



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS
MESTRADO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE MINAS

FELICIO DE FREITAS SIMÕES

AVALIAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE APATITA UTILIZANDO ETAPAS DE FLOTAÇÃO E
SEPARAÇÃO MAGNÉTICA DE ALTO CAMPO

Araxá/MG

2023

FELICIO DE FREITAS SIMÕES

**AVALIAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE APATITA UTILIZANDO ETAPAS DE FLOTAÇÃO E
SEPARAÇÃO MAGNÉTICA DE ALTO CAMPO**

Dissertação apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas do Centro Federal de Educação Tecnológica, como requisito à obtenção do título de Mestre.

Mês/ano de ingresso: 05/2021

Área de concentração: Engenharia de Minas

Linha de pesquisa: Processamento de minérios e Rejeitos

Orientadora: Prof. Dra. Michelly dos Santos Oliveira

Coorientador: Prof. Dr. Natal Junio Pires

APROVADA: 25 de agosto de 2023.

Felício de Freitas Simões

Prof. Dra. Michelly dos Santos Oliveira

Araxá/MG

2023

**ATA DA 22ª DEFESA DE DISSERTAÇÃO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS –
MESTRADO PROFISSIONAL**

Aos 25 (vinte e cinco) dias do mês de agosto do ano de 2023 (dois mil e vinte três), às 08h30min (oito horas e trinta minutos), através da Plataforma Microsoft TEAMS, foi instalada a Sessão Pública para a Defesa de Dissertação do Mestrando FELÍCIO DE FREITAS SIMÕES, *sob a forma parcialmente remota (Resolução CPPG 08/2020, de 09/07/2020; Resolução CEPE 09/2020, de 17/11/2020)*, sendo a banca examinadora composta pela Profa. Dr(a). Michelly dos Santos Oliveira (Presidente) – CEFET- MG, Prof. Dr. Natal Junio Pires (Coorientador) - CEFET- MG, Prof. Dr. Roberto Galery (Membro externo) – Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Dr. Francisco Gregianin Testa (Membro externo) – (CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração) e Prof. Dr. Leandro Henrique Santos (Membro externo) – CEFET-MG.

Dando início aos trabalhos o(a) Presidente, com base no Regulamento do Programa e nas Normas que regem as Sessões de Defesa de Dissertação, concedeu ao Mestrando Felício de Freitas Simões, até 40 (quarenta) minutos para a apresentação do seu trabalho intitulado “AVALIAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE APATITA UTILIZANDO ETAPAS DE FLOTAÇÃO E SEPARAÇÃO MAGNÉTICA DE ALTO CAMPO”, na Área de Concentração: *Engenharia de Minas* e Linha de Pesquisa Processamento de Minério e Rejeitos. Terminada a exposição, a Presidente da Banca examinadora passou a arguição do candidato pelos membros da banca examinadora. Dando continuidade, ainda de acordo com as normas que regem a Sessão, a Presidente solicitou aos presentes que se retirassem do recinto para que a banca examinadora procedesse a análise e decisão, anunciando, a seguir publicamente, que o Mestrando foi aprovado com recomendações, por unanimidade. Para constar, foi lavrada a presente ATA que, após aprovada, vai assinada pelos membros da Banca Examinadora e pelo Mestrando.

Araxá, 25 de agosto de 2023

Profa. Dra. Michelly dos Santos Oliveira
Presidente (CEFET-MG)

Prof. Dr. Natal Junio Pires
Coorientador (CEFET-MG)

Prof. Dr. Roberto Galery
Membro externo (UFMG)

Engº Dr. Francisco Gregianin Testa
Membro externo (CBMM)

Prof. Dr. Leandro Henrique Santos
Membro externo (CEFET-MG)

Engº Felício de Freitas Simões
Discente



Emitido em 25/08/2023

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 5/2023 - PPGEMIN (11.52.17)

(Nº do Protocolo: NÃO PROTOCOLADO)

(Assinado digitalmente em 28/08/2023 11:11)

LEANDRO HENRIQUE SANTOS
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DMCAX (11.57.04)
Matrícula: ###560#3

(Assinado digitalmente em 29/08/2023 10:01)

MICHELLY DOS SANTOS OLIVEIRA
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DMCAX (11.57.04)
Matrícula: ###233#2

(Assinado digitalmente em 28/08/2023 08:32)

NATAL JUNIO PIRES
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DFGAX (11.57.03)
Matrícula: ###455#9

(Assinado digitalmente em 29/08/2023 09:48)

FRANCISCO GREGIANIN TESTA
ASSINANTE EXTERNO
CPF: ###.###.350-##

(Assinado digitalmente em 28/08/2023 12:24)

FELÍCIO DE FREITAS SIMÕES
DISCENTE
Matrícula: 2021#####8

Visualize o documento original em <https://sig.cefetmg.br/documentos/> informando seu número: 5, ano: 2023, tipo: **ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**, data de emissão: **26/08/2023** e o código de verificação: **7ce7101318**

Simões, Felício de Freitas
S593a Avaliação da concentração de apatita utilizando etapas de flotação e separação magnética de alto campo / Felício de Freitas Simões. – 2023.
81 f. : il.

Orientadora: Profa. Dra. Michelly dos Santos
Oliveira. Coorientador: Prof. Dr. Natal Junio Pires.

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Araxá, 2023.
Bibliografia.

1. Beneficiamento de minérios – Teses. 2. Flotação – Teses. 3. Magnetita – Teses. I. Oliveira, Michelly dos Santos. II. Pires, Natal Junio. III. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.
IV. Título.

CDU 622.7

Aos meus amores e maiores incentivadores,
Celia, José, Nara, Pulinha, Lulu e Mari

AGRADECIMENTOS

Um agradecimento especial à minha orientadora Michelly dos Santos e ao professor Natal Junio Pires pelos ensinamentos e por tornarem esta conquista possível.

À toda minha família, em especial aos meus pais José e Célia, minha irmã Nara e minha esposa Pulinha pelos momentos que me ausentei.

Ao CEFET-MG por possibilitar, com grande qualidade no ensino, minha formação no ensino médio e agora no Mestrado Profissional.

Aos professores do departamento de engenharia de minas da UFMG, onde despertei minha paixão pela mineração.

A Mosaic Fertilizantes, por ter possibilitado um grande aprendizado em beneficiamento de fosfato nos últimos anos, em especial a Lilian Lis, João Carlos, Josiane e Janaina.

Aos amigos da engenharia de processo e laboratório da empresa pelos ensinamentos e aprendizados e a parceria de sempre.

Por fim, obrigado a todos que me ajudaram nesta conquista.

RESUMO

Atualmente, a utilização de etapa de separação magnética de alto campo em minérios de fosfato é aplicada após a etapa de flotação, no concentrado. Essa aplicação tem o objetivo de retirar minerais que contenham ferro para melhorar a qualidade do concentrado fosfático e reduzir impactos no processo químico subsequente de produção de fertilizantes. Com o objetivo de remover minerais contaminantes que prejudicam a recuperação de P_2O_5 na flotação, este trabalho avaliou a aplicação de uma etapa de separação magnética de alta intensidade (SMAI) na rota de beneficiamento do minério de fosfato antecedendo a flotação. A amostra empregada foi o minério fosfático de uma mina localizada em Patrocínio/MG. Para isso, foram realizados testes comparativos avaliando três situações: flotação sem SMAI; flotação com posterior SMAI; flotação com etapa prévia de SMAI. Para a separação magnética de alto campo, foi utilizada matriz de 3mm e foram avaliados três campos magnéticos diferentes – 11.500, 13.500 e 15.500 Gauss. A separação magnética de alta intensidade, aplicada como etapa anterior à flotação apresentou resultados estatisticamente satisfatórios quando comparada aos resultados considerando esta operação após a etapa de flotação. Na condição de otimização da resposta obteve-se 92,3% de recuperação metalúrgica com 35% de P_2O_5 no concentrado que também é um resultado superior a recuperação metalúrgica do circuito sem considerar a etapa de SMAI que foi de 89,4%, com 35% de P_2O_5 . A separação magnética promoveu a remoção de minerais contaminantes ilmenita, rutilo, perovskita, óxidos de ferro resultaram em uma melhor recuperação de apatita na flotação do produto não magnético. O estudo realizado demonstrou potencial ganho de desempenho industrial com a instalação de etapa de separação magnética de alto campo antes da flotação de apatita.

Palavras-chave: Separação Magnética de Alta Intensidade. Minério de fosfato. Flotação de apatita.

ABSTRACT

The use of the Wet High Intensity Magnetic Separator (WHIMS) stage in phosphate ores has been currently applied in the concentrate after the flotation stage. This application aims to remove minerals containing iron in order to improve the quality of the phosphate concentrate and reduce the impacts on the subsequent chemical process of the production of fertilizers. Aiming to remove contaminating minerals that impair the recovery of P_2O_5 during flotation, this work assessed the application of a WHIMS stage in the phosphate ore beneficiation route prior to flotation. A sample of phosphate ore from a mine located in Patrocínio/MG was hereby utilized. For this, comparative tests evaluating three situations were carried out: flotation without a WHIMS stage; flotation with a subsequent WHIMS stage; flotation with a previous WHIMS stage. To carry out the WHIMS, a 3mm matrix will be used and three different magnetic fields will be evaluated – 11,500, 13,500 and 15,500 Gauss. The high-intensity magnetic separation, applied as a stage prior to flotation, showed statistically satisfactory results when compared to the those considering this operation after the flotation stage. As for the response optimization, 92.31% of metallurgical recovery was obtained with 35% of P_2O_5 in the concentrate, which is also a result superior to the metallurgical recovery of the circuit without considering the WHIMS stage, which was of 89.4% with 35% of P_2O_5 . The removal of the contaminating minerals ilmenite, rutile, perovskite, iron oxides resulted in a better recovery of apatite in the flotation of the non-magnetic product. The study carried out demonstrated a potential gain toward industrial performance with the installation of a high-intensity magnetic separation stage prior to apatite flotation.

Keywords: Wet High Intensity Magnetic Separation. Phosphate Ore. Apatite Flotation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma descritivo típico-Beneficiamento minério fosfático ígneo brasileiro ...	15
Figura 2 – Separador magnético industrial.....	18
Figura 3 – Separador WHIMS.....	19
Figura 4 - Diagrama representativo dos separadores a úmido de alta intensidade de carrossel para circuito contínuo.....	19
Figura 5 - Recuperação obtida para hematita de maior susceptibilidade magnética (hematita-1): (a) -44+33 μ m; (b) -33+23 μ m; (c) -23+15 μ m; (d) -15+11 μ m e (e) -11 μ m (eixo x contém dos valores de campo magnético em tesla).....	20
Figura 6 - Recuperação obtida para a hematita de menor susceptibilidade magnética, (hematita-2): (a) -44+33 μ m; (b) -33+23 μ m; (c) -23+15 μ m; (d) -15+11 μ m e (e) -11 μ m. (eixo x contém dos valores de campo magnético em tesla).	20
Figura 7 - Teste padrão de flotação em bancada de apatita	28
Figura 8 - Célula de flotação tipo Denver com ar aspirado.....	28
Figura 9 - Fluxograma com adição de SMAI após a etapa de flotação.	29
Figura 10 - Fluxograma com adição de SMAI anterior a etapa de flotação.	29
Figura 11 – Análise Granulométrica da Amostra A realizada em peneiras.....	34
Figura 12 – Gráfico de efeitos principais para os óxidos	41
Figura 13 - Difratoograma de raio X – Produto não magnético	45
Figura 14 - Fases identificadas – Produto não magnético.....	45
Figura 15 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 16.....	46
Figura 16 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo e Área em azul são apresentadas em detalhe no Apêndice.....	47
Figura 17 – Imagem de BSE- Identificação dos minerais – Produto não magnético	47
Figura 18 - Difratoograma de raio X.....	48
Figura 19 – Fases identificadas – Produto Magnético.....	49
Figura 20 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 21. Área em azul, no Apêndice.....	50
Figura 21 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe no Apêndice.	51
Figura 22 – Imagem de BSE- Identificação dos minerais – Produto magnético	52
Figura 23 - Comparativo BSE – Amostras produto magnético e não magnético	52
Figura 24 -. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 25.....	69

Figura 25 -. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 26. Área em azul, na Figura 28.	69
Figura 26 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 27.	70
Figura 27. Imagem de BSE. Os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	70
Figura 28 - Imagem de BSE. Os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	71
Figura 29- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 30.	71
Figura 30- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 31.	72
Figura 31- Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	72
Figura 32-. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 33. Área em azul, na Figura 36.	74
Figura 33 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 34.	75
Figura 34- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 35.	76
Figura 35- Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	77
Figura 36-Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	77
Figura 37- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A área em amarelo está apresentada na Figura 38.	78
Figura 38 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 39.	79
Figura 39 - Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Susceptibilidade magnética de alguns minerais.....	16
Tabela 2 - Variáveis da flotação.....	29
Tabela 3 - Valores das variáveis dos testes de SMAI	30
Tabela 4 - Matriz para plano fatorial.....	31
Tabela 5 - Resultado da análise química da amostra A feito por FRX	33
Tabela 6 – Resultado de análise granuloquímica da Amostra A	34
Tabela 7 - Resultados testes flotação Amostra A.....	35
Tabela 8 - Cálculo recuperação metalúrgica para teste de flotação com 35% P_2O_5	35
Tabela 9 - Resultados do planejamento fatorial	36
Tabela 10 - Passos da análise estatística	37
Tabela 11 – Fatores A , B e C.....	38
Tabela 12 - Análise estatística do modelo “Recuperação Metalúrgica Total”	38
Tabela 13 - Análise estatística do modelo simplificado “Recuperação Metalúrgica Total”	39
Tabela 14 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):	40
Tabela 15 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo 2):	40
Tabela 16 - Fatores com influência significativa nas respostas	41
Tabela 17 – Alvo da otimização da resposta.....	42
Tabela 18 – Solução da otimização de resposta.....	42
Tabela 19 – EP, IC e IP do resultado da otimização	42
Tabela 20- Resultado de análise química para Produto Não magnético do teste Otimizado	43
Tabela 21 - Minerais identificados – Produto não magnético	44
Tabela 22 - Resultado de análise química para produto magnético do teste otimizado	47
Tabela 23 - Minerais Identificados – Produto Magnético.....	48
Tabela 24 - Distribuição dos elementos em cada produto.....	53
Tabela 25 - Resultado de análise química do concentrado final	54
Tabela 26 - Análise estatística do modelo completo “teor de P_2O_5 ”	60
Tabela 27 - Análise estatística do modelo simplificado “teor de P_2O_5 ”	61
Tabela 28 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):	61
Tabela 29 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):	61
Tabela 30 - Análise estatística do modelo completo “teor de Fe_2O_3 ”	62
Tabela 31- Análise estatística do modelo simplificado “teor de Fe_2O_3 ”	63
Tabela 32- Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):	63
Tabela 33 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo 2):	63
Tabela 34- Análise estatística do modelo completo “teor de SiO_2 ”	64

Tabela 35- Análise estatística do modelo simplificado “teor de SiO_2 ”.....	65
Tabela 36 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):	65
Tabela 37- Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):	65
Tabela 38- Análise estatística do modelo completo “teor de Al_2O_3 ”.....	66
Tabela 39- Análise estatística do modelo simplificado “teor de Al_2O_3 ”	67
Tabela 40- Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):	67
Tabela 41- Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):	67

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

CEPEA	Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada
CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
Conab	Companhia Nacional de Abastecimento
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ICDD	<i>Internacional Centre for Diffraction Data</i>
SMAI	Separação Magnética de Alta Intensidade
SMBI	Separação Magnética de Baixa Intensidade
WHIMS	<i>Wet High Intensity Magnetic Separator</i>

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	9
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
2.1. Aspectos gerais sobre o fosfato	12
2.2. Mineralogia	13
2.3. Geologia	14
2.4. Beneficiamento do minério fosfático	14
2.5. Separação magnética	15
2.5.1. Equipamentos de separação magnética	17
2.5.2. Influência da granulometria na separação magnética	19
2.5.3. Separação magnética aplicada ao minério fosfático	20
2.6. Flotação direta de apatita	21
2.7. Planejamento Fatorial e ANOVA (análise de variância)	22
3. METODOLOGIA	27
3.1. Amostragem	27
3.1.1. Preparação das amostras	27
3.1.2. Caracterização da amostra	28
3.2. Testes	28
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	33
4.1. Caracterização da Amostra	33
4.2. Teste flotação – Condições padrões (sem SMAI)	35
4.3. Resultados Planejamento Fatorial	35
4.4. Análise estatística – Planejamento Fatorial	37
4.4.1. Análise estatística – Otimização da Resposta	42
4.5. Análise mineralógica – Teste de melhor desempenho	43
4.5.1. Produto Não Magnético	43
4.5.2. Produto Magnético	47
4.5.3. Análise comparativa – Produto magnético e não magnético	52
4.6. Avaliação contaminantes no concentrado – 3 circuitos	53
5. CONCLUSÃO	55
6. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	56
7. REFERÊNCIAS	57
8. APENDICE	60

8.1.	Análise estatística detalhada	60
8.1.1.	Análise estatística – teor de P_2O_5 (%)	60
8.1.2.	Análise estatística – teor de Fe_2O_3 (%)	62
8.1.3.	Análise estatística – Teor de SiO_2 (%)	64
8.1.4.	Análise estatística – Teor de Al_2O_3 (%)	66
8.2.	Análise Mineralógica	68
8.2.1.	Análise Mineralógica – Produto não magnético	68
8.2.2.	Análise Mineralógica – Produto Magnético	73

1. INTRODUÇÃO

Há algumas décadas, o setor agropecuário tem se destacado no Brasil, principalmente no que diz respeito ao crescimento na economia. Um dos principais motivos são os ganhos sucessivos de produtividade, algo que nenhum setor experimentou. Considerando condições climáticas favoráveis para o restante do ano, estima-se uma produção no ciclo 2022/2023 de 312,5 milhões de toneladas, representando um crescimento de 15% em relação ao período anterior (CONAB, 2023).

A importância do agronegócio não se restringe somente ao volume da safra ou à venda de grãos para o exterior. O agronegócio também gerou emprego, renda e, ao longo do tempo, reduziu o preço dos alimentos, possibilitando seu acesso a alimentos por uma maior parte da população. A população ocupada no campo está em mais de 18 milhões de pessoas, que representam aproximadamente 20% do mercado de trabalho (CEPEA, 2022).

O aumento da produção do setor agrícola está diretamente relacionado ao aumento da produtividade através de novas tecnologias e, entre elas, pode-se destacar a utilização de fertilizantes. Para o desenvolvimento do setor de fertilizantes do Brasil, foi preponderante a produção de matérias-primas básicas, como o concentrado fosfático. Esses concentrados fosfáticos produzidos a partir de rochas nacionais têm permitido a produção de fertilizantes com qualidade e custos competitivos com a indústria mundial. Um ponto que favorece a competitividade dos fertilizantes brasileiros em relação aos importados é que as minas de fosfato do Brasil, em sua grande maioria, estão próximas das regiões de maior consumo de fertilizantes, reduzindo-se, assim os custos de frete. Essa matéria-prima básica constitui o elemento primário, que alavanca todo o restante da cadeia do agronegócio. Sem esse efeito, não se teria atingido a situação atual do setor agrícola brasileiro (BARROS, 2005).

