ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS

PM1

CONCENTRAÇÃO DE APATITA DO CARBONATITO DE JACUPIRANGA ESTADO DE SÃO PAULO

Tese para concurso à Câtedra n.º 33 - "Lavra de Minas e Tratamento de Minerais", apresentada por PAULO ABIB ANDERY

pl. 372

SÃO PAULO

1967

FT-372
DEDALUS - Acervo - EPBC
31200030924

622.364.1:622.75
An24c
ET
e.2

MENÇÃO ESPECIAL

Ao INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGIA, do Ministério da Indústria e Comércio, tenho o dever de consignar os agradecimentos pela inestimável colaboração à execução dêste trabalho, através de cessão, por empréstimo, de instalação piloto de concentração de minérios.

Ao seu Conselho, e, em especial a essa figura ímpar de professor, pesquisador e técnico que é o Dr. SILVIO FROES DE ABREU, cuja longa atividade no campo do desenvolvimento da tecnologia, especialmente da voltada à indústria mineral, é motivo de orgulho e padrão de comportamento para todos nós, dedico, com sinceridade, êste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Foi tão grande o número de pessoal que, de alguma maneira, têm colaborado, contribuido, auxiliado e, até, por vêzes, substituido o trabalho do autor durante os três ou quatro anos de pesquisas de que resultou esta tese, que, na impossibilidade de os individualizar, o autor apresenta-lhes seu primeiro e profundo muito obrigado.

Apresenta também seus mais sinceros agradecimentos às seguintes instituições e pessoas:

À Serrana S. A. de Mineração, à sua esclarecida Diretoria e Gerência, que, através do Dr. Ernest M. Bunge nos honrou com a escolha para condução dêste trabalho e, desde então, pela ação daquêle e dos demais diretores e gerentes, Snrs. P. Mainzer, P. N. Locchi, A.T. Sampaio tudo têm feito para apoiar, incentivar e, às vêzes, suportar os inconvenientes de seu desenvolvimento. O mesmo se extende aos dirigentes das emprêsas associadas, representadas pelo Gerente Geral do G. Industrial Santista, Snr. Italo Tariceo.

Ao meu gerente, Engº A. F. Aufranc, ao engº M. S. O. Bueno, ao Dr. J. A. P. Ramos, e aos demais dirigentes e funcionários dessas emprêsas, agradeço o constante acompanhamento e apôio. Aos engenheiros químicos e funcionários da Quimbrasil - Química Industrial Brasileira S.A., especialmente aos Drs. Simon Kuczinsky e Silvério Macchia, responsáveis pelo Laboratório onde foram feitas mais de 2.000 análises químicas, muito obrigado.

Muito especialmente agradeço ao Dr. Engº Geraldo C. Melcher, descobridor do carbonatito, iniciador da pesquisa e constante colaborador e aos colegas, companheiros do que, com orgulho, chamamos equipe de Jacupiranga, incluidos os que já deixaram a emprêsa, e os que ainda estão na liça, Engºs P. Gesweiller, F. Sanz Esteban, José L. Beraldo, Kazuo Abe, Robinson Ribeiro, Darly G. de Sena, Ernesto B. Guerra, Antenor Silva Jr., Darcy Germani, J. do Vale Nogueira, R. Fogaça de Almeida, e Snrs. Alfio Andreoni, Caetano Grasso Jr. e Hilton Trancoso, salientando a extensão de sua colaboração e contribuição, sem a qual nada teria sido realizado.

Ao Instituto Geográfico e Geológico do Estado de São Paulo, aos seus diretores e engenheiros, Drs. W. Lefevre, J. Felicissimo e N. Viola, pelo auxílio, estímulo e permissão de uso e desenho de equipamento. O mesmo, como consignação aparte, ao Instituto Nacional de Tecnologia.

Aos mestres colegas e amigos que nos visitaram, ajudaram e incentivaram, como os Profs. Drs. Mario S. Pinto, A. F. Barbosa, F. F. M. Almeida, Mario Rennó Gomes, Noé Chaves e engºs F. C. Crompton, Paulo Belotti e outros, bem como aos Instrutores Engºs P. C. Paoliello e F. Sériani, que tomaram a carga de trabalhos docentes na última fase da redação desta, meu muito obrigado.

À Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, a seu corpo docente e discente, representados pelo Snr. Diretor Prof. Dr. Tharcísio Damy de Souza Santos, especial agradecimento pela minha formação, desde a profissional básica, ao estímulo e recursos para a pesquisa, e ao desafio à atualização pela docência, que me tem sempre proporcionado.

À minha espôsa, filhos e demais familiares, a minha enorme gratidão pela resignada aceitação de inúmeros inconvenientes causados por êste trabalho, bem como pela ativa colaboração na redação desta.

Ao D.L.P. do Grêmio Politécnico, através da Snra. Norma Romano, os agradecimentos pelos trabalhos de datilografia e impressão.

PROPRIEDADE INDUSTRIAL

A aplicação industrial do processo de concentração derivado dos trabalhos de investigação relatados nesta tese constitue privilégio de SERRANA S.A. DE MINERAÇÃO, para quem, como empregado, trabalhei no assunto ora tratado. Essa propriedade está legalmente resguardada pelos depósitos de patente feitos no Brasil e em outros países, as vêzes procedidos em nome do autor dêste ou de licenciados pelo mesmo apenas para fins de seu currículo profissional, pertencendo evidentemente à dita emprêsa os direitos industriais e comerciais daí decorrentes.

A alta compreensão demonstrada pela SERRANA de permitir a publicação desta tese, pela contribuição que possa trazer ao conhecimento de tecnologia mineral, não implica em abandono de qualquer dêsses direitos.

1ª PARTE - O PROBLEMA

CAP. 1 - INTRODUÇÃO

1.1 - POPULAÇÃO, PRODUÇÃO AGRÍCOLA E FERTILIZANTES

No quadro dos problemas mundiais, ocupa posição cada vez mais importante a rapidez do crescimento da população humana.

São correntes previsões apocalípticas, fundadas em projeções seculares da demanda em relação ao conjunto de recursos conhecidos do planeta. Mesmo para prazos curtos, dentro de uma geração, há boas razões para preocupação com a produção de alimentos. Se aceitas projeções baseadas nas estatísticas mundiais globais dos últimos decênios, parece justificado, se não demasiado tardio, o neo-maltusianismo ora em profunda penetração e rápida popularização.

Mesmo sem discutir a eficácia, viabilidade e validez dessa e de outras soluções, antes no temor de alguma mais radical, deve-se reconhecer que as citadas estatísticas, por seu caráter global, encobrem situações parciais muito mais promissôras.

Nos Estados Unidos, desde os esforços de saída da grande depressão, mas principalmente, no após segunda guerra, a rápida substituição da agricultura extensiva pela intensiva, pela pronta aplicação do progresso da tecnologia rural, conduziu à paradoxal situação dos excedentes agrícolas: para uma população em crescimento normal, quasi totalmente urbana, cujos níveis de consumo "percapita" aumentaram além de qualquer expectativa, a produção de alimentos e matérias primas vegetais e animais puderam crescer ainda mais ràpidamente, apesar da acentuada redução da população rural e da estabilização ou queda da área cultivada.

Situações semelhantes vem se verificando desde os anos 50 na Europa Ocidental, parte da qual, antes disso, històricamente dependente da importação de alimentos. Nessa região, ao lado de uma renovação, modesta embora, do crescimento populacional, de sua rápida e crescente urbanização, de sensível elevação do nível de vida, registrou-se aumento da produção agrícola não só para compensar tal expansão do consumo como para substituir importações e até criar excedentes.

Não só não tem o autor conhecimentos para isso, como não seria esta tese lugar para expor e discutir os principais pontos do aperfeiçoamento tecnológico agrícola que levou a êsses resultados. Crê, entretanto, que boa parte dos mesmos, se deve ao uso, primeiro extensivo, agora cada vez mais intensivo, de fertilizantes. Como frizam BEAL e MERRITT (1) e se vê na FIG. I.1, entre 1950 e 1965 o con

sumo de fosfatos aumentou de 10 a 21 milhões de toneladas curtas, nos Estados Unidos, e de 10 a 17,2 milhões, na Europa Ocidental, com um incremento médio geométrico anual de 10,8% e 10,2% respectivamente ; a partir daí acelerou-se o ritmo de crescimento dessa utilização, atingindo respectivamente 14,3% e 17,2% para o biênio 65/64. Na região do Bloco Comunista após os aparentes maus resultados dos planos de desenvolvimento extensivo das "terras virgens", a média de aumento do consumo atingiu, a partir de 1960, valor de 10,7% ao ano, semelhante aos já citados e, com resultados, ao que tudo indica, amplamente compensadores.

Ainda nas FIGS. I.1 e I.2 podemos verificar o reverso da medalha: para um acréscimo de produção mundial de fosfatos, entre 1956 e 1965, de 33 milhões de toneladas, o consumo cresceu, nas três regiões citadas, de 31 milhões e, no resto do mundo, de 2 milhões de toneladas curtas.

O mesmo quadro, com mais intensidade, se verifica para os demais macro-nutrientes.

Os consumos de fertilizantes mencionados para as regiões desenvolvidas citadas e o restante do mundo são, evidentemente, apenas parâmetros mais fàcilmente verificáveis da cultura tecnológica dos respectivos produtores agrícolas. Para permitir e tirar proveito de seu uso intensivo nas regiões menos desenvolvidas e mais pobres, diversas modificações de mentalidade, educação e estrutura serão necessárias. Mas, sem dúvida, qualquer esperança de levar essas regiões a níveis de vida condignos; continuem ou não as populações a crescer no ritmo previsto, deverá se iniciar por um crescimento muito mais generalizado e rápido da indústria de fertilizantes e, evidentemente, do suprimento de matérias primas minerais de que depende essa indústria, entre as quais os fosfatos naturais têm quantitativamente maior expressão.

Assegurar a sua participação nêsse suprimento, na mais importante região consumidora do Brasil, foi o objetivo da Serrana S.A.de Mineração ao fazer realizar o presente trabalho.

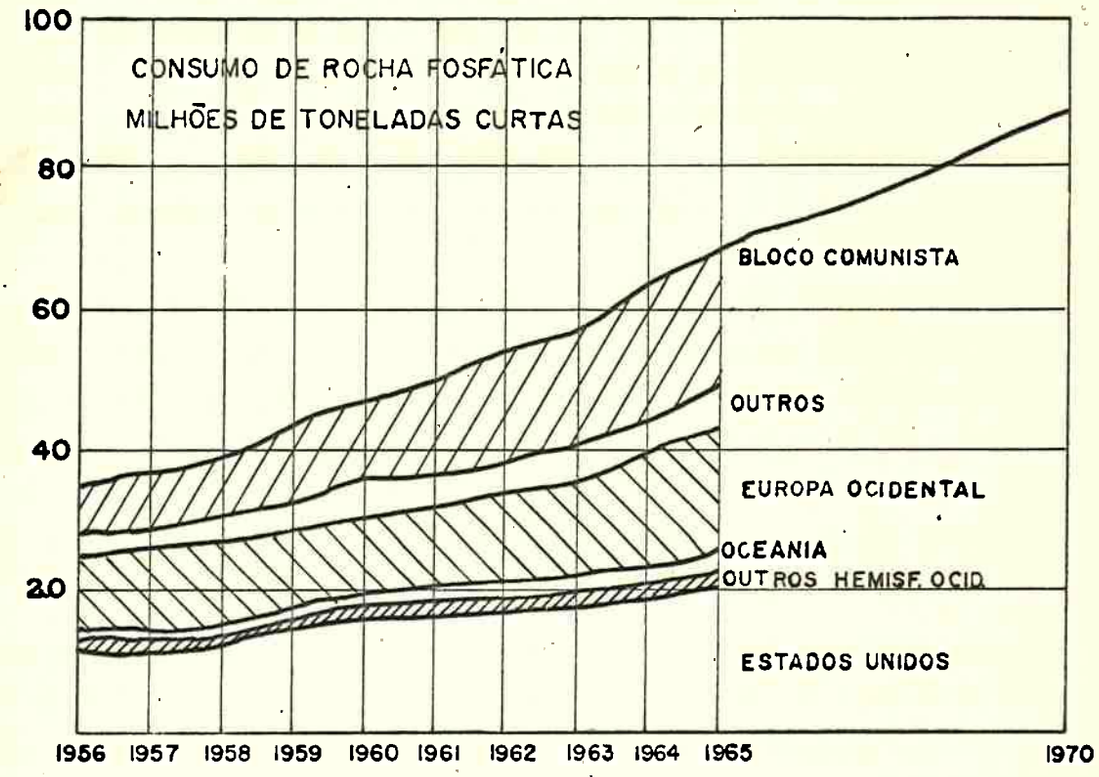
1.2 - ROCHAS FOSFÁTICAS: OCORRÊNCIA, MINERAÇÃO E UTILIZAÇÃO

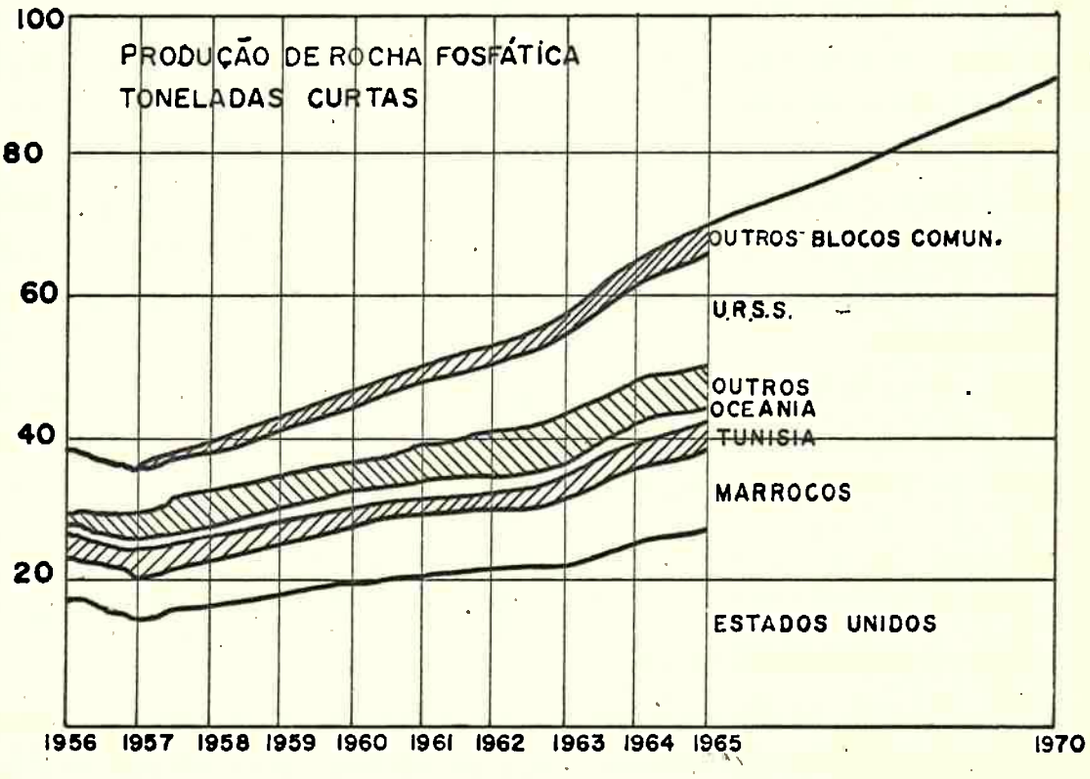
1.21 - COMPOSIÇÃO MINERAL

Os minerais de fósforo são todos ortofosfatos e, dêles, tem especial importância os de cálcio. Alguns autores parecem admitir a existência de ortofosfatos simples naturais de cálcio. TAGGART (2) menciona: "... fosfato tricálcico combinado com variada proporção de

FIG.-1-1

PRODUÇÃO E CONSUMO DE FOSFATOS MINERAIS





BEAL MERRIT-MINING. ENG. OCT. 1966

água..." que deveria corresponder à fórmula $Ca_3(PO_4)_2.nH_2O$.

Entretanto o consenso das informações mais modernas como as de SAUCHELLI (3) atribui a todos os fosfatos de cálcio composição mais complexa, representada pelas fórmulas $Ca_{10}(PO_4)_6\ X_2$ ou $2\ Ca_3(PO_4)_2.$ $.CaX_2$, em que X muito freqüentemente representa o elemento F, o qual, no entanto, no reticulado cristalino pode ser substituido parcial ou totalmente por Cl, 1/2 CO_3, OH e, possìvelmente, 1/2 SO_4. Substituições, em geral muito limitadas, de Ca por Mg, Mn, Sr ou Ba e de P por As ou V têm sido mencionadas. A essa família se tem chamado grupo das apatitas. O nome apatita é dado a todos os minerais de estrutura reconhecidamente cristalina, freqüentemente aparente no hábito pneumático hexagonal, qualificando-se-a como fluor, cloro, carbon e hidroxilapatita, conforme prepondere o elemento correspondente como anion complementar. Os minerais do grupo de estrutura realmente não cristalina recebem o nome geral de colofanita reservando-se o têrmo fosforito para rochas. Embora LINDGREN (4) lhe atribua como composição básica $3Ca_3(PO_4)_2.CaCO_3.H_2O + n\ H_2O$, em que o ion carbônico pode ser substituído parcial ou totalmente por fluor e, em menor escala, pelos outros anions já mencionados, parece-nos, em face de informações mais modernas dos autores já citados e de outros, que nas jazidas relativamente antigas de fosfatos sedimentares tal substituição é pràticamente completa. Numa fluoapatita, o teor estequiométrico de fluor é de 3,76% e segundo SAUCHELLI (3), o teor dêsse elemento nos depósitos sedimentares americanos varia de 2,65 a 3,9%.

Têrmos de composição idêntica às já mencionadas, de estrutura parcialmente cristalina, distinguidos normalmente pela aparência de crostas, mamilar ou botriodal podem receber os nomes dahlita e francolita. O grupo da apatita contendo, pois, todos os fosfatos cálcicos naturais, será representado esquemàticamente pelo quadro a seguir:

GRUPO DA APATITA - $Ca_{10} X_2 (PO_4)_6$

ESTADO	APARÊNCIA MAIS COMUM	COMPOSIÇÃO - X =			
		F	Cl	OH	$1/2CO_2$
Cristalino	Prismas hexagonais alongados, côr branca, esverdeada, amarelada ou parda	Fluoapatita ou apatita	Cloro apatita	Hidroxila-apatita	Carbona-apatita
Misto	Aglomerados cristalinos muito finos				
	Massas botriodais	Francolita			
Cripto-Cristalino	Crostas				
	Pelotas, concreções e oolitos	Dahlita			
Não-Cristalino	Massas homogêneas	Fluo colofanita	Colofanita a colofanita hidratada		

Os outros minerais da classe dos fosfatos não têm distribuição suficiente para despertar interêsse como fonte, seja de fósforo elementar, seja de fosfatos para fertilizantes e alimento animal, com exceção, em geral de interêsse apenas local, de argilas fosfáticas cujo principal componente deverá ser mineral do grupo da wavelita .. $\left[4 . AlPO_4 . 2 Al(OH)_3 . 9 H_2O\right]$ ou a êle assemelhado.

1.22 - DEPÓSITOS DE FOSFATOS CÁLCICOS

A apatita é um mineral acessório frequente, embora de pequena importância quantitativa, de muitas rochas magmáticas, especialmente as alcalinas e ácidas; é relativamente rara, ou ao menos não mencionada, na maior parte das rochas sedimentares.

Nestas, especialmente nas de origens marinha, é possível que fosfatos cálcicos micro ou não cristalinos sempre apareçam como acessórios pouco conspícuos, mas há quase completa ausência de referências a respeito.

A ocorrência de pequenos depósitos de rochas mais ricas em fosfatos de origem magmática, de importância econômica local, não é rara. Grandes jazidas de teor razoável cujo minério possa ser lavrado e concentrado a baixo prêço, são até agora em número limitado e concentradas em determinadas regiões.

A gênese e evolução das jazidas, quer de origem magmática, quer

sedimentar, ainda não foram totalmente entendidas, notando-se grande discordância a respeito na literatura especializada.

Modernas teorias como as de BRÖGGER—ECKERMANN , mencionadas por MELCHER (5 e 6), acêrca de muitas das jazidas de caráter magmático, ou as de KAZAKOV (7) , sôbre as rochas fosfáticas marinhas ou fosforitos, começam a lançar melhor luz sôbre o assunto.

Simplificadamente e, de certa forma, procurando harmonizar, de maneira resumida, a classificação, gênese e características das mais importantes jazidas conhecidas (3), temos:

A - JAZIDAS DE ORIGEM SEDIMENTAR

A.1 - PRIMÁRIAS

A.11 - Marinhas, de águas profundas, à margem de geosinclinais

Geradas por codeposição de pelitos e de fosfatos quìmicamente precipitados por super-saturação, em águas escuras e frias , além da contribuição de substituição sin ou pós-genética de ion CO_3 por PO_4. Formam camadas mais ou menos completamente fosfatizadas, de rocha homogênea, de textura fina e grande extensão lateral. Exemplos:

a) Depósitos da África do Norte
b) " do oeste americano
c) " de Kara Tan (URSS)

A.12 - De plataformas ou mares epicontinentais em transgressão invadidos por correntes provenientes de águas profundas - Resultantes de camadas formadas pela agregação de oolitos e concreções fosfáticas de origem autônoma, que vão formando a plataforma, bem como da substituição de CO_3^- por PO_4^- em concreções e nódulos de aragonita formados de maneira análoga. Exemplos:

a) "Blue rock" do Tennessee
b) Antigas camadas que forneceram o material detrítico para os atuais depósitos da Flórida
c) Depósitos do nordeste brasileiro (?)

A.13 - De ambiente salobro ou sub-aéreo, resultantes da acumulação mecânica de restos e dejeções orgânicas, especialmente de pássaros marinhos e, mais freqüentemente, da substituição, em rochas subjacentes, especialmente nas calcárias, de radicais ácidos por radical fosfático lixiviado das ditas acumulações. Exemplos:

a) Depósitos das Antilhas
b) " de Nauru

A.2 - SECUNDÁRIAS

A.21 - Coluviões resultantes da erosão marinha ou fluvial de camadas primárias, especialmente das das classes A.11 e A.12, com enriquecimento seja por dissolução e/ou transporte da parte não fosfática, seja por reprecipitação, como cimento, de fosfatos dissolvidos. Exemplos:

a) Conglomerados fosfáticos ("Pebble rock") da Flórida

b) Areias fosfáticas de leito de rio, da Carolina do Norte

A.22 - Depósitos residuais produzidos pela lixiviação sub-aérea de outros minerais, especialmente de carbonatos, originalmente co-depositados, a partir de sedimentos de uma das classes anteriores. Exemplo:

- "Brown rock" do Tennessee

B - JAZIDAS DE ORIGEM MAGMÁTICA

B.1 - PRIMÁRIAS

B.11 - De diferenciação magmática, especialmente em magmas alcalinos, com fosfatos misturados aos silicatos alcalinos ou formando "plugs" carbonáticos (carbonatitos). Exemplos:

a) Depósitos de Kola (URSS)

b) Carbonatitos africanos e brasileiros

B.12 - De segregação (?). Exemplo: - Kiruna (?)

B.13 - Pneumatolíticas e hidrotermais (?)

B.2 - SECUNDÁRIAS

B.21 - Residuais, formadas especialmente sôbre os carbonatitos por lixiviação de matriz carbonatada. Exemplos:

a) Sokulu, na Uganda

b) Jazida em exaustão em Jacupiranga

c) Jazida em lavra em Araxá, Minas Gerais.

B.22 - Aluviais (?)

Vejamos, brevemente, algo sôbre o aproveitamento das principais jazidas acima examinadas.

A - JAZIDAS SEDIMENTARES

Indubitàvelmente, tanto do ponto de vista das reservas conhecidas, como do volume de produção, é muito maior, atualmente, a importância desta classe de jazidas, como se pode ver na relação condensada seguinte, devida ao U.S. Bureau of Mines (8).

Mineração de fosfatos cálcicos no mundo

Regiões	Origem	Reservas em bilhões de ton	Produção em 1965 milhões de ton
Estados Unidos	Sedim.	13,0	25,0
Marrocos	"	18,5	10,0
Tunisia e Algéria	"	2,6	3,1
Oceania	"	0,3	2,5
U.R.S.S.	Magm. e Sed.	7,0	14,3
Outros	Magm. e Sed.	2,0	7,4
Total	-	43,4	62,3

O aproveitamento das jazidas sedimentares mais importantes segue, normalmente dois padrões: o primeiro praticado especialmente na região sul-oriental dos Estados Unidos (Flórida e Carolina do Norte), responsável por 3/4 da produção dêsse País e 30% da mundial, bem como, com pequenas modificações, na costa ocidental africana (Togo e Senegal), nas jazidas siberianas, e no Brasil, nas jazidas pernambucanas. Consiste essencialmente em lavra a céu aberto, por desenvolvimento sucessivo de tiras ("strip mining"), em que descobertura e extração do minério são feitos por uma ou duas pás de arrastro ("drag-lines"), de lanças longas, trabalhando axialmente, na superfície a descobrir, da tira em lavra. O estéril de cobertura, como é usual nesse sistema, é depositado pela própria escavadeira na área da tira anteriormente lavrada.

A rocha fosfática extraída é, na Flórida depositada em escavações rasas ("sumps"), normalmente à superfície da próxima tira, onde é desintegrada hidràulicamente com ajuda de monitores, a polpa resultante sendo bombeada diretamente às usinas de tratamento, em média à distância de 1,5 a 5 km., mas podendo atingir o máximo observado de quase 10 km. Nessa região, de acôrdo com o excelente resumo de BEALL (1) e outras informações, há 14 minas, cada uma produzindo entre 2.500.000 e 10.000.000 de ton. anuais de rocha fosfática bruta ("matrix") empregando escavadeiras andantes com caçambas de 9 a 49 jardas cúbicas (o tamanho mais comum sendo 19 e 30 jr. cub.), com lanças entre 37 e 81,5 m, trabalhando em tiras de 45 a 75 m de largura por 280 a 1800 m de desenvolvimento (comprimento), com alturas de corte de até 22 m em esteril de cobertura.

As razões mais comuns esteril-minério parecem estar entre 1:2 e 4:1. O bombeamento, correspondente a vazões contendo 450 a 1700 ton.

de rocha fosfática bruta por hora, em polpa de 30 e 35% de sólidos, utiliza linhas de recalque de 20 a 50 cm de diâmetro, com velocidades entre 4 e 6,5 m/seg.

A rocha fosfática bruta ou "matrix" produzida, onde se utilizam os métodos de lavra acima, é normalmente constituída de concreções, pelotas e porções de rocha de textura cripto ou não cristalina, totalmente fosfatizadas, com dimensões variáveis, desde partículas micrométricas a milimétricas e, na Flórida, a centimétricas ou decimétricas, em massa ou matriz contendo areia silicosa, argila, concreções ou massas calcárias etc. Os teores predominantes são os seguintes:

Flórida e Carolina do Norte (E.U.)	- 13 a 18%	P_2O_5
África Ocidental	- 15 a 22%	P_2O_5
Nordeste Brasileiro	- 16 a 20%	P_2O_5

Nessas condições, qualquer que seja o uso a que se destine, um tratamento é necessário para concentração de teor e eliminação de ganga inconveniente, principalmente aluminosa.

As principais operações da prática de tratamento corrente, na Flórida, e seus resultados são apresentados de forma esquemática na FIG. I.2. Sôbre as operações de flutuação, que são, aí, as de concentração pròpriamente dita, serão apresentados maiores detalhes no cap. 3.

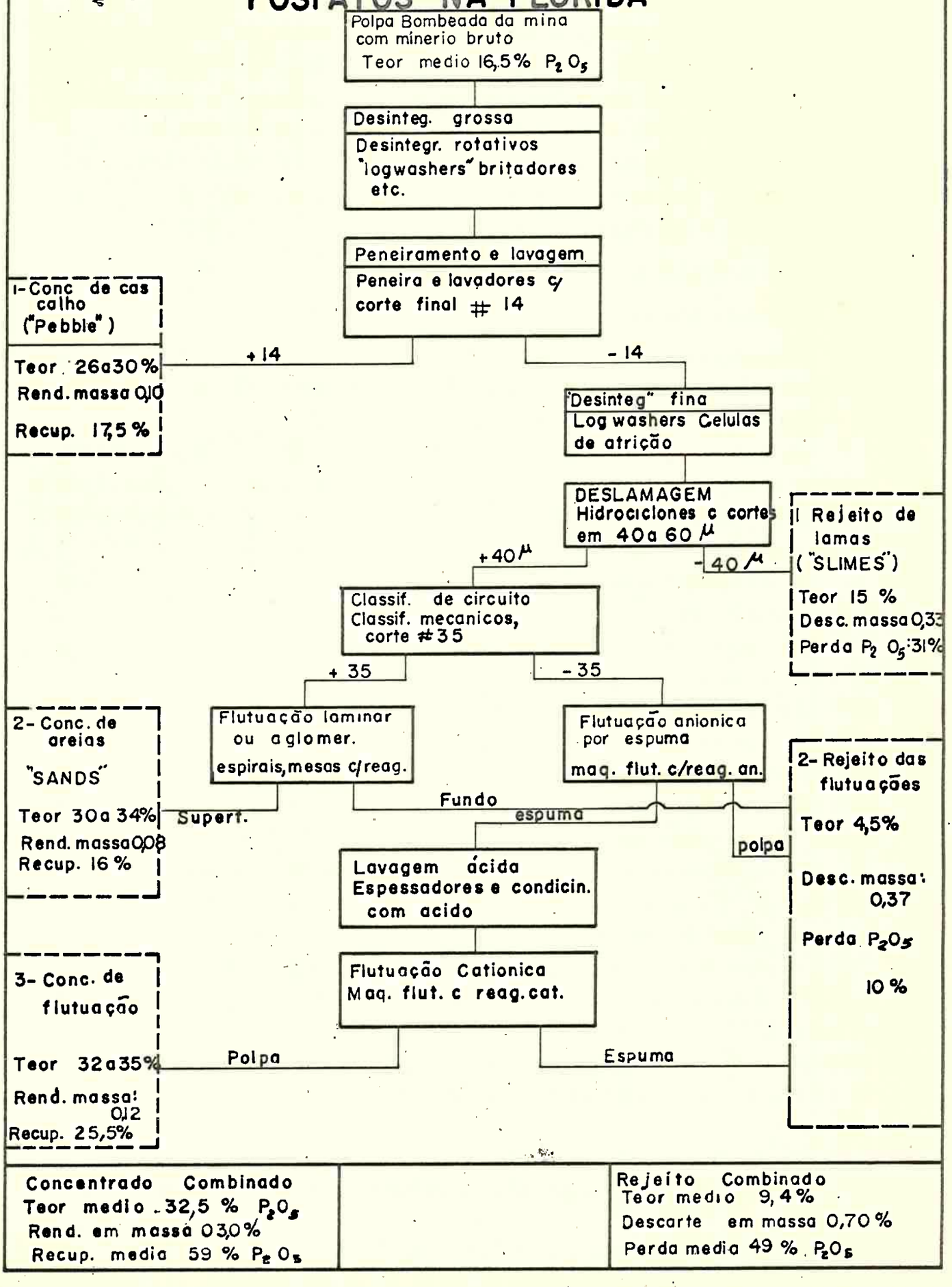
O tratamento empregado nas demais minerações, a céu aberto, de rochas fosfáticas de origem sedimentar, segue, em suas linhas mestras, o modêlo apresentado, embora nem sempre de forma tão completa. Assim, no caso brasileiro, a Fosforita Olinda, segundo PEREIRA (9) e EVANS (10) não recupera nada acima da malha nº 35; adota flutuação aniônica simples, por espuma, obtendo um concentrado de 32-35% P_2O_5, com relação de concentração a 0,25; recupera ainda uma fração dos finos de granulometria inferior à malha 200, efetuando o corte de deslamação na malha 350, obtendo assim um 2º produto de teor 23-26% P_2O_5, com relação de concentração de 0,08. Dessa forma obtém um concentrado médio 28-30% P_2O_5, com relação de concentração total de 0,33 e recuperação média da ordem de 60% dos fosfatos originalmente contidos no bruto.

O segundo tipo de mineração aplicado às jazidas de origem sedimentar é baseado em lavra subterrânea, quase sempre por um método de pilar e salão, com graus variáveis de mecanização. Êsse é o caso da totalidade da lavra no Marrocos e Tunisia e da maior parte da praticada no oeste dos Estados Unidos, que correspondem a outros 30% da produção mundial.

Os fosfatos assim minerados no Norte da África são quase todos de alto teor (33,5% P_2O_5, no mínimo em Marrocos), provàvelmente obti--

FIG.-I-2

ESQUEMA GERAL DE TRATAMENTO DE FOSFATOS NA FLORIDA



dos por mineração seletiva, e costumam sofrer, apenas tratamento mecânico e secagem. Pequena parte dos da Tunísia e da Algéria, mais pobres, é submetida à concentração por lavagem e eliminação de finos. No oeste americano (Utah, Idaho, Wyoming e Montana) obtém-se produtos brutos de mina assim classificados:

Para processo úmido ("Acid grade") - 31% P_2O_5

" " sêco ("Furnace grade") - 24 a 31% P_2O_5

" Beneficiamento ("Beneficiation grade") - 18 a 24% P_2O_5.

Sòmente êste último costuma ser tratado, e, assim mesmo, na maior parte dos casos, restringindo-se o beneficiamento à desintegração e lavagem de finos. Poucas minas chegam à concentração por flutuação, dada a dificuldade de liberação do fosfato e da separação de calcita e dolomita, aí muito mais abundantes que na Flórida.

B - JAZIDAS MAGMÁTICAS

Embora de maior interêsse para o assunto desta Tese, êsse tipo de jazida é de muito menor importância que as já revistas, no contexto mundial. Do ponto de vista da escala de produção e, possìvelmente, também de reservas, a área mais importante é a da Península de Kola, na URSS, que parece contar (3) com 2 bilhões de ton. de rocha rica em apatita, em que êste mineral está associado a silicatos alcalinos, especialmente nefelina.

Nessa região, segundo indicações espersas, minera-se subterrâneamente 3 a 5.000.000 de toneladas anuais de rocha com 28 a 32% P_2O_5. Êsse minério é concentrado por flutuação a 38-40% P_2O_5. Ainda no norte europeu, pode-se citar a produção de concentrados da apatita como sub-produtos de concentração, geralmente, por separação magnética, da magnetita, nas jazidas dos países escandinavos, especialmente na de Kiruna.

