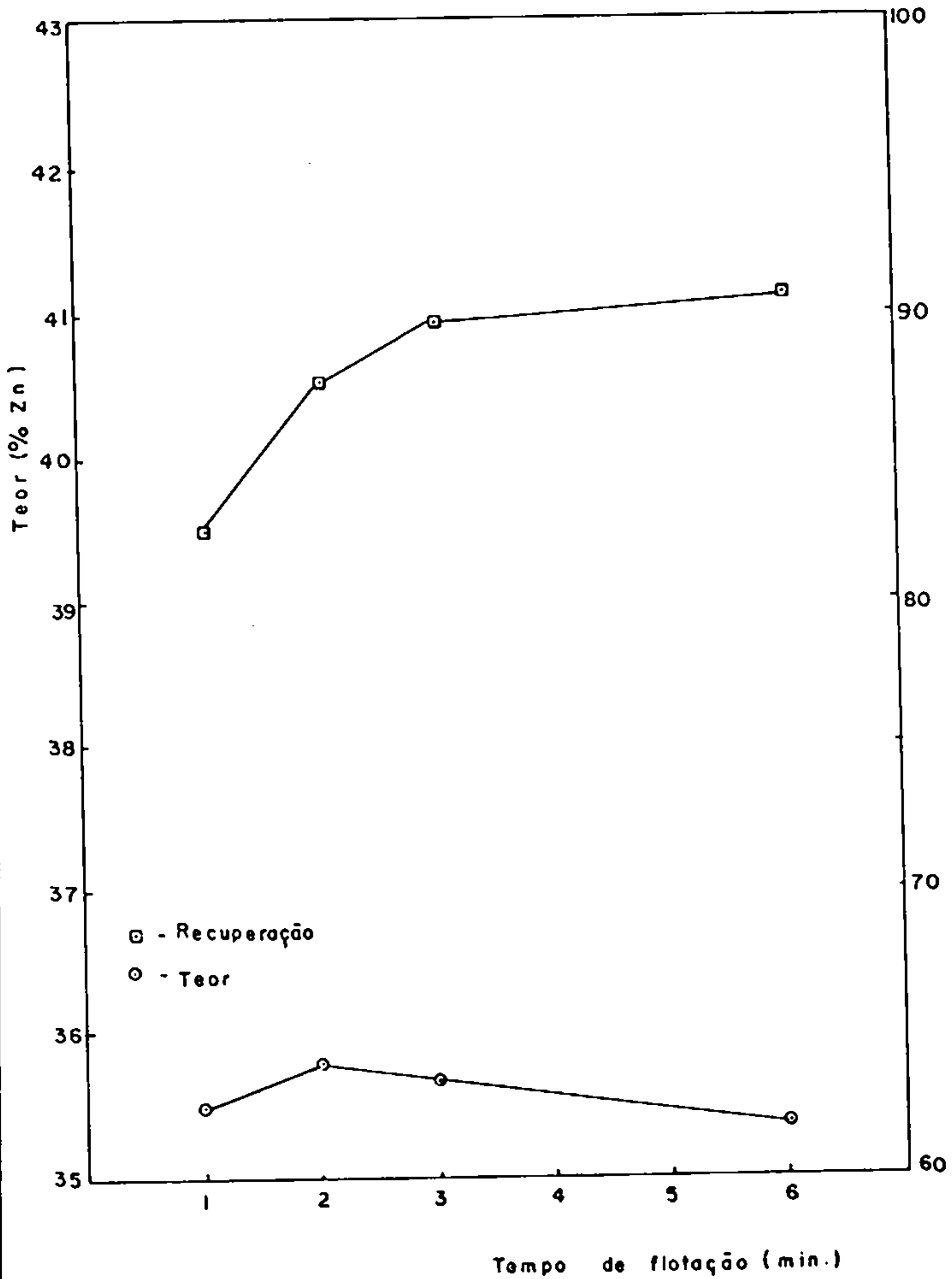
Tabela (V.52) - Resultados Obtidos nas Condições do Teste 227

Tempo de flotação (min)	% em peso (flotado)	teores (%)				Recup. do Zn(%)
		Zn	MgO	CaO	Fe	
1	29,0	40,5	2,3	2,4	2,3	70,9
2	31,9	40,8	2,2	2,3	2,2	78,3
3	33,9	40,7	2,3	2,3	2,2	83,4
6	34,8	40,2	2,3	2,3	2,3	84,7

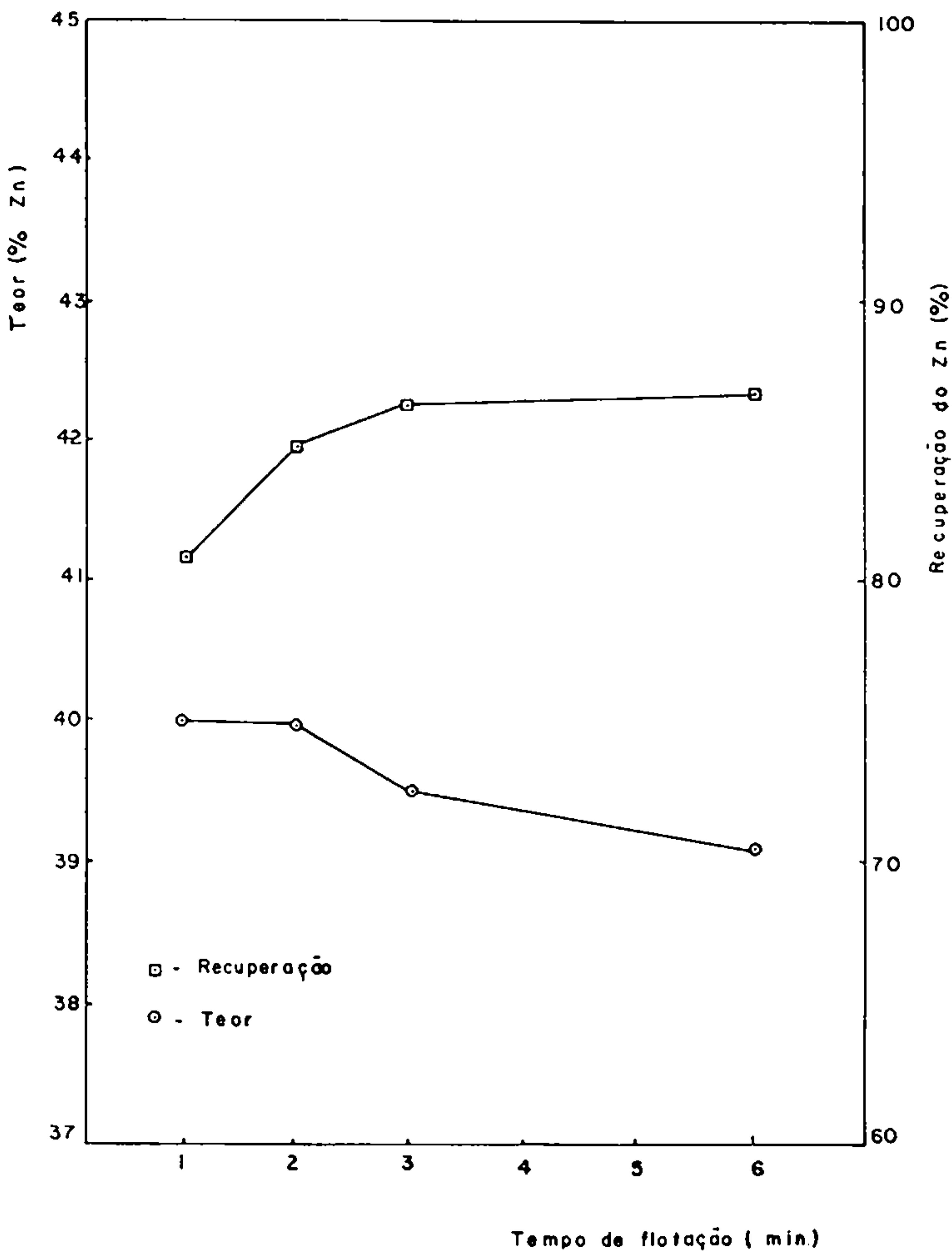
Tabela (V.53) - Resultados Obtidos nas Condições do Teste 228

Tempo de flotação (min)	% em peso (flotado)	teor (% Zn)	Recup. do Zn (%)
1	28,8	40,5	69,7
2	32,6	41,1	80,0
3	34,5	40,9	84,3
6	35,2	40,5	85,3

Figura(V-25) - Variação do Teor e da recuperação do Zn no concentrado do teste 225, em função do tempo de flotação



Figura(V-26) - Variação do Teor e da recuperação do Zn no concentrado do teste 226, em função do tempo de flotação.





Figura(V-27)- Variação do teor e da recuperação do Zn no concentrado do teste 227, em função do tempo de flotação.

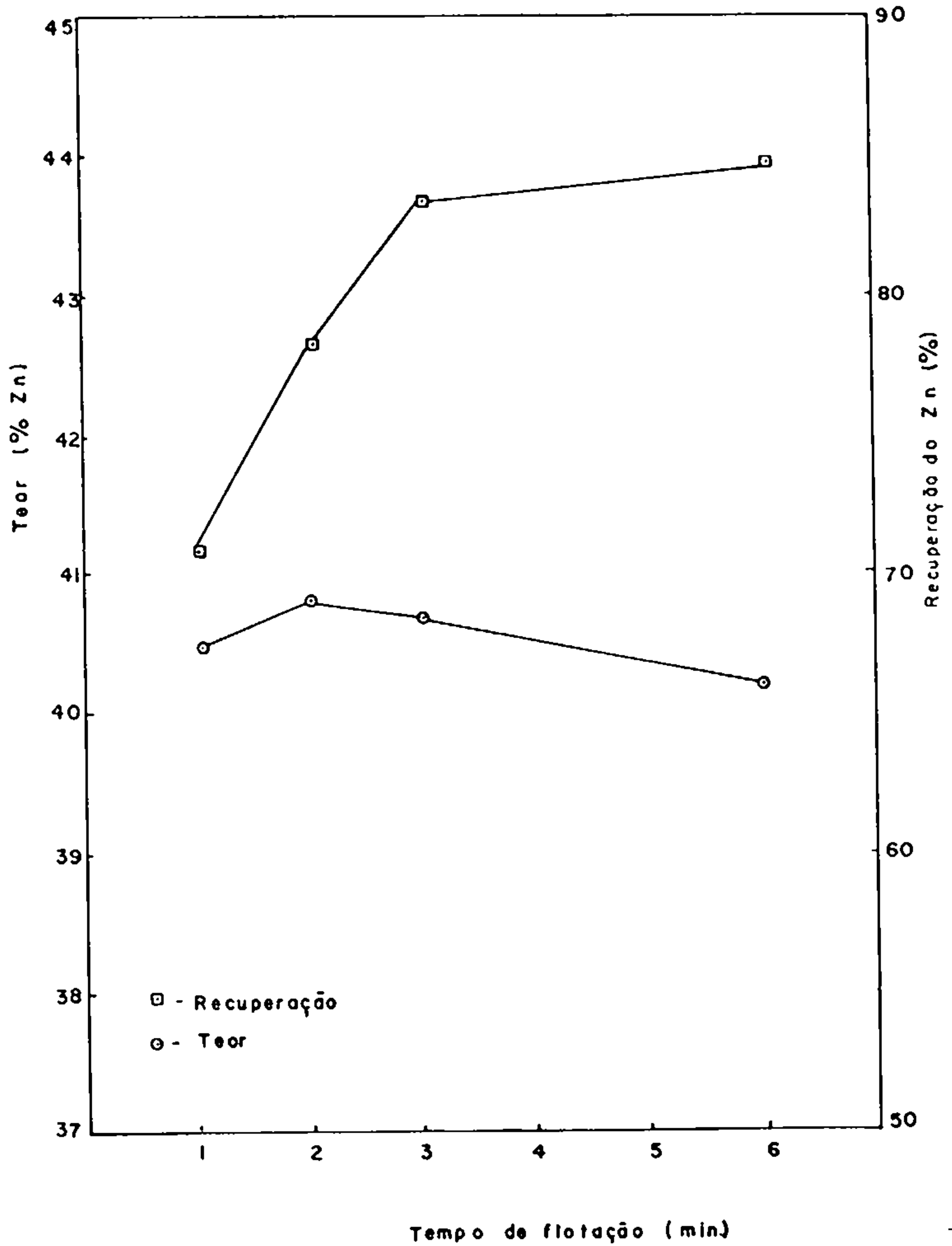
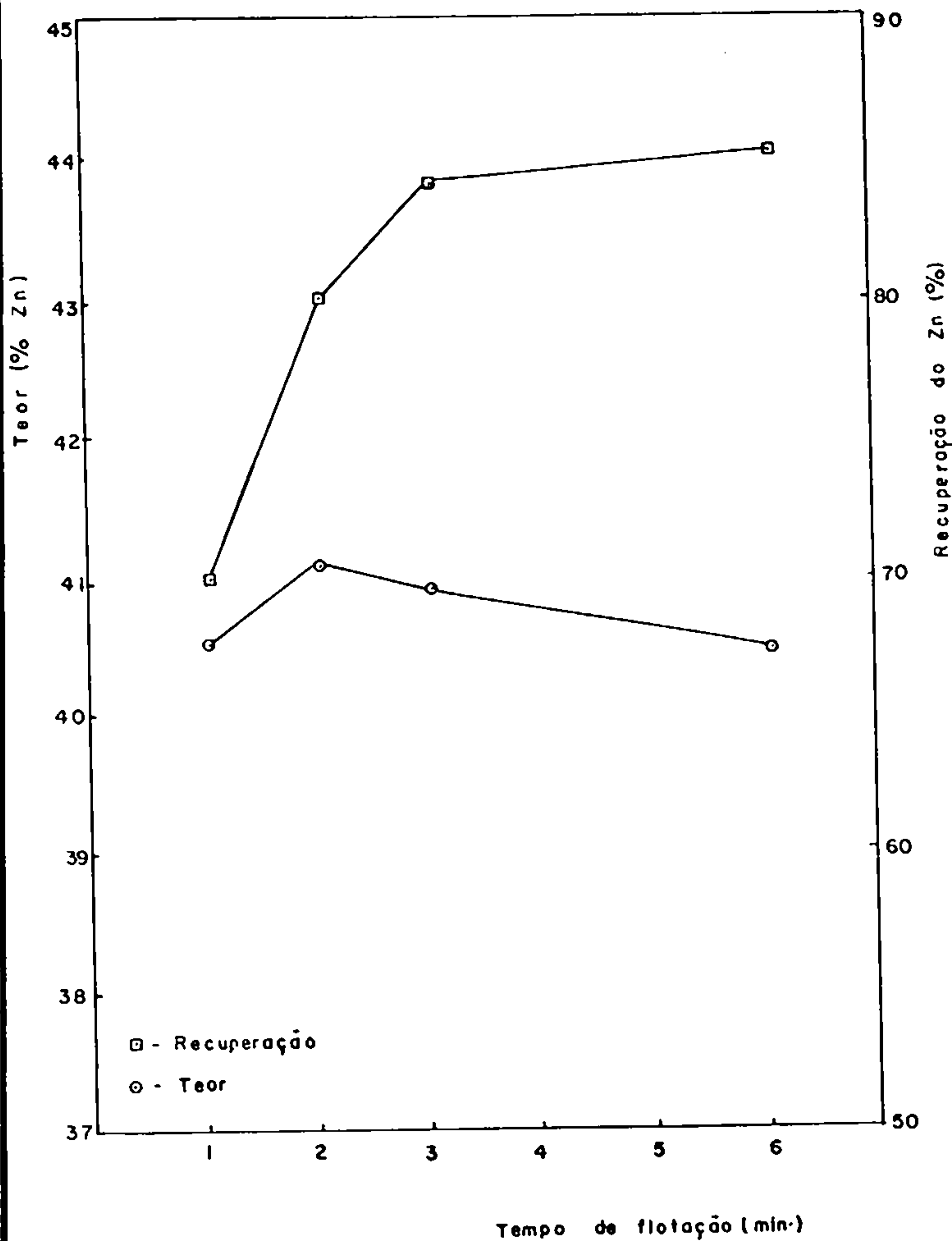