A produção de concentrado fosfático no Brasil se dá através do beneficiamento de minério para a recuperação do mineral apatita, utilizando principalmente a etapa de flotação com coletor aniônico (ácidos graxos saponificados, sarcosinatos) e amido gelatinizado como coletor. Entretanto, algumas minas de fosfato contêm contaminantes que dificultam a recuperação da apatita. Isto ocorre por exemplo, em minérios micáceos ou sílico-carbonatado (SIMÕES *et al.*, 2019).

A recuperação da apatita de forma seletiva contida em minérios micáceos ou sílico-carbonatado tem sido um desafio para profissionais da área mineral. Na literatura, existem vários estudos com amostras de minério de diversas minas de fosfato (micáceos) principalmente na área de flotação. Para o minério da jazida de Salitre I, localizada em Patrocínio/MG, não tem sido diferente: um dos principais desafios é a separação da apatita dos filossilicatos (SIMÕES *et al.*, 2019).

Segundo Barbosa (2009), o domo de Salitre I é caracterizado pela associação de rochas de filiação silicática (perovskita bebedourito, melanita bebedourito, olivina bebedourito) recortadas por veios e diques de carbonatito e foscorito radiais e concêntricos. A apatita, mineral de minério, ocorre tanto nas rochas silicáticas como nas carbonatíticas. A flogopita representa de 20 a 40% da rocha bebedourítica, enquanto o diopsídio contido varia de 20 a 50%. Durante a história geológica do depósito, processos físico-químicos de intemperismo atuaram nas rochas originais resultando num espesso perfil regolítico de mais de 100m com variações químicas e mineralógicas verticais e laterais, onde o horizonte de predomínio de materiais mais oxidados, ausentes de carbonatos e pobres em filossilicatos, representa menos de 20m de espessura, sendo os horizontes inferiores compostos de filossilicatos (vermiculita, hidrobiotita, esmectita) e carbonato.

A presença de filossilicatos como minerais de ganga pode prejudicar a flotação de apatita. Dessa forma, o beneficiamento industrial do minério micáceo e sílico-carbonatado de Salitre I tem demonstrado dificuldade na recuperação da apatita, principalmente na etapa de flotação.

Testes realizados com amostras de minério de fosfato indicaram eficiência na separação da apatita de outros minerais por meio da propriedade diferenciadora susceptibilidade magnética utilizando como equipamento para separação o separador magnético Frantz de Barreira com campo magnético de 4.000 Gauss e 10.000 Gauss. No entanto, deve-se atentar que todo o processo é realizado de forma detalhada e fracionada granulometricamente, com as amostras previamente afundadas em líquido denso (BARROS, 2005; ULIANA, 2010). O teste indica que há um potencial de êxito no uso da separação magnética, em escala industrial, para pré-concentração desses minérios complexos.

Diante disso, este estudo tem o objetivo de avaliar, em escala de bancada, a recuperação da apatita do minério com presença de filossilicatos de uma mina de fosfato em Patrocínio/MG por meio de separação magnética de alto campo e flotação. Além disso, espera-se alcançar uma avaliação robusta da influência do uso da Separação Magnética de Alta Intensidade (SMAI) na concentração do fosfato para esse minério.

1.1. Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo é a avaliação da aplicação da etapa de SMAI prévia à flotação de apatita para uma amostra de minério fosfático contendo minerais micáceo da mina Salitre I de Patrocínio/MG.

1.2. Objetivos específicos

- Avaliar a eficiência da etapa de SMAI prévia a flotação de fosfato para separação de apatita de filossilicatos e minerais magnéticos utilizando planejamento fatorial de experimentos.
- Definir modelo para prever resultados de recuperação metalúrgica em função das variáveis avaliadas no estudo;
- Investigar a mineralogia dos produtos obtidos na separação magnética de alto campo;
- Avaliar a qualidade do concentrado apatítico obtido após a flotação considerando os contaminantes Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 .

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são descritos os principais conceitos utilizados durante o trabalho, aspectos gerais sobre o fosfato e informações sobre o seu beneficiamento. Além de abordar temas como flotação de apatita, separação magnética e planejamento fatorial.

2.1. Aspectos gerais sobre o fosfato

Integrante do grupo 15 da tabela periódica dos elementos e com número atômico de 15, o fósforo é um elemento comum no globo terrestre e reativo com diversos compostos importantes. Trata-se de um elemento não metálico, que não se encontra livre ou puro na natureza e é um elemento único, não havendo substituto e nem reposição para ele. O fósforo ocorre em rochas de depósitos de origens sedimentares, ígneos e biogenéticos. Os depósitos sedimentares e os depósitos de origem ígnea, são os mais relevantes devido ao maior volume e também do ponto de vista econômico. Depósitos biogenéticos são de menor volume e são caracterizados por concentrações orgânicas nitrogenadas, originadas pelos dejetos de aves. Os minérios de fosfatos originados de sedimentos marinhos estão localizados principalmente nos Estados Unidos, sudeste do México, Marrocos, noroeste do Saara e Oriente Médio. Já os minérios de fosfatos originários de depósitos ígneos estão presentes na África do Sul, Rússia, Finlândia e Brasil, entre outras áreas. No Brasil, cerca de 80% das jazidas de fosfatos naturais são de origem ígnea com presença acentuada de rocha carbonatítica e minerais micáceos com baixo teor de P_2O_5 , enquanto em termos mundiais esse percentual está em torno de 17% (DNPM, 2009).

Os fosfatos de origem ígnea, que são as maiores jazidas de fosfato em operação no Brasil, são utilizados na indústria de fertilizantes após sofrerem concentração nas usinas de beneficiamento. Normalmente, o teor de P_2O_5 do minério proveniente da mina é enriquecido de proximamente 10% para próximo de 35% no concentrado final. Os concentrados fosfáticos são comercialmente expressos sob a forma de pentóxido de fósforo (P_2O_5). A maioria dos minerais de minérios de fósforo dessas rochas pertencem ao grupo da apatita, representado pela fórmula: $Ca_5 (F, Cl, OH) (PO_4)_3$ – que é um fosfato cristalino de cálcio com flúor, de cor variável, brilho vítreo, dureza cinco, densidade entre 3,1 a 3,2 g/cm³, apresentando fratura conchoidal, com teor de P_2O_5 nesse tipo de depósito oscilando de 4 a 15% (AMARAL, 2005).

Aproveitar o fósforo sob a forma de pentóxido de fósforo (P_2O_5) é uma necessidade única, para que se possa, através de processos mecânicos e químicos, produzir fertilizantes. Quando inserido no solo, esse fertilizante substitui as quantidades dos elementos vitais – nutrientes, como oxigênio, carbono, nitrogênio, fósforo, potássio e cálcio – que foram retirados pelas plantas, tornando-o apto para novas plantações ou utilizações. E, assim se procedendo, no Brasil e no mundo, é possível garantir solos férteis para gerar e manter a indústria

agropecuária mundial, capaz de sustentar o contingente de bilhões de seres humanos e manter as condições vitais da fauna e flora no globo terrestre (AMARAL, 2005).

2.2. Mineralogia

Sobre mineralogia associada ao fósforo, existem mais de 300 minerais com teores de fósforo acima de 10 %. Desses minerais, 96 apresentam teores superiores aos da apatita (18,43 % de P). A grande maioria tem apenas significado científico e mineralógico. Apenas os da série da apatita constituem minerais de minério. Para ratificar esta complexidade dos minérios fosfatados, destaca-se que (LAPIDO-LOUREIRO *et al.*, 2008):

- o radical PO_4^{3-} combina-se com mais de 30 elementos para formar minerais fosfatados;
- nesses minerais, pode haver um grande número e variedade de substituições entre íons similares;
- praticamente todos os elementos, por vezes apenas em traços, são encontrados nos minerais fosfatados;
- são muito comuns substituições P-As-P, com formação de soluções sólidas completas, entre alguns fosfatos e arsenatos;
- em temperaturas elevadas, substituições entre fosfatos e silicatos são possíveis de acontecer. Assim, é quase impossível estabelecer uma única fórmula satisfatória para muitos dos minerais fosfatados.

Embora o fósforo esteja presente em numerosos minerais, as variedades fluorapatita $(\text{PO}_4)_3\text{Ca}_5\text{F}$, hidroxiapatita $(\text{PO}_4)_3\text{Ca}_5(\text{OH})$ e, mais raramente, cloroapatita $(\text{PO}_4)_3\text{Ca}_5\text{Cl}$ ocorrem nas rochas de origem ígnea, principalmente em carbonatitos, como minerais de minério (DANA; HURLBUT, 1969).

As características mineralógicas, químicas e texturais dos minérios/concentrados fosfáticos determinam a melhor opção para seu beneficiamento e remoção de impurezas; o melhor processo químico e a vantagem de sua utilização como rocha fosfática de aplicação direta (ZAPATA; ROY, 2004).

Entre os minerais de ganga encontrados nos minérios fosfáticos, os filossilicatos são minerais de grande interesse neste estudo. O grupo dos Filossilicatos é um subgrupo de minerais da classe dos silicatos que tem uma estrutura constituída pela alternância entre folhas bidimensionais formadas por tetraedros de SiO_4 polimerizados, e folhas bidimensionais, formadas por octaedros coordenados, via de regra, por átomos de Mg ou Al. Esse grupo de minerais é bastante numeroso (cerca de 220 minerais são classificados como filossilicatos), e tem grande importância para a geologia, pedologia e para a indústria. Filossilicatos são constituintes essenciais de muitas rochas metamórficas, magmáticas, sedimentares e de

solos. Resultam de processos metamórficos, magmáticos, hidrotermais, diagenéticos e intempéricos, sendo usados na indústria como carga, matéria-prima para cerâmica, desodorizantes etc (NAVARRO *et al.*, 2017).

2.3. Geologia

Detalhando um pouco mais sobre a geologia dos materiais fosfáticos no Brasil, eles ocorrem basicamente em seis ambientes geológicos distintos (MELFI *et al.*, 2016). Destes, destacam-se quatro:

1. Depósitos Magmáticos: (i) associados a complexos intrusivos alcalinos, alcalino-carbonatíticos, hiper-alcalinos e ultrabásicos, metamorizados ou não; (ii) associados a rochas pegmatíticas de natureza ácida ou alcalina que cortam mármores/calcssilicáticas e; (iii) relacionados a associação de rochas Anortosito-Mangerito-Granito Rapakivi.

2. Depósitos Sedimentares: incluem depósitos marinhos sedimentares e metassedimentares representados por fosforitos e rochas fosfatadas, distribuídos desde o cenozoico ao paleoproterozoico.

3. Depósitos Residuais Meteóricos: depósitos de fosfato resultantes do enriquecimento, devido a processos de intemperismo.

4. Depósitos fosfáticos residuais zoógenos ou tipo Ilha: depósitos de Guano, que são acumulações de excrementos de aves (menos de 1% das reservas mundiais naturais de fosfato).

No Brasil, cerca de 95% da capacidade nominal de produção de concentrados apatíticos resulta de minérios associados a complexos alcalino carbonatíticos cuja composição mineralógica é muito variável, até dentro da própria jazida.

2.4. Beneficiamento do minério fosfático

O beneficiamento do mineral apatita tem como objetivo atingir um concentrado com a qualidade adequada para sua utilização como matéria-prima na fabricação de fertilizantes. Isso significa que ele deve ter um teor médio de P_2O_5 de 35% e baixos teores de impurezas (TESTA, 2008). Os processos de beneficiamento de minérios fosfáticos, no Brasil, como ilustrado na Figura 1, compreendem, normalmente, as etapas de: 1) britagem (primária, secundária e até terciária, por vezes); 2) estocagem, homogeneização e retomada; 3) moagem primária e separação magnética de baixo campo (SMBI); 4) moagem secundária e classificação; 5) deslamagem e microdeslamagem; 6) concentração por flotação; 7) separação magnética de alto campo (SMAI); e 8) espessamento e filtragem.

susceptibilidade magnética negativa e, portanto, são repelidos quando submetidos a um campo magnético (WILLS; FINCH, 2016). A Tabela 1 apresenta a susceptibilidade magnética de alguns minerais.

Tabela 1 - Susceptibilidade magnética de alguns minerais

Mineral	Suscetibilidade magnética ($X_m \times 10^6$ meu/g)	Observações
Magnetita	20000 - 80000	Ferromagnética (magnética forte)
Pirrotita	1500 - 6100	
Hematita	172 - 290	Paramagnética (magnética fraca)
Ilmenita	113 - 271	
Siderita	56 - 65	
Cromita	53 - 125	
Biotita	23 - 80	
Goetita	21 - 25	
Monazita	18,9	
Malaquita	8,50 – 15,00	Diamagnética (repelente)
Bornita	8,00 – 14,00	
Rutilo	2,00	
Pirita	0,21	
Cassiterita	-0,08	
Fluorita	-0,28	
Galena	-0,35	
Calcita	-0,38	
Quartzo	-0,46	
Gesso	-1,00	
Esfalerita	-1,20	
Apatita	-2,64	

Fonte: Adaptado de Metso Outotec (2021)

Segundo Metso Outotec (2021), a separação magnética pode ser classificada em quatro categorias, dependendo do meio utilizado e da intensidade de campo: separação magnética a seco, de baixa e de alta intensidade, e separação magnética a úmido, de alta e baixa intensidade.

Com o avanço da tecnologia e da ciência dos materiais, atualmente, já é possível a fabricação de separadores magnéticos com campos mais elevados que os convencionais, atingindo intensidade de até 6T (60.000G) através do uso de tecnologia de supercondutores. Outra aplicação comum para atingir campos maiores é a utilização de ímãs permanentes, constituídos de elementos de terras-raras.

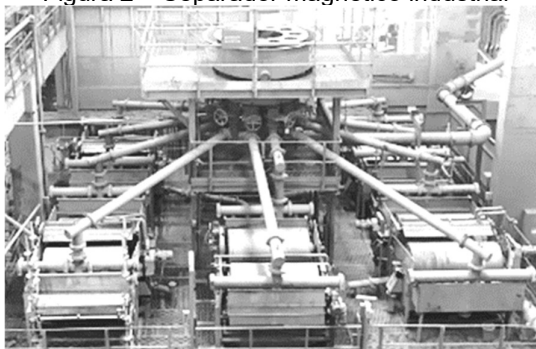
2.5.1. Equipamentos de separação magnética

Os equipamentos de separação magnética podem ser classificados de acordo com sua utilização em dois conjuntos: separação a seco e a úmido, como mencionado anteriormente. Outra divisão importante está relacionada a intensidade do campo magnético utilizada no equipamento, que pode ser dividido em baixo campo e alto campo (VALADÃO; ARAÚJO, 2012). Além disso, o conceito construtivo do equipamento e a forma que ele realizada a separação dos minerais também tem influência na classificação dos separadores magnéticos (METSO OUTOTEC, 2021). Assim, são denominados separadores de tambor, de rolos induzidos, de correias cruzadas, de carrossel dentre outros.

No grupo de separadores magnéticos a seco, os equipamentos mais utilizados são os de ímãs permanentes, de correias cruzadas, de rolos induzidos e de discos. Para separação magnética a úmido, destaca-se os separadores de tambor de baixa intensidade e os separadores de matrizes. Equipamentos com ímãs de terras-raras (ímã permanente) têm vantagens significativas em relação aos modelos convencionais com eletroímãs. Primeiramente porque não demandam corrente elétrica, nem dispositivos para resfriamento, além disso os campos magnéticos obtidos são estáveis e situam-se na faixa acima de 1T. Os equipamentos também são compactos e de fácil operação e o consumo de energia é excessivamente baixo, se comparado ao dos equipamentos com eletroímãs (SAMPAIO *et al.*, 2010).

Os separadores de rolos induzidos são os preferidos para uso em laboratório, por possibilitarem ajustes no campo magnético. Esse tipo de equipamento pode prover um campo de até 2T quando o fluxo de linhas de indução converge na região compreendida entre os rolos e os polos de indução. Para o controle da seletividade, são realizados ajustes da velocidade do rotor, ajustes do fluxo magnético na região de separação e posicionamento dos defletores de fluxo. Para os separadores de tambor de baixa intensidade, a operação consiste em introduzir a polpa de minério no tambor rotativo por meio de um alimentador. As intensidades de campo desses equipamentos atingem valores de até 0,2T. Partículas magnéticas aderem ao tambor rotativo no qual se encontra instalado o ímã e são descartadas do circuito como produto magnético (SAMPAIO *et al.*, 2010). A Figura 2 ilustra um conjunto de separadores magnéticos de baixo campo industrial.

Figura 2 – Separador magnético industrial

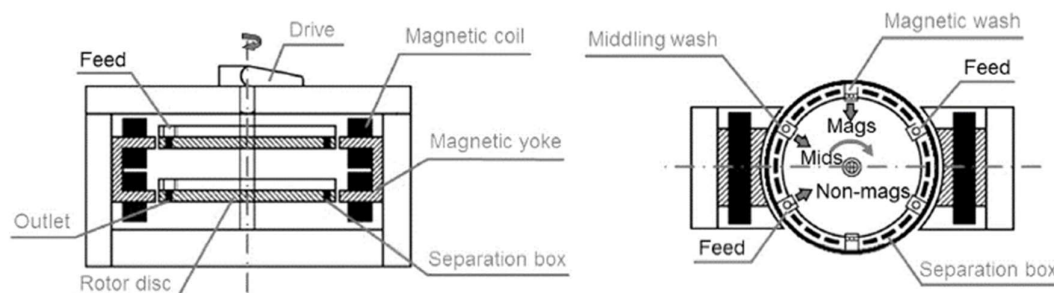


Fonte: Acervo do pesquisador

Separador de carrossel, ou simplesmente WHIMS (*Wet High Intensity Magnetic Separator*), é recomendado para o processamento de minérios moídos abaixo de 2,0mm, contidos em polpa com aproximadamente 30% de sólidos em peso. Esse equipamento separa minerais ferrosos fracamente magnéticos contidos no minério.

A Figura 3 ilustra as características essenciais do separador magnético a úmido de alta intensidade para circuito contínuo. Conforme descrito por Sampaio *et al.* (2010), o equipamento é composto de um anel rotativo na qual são instaladas as matrizes, às vezes chamado de carrossel, que atravessa um campo magnético gerado por bobinas onde passa uma corrente elétrica controlada. A alimentação é feita de modo que a polpa atravesse uma região com campo de alta intensidade. A fração magnética fica aderida as matrizes, devido ao campo magnético. Os minerais com baixa ou nula susceptibilidade magnética seguem o fluxo e são descarregados na parte inferior do equipamento. Os minerais que ficaram aderidos a matriz são descarregados após passarem por uma região com campo magnético reduzido. Nessa região, as partículas magnéticas remanescentes na matriz são descarregadas por meio de um jato d'água e, assim, torna-se possível a coleta da fração magnética num determinado ponto da calha coletora. A separação é obtida com seletividade, visto que facilmente se controlam as variáveis operacionais como: intensidade de campo, elemento de conversão de fluxo, taxa de alimentação, percentagem de sólidos na polpa, velocidade do anel rotativo ou rotor e descarga das partículas magnéticas. A Figura 4 apresenta detalhes de um separador de carrossel para circuito contínuo.