Potencialmente importantes, como fontes locais de suprimento, são os carbonatitos africanos, entre os quais, distinguem-se Sukulu e Tororo, na Uganda, Palaborwa, na União Sul Africana e outros.

Geològicamente parecem ser, tanto na massa primária, como nos corpos secundários dêles derivados, muito semelhantes à jazida de Jacupiranga, adiante descrita.

Como atuais produtores, sua importância é muito pequena e a literatura sôbre os seus métodos de tratamento será revista no capítulo 3.

São frequentes as referências na literatura a ocorrências mais ou menos ricas em apatita, de origem hidrotermal ou pneumatolítica. Não há notícias de seu aproveitamento efetivo. No Brasil, entretanto, deve-se mencionar que o pegmatito de MONTEIROS, na Paraíba, tem sido es

poràdicamente trabalhado, produzindo pequenas quantidades de concentrados de apatita, aparentemente por escôlha manual.

1.23 - UTILIZAÇÃO INDUSTRIAL

Até o momento, a principal aplicação das rochas fosfáticas está na manufatura de fertilizantes, embora ùltimamente esteja crescendo ràpidamente o uso industrial do fósforo elementar, e de seus derivados não destinados àquêle fim.

As apatitas cristalinas são pràticamente insolúveis em água pura e muito difìcilmente solúveis nas soluções fracamente ácidas; à medida que o caráter cristalino desaparece a solubilidade nas soluções fracamente ácidas, aumenta. Admite-se que ela aumente mais ràpidamente para as composições hidroxil e carbono-fosfáticas e, assim, estas últimas, mesmo com proveito limitado, podem ser usadas diretamente como fonte de fosfato solúvel. Todos os minerais do grupo são atacáveis por ácidos fortes, inclusive por soluções de ácido fosfático.

Nesta propriedade se baseia o ramo mais vigoroso, dito da via úmida, da indústria de fertilizantes fosfatados, cujo primeiro objetivo é tornar solúvel e, portanto assimilável o fósforo contido nesses minerais. Os tratamentos mais comuns podem ser representados pelas seguintes reações simplificadas:

A - SUPER FOSFATO SIMPLES

$$Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + 6\ 1/2\ H_2O + 7\ H_2SO_4 \rightleftharpoons 3\ Ca(H_2PO_4)_2.H_2O\downarrow + 7\ CaSO_4 \cdot 1/2\ H_2O\downarrow + 2\ HF\nearrow$$

A mistura acima de fosfato monocálcico monohidratado — .... $Ca(H_2PO_4)_2$ — e de sulfato cálcico hemi-hidratado (gêsso) — industrialmente produzida em adequadas condições de concentração de fosfato mineral e de ácido, de temperatura e tempo de cura constitui o chamado super fosfato simples, em que o teor de P_2O_5 total varia entre 16 e .. 24%, do qual pelo menos nove décimos solúvel à água pura.

Êsse é, ainda hoje, o fertilizante fosfático de maior uso, correspondendo a mais de 50% do consumo mundial. Sua manufatura é, entretanto, a que exige matéria prima mineral mais pura: o teor de P_2O_5 deve ser superior a 32-33%, para permitir um conteúdo mínimo, exigido pelo mercado, de 18% de P_2O_5 solúvel em água. O fosfato mineral não deve, além disso, conter senão quantidades muito limitadas de anions trivalentes, especialmente de ferro e alumínio, os quais invertem parcialmente a reação de formação de fosfato monocálcico, ou formam fosfatos insolúveis, de qualquer forma diminuindo a solubilidade, em água, do produto.

B - SUPER FOSFATO TRIPLO

(1) $Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + 10\ H_2SO_4 + 5\ H_2O \rightleftharpoons$

$\rightleftharpoons 10\ CaSO_4 \cdot 1/2\ H_2O\downarrow + 6\ H_3PO_4(Sol) + 2\ HF\nearrow$

(2) $Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + 14\ H_3PO_4 + 10\ H_2O \rightleftharpoons$

$\rightleftharpoons 10\ Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O\downarrow + 2\ HF\nearrow$

O ácido fosfórico para a reação (2) é separado do sulfato de cálcio (gêsso) por filtragem. O precipitado da segunda reação que industrialmente sempre se acompanha de pequena porção de fosfato bicálcico, é o produto denominado super fosfato triplo, normalmente contendo de 40 a 49% de P_2O_5, dos quais 90 a 95% solúveis em água, representando , em 1963, cêrca de 10% do consumo mundial de fertilizantes fosfatados (em P_2O_5 contido).

C - BIFOSFATO CÁLCICO

$Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + 8\ HCl + 12\ H_2O \rightleftharpoons 6\ CaHPO_4\downarrow + 4\ CaCl_2\ (Sol.) + 2\ HF\nearrow$

O fosfato ácido dihidratado ($CaHPO_4 \cdot 2\ H_2O$), precipitado na reação, é industrialmente separado por filtração, com teor em geral em tôrno de 40% P_2O_5.

Embora seja pouco solúvel em água, o é fàcilmente a soluções muito fracamente ácidas, como a do citrato de amônio. Tratando-se em geral de um produto muito puro, isento de fluor, cloro e outros elementos prejudiciais à vida animal, é mais utilizado como complemento mineral da alimentação animal que como fertilizante.

Outro conjunto de processos de utilização da rocha fosfática, dito de via sêca, depende da obtenção de fósforo elementar, que é normalmente feito em forno elétrico, carregado com rocha ou concentrado fosfático em fragmentos grandes ou pelotizados, bem como, com sílica e coque, para sofrer a reação simplificada:

$Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + 10\ 1/2\ SiO_2 + 15\ C \rightleftharpoons 10\ CaSiO_3 + 15\ CO_2\nearrow + 1/2\ SiF_4\nearrow + 3P_2$

O fósforo elementar assim obtido pode ser empregado no preparo de ácido fosfórico por queima e hidratação ou para outros usos industriais.

1.3 - MINERAÇÃO DE APATITA EM JACUPIRANGA, EST. DE SÃO PAULO

Na jazida comumente chamada de Jacupiranga, em Cajati, naquêle

município, a Serrana S.A. de Mineração, em 1946, iniciou a produção nacional de fosfatos minerais e, concomitantemente, utilizando concentrados de características adequadas ali produzidas, nasceu a indústria nacional de fosfatos solúveis, na forma de super fosfatos simples.

Do modesto nível inicial de 5.863 ton. de concentração, em 1947, com cêrca de 2.260 ton. de P_2O_5 contido, a produção cresceu a 78.887 ton. (30.800 ton. de P_2O_5), em 1962.

Além dêsse caráter pioneiro, essa mineração tem a importância de ainda ser pràticamente a única produtora nacional de matéria prima apropriada à utilização na indústria nacional de fosfatos solúveis, pois embora parte do produto das minas do nordeste tenha características aceitáveis, não é destinada a êsse uso.

Através dos seguintes dados do B.N.D.E.(11);

CONSUMO E PRODUÇÃO DE FOSFATOS MINERAIS

ANO	Consumo aparente nacional ton P_2O_5	ORIGEM - Ton P_2O_5				Consumo região centro-sul	
		Importado	Fosf. Olinda	Outros	Serrana	Ton P_2O_5	% da Serrana
1950	50.836	44.837	-	600	5.399	(a)	-
1955	88.575	64.733	4.929	8.692	10.241	(a)	-
1959	124.005	55.519	47.270	3.940	17.276	69.000	25
1960	131.591	54.164	48.140	4.308	24.977	25.800	33
1961	118.766	49.000	29.600	10.716	29.450	81.000	36,5

(a) - Não há dados.

pode-se avaliar a importância que, por volta de 1960, a produção de Jacupiranga representou para o abastecimento nacional, especialmente para a Região Centro-Sul, que absorve cêrca de 70% daquela, na sua maior parte na forma de produtos solúveis.

O crescimento de tonelagem produzida e da participação no consumo regional foram fruto de constante melhoria da técnica e das instalações de lavra e beneficiamento. Contudo, em 1959 e 1960, o progresso dos trabalhos de lavra e de prospecção fizeram ver que já era extremamente pequena a reserva disponível de minério residual, como doravante, simplificadamente chamaremos o material de teor alto e apropriado aos métodos de extração e tratamento até então adotados. Ao mesmo tempo, êsses trabalhos confirmaram as hipóteses genéticas e estruturais formuladas em 1953, por MELCHER (5), quando havia apontado ser o depósito,

então em lavra, uma massa eluvial originada da lixiviação preferencial de carbonatos contidos na rocha subjacente, esta sendo um calcário cristalino com apatita e magnetita disseminados. Para essa rocha (carbonatito) sugeriu origem magmática.

Reexaminando, em 1960, a área, o mesmo autor mostra à Serrana que, diante do grande volume inferido do carbonatito, seria de se esperar uma grande reserva aproveitável de apatita se:

1) fôsse comprovado conter a massa visível de carbonatito uma distribuição razoàvelmente uniforme de apatita, com teor semelhante às das porções expostas então examinadas;
2) existisse ou fôsse desenvolvido um eficiente processo industrial para concentração da apatita, separando-a dos carbonatos e magnetita.

O primeiro ítem foi verificado através de pesquisa mineira detalhada, conduzida sob orientação do próprio Prof. Melcher, que demonstrou a existência, embora a teor ligeiramente inferior ao inicialmente esperado, de grande volume de rocha, bem como sua relativa uniformidade. Descrição minuciosa dêsses trabalhos e seus resultados, além de dados de estudos anteriores e complementares do mesmo autor, foram publicados em Boletim da F.F.C.L.U.S.P. (6) que, com relatórios detalhados apresentados à emprêsa, constituem as principais fontes para as informações que serão apresentadas no próximo capítulo.

Sendo óbvio que não seria possível aplicar à concentração da apatita do carbonatito os métodos de lavagem e separação magnética que vinham sendo usados para tratar o minério residual, a Serrana S.A. Mineração consultou algumas organizações e firmas especializadas estrangeiras sôbre a existência de processo industrial, ou em desenvolvimento, para êsse fim. Verificou assim que se tratava de um problema sui-generis, tanto pela associação mineralógica, como pelo baixo teor de seu proto-minério. Decidiu, pois, essa emprêsa procurar vencer tais dificuldades pela investigação sucessiva da possibilidade de eficiente separação de apatita, da demonstração da viabilidade industrial do processo e do desenvolvimento de um projeto para efetiva produção. Êsse trabalho começou em 1961, e ora se encontra, afortunadamente, em conclusão com o início da implantação das instalações projetadas.

Nesta Tese, procurará o autor apresentar o que lhe parece mais significativo da pesquisa e trabalhos mencionados.

CAP. 2 - O CARBONATITO DE JACUPIRANGA

"Of all the early bonanzas mined, none yielded half the wealth derived from waste which was left behind"
ANON (12)

2.1 - A JAZIDA

2.11 - SITUAÇÃO E MORFOLOGIA

A jazida do Môrro da Mina, geralmente referida como Mina de Jacupiranga, está situada a cêrca de 3 Km ao norte da vila de Cajatí, distrito do município de Jacupiranga, de cuja sede dista 12 Km, no Estado de São Paulo (FIG. II.1). A vila citada ocupa ambas as margens do rio Jacupiranguinha, à altura do Km. 230 da rodovia federal São Paulo-Curitiba (Via Regio Bittencourt, ex BR 2). O rio Jacupiranguinha, principal curso d'água da área em aprêço, é formador do rio Jacupiranga, afluente do rio Ribeira de Iguape. Cajatí marca pràticamente o limite sul da chamada "Baixada do Ribeira", tendo elevação de cêrca 30 m., apesar de distar aproximadamente 40 Km, em linha reta, do mar. A mina liga-se a Cajatí por estrada particular pavimentada que pràticamente acompanha o curso do Ribeirão da Areia Preta, afluente do Jacupiranguinha. Êsse ribeirão e seus pequenos afluentes formam os vales que, com elevações entre 40 e 50 m., circundam inteiramente o chamado Môrro da Mina. Esta elevação isolada, que é uma evidente manifestação topográfica da intrusão carbonatítica, culmina a uma cota de 240 m e tem forma alongada dirigida aproximadamente N-S. Tôda sua parte mais elevada corresponde à área de afloramento do carbonatito, hoje totalmente exposto pela lavra do minério residual que o recobria, enquanto nos flancos se mostra o jacupiranguito, que encaixa inteiramente o corpo calcário. A linha de afloramento do contato, fechada, com forma de elipse estrangulada, com eixos norte-sul e este-oeste de 1.200 e 400 m respectivamente, tem seu ponto mais baixo na cota 80, na extremidade sul.

2.12 - HISTÓRICO

A ocorrência, no Môrro da Mina, de minerais de ferro, sob a forma provável de concentrações locais, eluviais e/ou aluviais, de magnetita proveniente do carbonatito e do jacupiranguito, levaram, desde o século passado, a apontar o local como uma possível jazida (ou mina, como se dizia) de minério dêsse metal. Segundo MELCHER (5,6) a primeira referência publicada a respeito se deve a BAUER. DERBY também a estudou tendo em vista êsse caráter, celebrizando-a contudo através da criação do têrmo jacupiranguito, para denominar as rochas alcalinas com

FIG.-II-1

LOCALIZAÇÃO DA OCORRÊNCIA DE CARBONATITO DE JACUPIRANGA

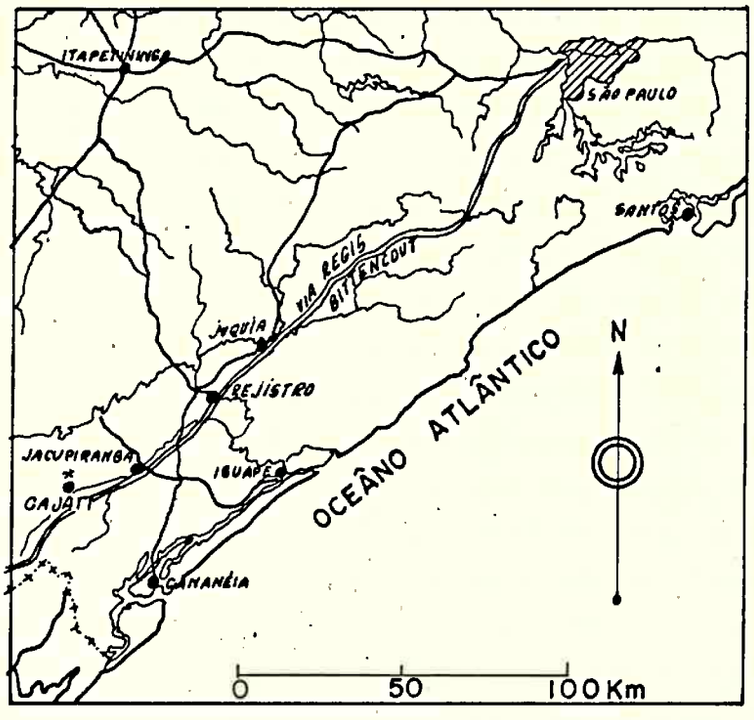
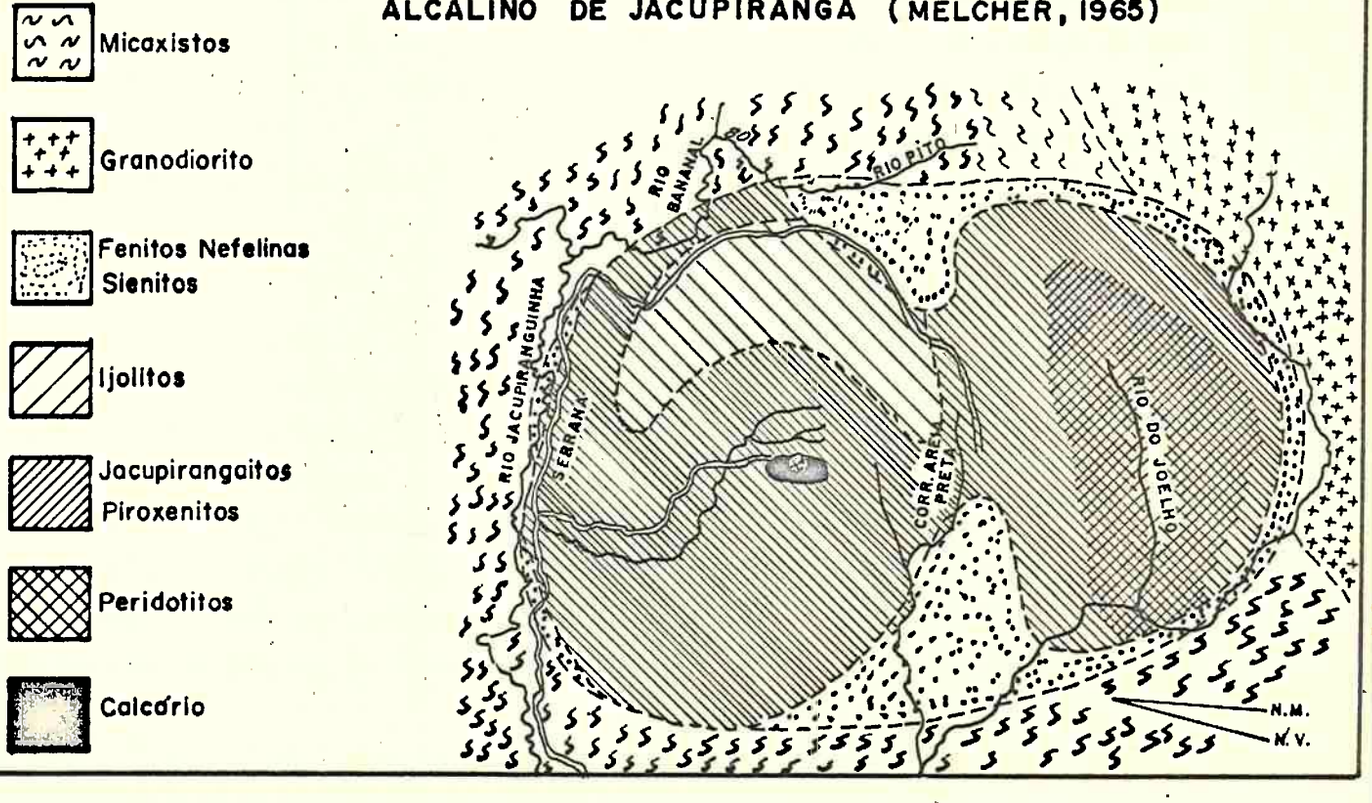


FIG. II-2

MAPA GEOLÓGICO ESQUEMÁTICO DO DISTRITO ALCALINO DE JACUPIRANGA (MELCHER, 1965)



titano-augita, aí características; nessa ocasião verificou, também, a presença da apatita.

KNECHT (13, 14) pràticamente redescobriu a ocorrência, apontando-a agora, porém, como possível fonte de fosfatos. O govêrno do Est. de São Paulo requereu, na área do môrro, autorização para pesquisa de apatita em 1941 e autorização de lavra em 1943, transferindo em 1944, por contrato de preposição, essa lavra à SERRANA S.A. DE MINERAÇÃO, que se obrigou a produzir concentrados adequados a fabricação de fosfatos solúveis, especialmente super fosfato simples.

Nessa época o môrro era inteiramente coberto por grossa vegetação .. (FOTOS II.1 e II.2) e por manto de material de natureza terrosa, com cêrca de 50% de apatita, 30% de magnetita e 20% de argilas e outros silícatos, camada essa em raros pontos perfurada por afloramentos de calcários alterados. Até a nova interpretação, primeiro avançada por Melcher em 1953, foi julgado estar a mineralização da apatita limitada ao manto. Êsse representaria o que restava exposto da zona de contato, enriquecida metassomàticamente, entre jacupiranguitos intrusivos, já erodidos, e calcários metamórficos pré-existentes.

Iniciada a lavra em 1945, foi adotado, desde logo, para obtenção de concentrados adequados à manufatura de super fosfatos, método de tratamento que pareceu indicado pela natureza do minério. Consistia essencialmente de lavagem dos finos, com que se eliminava pràticamente tôda a argila, precedida da desagregação e separação magnética a úmido da magnetita grossa e seguida de secagem, moagem grossa e separação magnética, a sêco, da magnetita fina e de seus produtos de oxidação.

Em 20 anos dessa atividade pioneira a Serrana minerou cêrca de 2.000.000 de toneladas, a um teor médio de cêrca de 23% P_2O_5, produzindo quasi 600.000 toneladas de concentrado a 39% P_2O_5, totalmente empregado no fabrico de super fosfatos; a produção cresceu constantemente até 1962. Foi diminuida nos anos seguintes face ao perigo de exaustão dessa reserva, para permitir continuar os trabalhos na mina durante o desenvolvimento industrial e implantação do processo de beneficiamento do carbonatito, cuja viabilidade então se comprovara. Ao lado da produção industrial, honra a emprêsa a transformação do local inóspito, insalubre e isolado de 1945, em uma pequena cidade dotada de mais de 120 casas, servidas de luz, água tratada e esgotos domiciliares, com estradas, escolas e oficinas, com assistência médica, serviço de abastecimento e outros. Aí foi e está sendo criada mão de obra qualificada. Finalmente, através de pesquisas geológicas e tecnológicas próprias, a Serrana está transformando uma massa de 100 milhões de toneladas de rocha, sem significado econômico, em minério aproveitável,

para produzir pelo menos 10 milhões de toneladas de concentrados — e ainda ficar com quasi 1.000.000 de toneladas anuais de bom calcário moído, de onde outras riquezas se poderão originar.

2.13 - GEOLOGIA

O Môrro da Mina, situa-se pràticamente num dos polos de uma área aproximadamente elíptica, com diâmetros de cêrca de 10 Km N-S e 7 Km E-W, em que afloram rochas alcalinas variadas, como jacupiranguitos, sienitos nefelínicos, ijolitos e peridotitos. A região, que é hoje comumente chamada Distrito Alcalino de Jacupiranga, foi estudada entre .. 1951 e 1953 e de 1960 para cá por MELCHER a cujos trabalhos já citados referimos os interessados em conhecimentos mais detalhados da geologia regional, permitindo-nos apenas publicar, na FIG. II.2 seu mapa geológico esquemático. A maior parte da área do distrito é ocupada pelos jacupiranguitos que envolvem completamente o corpo do carbonatito, expresso pelo Môrro da Mina, conforme anteriormente já foi descrito. Nas publicações mencionadas, o autor demonstra que a massa de calcário, hoje totalmente exposta "exibe texturas e estruturas de corpo intrusivo ígneo e comportou-se como rocha magmática durante a sua intrusão nos jacupiranguitos pré-existentes". Isto se teria dado como fêcho da fase magmática alcalina, vindo o corpo carbonático ocupar, provàvelmente, o último conduto magmático.

Provada a insubsistência das hipóteses anteriores, do calcário representar parte do pacote de rochas precambrianas invadidos pelos alcalinos, ou ser um grande xenolito dêles destacado, aquêle autor conclue:

"a) O carbonatito de Jacupiranga apresenta dimensões, estruturas, caracteres petrográficos, composição mineralógica e química típicos de ocorrências de carbonatitos associadas a rochas alcalinas.

b) Seus principais característicos peculiares são: alto teor em apatita, extrema pobreza em sílica e quasi ausência de barita".

Demonstrou ainda que a massa superficial, na ocasião e ainda hoje em lavra, representava uma verdadeira jazida de origem secundária, residual, formada através do ataque e transporte em solução, por águas meteóricas, dos carbonatos contidos na porção exposta da rocha, ficando o eluvio constituido de apatita e magnetita, pouco solúveis, e de argilas residuais da decomposição de silicatos. Tal explicação é hoje — quando todo o manto já foi lavrado — fàcilmente verificada no local. A sua inexistência ou a demora em sua aceitação levou, entretanto, no passado, a uma avaliação demasiado otimista das reservas, então

FOTO II - 1 - Vista Parcial do Morro da Mina em 1946 -

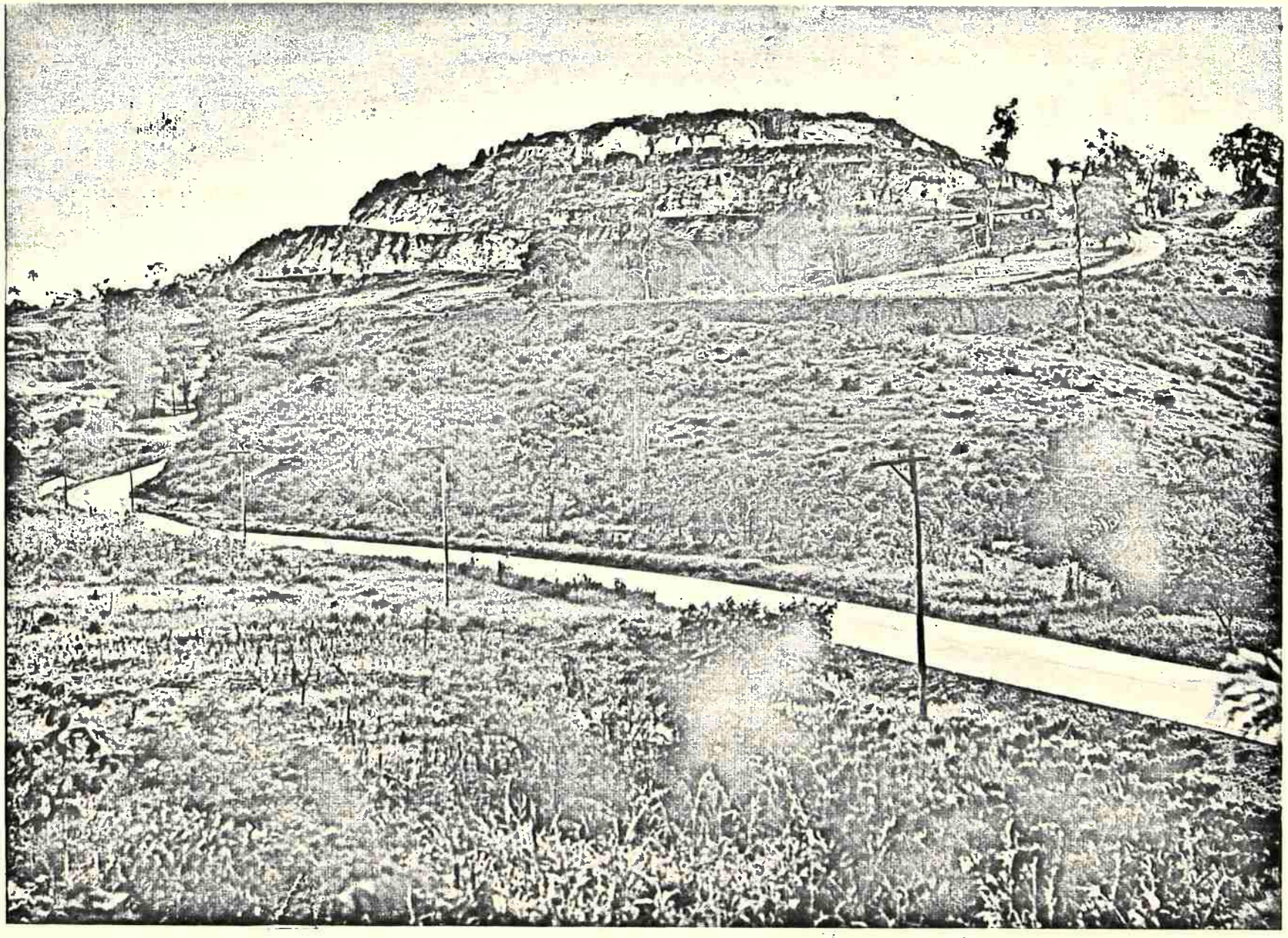


FOTO II- 2- Vista Geral do Morro da Mina em 1965.

disponíveis, de minério residual.

2.14 - PESQUISA E CUBAGEM DO CARBONATITO

Concomitante e harmônicamente entrosados com as investigações do processo de concentração, o corpo de carbonatito foi pesquisado segundo programas de crescente detalhamento e precisão, visando:

a) Determinação de reservas acima da cota de mais baixo aflora-- mento do contato (cota 80).

b) Determinação do teor e composição média geral ou de cada porção indivizualizável.

c) Determinação do gráu de homogeneidade da rocha quanto a composição química e mineralógica, textura, estrutura, propriedades mecânicas, etc..

d) Estudos petrográficos detalhados, de distribuição de teores por frações granulométricas e de separação em laboratório, por líqui-- dos densos, visando determinação prévia das características prováveis de liberação.

e) Obtenção de amostras representativas, inclusive do interior da massa intrusiva, para ensaios de concentração.

Os trabalhos de campo foram conduzidos pela equipe técnica de Jacupiranga, sob orientação do prof. Geraldo Melcher, que realizou os trabalhos de laboratório e interpretação dos resultados. Parte dêstes encontram-se em publicação já citada (6).

Resumidamente, tais trabalhos constaram de:

1 - Levantamentos topográficos plani-altimétricos e locação dos trabalhos descritos a seguir.

2 - Amostragem da superfície de tôda a área de carbonatito exposta na ocasião (1960/1961), realizada dividindo-a em quadrículas de 20m de lado, tomando-se cêrca de 20 fragmentos de carbonatito para formar uma amostra média por quadrícula. Em cada uma destas foram determinados teores de P_2O_5, e F_2O_3; periòdicamente, determinou-se também MgO. A localização de quadrículas e os valores de teor de P_2O_5 observados, estão excelentemente apresentados no já citado trabalho de MELCHER (6).

3 - Abertura de 4 galerias de pesquisa, uma das quais de 273,2 m de comprimento, acompanhando furo de sonda prèviamente feito no seu eixo. Além da verificação da fidelidade dos dados de sondagem, essas galerias destinaram-se a fornecer amostras médias de rocha não alterada de diferentes pontos da massa, para os ensaios de concentração.

4 - Rêde de sondagens horizontais e inclinadas, a diamante, parte largamente espaçada, para conhecimento da homogeneidade geral do cor

po e parte em malha apertada, para detalhamento da reserva a ser lavrada nos próximos 10 anos.

Comprovou-se, assim, que acima de um horizonte base na cota 80 , há uma reserva da ordem de 100 milhões de toneladas de carbonatito, com um teor médio mínimo de 4,9%.

Pesquisa mais pormenorizada, na porção sul, a ser lavrada nos próximos 10 anos, mostrou um teor médio de 5% P_2O_5, e, em geral, a possibilidade de se obter constantemente êsse teor por trabalho com uma única frente. As características de textura e estrutura da rocha são, nêsse caso, também razoàvelmente uniformes.

2.2 - A ROCHA

2.21 - DESCRIÇÃO GERAL

Segundo MELCHER (6) "o carbonatito de Jacupiranga é constituido essencialmente por carbonatos brancos, de aspecto sacaróide e granulação média à grosseira. Macroscòpicamente, distingue-se dos calcários metamórficos do sul do estado de São Paulo, pela ausência de quartzo e frequência de cristais de magnetita, flogopita e olivina. Via de regra, os minerais escuros, flogopita e olivina, concentrando-se em faixas paralelas, alternados com zonas constituidas essencialmente por carbonatos. Em outros afloramentos, concentrações de magnetita e olivina, formam manchas de contornos irregulares em que não há orientação visível".

Segundo o mesmo trabalho, dentro da classificação de Von Eckermann, caberia o nome de sovitos a essa espécie de carbonatito por ser rico em $CaCO_3$, possuir baixo teor de MgO e ser ou parecer um "stock" ou "plug". Não julga ter significado geológico procurar dividir a massa estudada em porções correspondentes a variedades definidas pela granulação ou pela natureza e frequência dos minerais accessórios. Essa opinião é fundada no caráter bastante errático da distribuição de concentrações dêsses accessórios, especialmente da olivina e magnetita e na inexistência de definição de tipos litológicos ligados às concentrações observadas de apatita.

Observou ainda o autor citado, apresentando exemplos e excelentes fotografias, texturas gráficas e fluidais visíveis a ôlho nú onde há alternância de bandas de minerais claros e escuros. Por técnica de coloração diferencial, demonstra existirem relações semelhantes entre os minerais não coloridos, além de ocorrer, às vêzes, textura tìpicamente ofítica entre grãos de calcita e dolomita. Chama a atenção para ocorrência de agregados orientados de apatita (bolsas ou "schlieren"),

alguns de dimensões decimétricas. Êste fato, como se verá depois, explica boa parte das excelentes possibilidades de liberação da apatita por cominuição.

As observações petrográficas do autor citado identificaram os seguintes minerais constituintes, em ordem decrescente de frequência: calcita, dolomita, apatita, magnetita, forsterita, serpentina, galena, ilmenita, espinélio, pirocloro, baddeleyita, barita, perovskita e quartzo. Consideramos, do ponto de vista prático, a calcita (principal) e a dolomita, apatita e magnetita (subordinados) os minerais essenciais da rocha, por não conhecermos amostra em que não estejam presentes.

Finalmente, faz interessantíssima comparação com alguns outros corpos de carbonatitos, tomados na quasi centena de ocorrências até agora conhecidas.

Resumindo as suas conclusões e observações temos:

a) Quanto a forma e tamanho das ocorrências em comparação, o corpo de Jacupiranga mostra estrutura muito mais simples que o comum, e é de grandeza média a pequena.

b) As características petrológicas são muito mais uniformes no corpo em estudo que nos descritos na literatura.

c) É digna de nota a abundância da apatita (cêrca de 11% em média, como se verá adiante), comparadas com os 5 a 7%, estimados para a média geral dos corpos referidos na literatura.

d) É excepcional a pobreza em magnésio e barita e especialmente, em sílica e silicatos.

2.22 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA

O conjunto dos trabalhos de pesquisa revelou, para as amostras de sub-superfície, distribuições de teores pràticamente análogos às da extensiva amostragem superficial em 1961, porém, os valores médios, especialmente de P_2O_5, foram razoàvelmente superiores. Tal era, aliás, de se esperar, tendo em vista a maior fragilidade ou friabilidade das bolsas de apatita, e consequente ataque preferencial na meteorização, donde sua menor representação naquela amostragem. Na amostragem superficial, obtiveram-se as seguintes médias gerais:

P_2O_5 - 4,58 %

F_2O_3 - 2,89 %

MgO - 1,24 %

O conjunto dos trabalhos de pesquisa detalhada, executada no ter

ço sul da intrusão, compreendendo resultados dessa amostragem, de sondagens a diamante e de abertura de galerias de pesquisa, conduziu aos seguintes valores, para a reserva provada, entre as cotas 75 e 165, e para a provável, imediatamente abaixo do nível 75:

Reserva Provada "A"	13.278.700 t	4.9% P_2O_5
Reserva Provada "B"	4.166.000 t	4.8% P_2O_5
Reserva Provada Total	17.444.700 t	
Reserva Provável "A-1"	8.700.000 t	4.9% P_2O_5
Reserva Provável "B-1"	20.830.000 t	4.8% P_2O_5
	29.530.000 t	

O teor de Fe_2O_3 nessas reservas fica entre 3 e 4% .