Figura (V-28)- Variação do teor e da recuperação do Zn no concentrado do teste 228, em função do tempo de flotação.



C A P Í T U L O    V IDISCUSSÃO DOS RESULTADOS

## VI.1 - Caracterização do Minério

a) De acordo com o que foi apresentado na tabela (V.1) e na figura (V.1), há uma considerável quantidade de finos na amostra após a britagem a 10 malhas (25,6 % da amostra está em granulometria abaixo de 400 malhas). Apesar de não haver sido feita análise granulométrica antes da britagem, observou-se ponderável presença de finos na amostra original.

Nas figuras (V.2) e (V.3), onde são mostrados o teor e a distribuição do zinco em cada uma das frações granulométricas, pode-se observar que, após a britagem, o zinco concentra-se principalmente nas frações mais grosseiras (77,2% do zinco contido na amostra original estão distribuídos nas frações acima de 100 malhas). O teor de Zn é mais baixo nas frações finas; esta queda de teor começa a ocorrer de modo mais acentuado a partir da malha 270, atingindo um mínimo de 6,5% Zn na fração abaixo de 400 malhas. Esta fração, no entanto, (devido à elevada quantidad

de finos do minério), possui 12,0% do zinco contido na amostra inicial.

- b) A composição mineralógica quantitativa da amostra, a apresentada na tabela (V.9), foi calculada pelo método de TÁVORA <sup>(55)</sup>, com base nos resultados expostos nas tabelas (V.2) e (V.4).
- c) A análise espectrográfica, cujo objetivo é proporcionar uma varredura dos elementos que poderiam compor a amostra, não apresenta nenhuma surpresa, já que apenas os elementos Fe, Mg, Ca e Zn apareceram em níveis consideráveis.
- d) Os dados apresentados na tabela (V.5) foram analisados estatisticamente através do "teste de student". A diferença existente nos teores das amostras não é significativa, considerando-se um nível de precisão de 5%. Os cálculos são apresentados no apêndice (2).
- e) Os resultados apresentados na tabela (V.6) e nas figuras (V.4) e (V.5), relacionados aos ensaios de separação em iodeto de metileno, mostram um pequeno aumento na liberação dos minerais de zinco em relação aos minerais leves até a granulometria de 270 malhas; a partir daí, os resultados são mascarados pelas dificuldades operacionais, mesmo levando-se em consideração o uso de uma centrífuga. Pode-se consirar que uma liberação satisfatória, desses minerais,

é alcançada em granulometria ainda relativamente grosseira.

- f) Nos testes de separação magnética, usou-se um campo suficientemente forte (18000 gauss) para atrair toda hematita. A tabela (V.7) e as figuras (V.6) e (V.7) mostram que o teor e a distribuição do Zn no produto magnético, decrescem continuamente, à medida que diminui a granulometria. Observa-se que, 80% do zinco contido na fração 20x28 malhas, estão em partículas liberadas da hematita; este valor ultrapassa aos 90% na fração 48x65 malhas, e atinge 95,5% na faixa granulométrica 150x200 malhas. A partir desta granulometria, o aumento torna-se pouco acentuado.
- g) A microscopia mostrou que cristais de hemimorfita e, principalmente willemita, apresentam-se impregnados por óxidos de ferro. A investigação do grau de liberação, pelo "método de Gaudin", indicou que, na faixa granulométrica de 150x200 malhas, a liberação dos silicatos de zinco em relação aos opacos, está acima de 90%.
- h) Ensaio preliminares de separação em líquido denso mostraram uma elevação no teor em zinco nas frações de densidade intermediária (2,8 a 3,3 g/cm<sup>3</sup>), à medida que a liberação aumentava. Isto levantou a suspeita de que haveria átomos de zinco na rede cristalina da dolomita, substituindo átomos de magnésio. MASON

e BARRY<sup>(50)</sup> e DEER, HOWIE e ZUSSMAN<sup>(51)</sup> confirmam esta possibilidade. Grãos de carbonato da fração de densidade intermediária, apresentando fluorescência vermelha, foram separados com auxílio de raios ultravioleta. Aplicou-se um efeito positivo para a reação de zinco. Não foram detectados grãos de fluorescência vermelha nas frações afundadas em iodeto de metileno. A seguir, numa análise por difração de Raios-X na fração de densidade intermediária, não detectou-se smithsonita, conforme mostra a tabela (V.1). Finalmente, por meio de um ataque de uma solução 2N de HCl, verificou-se uma perda de peso dessa mesma amostra, correspondente a 6,20% como Zn solúvel, e 0,58% de SiO<sub>2</sub>, comprovando a hipótese inicialmente formulada, já que mesmo considerando todo SiO<sub>2</sub> solúvel e sob forma de silicato de zinco, sobriariam 4,94% da amostra como Zn solúvel sob a forma de carbonato que não poderia ser smithsonita, de acordo com a difração de Raios-X.

Tabela (VI.1) - Resultado da Difração de Raios-X, em Amostra de Densidade (2,8 - 3,3 g/cm<sup>3</sup>) e Granulometria (65 x 100 malhas)

---

Minerais Identificados

---

dolomita  
 clorita  
 mica  
 quartzo  
 hemimorfita

---

## VI.2 - Moagem

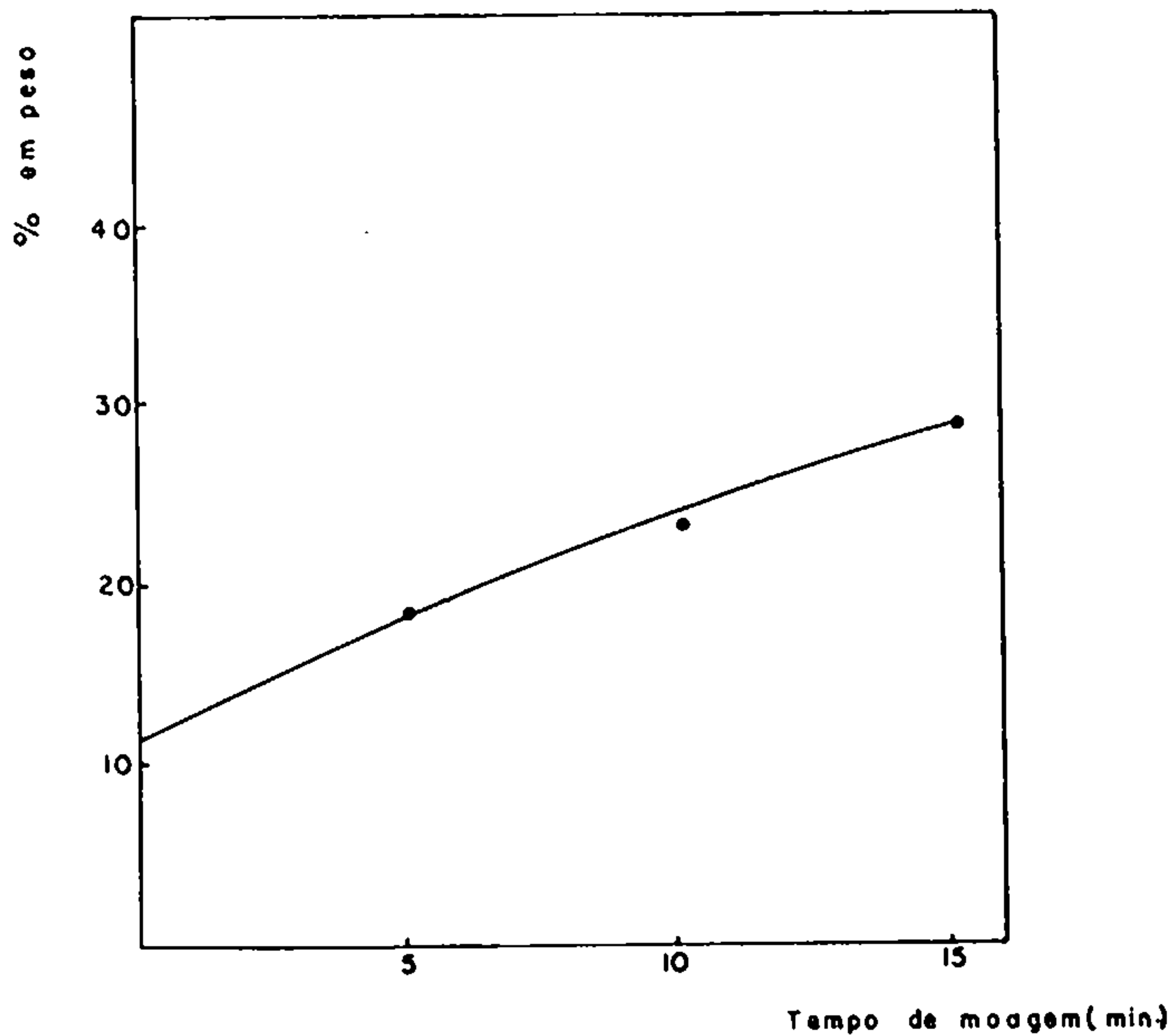
Conforme pode ser observado na figura (VI.1), a amostra antes da moagem possui apenas pouco mais de 10%, em peso, das partículas na faixa granulométrica desejada para a flotação (100x400 malhas). Após uma moagem de 5 minutos, cerca de 18% do material está nesta granulometria, com 10 minutos de moagem, atinge aos 23%. O ponto máximo da curva é obtido com uma moagem de 15 minutos (cerca de 34%); a partir daí, esta percentagem tende a cair, já que, a quantidade de material em granulometria acima de 100 malhas é muito pequena. Nos testes de flotação, adotou-se uma moagem de 15 minutos, porém, em duas etapas: com a retirada das partículas com granulometria abaixo de 100 malhas, após a primeira moagem, de modo que foi possível se obter uma maior percentagem de material na faixa granulométrica desejada.

## VI.3 - Flotação

- a) Nos testes com xantato, praticamente não houve flotação. Em nenhum dos testes conseguiu-se flotar mais que 2% em peso do material existente na polpa. A dosagem de chumbo em um dos concentrados acusou um valor de 14,5% Pb.

A tabela (V.11) mostra os resultados obtidos em flotação inversa com um sulfonato de petró

Figura (VI-1) - Percentagem de material com granulometria compreendida entre 100 e 400 malhas, em função do tempo de moagem





leo. Pode-se observar que nenhuma seletividade na separação foi conseguida. O teor da fração não flotada é quase o mesmo daquela da alimentação. É interessante notar que, devido a presença de carbonatos solúveis, não foi conseguido um pH, na polpa, menor que 5,0; apesar da grande quantidade de ácido sulfúrico adicionado no teste nº 46. A tabela (V.2) mostra a variação do pH em função da quantidade de  $H_2SO_4$ .

Resultados negativos também foram verificados nos testes com ácidos graxos; a tabela (V.12) mostra que não houve seletividade no processo. A percentagem em peso das partículas flotadas com o ácido esteárico, como no caso do xantato, não chegou a 2%.