Figura 3 – Separador WHIMS



Fonte: Wills e Finch (2016)

Figura 4 - Diagrama representativo dos separadores a úmido de alta intensidade de carrossel para circuito contínuo.



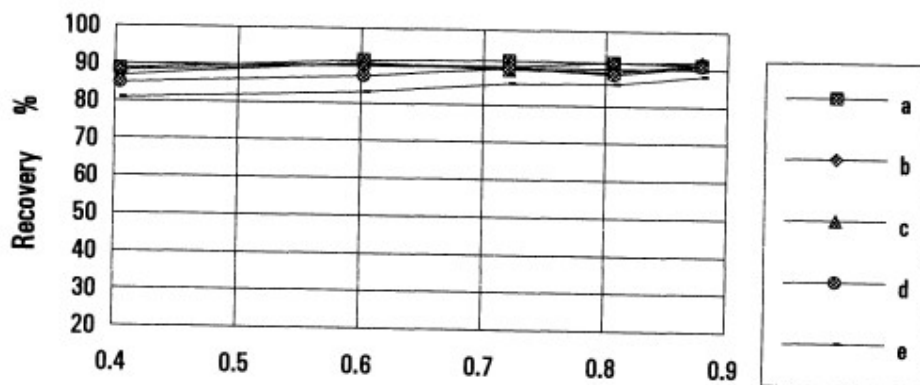
Fonte: Sampaio, Luz e França (2010, p. 376)

2.5.2. Influência da granulometria na separação magnética

De acordo com a pesquisa realizada por Shao *et al.* (1996), o impacto da granulometria das partículas na etapa de separação magnética varia dependendo da susceptibilidade magnética dos minerais. Quando se trata de minerais com alta susceptibilidade magnética, como os ferromagnéticos, a granulometria das partículas não tem influência nos resultados da separação magnética. Por outro lado, quando se trata de minerais com valores intermediários de susceptibilidade magnética, a granulometria das partículas passa a influenciar os resultados da separação magnética. A figura 5 ilustra os resultados de recuperação para uma amostra de hematita-1, com maior susceptibilidade magnética. Nesse caso, a granulometria não teve grande influência na recuperação para diferentes campos magnéticos. Já os resultados de recuperação para uma hematita-2, que possui menor susceptibilidade magnética (apresentados na figura 6), a granulometria teve influência na recuperação da hematita.

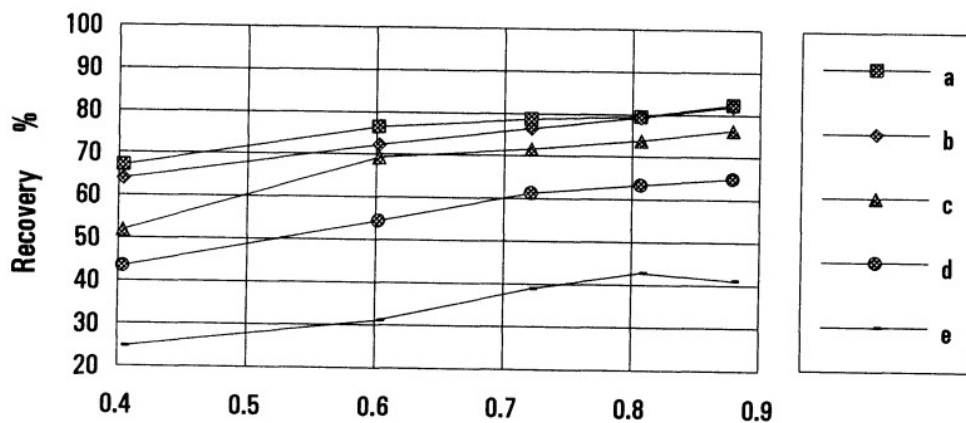
Essas descobertas destacam a importância de levar em consideração tanto a susceptibilidade magnética dos minerais quanto a granulometria das partículas ao realizar a separação magnética. Dependendo das características específicas dos minerais envolvidos, diferentes abordagens podem ser necessárias para otimizar a eficiência da separação magnética e obter resultados desejados.

Figura 5 - Recuperação obtida para hematita de maior susceptibilidade magnética (hematita-1): (a) - 44+33 μ m; (b) - 33+23 μ m; (c) - 23+15 μ m; (d) - 15+11 μ m e (e) - 11 μ m (eixo x contém dos valores de campo magnético em tesla).



Fonte: SHAO *et al.* (1996)

Figura 6 - Recuperação obtida para a hematita de menor susceptibilidade magnética, (hematita-2): (a) - 44+33 μ m; (b) - 33+23 μ m; (c) - 23+15 μ m; (d) - 15+11 μ m e (e) - 11 μ m. (eixo x contém dos valores de campo magnético em tesla).



Fonte: SHAO *et al.* (1996)

2.5.3. Separação magnética aplicada ao minério fosfático

A separação magnética é uma etapa utilizada com grande frequência em rotas de processamento de minérios de fosfato de jazidas de origem ígnea. Nesse tipo de material, existem minerais ferromagnéticos que podem ser retirados no início do processamento por

meio de etapas de separação magnética de baixo campo. Testes realizados com amostras provenientes da jazida de Salitre indicaram a necessidade de etapas de separação magnética de baixo campo e alto campo (BARROS, 2005). Normalmente, estes estágios de separação magnética são instalados após a moagem de bolas (separadores magnéticos de baixo campo para retirada de magnetita) e após a flotação (separadores magnéticos de alto campo para retirada de contaminantes no concentrado apatítico), como ilustrado na figura 1.

Estudos com amostra de minério fosfático indicam possibilidade de ganho na flotação da apatita (aumento da recuperação metalúrgica) inserindo uma etapa de separação magnética de alto campo prévia a flotação (SIMÕES *et al.*, 2019).

2.6. Flotação direta de apatita

A definição de flotação está relacionada a fazer um material de natureza hidrofóbica flutuar sobre uma fase líquida enquanto o material de natureza hidrofílica irá se depositar no fundo do recipiente. Esse processo é realizado agitando-se a polpa (partículas e água) e borbulhando-se ar através da mesma. As partículas hidrofóbicas aderem às bolhas que as transportam à superfície da suspensão. Este processo, ainda, requer a produção de espuma de modo que seja criada uma interface ar-líquido de grande área que deve ser estável. Desta forma, um ponto crucial na seletividade do processo de flotação é a diferença do grau de hidrofobicidade dos minerais envolvidos. O conceito de hidrofobicidade de uma partícula está associado à sua “molhabilidade” pela água: partículas mais hidrofóbicas são menos ávidas pela água, isto é, tem menor “molhabilidade” (WILLS; FINCH, 2016).

Um grande diferencial da concentração de minerais via etapa de flotação é a possibilidade de alterar a propriedade diferenciadora, a hidrofobicidade, dos minerais por meio da adição de reagentes. Os coletores são utilizados para aumentar o grau de hidrofobicidade das partículas objetivando sua flotação e os depressores buscam reduzir o grau de hidrofobicidade das partículas e/ou impedir a ação dos coletores na superfície dos minerais que se deseja afundar na polpa (BALTAR, 2010; WILLS; FINCH, 2016).

No caso do mineral apatita, objeto de estudo deste trabalho, para mudar a característica da superfície, é comum utilizar, como coletores, os ácidos carboxílicos com diferentes tamanhos de cadeia carbônica; como depressor dos minerais de ganga utiliza-se o amido de milho (KAWATRA; CARLSON, 2014).

Um outro ponto que interfere significativamente na flotação é a granulometria das partículas sólidas, além do tamanho de bolha considerado no sistema. Em um estudo realizado por Reis (2019), foi verificada a influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação de uma amostra de apatita de diferentes granulometrias: finas ($d_{3,2}=13,95\ \mu\text{m}$ onde $d_{3,2}$ é o diâmetro médio de Sauter), intermediárias ($d_{3,2}=50,86\ \mu\text{m}$) e grossas ($d_{3,2}=108,96\ \mu\text{m}$).

Na granulometria fina, bolhas pequenas favoreceram a flotação verdadeira devido à maior probabilidade de colisão e melhor qualidade de adesão. No entanto, essas bolhas pequenas apresentam baixa recuperação devido à sua baixa velocidade de ascensão. Por outro lado, bolhas grandes reduziram o teor obtido (flotação por arraste), mas aumentam a recuperação. Na faixa de tamanho de bolhas de 800 a 1000 micrometros, denominada de intermediária pela autora, obteve-se os melhores resultados ao equilibrar o teor de concentrado/recuperação e a flotação por arraste/flotação verdadeira.

Na granulometria grossa, também ocorreu o efeito de maior seletividade para bolhas pequenas, resultando em maior teor no concentrado, porém com baixa recuperação. Esse efeito também é observado com bolhas intermediárias, devido à maior chance de as partículas maiores se desprenderem das superfícies das bolhas. Com a velocidade de ascensão menor (bolhas pequenas e intermediárias), esse efeito foi intensificado. Os melhores resultados foram obtidos com bolhas maiores (REIS *et al.*, 2019). Na granulometria intermediária, o tamanho das bolhas teve pouca influência nos resultados. Independentemente do tamanho das bolhas (pequenas, intermediárias ou grandes), os resultados de teor e recuperação foram bastante semelhantes.

Essas observações ressaltam a importância de considerar a granulometria das partículas e o tamanho das bolhas na flotação, pois diferentes faixas granulométricas e tamanhos de bolhas podem influenciar os resultados de teor de concentrado, recuperação e o tipo de flotação predominante.

A flotação de fosfato é um processo complexo, pois o mineral apatita é frequentemente acompanhado de outros minerais, como quartzo, feldspato, mica e outros fosfatos, além de variações granulométricas significativas o que torna o processo de separação desafiador.

2.7. Planejamento Fatorial e ANOVA (análise de variância)

O planejamento fatorial é uma técnica estatística utilizada para investigar o efeito de múltiplos fatores na resposta de um processo (BARROS NETO *et al.*, 2002). Na mineração, essa técnica pode ser aplicada para otimizar vários processos, inclusive o processo de flotação de fosfato e separação magnética.

No planejamento fatorial, um experimento é projetado com o objetivo de estudar os efeitos principais e as interações entre vários fatores em relação a uma resposta. Os fatores podem ser variáveis físicas, químicas ou operacionais que afetam o processo (BARROS NETO *et al.*, 2002). A resposta pode ser qualquer variável que é influenciada pelos fatores, como a recuperação de apatia na flotação ou a recuperação de ferro na separação magnética.

O planejamento fatorial pode ser representado por uma matriz de experimentos, onde cada célula representa uma combinação única de níveis de cada fator. Cada fator pode ter dois ou mais níveis, geralmente representados por -1 e +1, que indicam um nível baixo e alto, respectivamente. O número total de experimentos é determinado pelo número de fatores e níveis, e pode ser calculado pela fórmula 2^k , onde k é o número de fatores.

A análise dos resultados do experimento é feita por meio de técnicas estatísticas, como a análise de variância (ANOVA) e a regressão múltipla. A ANOVA é usada para determinar se os efeitos dos fatores são estatisticamente significativos, enquanto a regressão múltipla é usada para modelar a relação entre os fatores e a resposta.

Na flotação de fosfato, dentre os fatores que podem ser investigados incluem a dosagem de coletor, o pH da polpa, a granulometria da alimentação e a dosagem de depressor. Ao projetar um experimento fatorial, o objetivo é determinar a combinação ideal de níveis de fatores que maximiza a recuperação de fosfato.

Um exemplo de planejamento fatorial para flotação de fosfato pode ser um experimento com três fatores: dosagem de coletor, pH da polpa e grau de saponificação do reagente conforme apresentado no estudo de De Masi Neto (2017). Cada fator pode ter dois níveis (-1 e +1) e, portanto, o número total de experimentos seria $2^3 = 8$. Após a realização dos experimentos, os dados são analisados por meio de ANOVA e regressão múltipla para determinar a combinação ideal de níveis que maximiza a recuperação de fosfato.

A ANOVA para testes fatoriais permite avaliar de forma conjunta os efeitos de múltiplos fatores e suas interações na variável de resposta. Ela fornece informações sobre quais fatores são significantes e como suas combinações afetam a variável de interesse. Essa análise é particularmente útil em estudos experimentais e em pesquisas que envolvem a avaliação de múltiplas variáveis independentes simultaneamente.

Ao realizar uma ANOVA para testes fatoriais, os seguintes elementos e estatísticas são considerados:

Fatores: Os fatores são as variáveis independentes que estão sendo investigadas no estudo. Por exemplo, se estiver interessado em estudar o efeito de duas variáveis independentes, A e B, terá um teste fatorial de dois fatores.

Níveis dos fatores: Cada fator tem seus níveis, que representam as diferentes categorias ou níveis de cada fator. Por exemplo, o fator A pode ter níveis A1 e A2, enquanto o fator B pode ter níveis B1 e B2.

Grupos ou células: Os grupos ou células representam a combinação dos níveis dos fatores. Por exemplo, no caso de um teste fatorial de dois fatores, tem-se quatro grupos: A1B1, A1B2, A2B1 e A2B2.

Variável de resposta: É a variável que está sendo medida ou observada no estudo. É a variável que será analisada em relação aos efeitos dos fatores e suas interações.

Hipóteses de interesse: As hipóteses testadas na ANOVA para testes fatoriais são relacionadas aos efeitos principais dos fatores e suas interações. Por exemplo, pode-se testar se há um efeito principal significativo para o fator A, para o fator B e também se há uma interação significativa entre os dois fatores.

GL (Graus de Liberdade): Os graus de liberdade representam o número de observações independentes menos o número de restrições impostas pelo modelo. Na ANOVA, são calculados graus de liberdade para diferentes componentes da variância, como graus de liberdade do modelo, graus de liberdade do erro e graus de liberdade totais. Os graus de liberdade são importantes para calcular estatísticas de teste e determinar a significância estatística dos resultados.

SQseg (Soma de Quadrados Entre Grupos): A soma de quadrados entre grupos mede a variação da variável de resposta explicada pelas diferenças entre os grupos. Ela é calculada como a soma dos quadrados das diferenças entre as médias dos grupos e a média global, ponderadas pelos tamanhos dos grupos. A SQseg representa a variabilidade que pode ser explicada pelos fatores ou tratamentos aplicados aos grupos.

Contribuição: A contribuição é a proporção da variância total explicada por um determinado componente da ANOVA. No caso da contribuição da SQseg, ela representa a proporção da variabilidade total explicada pelas diferenças entre os grupos. É calculada dividindo a SQseg pela soma total de quadrados (SQT) e multiplicando por 100 para obter uma porcentagem.

SQ (aj.) (Soma de Quadrados Ajustada): A soma de quadrados ajustada é uma versão modificada da SQseg, que leva em consideração o número de observações e o número de grupos na análise. É calculada dividindo a SQseg pelo número de graus de liberdade do modelo, obtendo assim a média quadrática ajustada.

AM (aj.) (Média Quadrática Ajustada): A média quadrática ajustada é calculada dividindo a SQ (aj.) pelo número de graus de liberdade do modelo. Ela representa a variação média explicada pelo modelo, ajustada para o número de graus de liberdade. A AM (aj.) é usada para calcular o valor F na ANOVA.

Valor F: O valor F é uma estatística de teste usada para determinar se existe uma diferença significativa entre as médias dos grupos na ANOVA. É calculado como a razão entre a AM (aj.) e a média quadrática do erro (MQE). Um valor F maior indica uma maior probabilidade de que as diferenças observadas entre os grupos não sejam devidas ao acaso.

Valor P: O valor P é uma medida de probabilidade associada ao valor F. Ele indica a probabilidade de obter um valor F igual ou mais extremo do que o observado, se a hipótese

nula (ausência de diferenças entre os grupos) fosse verdadeira. Um valor P menor que um nível de significância pré-determinado (geralmente 0,05) indica que existem diferenças estatisticamente significativas entre os grupos.

As informações e dados obtidos em um experimento fatorial e análise de variância muitas das vezes envolvem cálculos complexos. Atualmente existem vários *softwares* capacitados em tratar as informações e gerar os dados necessários para realização de uma análise. Dentre eles tem-se o Minitab Statistical Software®. Com este *software* é possível gerar a matriz para o plano fatorial, realizar análise de variância (ANOVA) dentre outras várias análises.

A seguir serão detalhados os principais parâmetros utilizados para avaliar modelos (BARROS NETO et al., 2002):

S (Sum of Squares): É a soma dos quadrados dos desvios entre os valores observados e os valores previstos pelo modelo de regressão. O S representa a variação total explicada pelo modelo.

R² (Coeficiente de Determinação): É uma medida de quanta variação dos valores observados é explicada pelo modelo de regressão. É calculado como a proporção da variação total (Soma dos Quadrados dos Resíduos - SQRes) explicada pela variação total (Soma dos Quadrados Totais - SQT). R² varia de 0 a 1, onde 0 indica que o modelo não explica nenhuma variação e 1 indica que o modelo explica toda a variação.

R²(aj) (Coeficiente de Determinação Ajustado): É uma versão ajustada do R² que leva em consideração o número de preditores (variáveis independentes) no modelo. Ele penaliza o uso excessivo de preditores e é uma medida mais conservadora do ajuste do modelo. R²(aj) leva em consideração o grau de liberdade do modelo e tende a ser menor que R² quando há muitos preditores.

PRESQ (PRESS Residual Sum of Squares): É uma medida do erro de previsão do modelo. É calculado como a soma dos quadrados dos resíduos de previsão, onde os valores ajustados são obtidos excluindo cada observação uma de cada vez. PRESQ fornece uma estimativa do erro de previsão do modelo para novas observações.

R²(pred) (Coeficiente de Determinação de Previsão): É uma medida de quanta variação dos valores futuros é explicada pelo modelo de regressão. É calculado como a proporção da variação de previsão (Soma dos Quadrados de Previsão - SQP) explicada pela variação total (Soma dos Quadrados Totais - SQT). R²(pred) fornece uma estimativa da capacidade do modelo de fazer previsões precisas para novas observações.

AICc (Akaike Information Criterion corrigido): É um critério de seleção de modelo que leva em consideração a qualidade do ajuste e a complexidade do modelo. Quanto menor o valor do AICc, melhor o ajuste do modelo é considerado. O AICc é útil para comparar

diferentes modelos e escolher o mais adequado. **BIC (Bayesian Information Criterion):** É um critério de seleção de modelo semelhante ao AICc, mas com uma penalidade mais forte para modelos com maior número de preditores. Assim como o AICc, quanto menor o valor do BIC, melhor o ajuste do modelo é considerado. O BIC também é usado para comparar diferentes modelos e selecionar o mais adequado, levando em conta a complexidade do modelo. Os critérios de informação são utilizados nas mais diversas áreas das ciências, sendo que os critérios AIC, AICc e BIC são os mais conhecidos e aplicados, sendo implementados na maioria dos softwares estatísticos (EMILIANO, 2013).