Os teores dos demais óxidos metálicos e de sílica, alumina e enxôfre, são consistentemente muito baixos, ordinàriamente registrados como traços.

2.23 - COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA

As análises modais petrográficas e os resultados da composição química concordam em apontar que, mesmo para porções bastante limitadas da rocha, os minerais accessórios não ultrapassam de 1 a 2% em massa.

Para os minerais essenciais, as proporções, calculadas pelas análises químicas, são as seguintes:

PROPORÇÃO EM MASSA - %

MINERAL	MÍNIMO	MÁXIMO	MÉDIA
CALCITA	34,5	91,6	84,5
DOLOMITA	0,6	15,0	-
APATITA	1,8	49,5	11,7
MAGNETITA	0,5	9,7	3,8

Não há evidência de relação entre os respectivos enriquecimentos de cada mineral.

Quanto à distribuição textural e de dimensões dos indivíduos minerais essenciais, os estudos mencionados levaram, em suma, às seguintes conclusões:

a) carbonatos: Apresentam-se em indivíduos xenomórficos, com diâmetro de 1 a 5 mm. Dada a sua abundância em relação aos demais componentes, para efeitos tecnológicos, podem ser considerados constituindo uma matriz contínua, em que os outros minerais estão disseminados - com a exceção, para pequenas porções, dos agregados de apatita.

b) apatita: Ocorre principalmente de duas maneiras:

b_1) Como cristais isolados, de forma ovóide, com diâmetros do 0,05 a 10 mm, em geral inclusos em indivíduos de carbonato. Embora interessante petrogràficamente, essa distribuição tem, felizmente, pequena importância no caso em estudo.

b_2) Em prismas idiomórficos, em geral com diâmetro de 1 a 5mm, e comprimentos de até 50 mm, formando agregados orientados; para efeitos tecnológicos, tais agregados, em geral de dimensões centimétricas e que incluem a quasi totalidade da apatita encontrada, comporta-se como um grande indivíduo, bastante friável, dêsse mineral.

c) magnetita: Ocorre em indivíduos, em geral isolados ou formando agregados, com dimensões entre 0,1 e 50 mm (cêrca de 80% entre 0,2 e 4 mm). Podem ocorrer intercrescimentos entre apatita e magnetita , mas sempre na periferia dos agregados apatíticos.

2.3 - FORMULAÇÃO DO PROBLEMA

Como foi visto, por volta de 1960, a SERRANA S. A. DE MINERAÇÃO via-se arriscada, em prazo relativamente curto, a encerrar as suas atividades em Jacupiranga, pela exaustão do minério de origem residual, relativamente rico e de fácil concentração. Entre outras alternativas, decidiu investigar a possibilidade de separar a apatita contida no proto-minério que dera origem a jazida secundária, cujo grande volume e regularidade de distribuição fôra indicada por estudos geológicos prévios e logo após confirmados pela prospecção detalhada.

Consultadas à respeito algumas organizações do exterior deram respostas negativas ou resultados insatisfatórios. Decidiu, pois, a emprêsa tentar a investigação por seus próprios meios.

O problema proposto, então, à pesquisa de concentração, poderia pois ser assim resumido:

a) Material a ser tratado: um calcário denso, cristalino, com alguma dolomita, contendo em média 10 a 12% de apatita (4,5 a 5% P_2O_5) e 4 a 5% de magnetita.

b) Produtos a obter:

b_1) Produto nobre - Concentrado de apatita adequado a uso como matéria prima para o fabrico de super fosfato simples, ou seja, com as seguintes características:

P_2O_5 % MÍNIMO	Fe_2O_3 % MÁXIMO
34	0,5
35	1,0
36	1,5
37	2,0
38	2,5

b_2) Sub-produtos - Se possível, obter sub-produtos utilizáveis em mercado local, para aliviar o custo de produção de concentrados de apatita, que, a priori, se previa alto. A maior massa porventura separada, corresponderia, evidentemente, a carbonatos cálcicos; seu aproveitamento óbvio seria na fabricação de cimento; as informações disponíveis na ocasião a respeito do uso de carbonatitos apatíticos, para essa indústria, na Uganda, indicavam um máximo tolerável de 1,8 a 2% de P_2O_5 nessa matéria prima.

c) Condições técnicas e econômicas:

A solução porventura encontrada, deveria permitir, em princípio, uma escala de produção de substituição à já alcançada pela emprêsa; por outro lado, não deveria exigir produção mínima, em escala superior à absorvida pelo mercado disponível na região. Deveria ser realizável com os recursos naturais, humanos, técnicos e financeiros disponíveis.

Finalmente, deveria ser realizável a um custo unitário de produto nobre que pudesse concorrer com concentrados similares disponíveis no mercado — o que significava, pràticamente, concentrados importados.

Admintindo-se um concentrado de 35% P_2O_5, uma alimentação de rocha a 5% P_2O_5, um custo de mineração e tratamento, em primeira aproximação, fixo por unidade de minério bruto tratado, de c cruzeiros, e preço unitário de importação de p cruzeiros, teríamos a seguinte relação para cada recuperação R % :

$$\frac{700\ C}{R} < p$$

d) Dificuldades a enfrentar:

Em primeiro lugar dever-se-ia confirmar as indicações petrográficas de ser efetivamente possível, obter a liberação de proporção adequada de apatita sem exagerada moagem, pois esta seria cara e, se excessiva, com tôda a certeza reduziria as possibilidades de recuperação.

Em segundo lugar, deveria ser estudada a separação, com o máximo de eficiência tanto no gráu como na extensão da seleção, entre apatita e carbonatos, especialmente calcita. Evidentemente, não haveria dificuldades em retirar, magnética e gravimètricamente, a magnetita da rocha, porém, tal operação seria inócua se feita isoladamente.

As propriedades físicas excluiam a possibilidade de se separar um daqueles minerais de outros por meios magnéticos ou gravimétricos, exceto, para porções relativamente grossas, através de líquidos densos como o tetra-bromo-etano. As propriedades físico-químicas faziam prever muito baixa seletividade, em flutuação, tanto com coletores aniônicos, como com catiônicos, pois os minerais a separar têm o mesmo cation e têm anions muito semelhantes quìmicamente.

A separação, se possível, deveria ser obtida com auxílio de agentes modificadores de ação seletiva.

Uma pesquisa bibliográfica prévia, que por razões de organização dêste trabalho, vai apresentado no capítulo próprio, indicou notável escassez de dados publicados a respeito. Portanto, impunha-se realizar uma investigação experimental completa, compreendendo desde a triagem preliminar dos reagentes.

Finalmente, supondo a descoberta de um método de separação, impunha-se que dos ensaios iniciais se passasse à demonstração da viabilidade industrial, sem deixar de, em cada fase, verificar se as possibidades técnicas justificavam os dispêndios com os trabalhos da fase seguinte.

2ª PARTE - A PROCURA DE UM PROCESSO

CAP. 3 - PESQUISA BIBLIOGRÁFICA

O trabalho de investigação foi iniciado por pesquisa bibliográfica naturalmente focalizada sôbre a concentração de fosfatos, com especial interêsse dedicado à sua separação de carbonatos. Paralelamente, não se descurou tanto da coleta de informações sôbre sistemas minerais, que, de alguma forma, fôssem semelhantes a êsse, como do estudo da melhoria da técnica operacional, desde a experimental de laboratório à industrial, e da respectiva interpretação de dados.

Evidentemente, conquanto variável em sua intensidade, essa forma de pesquisa continuou — e felizmente ainda continua — durante o desenvolvimento das demais fases dêste trabalho.

Nêste capítulo serão examinadas as informações que maior influência exerceram na parte dos trabalhos tratados nesta tese. Deve-se confessar ser bastante provável que informações de importância deixem de ser mencionadas, seja por se haver perdido sua fonte e referências, seja por se terem incorporado ao conhecimento que, embora de boa fé, se julga derivado da investigação que é objeto desta publicação.

3.1 - PROCESSOS INDUSTRIAIS DE CONCENTRAÇÃO DE FOSFATOS E SUA BIBLIOGRAFIA

A literatura técnica sôbre fertilizantes, e entre êstes fosfatos, começa em 1840, com Justus von Liebig, também iniciador da experimentação agronômica, com os seus canteiros de Darmstadt: em conferência ante a Sociedade Britânica para o Progresso da Ciência, além de apontar os macro-nutrientes vegetais e, corretamente, descrever a sua influência na nutrição das plantas, sugeriu o ataque, por ácidos minerais, dos ossos de animais até então usados "in natura", para torná-los solúveis e, assim, completa e prontamente assimilável o seu conteúdo fosfático.

Como um passo à frente, em 1842, John B. Lawes inicia a indústria de fertilizantes, assumindo nela papel triplamente pioneiro: requer sua primeira patente, funda sua primeira fábrica, por sinal de super fosfato simples, e trata, nesta, a primeira matéria prima mineral, no caso coprolitos fosfáticos.

Sôbre o tratamento de fosfatos minerais não há notícias importantes no restante do século XIX e início dêste, exceto quanto ao desenvolvimento de processos siderúrgicos com escorificação, especialmente pelos convertedores Thomas, cujas escórias — que, embora com impropriedade, podem ser considerados concentrados fosfáticos — ainda hoje su

prem parte importante do consumo europeu ocidental (15).

A partir de 1890 (3) o desenvolvimento da produção, nos grandes e ricos depósitos de fosforitos do Norte Africano e da Flórida, determinou a substituição das pequenas e quasi sempre rudimentares minerações de uso cativo ou local pelo suprimento centralizado, objeto de comércio internacional.

Nos dois principais centros de produção, esta toma desenvolvimentos tecnológicos distintos. No Marrocos, Tunísia e, até há pouco, na Argélia, a mineração é subterrânea; por isso, pela abundância de reservas, pela ocorrência de amplas zonas ricas, e, talvez, pelo pequeno interêsse de administrações para-coloniais na conservação de recursos, a lavra se faz seletiva, com produto da mina no teor de mercado. Não houve, pois, desenvolvimento de processo elaborado de beneficiamento, êste restrito, em geral, à secagem e tratamento mecânico de cominuição.. (16).

Por razões análogas (excluindo evidentemente, o colonialismo), o mesmo se aplica aos extensos depósitos do oeste americano e, mais tarde, aos do Egito, Jordânia, Rússia Asiática, etc..

Na costa oriental dos Estados Unidos a lavra extensiva a céu aberto e o caráter do produto bruto assim produzido, levou logo à necessidade de beneficiamento com concentração.

A inaplicabilidade de métodos gravimétricos ou magnéticos à separação entre fosfatos e ganga sílico-aluminosa, ali presentes, limitou, até 1930, os tratamentos à simples separação granulométrica, com corte progressivamente mais fino, de 1/4 de polegada à malha 14, rejeitando-se todos os finos: o concentrado ficando constituído pelos cascalhos e areias grossas, naturalmente mais ricos e isentos de alumina. Durante tal fase, o progresso técnico foi expresso pelo refinamento das instalações, e pela introdução da lavagem sôbre peneiras vibratórias. Essa operação e as respectivas "washing plants" são, ainda hoje, parte integrante dos sistemas de beneficiamento nêsse centro produtor, dando-se normalmente o corte em 1 mm e correspondendo-lhe, em média, segundo RUHLMAN (17), cêrca de 37% da massa e 34% da recuperação nos concentrados produzidos.

Concentração na porção fina necessitou aguardar o desenvolvimento de adequados processos de flutuação. Segundo GAUDIN (18), a flutuabilidade de apatita cristalina com carga silicatada foi demonstrada por EDSER e outro (19) e por BROADBRIDGE (20), porém, demonstrou-se não aplicável aos fosfatos micro e não cristalinos. CRABTREE e VINCENT (21) atribuem a Lawrence e De Vaney, em 1928, em trabalho para

o U.S.B.M., o primeiro sucesso na investigação de processos de separação com flutuação, utilizando sabões graxos, óleo de pinho, silicato de sódio e carbonato de sódio. Segundo mesmo autor, o processo foi testado em instalações piloto, seguindo-se a primeira instalação com capacidade para 1.000 toneladas por dia, nos primeiros anos da década dos 30. A generalização dessa forma de tratamento e seu sucesso industrial só foi possível após a metodização da deslamagem prévia e do condicionamento a alto teor de sólidos, introduzidos por TROTTER e WILKINSON (22)e, especialmente, pelo contrôle da porosidade e superfície específica da colofanita, aumento de sua adesividade e controle de espuma, conseguidos pela adição de óleos minerais não hidrolizáveis — especialmente pelo "fuel-oil" emulsionado em sabões — introduzido por CRAGO e MARTIN (23). O contínuo aperfeiçoamento, acima sumariado, da flutuação por espuma, aplicável à fração de minério em partículas de diâmetro inferior a 0,5 mm (passando a peneira n. 35), foi completado pela criação, por CHAPMAN e LITTLEFORD (24) da concentração por aglomeração, especialmente aplicável à fração - 1 mm, + 0,5 mm, por inteligente combinação da seletividade das reações superficiais de flutuação, com a aplicabilidade da gravimetria à partículas mais grossas. Tal progresso tecnológico, conseguido ràpidamente por pesquisas específicas, permitiu passar de uma recuperação de pouco mais de 30%, com concentrados de 28-29% P_2O_5, a uma recuperação de 60% ou mais, com dois terços dêsses concentrados mostrando teor entre 30,5 e 32,5 % P_2O_5.

Isso permitiu a êsse ramo da indústria mineral não só resistir intacto à depressão dos anos 30, como até, nessa época desfavorável, consolidar-se e passar à mecanização, no que foi pràticamente pioneiro. Um último estágio no progresso da tecnologia da flutuação, na Flórida, foi a introdução generalizada, no início da década dos 40, do processo devido a CRAGO (25), e geralmente denominado processo Crago ou de dupla flutuação. Nêsse processo, rebeneficia-se o concentrado obtido por flutuação aniônica segundo os métodos já descritos, fazendo-se flutuar, com coletores catiônicos do grupo das aminas de cadeia longa, o quartzo mecânicamente arrastado ou co-coletado na primeira flutuação. Dessa forma, nêsse segundo passo, o material deprimido constitue o concentrado fosfático final, atingindo teores de 34-36 % P_2O_5. Finalmente, nos últimos 10 anos, a substituição progressiva dos classificadores mecânicos por hidrociclones, especialmente na deslamação, permitiu diminuir o diâmetro de corte desta, de 50-60 para cêrca de 30-40 microns, com correspondente melhoria na recuperação.

O esquema comum das operações de beneficiamento, tal como resul-

tou da evolução acima historiada e como se emprega hoje na costa oriental americana, já foi visto na FIG. I.2. Um excelente resumo das características operacionais e resultados da prática industrial, na Flórida, encontra-se em BAARSON e outros (26).

O sucesso dêsses processos, nessa região, decorrente de sua perfeita adequação às características do minério, das jazidas, do método de lavra e do mercado, têm levado mineradores, pesquisadores e projetistas a considerá-los quasi padrão para tratamento de fosfatos sedimentares. Assim, foram projetadas instalações análogas para jazidas da costa ocidental da África, no Togo e Senegal (27), bem como, para a brasileira de Olinda, PE, como se vê em FINE e FROMMER (28) e EVANS (29), nem sempre com resultados tão satisfatórios, por não levar em conta as condições locais. Note-se ainda, que mesmo nos "land pebble phosphates", a eficiência do tratamento está confinada às frações do minério retidas na malha 200 e, apesar da dupla flutuação, uma delas com reagentes caros, o teor dos concentrados está sempre abaixo de 36,5 % P_2O_5. Uma das principais razões para essas dificuldades reside na pequeníssima seletividade dos métodos adotados para escolha entre os fosfatos e os carbonatos alcalino-terrosos. Onde, como na costa leste americana ou na ocidental da África, existem extensas reservas de fosforitos de ganga alumino-silicosa, o sucesso industrial dos métodos descritos faz esquecer que, mesmo aí, volumes consideráveis de rochas fosfáticas com ganga calcária são freqüentemente manuseados como estéril, não aproveitados por não haver sido ainda encontrado processo eficiente para a separação daquêles minerais. Em outras regiões, como no ocidente dos Estados Unidos, em Israel, na Algéria e na Rússia Asiática, é necessário o aproveitamento de tais reservas marginais e o problema está sendo enfrentado de diferentes maneiras.

No oeste dos Estados Unidos as soluções até agora encontradas são de dois tipos, como resume BEALL (30): obter, com mineração seletiva ou por beneficiamento rústico, de lavagem de finos, um produto relativamente pobre (24 a 30% P_2O_5) para uso exclusivo em fornos elétricos, de metalurgia do fósforo elementar; ou submeter o produto de mina à flutuação, utilizando os métodos da Flórida, embora, assim, partindo de minério relativamente rico, com 20% P_2O_5, seja obtido concentrado de teor muito mais baixo (31% P_2O_5), com recuperação apenas sofrível (60 a 65%) o que, segundo o diretor de uma das maiores emprêsas locais, é um "fracasso metalúrgico mas um sucesso econômico". A razão dessas dificuldades, foi assim resumida (26): "Uma vez que a simples flutuação aniônica de fosforitos não apresenta seletividade entre

fosfatos e carbonatos minerais, o processo fica limitado ao tratamento de minérios de baixo teor em carbonatos".

Em Israel, tentou-se, aparentemente sem sucesso, essa separação por método gravimétrico, de verdadeira flutuação dos carbonatos em líquido denso, no caso o T.B.E. . (Tetra-bromo-etileno).

Na Argélia, nas suas últimas grandes reservas conhecidas, na mina de Djebel-Onk (31), a solução adotada, já em produção industrial, consiste na calcinação do minério britado e deslamado a uma temperatura acima do ponto de decomposição dos carbonatos, porém abaixo do de fusão dos fosfatos. O material calcinado é em seguida tratado com água, para hidratação da cal. O leite de cal é extraído por solução e suspensão coloidal, deixando o resíduo enriquecido em fosfatos. O concentrado assim obtido atinge 34,6 % P_2O_5 , a partir de um minério de 23 a 28 % P_2O_5 , nada constando sôbre a recuperação do processo.

Na parte asiática da União Soviética, na região de Kara-Tau, Kazakhstan, os grandes depósitos de rochas sedimentares fosfáticas têm apenas pequena porção com ganga de caráter sílico-argiloso que permite aplicação dos métodos clássicos de dupla flutuação. Segundo um editorial de revista especializada (32), a maior parte dos fosforitos aí conta de 18 a 28 % P_2O_5 , com 5 a 13 % CO_2 e 7 a 30 % de sílica. Enquanto a separação desta última não apresenta problema especial, os carbonatos, predominantemente na forma de dolomita, são até agora pràticamente não separáveis — os melhores exemplos experimentais, obtidos por flutuação, dando concentrados de 29,2 % P_2O_5 e 28,5 % P_2O_5 , a partir de alimentação de 23,8 e 23,7 % P_2O_5 , com recuperação de 92 e 88 % respectivamente. Menciona mesmo, uma instalação que produz concentrado de 25,9 % P_2O_5 a partir de alimentação com 25,2 % P_2O_5 . BORISOV (33) na única referência original que foi possível obter, descreve a impossibilidade de seleção entre fosfatos minerais não cristalinos (colofana e outros) e carbonatos, especialmente dolomita, por simples ação de coletor aniônico, por flutuarem juntos êsses minerais. Mostra que os depressores usualmente recomendados para ganga, especialmente silicato de sódio, utilizado para auxiliar a flutuação da apatita de Kola, não deprime os carbonatos. Recomenda então uma flutuação dupla, diferente porém do processo Crago, por fazer as duas operações com coletor aniônico, flutuando-se na primeira fosfatos e carbonatos e reflutuando-se o concentrado misto com adição de ácido fosfórico para deprimir seletivamente os fosfatos. Não se pode dizer se é a êste método que se referem os resultados anteriormente citados, embora o gráfico apresentado assim pareça sugerir. Se fôr êsse o caso, os resultados prá

ticos ainda deixam a desejar.

A produção em escala considerável de fosfatos cálcicos de origem magmática, isto é, de concentrados de apatita, começou muito mais tarde que a de fosfatos sedimentares, exceção feita de quantidades relativamente pequenas produzidas como sub-produtos de concentração de outros minerais, como de magnetita, na Escandinávia, ou de ilmenita de nelsonitos, nos Estados Unidos.

A produção de apatita concentrada em larga escala deve ter começado na União Soviética, em Khibinygorsk, na península de Kola, em .. 1930, atingindo em 1963 (32) seis milhões de toneladas de concentrado. Segundo TAGGART (2) a rocha tratada contém 65 a 70 % de apatita (27,5 a 29 % P_2O_5) , o restante sendo nefelina com um pouco de ilmenita. A separação entre êsses minerais é simples, sendo a apatita flutuada por ácido graxo saponificado por hidroxido de sódio, a depressão do feldspatóide sendo auxiliada por silicato de sódio. Os concentrados produzidos são ricos (39,4 % P_2O_5 em média) e a recuperação alta (95 % na flutuação).

É possível que, cronològicamente, o segundo centro de produção de concentrados apatíticos se tenha estabelecido no Vietnan do Norte , mas não dispomos de dados a respeito. Tudo indica, ao menos com base nas informações disponíveis, que o terceiro produtor não esporádico, tenha sido a SERRANA S.A. DE MINERAÇÃO, em sua mina de Jacupiranga, após algumas experiências frustradas em Ipanema, Estado de São Paulo. Fêz-se aí, tratamento de minério residual, como já descrito, composto essencialmente de apatita, magnetita e argilas, com 22-23 % P_2O_5 ... A concentração iniciava-se com separação magnética, por via úmida, da magnetita grossa, seguida de lavagem de finos, nestes compreendida tôda a fração -200 ; assim se eliminavam as argilas, embora perdendo junto os fosfatos finos; em seguida, secagem, moagem até passar completamente na peneira nº 14 e separação eletro magnética, a sêco, da magnetita fina e semi-limonitizada; o resíduo não magnético final constituia o concentrado de apatita adequado à manufatura de super fosfato simples, com 38-39 % P_2O_5 , apresentando Fe_2O_3 + Al_2O_3 inferior a 2,5 %; a recuperação total atingia, na melhor das hipóteses, cêrca de 50 % .

Segundo descrições em "The Mining Journal" (34) e no "Chemical Trade Journal" (35) , em Phalaborwa, na União Sul-Africana, foi iniciada a produção, em grande escala, de concentrados de apatita separados de rocha ferro-sílico-carbonatada, que certamente provém do grande corpo de carbonatito conhecido pelo nome da localidade citada. O grande interêsse da instalação seria de representar a primeira usina de esca-

la industrial destinada a concentrar apatita, ou qualquer fosfato cálcico, de rocha contendo razoável proporção de carbonatos. A primeira referência menciona que a rocha do maciço intrusivo principal ("plug de Loolekop") contém em média 25% de apatita (10,5 % P_2O_5), 30% de magnetita, 23% de calcita e 12% de silicatos, êstes principalmente serpentina e vermiculita.

Na ocasião, com base em estudos de laboratório fôra escolhido um processo consistente em desbaste magnético com separadores de via úmida, para retirar pràticamente tôda a magnetita e, provàvelmente em seguida a uma deslamação, flutuação da apatita, com depressores específicos, contendo ácido tânico, para os silicatos e calcita. Os resultados de laboratório indicavam uma recuperação provável de 70% na flutuação, com concentrados de 37% P_2O_5 , podendo atingir 85% com concentrados de 33-34 % P_2O_5 . Considerando-se as operações de deslamagem e desbaste magnético é provável que as recuperações totais nas condições mencionadas, fôssem da ordem de 60 a 72 % .

Na prática industrial, segundo informações particulares obtidas pelo autor desta tese, parece ter havido grandes dificuldades de contrôle das quantidades de depressores e coletor, às quais seria muito sensível o processo. Isto, aliado à descoberta de cobre na principal porção do corpo intrusivo de Loolekop, parece haver deslocado o centro de interêsse da produção dos fosfatos para zonas de jazida em que, embora com teor inicial mais baixo, a ganga é predominantemente ferro-silicatada, como se vê em WORLD MINING (36) , em zona piroxenítica, em que se faz mineração de fosfatos. Isto explica que, em descrição já referida, do Chemical Trade Journal, só se mencione desbaste magnético e depressão de silicatos, circuito mais simples que o previsto na outra revista citada.

Finalmente FLEMING e ROBINSON (37) , descrevem um trabalho de investigação, em laboratório e em instalação industrial experimental , para concentração de apatita contida em minério residual, de cobertura eluvial de carbonatito, algo semelhante ao já descrito para Jacupiranga. Para tratamento de um minério com 31% de apatita (13 % P_2O_5), 28% de magnetita, 29% de argilas e óxidos hidratados de ferro, 10% de quartzo e silicatos e 21% de outros minerais, inclusive 0,4% de pirocloro, adotam um processo consistente em desbaste magnético, por via úmida, da polpa de desintegração do minério, seguido de moagem, deslamação e flutuação da apatita da polpa desmagnetizada e deslamada. Esta operação é feita em meio alcalino, com pH 9,0 - 9,1 e como coletor é utilizado um sabão sódico de ácido oleico. Segundo o autor, no processo intervém um depressor dos silicatos e óxidos hidratados de ferro, que é o sili-

cato de sódio gerado na própria polpa por reações entre os silicatos minerais e o alcali introduzido para correção de pH. Como resultado, se obtém produção de concentrados apatíticos de alto teor - 41,3 % ... P_2O_5 — com recuperação total de 61,3%, sendo que na operação de flutuação a recuperação é de 95%. Nas experiências preliminares, os autores citados provaram que, dos coletores aniônicos, apenas os ácidos graxos e seus sabões demonstram efetivo poder coletor e alguma seletividade para a apatita, a partir da mistura mineral considerada; outros, ordinàriamente citados, como todos os coletores tio e fosfo-tio-carbônicos, os sulfatos de alcoila, os sulfonatos de alcoila-arila (resíduos sulfonados de petróleo), mostraram nula ou fraca ação promotora. Grande número de reagentes catiônicos foi também experimentado com os mesmos resultados negativos.

Entre os ácidos graxos livres e seus sabões, os citados autores decidiram pelos últimos, pela maior atividade. Com êstes, verificaram que a coleta poderia ser pràticamente completa entre pH 8 e 10, baixando a 40% em pH 6 e a 80% em pH 11. Quanto a depressores específicos para a ganga silicatada e ferrugionosa e, especialmente, para pirocloro, os autores concluíram pela inoperância dos ácidos fórmico, salicílico, cítrico, oxálico, acético, tri-cloro-acético e lático, experimentados com esperança de formação de compostos de quelação. Verificaram ainda que tanino e hexametafosfato de sódio são depressores de efeito pronunciado, porém não seletivo entre apatita e os outros minerais.

3.2 - COLETA E DEPRESSÃO DE FOSFATOS, CARBONATOS E MINERAIS SEMELHANTES

A produção de concentrados fosfáticos, por flutuação, é, volumètricamente, uma das mais importantes aplicações dêsse processo. MERRIL e PENNINGTON (38) afirmam que, em 1960, nos Estados Unidos, a êsse setor correspondia o 3º lugar quanto à capacidade instalada e tonelagem do minério tratado, e o primeiro quanto ao volume de concentrados produzidos.

A despeito dessa importância, é indubitável que a sua pesquisa fundamental está, como para os demais não metálicos, aquém das realizações práticas, não se comparando o nível de conhecimento até agora obtido com o que se refere aos minerais sulfetados.

Segundo GAUDIN (18), todos os minerais oxigenados podem ser flutuados com ácidos carboxílicos como coletores, desde que escolhidas as cadeias carbônicas mais apropriadas e as condições adequadas de operação. Boa parte dêsses minerais podem ser também coletados por outros promotores oxigenados e alguns por coletores catiônicos, mas à in

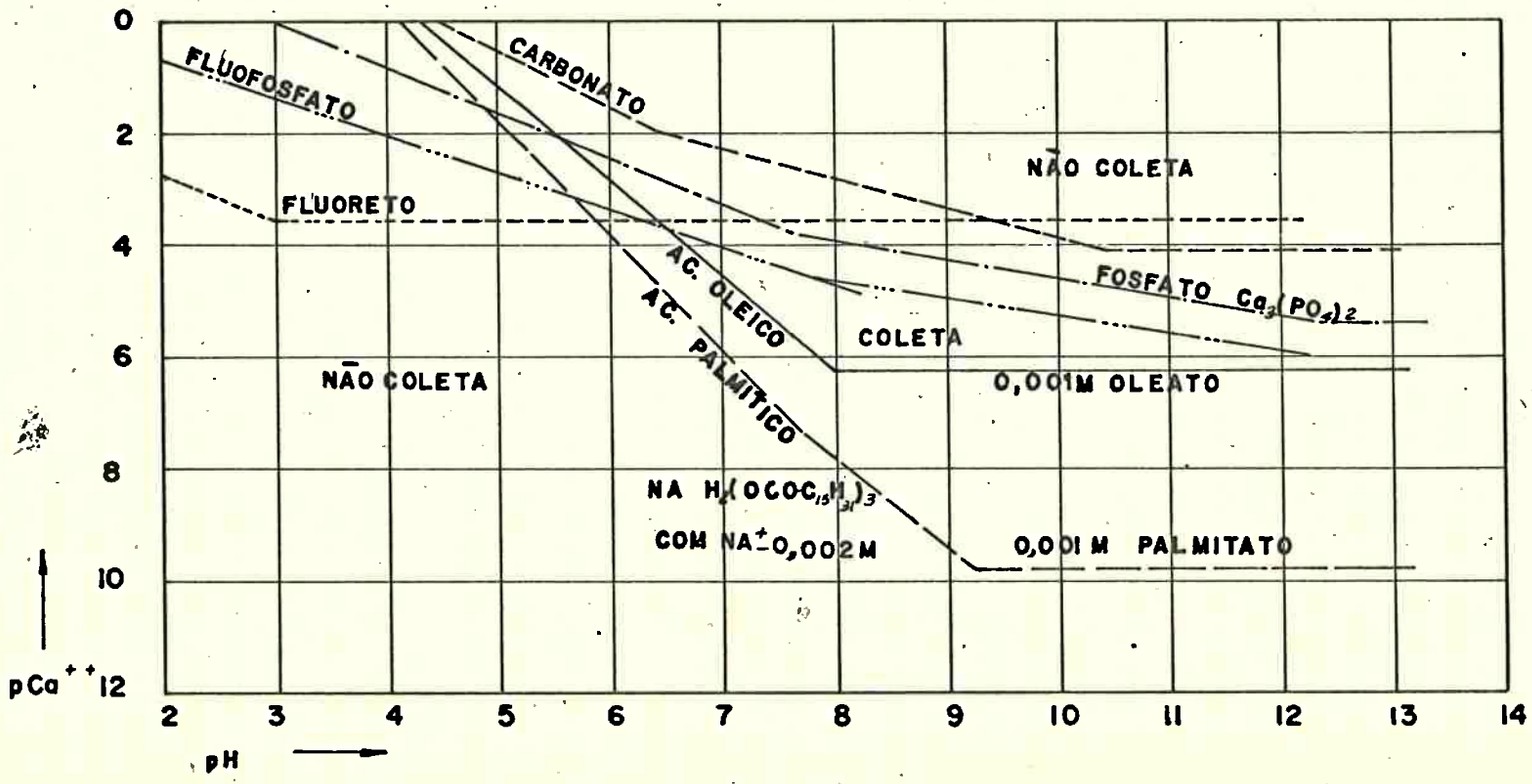
formação a respeito de sua atuação é ainda bem incompleta. A separa-- ção entre os minerais do grupo, diz êsse autor, é problema tão complexo como a flutuação seletiva entre sulfetos dependendo, para maior refinamento, do uso de precipitantes e sequestrantes específicos para diversos ions — mas a latitude de escolha é bastante restrita e, embora muitos resultados empíricos tenham sido publicados, ainda se está longe de um conhecimento adequado do processamento da coleta e depressão seletiva, mesmo para as separações mais frequentes. Na realidade, pesquisas aplicadas como a presente, ainda seguem, em grande parte, os sarcásticos conselhos de TAGGART (39) para resolver problemas de separação nêsse campo: "Tente coletores aniônicos e catiônicos ... Use quantidades relativamente grandes de ion silicato, de ácido sulfúrico ou de coloides orgânicos para limpeza, num puro processo de tentativa e êrro. Quando tudo tiver falhado, tente ácido fluorídrico, hipoclorito de cálcio, alumem ou cloreto de alumínio, ou hexameta-fosfato. O acaso é tão bom como qualquer outro critério para determinar a ordem dessas tentativas".

Para a coleta dos minerais oxigenados dos metais alcalino-terrosos, o conjunto das observações experimentais feitas até pouco tempo atrás, foi excelentemente resumido por GAUDIN (18) : "A coleta é satisfatòriamente efetuada pelos ácidos carboxílicos e seus sais. É conduzida em meio levemente alcalino, obtido pela adição de soda cáustica ou metasilicato de sódio. Êste último, ou agentes semelhantes como carbonato e sulfito de sódio, piro, meta ou polifosfatos alcalinos são empregados com intenção de alcalinizar a polpa e, ao mesmo tempo, dispersar a ganga. Espumantes são, em geral, dispensáveis. Emprêgo de óleos não coletores e não espumantes, como os hidrocarbonetos naturais e seus derivados, junto com os coletores citados, é frequente — para aderir a superfície modificada pelo coletor, para restringir a porosidade inicial ou simplesmente para controlar o poder espumante excessivo do coletor".