- b) Dentre as doze aminas testadas, optou-se, numa escolha preliminar, por aquelas que apresentaram maior poder coletor. Conforme pode ser visto na tabela (V.13), apenas quatro aminas proporcionaram recuperação acima de 10%.
- c) Os resultados melhoraram de modo considerável, com a introdução de uma etapa de sulfetação da polpa durante o condicionamento. Teores acima de 40% foram obtidos, nessa série de testes, com as aminas Hoe F 2792 (HOECHST), e Arosurf MG83A (ASHLAND). As melhores recuperações também foram conseguidas com estas aminas, o que é mostrado na tabela (V.14).

Tabela (VI.2) - Variação do pH em Função da Quantidade de Áci  
do Sulfúrico Adicionada

Concentração de $H_2SO_4$ (Kg/t)	pH
0,75	5,90
1,50	5,50
2,25	5,40
3,00	5,25
3,75	5,20
4,50	5,15
5,25	5,15
6,00	5,10
6,75	5,10
7,50	5,10
8,25	5,05
9,00	5,05
9,75	5,05
10,50	5,00
11,25	5,00
12,00	5,00

d) Os resultados obtidos com cada um dos modificadores testados são apresentados nas tabelas (V.15) a (V.22). O Calgon (Metafosfato de Sódio) foi escolhido como melhor dispersante; tendo-se chegado, nos

testes com amina Hoe F 2792, à concentrados com mais de 40% Zn, e recuperação entre 55 a 60% do zinco contido na alimentação. O silicato de sódio também mostrou-se eficiente, proporcionando concentrado com 38,9% Zn e boa recuperação. Resultados positivos foram também conseguidos com o Modificador 23 da STEETLEY, indicado pelo fabricante como ativador de minerais oxidados. Dentre os depresso<sup>res</sup> testados, o D 128 da STEETLEY foi o que proporcionou melhores resultados. Conforme pode ser observado em cada uma das tabelas indicadas acima, os resultados mais satisfatórios foram sempre conseguidos nos testes com a amina Hoe 2792 da HOECHST.

- e) As tabelas (V.24) e (V.25) mostram os resultados obtidos no cálculo da razão F e do desvio padrão normalizado t para os valores da tabela (V.23). No Yates da consistência para o teor, usou-se os valores destes transformados nos respectivos cossenos.

Como há oito experimentos duplicados com as variáveis quatro vezes em cada nível, tem-se quatro graus de liberdade para cada cálculo da variância. Na tabela de pontos de probabilidade da razão de variância<sup>(56)</sup>, observa-se para um ponto de probilidade 5% e quatro graus de liberdade um valor igual a 6,39; superior, portanto, aqueles da tabela (V.24).

A análise da significância dos resultados é feita por comparação dos valores calculados para  $t$ , com os da tabela da distribuição de  $t$ <sup>(56)</sup>. Para um grau de liberdade 8 e um ponto de probabilidade 5%, o valor tabelado é 2,31. Verifica-se na tabela (V.25), que para a resposta em teor os valores calculados para  $t$  correspondentes aos tratamentos b e abc são superiores ao valor tabelado, indicando um efeito significativo na resposta, que se verifica quando a variável b e a interação abc passam do nível mais baixo para o nível mais alto. Os efeitos provocados pelas demais variáveis e interações estão abaixo do erro experimental ao nível de 5%. Para a resposta em recuperação do zinco, os tratamentos b, ab, c, ac e bc proporcionaram um  $t$  calculado maior que 2,31. As variáveis c e ac afetam significativamente a recuperação, quando passam do nível mais alto para o nível mais baixo. Enquanto que, as variáveis b, ab e bc exercem efeito positivo significativo, ao nível de 5%, quando passam do nível mais baixo (ausência) para o nível mais alto (presença). Os efeitos das variáveis a e da interação abc são menores que o erro experimental neste nível de precisão adotado.

- f) As tabelas (V.26) e (V.27) mostram que resultados positivos na flotação são conseguidos a partir de uma concentração de sulfeto de sódio de 3000 g/t.

A análise estatística destes resultados, a

presentada nas tabelas (V.28) e (V.29) mostram que para a resposta em teor de zinco no concentrado, a razão  $\underline{F}$  calculada é maior que a razão  $\underline{F}$  tabelada para a variação entre concentrações de sulfeto de sódio. Na decomposição desta variação, a componente linear  $\underline{a}$  apresentou uma razão  $\underline{F}$  superior ao valor tabelado. No caso da resposta em recuperação de zinco, a variação entre concentrações de coletor proporcionou uma razão  $\underline{F}$  calculada maior que a a tabelada; na decomposição, o mesmo aconteceu em relação à componente linear desta variação.

Para a variação da concentração dos modificadores, os valores da razão  $F$  calculada a partir dos resultados das tabelas (V.30) e (V.31), são sempre inferiores aos valores tabelados, conforme pode se observar nas tabelas (V.32) e (V.33).

- g) Foi observado durante a execução dos testes que, com pequeno tempo de condicionamento do sulfeto de sódio, a percentagem de material que flota é bastante alta. Isto acontece até um tempo de condicionamento de 6 minutos, a partir daí, há uma queda acentuada na quantidade da fração flotada. As tabelas (V.34) e (V.35) mostram que os melhores resultados, em termos de teor de zinco no concentrado, são obtidos com um tempo de condicionamento entre 8 e 10 minutos. Estes fatos sugerem que devem haver um arranque mecânico da película de sulfeto formada nas superfícies minerais devido à agitação prolongada da polpa, esta película

seria mais estável quando a fixação do enxofre acontecesse sobre os átomos de zinco, tendo em vista a maior afinidade do enxofre pelo zinco em relação aos átomos componentes dos minerais de ganga (28). Uma segunda hipótese para explicar o fato seria a oxidação da película de sulfeto formada; os sulfetos formados nas superfícies dos minerais de ganga tem maior facilidade de oxidar-se do que o sulfeto de zinco. A recuperação do zinco tende a cair sensivelmente, a partir de tempo de condicionamento maior do que 10 minutos.

A análise estatística destes resultados é mostrada nas tabelas (V.37) e (V.38). No caso da resposta em teor de zinco no concentrado, as razões  $F$  calculadas para as variações entre rotações da célula, e entre tempos de condicionamento do sulfeto de sódio, são maiores que os valores tabelados de  $F$ . A decomposição da variação entre tempo de condicionamento do sulfeto de sódio apresentou a componente quártica com um  $F$  calculado maior que o respectivo valor tabelado. Para a resposta em recuperação do zinco no concentrado, observa-se uma razão  $F$  calculada maior que a tabelada para a variação entre os tempos de condicionamento do sulfeto de sódio; a decomposição desta variação mostra que isto se deve à sua componente linear.

Para a variação do tempo de condicionamen

to dos modificadores, a análise dos resultados das tabelas (V.39) e (V.40), apresentada nas tabelas (V.41) e (V.42), mostrou que, tanto no caso do teor quanto no da recuperação, as razões F calculadas foram sempre inferiores aos valores tabelados.

- h) A variação da vazão de ar na célula, nos níveis experimentados, praticamente não afeta o teor do concentrado obtido, conforme é mostrado na figura (V. 17). No entanto, observa-se uma queda na recuperação do zinco proporcionada pelo aumento da aeração a partir de 7,2 l/min. Este fato deve-se, provavelmente, à uma oxidação mais rápida das películas de sulfetos formados nas superfícies minerais.
- i) A variação do tipo de água não teve grande influência nos resultados. Isto deve-se, provavelmente, à pequena concentração de cátions, que podem ser considerados nocivos, presentes na água de torneira (19,5 p.p.m.) (39).
- j) O aquecimento da polpa foi desastroso, tanto no que se refere ao teor quanto à recuperação do concentrado obtido. Tratando-se de uma flotação em que o coletor é adsorvido fisicamente, este efeito prejudicial da elevação de temperatura está de acordo com o que foi observado por SOMASUNDARAN<sup>(20)</sup>, FUERSTENAU e RAGHAVAN<sup>(45)</sup>, e LYKLEMA<sup>(46)</sup> e comentado no item

(III.7) do presente trabalho. A degradação do cole  
tor <sup>(19)</sup> é outro fator a ser considerado na análise  
dos resultados da tabela (V.45).

k) A análise granulométrica dos produtos de três testes de flotação escolhidos aleatoriamente mostrou que as partículas com granulometria na faixa de 100 a 150 malhas, praticamente não flutam. Os concentrados são constituídos cerca de 95% por partículas com granulometria inferior a 150 malhas. Os rejeitos apresentaram teores, em zinco, mais elevados na fração 100x150 malhas. Estes fatos estão de acordo com o que foi constatado no estudo da granulometria de li  
beração dos minerais de zinco, quando observou-se nos ensaios de separação magnética, e na aplicação do "método de Gaudin", que uma maior liberação ocor  
re a partir da fração granulométrica 150x200 malhas. Uma outra hipótese para explicar o que foi observa  
do, seria a sedimentação rápida das partículas mais grosseiras, devido a uma rotação insuficiente da cé  
lula, impossibilitando um contacto mais prolongado destas partículas com as bolhas de ar.

A recuperação na flotação sobe de 83,6 pa  
ra 90,4% com a moagem a 150 malhas; no entanto, com esta moagem prolongada, há uma maior produção de fi  
nos, acarretando uma considerável perda de zinco na operação de deslamagem.



Procurou-se, então, reduzir a granulometria do "corte", passando-a de 37 para 20 microns; os resultados, no entanto, foram desanimadores, evidenciando o caracter altamente nocivo da presença de finos na polpa.

- l) Na condição de rotação e aeração testada, o resultado obtido na célula modelo 52254 da WEMCO foi muito bom em relação ao teor do concentrado: no entanto, a recuperação alcançada foi baixa. Com a célula D-12 da DENVER, os resultados foram negativos. Concentrado com 43,3% Zn e recuperação de 83,6% do zinco contido na alimentação, foi conseguido na célula Agitair,, modelo LA-500, da GALIGHER. Um fator importante para este resultado é o total controle da vazão de ar, que se tem com a célula da GALIGHER.
  
- m) Nos testes realizados com o metafosfato de sódio, com e sem sulfetação, os resultados foram equivalentes em relação às recuperações alcançadas; no entanto, verificou-se que há uma sensível queda no teor do concentrado quando não se procede à sulfetação. Estes dados indicam que o íon fosfato dever ser adsorvido de modo não seletivo, aumentando a carga superficial negativa dos minerais de zinco e de ganga, indistintamente.
  
- n) Os dados apresentados nas tabelas (V.50) a (V.53) in

dicam que praticamente toda flotação se processa no primeiro minuto. É interessante notar que o teor em zinco é maior na fração que flota no segundo minuto da flotação. Isto se deve, provavelmente, ao arraste mecânico de partículas de ganga, quando da abertura da válvula de acesso ao ar, no início da flotação. A partir do terceiro minuto, verifica-se uma queda no teor em zinco do material flotado, e conseqüente elevação nos teores em Fe, Ca e Mg; no entanto, como a percentagem em peso desta fração é bastante pequena, a qualidade do concentrado não é muito afetada pelo prolongamento da flotação. A recuperação do zinco sobe consideravelmente com dois minutos de flotação, com três minutos verifica-se ainda um pequeno aumento, a partir daí, o aumento na recuperação é insignificante.

C A P Í T U L O   V I ICONCLUSÕES

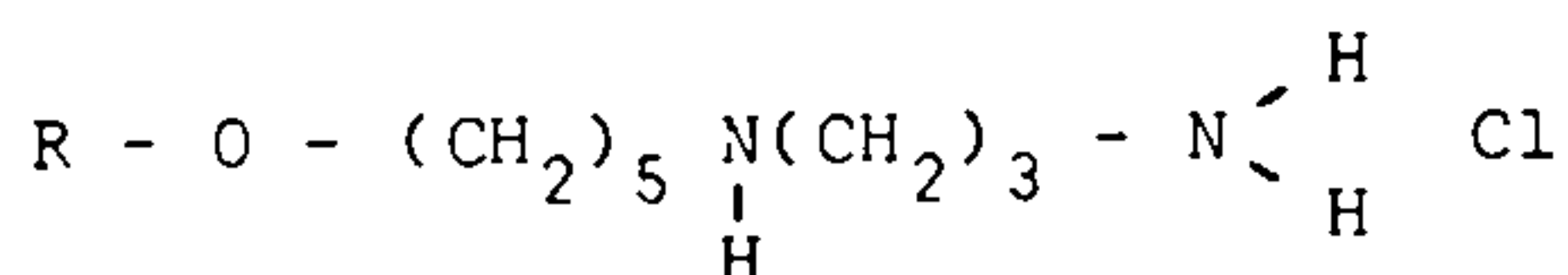
## VII.1 - Caracterização do Minério

- a) O minério estudado possui uma ponderável percentagem de finos naturais, bem como, de finos formados durante as etapas de cominuição. O teor em Zn nas frações finas é baixo.
- b) O teor em Zn deste minério está em torno de 12,6%. Os outros elementos principais são: Fe, Ca, Mg, Al e Si.
- c) O zinco está presente sob a forma de hemimorfita , smithsonita e willemita. A dolomita é o principal mineral de ganga, seguida da hematita, clorita e quartzo.
- d) Os minerais de zinco atingem uma liberação bastante satisfatória na granulometria de 150 malhas.
- e) Há átomos de zinco fixados na rede cristalina da dolomita.