3. METODOLOGIA

Neste capítulo, são apresentados os materiais e os procedimentos utilizados na pesquisa. Este trabalho buscou, através de testes, caracterizações e análises técnicas definir qual a eficiência da separação magnética de alto campo na separação dos minerais contaminantes da apatita. Sendo assim, trata-se de uma pesquisa exploratória e descritiva com a abordagem quantitativa. Esta pesquisa científica, quanto a sua finalidade, é aplicada pois está direcionada à solução de um problema específico, que é a dificuldade de separação entre alguns minerais e a apatita.

3.1. Amostragem

A amostra utilizada foi coletada em uma planta industrial de fosfato. De forma simplificada, a rota de processo dessa planta consiste em etapas de britagem (britador de mandíbula e de impacto), homogeneização e retomada, moagem de barras, separação magnética de baixo campo, moagem de bolas (circuito fechado), deslamagens, condicionamento e, por fim, flotação de grossos e finos. A planta foi alimentada com uma pilha de minério contendo minerais micáceos.

A amostra coletada, denominada A, continha 200kg (base seca) da alimentação da flotação de grossos de apatita da planta industrial, coletada antes da adição de reagentes e após a deslamagem. A amostra foi coletada durante a retomada de uma pilha homogênea.

3.1.1. *Preparação das amostras*

O laboratório da Mosaic foi utilizado para preparação da amostra. A amostra da alimentação nova da flotação de grossos, denominada A, foi coletada e separada da seguinte forma:

- Seleção uma pilha industrial, coleta de 200kg (base seca) através de cortes de 15 em 15 minutos durante 2 horas.
- Secagem e homogeneização da amostra por meio da construção de uma pilha alongada.
- Coleta de alíquotas ao longo da pilha alongada para avaliar homogeneidade da amostra.
- Envio das amostras para análise química.
- Quarteamento da pilha alongada em frações de 20kg para facilitar o manuseio.

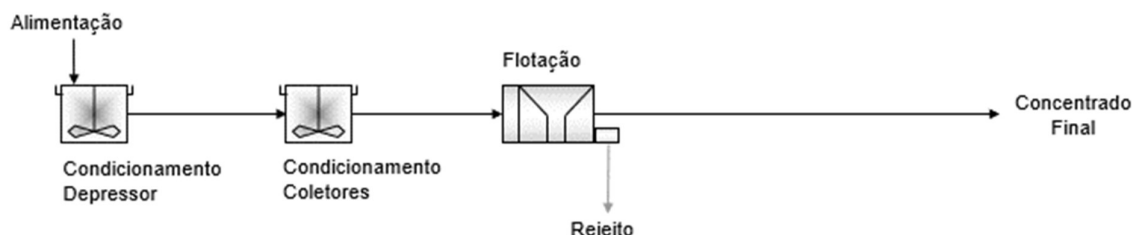
3.1.2. Caracterização da amostra

A amostra foi submetida a caracterização química e granulométrica. Foram retiradas alíquotas de 200g que foram encaminhadas para análises química e granulométrica. A análise química quantitativa foi efetuada por fluorescência de raios-X, em pastilhas fundidas, com dosagens de P_2O_5 , CaO, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 e MgO. Já a análise granulométrica foi realizada por peneiramento a úmido em peneiras com aberturas de 0,21 mm, 0,15 mm, 0,074 mm, 0,053 mm, 0,043 mm e 0,037 mm. Também foram realizadas análises químicas para o material retido em cada faixa granulométrica (granuloquímica).

3.2. Testes

O objetivo dos testes foi avaliar o efeito da etapa de SMAI antes e após a flotação direta da apatita. Primeiramente foram realizados testes de flotação em bancada para definir a recuperação metalúrgica nas condições padrões, ou seja, sem utilização de etapa de separação magnética de alto campo. Na Figura 7, é apresentado detalhe da rota utilizada.

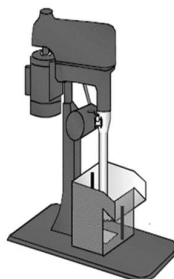
Figura 7 - Teste padrão de flotação em bancada de apatita



Fonte: Elaborado pelo autor

Essa etapa do estudo foi feita com a Amostra A (alimentação da flotação de grossos), e os testes foram realizados em uma célula de flotação tipo Denver com ar aspirado, conforme ilustra a Figura 8. O teste foi conduzido até exaustão da espuma. Os reagentes foram fubá gelatinizado como depressor, óleo vegetal saponificado como coletor e NaOH como regulador de pH. O pH, a dosagem de depressor, a vazão de ar e a frequência do rotor foram variáveis sem alterações, ou seja, valores fixos. Os valores adotados estão descritos na Tabela 2.

Figura 8 - Célula de flotação tipo Denver com ar aspirado



Fonte: (SIMÕES et al., 2019).

Tabela 2 - Variáveis da flotação

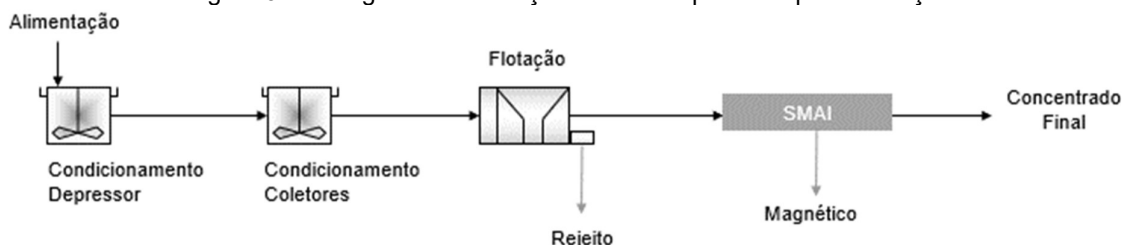
Variável	Valores
Velocidade do impelidor	1.000rpm
% sólidos no condicionamento	60%
% sólidos na flotação	35%
pH padrão	11,0
Tempo de condicionamento do coletor	1 min
Dosagem de depressor	500 g/t
Tempo de condicionamento do depressor	5 min
Massa de alimentação (base seca)	1.000 g

Fonte: elaborado pelo autor

A dosagem do coletor foi variada em três níveis, 500, 650 e 750g/t buscando abranger teores de concentrado de 34 a 36% de P_2O_5 . Com os resultados dos testes em diferentes dosagens de coletor foi gerado um modelo de regressão linear de recuperação metalúrgica em função do teor de P_2O_5 no concentrado.

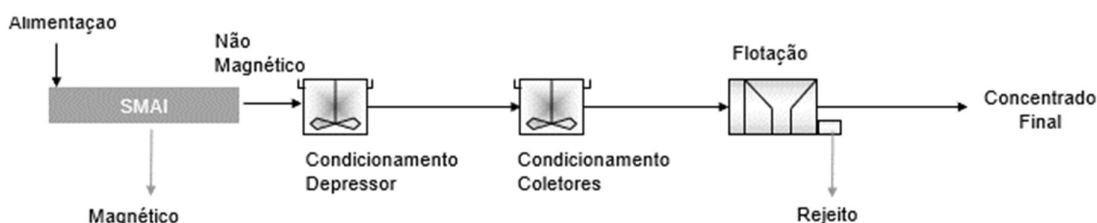
Após finalizada a etapa de análise de desempenho para o circuito sem a etapa de SMAI, foram realizados os testes para avaliação do SMAI nas duas posições propostas. As Figuras 9 e 10 ilustram cada opção. O objetivo destes testes foi obter a recuperação metalúrgica global para concentrado final com 35% de P_2O_5 possibilitando análise comparativa entre as três opções de rota de processo (Figuras 7, 9 e 10).

Figura 9 - Fluxograma com adição de SMAI após a etapa de flotação.



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 10 - Fluxograma com adição de SMAI anterior a etapa de flotação.



Fonte: Elaborado pelo autor

Para os testes aplicando SMAI depois (D) da etapa de flotação, foram utilizadas as amostras obtidas nos testes de flotação em bancada. O teste de SMAI utilizou o equipamento MINIMAG®, de dois polos, da empresa Gaustec, com matriz de 3mm Mega BigFLUX. Na Tabela 3 são apresentadas as condições dos testes. Os ajustes dos níveis do campo magnético foram obtidos através da variação da corrente elétrica que passa pela bobina do equipamento.

Tabela 3 - Valores das variáveis dos testes de SMAI

GAP (mm)	3,0 mm Mega BigFLUX
Campo magnético (Gauss)	11.500 / 13.500 / 15.500
Pressão de água concentrado (kgf/cm ²)	4,0
Pressão de água médio (kgf/cm ²)	0
% Sólidos	30
Frequência do rotor (RPM)	4

Fonte: Elaborado pelo autor

Para atingir os objetivos propostos, foi necessária a realização de experimentos para medir a resposta (variável saída = recuperação metalúrgica e teor de P_2O_5 , Fe_2O_3 , SiO_2 e Al_2O_3) do processo para todas as combinações possíveis das variáveis de controle. Uma forma eficiente de realizar somente a quantidade de testes necessários para buscar as respostas desejadas é a utilização do Planejamento Fatorial Multivariável. Essa ferramenta é extremamente útil para medir os efeitos ou as influências de uma ou mais variáveis na resposta de um processo.

Para este estudo, as variáveis independentes consideradas foram o campo magnético do SMAI (três níveis), a dosagem de coletor na flotação (três níveis) e a posição do separador magnético (dois níveis). Também foram realizadas réplicas para cada teste para suportar uma análise completa dos efeitos das variáveis, além de erros aleatórios associados a fatores não considerados.

Com base nessas informações, foi gerada a matriz para o plano fatorial utilizando o *Minitab Statistical Software*®, conforme a Tabela 4. A sequência de realização dos testes foi definida de forma aleatória, conforme primeira coluna da tabela a seguir. Os níveis analisados para o campo magnético da SMAI são: 11.500 (-1), 13.500 (0) e 15.500 Gauss (+1); para a dosagem de coletor: 650 (-1), 750 (0) e 850 g/t (+1), e, por fim, para posição do separador magnético: antes (A) (-1) e depois (D) (+1) da flotação. Importante destacar que os testes foram iniciados com dosagem de coletor superior de 850 g/t, porém, por provável diluição do coletor, foi necessário ajuste de dosagem superior para 1.000g/t.

Tabela 4 - Matriz para plano fatorial

OrdemPad	OrdemEns	Variáveis		
		Campo magnético	Dosagem de coletor	Posição do SMAI
12	1	0	+1	+1
1	2	-1	-1	-1
28	3	0	0	+1
4	4	-1	0	+1
17	5	+1	+1	-1
35	6	+1	+1	-1
22	7	-1	0	+1
9	8	0	0	-1
13	9	+1	-1	-1
5	10	-1	+1	-1
27	11	0	0	-1
6	12	-1	+1	+1
36	13	+1	+1	+1
16	14	+1	0	+1
23	15	-1	+1	-1
26	16	0	-1	+1
19	17	-1	-1	-1
2	18	-1	-1	+1
21	19	-1	0	-1
31	20	+1	-1	-1
32	21	+1	-1	+1
29	22	0	+1	-1
20	23	-1	-1	+1
7	24	0	-1	-1
15	25	+1	0	-1
33	26	+1	0	-1
10	27	0	0	+1
24	28	-1	+1	+1
8	29	0	-1	+1
14	30	+1	-1	+1
34	31	+1	0	+1
3	32	-1	0	-1
11	33	0	+1	-1
18	34	+1	+1	+1
30	35	0	+1	+1
25	36	0	-1	-1

Fonte: Elaborado pelo autor

Para os testes de SMAI anterior (A) ao teste de flotação, foi utilizada a amostra A. Todos os produtos gerados nos testes de flotação em bancada e separação magnética de

alto campo foram secos e pesados individualmente para posterior fechamento de balanço de massa e metalúrgico dos testes. As três amostras geradas para os campos de 11.500, 13.500 e 15.500 Gauss foram denominadas S1, S2 e S3, respectivamente. Foram coletadas alíquotas para análise química (200g). As alíquotas foram pulverizadas (95% passante em 150mesh Tyler) e determinados os seguintes elementos via fluorescência de raios X: P_2O_5 , CaO, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , MgO.

Todas as análises estatísticas dos dados obtidos com os experimentos foram realizadas utilizando o *Minitab Statistical Software*®. Foram consideradas análises estatística dos elementos Al_2O_3 , Fe_2O_3 e SiO_2 no concentrado por estes serem os principais contaminantes e ofensores para a utilização deste produto na fabricação de fertilizantes.

Para o teste que apresentou melhor resultado (teste de melhor desempenho) foi realizada uma investigação mineralógica nos produtos da etapa de separação magnética de alto campo (produto magnético e produto não magnético) com o objetivo de identificar se esta etapa foi capaz de separar de forma eficiente minerais do grupo dos silicatos da apatita. Também foi avaliado se a etapa separou os minerais que contêm ferro em sua composição que é a função principal deste equipamento de concentração. Para caracterização mineralógica foram utilizadas as técnicas de Difração de raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A difração de raios-X foi realizada pelo método do pó, em difratômetro de raios X, marca PANalytical, modelo X'Pert PRO, com detector X'Celerator sensível à posição. A identificação das fases cristalinas foi obtida por comparação dos difratogramas com o banco de dados do *Internacional Centre for Diffraction Data*. Para o MEV as análises foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura modelo Quanta 650 FEG (Thermo Fisher Scientific), equipado com espectrômetro de raios-X por dispersão de energia (EDS) modelo XFLASH 6|60 e software Esprit (Bruker). Para essa avaliação foi confeccionada seção polida a partir do embutimento da amostra em resina. Para a observação ao MEV a seção polida foi recoberta com carbono. A rotina de trabalho compreendeu a aquisição de imagens com detector de elétrons retroespalhados (BSE - "backscattering electron" – contraste de número atômico) e seleção de pontos e/ou áreas onde foram realizadas microanálises químicas qualitativas por EDS.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados detalhadamente os resultados obtidos na caracterização da amostra de minério fosfático contendo minerais micáceos, bem como na flotação aniônica direta da apatita e separação magnética de alta intensidade. Também será apresentada a discussão dos resultados e caracterização mineralógica dos produtos da separação magnética.

4.1. Caracterização da Amostra

A tabela 5 apresenta os resultados das análises químicas realizadas em diferentes alíquotas da amostra A. Cada alíquota foi avaliada quanto à presença e concentração de diferentes elementos químicos, como P_2O_5 , CaO, Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , MgO e TiO_2 . Além disso, é fornecida a relação Cálcio/Fósforo (RCP) para cada alíquota.

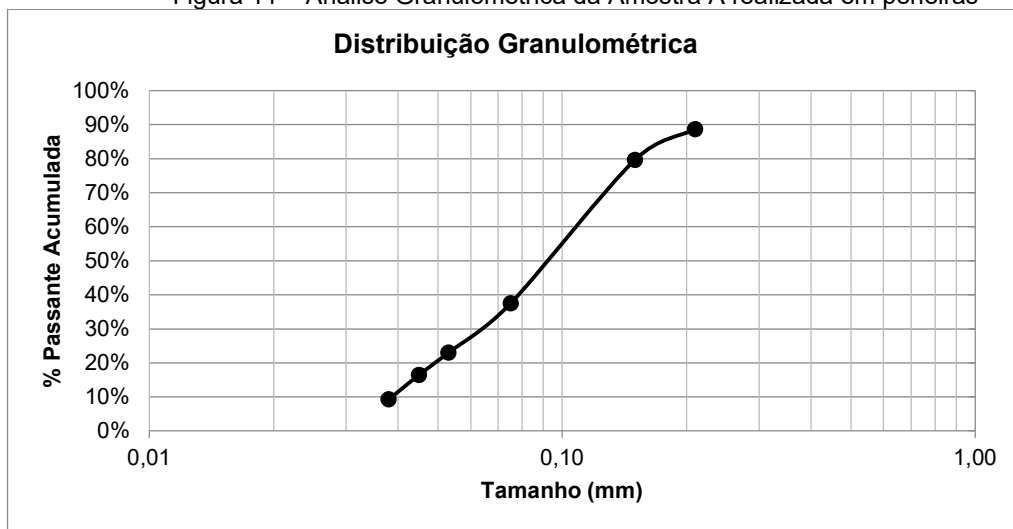
Tabela 5 - Resultado da análise química da amostra A feito por FRX

Amostra	P_2O_5	CaO	Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	MgO	TiO_2	RCP
Alíquota 1	21,62	29,27	14,26	20,3	1,12	1,98	4,24	1,35
Alíquota 2	21,37	28,93	13,98	21,17	1,26	2,13	4,13	1,35
Alíquota 3	21,54	29,04	14,1	20,69	1,25	2,05	4,24	1,35
Média	21,51	29,08	14,11	20,72	1,21	2,05	4,20	1,35
Desvio Padrão	0,13	0,17	0,14	0,44	0,08	0,08	0,06	0,00
CV (%)	0,6%	0,6%	1,0%	2,1%	6,5%	3,7%	1,5%	0,0%

Os resultados das análises químicas indicam uma presença significativa dos contaminantes ferro e sílica. A seleção da amostra buscou exatamente esta condição, valores elevados de sílica e ferro para possibilitar a avaliação da eficiência da etapa de separação magnética de alto campo na separação de minerais contendo estes elementos e a apatita. Observa-se também um baixo coeficiente de variação (CV) para os dados analisados.

Também foi realizada a análise granulométrica desta amostra, apresentada na figura 11. A granulometria da amostra A indicou resultados muito próximos dos resultados industriais obtidos na rotina de amostragem da planta de beneficiamento. A porcentagem passante na malha de 400 mesh (0,037mm) foi próxima de 10% e a porcentagem retida na malha de 100# (0,150mm) próximo de 20% ($P_{80} = 0,150mm$).

Figura 11 – Análise Granulométrica da Amostra A realizada em peneiras



Para verificação da variação dos teores dos elementos entre as diversas faixas granulométricas, foi realizada uma análise granuloquímica, conforme apresentado na tabela 6.

Tabela 6 – Resultado de análise granuloquímica da Amostra A

MALHA (#)	mm	Teores						
		P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	TiO ₂
>65#	0,21	11,79	17,08	11,04	39,77	3,3	5,24	2,31
100#	0,15	19,19	26,76	9,4	29,22	1,57	2,56	2,7
200#	0,075	23,24	32,24	11,61	18,15	0,81	1,67	3,77
270#	0,053	22,64	31,34	16,09	14,08	0,52	1,34	5,07
325#	0,045	22,06	30,66	17,01	13,94	0,49	1,25	5,4
400#	0,038	21,93	30,5	17,37	13,32	0,45	1,19	5,66
(-400#)	-0,038	19,25	26,77	23,61	11,22	0,87	1,46	6,27

Os resultados indicam teores de P₂O₅ mais elevados para granulometrias intermediárias (-0,075mm +0,045mm) e queda de teor de P₂O₅ na fração grossa (+0,21mm) e fina (-0,038mm). Observa-se também que para os elementos SiO₂, Al₂O₃ e MgO os teores são maiores para frações grossas, enquanto para o ferro e o titânio os teores se elevam para frações mais finas.