Quando se quer separar minerais de cations alcalino-terrosos, especialmente de cálcio, de acompanhantes de outros sub-grupos, ainda que oxigenados, as técnicas acima resumidas são em geral suficientes como se pode depreender da literatura sôbre operação industrial já referida. TAGGART, DEL GIUDICE e ZIEHL (40) já haviam indicado adsorção permanente dos ions de sabões de ácidos graxos, bem como de ácido oleico em meio alcalino, na superfície de minerais cálcicos —, inferindo dupla troca nessa superfície e prova do primeiro postulado de Taggart. Diversos outros confirmaram posteriormente, por variados processos ex-

FIG.-III-1

LIMITES DE FLUTUAÇÃO DE MINERAIS DE CÁLCIO,
SEGUNDO AS SOLUBILIDADES



(DU RIETZ, C. PROGRESS IN MINERAL DRESSING, STOCKHOLM 1958)

perimentais, a quemisorção dos ions $RCOO^-$ pelos cations alcalino-terrosos das superfícies minerais. APLAN e FUERSTENAU (41) apresentam excelente estudo da matéria, incluindo gráficos de espectroscopia de infra vermelho, devidos a Peck e Wadsworth, provando a formação de uma forma fixa de oleato de cálcio na superfície de fluorita, barita ou calcita tratada com sabões de ácido oleico nas condições usuais de flutuação. Para a fluorita, por exemplo, verifica-se que a quantidade físicamente adsorvida de ions oleato decresce e a quemisorvida cresce com o pH, passando por um máximo ao redor de 9; nêste ponto a recuperação de fluorita, em flutuação isolada, é máxima. Há também generalizada concordância acêrca do caráter preferencialmente físico, de difusão na dupla coroa iônica, da adsorção de coletores ácidos graxos nos demais minerais não metálicos, como silicatos, óxidos e minerais oxisais não alcalino-terrosos. Assim se entende a relativa facilidade de separação entre minerais de um e de outro grupo, pela modulação de coleta, seja através de adição parcimoniosa ("starvation adition") de promotor, seja pela introdução de ions hidrofílicos polivalentes, mais ativos nas coroas de adsorção, como são os silicatos, polifosfatos, etc..

Evidentemente a separação entre minerais cujos cations pertencem ao grupo de metais alcalino-terrosos é, pelas razões vistas até aqui, mais difícil, crescendo a dificuldade pela tendência da adsorção tipo hemi-micelar (42) de ácido graxo indissociado na superfície em que se fixaram, quìmicamente, os ions coletores, eliminando-se assim restos da seletividade proveniente da desigual cobertura de ions coletores em minerais alcalino-terrosos diferentes, como mostram KLASSEN e MOKROUSOV (43). Excelente estudo das características de coletores ácidos graxos encontra-se em DU RIETZ (44), que demonstra (FIG. III.1) que as zonas de possível coleta dos minerais de cálcio se superpõem de tal forma que, as dos fosfatos, tanto do tricálcico como do fluo-fosfato, estão integralmente dentro da área do carbonato. Embora os dados básicos empregados por êsse autor refiram-se, geralmente, a equilíbrios químicos em solução que, portanto, possìvelmente não correspondem aos valores de reações interfaciais, os resultados demonstram bem a dificuldade de coleta seletiva entre minerais de cálcio, especialmente entre apatita e calcita. É, assim, surpreendente o exemplo apresentado por EJGELES (45) de separação entre calcita e apatita, especialmente pela afirmação "silicato de sódio mostrou-se suficientemente efetivo para separar calcita e apatita, por flutuação com coletor fraco, a saber, alcoilsulfato". Pela ausência de referência bibliográfica específica ou de dados de operação, difícil se torna verificar a extensão da facili-

dade alegada, especialmente sabendo-se que, anos depois, problema análogo continua sem solução na União Soviética.

Nessas condições parece ainda válida a observação de GAUDIN, já citada, que a separação se deve efetivar através da ação de depressor específico. Para precisar um pouco mais as amplas recomendações de Taggart, impõe-se para isso considerar os seguintes grupos de substâncias:

1 - Agentes complexantes (18) de ions férrico, alumínio e, talvez, alcalino-terrosos, como tanino (quebracho) e sais de ácido ligno-sulfônicos — cujo uso moderado pode ser seletivo, porém, em quantidades um pouco maiores, podem deprimir todos os minerais alcalino-terrosos, como já foi visto.

2 - Agentes inibidores da solubilidade superficial de um dos minerais, segundo os postulados de Taggart, por exemplo, capaz de substituir o ion carbônico na superfície da calcita, formando sais mais insolúveis de cálcio, sem afetar substancialmente a superfície dos fosfatos — podendo-se experimentar os ions oxálicos, cítrico, tartárico, etc..

3 - Agentes hidrofílicos orgânicos (18), macro-moleculares ou coloides, que às vêzes apresentam afinidades por certas superfícies, por razões mal conhecidas, como por exemplo, dextrinas, amido, goma-arábica, etc..

4 - Agentes de reações topo-químicas, reconhecidamente seletivas — por exemplo, os apontados por PINHEIRO (46) : "sulfato ferroso em presença de amido, sela a superfície da calcita, impedindo sua coleta".

CAP. 4 - EXPERIÊNCIAS PRELIMINARES

4.1 - LIBERAÇÃO POR MOAGEM

Estudo prévio de composição e distribuição mineralógica fez parte dos trabalhos já referidos, de G. C. Melcher, de pesquisa e caracterização da jazida. Avaliação microscópica das distribuições normais faziam prever necessidade de moagem muito fina, abaixo de 100 microns, para liberação completa, se admitida a separação probabilistica pelo tamanho mais frequente de grãos individuais de apatita; indicavam, porém, como muito mais provável, liberação substancial, pràticamente completa, devida tanto à acumulação de apatita em agregados, como à separação por destaque, em frações bem mais grossas que a mencionada.

O primeiro trabalho experimental realizado foi destinado à efetiva verificação dessa probabilidade, a saber:

4.11 - CARACTERÍSTICAS E PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Como na maior parte dos demais estudos preliminares, a rocha aqui usada proveio dos primeiros trabalhos de pesquisa sistemática da jazida, de uma frente experimental e duas galerias curtas. Foram utilizadas 3 amostras, recebidas já britadas, até passagem na peneira de 25,4 mm (1 pol.), que foram separadamente rebritadas em britador de mandibulas de laboratório, até passagem na peneira ABNT nº4 e enquartadas até redução a massa entre 2.500 e 3.000g. Cada amostra foi separadamente moida em moinho de bolas descontínuo, de laboratório, tipo Denver, por períodos sucessivos de 15 minutos, intercalados com peneiramento na peneira ABNT nº 28, até passagem completa nessa malha. Uma aliquota, por amostra, foi retirada para análise química. Cada amostra foi, em seguida, peneirada mecânicamente em série normal de peneiras, com razão entre aberturas igual a 2. De cada fração retiraram-se duas aliquotas de cerca de 10 g cada, para a observação da liberação.

4.12 - APARELHAGEM

Além de vidraria comum de laboratório usada para a coloração diferencial adiante descrita, utilizou-se ainda lupa binocular, a que se adaptou iluminador de incidência quasi vertical e, como porta objetos, caixas de fundo quadriculado com rêdes variáveis de 1 e de 5 mm de lado, para as frações fina (-70 + 100) e média e grossa

4.13 - MÉTODO DE ENSAIO

Cada amostra foi lavada em água destilada e decantada; submetida a reações de coloração superficial de calcita por ataque sucessivo por nitrato de prata e bicromato de potássio, como usados por MELCHER

(6)para estudo das secções polidas: com isso, os grãos de calcita adquirem coloração rosa-carne caracteristica. Após secagem em estufa a 110°C, cada amostra de fração granulométrica foi enquartada até cêrca de 0,5 g e, destas amostras representativas, tirada porção suficiente para formar, nos porta-objetos mencionados, camada monogranular esparsa. Por observação na lupa contaram-se, em quadrículos segundo ordem pré-determinada, grãos livres de apatita e de ganga, e grãos mistos, adotando-se para êstes apenas duas classes (predominantemente apatita ou ganga). Admitiu-se que todos os minerais brancos ou muito palidos fôssem apatita, cometendo-se o erro de aí incluir dolomita e, possìvelmente, alguns grãos menos coloridos de calcita. Os demais minerais, distinguidos seja pela côr própria (magnetita, mica, olivina, pirita), seja pela côr induzida (calcita) foram agrupados no têrmo ganga. Abandonou-se a contagem para as frações passantes na peneira nº 100 pela dificuldade de identificação.

4.14 - RESULTADOS OBTIDOS

A - As análises químicas revelaram os seguintes teores para as quatro amostras:

Nº 1	- 8,3 %	P205
2	- 14,1 %	"
3	- 12,4 %	"
4	- 3,3 %	"
Média	- 9,52 %	P205

Admitindo-se para a apatita composição aproximada 42% P_2O_5, tem-se, em média, cêrca de 22,7% apatita nas amostras examinadas.

B - Foram os seguintes os resultados das análises granulométricas, em média arimética para as quatro amostras:

Fração entre peneiras		% retida
28 - 35	-	6,5
35 - 50	-	6,8
50 - 70	-	20,6
70 - 100	-	9,8
100 - 150	-	11,3
150 - 200	-	10,1
-200	-	34,9

C - Os resultados globais de contagem e respectivo cálculo de liberação foram os da tabela IV-1, seguinte:

TABELA IV-1

LIBERAÇÃO POR MOAGEM

	FRAÇÕES			
	28-35	35-50	50-70	70-100
1- Contagem Global				
Apatita livre	68	108	214	295
Predominant.apatita	9	10	9	7
Predominant.ganga	2	11	4	13
Ganga livre	213	452	690	852
T O T A L	292	581	917	1.167
2-Porcentagem na fração				
Apatita livre	23,3	18,5	23,3	25,2
Predom.apat. Apatita	2,3	1,3	0,7	0,4
Ganga	0,8	0,4	0,3	0,2
Predom.ganga Apatita	0,2	0,5	0,1	0,3
Ganga	0,5	1,4	0,3	0,8
Ganga-livre	72,9	77,9	75,3	73,1
TOTAL Apatita	25,8	20,3	24,1	25,9
TOTAL Ganga	74,2	79,7	75,9	74,1
LIBERAÇÃO Apatita	90,1	91,0	96,6	97,3
LIBERAÇÃO Ganga	97,9	98,0	99,6	98,6

Diante dos resultados apontados, a norma calculada para as quatro frações observadas seria a seguinte:

28 - 35	-	0,065 x 25,8	=	1,68
35 - 50	-	0,068 x 20,3	=	1,38
50 - 70	-	0,206 x 24,1	=	4,96
70 - 100	-	0,098 x 25,9	=	2,54
Total	-	0,437	-	10,56

Apatita = 10,56/0,437 = 24,2%

A discrepância entre êsse valor e o da média das análises químicas é, provàvelmente, devida às hipoteses simplificadoras adotadas.

4.15 - DISCUSSÃO

A - REPRESENTABILIDADE

Devido ao estágio inicial da pesquisa sistemática, quando da realização do estudo acima, as amostras utilizadas estão longe de representar a jazida quanto à composição mineralógica. Entretanto as observações petrográficas de MELCHER indicam certa constância textural, que permitiria generalizar os dados acima obtidos, como aliás se con-

firmou posteriormente pelos resultados dos ensaios de concentração.

B - SEGURANÇA

Tanto o número relativamente reduzido de observações como o carater rudimentar da aparelhagem e das estimativas de observação concorreriam para reduzir a segurança dos resultados apresentados, exigindo métodos mais elaborados de trabalho, se não houvessem sido confirmados pelos resultados dos ensaios posteriores.

C - APRECIAÇÃO DOS RESULTADOS

Mesmo tendo em conta as limitações já mencionadas, adquiriu-se a convicção de que, com moagem necessária à concentração por flutuação, ter-se-ia liberação pràticamente completa de ganga e muito alta da apatita. Assim, admitindo-se um circuito de moagem fechado por classificador, separando na malha 50, e um produto típico para calcário teriamos a seguinte liberação, admitindo-se 100% para as frações passantes na peneira nº 100:

TABELA IV-2

LIBERAÇÃO PREVISTA

FRAÇÃO ENTRE PENEIRAS	% retida	LIBERAÇÃO NAS FRAÇÕES	
		APATITA	GANGA
+ 50	5	91,0	98,0
-50 + 70	15	96,6	99,6
-70 + 100	12	97,3	98,6
-100	68	100	100
TOTAL	100	98,7	99,7

4.2 - COLETA DA APATITA E DA CALCITA

4.20 - OBJETIVO

Êste estudo foi concebido para verificar, com minerais razoavelmente puros procedentes de Cajati, o campo de ação dos diversos coletôres de forma a fornecer dados iniciais para ensaios sistemáticos. Tanto por premência de tempo, como de escassez de material, ficou restrito à ação de oleato de sódio.

4.21 - CARACTERIZAÇÃO E PREPARO DAS AMOSTRAS

A - APATITA

O material utilizado, totalizando cerca de 3,5 kg, foi cedido pelo Engº Pierre Gesweiller e resultou de paciente escolha, durante largo tempo, de cristais graúdos, razoàvelmente isentos de agregações estranhas, de apatita procedente das porções enriquecidas do minério residual. Todo o material foi lavado várias vezes com soluções alternadas de ácido clorídrico 1%, água destilada e soda cáustica 1%, mantido finalmente sob água distilada. Porções de cêrca de 200 g foram trituradas, sob água distilada, em almofariz novo e perfeitamente limpo, até passagem na peneira nº 100, tomando-se a fração retida na peneira 200. Após decantação e secagem em estufa, enquartou-se sucessivamente até redução a aliquotas de cêrca de 20 g cada, guardadas em vidros fechados, que constituiram as amostras para ensaio. Ao serem tomadas cada amostra era preliminarmente relavada, no próprio funil separador em que se ia ensaiar, com solução de ácido clorídrico 1%, água destilada, hidróxido de sódio 1% e água distilada, não se deixando entrar mais em contacto com o ar.

B - CALCITA

O material utilizado, num total de quase 5 kilos, foi constituído por cristais bem desenvolvidos de calcita secundária, encontrada especialmente em geodos nas porções semi-alteradas do carbonatito de Jacupiranga. As amostras foram preparadas para ensaio da forma já descrita para a apatita, tendo-se tomado cuidado de tornar mínimo o tempo de contacto com a solução de lavagem ácida, para reduzir o ataque superficial.

4.22 - APARELHAGEM E REAGENTES

Além de equipamento comum de laboratório:

a) Balança com aproximação de 0,1 g
b) Frascos graduados, provetas e buretas
c) Bomba manual de ar, de borracha (Pera com bexiga-reservatório) ligado a tubo de capilar
d) Funil separador de 250 ml como recipiente para flutuação, com referência de nível para 150 ml.
e) Estufa
f) Papel indicador universal Merck

Os reagentes utilizados foram oleato de sódio puro (B.Herzog), diluido a solução 0,1% e soluções 0,1% de ácido clorídrico e hidróxido de sódio.

4.23 - MÉTODO DE ENSAIO

A amostra relavada e decantada, dentro do funil separador, recebia a adição desejada do coletor, calculada para um volume de líquido de 150 ml. Completava-se o volume, com água destilada, até a referência. Acertava-se o valor de pH desejado, verificando-se o mesmo por meio de imersão de papel indicador. Introduzia-se pela boca do funil, o tubo capilar, de comprimento suficiente para atingir o fundo, junto à passagem para a torneira. Bombeando-se com a mão esquerda, agitava-se o funil com a direita, procurando-se manter os solidos em suspensão e dispersar o ar introduzido. Após pelo menos 5 minutos de duração, retirava-se o tubo, decantando-se para um bequer os sólidos não flutuados e a maior parte do líquido através da torneira de haste e lavando-se para outro bequer, o coletado na espuma. Após desaguamento cuidadoso e secagem em estufa, pesava-se o material flutuado e o deprimido.

4.24 - RESULTADOS OBTIDOS

A - APATITA

Os resultados obtidos para flutuação da apatita pura, com diferentes adições de oleato de sódio-referidas a um volume ideal de líquido de 150 ml.- e com diferentes valores de pH constam da TABELA IV-3

B - CALCITA

Os resultados obtidos para flutuação da calcita pura, com diferentes adições de oleato de sódio - também referidas a volume de líquido de 150 ml - contam da TABELA IV-4.

4.25 - DISCUSSÃO

A - REPRESENTABILIDADE

Tudo indica que a amostra de apatita utilizada representa a espécie ou as espécies mineralógicas encontradas na rocha primária embora a possibilidade exista de que os cristais grandes escolhidos correspondam principalmente a variedades que podem não ser comuns. Na forma de preparação procurou-se manter a representabilidade do lote utilizado, sem garantia entretanto, pela retirada de porções sucessivas para trituração e separação de amostras para ensaio. Evidentemente as amostras de calcita utilizadas, de origem secundária, dificilmente representarão, mesmo em composição, a calcita existente no carbonatito.

B - SEGURANÇA

Os resultados apresentados podem ser considerados meramente indi

FIG. IV-1

ISONOMAS DE RECUPERAÇÃO DE APATITA PURA

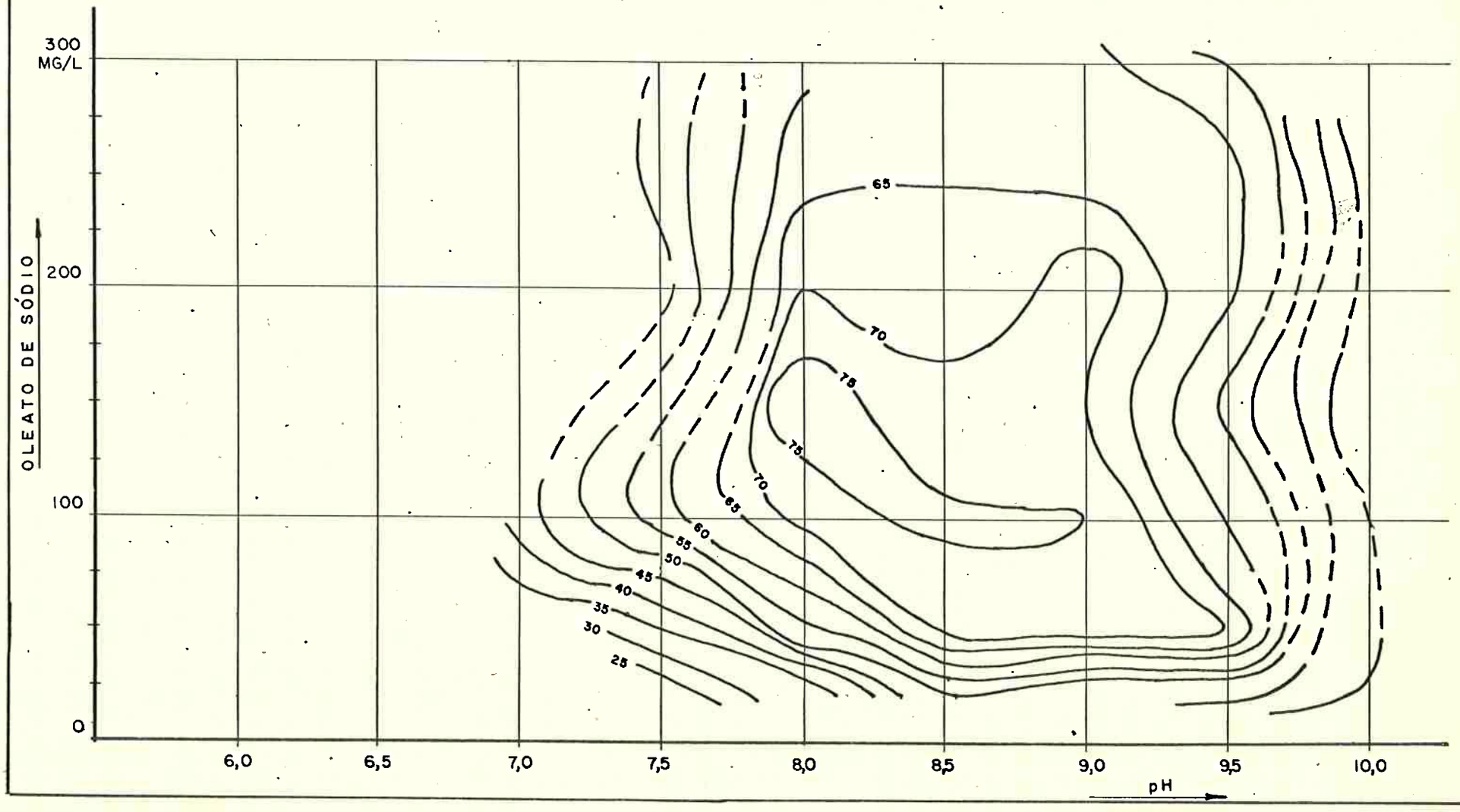
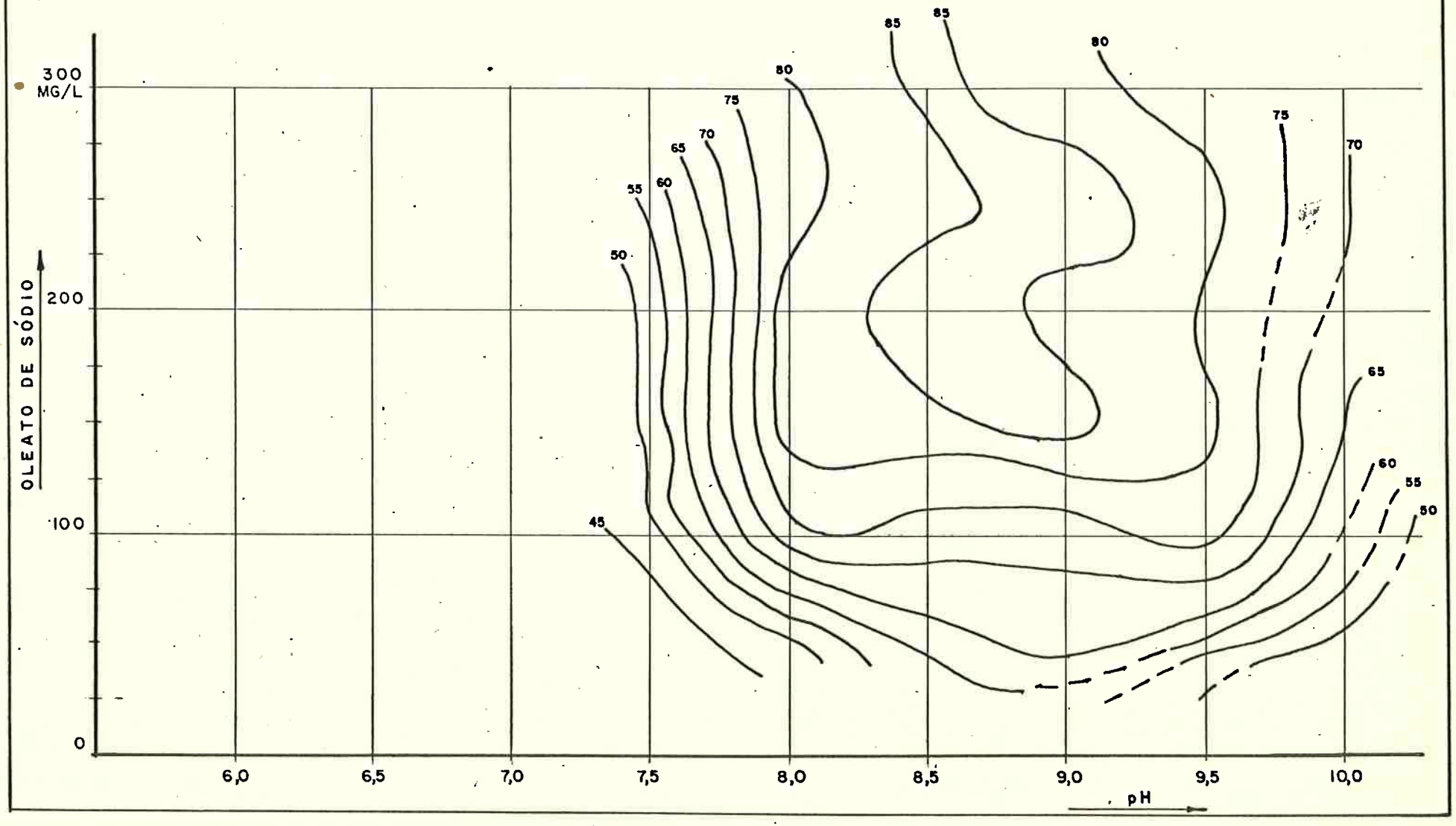


FIG. IV-2

ISONOMAS DE RECUPERAÇÃO DE CALCITA PURA



cativos do comportamento, mesmo de minerais puros, nas condições escolhidas, especialmente pelas seguintes razões:

1- Possibilidade, especialmente para a calcita, de ataque superficial nas lavagens ácidas.

2- Possibilidade de contaminação superficial no manuseio em geral, especialmente quando da trituração, peneiramento e transferência de vasilhas.

3- Precaridade do método de aeração e agitação.

C - REPRODUTIBILIDADE

Não foi verificada sistemàticamente pelo carater indicativo atribuído a êsse conjunto de ensaios. Em três repetições para apatita e cinco para a calcita, os resultados foram em geral mediocres, com afastamentos entre 3 e 18% do valor médio.

D - APRECIAÇÃO DOS RESULTADOS

Como se pode ver nas curvas de iso-recuperação da apatita, na Fig. IV-1 e da calcita, na Fig. IV-2, intensifica-se a coleta por oleado de sódio, de ambos os minerais, na faixa de pH de 8 a 9,5. A apatita flutua bem com adições relativamente mais baixas de coletor que a calcita, diminuindo a recuperação com adições exagerada desse reagente, ao passo que êsse efeito não ficou claro para a calcita, ao menos no campo de valores examinado. Ressalta do exame a dificuldade - ou,- se os dados experimentais forem inteiramente corretos, a impossibilidade, de flutuação seletiva entre êsses minerais, só por modulação do uso dêsse reagente.

4.3 - DEPRESSÃO DA APATITA E DA CALCITA

4.30 - OBJETIVO

Verificar, na faixa de coleta multipla atraz mencionada, o efeito, sôbre cada um dos minerais considerados, de reagentes depressores usualmente recomendados, como silicato de sódio, extrato de quebracho, e hexametafosfato de sódio bem como, amido em presença ou não de - sais ferrosos e de agentes quelantes como ácido tartárico.

Sistemàticamente, entretanto, foram estudados apenas o silicato - de sódio, quebracho e amido , assim mesmo sem cobrir o campo disponível, especialmente por premência de tempo.

4.31 - CARACTERIZAÇÃO E PREPARO DAS AMOSTRAS

Em tudo semelhante, como continuação que foi, do referido no item 4.21.

4.32 - APARELHAGEM E REAGENTES

Além do que foi descrito no item 4.22, utilizaram-se reagentes depressores: silicato de sódio puro (B.Herzog) em solução a 0,1%,considerado o xarope original como 50%; extrato de quebracho (Quimbrasil) em solução 0,1% e amido (Amido soluvel para iodometria-REAGEN) em dispersão 0,1%.

4.33 - MÉTODO DE ENSAIO

Era tudo semelhante ao descrito em 4.23, acrescentanto-se a adição previa de depressor também em quantidade calculada para 150 ml teóricos de água, adição essa seguida de 25 ml de água distilada e de agitação por 5 minutos, antes da introdução do coletor e expansão ao volume final.

4.34 - RESULTADOS OBTIDOS

A - Com silicato de Sódio

Obtiveram-se resultados extremamentes erraticos, aparentemente devidos ao carater muito instavel das espumas formadas. Nessas condições tanto para apatita como para calcita, abandonaram-se os ensaios sem completar qualquer série.

B - COM QUEBRACHO

Fizeram-se, para apatita e para calcita, séries de ensaios com adição de 25 a 150 mg/l dêsse reagente, cada série correspondendo a uma adição de coletor na faixa de ótimos anteriormente obtida para o mineral considerado. Os resultados para a apatita encontram-se na TABELA IV-5 e para a calcita na TABELA IV-6.

C - COM AMIDO

Da mesma forma já vista, foram feitas séries de ensaios com adições dêsse reagente entre 25 e 200 mg/l . Os resultados, para apatita, estão na TABELA IV-7 e, para calcita, na TABELA IV-8.

4.35 - DISCUSSÃO

A - REPRESENTABILIDADE E SEGURANÇA

Aplicam-se aos ensaios em tela as observações já feitas a 4.25.

B - REPRODUTIBILIDADE

Não experimentada

C - APRECIAÇÃO DOS RESULTADOS

1 - QUEBRACHO

Como se pode ver nas curvas da Fig. IV-3 ha, de modo geral, apa

TABELAS IV-5 e IV - 6

FLUTUAÇÃO DE MINERAIS PUROS COM QUEBRACHO E OLEATO.

Nº	Que - bracho mg/l	Oleato mg/l	APATITA PURA				CALCITA PURA			
			Flut. g	Depr. g	Total g	Recup. %	Flut. g	Depr. g	Total g	Recup. %
1	25	50	11,0	8,5	19,5	56	7,5	16,4	23,9	31
2	50		5,9	16,2	22,1	27	2,3	20,4	22,7	10
3	75		1,5	19,5	21,0	7	1,2	22,3	23,5	5
4	100		0	19,1	19,1	0	0,8	20,3	21,1	3
5	125		0,4	18,4	18,8	1	0,8	22,0	22,8	3
6	150		0	19,9	19,9	0	0,8	19,3	20,1	4
7	25	100	13,6	7,0	20,6	66	9,1	10,6	19,7	46
8	50		7,3	13,2	20,5	35	5,5	16,5	22,0	25
9	75		1,8	20,6	21,3	8	1,6	22,4	24,0	6
10	100		0,7	20,6	21,3	3	0,8	21,6	22,4	3
11	125		0	21,0	21,0	0	0,5	22,1	22,6	2
12	150		0	20,2	20,2	0	0	24,0	24,0	0
13	25	150	12,9	5,9	18,8	68	2,6	11,0	23,6	53
14	50		10,9	10,5	21,4	51	10,6	12,5	22,5	45
15	75		4,4	17,7	22,1	20	5,4	17,3	22,7	24
16	100		1,1	19,5	20,6	5	2,0	21,2	23,2	8
17	125		1,5	19,5	21,0	7	0,4	20,8	21,2	2
18	150		0	19,8	19,8	0	0	21,9	21,9	0

Flutuação de Minerais Puros com Amido e Oleato

Nº	Amido mg/l	Oleato mg/l	APATITA PURA Flut. g	Depr. g	Total g	Recup. %	CALCITA PURA Flut. g	Depr. g	Total g	Recup. %
1	25	50	14,4	8,7	23,1	62	10,6	12,0	22,4	46
2	50		11,8	8,0	19,8	59	6,8	15,2	22,0	31
3	75		12,8	8,5	21,3	60	6,4	16,8	23,2	27
4	100		12,0	10,8	22,8	53	2,8	19,1	21,9	13
5	150		3,2	19,2	22,4	14	0	19,6	19,6	0
6	200		0	20,7	20,7	0	0	20,9	20,9	0
7	25	100	16,1	7,2	23,3	69	11,6	11,2	22,8	51
8	50		14,0	6,8	20,8	67	10,8	13,2	24,0	45
9	75		13,2	8,1	21,3	62	6,8	13,6	20,4	33
10	100		10,8	11,2	22,0	49	3,6	17,2	20,8	17
11	150		5,6	17,2	22,8	23	0	22,2	22,2	0
12	200		0	23,3	23,3	0	-	-	-	-
13	25	150	15,6	6,0	21,6	72	15,6	4,8	20,4	76
14	50		15,2	7,6	22,8	66	12,4	10,7	23,1	53
15	75		14,8	8,4	23,2	63	10,0	13,2	23,2	43
16	100		12,0	8,4	20,4	59	6,9	17,1	24,0	29
17	150		6,0	13,9	19,9	30	2,4	20,1	22,5	10
18	200		0	18,7	18,7	0	1,2	21,2	22,4	5
19	25	200					19,7	3,2	22,9	86
20	50						19,3	4,8	24,1	80
21	75						12,8	10,4	23,2	55
22	100						7,2	16,0	23,2	31
23	150						4,0	16,8	20,8	19
24	200						0,8	20,5	21,3	4

FIG. IV-3

COLETA E DEPRESSÃO COM QUEBRACHO

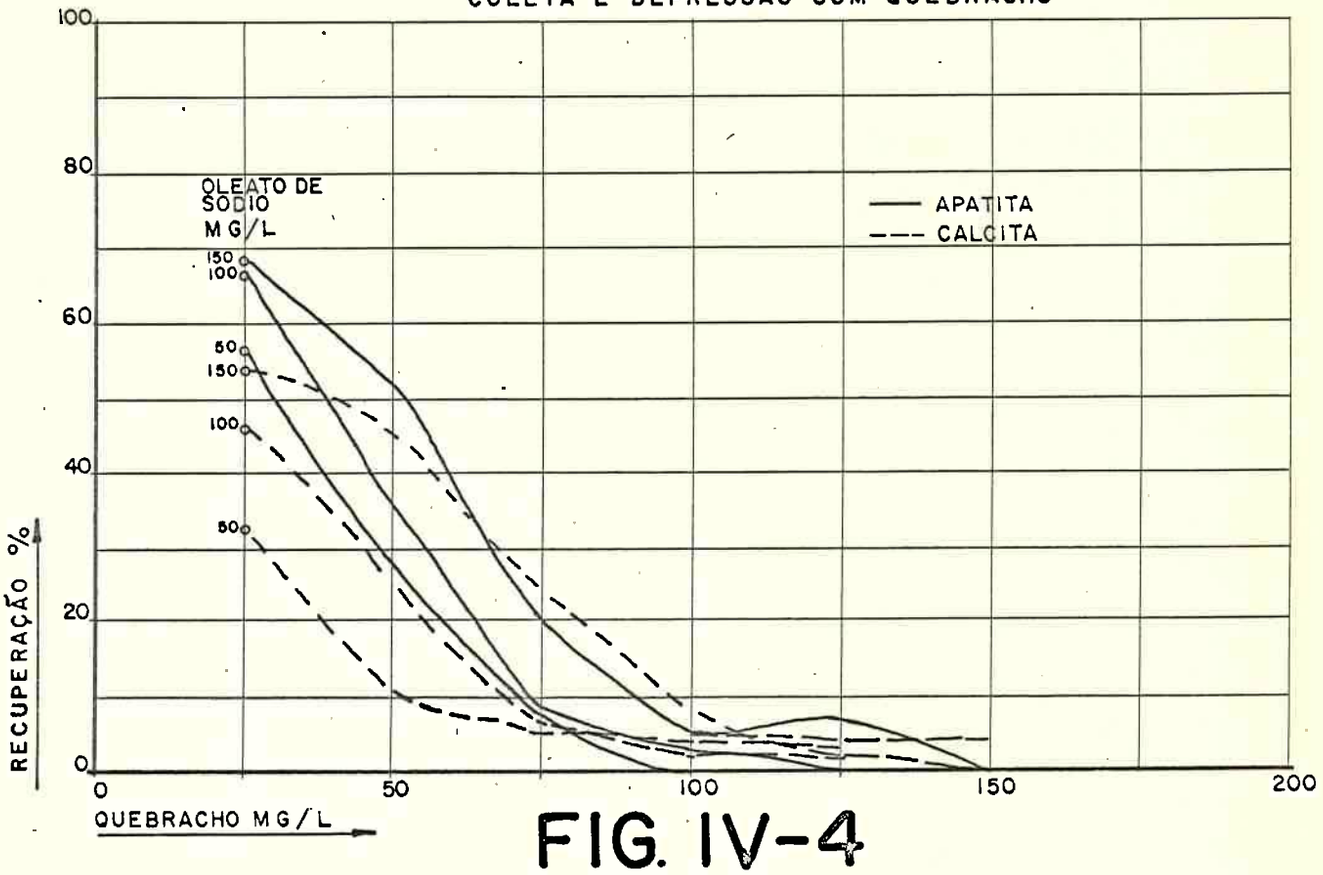
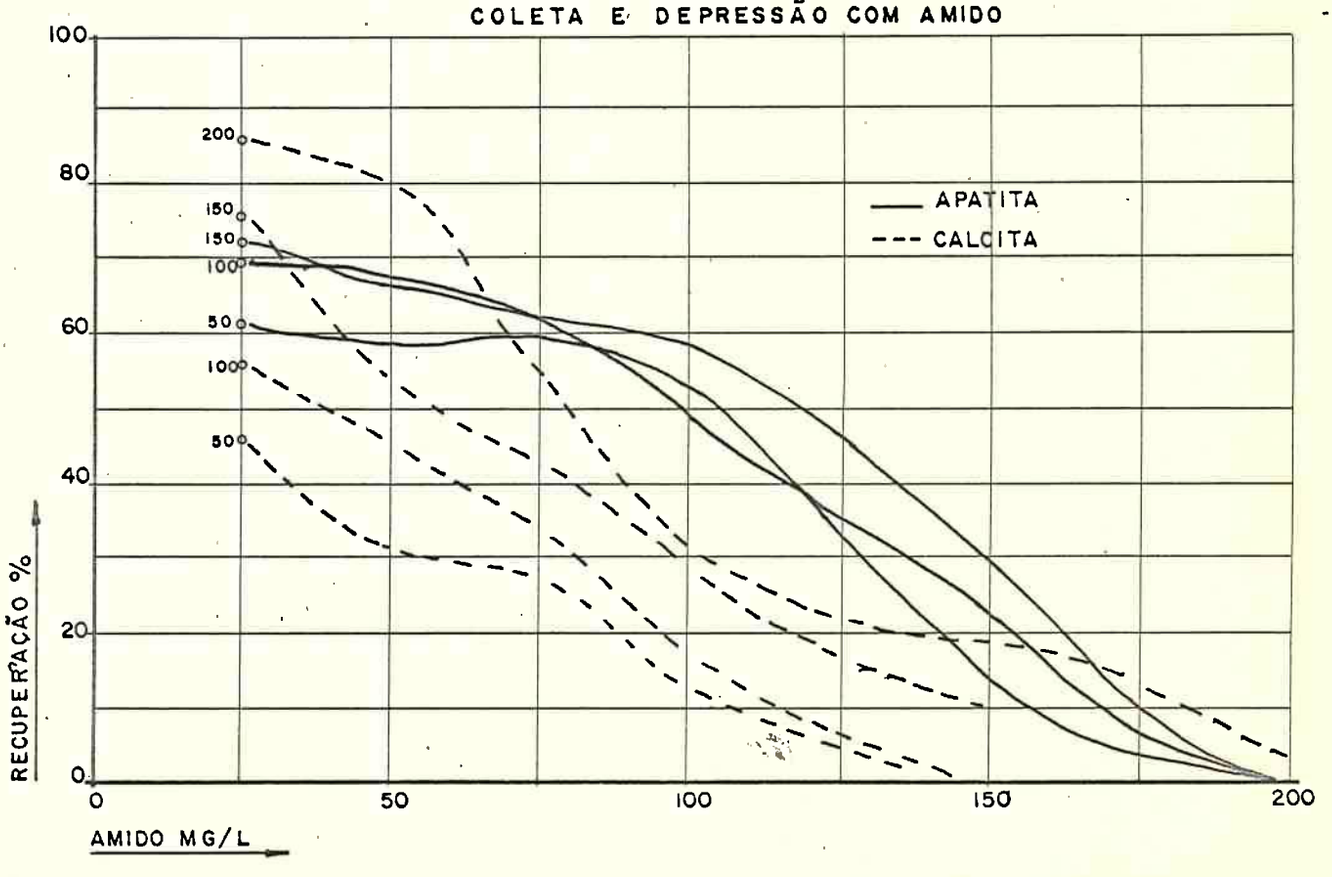


FIG. IV-4

COLETA E DEPRESSÃO COM AMIDO



rentemente depressão simultanea de apatita e calcita, excepto na faixa entre 0 e 50 mg/ l , em que a de calcita é ligeiramente mais acentuada.

