

Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP

Departamento de Engenharia de Minas



BT/PMI/003

**Estudo de Processo de Dupla
Flotação visando o Beneficiamento
do Minério Carbonático de Fosfato
de Jacupiranga**

**José Renato Baptista de Lima
Eduardo Camilher Damasceno**

São Paulo - 1992

836475

O presente trabalho é uma versão abreviada da dissertação de mestrado apresentada pelo Eng^o José Renato Baptista de Lima, sob orientação do Prof. Dr. Eduardo Camilher Damasceno: "Estudo de processo de dupla flotação visando o beneficiamento do minério carbonático de fosfato de Jacupiranga".

A íntegra da dissertação encontra-se à disposição com o autor e na Biblioteca de Engenharia de Minas da Escola Politécnica/USP

Lima, José Renato Baptista de

Estudo de processo de dupla flotação visando o beneficiamento do minério carbonático de fosfato de Jacupiranga / J.R.B. de Lima, E.C. Damasceno. -- São Paulo : EPUSP, 1992.

11p. -- (Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Minas, BT/PMI/003)

1. Flotação 2. Minério carbonático de apatita - Flotação I. Damasceno, Eduardo Camilher II. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas III. Título IV. Série

CDU 622.765

664.641

1. RESUMO

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

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

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

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

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

Os ensaios realizados, sob diversas condições, demonstraram que a dupla flotação, conforme proposto, não se afigura como alternativa para o beneficiamento do minério de Jacupiranga.

ABSTRACT

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

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

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

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

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

INTRODUÇÃO

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

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

O objetivo do trabalho foi desenvolver um processo de dupla flotação, sendo a segunda reversa, buscando-se uma rota na qual partia-se de um primeiro concentrado obtido por flotação direta,

já desenvolvida. Para tanto, foi efetuada revisão bibliográfica restrita apenas aos aspectos e técnicas de beneficiamento de fosfatos por flotação reversa.

Embora de aplicação industrial ainda restrita, a flotação reversa para os fosfatos vem sendo estudada há algum tempo. Basicamente, o desenvolvimento de rota de beneficiamento de fosfatos com gança carbonática por flotação reversa, reside na busca de reagentes e na definição das condições adequadas à eficiente depressão dos fosfatos, já que a flotação dos carbonatos se realiza, em grande parte dos casos, com o uso de coletores aniônicos, do tipo ácidos graxos, associados ou não a espumantes (10).

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

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

R. Houot et al. (11) estudaram o uso de aminas anfóteras, cuja principal característica é a de apresentar comportamento de ácido ou de base, dependendo do pH da polpa. Assim, se o pH for ácido, o coletor terá comportamento catiônico e, se básico, aniônico. O controle da espuma é feito com óleo combustível e silicato de sodio.

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

Bibawy et al. (4) estudaram a flotação de fosfatos contendo dolomita da jazida de Abu-Shegilla (Mar Vermelho). Nas tentativas de flotação reversa dos fosfatos de Abu Shegilla, o uso do ácido ortofosfórico como depressor mostrou-se inadequado. Observou-se que, com dosagens de ácido variando entre 0 a 5 Kg/t de minério, não foi possível deprimir satisfatoriamente os fosfatos.

Ficou demonstrado que o uso de uma mistura de sulfato de alumínio e tartarato de potássio provocava uma depressão dos fosfatos. Adicionando-se dessa cerca de 0,3 Kg/t de minério, obteve-se o menor teor de magnésio no concentrado de fosfato e a máxima eficiência na flotação. Adições maiores implicaram na depressão dos carbonatos, tornando os teores de fosfato, no concentrado fosfático, mais baixos.

Lawver et al. (12) fizeram um estudo visando reduzir o teor de magnésio em concentrados de fosfato da Flórida.

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

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

Aquino et al. (13) passaram a estudar rotas alternativas de flotação.

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

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

Os testes em escala piloto confirmaram os resultados de laboratório, produzindo concentrados contendo 32,7% P₂O₅, com recuperação global de 77,6%, sendo que a recuperação na flotação foi próxima de 90%.