## VII.2 - Flotação

a) Das linhas de processos testadas a mais indicada, para o minério em questão, é a da flotação catiônica antecedida de uma deslamagem e sulfetação da polpa.

b) Dentre as aminas testadas a que melhores resultados proporcionou foi a Hoe F 2792, fabricada pela HOECHST. Trata-se de uma amina primária neutralizada por ácido clorídrico, cujo espectro em infravermelho é apresentado no apêndice . Sua possível fórmula estrutural é:



c) Na série de testes programados por planejamento fatorial para avaliar os efeitos dos modificadores, observou-se que os experimentos são reprodutíveis, que o emprego do calgon proporciona um efeito positivo no teor do concentrado e que a recuperação é aumentada de modo significativo com o uso do calgon, ou do calgon com o M23. O uso do calgon com o D128 é também positivo mas o efeito é menor.

d) Com um nível de precisão de 5%, pode-se dizer que: os experimentos são reprodutíveis. O uso do calgon afeta de modo positivo e significativo, o teor e a

recuperação do zinco no concentrado. O uso do cal gon com o Modificador 23 (Metafosfatos de sódio , porém com graus de cristalizações diferentes) pro porcionou um efeito positivo bastante significativo na recuperação.

- e) O teor em zinco do concentrado varia linearmente com a concentração do sulfeto de sódio. Enquanto a recuperação do zinco varia linearmente com a con cen tração do coletor (dentro das faixas estudadas, e ao nível de 5% de precisão).
- f) A variação da concentração dos modificadores na faixa estudada e ao nível de 5% de precisão, não a feta significativamente o resultado, em termos de teor e de recuperação do zinco no concentrado.
- g) Há uma variação de ordem quártica no teor em zinco do concentrado, em função do tempo de con dicionamen to do sulfeto de sódio. A recuperação do zinco va ria linearmente com o tempo de condicionamento des se reagente.
- h) O tempo de condicionamento do sulfeto de sódio, e xerce influência no teor em zinco do concentrado, cuja variação é de ordem quártica. Enquanto as res postas em termos de recuperação do zinco variam li nearmente. Estas conclusões são válidas dentro da

faixa de variação estudada, e ao nível de 5% de precisão. Pode-se dizer que o melhor tempo de condicionamento depende da rotação da célula, sendo de 6 a 8 minutos para as rotações experimentadas.

- i) O tempo de condicionamento dos modificadores não exerce influência significativa, ao nível de 5%, nas respostas obtidas, isto sendo válido dentro da faixa de variação experimentada.
- j) O teor em zinco do concentrado é praticamente o mesmo quando se faz variar a vazão de entrada de ar de 5,4 a 10,8 l/min. Recuperação mais alta é obtida com uma variação em torno dos 7,2 l/min.
- k) Água contendo impurezas na ordem de 19,5 ppm de cátions pode ser usada em substituição à desionizada, sem prejudicar a qualidade do concentrado.
- l) Os resultados dos testes efetivados com elevação de temperatura mostraram que o aquecimento da polpa é bastante prejudicial.
- m) É indispensável uma operação de deslamagem. Ficou eviidenciado que a presença de finos na polpa é altamente nociva.
- n) Os íons fosfato dos modificadores adsorvem de modo não seletivo nas superfícies minerais, A sulfetação prévia da polpa proporciona a seletividade almejada.

- o) O tempo ideal de duração para flotação está entre 2 e 3 minutos.

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

É possível se chegar a um concentrado com teor em zinco superior a 40% e uma recuperação em torno de 85% do zinco contido na alimentação da flotação.

Há duas etapas de fundamental importância, das quais depende o êxito do processo: a deslamagem para a retirada dos finos, e a sulfetação da polpa através de um condicionamento com sulfeto de sódio.

A recuperação do processo é prejudicada pela presença de átomos de zinco em substituição a átomos de magnésio na rede cristalina da dolomita.

Durante a moagem, os cristais dos silicatos de zinco são faturados preferencialmente nas ligações Zn - O<sup>(48)</sup>, contribuindo para que haja a formação de superfícies bastante polarizadas.

O tipo de coletor utilizado requer um máximo de carga negativa nas superfícies dos minerais que se deseja flotar.

Verificou-se, durante os testes, a importância da concentração do coletor na polpa, e passou-se a fazer sua adição fracionada. Conforme foi comentado no item (III.1) deste trabalho, uma queda na concentração da amina na



polpa, provoca o fenômeno da desadsorção dos íons da camada elétrica dupla formada na interfase mineral-água.

Os íons sulfeto e hidrosulfeto adicionados na polpa durante a etapa de sulfetação, são fixados aos átomos de zinco, contribuindo para um aumento da carga superficial negativa. A película de sulfeto formada em alguns dos minerais de ganga é mais instável<sup>(28)</sup>. A partir de um certo tempo de condicionamento (que depende da rotação da célula), apenas as partículas de minerais de zinco permanecem sulfetadas, possibilitando uma boa seletividade.

O metafosfato de sódio, tem a função de neutralizar os cátions lançados na polpa pela dissolução dos minerais, devido à agitação da célula durante as fases de condicionamento e de flotação. O íon fosfato precipita principalmente cátions de cálcio e magnésio.

Sugere-se, para futuros trabalhos, o aproveitamento da fração fina descartada na etapa de deslamagem. Deveria-se tentar outro tipo de coletor, já que a flotação catiônica destes finos mostrou-se bastante difícil em termos de seletividade.

B I B L I O G R A F I A

1. GUIMARÃES, D. Princípios de Metalogênese e Geologia Econômica do Brasil. Rio de Janeiro, Boletim Departamento Nacional da Produção Mineral (121), 1965. 621 p.
2. MARTINS, E.J. Panorama do Zinco no Brasil. Geologia e Metalurgia, São Paulo (38): 89-121, 1976.
3. LUZ, A.B.da; BARBOSA, J.P. Usinas de Beneficiamento e Metalurgia Extrativa de Zinco. Relatório Interno. Centro de Tecnologia Mineral, Rio de Janeiro, nº 2, 1978. 11 p.
4. AMARAL, G. Geologia e Depósitos de Minério da Região de Vazante. Tese de Doutorado, USP, 1968.
5. RADINO, H.L. - U.S. 2874041, patented Feb. 17, 1959.
6. BRASIL; Departamento Nacional da Produção Mineral. Anuário Mineral Brasileiro, Brasília, p.310-14, 1978.
7. WORLD Metal Statistics. Londres, World Bureau of Metal Statistics, 32 (11): 95-112, Nov.1979.
8. PALLANCH, R.A. The Treatment of Ore or Concentrate for Subsequent Processing by Leaching or Pirometallurgical. In: MATHEWSON, C.H. Zinc The Science and Technology of the Metal, its Alloys and Compounds. New York , Reinhold, 1970. Cap. 5, p. 103-36.

9. BILLI, M. How Gorno Recovers Oxidized Zinc. *Engineering and Mining Journal*, 158 (4): 82-86, Apr. 1957.
10. REY, M.; SITIA, G.; RAFFINOT, P.; FORMANEK, V. Flotation of Oxidized Zinc Ores. *Mining Engineering*, p.416-20, Apr. 1954.
11. BILLI, M.; QUAI, V. Developments and Results Obtained in the Treatment of Zinc Oxides Ores at the Ammi Mines. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 6. Cannes, 1963; p. 631-49.
12. CAPRONI, G.; CICCU, R.; GHIANI, M.; TRUDU, I. The Processing of Oxidized Lead and Zinc Ores in the Campo Pisano and San Giovanni Plants. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 13. Varsóvia, 1979; p. 71-91.
13. CICCU, R.; CURRELI, L.; GHIANI, M. The Beneficiation of Lean Semioxidized Lead-Zinc Ores. Technical and Economical Evaluation of Different Flotation Flowsheets Applied to Sardinian Ores. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 13. Varsóvia, 1979; p. 125-43.
14. REY, M. Quinze Année de Flottation des Calamines. *Revue de L'Industrie Minérale*, Paris, 47: 105-20, Fév. 1965.
15. CASES, J.M.; TREBELSI, K.; PREDALI, J.J.; BRION, D. Concentration par Flottation d'un Minerai d'oxyde de Zinc et de Plomb. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 13. Varsóvia, 1979; p. 95-121.

16. COELHO, E.M.; PERES, A.E.C. Concentração em Mesa Vibratória e Flutuação do Minério de Zinco de Vazante. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA, 2. Rio de Janeiro, mai.1974; p. 1-11.
17. CAMPOS, V.F.; MENDES, C.M.; RAMOS, L.F.V.; FONSECA, F.V. Concentração do Minério de Zinco de Vazante. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIO E HIDROMETALURGIA, 1. Rio de Janeiro, mai. 1973; p. 1-6.
18. SCHWITZER, M.K. The Application of Cationic Surface Active Agents. Chemistry and Industry (21): 822-31, Nov. 1972; p. 822-31.
19. MINERAL Flotation with Armour Cationic Chemicals. Chicago, Armour Industrial Chemical Co., 1955, 16 p.
20. SOMASUNDARAN, P. Interfacial Chemistry of Particulate Flotation. American Institute of Chemical Engineers, 71: 1-15, 1975
21. GAUDIN, A.M. Flotation. Londres, Mc Graw-Hill, 1957; 573 p.
22. GLEMBOTSKII, V.A.; KLASSEN, V.I.; PLAKSIN, I.N. Flotation. New York. Primary Sources, 1972. 633 p.
23. SMITH, R.W.; AKHTAR, S. Cationic Flotation of Oxides and Silicates. In: FUERSTENAU, M.C. Flotation; A. M. Gaudin Memorial Volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p. vol.1 cap. 5, p. 87-116.

24. LASKOWSKI, J. Fundamentos Físico-Químicos de la Minera lurgia. Universidad de Concepcion (Chile), 1974, 622 p.
25. SUTHERLAND, K.L.; WARK, I.W. Principles of Flotation. Melbourne, Australasian Institute of Mining and Metallurgy, 1955. 489 p.
26. APLAN, F.F.; FUERSTENAU, D.W. Principles of Nonmetallic Mineral Flotation. In: FUERSTENAU, D.W. Froth Flotation; 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum Engineers, 1962. 677 p. cap. 7, p. 170-214.
27. GAYDARIJEV, S.S. Discussion. In: BILLI, M; QUAI, V. Developments and Results Obtained in the Treatment of Zinc Oxides Ores at the Ammi Minas. INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, G. Cannes, 1963; p.647-48.
28. SCHURMANN. In: MIRANDA, E.F. Preparacion Mecanica de Minerales Y Carbones, Madri, Dossat, 1965, 580 p., cap. 46, p. 383.
29. MIRANDA, E.F. Preparacion Mecanica de Minerales Y Carbones, Madri, Dossat, 1965, 580 p.
30. DORENFELD, A.C. Slime Coatings: How to Explain and Control them. Engineering and Mining Journal, 154 (5) : 87, 1953.
31. FUERSTENAU, D.W.; GAUDIN, A.M.; MIAW, H.L. Iron Oxides Slime Coatings in Flotation. Mining Engineering. p.792-96; Jul. 1958.

32. MELOY, T.P. The Treatment of Fine Particles During Flotation. In: FUERSTENAU, D.W. Froth Flotation; 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York, The American Institute of Mining Metallurgy and Petroleum Engineers, 1962. 677 p. cap 7, p. 247-257.
33. AHMED, S.M. Electrochemical Properties of the Oxide-Solution Interface in Relation to Flotation. American Institute of Chemical Engineers, 71: p. 24-33, 1975.
34. HANNA, H.S.; SOMASUNDARAN, P. Flotation of Salt-Type Minerals. In: FUERSTENAU, M.C. Flotation; A.M. Gaudin Memorial volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p. vol. . cap 8, p. 197-272.
35. MODI, H.J.; FUERSTENAU, D.W. Flotation of Corundum , an Electrochemical Interpretation. Trans. AIME. 217: p. 381-387, 1960.
36. KOMLEV, A.M.; POTAPENKO, V.E.; YUR'EVA, N.A. In: HANNA, H.S.; SOMASUNDARAN, P. Flotation of Salt-Type Minerals. In: FUERSTENAU, M.C. Flotation. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p. vol 1. cap 8, p. 238.
37. SALEEB, F.Z.; HANNA, H.W. In: HANNA, H.S.; SOMASUNDARAN P. Flotation of Salt-Type Minerals. In FUERSTENAU, M.C. Flotation. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p. , vol. 1, cap. 8, p. 238.

38. TAGGART, A.F. Elements of Ore Dressing. New York ,  
Willey, 1964. 595 p.
39. SUN, S.C.; SNOW, R.E.; PURCELL, W.I. Flotation Characteristics of Florida Leached Zone Phosphate Ore with Fatty Acids. Trans. AIME, 208: p. 70-75, 1957.
40. MACDONALD, R.D.; BRISON, R.J. Applied Research in Flotation. In: FUERSTENAU, D.W. Froth Flotation; 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum Engineers, 1962, 677p., cap. 12, p.298-327.
41. POLING, G.W. Selection and Sizing of Flotation Machines. In: CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE FLOTAÇÃO, 1. Concepción, 1979. 24 p.
42. PLOUF, T.M. Large Volume Flotation Machine. Development Criteria and Plant Testing. In: CONGRESSO LATINO- AMERICANO DE FLOTAÇÃO, 1. Concepción, 1979. 37 p.
43. BLOECHER, F.W. Froth Flotation. New York, Cyanamid International, s.d. 14 p. (Cyanamid Mining Chemicals Technical Data).
44. WRIGHT, H.W. Flotation Aeration. Bulletin Denver Equipment Co. (F10-B17), Jul. 1943. p.5-8.
45. FUERSTENAU, D.W.; RAGHAVAN, S. Some Aspects of the Thermodynamics of Flotation. In: FUERSTENAU, M:C. Flotation; A.M. Gaudin Memorial Volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p., vol.1, cap.3, p. 21-65.