4.2. Teste flotação – Condições padrões (sem SMAI)

Conforme apresentado no Capítulo 3 - Metodologia, primeiramente foram realizados testes de flotação em bancada para definir a recuperação metalúrgica nas condições padrão, ou seja, sem utilização de etapa de separação magnética de alto campo. A tabela 7 apresenta os resultados.

Tabela 7 - Resultados testes flotação Amostra A

Coletor (g/t AN)	Teores no concentrado				Recuperação
	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅ (%)
500	35,89	4,24	4,00	0,12	85,9
650	34,35	5,45	4,86	0,19	92,9
750	33,51	6,00	6,19	0,20	93,8

O coletor foi dosado considerando g/t AN, que significa massa de coletor em gramas por tonelada de alimentação nova da flotação (AN). Os resultados foram submetidos a uma regressão linear com o objetivo de obter o valor de recuperação metalúrgica e o teor de ferro no concentrado para um teor de P₂O₅ de 35%. Na tabela 8 são apresentados os resultados onde a e b são a inclinação (coeficiente angular) e interseção (coeficiente linear), respectivamente, para cada regressão linear. A dosagem de coletor (D) é a variável para cada curva.

Tabela 8 - Cálculo recuperação metalúrgica para teste de flotação com 35% P₂O₅

Otimização de resposta para 35%			b	a	R ²
Teor em P ₂ O ₅ (%)	35,00	%	40,65	-0,009579	99,7
Recuperação em P ₂ O ₅ :	89,4	%	70,28	0,0325	90,4
Teor em Fe ₂ O ₃ :	4,92	%	0,72	0,007121	99,0
Teor em SiO ₂ :	4,65	%	-0,38	0,00852	94,4
Teor em Al ₂ O ₃	0,2	%	-0,04	0,000332	91,6
Dosagem de coletor	589,8	g/t AN	-	-	

O valor de dosagem de 589,8 g/t de AN foi obtido utilizando a curva de teor de (%) P₂O₅ no concentrado para 35,0% ($35 = -0,009579 \cdot D + 40,65$). Os demais valores da tabela foram calculados para este valor de dosagem.

4.3. Resultados Planejamento Fatorial

A tabela 9 apresenta os resultados de todos os experimentos do planejamento fatorial. Os testes foram numerados de 1 a 36 e cada teste possui informações sobre as variáveis

utilizadas e as respostas obtidas. As variáveis incluídas nos testes são: campo magnético, dosagem de coletor e posição do SMAI (Antes – A e Depois – D). As respostas medidas foram: recuperação metalúrgica total (Rec total) e os teores dos óxidos P_2O_5 , Fe_2O_3 , SiO_2 e Al_2O_3 .

Tabela 9 - Resultados do planejamento fatorial

Ordem	Variáveis			Respostas				
	Campo magnético	Dosagem coletor	Posição SMAI	Rec total (%)	P_2O_5 (%)	Fe_2O_3 (%)	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)
1	0	+1	+1	88,6	34,08	3,44	7,60	0,33
2	-1	-1	-1	92,7	35,24	2,92	6,31	0,21
3	0	0	+1	88,3	34,41	2,95	6,86	0,24
4	-1	0	+1	89,1	34,81	2,94	7,13	0,28
5	+1	+1	-1	93,4	33,53	3,23	9,14	0,39
6	+1	+1	-1	94,4	34,19	2,97	8,29	0,28
7	-1	0	+1	89,3	34,74	3,06	7,02	0,26
8	0	0	-1	91,3	35,42	2,66	6,39	0,20
9	+1	-1	-1	93,5	35,94	2,37	5,84	0,25
10	-1	+1	-1	94,2	34,38	3,35	7,04	0,30
11	0	0	-1	93,3	34,53	3,08	7,51	0,23
12	-1	+1	+1	88,2	33,81	3,47	7,90	0,41
13	+1	+1	+1	89,4	34,33	3,22	7,68	0,27
14	+1	0	+1	88,4	35,16	2,67	6,86	0,24
15	-1	+1	-1	91,7	33,14	3,59	9,05	0,31
16	0	-1	+1	88,4	35,58	2,47	6,02	0,16
17	-1	-1	-1	90,7	34,96	2,97	7,22	0,27
18	-1	-1	+1	88,2	35,48	2,43	6,29	0,15
19	-1	0	-1	91,0	35,14	2,92	6,32	0,26
20	+1	-1	-1	92,3	36,22	2,34	5,29	0,20
21	+1	-1	+1	90,6	35,88	2,31	6,04	0,15
22	0	+1	-1	94,2	34,31	3,14	6,78	0,26
23	-1	-1	+1	90,2	35,10	2,80	6,68	0,17
24	0	-1	-1	92,8	35,96	2,58	5,38	0,19
25	+1	0	-1	94,1	35,39	2,51	6,64	0,29
26	+1	0	-1	93,0	35,14	2,60	7,29	0,26
27	0	0	+1	89,1	34,81	2,96	6,99	0,26
28	-1	+1	+1	88,0	34,10	3,41	7,36	0,31
29	0	-1	+1	87,4	35,54	2,49	6,26	0,17
30	+1	-1	+1	89,3	35,73	2,24	6,20	0,16
31	+1	0	+1	90,3	35,18	2,67	6,94	0,22
32	-1	0	-1	90,7	34,64	2,98	7,03	0,26
33	0	+1	-1	92,6	33,94	3,21	7,82	0,33
34	+1	+1	+1	88,2	34,05	3,42	7,81	0,32
35	0	+1	+1	85,8	34,45	3,48	6,93	0,26
36	0	-1	-1	92,1	35,13	2,57	6,75	0,12

Cada linha da tabela 9 representa um teste específico, indicando os valores das variáveis utilizadas e os resultados obtidos para cada uma das respostas. É importante destacar que apesar dos testes estarem numerados de 1 a 36, os testes foram realizados de maneira aleatória, obedecendo a sequência definida no planejamento fatorial detalhada no capítulo 3.

A partir dos dados obtidos no planejamento fatorial, foram realizadas as análises estatísticas e inferências para compreender melhor as relações entre as variáveis e as respostas, buscando otimizar o desempenho (recuperação metalúrgica) por meio do ajuste adequado das variáveis. Os dados também foram úteis para avaliar a influência dos fatores e interações no resultado permitindo identificar quais deles têm um impacto significativo.

4.4. Análise estatística – Planejamento Fatorial

Para cada resposta, primeiramente foi realizada a análise estatística considerando todos os fatores. Quando a análise inicial indicou que algum fator não teve influência sobre a resposta, ele foi retirado e nova análise foi realizada, buscando simplificar o modelo obtido. Desta forma, a análise seguiu a estrutura apresentada na Tabela 10.

Tabela 10 - Passos da análise estatística

Resposta	1ª Análise estatística	2ª Análise estatística
Recuperação Total	Utilização de todos os fatores	Fatores que tem influência na resposta
% P_2O_5	Utilização de todos os fatores	Fatores que tem influência na resposta
% Fe_2O_3	Utilização de todos os fatores	Fatores que tem influência na resposta
% SiO_2	Utilização de todos os fatores	Fatores que tem influência na resposta
% Al_2O_3	Utilização de todos os fatores	Fatores que tem influência na resposta

Com o objetivo de simplificar as tabelas e facilitar a análise dos dados, os fatores foram nomeados como A, B e C, onde A é a variável campo magnético, B a dosagem de reagentes e C a posição do SMAI, conforme tabela 11.

Tabela 11 – Fatores A , B e C

Fator	Níveis	Descrição
A	3	Campo magnético
B	3	Dosagem de coletor
C	2	Posição do SMAI

4.4.1. Análise estatística – Recuperação Metalúrgica Total

A tabela 12 apresentada a análise estatística do modelo para a resposta “Recuperação Metalúrgica Total”.

Tabela 12 - Análise estatística do modelo “Recuperação Metalúrgica Total”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	17	167,041	89,09%	167,041	9,826	8,65	0,000
Linear	5	150,217	80,12%	150,217	30,043	26,45	0,000
A	2	9,079	4,84%	9,079	4,539	4,00	0,037
B	2	0,037	0,02%	0,037	0,019	0,02	0,984
C	1	141,101	75,26%	141,101	141,101	124,21	0,000
Interações de 2 fatores	8	14,601	7,79%	14,601	1,825	1,61	0,192
A*B	4	0,832	0,44%	0,832	0,208	0,18	0,944
A*C	2	4,748	2,53%	4,748	2,374	2,09	0,153
B*C	2	9,021	4,81%	9,021	4,510	3,97	0,037
Interações de 3 fatores	4	2,222	1,19%	2,222	0,556	0,49	0,744
A*B*C	4	2,222	1,19%	2,222	0,556	0,49	0,744
Erro	18	20,448	10,91%	20,448	1,136		
Total	35	187,489	100,00%				

Conforme pode-se observar na tabela 12, o modelo obtido explica 89,09% da variabilidade da resposta, o que a princípio, para um sistema que contém 3 fatores (variáveis), já é um valor relativamente alto. Desta contribuição de 89,09%, destaca-se o fato C (posição do SMAI), que sozinho responde por 75,26% da variabilidade na Recuperação Metalúrgica

Total. Já o fator B (dosagem do coletor), não apresentou significância, devido ao valor-P de 0,984 ser relativamente maior que o nível de significância de 5% (0,05). Já a variável A (campo magnético), apresentou baixa significância, respondendo por apenas 4,84% da variabilidade na reposta em análise. Neste mesmo sentido, conclui-se que, com relação às interações de 2ª ordem, apenas a interação BC apresenta influência significativa sobre a resposta. A interação de 3ª ordem também não apresentou significância.

Desta análise, conclui-se que a posição do SMAI (fator C) é o fator mais importante para o sistema em estudo. Isto pode ser explicado pelo fato da separação magnética prévia a flotação retirar quantidade significativa de contaminantes possibilitando maior recuperação de apatita na etapa de flotação. As análises mineralógicas que serão apresentadas neste estudo indicarão quais são estes minerais contaminantes.

Neste ponto, faz-se necessário realizar um ajuste do modelo, pois o mesmo contém termos que não são significativos. Esta “limpeza” do modelo visa melhorar a capacidade preditiva do modelo obtido a partir dos dados analisados. Sendo assim, os termos não significativos foram retirados do modelo e se juntam ao erro na tabela anterior, pois erro e efeitos não significativos possuem mesma ordem de grandeza. A tabela 13 apresenta as informações obtidas após a limpeza.

Tabela 13 - Análise estatística do modelo simplificado “Recuperação Metalúrgica Total”.

Fonte	GL	SQ	Seq Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	7	159,238	84,93%	159,238	22,748	22,55	0,000
Linear	5	150,217	80,12%	150,217	30,043	29,78	0,000
A	2	9,079	4,84%	9,079	4,539	4,50	0,020
B	2	0,037	0,02%	0,037	0,019	0,02	0,982
C	1	141,101	75,26%	141,101	141,101	139,85	0,000
Interações de 2 fatores	2	9,021	4,81%	9,021	4,510	4,47	0,021
B*C	2	9,021	4,81%	9,021	4,510	4,47	0,021
Erro	28	28,251	15,07%	28,251	1,009		
Falta de ajuste	10	7,803	4,16%	7,803	0,780	0,69	0,724
Erro puro	18	20,448	10,91%	20,448	1,136	*	*
Total	35	187,489	100,00%				

Analisando a Tabela 13 observa-se que o único efeito não significativo que permaneceu na tabela é o fato B, pois como ele está presente no efeito de interação de 2ª

ordem (BC) é recomendada a sua permanência por motivos hierárquicos (um fator de 1ª ordem é mais importante que um efeito de 2ª ordem).

Conforme pode-se observar nas duas tabelas (14 e 15) comparativas a seguir, as métricas que apontam a qualidade do modelo, melhoraram após “limpeza” do modelo. Aqui, destaca-se o aumento relativo dos valores de R^2 ajustado e R^2 predição, o que faz com que o modelo obtido por último (modelo “limpo”) se apresente com uma capacidade preditiva significativamente melhor.

Tabela 14 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
1,06583	89,09%	78,79%	81,7909	56,38%	167,30	149,89

Tabela 15 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo 2):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
1,00446	84,93%	81,17%	46,6999	75,09%	118,36	125,69

A equação (1) a seguir traz o modelo resultante que relaciona as variáveis A, B e C com a Recuperação Metalúrgica.

$$\text{Rec Total} = 90,698 + 1,07A + 0,032B - 3,96C - 1,328BC \quad (1)$$

Analisando a equação definida para calcular a recuperação metalúrgica total é possível observar que o fator A (campo magnético) tem coeficiente positivo indicando que quanto maior o campo maior a recuperação de P_2O_5 . Isto ocorre devido a separação magnética ter a capacidade de separar minerais contaminantes e a apatita de forma eficiente principalmente pelo fato da apatita ser um mineral diamagnético (não ser atraída por campo magnético). Outro ponto importante é a posição da etapa de separação magnética antes ou após a flotação. A equação indica que a separação antes da flotação (fator -1) aumenta significativamente a recuperação de P_2O_5 já que o coeficiente deste fator na equação é negativo (-3,96). De forma análoga, a etapa de separação magnética após a flotação traria perda de desempenho do circuito.

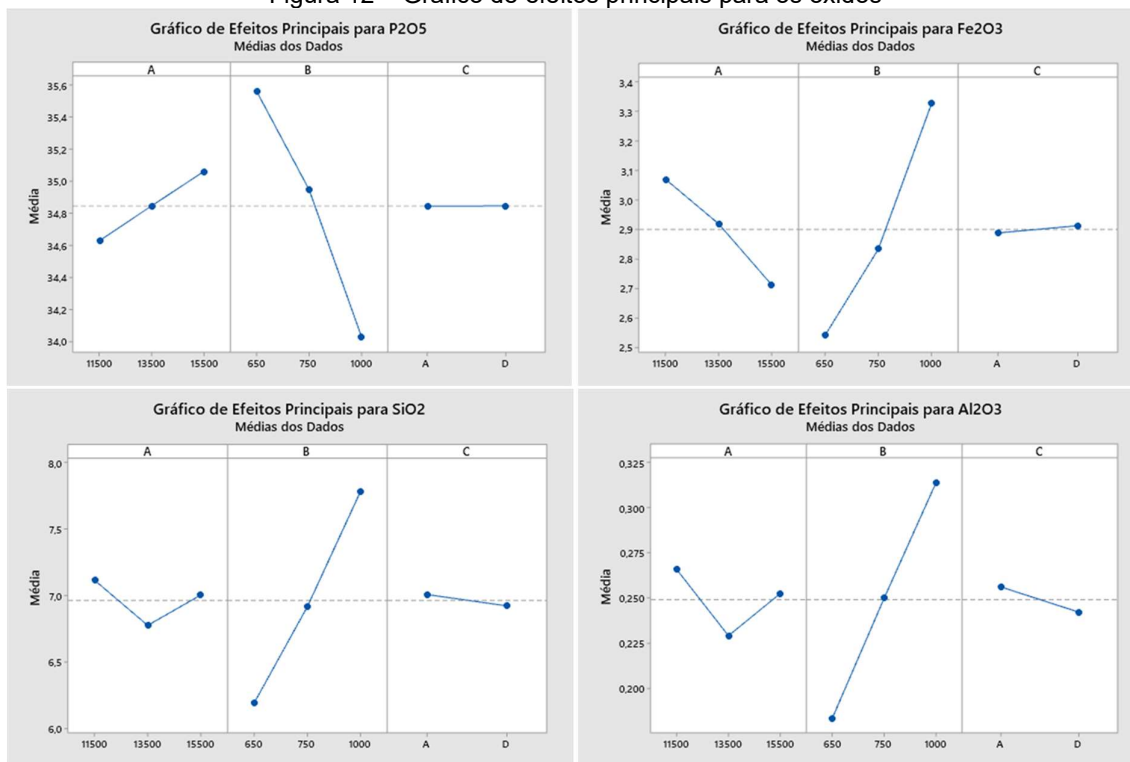
Foram realizadas análises similares a realizada para a resposta Recuperação Metalúrgica Total para as demais respostas e os resultados estão apresentados no Apêndice no capítulo 8. A tabela 16 apresenta um resumo das variáveis que tem significância estatística, ou seja, que tem influência na resposta indicada. Onde: “A” é o campo magnético da SMAI com níveis de 11.500, 13.500 e 15.500 Gauss; “B” é a variável dosagem de coletor, com níveis

de 650, 750 e 1000 g/t, e, por fim, “C” é a posição do separador magnético: antes (A) e depois (D) da flotação e a figura 12 apresenta os efeitos principais dos fatores para cada óxido.

Tabela 16 - Fatores com influência significativa nas respostas

Resposta	Fatores com influência significativa						
	A	B	C	A*B	A*C	B*C	A*B*C
Recuperação Total	Sim	-	Sim	-	-	Sim	-
% P_2O_5	Sim	Sim	-	-	-	-	-
% Fe_2O_3	Sim	Sim	-	-	-	Sim	-
% SiO_2	-	Sim	-	-	-	-	-
% Al_2O_3	-	Sim	-	-	-	-	-

Figura 12 – Gráfico de efeitos principais para os óxidos



No resumo dos resultados apresentados na tabela 16 e figura 12 nota-se que a dosagem do coletor (Fator B) influenciou de forma significativa nos teores de todos os óxidos analisados. Para o P_2O_5 o aumento da dosagem resultou em redução do teor no concentrado e para os demais óxidos ocorre elevação dos teores quando há aumento da dosagem. A dosagem de coletor para flotação de apatita tem o objetivo de recuperar a apatita de forma seletiva em relação aos demais minerais contaminantes através da modificação da superfície

tornando-a hidrofóbica. Quando se aumenta a dosagem, aumenta-se a recuperação da apatita, porém ocorre também maior arraste de minerais contaminantes para concentrado, aumentando o teor destes óxidos e reduzindo o teor de P_2O_5 no concentrado.

Já o campo magnético (Fator A) teve influência significativa nos teores dos óxidos P_2O_5 e Fe_2O_3 e na recuperação metalúrgica total. Isto ocorre justamente pelo fato da apatita, mineral que contém P_2O_5 na amostra testada, ser diamagnética, ou seja, não é atraída pelo campo magnético enquanto os minerais contendo ferro tendem a ter atração pelo campo magnético favorecendo esta separação. Com isto, o aumento do campo magnético resultou em aumento do teor de P_2O_5 no concentrado e redução do teor do óxido de ferro.

A posição da etapa de separação magnética de alto campo (Fator C) teve influência significativa apenas no resultado da recuperação metalúrgica total e de forma combinada com a dosagem de coletor (Fatores BC) teve influência também no teor de Fe_2O_3 no concentrado.