CONFECÇÃO DE PADRÕES PARA ENSAIOS DE FLOTAÇÃO REVERSA

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

Além disso, como o material a ser estudado apresentava baixo teor, caso se optasse por realizar as duas flotações em laboratório (uma direta para produzir o pré-concentrado para a etapa de flotação reversa) a quantidade de concentrado que poderia ser

obtido na primeira flotação, em célula de bancada, seria muito pequena. Isso obrigaria a realização de várias flotações diretas para produzir material suficiente para a segunda etapa. O controle tornar-se-ia difícil principalmente porque o coletor utilizado não pode ser diluído sem alterar suas características. Como a adição do coletor foi feita em gotas, torna-se necessário amostras mínimas de minério para evitar dosagens excessivas.

Com o objetivo de gerar material padrão para os estudos foi posto em operação um banco semi-industrial. Esse é formado por três estágios de flotação direta (dois de recuperação e um de limpeza), para o preparo de pré-concentrado de apatita.

Todas as análises químicas foram executadas nos próprios laboratórios da Serrana.

Estabeleceu-se que a geração dos mesmos seriam nos teores próximos de 26,28 30 e 32% P2O5. Esses teores foram escolhidos em função de serem muito próximos daqueles que poderiam ser obtidos em um único estágio de flotação direta ("rougher"). Além disso, permitiriam maximizar a recuperação de fosfato na etapa direta e poderiam gerar, no deprimido, concentrado calcítico com baixíssimos teores de fósforo.

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO MATERIAL-PADRÃO VISANDO A FLOTAÇÃO REVERSA

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

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

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

Em resumo, foram observadas discrepâncias entre as análises granulométricas efetuadas por peneiramento (até a malha 325) e por difração de raios laser (abaixo da malha 325 até 1 micron). Atribui-se isto às diferenças físicas consideradas em cada método. No analisador de partículas, a distribuição é determinada considerando a "área de vela" das partículas; já no peneiramento é considerado o diâmetro médio das mesmas. Além disso, o analisador conta o número de partículas enquanto o peneiramento pesa as massas retidas e passantes nas peneiras, sendo, portanto,

influenciado pelas diferentes densidades dos diversos componentes do minério.

As análises químicas das diversas frações do material mostraram maior concentração de P_2O_5 nas frações mais grossas. Tudo indica que isso deve-se a maior seletividade do processo para as frações mais grossas. Além disso, nas frações finas ocorre maior arraste mecânico da ganga com conseqüente queda de teor nestas frações.

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

Os teores mais elevados de MgO , Al_2O_3 , K_2O e SiO_2 na fração maior que malha 48, devem-se à maior presença de micas nesta fração. Na moagem, estes minerais tendem a manter o seu hábito lamelar, sofrendo um efeito predominantemente de esfoliação sem a redução significativa nas dimensões das placas. Assim, ocorrem dois efeitos que favorecem o acúmulo destas partículas nas frações grossas: como as placas mantêm duas dimensões muito grandes, este material dificilmente passa por peneira e, além disso, devido à forma e ao pequeno peso das placas, estas tendem a ser arrastadas mecanicamente pelas bolhas.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

As análises químicas efetuadas nas diversas frações granulométricas, densitárias e das separações magnéticas, visaram, além da caracterização completa, fornecer subsídios para os trabalhos posteriores de concentração.

ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

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

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

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

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

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

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

O procedimento padrão adotado pela Serrana consiste em condicionar o minério durante 5 minutos a 33% de sólidos com amido gelatinizado com soda cáustica em pH de 10,3. O ajuste de pH é feito com a adição de soda cáustica. Em seguida, a polpa é expandida para cerca de 18% de sólidos, o pH é novamente ajustado para 10,3, adiciona-se o coletor e flota-se, operando-se a 1200 rpm. As dosagens aproximadas dos reagentes utilizados são as seguintes:

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

Observou-se que operando a 1100 rpm os resultados metalúrgicos eram bastante próximos. O conjunto rotor-estator da célula da Serrana apresentava-se bastante gasto, enquanto a outra tinha muito pouco uso, apresentando, portanto, desgastes mínimos. Este fato justifica a diferença de rotações.