Note-se o acentuado efeito depressor nas adições entre 50 e 75 mg/l .

2 - AMIDO

Observe-se, nas curvas da Fig. IV-4 a depressão gradual da apatita para adições entre 0 e 11 mg/l e a mais acentuada da calcita nessa zona, deixando entrever uma faixa, entre 75 e 125 mg/l de possível separação por depressão seletiva dêste último mineral.

CAP. 5 - ENSAIOS NÃO-CONTINUOS DE FLUTUAÇÃO DO CARBONATITO

Nesta parte do trabalho, foram realizados 252 ensaios não contínuos ("batch") de flutuação em laboratório, usando amostras de carbonatito, com o fito de se definir, pelo isolamento de variáveis, a possibilidade de existência da faixas de adequada seletividade entre apatita e os demais minerais dessa rocha. Os principais grupos de variáveis estudadas foram:

a) Ação isolada de depressores - Analisada através de séries experimentais para cada depressor, mantendo-se as demais condições de ensaio pràticamente constantes. Para o extrato a quebracho e o amido adotaram-se os intervalos e valores de adição indicados nos estudos preliminares; para as demais variáveis tomaram-se valores nas faixas de ótimo daqueles estudos. Experimentou-se também a possível ação depressora do "argol", subproduto de indústria de vinho, constituido principalmente de tartaratos alcalinos co-precipitados com ácidos húmicos e seus sais. Por analogia, para êsse reagente não incluido nos estudos preliminares, adotaram-se faixas de operação próximas às já citadas.

Descrição pormenorizada adiante, neste capítulo.

Foram ainda experimentados silicatos alcalinos - tanto o neutro como meta-silicato de sódio, hexametafosfato de sódio ("Calgon") e goma guar ("Guartec"): como verificado para o silicato neutro nas experiências preliminares com minerais puros, essas substâncias tem efeito depressor sôbre ambos os minerais, que é, porém, não os erràticamente - seletivo.

b) Ação combinada de depressores - Foram ensaiados séries com adição simultânea de dois ou mais depressores. Dados a respeito deixam de ser apresentados pelo seu pequeno interesse, uma vêz que, na melhor - das hipoteses, o efeito observado é pior, quanto a teor ou recuperação, que dão adições isoladas correspondentes, sendo ainda frequente carater extremamente errático na seriação de resultados.

c) Estudo do campo amido-oleato de sódio - Demonstrado, nas séries já mencionadas, os superiores resultados conseguidos com amido como depressor específico dos minerais carbonatados, foi feito estudo mais - completo do campo de variação simultânea desse reagente e do coletor, mantendo-se as demais condições de operação contantes, próximas dos melhores valores até então indicados. Descrição pormenorizada e resultados dessa fase da investigação serão encontradas adiante, nêste capítulo.

d) Estudo de outras variáveis - Estudo da influência do pH, natureza do radical ácido-graxo utilizado como coletor e do método de sua adição foi feito através de seus experimentais, utilizando ainda como

depressor de ganga e adotando-se quantidades de adição dêsse reagente e de coletor indicadas como ótimos no estudo do campo depressor-coletor.

5.1 - ESTUDO DE DEPRESSORES ISOLADOS

5.10 - OBJETIVO

Como foi visto, observar a viabilidade de depressão seletiva dos minerais acompanhantes da apatita no carbonatito, especialmente da calcita e dolomita.

5.11 - CARACTERIZAÇÃO E PREPARO DE AMOSTRAS

As amostras utilizadas nesta fase da investigação provieram de um lote de 146 kg de carbonatito rico em apatita desmontado em uma frente experimental escolhida por apresentar, além de alto teor, rocha inteiramente fresca e natureza e textura basicamente idênticas à média da jazida. O teor relativamente elevado foi julgado conveniente para as séries experimentais programadas, tornando mais simples avaliar eventuais diferenças de seletividade da flutuação embora mande a verdade confessar que, na ocasião, com a pesquisa de jazida ainda em início, esperava-se para esta um teor médio entre 6 e 8% P_2O_5, bem acima do valor final de 5% P_2O_5 finalmente estabelecido.

O produto da mina foi recebido britado primária e secundàriamente em britadores de mandibulas, sendo de granulometria totalmente inferior a 6,5 mm (1/4"). Por divisão sucessora de montes cônicos, separou-se o lote em 16 frações idênticas, 15 das quais foram reservadas para os ensaios de flutuação. Da última, por passagens em separadores de amostras tipo Jones, intercaladas com nevagem em moinho de discos tipo moinho de café, separaram-se duas amostras de cêrca de 120 g cada, enviadas a analise química. Esta, executada no laboratório de análise de Quimbrasil-Química Industrial Brasileira S.A., sob a responsabilidade do Sr. Silvério Macchia, apresentou os seguintes resultados:

Elementos	1	2	média
P_2O_5 %	11,5	11,8	11,65
Fe_2O_3%	5,2	5,2	5,20
CaO %	51,2	51,7	51,45
Mg O %	0,8	0,7	0,75
Insol. %	1,1	0,9	1,00
P.fogo %	29,5	28,9	29,20

Cada fração acima referida, à medida das necessidades, fornecia amostras para ensaio de flutuação preparadas da seguinte forma: a fra

ção era dividida em duas, por passagem em separador Jones de 25 mm de abertura entre laminas; cada porção era moida em moinho de discos,com abertura regulada para passagem quasi total do material moido na peneira nº 50; o produto ia sendo submetido a peneiração nessa malha , devolvendo-se o retido ao moinho; a rocha moida era em seguida dividida em 4 amostras para ensaio, por 3 passagens em separador Jones de 5mm de abertura; cada amostra para ensaio era deslamada em bequer de acôrdo com o método adiante descrito. A amostra individual de minério deslamado estava assim pronta para o ensaio de flutuação, em geral iniciado pela operação de condicionamento no próprio bequer de deslamagem.

5.12 - APARELHAGEM E REAGENTES

Além da aparelhagem comum de laboratório como vidros variados , buretas e provetas, balanças, estufas, etc. deve-se mencionar:

a) Aparelhagem para deslamação - simplesmente constituída por dois - bequers de 2.000 ml, um dos quais com referência de nível em cêrca de 100 ml e com um sifão fixado com entrada exatamente 5 cm abaixo da referência, além de cronômetro.

b) Aparelhagem para condicionamento - Consistente em um dos dois bequers citados, no qual se introduzia agitador elétrico portátil de hélice.

c) Aparelhagem para flutuação: Célula de flutuação de desenho especial, fornecido pelo Engº H.B. Hamman, consistente de vasilha de secção horizontal quadrada e vertical retangulo-trapezoidal, de profundidade igual a 1,5 vezes o lado; mecânismo tipo sub-aeração, semelhante ao de marca Denver, porém com rotores e difusores simplificados. Nesta fase foi usada célula de construção metálica, de chapa de ferro, com 3650 cm^3 de capacidade efetiva, para camada de espuma de 3 cm. de altura. Movimento transmitido ao rotor por polias em degrau e correia V, permitindo velocidades de 1200, 1600 e 1800 rpm.

d) Aparelhagem para desguamento e secagem de produtos.- Consistente essencialmente de filtro de papel em funil de Buchener montado em kitasato, com vácuo produzido por trompa de água e de estufa com termo regulador para 110°C.

c) Reagentes - Foram utilizados oleatos de sódio puro (B.Herzog), amido soluvel (Reagn) extrato de quebracho e argol (Quimbrasil), todos - na forma de solução a 1% ou antes, com 10 mg/litro. Hidróxido de sódio e, quando necessário, ácido sulfurico P.A. em solução de título - variável, além de papel indicador Universal Merc'k foram utilizados

Biblioteca da Escola Politécnica

para controle de PH.

5.13 - MÉTODO DE ENSAIO

a) Deslamagem: Procedida colocando-se a amostra moida em bequer de 2000 ml., adicionando-se por 3 vêzes sucessivas 500 ml de água levemente alcalina, com pH8, agitando-se de cada vez a polpa até elevar todos os sólidos, repousando-se 5 seg e decantando-se o líquido com finos não sedimentados para o 2º bequer. Nêste fixa-se um sifão de vidro continuado externamente por tubo de latex fechado por pinça de mola, de forma que a entrada do sifão fique cerca de 5 cm abaixo da referência de 1000ml. Completa-se o volume a essa referência, agita-se até suspensão dos sólidos, deixa-se em repouso 60 segundos, sifonando-se em seguida os 5 cm superiores. Repete-se a operação até razoável clarificação do líquido sifonado (3 a 8 vezes) com o que se remove pràticamente todo o material de granulometria, inferior a 40 microns. Os finos restantes nêsse bequer, com a água respectiva são levados para o outro vaso, que contém a parte grossa pré-separada; essa polpa é deixada em repouso por alguns minutos para completa sedimentação, retirando-se a água limpa em excesso de 700 cm^3. Com êsse volume, a polpa restante na vasilha contem entre 60 e 70% de sólidos, estando em condições de passar ao condicionamento.

b) Condicionamento - Efetuado no próprio bequer já referido, a um alto teor de sólidos, adicionando-se à polpa deslamada ou os reagentes depressores pré-determinados, nas proporções desejadas; para medida das adições de solução utilizaram-se buretas. O contacto dos reagentes e minério é mantido durante dez minutos por meio de agitador elétrico portátil de laboratório de suporte apropriado, introduzido axialmente no bequer.

c) Flutuação. Imediatamente após o condicionamento haver terminado a polpa é transferida para a célula de flutuação de laboratório, com o mínimo de adição extra de água, esta em geral se fazendo com pisseta.

Coletor é adicionado no volume prédeterminado. Água com pH pré-corrigido ao valor desejado é adicionada até faltar cêrca de 50 a 100 ml para completar o volume pré-estabelecido, de 3650 cm^3 de polpa na célula; soluções de alcali ou de ácido, se necessário, são adicionadas até acerto final do pH ao valor desejado, verificado êste por imersão de tiras de papel indicador na polpa. Finalmente o volume é completado, o mecanismo da célula posto a funcionar com o registro de ar fechado, durante um minuto, e em seguida, aberta a admissão de ar, começando-se a contar o tempo de flutuação: neste grupo de ensaios êsse tempo foi limitado a 20 minutos, coletando-se, em separado, o flutuado dos

primeiro e segundo cinco minutos e dos dez minutos restantes, denominados sempre 1º, 2º e 3º concentrado; o escoamento da espuma sôbre o respectivo vertedor foi sempre auxiliado com espátula de aço inoxidável, procurando-se entretanto, não atingir com a espátula abaixo do nível dêsse vertedor. Terminado o tempo de flutuação o mecanismo era desligado e a polpa evacuada pela abertura do ladrão inferior, sendo recolhida e denominada rejeito de flutuação. Durante a flutuação, periòdicamente refazia-se o nível de polpa por adição de água com pH acertado ao valor desejado.

Os produtos de flutuação, em geral recolhidos em bandejas apropriadas de alumínio eram decantados, nestes, retirando-se o excesso de água limpa; o desaguamento era completado até onde possível, por filtragem a vacuo dos finos arrastados com o resto da água de decantação, os papéis de filtro com êsses finos devolvidos à bandeija com os grossos decantados; a bandeja era levada à secagem final. A massa dos produtos era apurada e registrada; os mesmos em seguida, eram enquartados retirando-se uma fração de pelo menos 10 g para análise química, de dosagem do P_2O_5 e Fe_2O_3, efetuada no laboratório de Química da Quimbrasil em Santo André, ou em alguns casos, submetida no próprio laboratório de ensaio a avaliação dêsse teor por ataque ácido e perda ao fogo em mufla elétrica a 1100°C. Os resultados dos ensaios foram computados a partir das massas e teores determiandos nos produtos de flutuação, reconstituindo-se a massa, conteúdo fosfático e teor da polpa deslamada (alimentação recalculada), determinando-se a distribuição de P_2O_5 entre os produtos em relação a esses valores reconstituidos.

5.14 - DADOS E RESULTADOS DOS ENSAIOS

a) Série experimental com amido

Foram realizados onze ensaios, numerados de F1 a F11, com adições de amido variando entre 0 e 500 g/t e entre 300 e 600 g/t para adições de coletor de 250 g/t e 350 g/t respectivamente. As proporções de reagentes foram calculadas em relação a massa média de minério bruto não deslamado, que a experiência demonstrou estar em torno de 1100 g, como resultante dos enquartamentos e separações descritos. O pH, ao se iniciar a flutuação foi ajustado para 8,5, por imersão de papel indicador. As massas deslamadas recalculadas variaram entre 741 e 854 g, correspondendo a diluição de 18,5 a 21% sólidos ao se iniciar a flutuação.

Os resultados obtidos constam da TABELA V-1 e estão gràficamente representados na Fig. V1.

TABELA V.1 SERIE EXPERIMENTAL COM AMIDO

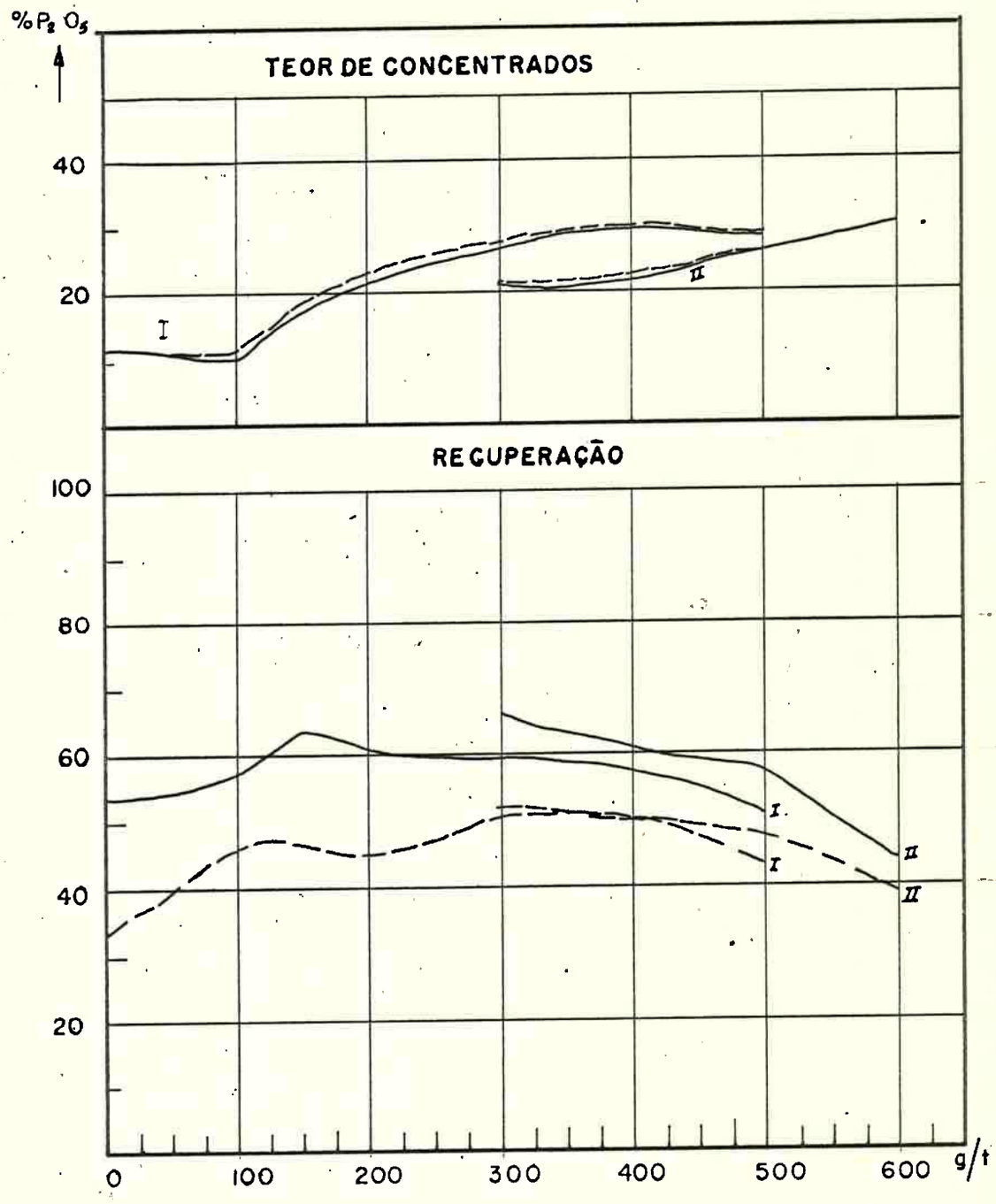
Amido g/t	Oleato de Sódio g/t	1º Concentrado			2º Concentrado			Misto			Rejeito			Alimentação Recalculada			Concentrado Combinado	
		Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	[illegible]
0	250	303	11,2	33,5	163	12,5	20,0	24	11,9	2,8	334	13,4	43,7	824	12,3	100	466	[illegible]
100	250	414	10,5	[illegible]2	83	13,5	11,8	35	13,6	5,0	365	13,8	[illegible]	797	12,[illegible]	100	497	[illegible]
150	250	285	18,0	46,0	143	13,6	17,1	59	11,7	5,9	357	10,0	31,0	844	13,6	100	428	[illegible]
200	250	227	22,4	44,3	96	17,8	16,4	58	12,0	6,0	473	8,3	33,3	854	13,4	100	323	[illegible]
300	250	213	27,0	51,8	38	21,3	7,4	57	15,6	8,0	514	7,1	32,8	822	13,5	100	251	[illegible]
400	250	164	29,7	49,8	30	24,9	7,8	81	14,6	12,1	466	6,4	30,3	741	13,2	100	194	[illegible]
500	250	133	28,5	43,0	34	25,1	7,8	117	15,0	16,4	507	7,0	32,8	821	13,1	100	197	[illegible]
300	350	243	21,4	50,8	78	19,7	15,1	69	14,7	10,0	408	8,0	34,1	798	12,6	100	321	[illegible]
400	350	228	22,3	50,0	60	18,9	10,9	48	14,8	7,0	487	6,7	32,1	827	12,4	100	288	[illegible]
500	350	280	23,5	47,2	45	23,3	9,8	17	19,3	3,0	555	7,8	40,0	917	13,2	100	345	[illegible]
600	350	142	29,6	36,6	19	29,6	5,2	0	-	-	628	8,9	56,2	789	13,9	100	161	[illegible]

[illegible]VAÇÃO: pH ~ 8,5. Sólidos entre 18,5 e 21%; Massa inicial pré-deslamagem: ~ 1.100g

Teor médio pré-deslamagem: 11,66% P_2O_5 Dosagem de reagentes referida à massa inicial

FIG.- V-I

SERÍE EXPERIMENTAL COM AMIDO



ADIÇÃO DE AMIDO

CURVAS

I-250 g/t DE OLEATO DE SÓDIO ——— CONC. COMB.

II-350 g/t " " " " — — 1º CONCENTRADO

TEOR INICIAL- 11,65 % P_2O_5; pH-8,5 ; SOLIDOS 18,5 a 21 %

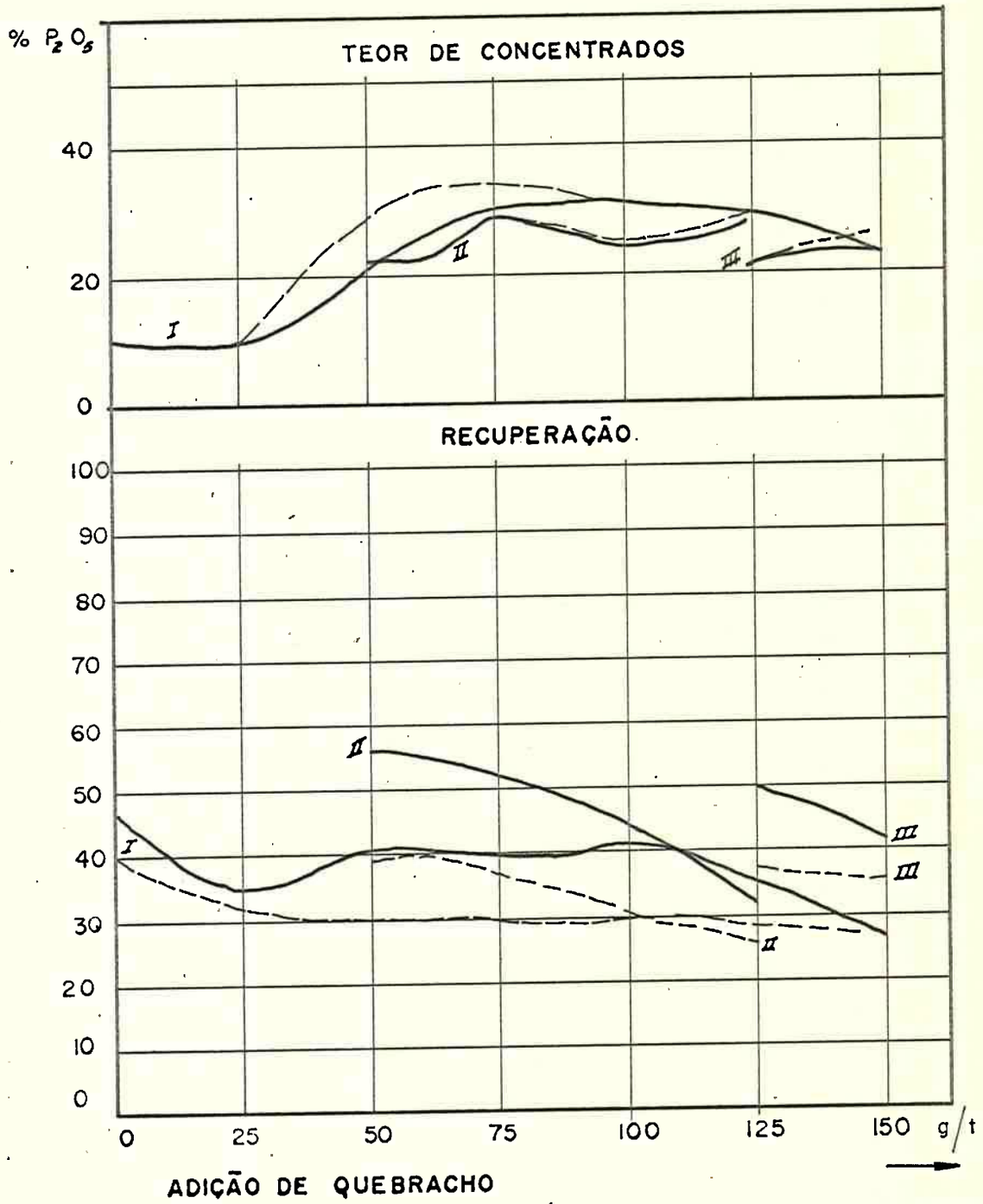
TABELA V - 2 - SÉRIE EXPERIMENTAL COM QUEBRACHO

io	Extrato de quebracho g/t	Oleato de Sódio g/t	1º Concentrado			2º Concentrado			3º Concentrado			Rejeito			Alimentação Deslam Recalculada.			Concentrado Combinado		
			Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	
	0	250	383	10,1	40,2	44	13,1	6,2	0	-	-	376	13,8	53,6	803	12,0	100	427	10,4	[illegible]
	25	250	330	9,3	31,8	28	10,8	3,1	0	-	-	477	13,1	65,1	835	11,6	100	358	9,4	[illegible]
	50	250	118	28,3	29,8	108	10,6	10,7	0	-	-	523	12,9	59,5	749	14,9	100	226	19,9	[illegible]
	75	250	91	33,5	29,0	18	29,1	4,9	29	17,8	5,0	600	10,7	61,1	738	14,2	100	138	29,8	[illegible]
	100	250	105	31,2	30,0	9	35,4	2,9	29	29,9	8,1	624	10,3	59,0	767	14,2	100	143	31,2	[illegible]
	125	250	89	29,7	27,6	23	27,6	6,6	6	17,6	1,0	611	10,2	64,8	729	13,2	100	118	28,7	[illegible]
	150	250	121	22,5	26,5	0	-	-	0	-	-	651	12,2	73,5	772	13,0	100	121	22,5	[illegible]
	75	350	117	28,5	36,2	20	27,8	6,0	31	26,1	8,8	681	6,6	49,0	849	11,9	100	168	28,0	[illegible]
	60	350	188	21,8	39,4	48	21,3	9,8	26	23,2	5,8	548	8,6	45,0	810	12,8	100	262	21,9	[illegible]
	50	350	175	21,0	33,8	39	18,9	17,1	0	-	-	534	8,1	44,1	798	12,3	100	264	21,1	[illegible]
	100	350	127	24,4	30,9	33	21,3	7,1	27	22,9	6,2	672	8,3	55,8	859	11,6	100	187	23,7	[illegible]
	75	350	128	28,5	37,8	17	23,7	4,1	41	24,0	10,2	653	7,1	47,9	839	11,5	100	186	27,2	[illegible]
	125	350	91	28,1	25,0	22	22,5	4,0	10	19,5	2,0	658	10,6	68,1	781	13,0	100	123	26,6	[illegible]
	125	450	165	20,7	36,7	46	20,4	10,2	8	27,8	2,4	591	7,9	50,7	810	11,4	100	229	20,6	[illegible]
	150	450	130	25,1	34,4	36	18,8	7,1	0	-	-	650	8,5	58,5	816	11,6	100	166	23,7	[illegible]
	140	450	144	23,5	35,7	12	26,2	3,3	29	23,7	7,3	653	7,8	53,7	838	11,3	100	185	23,7	[illegible]

TUAÇÃO: pH~8,5 ; sólidos entre 18,5 e 21%; massa inicial pré-deslamagem~1.100g;
teor médio pré-deslamagem: 11,65% P_2O_5 - Dosagem de reagentes referida à massa inicial

FIG. V-2

SÉRIE EXPERIMENTAL COM QUEBRACHO



ADIÇÃO DE QUEBRACHO

CURVAS-I: 1º-250 g/t. DE OLEATO DE SÓDIO

II: 2º-350 " " " " "

III: 3º-450 " " " " "

——— CONCENTR. COMB.

— — — 1º CONCENTRADO

TEOR INICIAL-11,65 % P_2O_5; pH-8,5; SÓLIDOS 18 a 21%

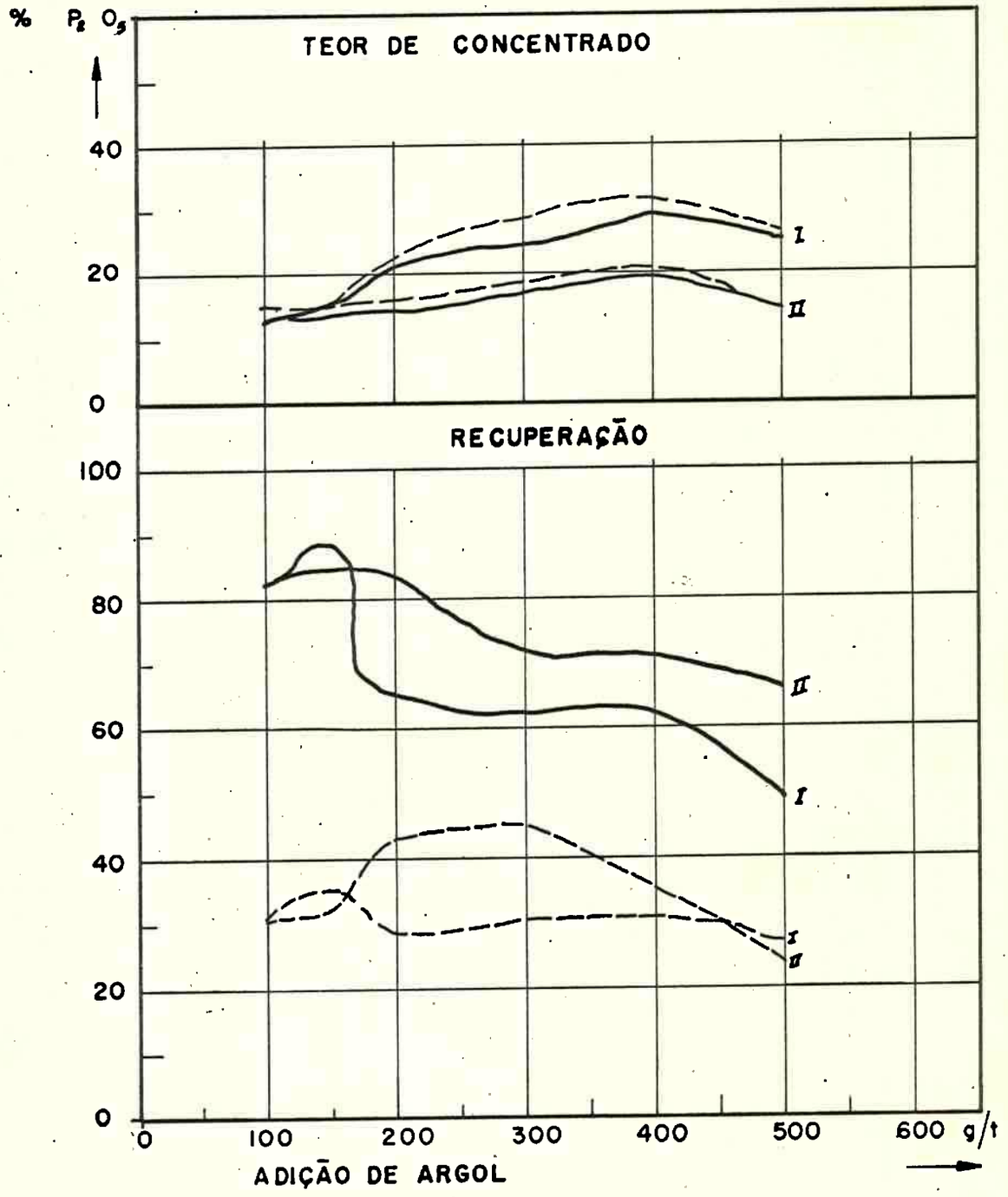
TABELA V - 3 - SÉRIE EXPERIMENTAL COM "ARGOL"

	Argol g/t	Oleato de Sódio g/t	1º Concentrado			2º Concentrado			3º Concentrado			Rejeito			Aliment. Deslam. recalculada.			Concentrado combinado	
			Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$	Distrib $\%P_2O_5$	Massa g	Teor $\%P_2O_5$
1	200	250	125	22,3	27,8	166	20,4	33,7	18	18,2	3,3	510	6,9	35,2	819	12,3	100	309	21,2
2	400	250	98	31,5	30,5	79	29,6	23,2	38	21,7	8,3	619	6,2	38,0	834	12,1	100	215	29,2
3	150	250	231	15,8	35,2	322	14,9	46,3	41	15,4	6,7	239	5,3	11,8	833	12,4	100	594	15,3
4	100	250	207	15,5	30,5	291	11,7	34,7	148	10,3	15,5	235	8,2	19,3	881	11,2	100	648	12,3
5	300	250	112	28,5	29,7	34	27,3	8,9	120	20,1	22,8	587	6,6	38,6	853	12,3	100	266	24,6
7	500	250	103	26,1	26,3	96	23,8	22,5	0	-	-	613	8,5	51,2	812	12,6	100	199	25,0
8	400	350	174	20,8	35,6	147	17,5	25,5	55	17,8	9,7	451	6,4	29,2	827	12,1	100	376	19,1
9	500	350	170	14,3	23,8	238	13,1	30,5	77	16,1	12,1	323	10,6	33,6	808	12,6	100	485	14,0
0	300	350	255	17,2	44,3	137	15,8	21,8	40	13,5	5,5	398	7,2	28,4	830	11,9	100	432	13,4
1	200	350	278	15,7	42,7	204	13,8	27,6	117	12,6	14,4	207	7,5	15,3	806	12,7	100	599	14,4
2	100	350	242	13,3	29,9	290	13,0	35,0	148	12,7	17,6	221	8,6	17,5	901	11,9	100	680	13,0
3	150	350	224	14,8	31,8	323	13,4	41,5	93	13,8	12,4	192	7,8	14,3	832	12,5	100	640	13,9

FLUTUAÇÃO: pH ~ 8,5 ; sólidos entre 20 e 22% ; massa inicial pré-deslamagem ~ 1.100g;
teor médio pré-deslamagem: 11,65% P_2O_5 - Dosagem de reagentes referida à massa inicial.