4.4.1. Análise estatística – Otimização da Resposta

Após avaliação das variáveis que influenciam cada uma das respostas desejadas, foi realizada uma análise de otimização para a resposta de maior importância neste estudo, a recuperação metalúrgica total tendo como alvo um teor de P_2O_5 no concentrado de 35%. Os resultados estão apresentados nas tabelas 17, 18 e 19.

Tabela 17 – Alvo da otimização da resposta

Resposta	Meta	Inferior	Alvo	Superior
P_2O_5	Alvo	33,14	35,00	36,22
Rec total	Máximo	85,84	94,35	

Tabela 18 – Solução da otimização de resposta

Solução	A	B	C	P_2O_5 Ajuste	Rec total Ajuste
1	13500	750	A	34,97	92,31

Tabela 19 – EP, IC e IP do resultado da otimização

Resposta	Ajuste	EP do Ajustado	IC de 95%	IP de 95%
P_2O_5	34,975	0,255	(34,439; 35,511)	(34,046; 35,904)
Rec total	92,313	0,754	(90,729; 93,896)	(89,570; 95,055)

Com base nos resultados da otimização de resposta gerados, pode-se observar que, para a resposta " P_2O_5 " o valor ajustado é de 34,975%, que está próximo ao valor alvo de 35,00%. O EP (erro padrão) do ajuste é de 0,255, indicando a precisão do ajuste. O IC de 95% (Intervalo de Confiança de 95%) é (34,439; 35,511), o que significa que há 95% de confiança de que o valor real de " P_2O_5 " esteja dentro dessa faixa. O IP de 95% (Intervalo de Predição de 95%) é (34,046; 35,904), indicando a faixa esperada para futuras observações de " P_2O_5 ".

Para a resposta "Recuperação metalúrgica total" o valor ajustado é de 92,313%. O EP do ajuste é de 0,754, representando a precisão do ajuste. O IC de 95% é (90,729; 93,896), indicando que há 95% de confiança de que o valor real desta resposta esteja dentro dessa faixa. O IP de 95% é (89,570; 95,055), que representa a faixa esperada para futuras observações de "Recuperação metalúrgica total".

Ambas as respostas estão próximas dos valores alvo ou máximos desejados, indicando um bom ajuste do modelo. A solução encontrada foi um campo magnético de 13.500 Gauss, uma dosagem de coletor de 750 g/t e a posição do separador magnético de alto campo antes da flotação.

4.5. Análise mineralógica – Teste de melhor desempenho

Após definido quais níveis das variáveis obteve o melhor resultado (Máxima recuperação metalúrgica com alvo de teor de P_2O_5 no concentrado de 35%), foi realizada uma análise mais detalhada nos dois produtos da separação magnética de alto campo, produto magnético e produto não magnético, conforme detalhamento a seguir.

4.5.1. Produto Não Magnético

Para o produto não magnético, foi realizada análise química conforme tabela 20. A tabela apresenta os teores de diferentes óxidos na alimentação e no produto não magnético.

Tabela 20- Resultado de análise química para Produto Não magnético do teste Otimizado

Produto	P_2O_5	CaO	Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	MgO	TiO_2
Alimentação	21,51	29,08	14,11	20,72	1,21	2,05	4,20
Produto Não Magnético	23,9	32,20	7,35	22,48	1,23	1,90	3,12

Ao comparar esses valores, pode-se observar algumas diferenças significativas. O teor de P_2O_5 aumentou no produto não magnético em comparação com a alimentação. Isso indica uma maior concentração de apatita no não magnético, que era esperado devido a finalidade do teste. Da mesma forma, o teor de CaO também aumentou no produto não magnético,

ratificando a concentração da apatita neste fluxo. Por outro lado, o teor de Fe_2O_3 diminuiu significativamente no produto não magnético em relação à alimentação. Essa redução também era esperada já que o objetivo do teste era separar minerais contendo ferro (minerais com maior susceptibilidade magnética) da apatita.

O teor de SiO_2 apresentou um pequeno aumento no produto não magnético em relação a alimentação este associado principalmente a presença de silicatos e quartzo. Um dos objetivos do estudo era avaliar se a separação magnética de alto campo seria capaz de, para a amostra estuda, retirar do produto não magnético minerais contendo sílica e isto não ocorreu de forma representativa. Os teores de Al_2O_3 e MgO também tiveram variações insignificantes entre a alimentação e o produto não magnético indicando uma possível ineficiência na separação de minerais contendo estes elementos. A análise mineralógica apresentada na sequência irá indicar quais são estes minerais. Por fim, o teor de TiO_2 diminuiu no produto não magnético em comparação com a alimentação ocasionado principalmente em função do direcionamento da ilmenita para fração magnética.

Para esclarecer quais são os principais minerais presentes no produto não magnético, foram realizadas MEV e DRX nesta amostra. As figuras 13 e 14 e tabela 21 apresentam o resultado de identificação de fases por difratometria de raios-X. Foram identificados os seguintes minerais: ilmenita, rutilo, perovskita, óxidos de ferro (provavelmente goethita) e apatita além de quartzo, titanita, schorlomita e silicatos/filossilicatos, provavelmente biotita, vermiculita e diopsídio.

Tabela 21 - Minerais identificados – Produto não magnético

ICDD	Mineral	Fórmula Química	Obs
98-006-0425	Hidroxiapatita	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	
01-089-8935	Quartzo	SiO_2	
98-001-2462	Vermiculita	$\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$	
01-081-0463	Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	
00-013-0233	Hidrobiotita	KMgFeAlSiOOH	
01-075-1759	Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	
01-076-0318	Rutilo	TiO_2	pp
01-075-1092	Diopsídio	$\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$	pp

Nota: pp = possível presença

Figura 13 - Difratoograma de raio X – Produto não magnético

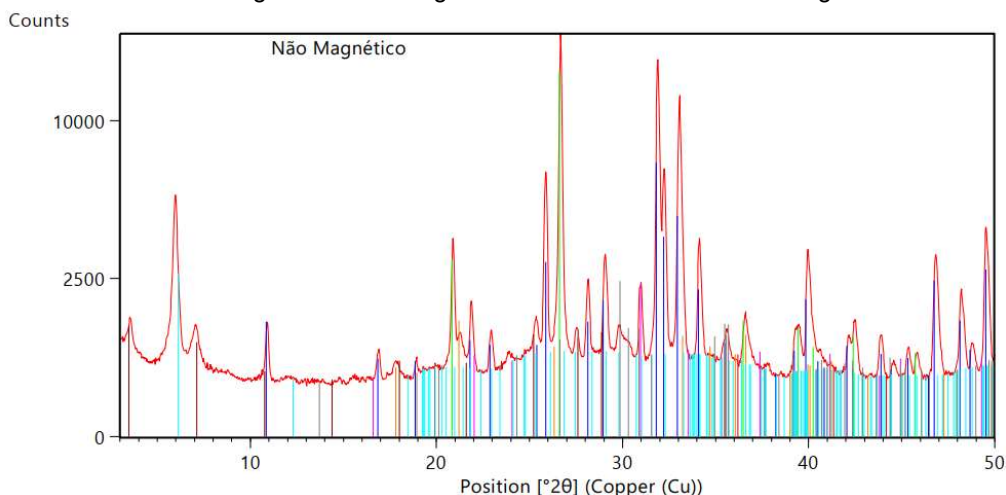
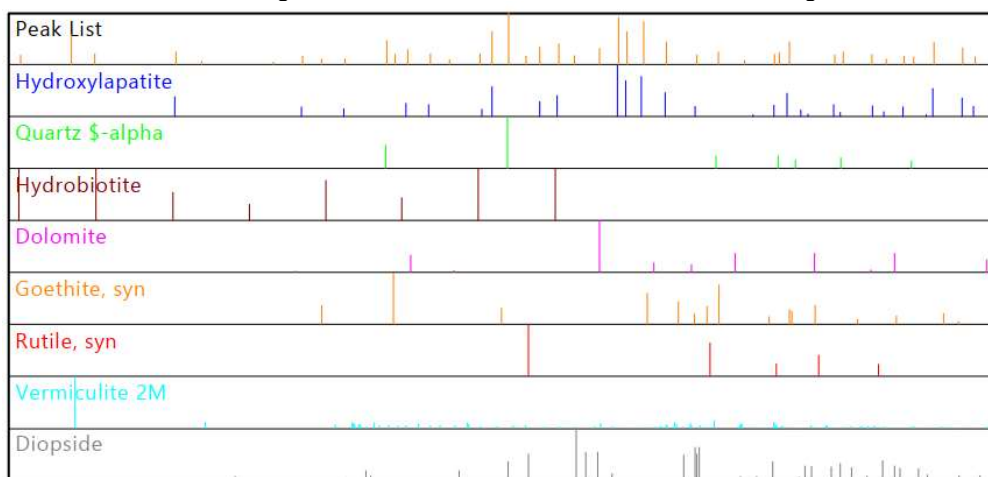


Figura 14 - Fases identificadas – Produto não magnético



Através das análises de EDS, conforme imagens apresentadas no detalhe no Apêndice no capítulo 8 indicaram que o titânio está presente em 5 fases analisadas: ilmenita, rutilo, perovskita, titanita e schorlomita. A ilmenita, com presença de Mg e Mn. O rutilo, com presença de Fe. A perovskita e titanita também apresentaram composição com Fe. A schorlomita foi identificada apenas uma vez. Os óxidos de Fe e alguns filossilicatos mostraram Ti em suas composições.

A figura 15 apresenta Imagem de BSE da amostra e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 16. Na figura 16 os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes. Mais imagens podem ser consultadas no Apêndice no capítulo 8.

Figura 15 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 16.

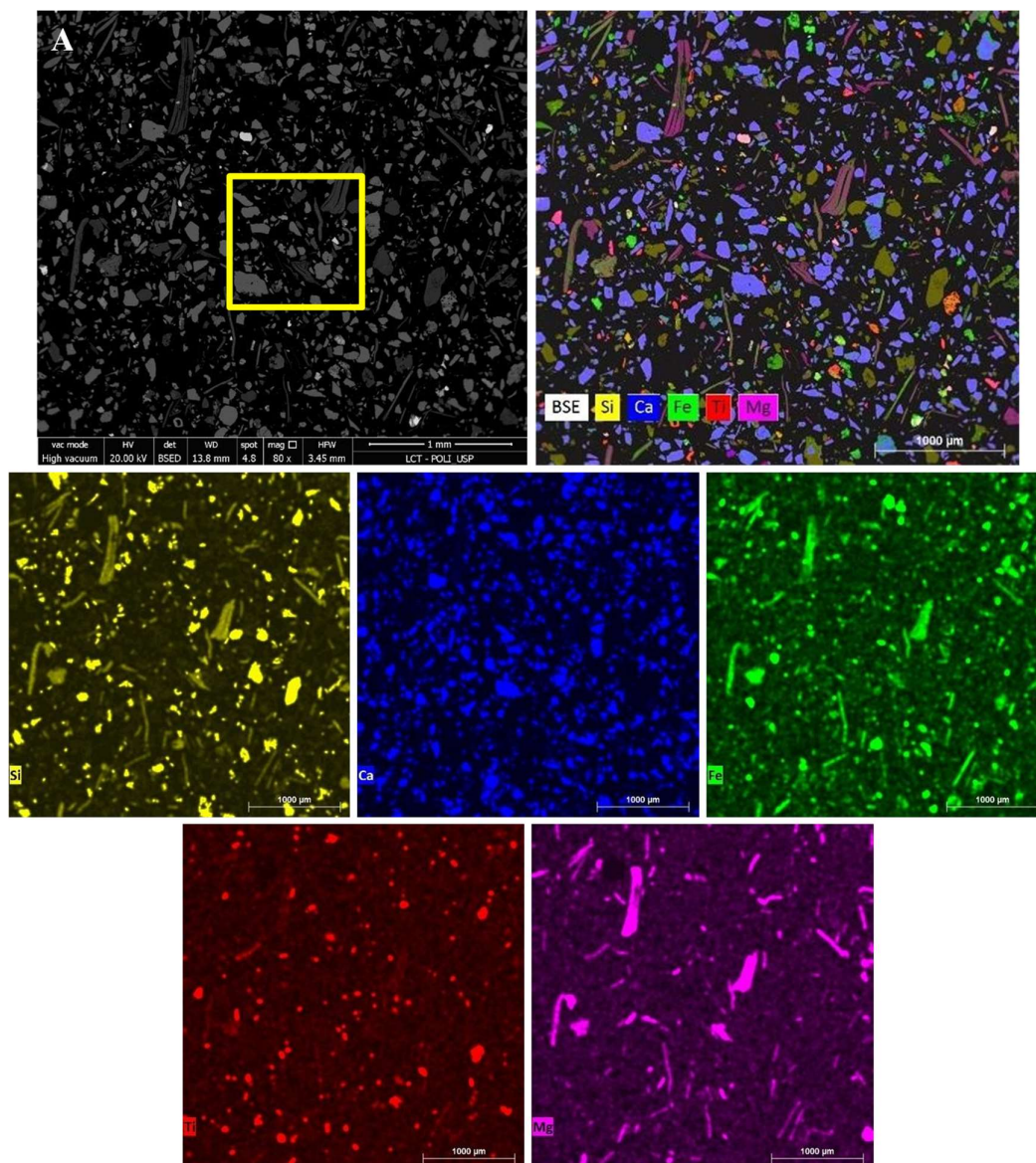


Figura 16 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo e Área em azul são apresentadas em detalhe no Apêndice.

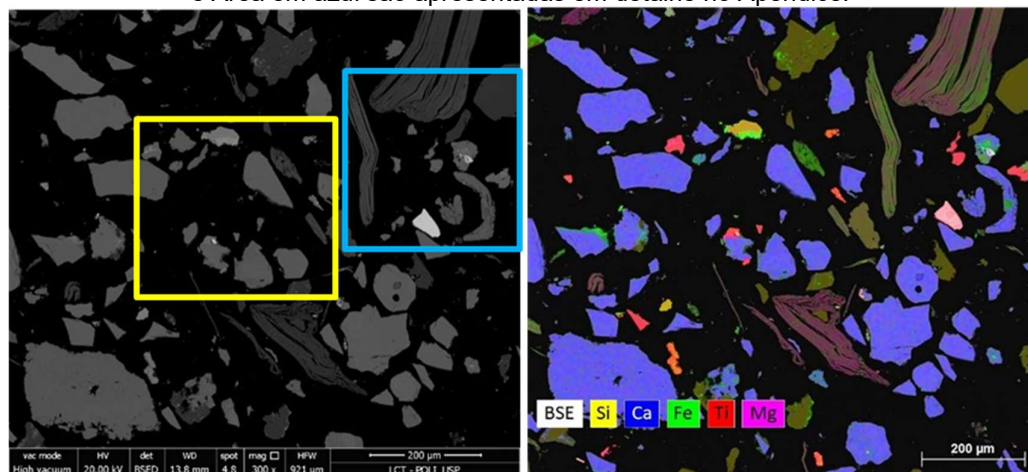
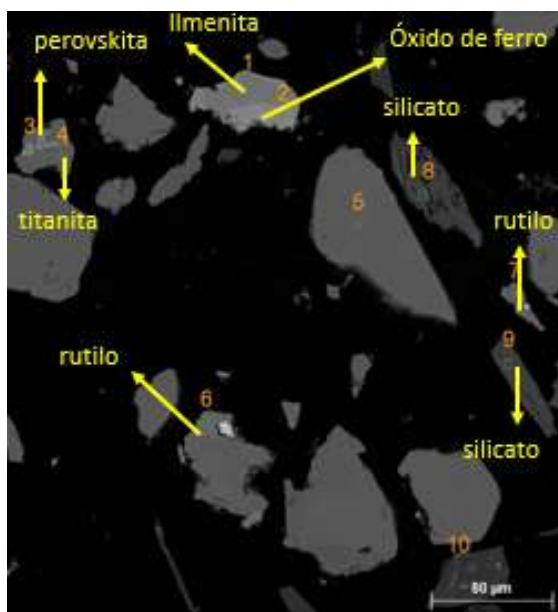


Figura 17 – Imagem de BSE- Identificação dos minerais – Produto não magnético



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundário
1	Ti, Fe, O	Mg, (Mn)
2	Fe, O	Si, (Ca, Ti)
3	Ca, Ti, O	(Nb, Fe)
4	Si, Ca, Ti, O	(Fe)
5	Ca, P, O	(F, Sr)
6	Ti, O	(Nb, Fe)
7	Ti, O	P, Al, P, (Fe)
8	Si, Fe, O	Al, Mg, (Ca)
9	Si, Mg, Fe, K, Al	
10	Si, O	

() = indica presença menor que dos elementos secundários.

4.5.2. Produto Magnético

A tabela 22 apresenta os teores de diferentes óxidos na alimentação e no produto magnético.

Tabela 22 - Resultado de análise química para produto magnético do teste otimizado

Produto	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	TiO ₂
Alimentação	21,51	29,08	14,11	20,72	1,21	2,05	4,2
Produto Magnético	11,6	16,4	34,32	14,36	1,51	2,79	9,45

O teor de P₂O₅ diminuiu consideravelmente no produto magnético em comparação com

a alimentação, indicando uma remoção significativa de apatita neste produto. Da mesma forma, o teor de CaO também diminuiu no produto magnético. O teor de Fe_2O_3 aumentou significativamente no produto magnético em relação à alimentação, o que indica uma concentração maior de minerais contendo ferro neste produto, o que era esperado. O teor de SiO_2 diminuiu no produto magnético em comparação com a alimentação, que está coerente com o resultado maior de SiO_2 obtido no produto não magnético. Para o TiO_2 , houve um aumento significativo do teor no produto magnético indicando possivelmente uma maior concentração do mineral ilmenita nesta fração. As variações nos teores de Al_2O_3 e MgO entre a alimentação e o produto magnético são relativamente pequenas indicando novamente uma possível ineficiência na separação de minerais contendo estes elementos

Os minerais ilmenitas, rutilo, perovskita, óxidos de ferro (provavelmente magnetita, goethita) e apatita além de quartzo, titanita e silicatos / filossilicatos, provavelmente biotita e vermiculita foram identificados no produto magnético, conforme mostrado na tabela 23 e nas figuras 18 e 19.