46. LYKLEMA, J. In: FUERSTENAU, D.W.; RAGHAVAN, S. Some Aspects of the Thermodynamics of Flotation. In: FUERSTENAU, M.C. Flotation. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1976. 621 p., vol. 1, cap. 3, p. 44.
47. GISLER, H.J. Factors Affecting Flotation. Bulletin Denver Equipment Co. (F10-B60), s.d. 12 p.
48. FUERSTENAU, D.W.; RAGHAVAN, S. The Crystal Chemistry, Surface Properties and Flotation Behavior of Silicate Minerals. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 12. São Paulo, 1977. 47 p.
49. ERNST, W.G. Minerais e Rochas. São Paulo, Edgard Blücher, 1971. 162 p.
50. MASON, B.; BERRY, L.G. Elements of Mineralogy. São Francisco, Freeman, 1968, 550 p.
51. DEER, W.A.; HOWIE, R.A.; ZUSSMAN, J. Rock Forming Minerals. Londres, Longman, 1975. 5 v.
52. PRÉDALI, J.J.; CASES, J.M. Zeta Potential of Magnesian Carbonates in Inorganic Electrolytes. Journal of Colloid and Interface Science. 45 (3): 449-58, Dec.1973.
53. RAGHAVAN, S.; FUERSTENAU, D.W. On the Wettability and Flotation Concentration of Submicron Hematite Particles with Octylhydroxamate as Collector. American Institute Chemical Engineers, 71: 59-67, 1975.



54. BRUYN, P.L.; AGAR, G.E. Surface Chemistry of Flotation. In: FUERSTENAU, D.W. Froth Flotation; 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgy and Engineers, 1962. 677 p. cap.5. p.91-138.
55. TÁVORA, E. A Suggestion for the Calculation of the Crystalline Composition of Naturally or Artificially Formed Aggregates from Phase Identification Test and Complete Chemical Analysis. An. Acad. Brasileira Ciências (1972), 44 (1); p. 67-68.
56. DUCKWORTH, W.E. Statistical Techniques in Technological Research, and aid to Research Productivity. Londres, Methnen, 1968; 303 p.

Apêndice 1

CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO DO APARELHO (PHILIPS)  
PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO DO APARELHO (PHILIPS)PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

- tubo de cobre
- filtro de níquel
- 40 Kv
- 16 mA
- fenda divergente de  $1/2^\circ$
- fenda receptora de 0,2 mm
- fenda anti-espalhamento de  $1^\circ$
- contador proporcional
- velocidade do goniômetro,  $2^\circ (2\theta)/\text{min.}$
- velocidade do papel registrador, 2 cm/min.
- fator de escala,  $4 \times 10^2$  cps
- constante do tempo, 4

Apêndice 2

MÉTODO UTILIZADO PARA DOSAGEM DE Zn

MÉTODO UTILIZADO PARA DOSAGEM DE ZINCO

O método empregado, para determinação do teor em zinco, consta de um ataque inicial com 10 ml de ácido fluorídrico e 5 ml de ácido perclórico em 0,1 g de amostra. A seguir, é feito um novo ataque com 10 ml de ácido clorídrico e 10 ml de ácido nítrico. A leitura sendo feita em aparelho de absorção atômica "Varian", modelo AA-6.

Apêndice 3

MÉTODO UTILIZADO PARA DETERMINAÇÃO  
DO GRAU DE LIBERAÇÃO POR  
MICROSCOPIA

MÉTODO UTILIZADO PARA DETERMINAÇÃO DO  
GRAU DE LIBERAÇÃO POR MICROSCOPIA

Para determinação do grau de liberação por microscopia utilizou-se o método de GAUDIN simplificado.

A técnica consiste em observar separadamente cada fração granulométrica. As partículas mais grosseiras (até 65 malhas) são observadas em lupa binocular, enquanto as frações finas (até 270 malhas) são analisadas em microscópio petrográfico.

Supõe-se cada partícula subdividida em dez partes iguais. Nas partículas mistas faz-se uma avaliação da quantidade de partes que seriam constituídas pelo mineral que se deseja determinar o grau de liberação. O grau de liberação é calculado pela expressão:

$$GL = \frac{(10 \times PL)}{(10 \times PL) + (N)}$$

GL = Grau de liberação

PL = Número de partículas livres

N = Número de partes do mineral, que se deseja determinar o grau de liberação, nas partículas mistas

Apêndice 4

CÁLCULOS RELACIONADOS À ANÁLISE  
ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS



SÉRIE DE TESTES: Concentração do Sulfeto de Sódio e do Coletor

RESPOSTA: Teor em Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

g/t	Na <sub>2</sub> S				Total
	Coletor	1000	2000	3000	
250	9,6	17,5	43,8	41,0	111,9
500	14,8	20,0	35,0	35,0	104,8
750	21,0	21,9	24,4	31,3	98,6
Total	45,4	59,4	103,2	107,3	315,3

$$\sum \frac{T_c^2}{3} = \frac{27753,05}{3} = 9251,0$$

$$\sum \frac{T_f^2}{4} = \frac{33226,61}{4} = 8306,6$$

$$\frac{T_t^2}{12} = 8284,5$$

$$\sum x^2 = 9562,55$$

$$\text{Entre (conc.coletor)} = 8306,6 - 8284,5 = 22,1$$

$$\text{Entre (conc.Na}_2\text{S)} = 9251,0 - 8284,5 = 966,5$$

$$\text{Total} = 9562,5 - 8284,5 = 1278,0$$

Variaco	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (conc.col.)	22,1	2	11,05
Entre (conc.Na <sub>2</sub> S)	966,5	3	322,17
Resduo	289,4	6	48,23
Total	1278,0	11	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre col.}) = \frac{48,23}{11,05} = 4,36$$

$$F_{\text{tab.}}(6,2,5\%) = 19,3$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre Na}_2\text{S}) = \frac{322,17}{48,23} = 6,68$$

$$F_{\text{tab.}}(3,6,5\%) = 4,76$$

Decomposio em Componentes da Variao Relativa  Concentrao do Sulfeto de Sdio.

$$S.Q.(1) = \frac{[-3(45,4) - (59,4) + (103,2) + (107,3)]^2}{20 \times 3} = 877,84$$

$$S.Q.(q) = \frac{[(45,4) - (59,4) - (103,2) + (107,3)]^2}{4 \times 3} = 8,17$$

$$S.Q.(c) = \frac{[-(45,4) + 3(59,4) - 3(103,2) + (107,3)]^2}{20 \times 3} = 80,50$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Conc. Na <sub>2</sub> S	966,50	3	322,17
Comp. linear	877,84	1	877,84
Comp. Quadrática	8,17	1	8,17
Comp. cúbica	80,50	1	80,50

$$F_{\text{calc.}(l)} = \frac{877,84}{48,23} = 18,2 > F_{\text{tab.}(1,6,5\%)} = 5,99$$

$$F_{\text{calc.}(q)} = \frac{48,23}{8,17} = 5,90 < F_{\text{tab.}(6,1,5\%)} = 234,00$$

$$F_{\text{calc.}(c)} = \frac{80,50}{48,23} = 1,67 < F_{\text{tab.}(1,6,5\%)} = 5,99$$

SÉRIE DE TESTES: Concentração do Sulfeto de Sódio e do Coletor

RESPOSTA: Recuperação do Zinco no Concentração

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

g/t	Na <sub>2</sub> S				Total
	Coletor	1000	2000	3000	
250	5,5	4,4	51,6	66,2	127,7
500	26,6	24,8	52,4	78,2	182,0
750	87,6	72,6	77,4	78,6	316,2
Total	119,7	101,8	181,4	223,0	625,9

$$\sum \frac{T_c^2}{3} = \frac{107326,29}{3} = 35775,43$$

$$\sum \frac{T_f^2}{4} = \frac{149413,73}{4} = 37353,43$$

$$\frac{T_t^2}{12} = \frac{391750,81}{12} = 32645,90$$

$$\sum X^2 = 42391,45$$

$$\text{Entre (conc.col.)} = 37353,43 - 32645,90 = 4707,53$$

$$\text{Entre (conc. Na}_2\text{S)} = 35775,43 - 32645,90 = 3129,53$$

$$\text{Total} = 42391,45 - 32645,90 = 9745,55$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (conc.col.)	4707,53	2	2353,76
Entre (conc. Na <sub>2</sub> S)	3129,53	3	1043,18
Resíduo	1908,49	6	318,08
Total	9745,55	11	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre col.}) = \frac{2353,76}{318,08} = 7,40 > F_{\text{tab.}}(2,6,5\%) = 5,14$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre Na}_2\text{S}) = \frac{1043,18}{318,08} = 3,28 < F_{\text{tab.}}(3,6,5\%) = 4,76$$

Decomposição em Componentes da Variação Relativa à Concentração do Coletor.

$$S.Q.(l) = \frac{[(127,7) + (316,2)]^2}{2 \times 4} = 4441,53$$

$$S.Q.(q) = \frac{[(127,7) - 2(182,0) + (316,2)]^2}{6 \times 4} = 266,13$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (conc.col.)	4707,66	2	2353,76
comp. linear	4441,53	1	4441,53
comp. quadrática	266,13	1	266,13

$$F_{\text{calc. (1)}} = \frac{4441,53}{318,08} = 13,96 > F_{\text{tab. (1,6,5\%)}} = 5,99$$

$$F_{\text{calc. (q)}} = \frac{318,08}{266,13} = 1,20 < F_{\text{tab. (6,1,5\%)}} = 234,00$$

SÉRIE DE TESTES: Concentração dos Modificadores

RESPOSTA: Teor em Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

g/t		M23		
Calgon	250	500	750	Total
250	44,5	45,0	43,0	132,5
500	44,0	43,3	43,3	130,6
750	44,5	43,5	43,3	131,3
Total	133,0	131,8	129,6	394,4

$$\sum \frac{T_c^2}{3} = \frac{51856,4}{3} = 17285,47$$

$$\sum \frac{T_f^2}{3} = \frac{51852,3}{3} = 17284,1$$

$$\frac{T_t^2}{9} = \frac{155551,36}{9} = 17283,48$$

$$\sum X^2 = 17287,42$$

$$\text{Entre (conc.M23)} = 17285,47 - 17283,48 = 1,99$$

$$\text{Entre (conc.calgon)} = 17284,10 - 17283,48 = 0,62$$

$$\text{Total} = 17287,42 - 17283,48 = 3,94$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (conc. M23)	1,99	2	0,99
Entre (conc. calgon)	0,62	2	0,31
Resíduo	1,33	4	0,33
Total	3,94	8	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre M23}) = \frac{0,99}{0,33} = 3,00 < F_{\text{tab.}}(2,4,5\%) = 6,49$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre calgon}) = \frac{0,33}{0,31} = 1,06 < F_{\text{tab.}}(4,2,5\%) = 19,20$$



SÉRIE DE TESTES: Concentração dos Modificadores

RESPOSTA: Recuperação do Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

g/t		M23		
Calgon	250	500	750	Total
250	32,0	40,7	73,3	146,0
500	75,5	83,6	73,3	232,4
750	67,6	56,2	63,5	187,3
Total	175,1	180,5	210,1	565,7

$$\sum \frac{T_c^2}{3} = \frac{107382,27}{3} = 35794,09$$

$$\sum \frac{T_f^2}{3} = \frac{110407,05}{3} = 36802,35$$

$$\frac{T_t^2}{9} = \frac{320016,49}{9} = 35557,39$$

$$\sum X^2 = 37875,93$$

$$\text{Entre (conc.M23)} = 35794,09 - 35557,39 = 236,70$$

$$\text{Entre (conc.calgon)} = 36802,35 - 35557,39 = 1244,96$$

$$\text{Total} = 37875,93 - 35557,39 = 2318,54$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (conc. M23)	236,70	2	118,35
Entre (conc. Calgon)	1244,96	2	622,48
Resíduo	836,88	4	209,22
Total	2318,54	8	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre conc, M23}) = \frac{209,22}{118,35} = 1,77 < F_{\text{tab.}}(4, 2, 5\%) = 19,2$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre conc. calgon}) = \frac{622,48}{209,22} = 2,97 < F_{\text{tab.}}(2, 4, 5\%) = 6,49$$

SÉRIE DE TESTES: Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio  
e Rotação da Célula

RESPOSTA: Teor em Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

t.cond.	Rotação da Célula			Total
	900	1000	1100	
2	37,3	36,8	36,5	110,6
4	37,0	36,0	38,5	111,5
6	35,5	32,5	36,0	104,0
8	39,4	41,9	44,5	125,8
10	40,3	42,5	35,8	118,6
Total	189,5	189,7	191,3	570,5

$$\sum \frac{T_c^2}{5} = \frac{108492,03}{5} = 21698,41$$

$$\sum \frac{T_f^2}{3} = \frac{65372,21}{3} = 21790,74$$

$$\frac{T_t^2}{15} = \frac{325470,25}{15} = 21698,02$$

$$\sum x^2 = 21837,73$$

Entre (rot.Célula) = 21698,41 - 21698,02 = 0,39

Entre (t. cond.) = 21790,74 - 21698,02 = 92,72

Total = 21837,73 - 21698,02 = 139,71

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre(rot.célula)	0,39	2	0,20
Entre(t.cond.)	92,72	4	23,18
Resíduo	46,60	8	5,83
Total	139,71	14	

$$F_{\text{calc.}}(\text{rot.cel.}) = \frac{5,83}{0,20} = 29,15 > F_{\text{tab.}}(8,2,5\%) = 19,40$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{t.cond.}) = \frac{23,18}{5,83} = 3,98 > F_{\text{tab.}}(4,8,5\%) = 3,84$$