ENSAIOS DE FLOTAÇÃO DE BANCADA

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

- ácido ortofosfórico p.a.;
- ácido sulfúrico p.a.;
- ácido clorídrico p.a.;
- ácido fluorídrico p.a.;
- amido de milho da "Refinações de Milho Brasil";

- "tall oil" da "Gutzeit";
- soda cáustica em escamas;
- polifostato e
- amilase da "Miles".

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

Todas as análises químicas foram executadas nos laboratórios da Serrana.

Os ensaios denominados "Ensaio Com Padrões Secos" foram os executados com o material previamente preparado conforme descrito anteriormente. Basicamente este material é um concentrado de um estágio de flotação ("rougher"). Assim, nesta primeira etapa, o estudo limitou-se a flotação reversa.

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

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

O controle do pH foi feito continuamente mantendo-se o eletrodo em contato permanente com a polpa em agitação. O condicionamento da polpa em pH ácido provoca a solubilização dos carbonatos, com o conseqüente consumo de ácido e elevação do pH, o que poderia afetar o processo. Assim, durante o condicionamento, manteve-se um contínuo gotejamento de ácido na polpa.

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

Foi levantada a hipótese do material ainda estar coletado. Para tentar verificar isto, tentou-se a descoleta através de lixiviação ácida para promover a "limpeza" superficial destes grãos. Os resultados foram insuficientes embora a recuperação metalúrgica continuasse alta.

Tentaram-se outros ácidos na busca da depressão. Realizaram-se testes com a adição somente de ácido sulfúrico, somente com o ortofosfórico e com a combinação dos dois, permitindo a comparação de resultados.

Os resultados foram pouco promissores, com enriquecimento

muito aquém do desejado.

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

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

A execução dos ensaios com duas flotações em laboratório é bastante trabalhosa, exigindo duas flotações para cada teste.

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

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

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

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

Embora isoladamente os resultados tenham sido muito pobres, o pequeno enriquecimento observado abria a perspectiva de sucesso em ensaios com pré-concentrados de flotação sem secagem e armazenagem prévias. Em função disso, partiu-se para uma nova fase de ensaios, utilizando-se para isso material previamente flotado, porém sem secagem ou armazenagem longa.

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

Foram realizados uma série de ensaios com diversos reagentes, inclusive polifosfatos. Apesar disso, os resultados obtidos não mostraram evolução, pois não foi atingido nenhum enriquecimento. Os teores do flotado foram muito altos, fazendo com que a recuperação metalúrgica fosse baixa.

Para tentar explicar os resultados obtidos, levantaram-se várias hipóteses:

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

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

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

Procurou-se, então, eliminar os reagentes com longos condicionamentos com ácido clorídrico e com enzimas, tendo sido realizados testes com a alfa-amilase da Miles, de nome comercial Tenase. Os resultados dos estudos continuaram negativos.

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

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

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

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

Procurou-se, então, uma explicação para esses insucessos. Estabeleceu-se contato com a equipe da Nuclebrás, que desenvolveu um processo de dupla flotação, com a segunda etapa reversa, para a concentração do minério de fosfato de Itataia. Observou-se que apesar do grande número de ensaios executados, o minério de Itataia não apresentou boa resposta às tentativas de flotação direta, como a executada para o minério de Jacupiranga. O minério de Itataia apresentou, no entanto, boa resposta ao processo de flotação reversa, pois desde os primeiros ensaios já se notava uma tendência dos carbonatos a flotar.

Trabalho recentemente apresentado de autoria de Assis e outros (16) descreve o comportamento dos minérios de Jacupiranga e o de Itataia frente a estudos fundamentais de flotação.

A caracterização tecnológica demonstrou que a apatita de Itataia possui superfície bastante rugosa, com muitas reentrâncias e totalmente irregular, muito semelhante a calcita de Jacupiranga. Por outro lado, a calcita de Itataia possui superfície muito regular e, nesta característica, é semelhante a apatita de Jacupiranga.

Os ensaios de flotação com esses minerais foram inicialmente desenvolvidos em tubo de Hallimond. Observa-se que a flotabilidade da calcita de Itataia é alta e da dolomita média. Já a calcita de Jacupiranga é baixa. Quanto a apatita, a de Itataia

apresenta baixa flotabilidade e a de Jacupiranga alta. Através desses ensaios observou-se que a flotabilidade dos minerais cresce na seguinte ordem: calcita de Jacupiranga, dolomita de Itataia e calcita de Itataia.