Tabela 23 - Minerais Identificados – Produto Magnético

ICDD	Mineral	Fórmula Química	Obs
98-006-0425	Hidroxiapatita	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	
01-089-8935	Quartzo	SiO_2	
01-076-1849	Magnetita	Fe_3O_4	
98-001-2462	Vermiculita	$\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$	
01-075-1210	Ilmenita	FeTiO_3	
01-081-0463	Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	
00-013-0233	Hidrobiotita	KMgFeAlSiOOH	
01-075-1759	Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	pp
01-076-0318	Rutilo	TiO_2	pp

Nota: pp = possível presença

Figura 18 - Difratograma de raio X

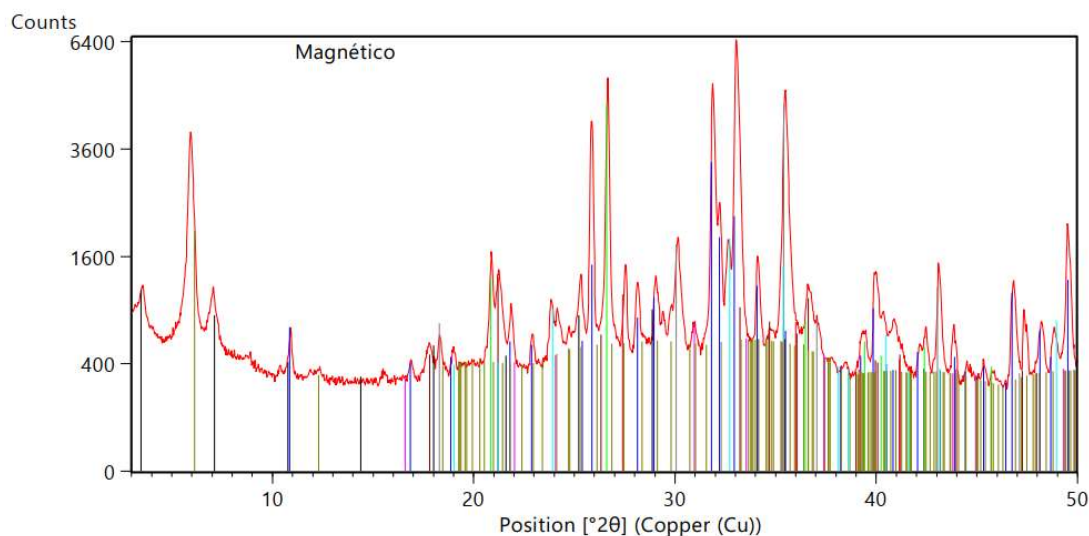
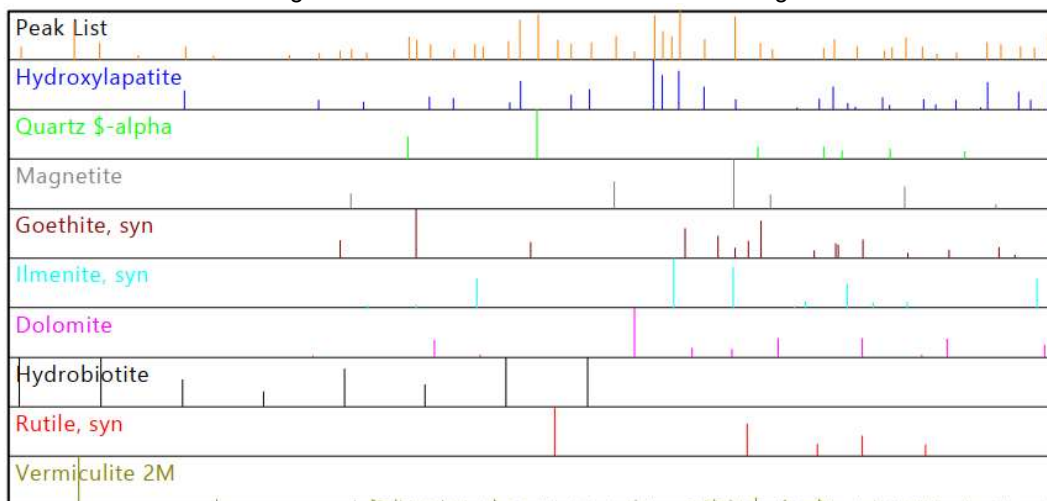


Figura 19 – Fases identificadas – Produto Magnético



De forma similar a análise realizada para a amostra do produto não magnético, foram feitas para o produto magnético análises por EDS que indicaram que o titânio está presente em 4 fases identificadas: ilmenita, rutilo, perovskita e titanita. A ilmenita, com presença de Mg e Mn, o rutilo, com presença de Fe. A perovskita também apresentou composição com Fe. A titanita, nas áreas analisada, foi identificada 1 única vez, também com Fe em sua composição. Alguns grãos de magnetita apresentam lamelas de rutilo. Os óxidos de ferro também indicaram presença de Ti em sua composição. Todas as imagens com as comprovações das análises descritas estão em detalhe no Apêndice no capítulo 8.

A figura 20 apresenta Imagem de BSE da amostra do produto magnético e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na figura 21 e a área em azul no Apêndice no capítulo 8. Na figura 22 os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes. Mais imagens podem ser consultadas no Apêndice no capítulo 8.

Figura 20 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 21. Área em azul, no Apêndice.

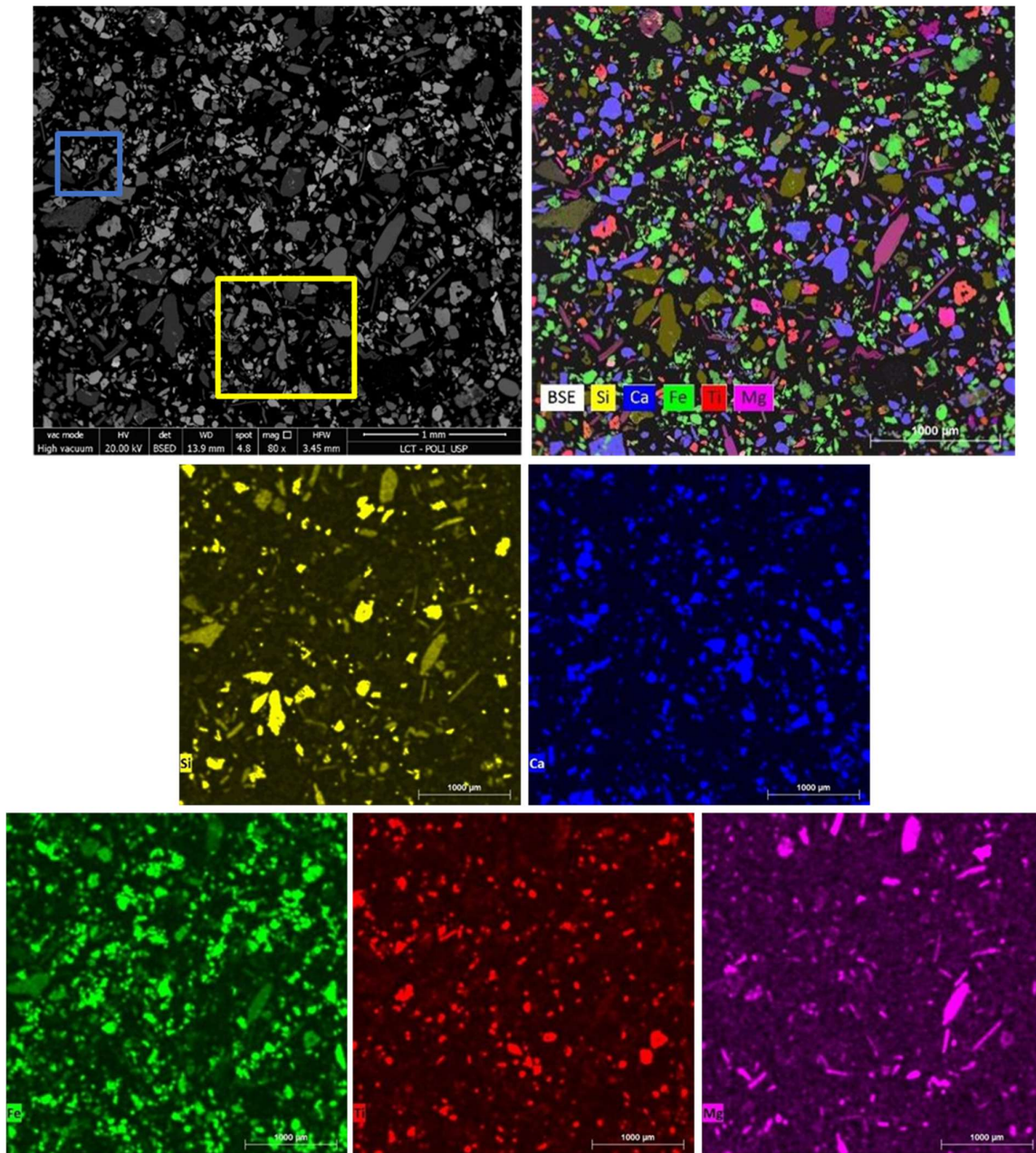


Figura 21 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe no Apêndice.

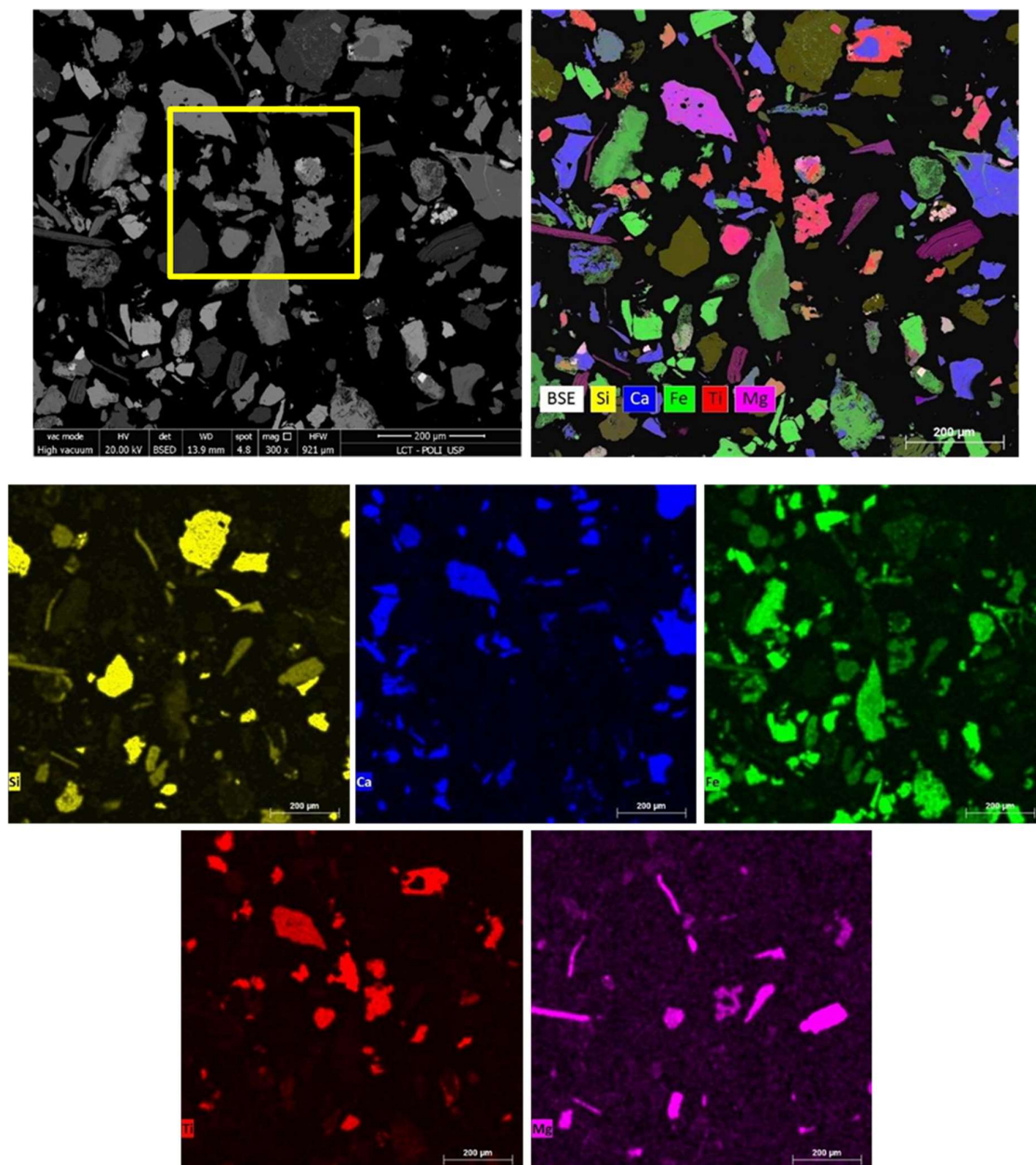
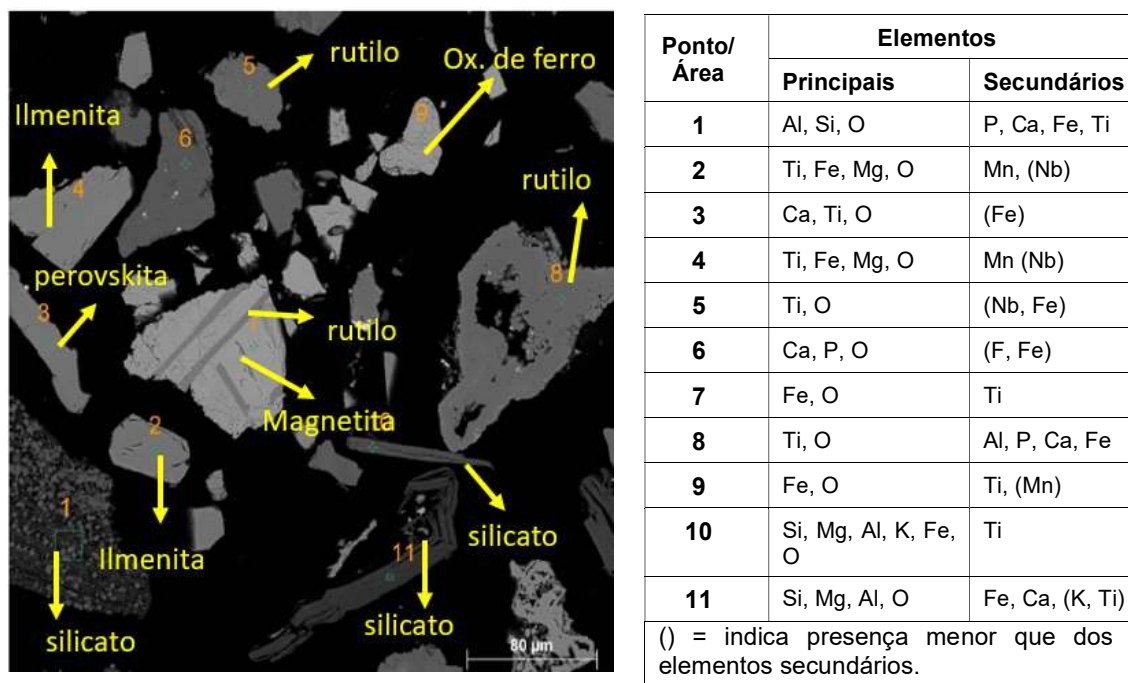


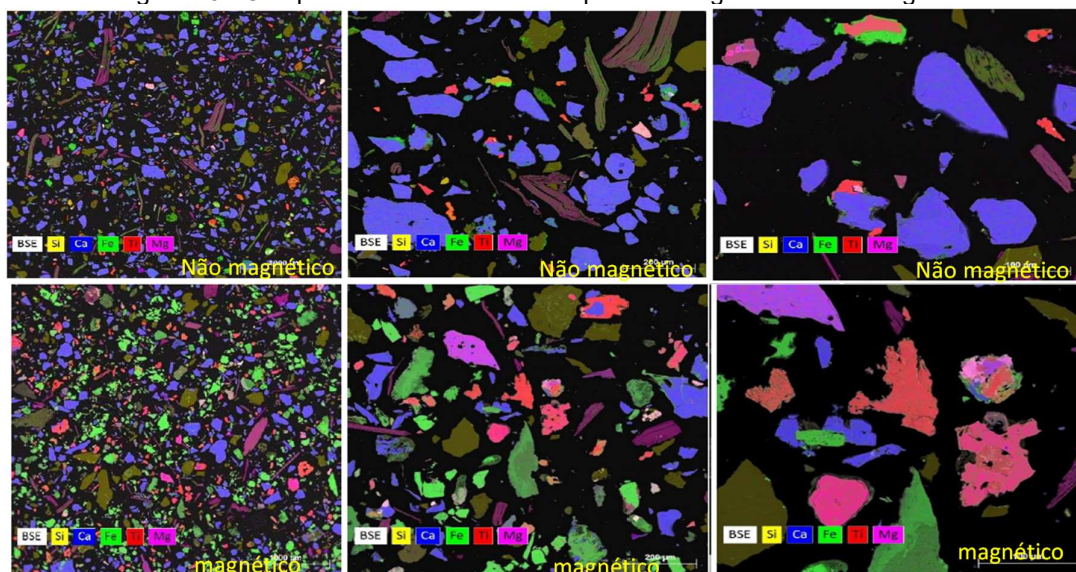
Figura 22 – Imagem de BSE- Identificação dos minerais – Produto magnético



4.5.3. Análise comparativa – Produto magnético e não magnético

A figura 23 apresenta uma comparação entre as imagens BSE das duas amostras, produto magnético e não magnético.

Figura 23 - Comparativo BSE – Amostras produto magnético e não magnético



O BSE é um detector de elétrons retroespalhado, para detecção da diferença do número atômico dos elementos químicos em função do contraste na amostra analisada e é

apresentada estas diferenças através das cores das imagens. Avaliando os resultados das DRX, MEV, o comparativo entre os BSE e análises químicas realizadas, pode-se concluir que produto magnético apresenta uma concentração de óxidos de ferro, titânio e magnésio. Isso pode ser confirmado pela predominância das cores verde, vermelho e rosa que indicam ferro, magnésio e titânio, nas imagens do produto magnético na figura 23. Além disso, observou-se a presença notavelmente superior de ilmenita (Fe, Ti, Mg) nessa fração quando comparada ao não magnético. O magnésio presente na fração magnética está associado majoritariamente a ilmenita do que aos silicatos. Já o produto não magnético apresenta concentração de cálcio (cor azul nas imagens do BSE do produto não magnético, figura 23) e sílica ligada a presença de quartzo, silicatos.

Para ratificar a análise apresentada, foi calculada a distribuição de cada elemento para os produtos magnético e não magnético conforme apresentada na tabela 24.

Tabela 24 - Distribuição dos elementos em cada produto

Produto	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	TiO ₂
Não Magnético	93,6%	93,3%	43,9%	91,4%	85,7%	78,1%	62,6%
Magnético	6,4%	6,7%	56,1%	8,6%	14,3%	21,9%	37,4%

Destaca-se distribuição acima de 90% de P₂O₅, CaO e SiO₂ no produto não magnético além de valores elevados para o Al₂O₃, MgO ratificando a presença de minerais apatita, silicatos/quartzo. Já no produto magnético, valores elevados de Fe₂O₃, TiO₂ e presença de MgO (concentração de óxidos de ferro, titânio e Magnésio) sendo o magnésio em grande maioria associado a ilmenita e menor escala a presença de silicatos. Desta forma conclui-se que a separação magnética de alto campo para a amostra testada e condições apresentadas, não foi eficiente na separação de minerais portadores de sílica (filossilicatos / quartzo) da apatita.