Decomposição em Componentes da Variação Relativa ao Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio

$$S.Q.(1) = \frac{[-2(110,6) - 1(111,5) + 0 + 1(125,8) + 2(118,6)]^2}{10 \times 3} = 30,60$$

$$S.Q.(qd) = \frac{[2(110,6) - 1(111,5) - 2(104,0) - 1(125,8) + 2(118,6)]^2}{14 \times 3} = 4,09$$

$$S.Q.(c) = \frac{[-1(110,6) + 2(111,5) + 0 - 2(125,8) + 1(118,6)]^2}{10 \times 3} = 14,15$$

$$S.Q.(qt) = 92,72 - 30,60 - 4,09 - 14,15 = 43,88$$

Variaco	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre t.cond. Na <sub>2</sub> S	92,72	4	23,18
Comp. linear	30,60	1	30,60
comp. quadrtica	4,09	1	4,09
comp. cbica	14,15	1	14,15
comp. qurtica	43,88	1	43,88

$$F_{\text{calc.}(1)} = \frac{30,60}{5,83} = 5,25 < F_{\text{tab.}(1,8,5\%)} = 5,32$$

$$F_{\text{calc.}(qd)} = \frac{5,83}{4,09} = 1,43 < F_{\text{tab}(8,1,5\%)} = 239,00$$

$$F_{\text{calc.}(c)} = \frac{14,15}{5,83} = 2,43 < F_{\text{tab.}(1,8,5\%)} = 5,32$$

$$F_{\text{calc.}(qt)} = \frac{43,88}{5,83} = 7,52 > F_{\text{tab.}(1,8,5\%)} = 5,32$$

Decomposio em Componentes da Variao Relativa a Rotao da Clula.

$$S.Q._{(1)} = \frac{[-1(189,5)+1(191,3)]^2}{2 \times 5} = 0,324$$

$$S.Q._{(q)} = \frac{[+1(189,5)-2(189,7)+1(191,3)]^2}{6 \times 5} = 0,065$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (rot.célula)	0,39	2	454,81
Comp. linear	0,324	1	0,324
comp. quadrática	0,065	1	0,065

$$F_{\text{calc.}(1)} = \frac{5,83}{0,324} = 17,99 < F_{\text{tab.}(8,1,5\%)} = 239,00$$

$$F_{\text{calc.}(q)} = \frac{5,83}{0,065} = 89,69 < F_{\text{tab.}(8,1,5\%)} = 239,00$$

SÉRIE DE TESTES: Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio  
e Rotação da Célula

RESPOSTA: Recuperação do Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

t.cond.	Rotação da Célula			Total
	900	1000	1100	
2	90,0	90,8	91,3	272,10
4	90,2	90,7	88,7	269,6
6	90,6	88,3	91,5	270,4
8	88,5	80,3	55,0	223,8
10	64,4	69,0	12,4	145,8
Total	423,7	419,1	338,9	1181,7

$$\text{Entre (rot.cel.)} : \sum \frac{T_c^2}{5} = \frac{470019,71}{5} = 94003,94$$

$$\text{Entre (t.cond.)} : \sum \frac{T_f^2}{3} = \frac{291182,81}{3} = 97060,94$$

$$\frac{T_t^2}{15} = \frac{1396414,89}{15} = 93094,33$$

$$\sum X^2 = 99655,51$$

$$\begin{aligned} \text{Entre (rot.cél.)} &= 94003,94 - 93094,33 = 909,61 \\ \text{Entre (t.cond.)} &= 97060,94 - 93094,33 = 3966,61 \\ \text{Total} &= 99655,51 - 93094,33 = 6561,18 \end{aligned}$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (rot.cel.)	909,61	2	454,81
Entre (t.cond.)	3966,61	4	991,65
Resíduo	1684,96	8	210,62
Total	6561,18	14	

$$F_{\text{calc. (rot.cel.)}} = \frac{454,81}{210,62} = 2,16 < F_{\text{tab. (2,8,5\%)}} = 4,46$$

$$F_{\text{calc. (t.cond.)}} = \frac{991,65}{210,62} = 4,71 > F_{\text{tab. (4,8,5\%)}} = 3,84$$

Decomposição em Componentes de Variação Relativa ao Tempo de Condicionamento do Sulfeto de Sódio.

$$S.Q. (1) = \frac{[-2(272,1) - 1(269,6) + 0 + 1(223,8) + 2(145,8)]^2}{10 \times 3} = 2968,09$$

$$\begin{aligned} S.Q. (qd) &= \frac{[+2(272,1) - 1(269,6) - 2(270,4) - 1(223,8) + 2(145,8)]^2}{14 \times 3} \\ &= 937,20 \end{aligned}$$

$$S.Q. (c) = \frac{[-1(272,1) + 2(269,6) + 0 - 2(223,8) + 1(145,8)]^2}{10 \times 3} = 40,14$$

$$S.Q. (qt) = 3966,61 - 2968,09 - 937,20 - 40,14 = 21,18$$



Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre(t.cond.Na <sub>2</sub> S)	3966,61	4	991,65
comp. linear	2968,09	1	2968,09
comp. quadrático	937,20	1	937,20
comp. cúbico	40,14	1	40,14
comp. quártico	21,18	1	21,18

$$F_{\text{calc.}(l)} = \frac{2968,09}{210,62} = 14,09 > F_{\text{tab.}(1,8,5\%)} = 5,32$$

$$F_{\text{calc.}(qd)} = \frac{937,20}{210,62} = 4,45 < F_{\text{tab.}(1,8,5\%)} = 5,32$$

$$F_{\text{calc.}(c)} = \frac{210,62}{40,14} = 5,25 < F_{\text{tab.}(8,1,5\%)} = 239,00$$

$$F_{\text{calc.}(qt)} = \frac{210,62}{21,18} = 9,94 < F_{\text{tab.}(8,1,5\%)} = 239,00$$

SÉRIE DE TESTES: Tempo de Condicionamento para os Modificadores

RESPOSTA: Teor em Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

Tempo de Con dicionamento	Calgon			T <sub>f</sub>	
	1	5	10		
M23	1	40,6	41,9	43,8	126,3
	3	41,0	42,5	41,9	125,4
	5	41,2	41,3	41,9	124,4
T <sub>c</sub>	122,8	125,7	127,6	376,1	

$$\sum \frac{T_f^2}{3} = \frac{47152,21}{3} = 15717,40$$

$$\sum \frac{T_c^2}{3} = \frac{47162,09}{3} = 15720,70$$

$$\frac{T_t^2}{9} = 15716,80$$

$$\sum X^2 = 15724,01$$

$$\text{Entre (t.cond.calgon)} = 15720,70 - 15716,80 = 3,9$$

$$\text{Entre (t.cond.M23)} = 15717,40 - 15716,80 = 0,6$$

$$\text{Total} = 15724,01 - 15716,80 = 7,21$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre(t.cond.calgon)	3,90	2	1,95
Entre(t.cond. M23)	0,60	2	0,30
Resíduo	2,71	4	0,68
Total	7,21	8	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre t.cond.calgon}) = \frac{1,95}{0,68} = 2,87 < F_{\text{tab.}}(2,4,5\%) = 6,49$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre t.cond.M23}) = \frac{0,68}{0,30} = 2,27 < F_{\text{tab.}}(4,2,5\%) = 19,20$$

SÉRIE DE TESTES: Tempo de Condicionamento para os Modificado  
res

RESPOSTA: Recuperação do Zinco no Concentrado

ANÁLISE DA VARIÂNCIA: (ANOVA)

Tempo de Con dicionamento	Calgon			T <sub>f</sub>
	1	5	10	
1	37,0	30,4	52,6	120,0
3	65,4	50,1	51,1	166,6
5	63,8	31,5	32,8	128,1
T <sub>c</sub>	166,2	112,0	136,5	414,7

$$\sum \frac{T_{i}^2}{3} = \frac{58565,17}{3} = 19521,72$$

$$\sum \frac{T_{c}^2}{3} = \frac{58798,69}{3} = 19599,56$$

$$\frac{T_{t}^2}{9} = 19108,45$$

$$\sum x^2 = 20596,83$$

$$\text{Entre (t.cond.M23)} = 19521,72 - 19108,45 = 413,27$$

$$\text{Entre (t.cond.calgon)} = 19599,56 - 19108,45 = 491,11$$

$$\text{Total} = 20596,83 - 19108,45 = 1488,38$$

Variação	S.Q.	G.L.	M.Q.
Entre (t.cond.calgon)	491,11	2	245,56
Entre (t.cond. M23)	413,27	2	206,64
Resíduo	584,00	4	146,00
Total	1488,38	8	

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre t.cond.calgon}) = \frac{245,56}{146,00} = 1,68 < F_{\text{tab.}}(2,4,5\%) = 6,49$$

$$F_{\text{calc.}}(\text{entre t.cond. M23}) = \frac{206,64}{146,00} = 1,42 < F_{\text{tab.}}(2,4,5\%) = 6,49$$

## AMOSTRAS RETIRADAS DA PILHA DE HOMOGENEIZAÇÃO

## RESPOSTA EM TEOR DE ZINCO

## ANÁLISE DA VARIÂNCIA (TESTE DE STUDENT)

<u>Amostra</u>	<u>% Fe</u>	<u><math>(X_i - \bar{X})^2</math></u>
3	12,90	0,0576
4	12,72	0,0036
5	12,83	0,0289
6	12,54	0,0144
7	12,60	0,0036
8	12,48	0,0324
9	12,10	0,3136
10	12,87	0,0441
11	13,22	0,3136
12	12,40	0,0676

$$\bar{X} = 12,66 \quad \Sigma (X_i - \bar{X}) = 0,8794$$

$$DM = 0,0879$$

grau de liberdade =  $N - 1 = 9$

$$S = \sqrt{\frac{0,8794}{9}} = 0,3126$$

$$EPM = \frac{S}{\sqrt{N}} = \frac{0,3126}{\sqrt{10}} = 0,0989$$

$$EPM = EPDM$$

$$t = \frac{DM}{EPDM} = \frac{0,0879}{0,0989} = 0,8888$$

$$t_{\text{tab.}(9,5\%)} = 2,26 > t_{\text{calc.}} = 0,89$$

AMOSTRAS RETIRADAS DA PILHA DE HOMOGENEIZAÇÃO  
 RESPOSTA EM TEOR DE FERRO  
 ANÁLISE DA VARIÂNCIA (TESTE DE STUDENT)

<u>Amostra</u>	<u>% Fe</u>	<u><math>(X_i - \bar{X})^2</math></u>
3	10,84	0,3136
4	10,66	0,5476
5	10,88	0,2704
6	10,82	0,3364
7	12,51	1,2321
8	12,01	0,3721
9	12,30	0,8100
10	11,19	0,0441
11	11,01	0,1521
12	11,87	0,2209

$$\bar{X} = 11,40 \quad \sum (X_i - \bar{X})^2 = 4,2993$$

$$DM = 0,4299$$

grau de liberdade =  $N - 1 = 9$

$$S = \sqrt{\frac{4,2993}{9}} = 0,6912$$

$$EPM = \frac{S}{\sqrt{N}} = \frac{0,6912}{\sqrt{10}} = 0,2187$$

$$EPM = EPDM$$

$$t = \frac{DM}{EPDM} = \frac{0,4299}{0,2187} = 1,9657$$

$$t_{\text{tab.}(9,5\%)} = 2,26 > t_{\text{calc.}} = 1,97$$

SÉRIE DE TESTES PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL  
 ANÁLISE DA CONSISTÊNCIA  
 RESPOSTA EM TEOR DE ZINCO NO CONCENTRADO

Código do Tratamento	Resposta		$(R_1 - R_2)^2$	Yates da Consistência			Variância Associada	$F_{calc.}$	$F_{tab.} = 6,39$ (4,4,5%)
	$R_1$	$R_2$		Y-1	Y-2	Y-3			
(1)	30,3	35,0	22,09	25,33	34,37	91,79	T		
a	40,8	42,6	3,24	9,04	57,42	- 0,03	A	1,00	NS
b	41,5	41,3	0,04	55,73	- 9,89	-70,33	B	7,55	S
ab	42,3	39,3	9,00	1,69	9,86	9,86	AB	1,24	NS
c	32,3	37,0	22,09	-18,85	-16,29	23,05	C	1,67	NS
ac	34,8	29,0	33,64	8,96	-54,04	19,75	AC	1,55	NS
bc	38,5	39,8	1,69	11,55	27,81	-37,75	BC	2,40	NS
abc	43,3	43,3	0	- 1,69	-13,24	14,57	ABC	1,38	NS

$$\Sigma(R_1 - R_2)^2 = 91,79$$

$$F_{calc.} = \frac{(Y-3)_T + (Y-3)_n}{(Y-3)_T - (Y-3)_n}$$



SÉRIE DE TESTES PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ANÁLISE DA CONSISTÊNCIA

TRANSFORMADAS DAS RESPOSTAS, EM TEOR DE ZINCO, NOS SEUS RESPECTIVOS COSENOS

Código do Tratamento	Resposta		$(R_1 - R_2)^2$	Yates da Consistência			Variância Associada	$F_{calc.}$	$F_{tab.} = 6,39$ (4,4,5%)
	$R_1$	$R_2$		Y-1	Y-2	Y-3			
(1)	0,8634	0,8192	0,00195	0,00239	0,00357	0,00881	T		
a	0,7570	0,7361	0,00044	0,00118	0,00524	0,00013	A	1,03	NS
b	0,7490	0,7513	0,00001	0,00504	-0,00035	-0,00605	B	5,38	NS
ab	0,7396	0,7738	0,00117	0,00020	0,00048	0,00179	AB	1,51	NS
c	0,8453	0,7986	0,00218	-0,00151	-0,00121	0,00167	C	1,47	NS
ac	0,8211	0,8746	0,00286	0,00116	-0,00484	0,00083	AC	1,21	NS
bc	0,7826	0,7683	0,00020	0,00068	0,00267	-0,00363	BC	2,40	NS
abc	0,7278	0,7278	0	-0,00020	-0,00088	-0,00355	ABC	2,35	NS

$$\Sigma(R_1 - R_2)^2 = 0,00881$$

$$F_{calc.} = \frac{(Y-3)_T + (Y-3)_n}{(Y-3)_T - (Y-3)_n}$$

SÉRIE DE TESTES PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL  
ANÁLISE DA CONSISTÊNCIA  
RESPOSTAS EM RECUPERAÇÃO DO ZINCO NO CONCENTRADO