FIG.- V-3

SERÍE EXPERIMENTAL COM ARGOL



CURVAS
I-250g/t DE OLEATO DE SÓDIO —— CONC. COMBIN.
II-350g/t DE OLEATO DE SÓDIO ---- 1º CONCENTRADO

TEOR INICIAL-11,65% P_2O_5; pH-8,5 ; SÓLIDOS 20 a 22 %

b) Série experimental com quebracho

Foram realizados 16 ensaios numerados de F 13 a F 28, com adições de extrato de quebracho variando entre 0 e 150 g/t, entre 50 e 125 g/t e entre 125 e 150 g/t para adições respectivas de 250, 350 e 450 g/t de oleato de sódio, proporções estabelecidas em relação à amostra inicial de 1.100 g.

No início de flutuação ajustou-se o pH para 8,5 e a diluição correspondia a 18,5 a 21 % sólidos.

Os resultados obtidos constam da TABELA V-2 e estão gràficamente apresentados na FIG V-2.

c) Série experimental com argol

Foram realizados 14 ensaios numerados de F 30 a F43, dos quais 12 significativos, com adições entre 100 e 500 g/t de argol para adições de coletor de 250 e de 350 g/t, todas referidas à massa inicial básica de 1100 g.

No início da flutuação o pH foi de 8,5 e a diluição esteve entre 20 e 22% sólidos.

Os resultados dos ensaios encontram-se na TABELA V-3 e, gràficamente, na FIG. V-3.

5.15 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A - REPRESENTABILIDADE

As amostras ensaiadas certamente não representam, em matéria de teor, senão porções extremamente limitadas da jazida; porém no que concerne a natureza dos minerais componentes e suas relações texturais e de dimensões dos grãos naturais não deve se afastar da média.

As amostras moidas em moinho de discos dificilmente corresponderão, em composição granulométrica, a um produto natural de cominuição industrial. Êste fato certamente afeta fundamentalmente a quantidade e conteúdo em fosfatos da operação de deslamação, e, por isso, os dados a ela referentes deixaram de ser computados nesta tese; não deve influir, entretanto, na seletividade de flutuação.

B - SEGURANÇA E PRECISÃO

Os dados obtidos, na opinião do autor, são suficientemente seguros para o fim que se destinam, de avaliação comparativa da seletividade induzida pelos reagentes apresentados, embora deixando a desejar a precisão da maior parte das medidas feitas. Entre essas, as determinações de massa, com precisão de 1 a 2 g e de teor de anidrido fosfórico, com aproximação de 0,1% são as medidas mais seguras. Indubitàvelmente êrros maio

res que os dessas medidas foram induzidos pela perda de material no processamento dos produtos, especialmente na retirada de rejeitos das células e no desaguamento.

As determinações de pH, realizadas por papel indicador, embora de ótima qualidade, representam o dado experimental mais duvidoso - infelizmente, inevitável na ocasião, por falta de equipamento adequado. Nas determinações de massa e conteúdo fosfático de alimentação de flutuação e, consequentemente, da diluição inicial e da recuperação nos produtos, apresenta-se certamente a possibilidade de acumulação dos erros parciais- mas a menos que nos haja escapado a detecção de erros sistemáticos, é de se esperar uma certa compensação dos acidentais.

C - REPRODUTIVIDADE

Não verificada sistemàticamente a não ser em dois ensaios com quebracho, num dos quais foi boa (1,5% de afastamento da média para o - teor e 1% para a recuperação) e noutro má (5,5% e 7,5% respectivamente), embora, nêste último, não apresentado na tabela, houvesse suspeita de êrro na preparação de amostra para análise química.

D - APRECIAÇÃO DE RESULTADOS

Os resultados obtidos, como se pode ver nos gráficos das FIGURAS V-1, V-2 e V-3, indicam a superioridade do amido, em relação às outras - substâncias, como depressor seletivo para calcita, permitindo concentrado de desbaste e combinado de teores muito próximos entre sí e da ordem de 30% com recuperação de cêrca de 60%. Indicam ainda tolerância bastante ampla a adições deficientes ou excessivas em relação ao ótimo de cada série.

Com o extrato de quebracho concentrado de desbaste mais rico, porém o teor médio de concentrados não é superior ao obtido com amido e as recuperações globais são muito inferiores, comparativamente, indicando - forte depressão conjunta de apatita. Êste fato é causa, ao que tudo indica, da forte intolerância a adições insuficientes ou excessivas em relação ao ótimo.

O argol situa-se ao que parece, entre o amido e quebracho no que se refere ao teor de concentrado de desbaste, sendo inferior aos dois outros reagentes quanto ao concentrado global.

A recuperação global é comparável, no ótimo, a do amido. A intolerância à falta ou excesso é entretanto maior que a do amido e o carater de seletividade de depressão parece ser fàcilmente afetado por acrescimo de coletor.

5.2 - ESTUDO DA VARIAÇÃO SIMULTÂNEA AMIDO - OLEATO DE SÓDIO

5.20 - OBJETIVO

Estabelecida a superioridade do amido como depressor da ganga, especialmente da calcita e dolomita do carbonato, sem grande perturbação da flutuação da apatita, impunha-se estudar mais detalhadamente o campo de interação dêsses reagentes o que foi feito por meio de oito séries de experiências, cada série correspondendo a uma adição de depressor e, em cada, variando-se o coletor.

5.21 - CARACTERIZAÇÃO E PREPARO DA AMOSTRA.

As amostras usadas nesta parte do trabalho provieram da mistura de representativo de 3 galerias de pesquisa e 4 frentes experimentais, mistura essa calculada para resultar num teor por volta de 6% P_2O_5, valor básico então atribuindo ao teor médio da jazida.

Após a mistura, tomou -se um lote de 66 kg, que foi submetido a preparação de amostras segundo a mesma linha já descrita na parte anterior deste capítulo, excepto quanto à massa final de cada amostra para ensaio, aqui reduzido a cêrca de 450 g, tendo em vista a utilização de célula de flutuação de menor capacidade, como adiante se verá. Amostra representativa do lote foi analizada para determinação de teor de anidrido fosfórico e sesquióxido de ferro, com o seguinte resultado:

$$P_2O_5 - 5,8\% \; ; \quad Fe_2O_3 - 3,9\%$$

5.22 - APARELHAGEM E REAGENTES

Em relação à aparelhagem descrita na parte anterior dêste capítulo, nesta fase houve as seguintes modificações:

a) Deslamagem - Utilizou-se para esta operação um classificador hidráulico de contra-corrente (elutriador) construído com tubo de acrílico de 15 cm de diâmetro e 50 cm de altura, com admissão tangencial e regulável de água hidráulica na base e de minério a deslamar por funil axial, no topo. Para êste ensaio a velocidade de ascensão da corrente no tubo foi regulada para cêrca de 1 mm/seg, correspondendo a um diâmetro de corte de deslamação em tôrno de 40 microns.

b) Flutuação - Foi feita em célula de desenho e características semelhantes as já descritas, porém com vasilha construida com - chapa de acrílico, e de apenas 1800 cm^3 de capacidade para 3 cm de camada de espuma.

O restante do equipamento e os reagentes utilizados foram, pràticamente, os já descritos.

5.23 - MÉTODO DE ENSAIO

Excepto pelas alterações óbvias de quantidade e forma de manuseio obrigadas pela modificação de aparelhagem já citada, a única outra variação importante introduzida no método descrito no ítem 5.13 foi a de se recolher um concentrado global por ensaio, correspondente ao total de 20 minutos de flutuação.

5.24 - DADOS E RESULTADOS DOS ENSAIOS

Foram feitas oito séries de ensaios, correspondente a adições de amido entre 0 e 800 g/ton, com incrementos de 100 g/t entre séries, em cada série variou-se a adição de oleato de sódio de 0 a 350 ou a 400 g/t, por incrementos de 50 g/t, intercalando-se adições intermediárias quando não havia coleta para determinada adição. O pH de início de flutuação foi mantido em tôrno de 8,5, de acôrdo com papel indicador e o teor de sólidos deve ter ficado sempre em volta de 20%.

Os resultados dos ensaios constam da TABELA V-4. Êsses resultados estão ainda expressos gràficamente nas FIG.V-4 e FIG.V-5 como curvas de igual (isonomas) teor de concentrado e de igual recuperação, respectivamente.

5.25 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A - REPRESENTABILIDADE

Não há dúvida de que as amostras utilizados representavam a textura e associação mineralógica média da rocha; quanto ao teor inicial, estava suficientemente próximo do valor que a prospecção completa atribuida à média da jazida.

Devido, entretanto, ao processo de moagem, o material deslamado certamente não representava o que se deveria esperar de operação industrial.

B - SEGURANÇA, PRECISÃO E REPRODUTIBILIDADE

Podem-se repetir as observações feitas ao se analizar, sob os aspectos acima, os resultados apresentados no ítem anterior. A reprodutibilidade, nesta fase, não foi verificada.

C - APRECIAÇÃO DOS RESULTADOS

Verifica-se pela confrontação dos gráficos de isonomas que:

1- Há um valor liminar de adição de coletor, que cresce com o aumento de depressor, abaixo do qual não há coleta.

2- Há áreas fechadas de ótimos para a recuperação e áreas apenas abertas superiormente para o teor de concentrado.

3- As áreas de ótimos não se superpõem.

TABELA V-4

VARIAÇÃO DE AMIDO E OLEATO DE SODIO

Flutuação: pH 8,5; Sólido 18 a 22%; Tempo: 20 Minutos

Número	Amido g/t	Oleato de g/t	Concentrado Massa g	Concentrado Teor % P_2O_5	Rejeitos Massa g	Rejeitos Teor % P_2O_5	Recuperação % P_2O_5	Alim. Rec Massa g	Alim. Rec Teor % P_2O_5
FG 1-1	0	0	0	-	429	6,2	0	429	6,2
1-2		30	113	3,3	333	7,5	13,0	446	6,4
1-3		50	57	6,8	381	6,2	14,0	438	6,3
1-4		100	48	8,9	372	6,2	15,5	420	6,5
1-5		150	68	5,9	363	6,5	14,5	431	6,4
1-6		200	129	3,9	308	7,2	18,5	437	6,2
1-7		250	144	4,2	274	7,9	22,0	418	6,6
1-8		300	237	2,3	192	11,7	19,5	429	6,5
1-9		350	161	3,8	261	8,3	22,0	422	6,6
FG 2-1	100	50	0	-	418	6,6	0	418	6,6
2-2		60	28	9,2	396	6,4	9,5	424	6,42
2-3		100	36	11,0	383	6,0	15,8	419	6,45
2-4		150	42	12,7	366	5,8	19,9	408	6,55
2-5		200	123	6,8	305	6,2	30,7	428	6,37
2-6		250	162	6,4	270	6,3	37,8	432	6,35
2-7		300	240	4,0	163	10,4	36,1	403	6,60
2-8		350	329	3,1	90	19,2	37,3	419	6,52
FG 3-1	200	50	0	-	403	6,7	0	403	6,7
3-2		100	35	15,5	360	5,9	20,8	395	6,7
3-3		150	55	15,2	361	5,2	31,0	416	6,5
3-4		200	120	9,9	292	5,0	45,3	412	6,4
3-5		250	142	9,1	266	4,6	51,4	408	6,35
3-6		300	209	6,7	190	5,9	55,8	399	6,3
3-7		350	195	7,2	213	5,7	53,7	408	6,4
FG 4-1	300	100	36	17,2	391	5,5	23,2	427	6,3
4-2		150	61	18,6	357	4,8	39,6	418	6,8
4-3		200	83	16,5	322	4,0	51,3	405	6,6
4-4		250	134	10,9	268	4,3	56,3	402	6,5
4-5		300	203	7,6	202	5,4	58,8	405	6,5
4-6		350	278	5,9	130	8,1	58,6	408	6,8
FG 5-1	400	100	0	-	-	-	0	-	-
5-2		125	55	23,7	357	4,2	46,1	412	6,8
5-3		150	74	23,0	331	2,4	67,6	405	6,2
5-4		200	68	24,2	329	2,6	66,7	397	6,[illegible]
5-5		250	90	18,3	301	3,1	64,7	391	6,6
5-6		300	194	9,7	256	4,0	65,0	450	6,5
5-7		350	149	9,3	273	4,3	54,1	422	6,[illegible]
FG 6-1	500	125	50	24,6	355	3,6	49,2	405	6,1
6-2		150	58	26,4	368	2,4	63,8	426	5,7
6-3		200	66	27,8	370	2,3	68,6	436	6,1
6-4		250	73	26,0	355	2,2	70,9	428	6,3
6-5		300	90	20,4	388	2,8	66,0	428	6,5
6-6		350	109	14,3	297	3,2	62,1	406	6,2
6-7		400	145	8,1	291	5,1	44,4	436	6,1

(Continua)

T A B E L A V-4

VARIAÇÃO DE AMIDO E OLEATO DE SODIO

Flutuação: PpH 8,5; Sólido 18 a 22%; Tempo: 20 Minutos

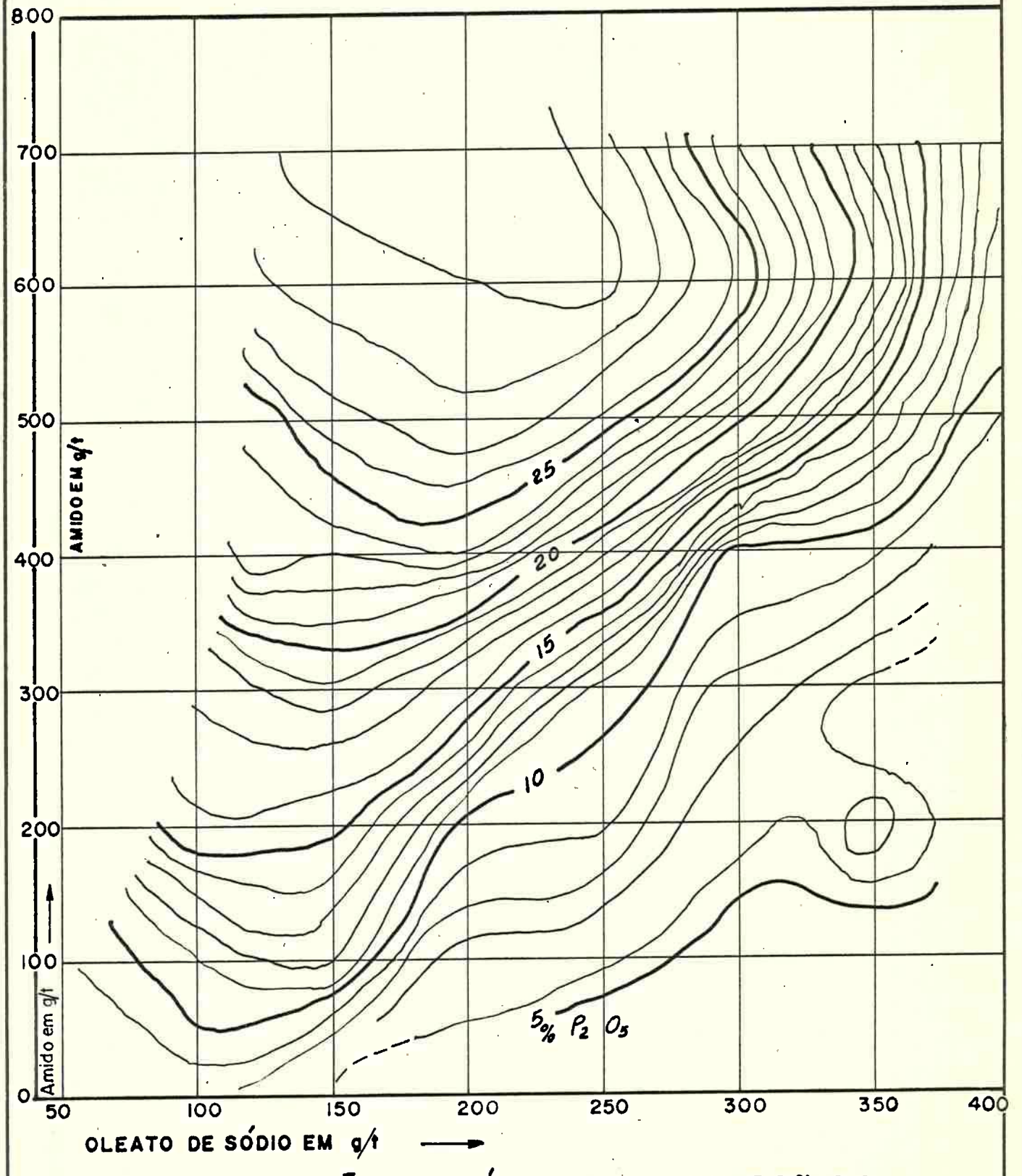
(Continuação)

Número	Amido g/t	Oleato de g/t	Concentrado Massa g	Concentrado Teor % P_2O_5	Rejeitos Massa g	Rejeitos Teor % P_2O_5	Recuperação % P_2O_5	Alim. Rec. Massa g	Alim. Rec. Teor % P_2O_5
FO 7-1	600	125	43	28,0	374	3,8	46,1	417	6,3
7-2		150	63	28,1	373	2,5	65,3	436	6,2
7-3		200	62	28,9	360	2,3	68,3	422	6,2
7-4		250	62	29,9	350	2,3	69,7	412	6,4
7-5		300	75	26,0	353	2,1	72,4	428	6,3
7-6		350	93	19,6	338	2,4	68,6	431	6,1
7-7		400	134	10,2	271	4,2	54,4	405	6,2
FO 8-1	700	150	60	29,2	355	2,4	67,3	415	6,3
8-2		200	61	29,8	363	2,0	70,8	424	6,0
8-3		250	59	28,8	346	2,5	66,2	405	6,3
8-4		350	71	17,7	347	4,2	46,4	418	6,5
8-5		400	87	11,6	328	4,9	38,8	415	6,3

FIG.-V-4

ISONOMAS DE TEOR DE CONCENTRADO

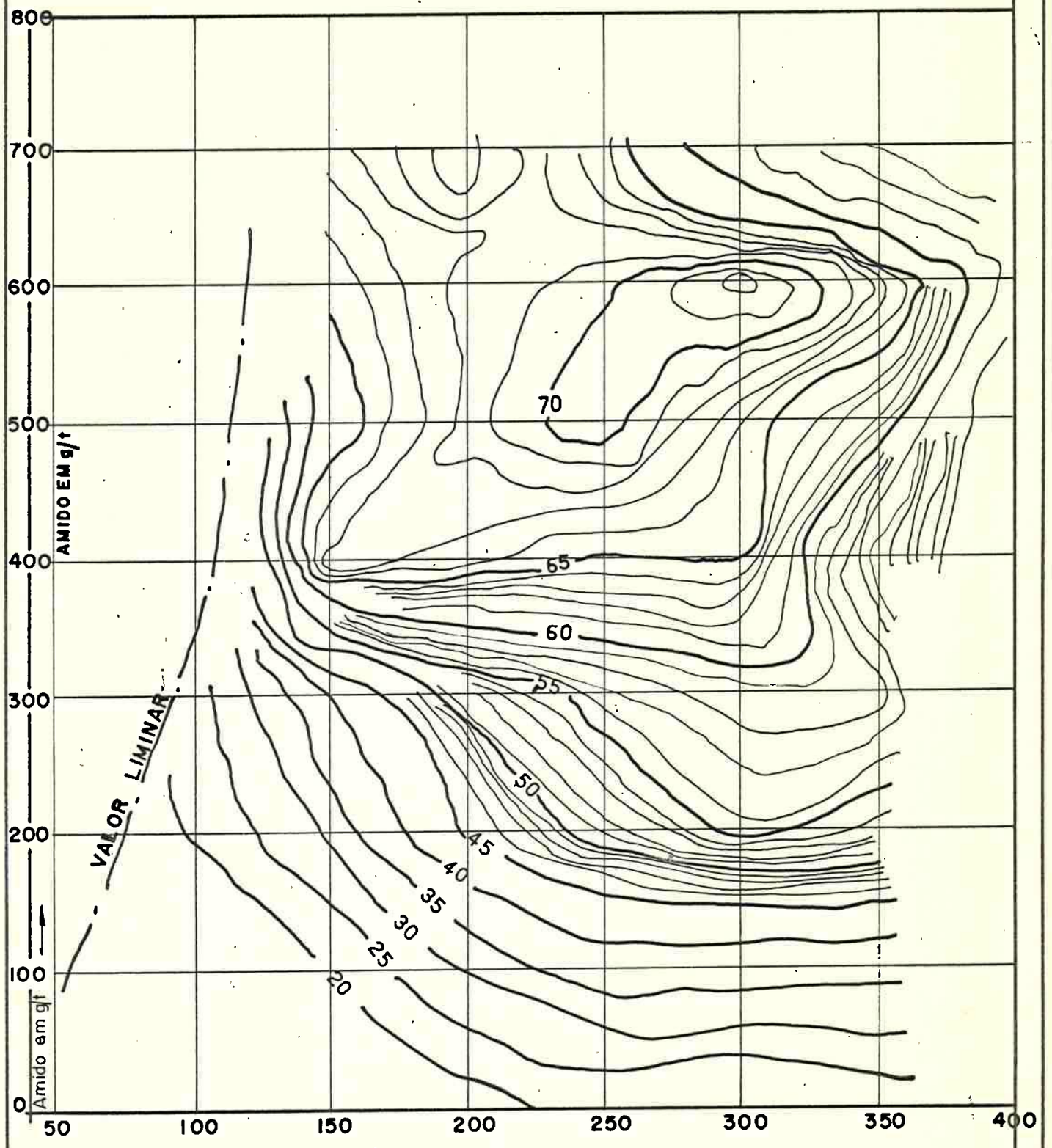
REAGENTES AMIDO E OLEATO DE SÓDIO



pH 8,5 DILUIÇÃO 20 % SÓLIDOS TEOR INICIAL 5,8 % P_2O_5

FIG. V-5

ISONOMAS DE RECUPERAÇÃO
REAGENTES: AMIDO E OLEATO DE SÓDIO



pH- 8,5 DILUIÇÃO ~ 20% SOLIDOS TEOR INICIAL 5,8% P_2O_5

4- A curva de melhor teor (29% P_2O_5) apenas tangencia uma das curvas superiores de recuperação Σ70%) no ponto correspondente a 600 g/t de amido e 260 g/t de oleato de sódio.

5.3 - ESTUDO DE OUTRAS VARIÁVEIS

5.30 - OBJETIVO

Demonstrada a existência de áreas de ótimos para os valôres de adição dos reagentes depressor e coletor, impunha-se verificar a influência das demais variáveis operacionais até aqui mantidas constantes. Examinamos, em seguida, a experimentação realizada para variação do pH de flutuação, da natureza do coletor (sabão versus ácido livre) e da forma de sua adição (única ou parcelada). Deixam de ser apresentados resultados das experiências com variação dos teores de sólidos no condicionamento e na flutuação pelo menor interesse e segurança dos dados obtidos.

5.31 - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA, APARELHAGEM E MÉTODO DE ENSAIO

Absolutamente análogas ao que já foi examinado, sob os mesmos títulos, no ítem 5.2 anterior.

5.32 - DADOS E RESULTADOS DOS ENSAIOS

A - VARIAÇÃO DO pH - Foi examinada em quatro séries de ensaios, correspondentes ao pH de flutuação 8, 9, 9,5 e 10; em cada grupo foram feitas adições de 500 e 600 g/t de amido e, para cada curva destas, variação de quantidade de oleato.

Os resultados obtidos com êsses ensaios, bem como resultados para pH 8,5 extraídos da tabela apresentada no ítem anterior, encontram-se na TABELA V-5.

B - SABÃO OU ÁCIDO LIVRE - As duas alternativas foram examinadas em duas séries de ensaios, todos efetuados a um pH de flutuação de 8,5, cada série com variação de depressor entre 200 e 600 g/t em incrementos de 100, uma delas correspondendo a adição de 250 g/t de oleato de sódio, e outra a adição igual de "tall oil" finlandez, distilado, índice 10 (D.I.O. 10), isto é, contendo pelo menos 90% de ácidos graxos insaturados livres. Os resultados respectivos são apresentados na TABELA V-6 e, gràficamente, na FIG. V-6.

C - ADIÇÃO GLOBAL OU PARCELADA DE COLETOR

Essas possibilidades foram examinadas em numerosas combinações, nem sempre com resultados comparativos muito claros. Na TABELA V-7 são apresentados resultados referentes a 3 dêsses ensaios que podem ser significativamente comparados com ensaios semelhantes de adição global já mencionados anteriormente.

5.33 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Quanto à representabilidade, precisão e reprodutibilidade, nada há a acrescentar ao que já foi visto nêste capítulo. Os resultados das tabelas e gráficos citados mostram:

a) Melhores pares de resultados teor de concentrado-recuperação ocorrem em pH 8,5 e 9. Valôres mais baixos tendem a dar concentrados mais puros e recuperações mais baixas; ao contrário a recuperação aumenta um pouco com polpas mais alcalinas, porém o teor de concentrados cai, então, ràpidamente.

b) "Tall-oil", nas faixas de ótimos testados, é indubitávelmente superior ao oleato de sódio, por produzir sempre concentrados mais ricos e com uma excessão, recuperações maiores. Dificilmente se pode dizer se isto se deve ao carater ácido livre ou à presença, no "tall oil", de ácidos mais insaturados como os linoleico, linolênico, etc.

c) Adições parceladas de coletor e separação dos respectivos concentrados indubitàvelmente aumentam a recuperação. Pouco clara, nas experiências feitas, a influência no teor de concentrado, porém se pode ver que não há redução acentuada dêste.

TABELA - VI

VARIAÇÃO DO VALOR DE pH

Flutuação: Sólidos - 18 a 22% Tempo: 20 minutos

Número	pH	Amido g/t	Oleato de Sódio g/t	Concentrado Massa g	Concentrado Teor % P_2O_5	Rejeitos Massa g	Rejeitos Teor % P_2O_5	Recuperação % P_2O_5	Alim. Rec. Massa g	Alim. Rec. Teor % P_2O_5
FG 6-2	8,5	500	150	58	26,4	368	2,4	63,8	426	[illegible]
6-3		500	200	66	27,8	370	2,3	68,6	436	[illegible]
6-4		500	250	73	26,0	355	2,2	70,9	428	[illegible]
7-3		600	200	62	28,9	360	2,3	68,3	422	[illegible]
7-4		600	250	62	29,9	350	2,3	69,7	412	[illegible]
7-5		600	300	75	26,0	353	2,1	72,4	428	[illegible]
7-6		600	350	93	19,6	338	2,4	68,6	431	[illegible]
FG 10-1	8,0	500	150	54	27,1	398	3,3	51,2	452	[illegible]
10-2			200	57	28,5	412	3,2	55,0	469	[illegible]
10-3			250	62	28,4	412	3,0	58,8	474	[illegible]
10-4		600	200	48	28,3	400	3,5	49,2	448	[illegible]
10-5			250	45	30,8	395	3,7	48,8	440	[illegible]
10-6			300	51	31,3	415	3,4	53,1	466	[illegible]
10-7			350	58	27,2	424	3,0	54,5	482	[illegible]
FG 11-1	9,0	500	150	69	26,7	366	2,4	67,7	435	[illegible]
11-2			200	76	26,8	372	2,1	72,1	448	[illegible]
11-3			250	94	23,3	357	2,1	72,9	451	[illegible]
12-4		600	200	66	29,4	368	2,2	70,8	434	[illegible]
11-5			250	70	30,4	405	2,0	72,8	475	[illegible]
11-6			300	85	24,6	375	2,0	73,5	460	[illegible]
11-7			350	164	12,5	298	2,4	74,0	462	[illegible]
FG 12-1	9,5	500	150	74	26,4	376	2,3	69,4	450	[illegible]
12-2			200	86	23,9	373	2,0	73,8	459	[illegible]
12-3			250	225	10,3	213	2,6	80,5	438	[illegible]
12-4		600	200	76	28,2	380	2,4	72,1	456	[illegible]
12-4										
12-5		600	250	81	26,5	380	2,0	73,5	461	[illegible]
12-6			300	120	18,6	356	1,9	77,0	476	[illegible]
12-7		600	350	211	10,7	245	2,5	78,8	456	[illegible]
FG 13-1	10,0	500	150	95	16,8	338	3,5	57,5	433	[illegible]
13-2			200	133	15,2	315	3,0	68,0	448	[illegible]
13-3			250	263	7,2	173	5,5	66,6	436	[illegible]
13-4		600	200	63	18,7	377	4,2	42,5	440	[illegible]
13-5			250	100	14,8	354	4,1	50,5	454	[illegible]
13-6			300	125	11,6	332	4,5	49,4	457	[illegible]
13-7			350	143	8,1	320	5,6	39,3	463	[illegible]

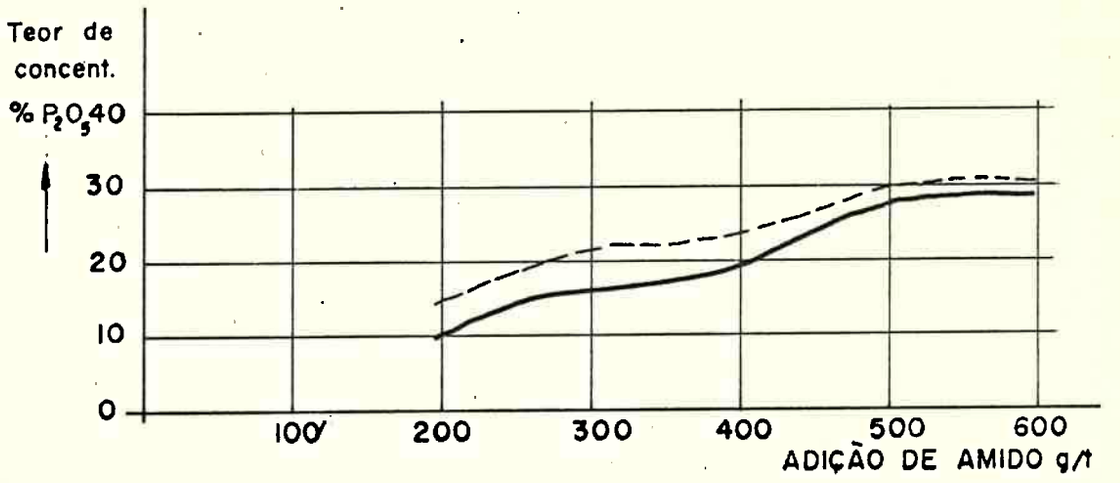
T A B E L A V – 6

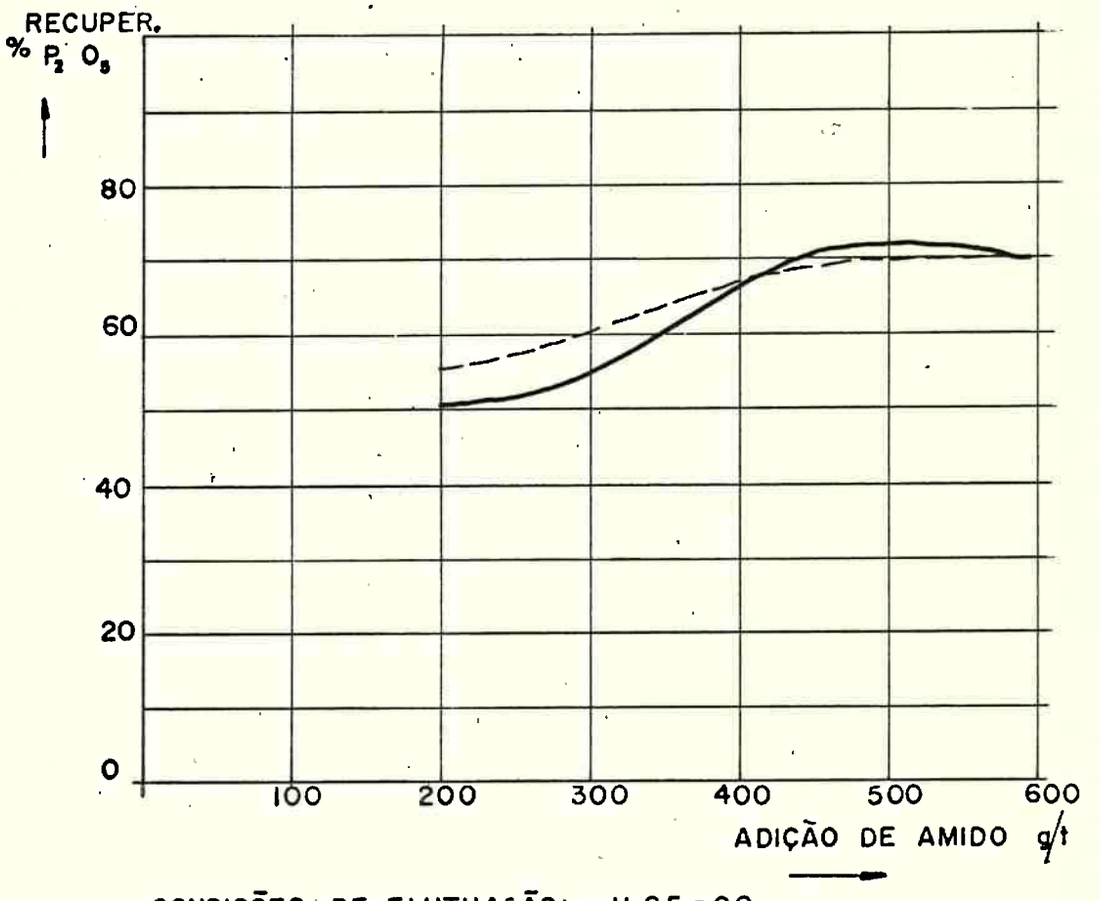
OLEATO DE SÓDIO E "TALL-OIL" COMO COLETORES