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

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

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

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

As investigações discutidas neste trabalho, somadas as do trabalho supra-citado, permitem concluir a inviabilidade da dupla flotação com a segunda etapa reversa, pela rota seguida, como alternativa para o tratamento do minério do depósito carbonático de fosfatos de Jacupiranga.

BIBLIOGRAFIA

01. ANDERY, P. A. Concentração de apatita do carbonatito de Jacupiranga, estado de São Paulo. São Paulo, 1967. 73p. Tese (câtedra) - Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas.
 02. ALBUQUERQUE, G. A. S. C.; GIANNERINI, J. F. Aspectos da indústria de rocha fosfática no Brasil. Mineração e Metalurgia, Rio de Janeiro, 43 (416): 10-5, dez. 1979.
 03. AQUINO, J. A.; FURTADO, J. R. V.; REIS JR, J. B. Concentração de rocha fosfática com ganga sílico-calcária através de flotação reversa. In: CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE FLOTACION, 2, Concepción, VC/FI/DIM, 1985.
 04. BIBAWI, T. A.; YOUSEF, A. Inverse anionic flotation of Egyptian dolomitic phosphate ore. In: ENCONTRO DO HEMISFÉRIO SUL SOBRE TECNOLOGIA MINERAL, 1; ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA, 9, Rio de Janeiro, 1982. Anais. Rio de Janeiro, CAPES/MEC, 1982.
 05. JOHNSTON, D. J.; LEJA, J. Flotation behaviour of calcium phosphate and carbonates in orthophosphate solutions. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, London, 87: 237-42, 1978.
 06. SMANI, M. S.; BLAZY, P.; CASES, J. M. Beneficiation of sedimentary Moroccan phosphate ores. Transactions AIME, New York, 258, (2): 168-80, Jun. 1975.
 07. RATOBYLSKAYA, L. D. et alii. Development and industrial introduction of new concentration process for phosphorites of complex mineral composition. Trabalho apresentado no: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 11, Cagliari, 1975. Paper 45, 26p.
 08. MITZMAGER, A. et alii. Flotation of calcite from phosphate slimes: effect of alkali phosphate salts. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, London, 75 (18): 233-39, 1966.
 09. RULE, A. R. et alii. Flotation of carbonate and silicate minerals from partially altered phosphate rock of the Phosphoria Formation. In: TECHNICAL/ECONOMIC CONFERENCE, Oct. 1978. p. 37-47.
 10. RULE, A. R.; KIRBY, D. C.; DAHLIN, D.C. Recent advances in beneficiation of western phosphates. Mining Engineering, Littleton, 30(1):37-40, Jan. 1978.
-

11. HOUDT, R. et alii. Selective flotation of phosphatic ores having a siliceous and/or a carbonated gangue. International Journal of Mineral Processing., Amsterdam, 14(4):245-64, Jun. 1985.
12. LAWVER, J. E. et alii. Beneficiation of dolomitic Florida phosphate reserves. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 15, Toronto, 1982.
13. BUSNARDO, C. A. et alii. New Strategies for classification yields by gains at Brazil's Serrana phosphate. Engineering Mining Journal, Chicago, 185:70-4, Apr. 1984.
14. ANANTHARADMANABHAN, K. P. et alii. The role of dissolved mineral species in calcite-apatite flotation. New York, Columbia University, Henry Krumb School of Mines. 1978.
15. MENESES, L. A. D.; BRAGA, C. E. S. Treatment and solubilization of igneous phosphates rock at the Serrana/Quimbrasil complex of Jacupiranga. s.n.t.
16. ASSIS, S. M.; SILVA, J. M.; ARAUJO, A. C. A new approach for the flotation of Brazilian phosphates ores. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 16, Sweden, 1988.

BOLETIM TÉCNICO - TEXTOS PUBLICADOS

BT/PMI/001 - Características Geométricas da Escavação Mecânica em Mineração: Exemplo da Escavadora de Caçamba de Arraste - ANTONIO STELLIN JUNIOR

BT/PMI/002 - Prospecção Geoquímica Experimental na Ocorrência de ouro Tapera Grande - PAULO BELJAVSKIS, HELMUT BORN