Código do Tratamento	Resposta		$(R_1 - R_2)^2$	Yates da Consistência			Variância Associada	$F_{calc.}$	$F_{tab.} = 6,39$ (4,4,5%)
	$R_1$	$R_2$		Y-1	Y-2	Y-3			
(1)	64,8	52,4	153,76	202,76	394,86	709,60	T		
a	74,3	67,3	49,00	192,10	314,74	-356,84	A	3,02	NS
b	57,0	47,1	98,01	8,81	-108,68	286,46	B	2,35	NS
ab	82,3	92,0	94,09	305,93	-248,16	-154,70	AB	1,56	NS
c	60,5	58,9	2,56	-104,76	-10,66	-80,12	C	1,25	NS
ac	17,3	14,8	6,25	-3,92	297,12	-139,48	AC	1,49	NS
bc	67,5	50,8	278,89	3,69	100,84	307,78	BC	2,53	NS
abc	65,8	60,6	27,04	-251,85	-255,54	-356,38	ABC	3,02	NS

$$\Sigma(R_1 - R_2)^2 = 709,6$$

$$F_{calc.} = \frac{(Y-3)_T + (Y-3)_n}{(Y-3)_T - (Y-3)_n}$$

SÉRIE DE TESTES PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL  
ANÁLISE DA SIGNIFICÂNCIA  
RESPOSTAS EM TEOR DE ZINCO NO CONCENTRADO

Código do Tratamento	Respostas			Yates da Significância			DM	$t_{\text{calc.}}$	$t_{\text{tab.}}(8,5\%)$ = 2,31
	$R_1$	$R_2$	$(R_1+R_2)$	Y-1	Y-2	Y-3			
(1)	30,3	35,0	65,3	148,7	313,1	611,1	76,39		
a	40,8	42,6	83,4	164,4	298,0	19,7	2,46	2,05	NS
b	41,5	41,3	82,8	133,1	16,9	47,5	5,94	4,95	S
ab	42,3	39,3	81,6	164,9	2,8	- 5,5	0,69	0,58	NS
c	32,3	37,0	69,3	18,1	15,7	- 15,1	1,89	1,58	NS
ac	34,8	29,0	63,8	- 1,2	31,8	- 14,1	1,76	1,47	NS
bc	38,5	39,8	78,3	- 5,5	- 19,3	16,1	2,01	1,68	NS
abc	43,3	43,3	86,6	8,3	13,8	33,1	4,14	3,45	S

$$t_{\text{calc.}} = \frac{DM}{EPDM}$$

$$EPDM = \sqrt{2EPM^2}$$

$$EPM = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$S = \sqrt{\frac{(R_1 - R_2)^2}{2\theta}}$$

$$(R_1 - R_2)^2 = 91,79$$

$$S = \sqrt{\frac{91,79}{16}} = 2,40$$

$$EPM = \frac{2,40}{\sqrt{8}} = 0,85$$

$$EPDM = \sqrt{2 \times (0,85)^2} = 1,20$$

SÉRIE DE TESTES PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ANÁLISE DA SIGNIFICÂNCIA

RESPOSTAS EM RECUPERAÇÃO DO ZINCO NO CONCENTRADO

Código do Tratamento	Respostas		$(R_1 + R_2)$	Yates da Significância			DM	$t_{calc.}$	$t_{tab. (8,5\%)} = 2,31$
	$R_1$	$R_2$		Y-1	Y-2	Y-3			
(1)	64,8	52,4	117,20	258,8	537,2	933,4	116,67		
a	74,3	67,3	141,6	278,4	396,2	15,4	1,93	0,58	NS
b	57,0	47,1	104,1	151,5	94,6	112,8	14,10	4,25	S
ab	82,3	92,0	174,3	244,7	- 79,2	141,2	17,65	5,32	S
c	60,5	58,9	119,4	24,4	19,6	-141,0	- 17,63	5,31	S
ac	17,3	14,8	32,1	70,2	93,2	-173,8	- 21,73	6,55	S
bc	67,5	50,8	118,3	- 87,3	45,8	73,6	9,2	2,77	S
abc	65,8	60,6	126,4	8,1	95,4	49,6	6,2	1,87	NS

$$t_{\text{calc.}} = \frac{DM}{EPDM}$$

$$EPDM = \sqrt{2EPM^2}$$

$$EPM = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$S = \sqrt{\frac{(R_1 - R_2)^2}{2\emptyset}}$$

$$(R_1 - R_2)^2 = 709,6$$

$$S = \sqrt{\frac{709,6}{16}} = 6,66$$

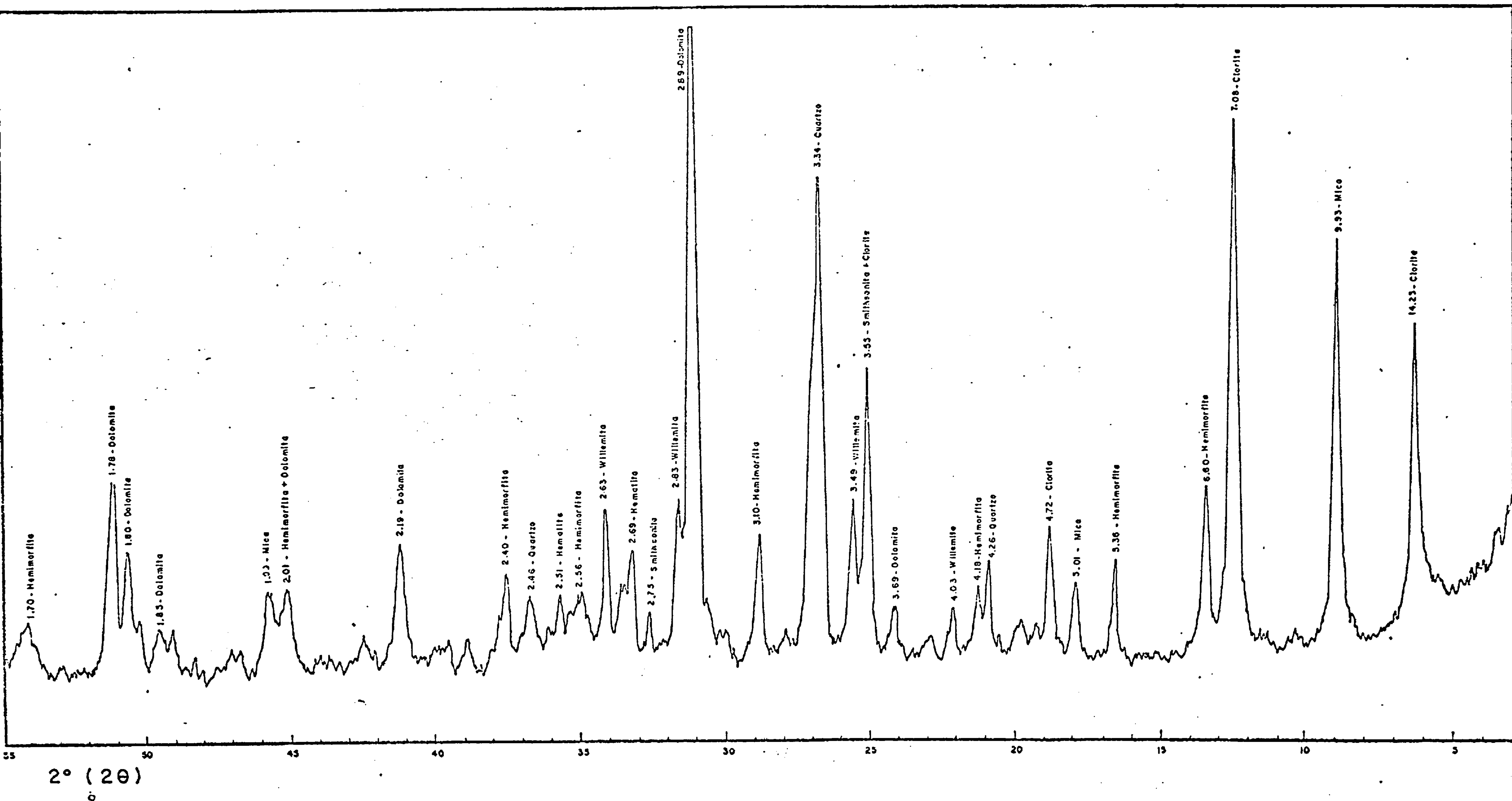
$$EPM = \frac{6,66}{\sqrt{8}} = 2,35$$

$$EPDM = \sqrt{2 \times (2,35)^2} = 3,32$$

Apêndice 5

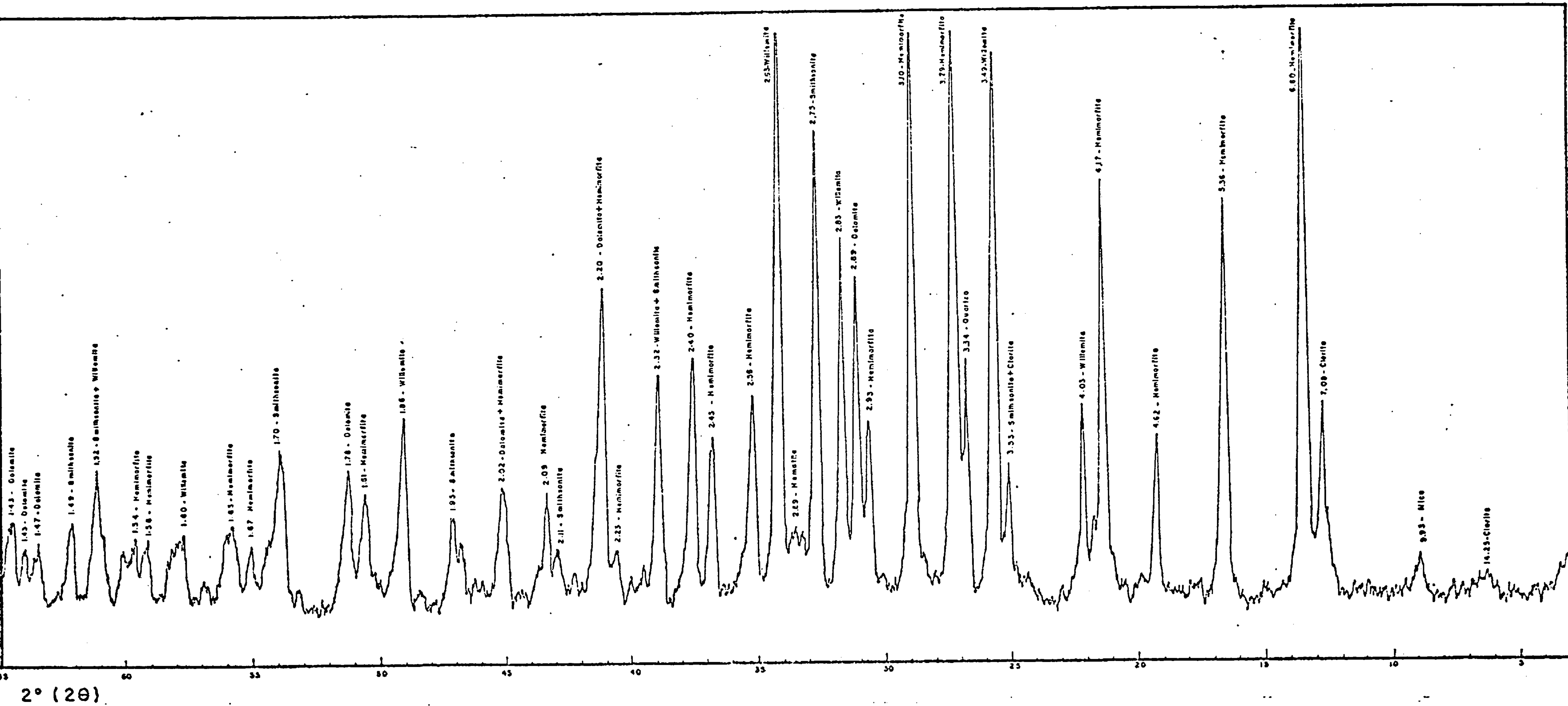
DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X