Ensaio	Amido g/t	Oleato de Sódio g/t	"Tall Oil" IO g/t	Concentrado			Rejeito		Alim. Rec.	
				Massa g	Teor % P_2O_5	Recup. %	Massa g	Teor % P_2O_5	Massa g	Teor % P_2O_5
FP 1	200	250	–	127	10,3	50,5	269	4,8	396	6,5
FP 8	200	–	250	99	14,4	55,4	313	3,6	412	6,2
FP 2	400	250	–	89	19,1	66,3	319	2,7	408	6,3
FP 12	400	–	250		3,6	66,8	332	2,6	402	6,3
FP 3	500	250	–	68	27,9	72,6	373	1,9	441	5,9
FP 9	500	–	250	62	29,5	70,0	359	2,2	421	6,2
FP 4	600	250	–	61	28,7	69,5	353	2,2	414	6,1
FP 13	600	–	250	62	30,5	70,0	365	2,2	427	6,3
FP 5	400	250	–	90	15,8	54,6	317	3,8	407	6,4
FP 10	400	–	250	74	21,0	60,5	342	3,0	416	6,2

FIG-V-6

COLETA COM SABÃO OU ACIDO LIVRE





CONDIÇÕES DE FLUTUAÇÃO: pH 8,5 a 9,0

SOLIDOS 19 a 22 %

——— OLEATO DE SÓDIO, 250g/t

– – – – "TALL OIL" DTO 10,250

T A B E L A V - 7

ADIÇÃO PARCELADA DE COLETOR

(500 g/t de amido)

Ensaio	Adições de Coletor "DTO" 10 - g/t			Tempo de Flut. min.	Concentrado			Rejeito		Alim. Rec	
	1ª	2ª	3ª		Massa g	Teor % P_2O_5	Recup. %	Massa g	Teor % P_2O_5	Massa g	Teor % P_2O_5
FS-1	125			5	43	27,7	42,1				
		25		15	12	26,5	11,2				
	CONC. COMBIN.			20	55	27,5	53,3	387	3,4	442	6,4
FS-4	140			5	51	30,5	52,5				
		40		5	14	26,3	12,5				
			30	10	10	23,5	8,0				
	CONC. COMBIN.			20	75	28,8	73,0	385	2,0	460	6,4
FS-5	170			5	48	32,2	52,9				
		50		5	13	29,2	13,0				
			30	10	13	23,5	10,4				
	CONC. COMBIN.			20	74	30,1	76,3	377	1,8	451	6,5

CAP. 6 - ENSAIOS CONTÍNUOS

6.0 - OBJETIVO E DADOS GERAIS

Demonstrado, nas pesquisas relatadas, que o uso do amido permite inibir ou deprimir seletivamente os carbonatos e outros minerais da ganga sem interferir fortemente na flutuação da apatita, impunha-se, para desenvolvimento de um processo industrial, verificar:

a)- Se seria possível purificar os concentrados primários ou de desbaste ("rougher"), já que o seu teor, nas experiências não contínuas, meramente ultrapassou o valor de 30 % P_2O_5, enquanto o desejável seria de 34% para cima.

b)- Se, por recirculação, os concentrados intermediários ou mistos ("middlings"), que nos ensaios vistos retinham tão grande porção do conteúdo fosfático original, tenderiam a se enriquecer e incorporar ao concentrado primário.

c)- Se seria possível, por extensão do tempo de flutuação, reduzir o teor dos rejeitos finais para aumentar a recuperação e, mesmo, permitir a sua utilização posterior, por exemplo, na indústria de cimento.

É sabido que ensaios não contínuos isolados, como os até aqui mencionados, são bem pouco convenientes para investigações dêsse tipo, o que se deve, principalmente, às seguintes características dessa forma de ensaio.

a)- Diluição extremamente alta, que falseia completamente os resultados na flutuação de concentrado de desbaste na mesma célula que o produziu - ou envelhecimento dos concentrados primários, com riscos para a segurança de sua reflutuação, se se reune concentrados, "rougher" de vários ensaios identicos para reflutuação conjunta -- ou, finalmente, menor eficiência de flutuação, alem de complicação adicional de equipamento se procura ter uma célula muito menor, em paralelo à original, para essa reflutuação.

b)- Diluição crescente durante a flutuação e diluição ainda mais rápida dos minerais a coletar, diminuindo muito as probabilidades de encontro mineral útil ar e, frequentemente, concomitante crescimento da possibilidade de encontro de minerais inuteis com as bolhas de flutuação.

c)- Diminuição, no decorrer do ensaio, da concentração de reagentes, especialmente da de coletor, absorvido que é principalmente nos concentrados que vão sendo retirados e, paralelamente, diminuição da atividade dos reagentes em relação ao mineral útil, pelo acrescimo relativo de massa dos da ganga.

Por essas razões, a pêsquisa foi continuada atraves de ensaios de flutuação contínua, em instalação integrada contendo equipamento para

efetuar as operações de moagem, classificação, deslamagem e flutuação em escala de laboratório.

Essa instalação representada esquemáticamente no fluxograma da FIG. VI-1, foi instalada primeiramente em local cedido pela Quimbrasil - Química Industrial Brasileira S.A., em Santo André, de que se apresenta um aspecto na FOTO VI:1. A aparelhagem foi toda fabricada em São Paulo, segundo projeto do autor desta tese, com máquinas copiadas ou adaptadas dos modêlos existentes no Laboratório de Tratamento de Minerais do Instituto Geográfico e Geológico do Estado de São Paulo, o que foi feito com a permissão da direção dêsse Instituto e a ativa colaboração do Dr. Nicolino Viola, responsável por êsse laboratório.

Nas experiências realizadas com essa instalação, além de se obter respostas às questões formuladas na abertura dêste capítulo, demonstrando para o processo uma eficiência que ultrapassava bastante os ótimos obtidos nos ensaios descontínuos, pôde-se examinar ainda os seguintes pontos:

a)- Estabilidade e tolerância de processo em relação as oscilações usuais das variáveis operacionais.

b)- Reprodutibilidade, mesmo com variação das características do minério.

c)- Comportamento da rocha quanto as operações de cominuição, classificação e deslamagem.

Diante dos bons resultados conseguidos com a instalação, de laboratório já mencionado, foi decidido fazer uma primeira avaliação do efeito do aumento de escala ("scale up") da instalação, não só para verificar a manutenção ou não de eficiência do processo, como para fornecer dados de engenharia para desenvolvimento industrial do mesmo.

Isso foi feito com a inestimavel colaboração do Instituto Nacional de Tecnologia que cedeu por empréstimo, pelo prazo de um ano, equipamento adequado para uma instalação piloto mas completa e de tamanho cinco vezes maior que a de laboratório já referida. Êsse equipamento foi também montado, durante o prazo mencionado, em Santo André, segundo fluxograma da FIG.VI-2, dêle se vendo um aspecto na FOTO VI-2. Como adiante se verá a operação desta instalação piloto confirmou integralmente os dados anteriormente obtidos.

6.1 - APARELHAGEM

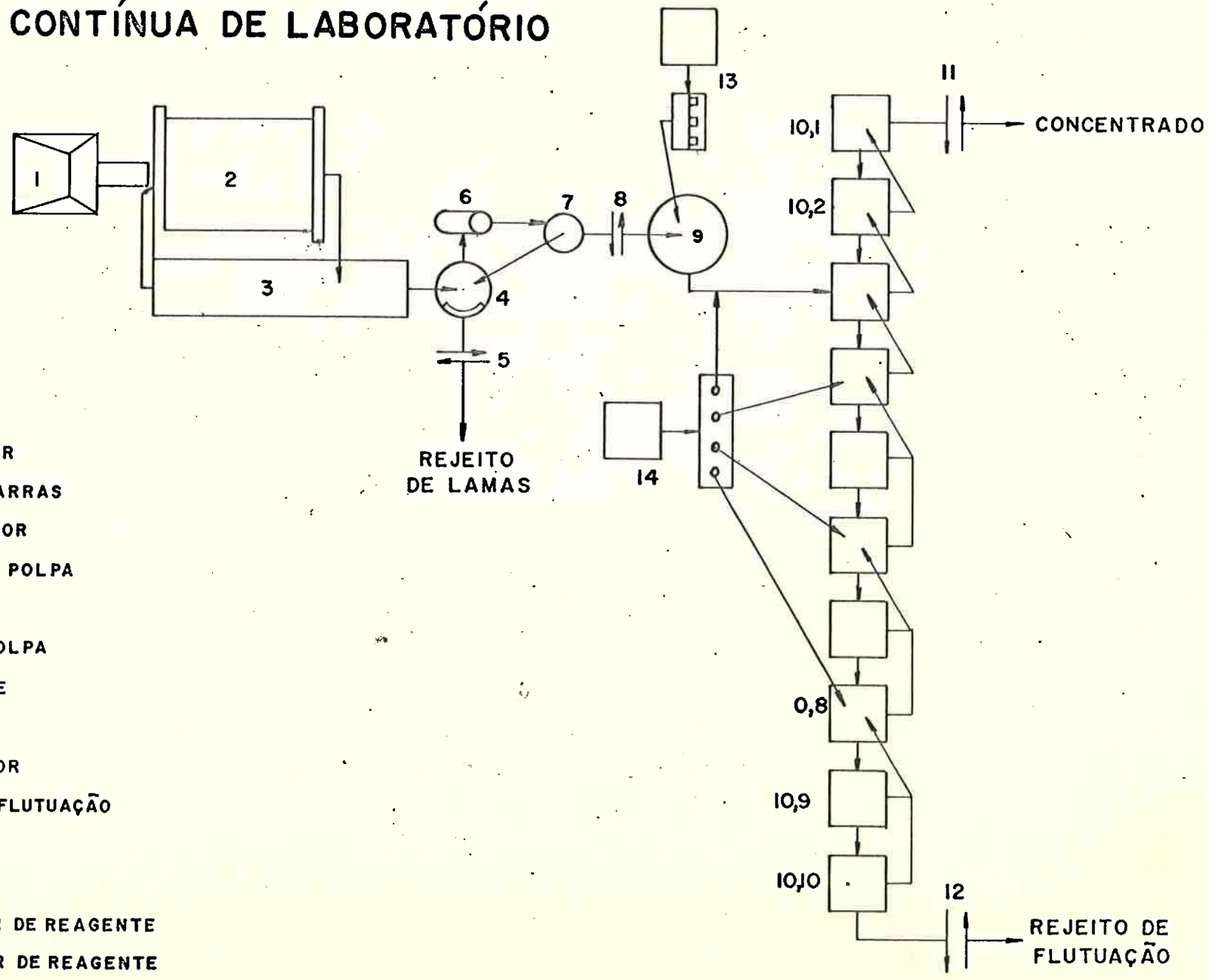
A - INSTALAÇÃO CONTÍNUA DE LABORATÓRIO

Como se vê na FIG. VI-1, a instalação contínua de laboratório contem, bàsicamente, os eseguintes ítens principais:

1- Alimentador de correia de 12 cm de largura, sob silo de 15 kg de capacidade, com regulagem por comporta.

2- Moinho de barras de 30 x 66 cm, revestimento liso, com tambor e eleva

FIG. VI-I-FLUXOGRAMA DA INSTALAÇÃO CONTÍNUA DE LABORATÓRIO



1- ALIMENTADOR
2- MOINHO DE BARRAS
3- CLASSIFICADOR
4- TANQUES DE POLPA
5- AMOSTRADOR
6- BOMBA DE POLPA
7- HIDROCICLONE
8- AMOSTRADOR
9- CONDICIONADOR
10- CELULAS DE FLUTUAÇÃO
11- AMOSTRADOR
12- AMOSTRADOR
13- ALIMENTADOR DE REAGENTE
14- ALIMENTADOR DE REAGENTE

dor helicoidal de alimentação.

3- Classificador espiral de 25 cm de diâmetro.

4- Tanque duplo de alimentação da bomba, o superior, para recirculação do "over-flow" do ciclone com vertedor de excesso, com passagem controlada por válvula de boia para o inferior, de polpa.

5- Amostrador automático de corte intermitente de tôda a corrente para o vertido do tanque de lamas.

6- Bomba centrífuga, com diâmetro de 20 cm e recalque de 1/2 pol.

7- Hidrociclone de 10 cm de diâmetro.

8- Amostrador automático para o "underflow" do hidrociclone.

9- Condicionador de 12 litros de capacidade com agitador tipo hélice de navio.

10- Bateria de flutuação com dez células tipo Denver de passagem de altura regulável, entrada canalizada para o rotor, com 6,5 a 7 litros de capacidade cada uma. A 3a. célula receber a alimentação de polpa nova, fazendo a flutuação de desbaste ("rougher flotation"); a segunda célula faz a primeira reflutuação ("cleaner") e a primeira célula a segunda reflutuação ("recleaner"), produzindo o concentrado final. A 4a. célula e os três pares seguintes, em geral funcionaram como flutuadores de desenterramento ("scavenger"), os seus concentrados mistos ("middlings") recirculando em contra corrente com a polpa, a décima célula deixando sair o rejeito final.

11 e 12 - Amostradores automáticos de corte intermitente de tôda a corrente, para amostragem do concentrado e rejeito de flutuação, respectivamente.

13- Alimentador de depressor, do tipo de disco e copos, suprido por recipiente de nível constante.

14- Alimentador de coletor, do tipo micro-bomba (lubrificador) de curso variável com 4 ou 8 saídas.

Não figurados no esquema, mas importantes são de se mencionar caixa de água de nível constante, medidores de vazão - rotâmetros - nos principais pontos de adição de água, alimentadores de solução de hidróxido de sódio, etc. Ao lado disso equipamento de contrôle, medida e preparação de amostras como balanças, medidores de pH, vasilhas de medida, estufa, separadores de amostras, etc.

B - INSTALAÇÃO PILOTO

A instalação, funcionalmente, é idêntica à já descrita, com o acréscimo de dispositivo para homogenização de alimentação de minério britado, antes da moagem, consistente de correia transportadora móvel, de vai-e-vem e cortador transversal da pilha formada; também se acrescentou uma centrífuga piloto, de cesto perfurado vertical, para desa--

guamento do concentrado final (FOTOS VI-1 e VI-2).

A diferença básica entre as instalações é, pois, o tamanho, tendo as celulas de flutuação da ora descrita 25 litros de capacidade -e o restante do equipamento sendo proporcionalmente maior que o do conjunto de laboratório.

6.2 - MÉTODO DE ENSAIO

A amostra recebida britada, era homogenizada: a) a mão, em leiras alongadas, para a instalação de laboratório e, daí, para recipientes de capacidade correspondente ao silo de alimentação; b) Com pilhas de secção triangular, pela correia móvel, com corte transversal por pá apropriada, que transferia diretamente ao solo alimentador.

A alimentação era regulada, pela abertura de comporta a 1 kg/min para a instalação de laboratório e a 4,9 kg/min para a outra; a adição de água na entrada e saída do moinho reguladas para dar um teor de 60 a 70% sólidos no produto do moinho e de 30 a 33% no vertido pelo classificador; a vazão da bomba acertada por registro, de forma a se ter uma pressão manométrica de 1,5 a 1,7 kg/cm^2 na entrada do hidrociclone; abertura do apex do hidrociclone posta, em geral entre 2 e 4 mm, de maneira a se obter entre 62 e 68% de sólidos no "underflow"; adição de água na saída do condicionador era regulada para dar cêrca de 30% de sólidos na polpa nova, na entrada da 3a. célula; adição de solução alcalinizante, na caixa dágua, acertada para um pH geral entre 8,0 e 8,5 e, finalmente, os alimentadores de reagentes regulados para os valôres desejados na experiência. Os amostradores, ligados simultâneamente a um comando central, davam 1 corte cada 2 minutos. Na maior parte das experiências, as amostras eram bi-horárias constituidas pela acumulação dos cortes nêsse período.

6.3-RESULTADOS OBTIDOS

Cada uma das instalações a de laboratório e a piloto funcionaram durante vários mêses, realizando-se com cada uma delas as mais diversas experiências variando-se não só a procedência, teor e tipo de rocha - alimentada como as condições operacionais. Concordaram ambas, entretanto, nos melhores resultados, que correspondem às condições descritas no ítem anterior, independentemente do tipo ou teor do carbonalito alimentado. Para não alongar demasiada e desnecessàriamente a presente publicação ficaremos restritos aos seguintes resultados:

A - Instalação de laboratório, carbonatito rico:

Na TABELA VI-1 encontram-se resultados referentes a experiências realizadas durante 4 dias do mês de abril de 1963, com carbonatito - procedente de frentes com teor de 6,5 a 6,8 % P_2O_5; nessas experiências,-

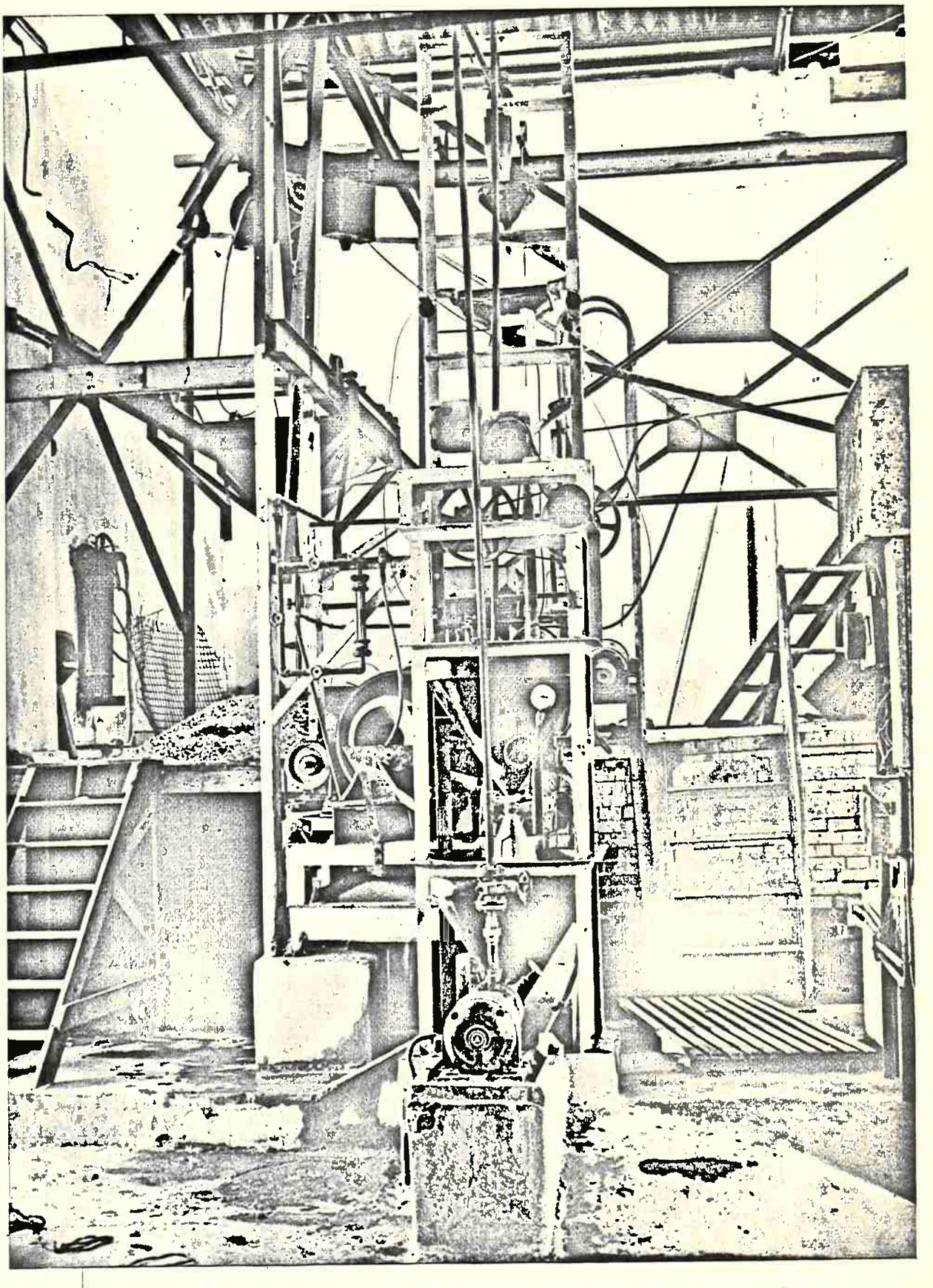


FOTO VI -1- INSTALAÇÃO PILÔTO DE CONCENTRAÇÃO

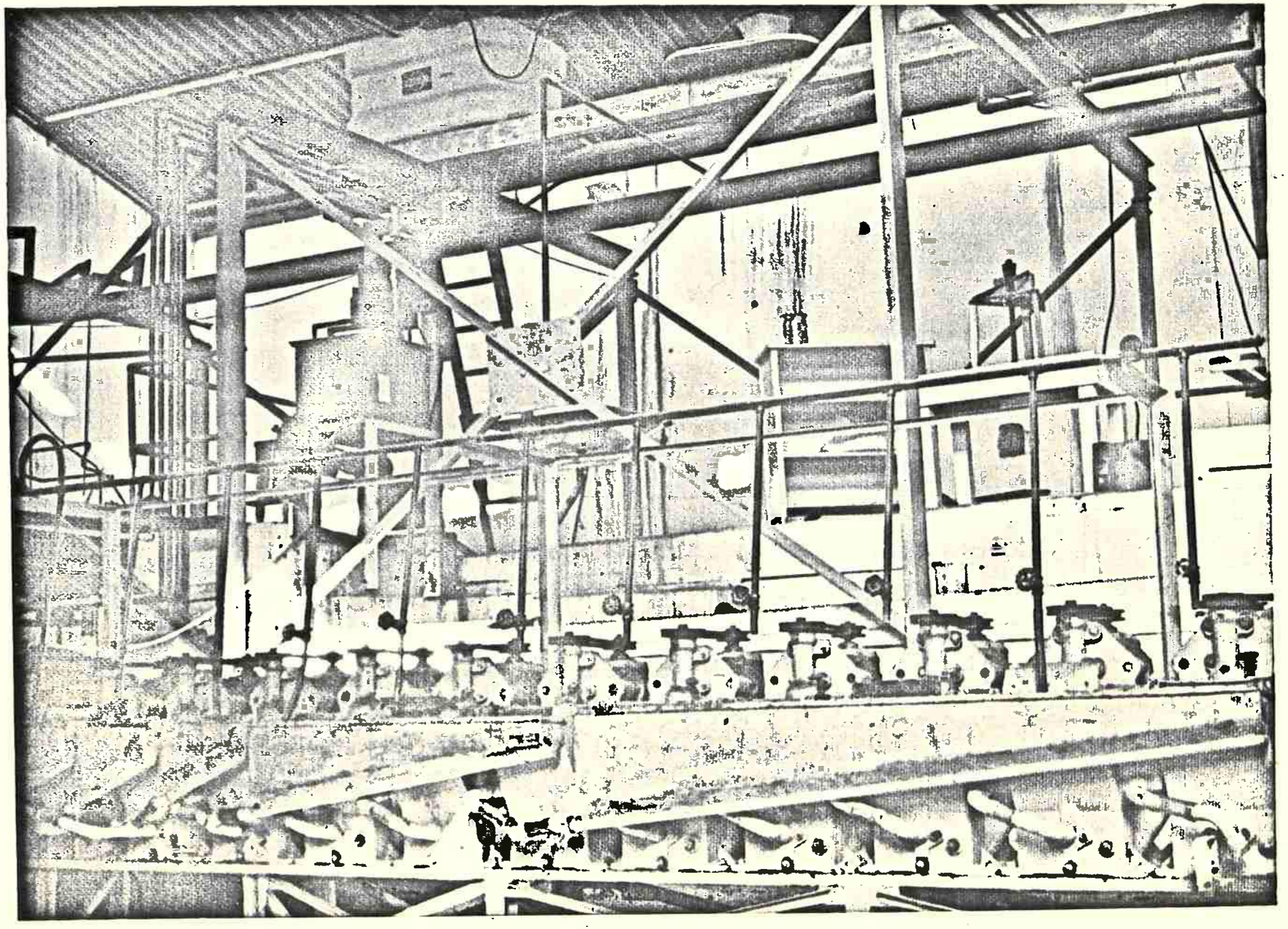


FOTO VI - 2 - INSTALAÇÃO PILÔTO DE CONCENTRAÇÃO

além das condições médias já descritas, devem ser mencionadas as seguintes: 1 - Adição de depressor(amido)- Entre 415 e 550 g/t; 2 - Adição de coletor("tall oil")- Entre 160 e 210 g/t.

Na TABELA VI-2 encontram-se resultados referentes a 6 dias do mês de junho de 1963, com alimentação de rocha proveniente de frente - diferente da já citada, porém de teôres não muito diversos, compreendidos entre 6,6 e 7,1 % P_2O_5. Nêsses dias os reagentes adicionados foram: 1-Depressor (amido) - entre 405 e 480 g/t; 2 - Coletor ("tall oil"): entre 155 e 175 g/t.

Na TABELA VI-3, encontram-se resultados referentes a 5 dias de maio e dezembro de 1963, com carbonatito de teor muito próximo de média geral da jazida, isto é, entre 5,1 e 5,4% P_2O_5; os consumos de reagentes aí foram os seguintes: depressor - 450 a 560 g/t; coletor - 145 a 190 g/t.

Na TABELA VI-4 são apresentados dados de amostragem do circuito de flutuação em um dos dias referidos na primeira tabulação apresentada nêste capítulo.

Cada resultado apresentado nessas tabelas refere-se a funcionamento em regime, representando pelo menos amostra horária, na maior parte dos casos bi-horária, algumas vezes de maior duração, composta de incrementos tirados cada dois minutos.

B - INSTALAÇÃO PILOTO

Na TABELA VI-5 constam dados obtidos nos mêses de janeiro e fevereiro de 1964, referentes ao tratamento, durante 5 dias, de minério de teor médio 5 a 5,2%, muito semelhante e pràticamente da mesma locação do da última série vista acima. Nesses ensaios o consumo de depressor variou entre 450 e 495 g/t e o de coletor entre 115 e 165 g/t.

Na TABELA VI-6, podem ser vistos dados referentes à média - de várias amostragens do circuito de moagem, efetuados durante o período acima citado, com as respectivas análises granulométricas.

Finalmente, deve-se mencionar que, no dia 26/2/64, fez-se uma experiência contínua com amostragem completa referente a 1º horas e 45 minutos de funcionamento em regime, tratando-se carbonatito de uma das frentes mais pobres até então conhecidas com os seguintes resultados.

Alimentação - Bruto - 4,0 % P_2O_5
Lamas - 2,2 % P_2O_5
"Underflow" - 4,2 % P_2O_5
Recuperação na deslamagem - 94 % P_2O_5
Concentrado - 38,4 % P_2O_5

Rejeito - - 0,9 % P_2O_5
Recuperação na flutuação - 81 % P_2O_5
Recuperação global - 76,2 % P_2O_5

6.4 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A - REPRESENTABILIDADE

Devido a experimentação ampla, de que os dados numéricos acima apresentados constituem apenas parte, experimentação essa que atingiu minério procedente de todas as partes da jazida então em trabalho, acreditamos que o bruto utilizado nos ensaios contínuos represente muito bem a totalidade da rocha encontrada na jazida.

O material moído que foi submetido à deslamagem e concentração, tendo resultado da operação de um circuito de moagem fechado por classificador deve também representar bem o que se deve esperar de um produto industrial de cominuição.

B - SEGURANÇA E PRECISÃO

Pelas condições de amostragem, que garantem segurança de representação das amostras enviadas a análise química, pela facilidade e correção das medidas de razão de alimentação e de vazão do "underflow" do hidrociclone, parecem garantidos e precisos os resultados apresentados.- Confirmação adicional de precisão dos dados obtidos é dada pela pequena dispersão indicada pelo desvio padrão e, especialmente, pelos limites de 95% de confiança apresentados nas tabelas mencionadas.

C - REPRODUTIBILIDADE

As medidas estatísticas de dispersão de resultados apresentados para cada uma das séries experimentais contínuas, bem como a comparação entre os valôres médios referentes a essas séries demonstram boa reprodutibilidade experimental para o processo integrado de tratamento - atraz descrito, ainda que aplicado a minérios de distintos teôres e procedências e em instalações de tamanho diverso. Deve-se ainda notar que, evidentemente, parte da dispersão deve ser atribuida à variações não controláveis das condições operacionais, inevitável mesmo em circuitos industriais, porém mais acentuadas nas pequenas instalações como as até agora estudadas.