Difratograma de Raios-X da Alimentação do Teste nº 147

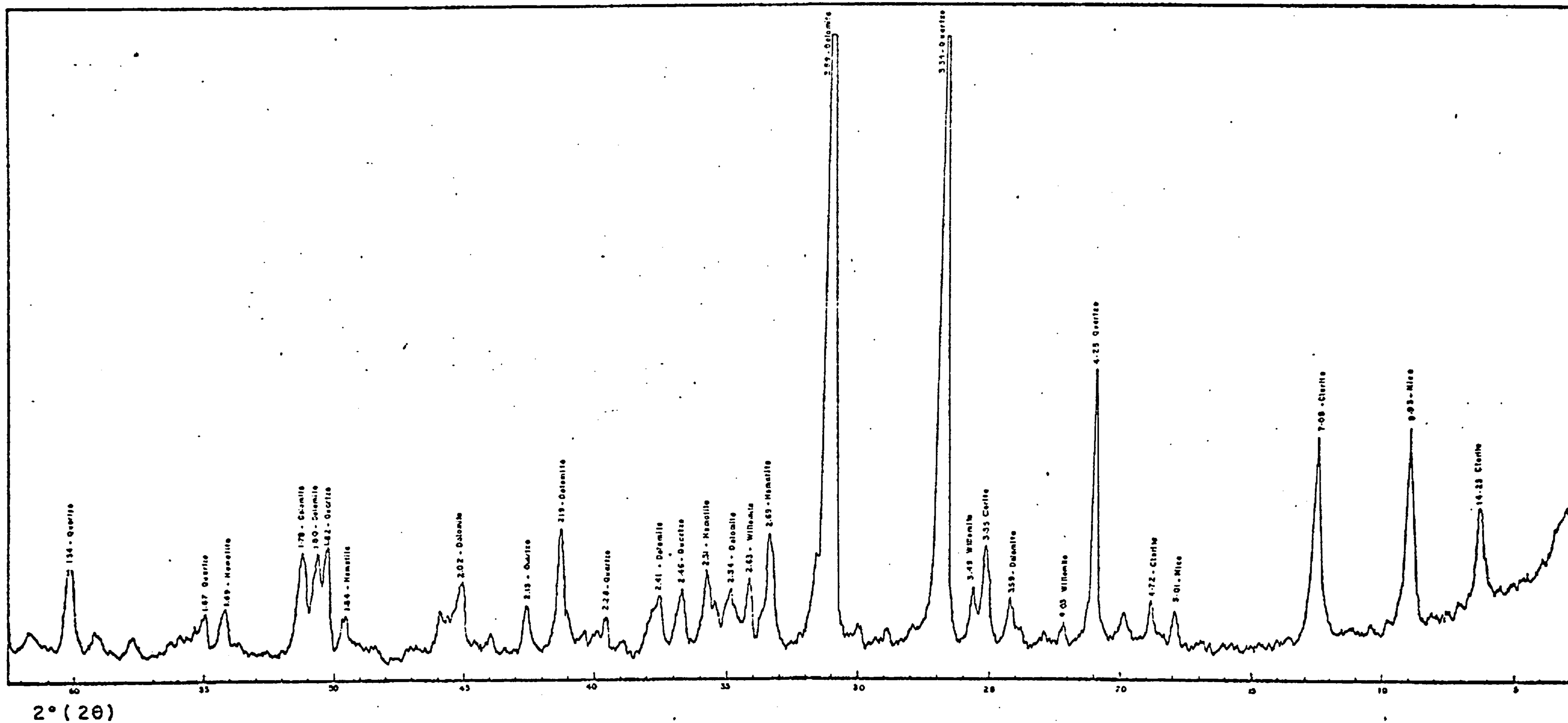




Difratograma de Raios-X do Concentrado do Teste nº 147



Difratograma de Raios-X do Rejeito do Teste nº 147



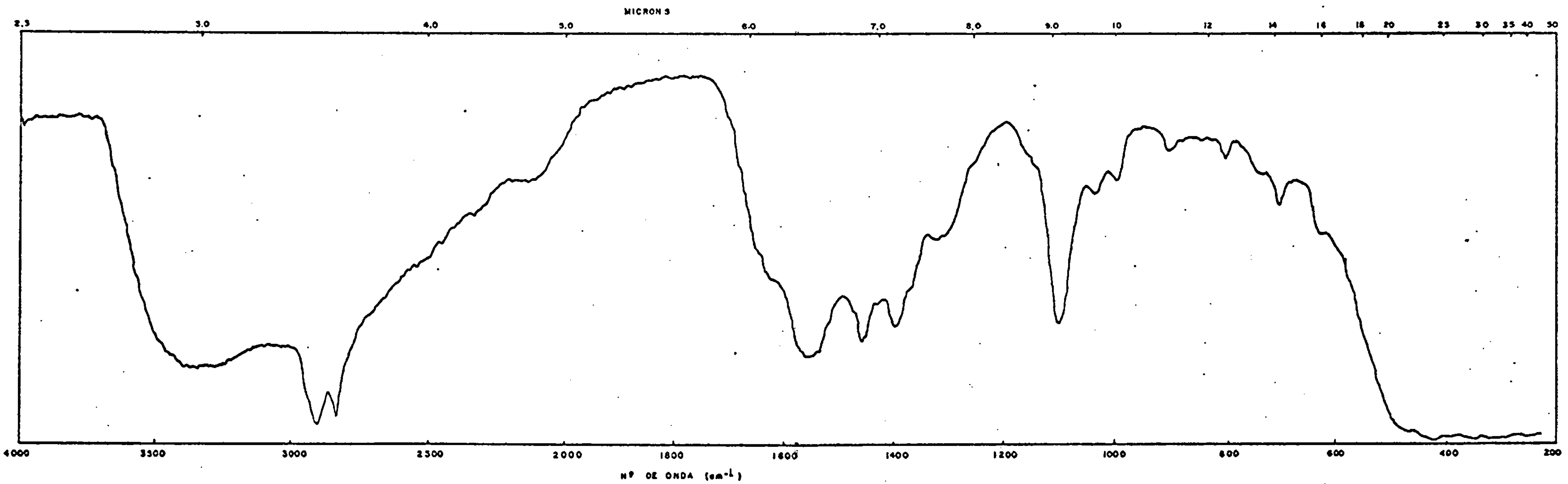
CONDIÇÕES DO TESTE Nº 147

- coletor . . . . . Hoe F 2792 (250 g/t)
- sulfetante . . . . . Na<sub>2</sub>S (3000g/t)
- modificadores . . . . . calgon (500 g/t)
- M23 (500 g/t)
- espumante . . . . . óleo de pinho(50 g/t)
- condicionamento . . . . . a) calgon - 3 min.
- b) Na<sub>2</sub>S - 7 min.
- c) M23 - 3 min.
- d) Hoe F 2792 - 1 min.
- rotação da célula . . . . . 1000 r.p.m.
- pressão de entrada de ar . . . . . 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>
- vazão de ar . . . . . 7,2 l/min.
- pH . . . . . 11
- regulador de pH . . . . . Na<sub>2</sub>S
- tempo de flotação . . . . . 6 min.
- granulometria da alimentação . . . . . 10x400 malhas
- água . . . . . desionizada
- % de sólidos na polpa . . . . . 30
- temperatura . . . . . ambiente
- célula . . . . . Galigher

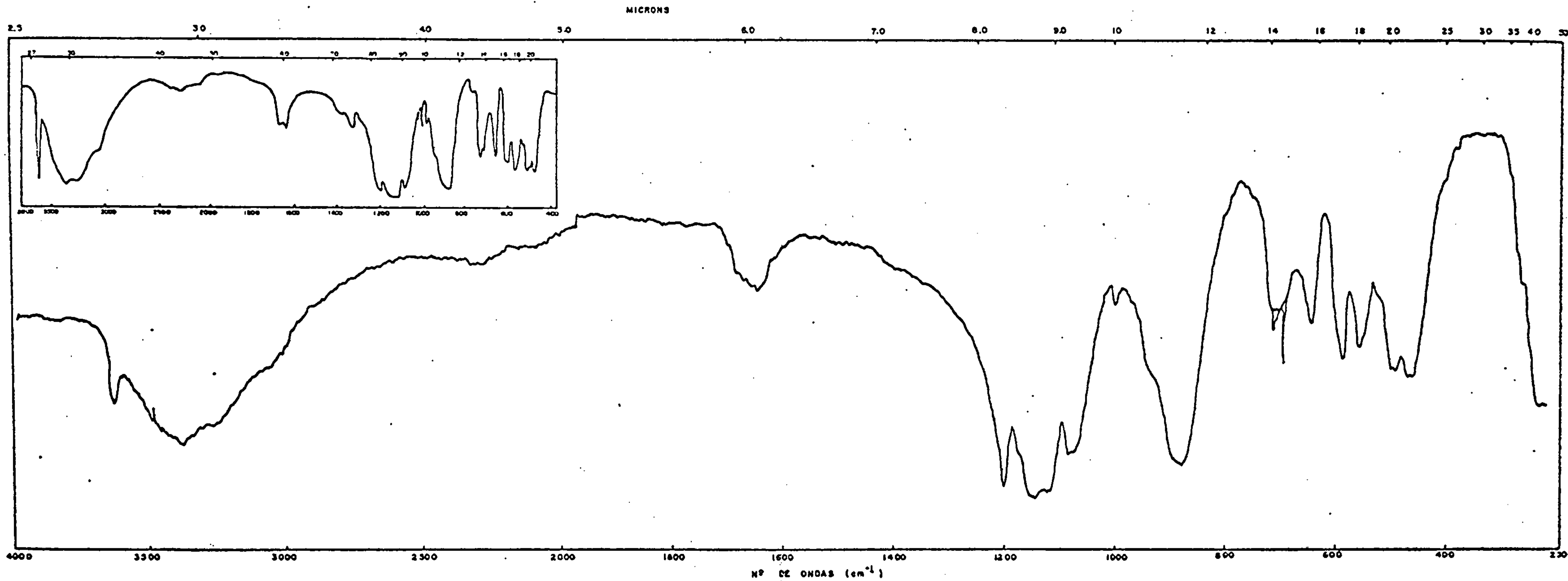
Apêndice 6

ESPECTROS DE INFRA-VERMELHO  
DE REAGENTES

Espectro de Infravermelho para a Amina Hoe F 2792



Comparação dos Espectros do Modificador 23 com o de um Tripolifosfato de Sódio



Condições de Operação do Aparelho para as Análises  
por Infravermelho

## a) espectro da amina

traj. da célula	-	filme
referência	-	ar
veloc. sel.	-	média
corte	-	N time constant.2

## b) espectro do Modificador 23

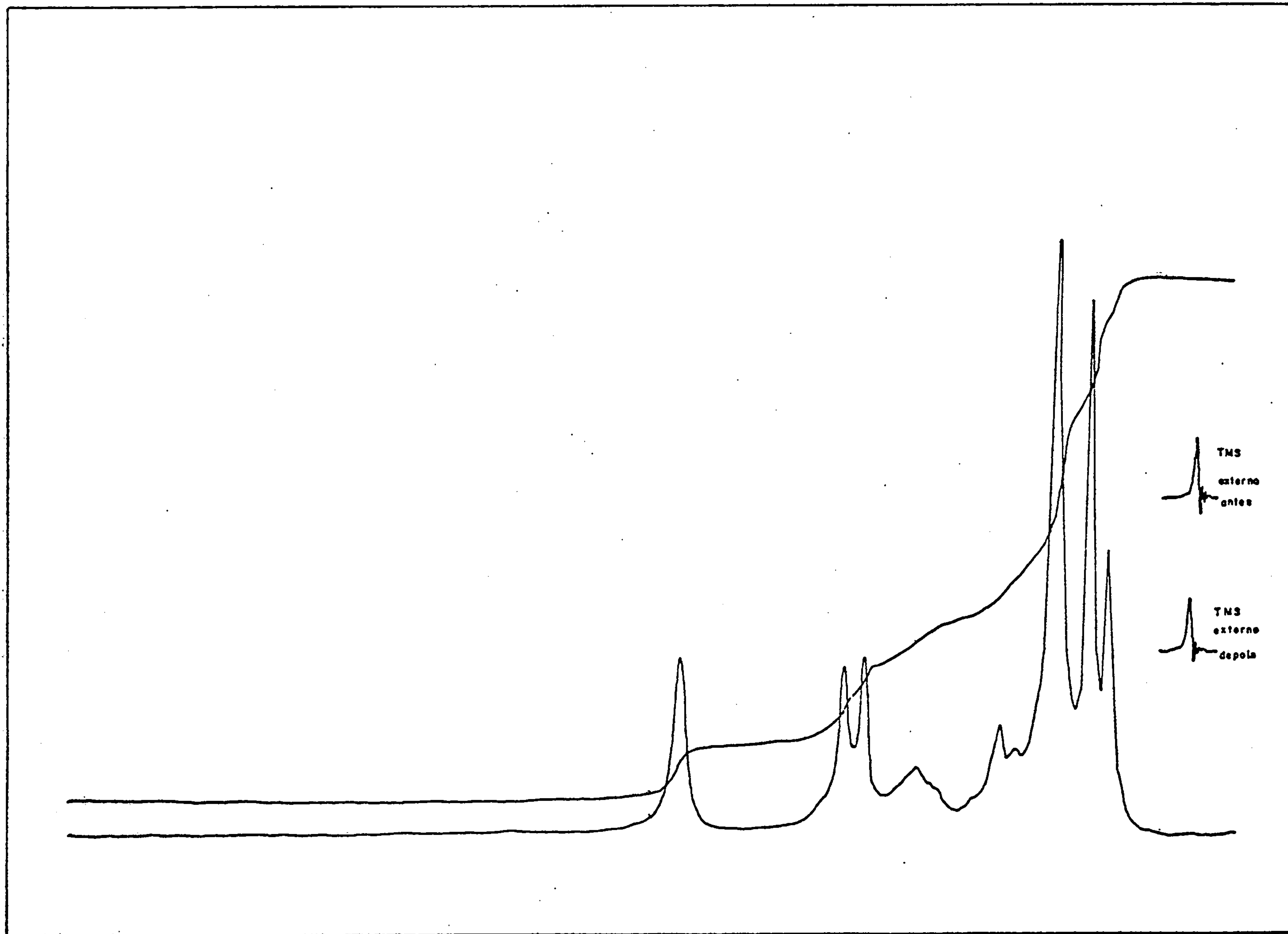
solvente	-	KCl
concentração	-	3%
traj. da célula	-	pastilha
referência	-	ar (feixe atenuado)
veloc. sel.	-	média
corte	-	N time constant. 2

Apêndice 7

ESPECTRO DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA



Espectro da Ressonância Magnética para a Amina Hoe F 2792



Condições de Operação do Aparelho para a Análise  
por Ressonância Magnética

amplitude	-	100x3
integração	-	100x1
filtro	-	0,1 seg.
campo (R.F.)	-	0,05 m G
tempo	-	2 min.
largura	-	10 min.
deslocamento	-	0 ppm