Deficiência na homogenização de alimentação, tanto no que se refere a natureza como à granulometria, pode causar grandes dificuldades operacionais e péssima reprodutibilidade; embora isso seja pouco aparente nos resultados citados, foi indubitavelmente constatado nas experiências, de mais de um ano de duração, com as instalações descritas. Como

TABELA VI - 1 - EXPER. COM INSTAL. CONTÍNUA

DATA 1963	Nº de Ordem	Período do AM Horas	DESLAMAGEM Rend. Massa	DESLAMAGEM Overf. $\%P_2O_5$	DESLAMAGEM Under. $\%P_2O_5$	DESLAMAGEM Recup. $\%P_2O_5$	Alim. Rec. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Conc. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Rej. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Recop. %	Recup. Total %
26/4	1	2	0,83	3,5	6,8	90,5	6,25	35,1	1,0	87,5	79,2
	2	2	0,86	3,3	6,7	91,1	6,31	35,0	0,7	91,5	83,3
	3	2	0,85	4,0	7,2	90,8	6,72	35,2	1,5	82,8	75,1
27/4	1	1	0,86	4,4	7,3	91,0	6,90	37,8	1,4	84,0	76,5
	2	2	0,85	4,6	7,7	90,2	7,24	37,5	0,6	93,5	84,5
29/4	1	4	0,85	4,2	7,2	91,0	6,73	38,9	1,0	88,4	80,5
30/4	1	4	0,83	3,7	7,2	90,1	6,62	37,4	0,5	94,5	85,0
MÉDIAS						90,67	-	36,70	0,96	88,88	80,59
DESVIOS PADRÃO						0,41	-	1,57	-	4,52	3,89
INTERVALOS P/ 95% DE CONF.						±0,38	-	±1,46	-	±4,21	±3,62

TABELA VI-2 - EXPER. COM INSTAL. CONTÍNUA

DATA 1983	Nº da Ordem	Período do AM Horas	DESLAMAGEM Rend. Massa	DESLAMAGEM Overf. $\%P_2O_5$	DESLAMAGEM Under. $\%P_2O_5$	DESLAMAGEM Recup %	Alim. Rec. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Conc. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Rej. $\%P_2O_5$	FLUTUAÇÃO Recup %	Recup. Total %
10/6	1	2	0,82	4,6	7,5	88,3	7,06	40,1	0,6	93,5	82,[illegible]
11/6	1	2	0,83	4,2	7,7	90,0	7,11	37,2	0,6	93,6	84,[illegible]
17/6	1	2	0,84	4,4	7,2	89,7	6,74	37,3	0,6	93,0	83,2
	2	2	0,88	3,8	7,1	93,0	6,71	38,1	0,5	94,2	87,7
21/6	1	2	0,82	4,2	7,6	89,5	6,99	33,0	0,5	94,7	85,0
	2	2	0,81	4,2	7,6	88,6	6,97	38,5	0,5	94,5	83,6
23/6	1	4	0,86	4,0	6,8	91,1	6,41	40,7	0,9	88,6	80,9
25/6	1	1	0,84	4,2	7,3	90,2	6,80	41,3	0,4	96,0	85,[illegible]
	2	2	0,85	4,2	7,3	90,8	6,84	40,8	0,6	93,0	84,[illegible]
	3	2	0,84	4,2	7,3	90,2	6,80	41,0	0,4	95,4	86,[illegible]
	4	2	0,75	3,7	7,5	88,1	6,90	38,7	0,8	91,6	80,[illegible]
	5	2	0,80	3,7	7,8	89,2	7,00	41,0	0,7	92,6	83,0
MÉDIAS						89,90	-	38,87	0,60	93,57	84,[illegible]
DESVIOS PADRÃO						1,38	-	2,40	-	2,24	[illegible]
INTERVALOS P/ 95% DE CONF.						±0,88	-	±1,53	-	±1,43	[illegible]

TABELA VI-3 - EXPERIÊNCIA EM INSTALAÇÃO CONTÍNUA

Data 1965	Nº de ordem	Período do AM. horas	DESLAMAGEM Rend. Massa	DESLAMAGEM Overf. % P_2O_5	DESLAMAGEM Under. % P_2O_5	DESLAMAGEM Recup. %	Alim. Rec. % P_2O_5	FLUTUAÇÃO Conc. % P_2O_5	FLUTUAÇÃO Rej. % P_2O_5	FLUTUAÇÃO Recup. %	Recup. total %
28/5	1	2	0,83	3,4	5,9	89,5	5,48	38,6	0,5	92,7	83,0
	2	2	0,84	3,5	5,8	89,7	5,45	39,4	0,7	89,5	80,0
21/12	1	4	0,87	3,7	5,5	90,7	5,29	35,8	0,8	87,1	79,2
23/12	1	2	0,86	3,4	5,4	90,5	5,13	37,9	0,9	85,0	77,1
	2	2	0,85	3,4	5,5	90,2	5,18	35,6	1,2	80,9	73,1
24/12	1	4	0,87	3,6	5,5	89,4	5,35	35,9	1,0	84,0	75,4
31/12	1	4	0,84	3,9	5,6	89,5	5,28	41,1	1,1	82,3	73,9
MEDIAS						89,93	-	37,76	0,88	85,93	77,37
DESVIOS PADRÃO						0,53	-	1,66	-	4,14	3,55
INTERVALO P/ 95% CONF.						± 0,49	-	± 1,54	-	± 3,85	± 3,30

TABELA VI-4 - AMOSTRAGEM DO CIRCUITO DE FLOTAÇÃO

DIA 30/4/63

CÉLULAS		CONCENTRADO	REJEITO
Nº	FUNÇÃO	% P_2O_5	% P_2O_5
1	2ª Reflotação ("Recleaner")	37,4	n. am.
3	Desbaste ("Rougher")	32,8	n. am.
5	2º Desentranhamento ("Scavenger")	14,6	2,4
6		7,5	1,3
7	3º Desentranhamento ("Scavenger")	1,0	0,8
8		2,8	0,6
9	4º Desentranhamento ("Scavenger")	n. am.	0,5
10		n. am.	0,5

T A B E L A VI-5

EXPERIÊNCIA COM INSTALAÇÃO PILOTO

Data 1964	Nº de Ordem	Período Amos. Horas	Deslamagem Rend. Massa	Deslamagem Overf. % P_2O_5	Deslamagem Under. % P_2O_5	Deslamagem Recup. %	Alim. Ros. % P_2O_5	Flutuação Conc. % P_2O_5	Flutuação Rej. % P_2O_5	Flutuação Recup %	Recup Total %
10/1	1	2	0,86	3,4	5,3	90,1	5,03	34,0	1,3	78,4	70,9
	2	2	0,83	3,5	5,6	88,7	5,24	41,1	1,3	79,3	70,2
11/1	1	2	0,84	3,6	5,6	89,1	5,28	38,9	0,5	92,1	82,4
	2	2	0,83	3,6	5,6	88,3	5,26	39,8	1,0	84,0	74,5
	3	2	0,82	3,6	5,6	89,1	5,14	37,0	0,6	90,6	81,0
10/2	1	2	0,84	3,4	5,1	88,6	4,85	39,0	0,6	89,8	79,6
	2	2	0,83	3,3	5,8	89,7	5,37	39,2	1,6	75,2	67,4
15/2	1	5	0,84	3,5	5,5	89,2	5,19	38,9	0,6	90,2	80,9
24/2	1	2	0,85	3,6	5,3	89,1	5,05	40,4	0,8	86,5	77,4
M E D I A S						89,10	-	38,70	0,92	85,12	76,03
D E S V I O P A D R Ã O						0,55	-	2,10	-	6,19	5,48
INTERVALO P/95% CONF.						± 0,42	-	±	-	± 4,75	± 4,20

TABELA VI-6

CIRCUITOS DE MOAGEM E DESLAMAÇÃO

Dia 26/2/64 - 10h45m de operação

MÉTODO	Peneiras nº	Abertura mm	Moagem % Passada			Desl. % Passada	
			Saída Moinho	Retorno Classif.	Saída Classif.	"Under-flow"	"Over-flow"
PENEIRAMENTO	48	0,295	73,2	65,8	97,8	96,9	100
	60	0,250	39,2	34,4	83,7	81,1	100
	100	0,149	18,6	10,6	60,0	52,8	100
	200	0,74	10,8	5,1	42,8	32,1	100
SEDIMENTAÇÃO		0,020	-	-	-	1,5	96,7

ENERGIA DE MOAGEM

Alimentação Total de Minério Britado - 3098 kg

Energia Consumida (Relógio Registrador) - 22,772 kwh

Consumo Específico - 7,35 kwh/t

então se esperava, e a experiência posterior confirmou, homogenização contínua é mais fácil de ser conseguida em instalaçõesindustriais que nas do porte ora considerado.

D - APRECIAÇÃO DOS RESULTADOS

Os resultados dessa fase da experimentação indicam que foi encontrado um processo para a concentração da apatita contida no carbonatito de Jacupiranga, de acôrdo com as conclusões a seguir expostas.

I - Ficou demonstrado que é possível, ao menos em instalações de pequeno porte, coordenar um processo de tratamento contínuo , estável, tolerante a variações de condições inerentes à escala de operação considerada, pelo qual se obtem:

a)- A liberação da apatita contida na rocha holocristalina citada, por meio de moagem a uma granulometria superiormente limitada pela dimensão correspondente à passagem pràticamente completa em malha de 0,295 mm de abertura (Peneira US ou ABNT nº 50).

b)- Essa moagem pode, o que não é comum, ser feita em um só estágio, em moinho de barras, a partir de produto típico de britamento secundário. Deve ser conduzida em circuito fechado com classificador. Na escala considerada há um consumo energético específico de 7,35 kwh/t, correspondente a um índice de moabilidade WI - "Work index" de BOND (47) - de aproximadamente 10,4, sem levar em conta correções. A aplicabilidade do moinho de barras a uma malha de separação tão fina, e o consumo específico, relativamente baixo, decorrem, provàvelmente da ausência de sílica e silicatos e de friabilidade dos principais componentes minerais.

c)- Deslamagem, com corte extremamente limpo em tôrno de 20 microns, é feita eficientemente por hidrociclone de pequeno diâmetro, com boa tolerância para variações usuais das condições de bombeamento de polpa. Consistentemente se obtém lamas bem mais pobres que a alimentação, indicando moagem fina preferencial da calcita e/ou dolomita; com isso, a recuperação de fosfatos, nessa operação, excede por boa margem o rendimento em massa, com valôres de 90% e 80 a 85% respectivamente,

d)- A depressão específica e seletiva dos minerais acompanhantes da apatita é conseguida com eficiência, como havia sido indicado nos ensaios não contínuos, por adição controlada, embora com bom espectro de tolerância, de amido, durante uma operação de condicionamento a alto teor de sólidos - para o que a prévia ciclonagem de deslamação provê a solução ideal.

e)- A concentração da apatita é conseguida por flutuação escalonada, com

recuperações de até 95% na operação, em condições muito semelhantes às que produziram as faixas de ótimos dos ensaios prévios. Com recirculação de mistos e dupla reflutuação do concentrado de desbaste obtem-se concentrado final, limpo, de até 41% P_2O_5, com rejeitos normalmente entre 0,5 e 1% P_2O_5. O conjunto das experiências indica ligeira redução na recuperação para minérios mais pobres, porém nenhuma influência dêsse caráter no teor possível de concentrado.

f) As análises do circuito de flutuação, como a da tabela apresentada, indicam recuperação pràticamente completa na 8a. celula, o que corresponde a um tempo total de flutuação de 16 minutos ou menos, incluidas as reflutuações.

II - A multiplicação por 5 da escala de operação, ao se passar da instalação contínua de laboratório à piloto, não afetou os resultados; as conclusões do ítem I acima aplicam-se, indiferentemente a qualquer delas. Isso aponta para a possibilidade de, com a mesma eficiência reproduzir, em escala industrial, o processo ora em discussão.

CAP. 7 - DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL DO PROCESSO

Ao se completar o estudo experimental referido nos capítulos anteriores, parecia assegurada a possibilidade de se converter, à escala industrial, o processo delineado pelos ensaios contínuos, nas instalações de laboratório e piloto. Isso foi indicado não só pela qualidade dos resultados obtidos como pela fidelidade e reprodutibilidade verificadas quando do aumento de escala entre tais instalações.

Para maior segurança de aplicação prática, entretanto, diante da novidade e do caráter "sui-generis" dessa aplicação, foi julgado conveniente refazer a demonstração do processo com equipamento de tamanho industrial. Considerou-se, além disso, que essa decisão permitiria também obter dados bastante seguros sôbre o custo real do processo e sôbre características operacionais básicas, necessárias à definição de um eventual projeto definitivo de aplicação em grande escala.

7.1 - DEMONSTRAÇÃO DA VIABILIDADE OPERACIONAL INDUSTRIAL

Essa demonstração foi feita em instalação integrada erigida nas vizinhanças da mina, em Cajati. Como unidade básica foi escolhida bateria de flutuação com células de 500 litros de capacidade, na zona média inferior da faixa de tamanhos industriais padronizados dessas máquinas, que vai de 100 a 2500 litros. Êsse tamanho de células corresponde a 20 vêzes o da instalação piloto e a 100 vêzes o da instalação de laboratório. Tal aumento de escala certamente sempre superaria muito o que viesse a ser necessário para a instalação definitiva, cujo acréscimo de capacidade teria de ser conseguido principalmente pela multiplicação de bancos em paralelo.

Para manter, em cada célula, o tempo de flutuação das instalações já estudadas, a alimentação de minério bruto deveria ser de 6 ton/h. Para manter o tempo efetivo de flutuação, a bateria deveria conter 6 células de desbaste e desenterramento e duas de reflutuação. Para tipo de máquina foi escolhido modêlo semelhante a Fagergren (Wemco).

Fixadas as características básicas acima, as demais secções da usina, denominada Usina Experimental Industrial, foram dimensionadas de acôrdo, desde a britagem primária à flutuação, acrescentando-se ainda um desaguamento de concentrados, por centrifugação, secagem dos mesmos em fôrno rotativo e desaguamento e disposição de rejeitos.

A instalação resultante consta do seguinte (FOTOS VII.1 e VII.2):

a) Britagem - Com britadores primário e secundário, silo de entrada e peneira vibratória intermediária. Com capacidade para 18 ton/h, rece-

bendo bruto de mina com até 30 cm de diâmetro e dando um produto abaixo de 32 mm (1 1/4 pol.).

b) Homogenização - Em pilhas alongadas de 170-180 ton cada, construidas por camadas delgadas sucessivas, através de empilhador ("stacker") de correia, automotor, de movimento longitudinal alternativo.

c) Retomada - Por retomador ("reclaimer") de desmonte frontal, tipo Messiter (2), próprio para retomada contínua e homogênea.

d) Moagem - Por alimentador de pêso constante e moinho de barras em circuito fechado com classificador espiral, dimensionados para uma alimentação de 6 ton/h do britado já referido, produzindo um produto moido com 95 a 98% passando a peneira ABNT (US) nº 50.

e) Deslamagem - Por bomba centrífuga e dois hidrociclones paralelos de 15 cm de diâmetro.

f) Flutuação - Condicionador e bateria de flutuação, já referida, com disposição análoga à da instalação piloto.

g) Desaguamento e secagem - Por centrífuga descontínua, de cêsto vertical, fôrno rotativo de aquecimento direto e circulação paralela e silo de expedição.

h) Amostragem - Por amostradores automáticos, de corte total intermitente, período regulável, colocados na mesma disposição já referida para as instalações estudadas.

O projeto dessa instalação foi inteiramente feito pela equipe de Jacupiranga, sob a direção do autor desta tese; a construção e montagem foi completada no segundo semestre de 1964.

O desempenho dessa usina, tanto no que se refere à correspondência ao dimensionamento de capacidade, como no que respeita à reprodução, em regime industrial, do processo, correspondeu às melhores expectativas, como se pode verificar no seguinte resumo dos dados operacionais correspondentes ao mês de janeiro de 1965:

Período de trabalho	-	4 a 30/1/65
Horas efetivas trabalhadas	-	517
Minério bruto alimentado	-	3111,210 ton
Média horária	-	6,01 ton/h
Teor médio	-	6,35 % P_2O_5
Lamas descartadas	-	399,100 ton
Teor lamas	-	4,16 % P_2O_5
Rejeito descartado	-	2.283,860 ton
Teor do rejeito	-	0,97 % P_2O_5
Concentrado produzido	-	428,240 ton
Teor do concentrado	-	36,8 % P_2O_5

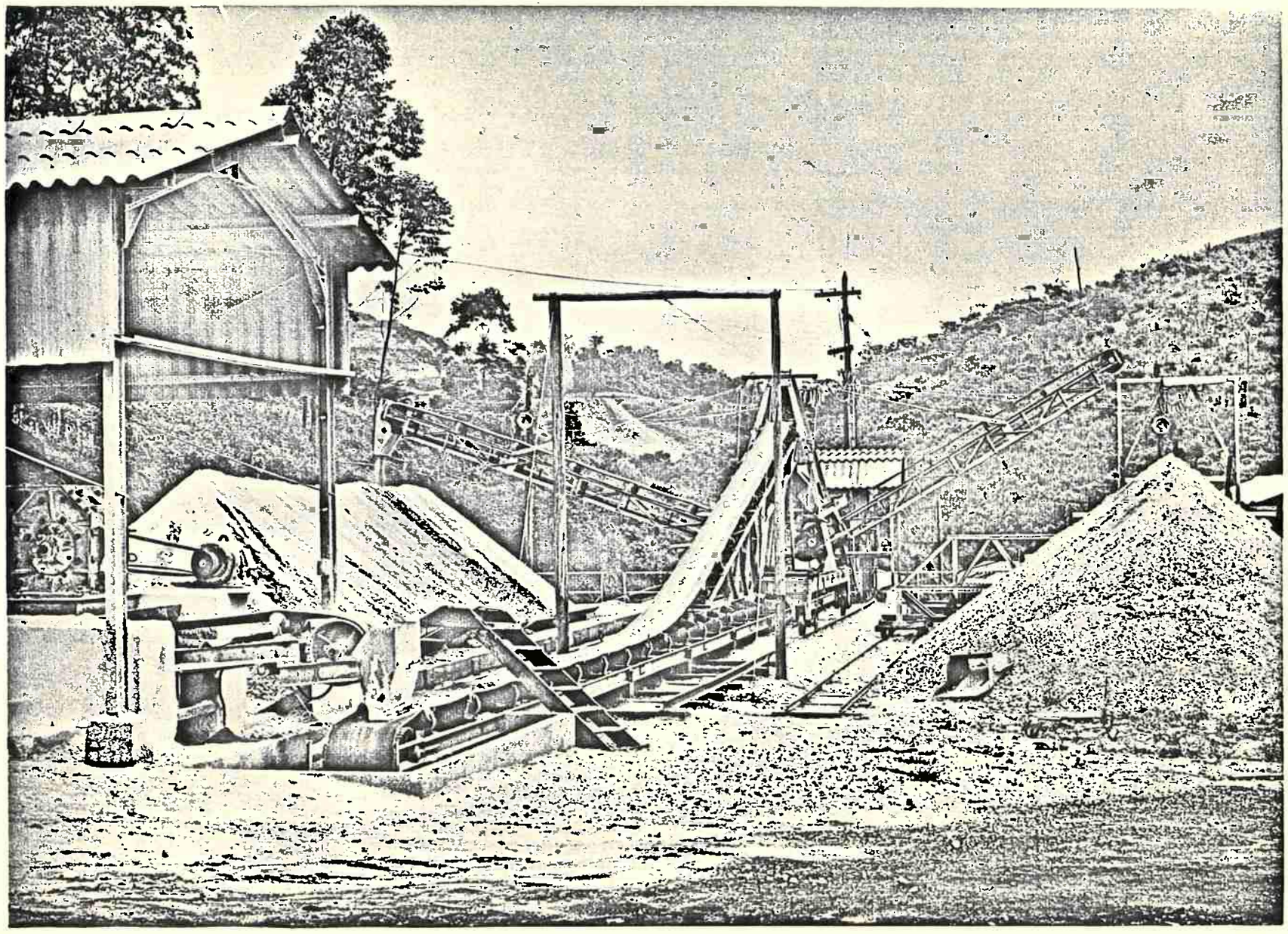


FOTO VII - 1 - USINA EXPERIMENTAL

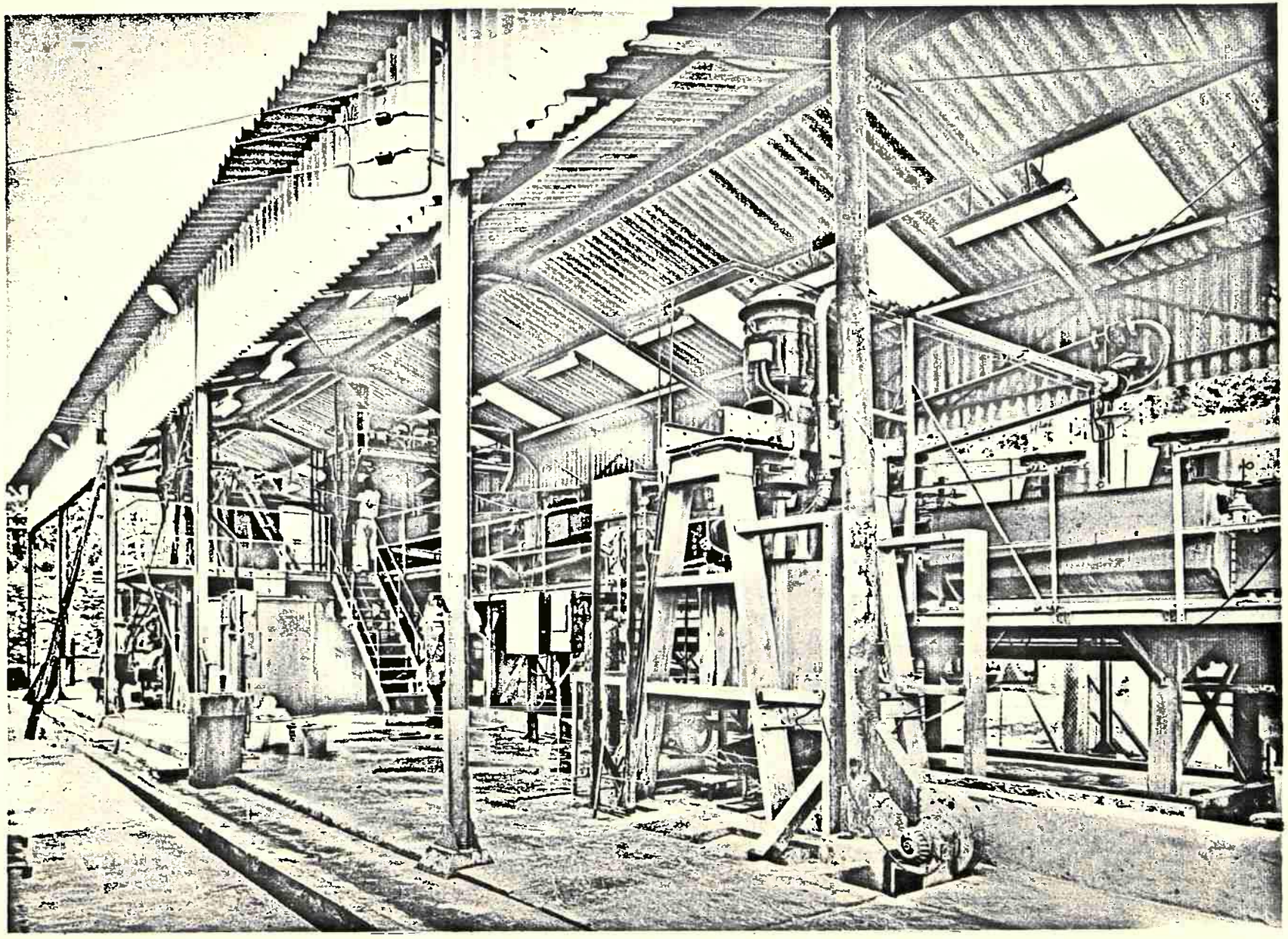
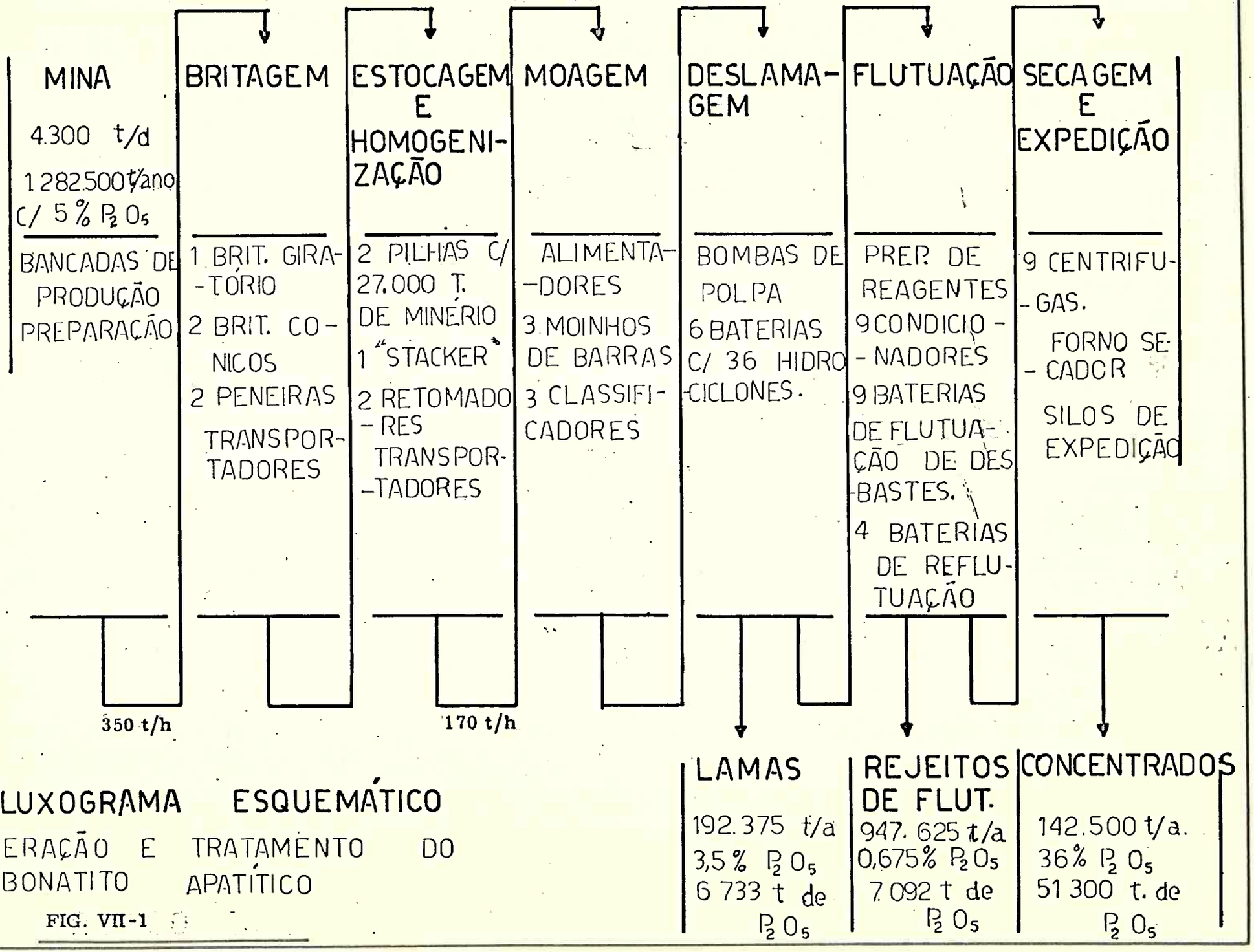


FOTO VII -2- USINA EXPERIMENTAL

T A B E L A [illegible] - 2

FORMAÇÃO DO CUSTO INDUSTRIAL DE CONCENTRADO

DESPESA	CUSTOS OPERACIONAIS E GERAIS EM % DO CUSTO TOTAL									
	Mão de Obra	Combustíveis	Energia Elétrica	Materiais			[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
				Explos. e Reagentes	De desgaste	Outros	[illegible]		[illegible]	
1 - Lavra do minério	1,472	0,568	0,916	[illegible]	-	1,085	[illegible]	-	[illegible]	[illegible]
2 - Britagem	0,265	-	0,845	-	0,153	-	0,185	-	[illegible]	[illegible]
3 - Homogenização	0,248	-	0,481	-	-	-	0,288	-	[illegible]	[illegible]
4 - Moagem e deslamagem	0,153	-	6,181	-	0,672	-	0,195	-	[illegible]	[illegible]
5 - Flutuação	0,154	-	1,858	12,148	0,643	-	0,132	-	[illegible]	[illegible]
6 - Secagem e expedição	0,154	1,178	1,052	-	-	-	0,325	-	[illegible]	[illegible]
7 - Operações auxiliares	-	-	2,681	-	0,270	-	0,974	-	[illegible]	[illegible]
8 - Controles	-	-	-	-	-	-	0,025	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9 - Frete a São Paulo	-	-	-	-	-	-	-	[illegible]	-	[illegible]
10 - Administração, taxas, etc.	-	-	-	-	-	-	-	0,267	-	[illegible]
TOTAL	2,446	1,746	14,014	16,165	7,738	1,085	4,268	[illegible],924	18,615	100,[illegible]



FLUXOGRAMA ESQUEMÁTICO

MINERAÇÃO E TRATAMENTO DO CARBONATITO APATÍTICO

FIG. VII-1

FIG. VII - 1

Recuperação da deslamagem	-	91,5 %
" " flutuação	-	88,0 %
" total	-	80,2 %

Em abril do mesmo ano, em novo período de contrôle rigoroso de desempenho, tratando carbonatito de teor médio 5,44% P_2O_5, obteve-se concentrado médio de 38,50 % e recuperação total média de 79,9 % P_2O_5.

7.2 - VIABILIDADE ECONÔMICA

O estudo dos consumos reais decorrentes da operação da usina experimental permitiu obter projeções que devem ser consideradas bastante seguras, para avaliação dos custos de produção que devem ser esperados nas instalações definitivas. Na TABELA VII.1 é apresentada , em forma percentual para as principais operações, a estrutura esperada para formação dêsse custo.

O resultado numérico obtido para tal preço de produção tem ficado sempre abaixo do valor de concorrência, para o qual deve se tomar o preço do concentrado equivalente importado, ambos postos nos locais de consumo, atualmente limitados às vizinhanças da cidade de São Paulo - isto, mesmo em condições conjunturais bastante desfavoráveis, de relação de inflação interna de custos para a de taxa de câmbio. Além disso nessas apreciações não se atribuiu qualquer valor aos sub-produtos. O aproveitamento dêstes, especialmente o do rejeito de flutuação, que pela composição e características granulométricas representa produto acabado para corretivo de acidez de solos e matéria prima semi-preparada para cimento, pode aumentar bastante a baixa rentabilidade que as exíguas margens citadas dariam a um investimento para só produzir concentrados de apatita.

7.3 - PROJETO INDUSTRIAL

Demonstradas a viabilidade operacional e econômica do processo de concentração pesquisado, foi elaborado um projeto completo para instalações de mineração e tratamento do carbonatito apatítico visando uma produção anual inicial de pouco mais de 140.000 ton anuais de concentrados a 36 % P_2O_5. Isto corresponde a quasi o dôbro da maior produção anual até agora obtida em Cajati. Seria longo e fugiria ao escôpo dêste trabalho, detalhar a descrição dêsse projeto, ora em início de implantação, em Jacupiranga. Um fluxograma global esquemático

do mesmo é mostrado na FIG. VII.1. Quando se iniciar a produção ou , mais especialmente, quando se estiver aproveitando ao máximo os sub - -produtos, ter-se-á cumprido a afirmação do Prof. Mario S. Pinto: .. "Há jazidas que dão mais de uma safra".

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

(1) BEAL, J.V. e MERRIT, P.C. - "Phosphate and Potash", Mining Engineering, Oct. 1966, pág. 75-79.

(2) TAGGART, A.F. - "Handbook of Mineral Dressing", Wiley, 1946.

(3) SAUCHELLI, V. - "Phosphates in Agriculture", Reinhold Publ. Corp., 1965.

(4) LINDGREN, W. - "Mineral Deposits", McGraw-Hill Co., 1933.

(5) MELCHER, G.C. - "Nota sôbre o Distr. Alcalino de Jacupiranga, Est. de São Paulo" - Div. Geol. Miner. D.N.P.M. - NOTAS PRELIMINARES, nº 84 - 1954.

(6) MELCHER, G.C. - "O Carbonatito de Jacupiranga", Boletim nº 282, Geologia nº 21, F.F.C.L.U.S.P., São Paulo, 1965, pág. 1-73.

(7) KAZAKOV, A.V. - Como citado em SAUCHELLI (3).

(8) U.S. BUREAU OF MINES STATISTICS - Mining Eng., Oct. 1966, pág. 96.

(9) PEREIRA, N.M. - "Fertilizantes" - Geologia e Metalurgia, nº 27, 1965, págs. 170-189.

(10) EVANS, W.H. - "How Fosforita Olinda S.A. processes brazilian phosphate", Eng. Min. Journal, Vol. 160, nº 5, Maio .. 1959, pág. 86-93.

(11) B.N.D.E. - Dpto. Econômico - "Mercado brasileiro de Fertilizantes, Fev. 1963, págs. 1-30.

(12) ANON, citado por HINES, P.R. - "Before Flotation", Froth Flotation, AIME, 1962, pág. 5.

(13) KNECHT, T. - "Os minerais não metálicos do Estado de São Paulo", Bol. do Instituto Geográfico e Geológico do Est. de São Paulo, nº 27, 1940.

(14) KNECHT, T. - "Novas ocorrências minerais no extremo sudeste paulista", Min. e Metal., Vol. 13, nº 73.

(15) ANDERY, P.A. - "Fertilizantes" - Geologia e Metalurgia, nº 27, 1965, pág. 143-170.

(16) FULTON, C.A. - "Phosphate Rock", in Industrial Minerals and Rocks, AIME, 1949.

(17) RUHLMAN, E.R. - "Phosphate Rook-1 - Mining, Beneficiation and Marketing" - I.C. 7.814 - B. Mines, 1958, pág. 1-33.

(18) GAUDIN, A.M. - "Flotation", McGraw-Hill Co., 1957.

(19) EDSER, E., e SULMAN, H.L. - U.S. Patent n 1.492.904/1.924.

(20) BROADBRIDGE, W. e EDSER, E. - U.S. Patent n 1.547.732/1.925.

(21) CRABTREE, E.H. e VINCENT, J.D. - "Historical Outline of Major Flotation Developments", in Froth Flotation, AIME, 1962, pág. 39-53.

(22) TROTTER, W. e WILKINSON, E.W. - U.S. Patent n 1.795.100/1931.

(23) CRAGO, A. e MARTIN, H.S. - U.S. Patent n 1.912.433/1933.

(24) CHAPMAN, G.A. e LITTLEFORD, J.W. - U.S. Patent n 1.968.008/ /1934.

(25) CRAGO, A. - U.S. Patent n 2.293.640/1942.

(26) BAARSON, R.E., RAY, C.L. e TREWEEK, H.B. - "Plant Practice in Non-metallic Mineral Flotation", in Froth Flotation, AIME, 1962, pág. 427 a 453.

(27) CIE. SENEGALAISE DES PHOSPHATS DE TAIBA, Boletim S/nº, 1964.

(28) FINE, M.M. e FROMMER, D.W. - "Beneficiation of a Brazilian Phosphate Rock", R.I. - 5078, USBM, 1954, pág. 1 a 9.

(29) EVANS, W.H. - "How Fosforita Olinda S.A. processes brazilian phosphate", Eng. Min. Journal, Vol. 160, nº 5, Maio 1959, pág. 86-93.

(30) BEALL, J.V. - "Phosphate Rock in the United States", Mining Eng., Oct. 66, pág. 92-95.

(31) DJEBEL-ONK, SOCIETÉ DU ... Boletim Informativo, 1965

(32) Editorial, "The Kara Tau Phosphate Deposits in Kazakhstan ", Phosphorus and Potassium, nº 20, Dez. 1965, pág. 15-17.

(33) BORIZOV, V.M. - "Condições para o beneficiamento dos minérios fosfáticos de enriquecimento difícil do depósito de Kara Tan ", (TRADUÇÃO LIVRE), Khimicheskaia Promyshlennost, nº 1, 1956, pág. 13-19.

(34) Reportagem, "Phosphate mining operations in South Africa", The Mining Journal, Abril 1, 1955, pág. 351.

(35) Nota, "South African phosphate", Chemical Trade Journal and

Chemical Engineer, Setembro 1, 1961, pág. 478.

(36) Noticiário, "União S. Africana", World Mining, Julho 15, 1965, pág. 140.

(37) FLEMING, M.G. e ROBINSON, A.J. - "Development of a process for the concentration of Sukulu apatite" - Internat. Mineral Processing Congress, 1960 - Proceedings by Institution of Mining and Metallurgy, London, 1960, pág. 953 a 972.

(38) MERRIL, C.W. e PENNINGTON, J.W. - "The magnitude and significance of flotation in the mineral industries in the United States", in Froth Flotation, AIME, 1962, pág. 55-90.

(39) TAGGART, A.F. - "Elements of Ore Dressing" - Wiley, 1951.

(40) TAGGART, A.F., DEL GIUDICE, G.R.M. e ZIEHL, O.A. - "The Case for the Chemical Theory of Flotation", Trans. AIME, 1934, pág. 348-381.

(41) APLAN, F.F. e FUERSTENAU, D.W. - "Principles of Non-metallic mineral flotation", in Froth Flotation, AIME, 1962, pág.

(42) GAUDIN, A.M. e FUERSTENAU, D.W. - Trans. AIME, 1955, pág. 958.

(43) KLASSEN, V.I. e MOKROUSOV, V.A. - "An Introduction to the Theory of Flotation", Butterworths, London, 1963, pág. 247-262.

(44) DURIETZ, C. - "Fatty acids in flotation" , in PROGRESS IN MINERAL DRESSING, Stockholm, 1958, pág. 417-433.

(45) EJGELES, M.A. - "Selective Flotation of Non Sulphide Minerals", in PROGRESS IN MINERAL DRESSING, Stockholm, 1958, pág. 591-607.

(46) PINHEIRO, H.M. - "Sulfato ferroso e amido como reagentes topo - -químicos, inativadores de ganga calcária, na concentração de fluorita pela flutuação com espuma" - TESE - Escola de Engenharia de São Carlos, 1956, pág. 1-42.

(47) BOND, F.C. - "Crushing and Grinding Calculations", Boletim S/nº, ALLIS-CHALMERS MFG.CO., 1961, pág. 1-14.