4.6. Avaliação contaminantes no concentrado – 3 circuitos

Um dos objetivos do estudo foi avaliar a qualidade do concentrado apatítico obtido após a flotação considerando os contaminantes Fe₂O₃, SiO₂ e Al₂O₃. Para realizar esta comparação foram selecionados resultados de análises químicas dos produtos para resultados próximos de teor de P₂O₅ entre os testes realizados para as três configurações possíveis do circuito (Flotação sem etapa de SMAI, com SMAI antes da flotação e SMAI após a flotação). Os resultados selecionados estão apresentados na Tabela 25.

Tabela 25 - Resultado de análise química do concentrado final

Teste	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃
Sem SMAI	34,35	5,45	4,86	0,19
SMAI antes flotação	34,53	3,08	7,51	0,23
SMAI após flotação	34,33	3,22	7,68	0,27

Avaliando os resultados pode-se observar que o teor de Fe₂O₃ para os testes que contemplaram a etapa de separação magnética de alto campo tiveram valores menores (próximos de 3%) do que o teste sem esta etapa (5,45%), independentemente se a etapa estava antes ou após a flotação. A queda do teor de Fe₂O₃ nestes dois circuitos foi compensada com o aumento do teor de SiO₂ no concentrado (maiores que 7%) enquanto o teste com o circuito sem o SMAI apresentou resultado menor, de 4,86%. Em termos de impacto no processo químico, produção de fertilizantes, concentrados com teores de ferro menores apresentam desempenhos melhores e desta forma, os testes com a etapa de separação magnética de alto campo melhoraram a qualidade do concentrado final.

5. CONCLUSÃO

A separação magnética de alta intensidade, aplicada como etapa anterior à flotação apresentou resultados estatisticamente satisfatórios quando comparada aos resultados considerando esta etapa após a etapa de flotação. A remoção de minerais contaminantes ilmenita, rutilo, perovskita, óxidos de ferro além de quartzo, titanita e silicatos / filossilicatos, resultaram em uma melhor recuperação de apatita na flotação do produto não magnético.

Na condição de otimização da resposta obteve-se 92,31% de recuperação metalúrgica com teor de P_2O_5 no concentrado de 35% que também é um resultado superior a recuperação metalúrgica do circuito sem considerar a etapa de separação magnética que foi de 89,4%.

Apesar da presença de minerais contendo sílica no produto magnético, a etapa de separação magnética de alto campo não demonstrou ser eficiente na separação destes minerais da apatita. Acredita-se que isso se deve a pequena diferença de susceptibilidade magnética destes dois grupos de minerais. Entretanto esta etapa teve eficiência elevada na separação de apatita de óxidos de ferro.

Foi possível definir modelo para prever resultados de recuperação metalúrgica em função das variáveis dosagem de coletor, posição da etapa de separação magnética e campo magnético para a amostra estudada.

A etapa de separação magnética tanto antes como depois da flotação demonstrou-se eficiente em reduzir o teor do óxido de ferro no concentrado obtendo teores próximos de 3% contra teores próximos de 5% no circuito sem a etapa de separação magnética.

Por fim, o estudo realizado demonstrou potencial ganho de desempenho industrial com a instalação de etapa de separação magnética de alto campo antes da flotação de apatita.

6. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se para estudos futuros:

- Aplicação do estudo para circuito de finos;
- Realização do estudo para diferentes tipologias da mina (avaliar impacto da variação mineralógica);
- Teste com amostra de alto teor de P_2O_5 (>25%) e sem etapa de flotação (avaliar possibilidade de se obter concentrado final sem a utilização da flotação para amostras da mina com teores de P_2O_5 elevado).

7. REFERÊNCIAS

AMARAL, A. J. R **Principais Depósitos Minerais do Brasil** – Cap. 1 – Geologia do Fosfato – p. 3-15), DNPM, 2005.

BALTAR, C.A.M. **Flotação no Tratamento de Minérios**. 2ª edição. Editora Universitária UFPE. Recife, 2010.

BARBOSA, E. R. **Mineralogia e petrologia do Complexo carbonatítico-foscorítico de Salitre, MG**. 2009. 432f. Tese (Doutorado em Geologia) - Universidade de Brasília, Brasília, 2009.

BARROS, L. A. F. **Caracterização tecnológica de minério fosfático de Salitre - Patrocínio - MG**. 2005. 483f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2. ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2002;

CEPEA (Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada) **População ocupada no agro cresce no 1º tri e recupera perdas geradas pela COVID-19. São Paulo. 19 de maio de 2022**. Disponível em: [https://www.cepea.esalq.usp.br/br/releases/mercado-de-trabalho-cepea-populacao-ocupada-no-agro-cresce-no-1-tri-e-recupera-perdas-geradas-pela-covid-19.aspx#:~:text=Cepea%2C%2019%2F05%2F2022,Estudos%20Avan%C3%A7ados%20em%20Economia%20Aplicada\)%2CAcesso em: 25 ago. 2022](https://www.cepea.esalq.usp.br/br/releases/mercado-de-trabalho-cepea-populacao-ocupada-no-agro-cresce-no-1-tri-e-recupera-perdas-geradas-pela-covid-19.aspx#:~:text=Cepea%2C%2019%2F05%2F2022,Estudos%20Avan%C3%A7ados%20em%20Economia%20Aplicada)%2CAcesso em: 25 ago. 2022)

CONAB (Companhia Nacional de Abastecimento) **Produção de grãos está estimada em 312,5 na safra 2022/23**. Brasília-DF, 13 de abril de 2023. <https://www.conab.gov.br/ultimas-noticias/4971-producao-de-graos-esta-estimada-em-312-5-milhoes-de-toneladas-na-safra-2022-23>. Acesso em: 18 junho. 2023.

DANA, J.D.; HURLBUT Jr., C.S. **Manual de mineralogia**. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e EdUSP, 1969.

DE MASI NETO, D.; BUDEMBERG, G. **Otimização da flotação de apatita utilizando planejamento de experimentos**. ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA. 27, Belém-PA. **Anais [...]** Belém, 2017.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL, DNPM. **Economia Mineral do Brasil**. Brasília, DF: DNPM, 2009.

EMILIANO, P.C. 2013. **Critérios de Informação: Como eles se comportam em diferentes modelos?** Dissertação (Estatística) – Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais, 2013.

GUIMARÃES, R. C. & PERES, A. E. C. **Experiencia brasileira de produção de concentrado fosfático a partir de lamas**: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA. 19, Recife, 2002.

KAWATRA, K.; CARLSON, J. T. **Beneficiation of Phosphate Ore**. Society for Mining, Metallurgy & Exploration, 2014.

LAPIDO-LOUREIRO, F. E.; MONTE, M. B. de M.; NASCIMENTO, M. Agrominerais – Fosfato. *In*: LUZ, A. B. da.; LINS, F. A. F. **Rochas e Minerais industriais**: usos e especificações. Rio de Janeiro: CETEM, 2008. p. 141-174.

MELFI, A. J.; MISI, A.; CAMPOS, D. de A.; CORDANI, U. G. **Recursos minerais do Brasil**: problemas e discussões. Rio de Janeiro: Academia Brasileira de Ciências, 2016.

METSO OUTOTEC. **Basics in minerals processing**. Metso Outotec, 2021s.d.

NAVARRO, G. R. B.; ZANARDO, A.; MONTIBELLER, C. C.; LEME, T. G. **Livro de referência de minerais comuns e economicamente relevantes**: Filossilicatos. Museu de Minerais, Minérios e Rochas “Prof. Dr Heinz Ebert”, 2017.

REIS, A.S. **Estudo da influência do tamanho de bolha na flotação em coluna para diferentes granulometrias de apatita**. 2019. Tese (Pós-Graduação em Engenharia Química) UFU.

REIS, ANGELICA S.; REIS FILHO, ARGILEU M.; DEMUNER, LARISSA R.; BARROZO, MARCOS A.S. **Effect of bubble size on the performance flotation of fine particles of a low-grade Brazilian apatite ore.** POWDER TECHNOLOGY, v. 356, p. 884-891, 2019.

SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B.; FRANÇA, S. C. A. **Separação magnética e eletrostática.** In: **Tratamento de minérios**, 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.9. P.367-393

SHAO, Y., VEASEY, T. J. and ROWSON, N. A. **Wet High Intensity Magnetic Separation of Iron Minerals. Magnetic and Electrical Separation**, Volume 9, p. 41-51, Mar. 1996.

SIMÕES, F.F., RODRIGUES, J.S.M., GRASSO, C.B., SAITO, M. S., COSTA, L. L. C. **Estudo de separação magnética de alto campo na alimentação da flotação de apatita.** In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA. 28, Belo Horizonte-MG. **Anais [...]** Belo Horizonte, 2019.

TESTA, F.G. 2008. 98f. **Avanço na flotação de finos de minérios com condicionamento de alta intensidade.** Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

ULIANA, D. **Caracterização tecnológica do fosfato do complexo alcalino de Salitre - área Fosfertil.** 2010. 210f. (Mestrado em Engenharia de Minas) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

VALADÃO, G. E. S.; ARAUJO, A. C. **Introdução ao Tratamento de Minérios.** Belo Horizonte: Editora UFMG, 2012. 234p.

WILLS, B.; FINCH, J. A. **Will's Mineral Processing Technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery.** 8th Edition, Elsevier, 2016.

ZAPATA, F.; ROY, R.N. (ed.) **Use of phosphate rocks for sustainable agriculture.** Roma: Food and Agriculture Organization of the United Nations, 2004.

8. APENDICE

8.1. Análise estatística detalhada

8.1.1. Análise estatística – teor de P_2O_5 (%)

Neste tópico será apresentada a análise estatística do modelo para a resposta “teor de P_2O_5 ”.

Modelo completo - Utilização de todos os fatores

Tabela 26 - Análise estatística do modelo completo “teor de P_2O_5 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	17	16,5911	87,61%	16,5911	0,97595	7,49	0,000
Linear	5	15,4972	81,83%	15,4972	3,09945	23,77	0,000
A	2	1,1267	5,95%	1,1267	0,56334	4,32	0,029
B	2	14,3705	75,88%	14,3705	7,18525	55,11	0,000
C	1	0,0000	0,00%	0,0000	0,00004	0,00	0,985
Interações de 2 fatores	8	0,9586	5,06%	0,9586	0,11983	0,92	0,523
A*B	4	0,6599	3,48%	0,6599	0,16499	1,27	0,320
A*C	2	0,0395	0,21%	0,0395	0,01974	0,15	0,861
B*C	2	0,2592	1,37%	0,2592	0,12960	0,99	0,389
Interações de 3 fatores	4	0,1352	0,71%	0,1352	0,03380	0,26	0,900
A*B*C	4	0,1352	0,71%	0,1352	0,03380	0,26	0,900
Erro	18	2,3468	12,39%	2,3468	0,13038		
Total	35	18,9379	100,00%				

Avaliando os dados da tabela 26 conclui-se que o modelo linear, que inclui os fatores "A" e "B", é estatisticamente significativo e demonstra uma contribuição significativa para a variação dos dados em comparação com o modelo sem esses fatores. A interação de três fatores ("ABC") e o fator "C" não são estatisticamente significativos na explicação da variabilidade dos dados. Desta forma foi realizada nova análise considerando uma “limpeza do modelo” utilizando apenas os fatores com influência significativa na resposta “% P_2O_5 ” no concentrado com o objetivo de simplificar o modelo.

Modelo otimizado - Fatores que influenciam

Tabela 27 - Análise estatística do modelo simplificado “teor de P_2O_5 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	4	15,497	81,83%	15,497	3,87430	34,91	0,000
Linear	4	15,497	81,83%	15,497	3,87430	34,91	0,000
A	2	1,127	5,95%	1,127	0,56334	5,08	0,012
B	2	14,371	75,88%	14,371	7,18525	64,74	0,000
Erro	31	3,441	18,17%	3,441	0,11099		
Falta de ajuste	13	1,094	5,78%	1,094	0,08415	0,65	0,787
Erro puro	18	2,347	12,39%	2,347	0,13038	*	*
Total	35	18,938	100,00%				

O modelo linear, que inclui os fatores "A" e "B", é estatisticamente significativo e explica a maior parte da variação dos dados. Tanto o fator "A" quanto o fator "B" são estatisticamente significativos na explicação da variabilidade dos dados.

Comparação entre os modelos

A definição do melhor modelo para prever a resposta avaliada foi obtida comparado o sumário estatístico dos dois modelos apresentados nas Tabelas 28 e 29.

Tabela 28 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,361079	87,61%	75,90%	9,3872	50,43%	89,37	71,95

Tabela 29 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,333152	81,83%	79,49%	4,64010	75,50%	32,54	39,14

Pode-se observar nas duas tabelas (28 e 29) que as métricas que apontam a qualidade do modelo, melhoraram após “limpeza” do modelo. Aqui, destaca-se o aumento relativo dos valores de R²ajustado e R²predição, o que faz com que o modelo obtido por último (modelo “limpo”) se apresente com uma capacidade preditiva significativamente melhor.

Após toda a análise estatística apresentada neste tópico conclui-se que para a resposta teor de P_2O_5 no concentrado ($\%P_2O_5$), as variáveis que têm influência são a variável A (campo magnético) e a variável B (dosagem de reagente) de forma menos significativa.

8.1.2. Análise estatística – teor de Fe_2O_3 (%)

A análise estatística do modelo para a resposta “teor de Fe_2O_3 ” está apresentada na Tabela 30.

Modelo completo - Utilização de todos os fatores

Tabela 30 - Análise estatística do modelo completo “teor de Fe_2O_3 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	17	4,92679	94,95%	4,92679	0,28981	19,93	0,000
Linear	5	4,57286	88,13%	4,57286	0,91457	62,88	0,000
A	2	0,77307	14,90%	0,77307	0,38654	26,58	0,000
B	2	3,79441	73,13%	3,79441	1,89720	130,44	0,000
C	1	0,00538	0,10%	0,00538	0,00538	0,37	0,551
Interações de 2 fatores	8	0,33072	6,37%	0,33072	0,04134	2,84	0,031
A*B	4	0,08151	1,57%	0,08151	0,02038	1,40	0,274
A*C	2	0,07354	1,42%	0,07354	0,03677	2,53	0,108
B*C	2	0,17567	3,39%	0,17567	0,08784	6,04	0,010
Interações de 3 fatores	4	0,02321	0,45%	0,02321	0,00580	0,40	0,807
A*B*C	4	0,02321	0,45%	0,02321	0,00580	0,40	0,807
Erro	18	0,26180	5,05%	0,26180	0,01454		
Total	35	5,18859	100,00%				

Com base nos valores-p fornecidos, os fatores A e B, juntamente com a interação BC, são considerados estatisticamente significativos na explicação da variabilidade observada. O fator C, a interação AB, a interação AC e a interação de 3 fatores (ABC) não são considerados estatisticamente significativos com base nos valores-p fornecidos. Como há fatores que não são significativos, será realizada nova análise após “limpeza” retirando os fatores não significativos.

Modelo otimizado - Fatores que influenciam

Tabela 31- Análise estatística do modelo simplificado “teor de Fe_2O_3 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	7	4,74853	91,52%	4,74853	0,67836	43,16	0,000
Linear	5	4,57286	88,13%	4,57286	0,91457	58,19	0,000
A	2	0,77307	14,90%	0,77307	0,38654	24,59	0,000
B	2	3,79441	73,13%	3,79441	1,89720	120,71	0,000
C	1	0,00538	0,10%	0,00538	0,00538	0,34	0,563
Interações de 2 fatores	2	0,17567	3,39%	0,17567	0,08784	5,59	0,009
B*C	2	0,17567	3,39%	0,17567	0,08784	5,59	0,009
Erro	28	0,44006	8,48%	0,44006	0,01572		
Falta de ajuste	10	0,17826	3,44%	0,17826	0,01783	1,23	0,339
Erro puro	18	0,26180	5,05%	0,26180	0,01454	*	*
Total	35	5,18859	100,00%				

Na Tabela 31 observa-se que o único efeito não significativo que permaneceu na tabela é o fato C, pois como ele está presente no efeito de interação de 2ª ordem (BC) é recomendada a sua permanência por motivos hierárquicos (um fator de 1ª ordem é mais importante que um efeito de 2ª ordem).

Comparação entre os modelos

Para definir qual modelo poderá ser considerado o melhor para prever a resposta avaliada, foi comparado o sumário estatístico dos dois (tabelas 32 e 33):

Tabela 32- Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,120600	94,95%	90,19%	1,0472	79,82%	10,41	-7,00

Tabela 33 - Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo 2):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,125365	91,52%	89,40%	0,727448	85,98%	-31,47	-24,14

Com base nessas informações, o Modelo 1 indica ter um melhor ajuste aos dados, com um R^2 mais alto, um R^2 ajustado mais alto e valores menores de AICc e BIC.

Analisando os dados, conclui-se que, considerando as variáveis definidas e os ranges para cada variável considerada neste experimento, o teor de Fe_2O_3 no concentrado fosfático é influenciado pela variável B (dosagem de reagente), pela variável A (Campo Magnético) e pela interação BC (dosagem de reagente e posição da SMAI).

8.1.3. Análise estatística – Teor de SiO_2 (%)

A análise estatística do modelo para a resposta “teor de SiO_2 ” está exibida na Tabela 34.

Modelo completo - Utilização de todos os fatores

Tabela 34- Análise estatística do modelo completo “teor de SiO_2 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	17	20,0379	76,87%	20,0379	1,17870	3,52	0,006
Linear	5	16,0516	61,58%	16,0516	3,21031	9,58	0,000
A	2	0,7140	2,74%	0,7140	0,35702	1,07	0,365
B	2	15,2734	58,59%	15,2734	7,63668	22,79	0,000
C	1	0,0642	0,25%	0,0642	0,06418	0,19	0,667
Interações de 2 fatores	8	3,1018	11,90%	3,1018	0,38773	1,16	0,375
A*B	4	2,3793	9,13%	2,3793	0,59482	1,78	0,178
A*C	2	0,0417	0,16%	0,0417	0,02085	0,06	0,940
B*C	2	0,6808	2,61%	0,6808	0,34041	1,02	0,382
Interações de 3 fatores	4	0,8845	3,39%	0,8845	0,22114	0,66	0,628
A*B*C	4	0,8845	3,39%	0,8845	0,22114	0,66	0,628
Erro	18	6,0304	23,13%	6,0304	0,33502		
Total	35	26,0683	100,00%				

Em resumo, o modelo como um todo é estatisticamente significativo. No entanto, quando se analisa os fatores e interações individualmente, observa-se que apenas o fator B é estatisticamente significativo. Os demais fatores (A e C) e as interações não apresentam significância estatística. Como novamente há fatores não significativos, será realizada a “limpeza” do modelo para posterior comparação.

Modelo otimizado - Fatores que influenciam

Tabela 35- Análise estatística do modelo simplificado “teor de SiO₂”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	2	15,273	58,59%	15,273	7,6367	23,35	0,000
Linear	2	15,273	58,59%	15,273	7,6367	23,35	0,000
B	2	15,273	58,59%	15,273	7,6367	23,35	0,000
Erro	33	10,795	41,41%	10,795	0,3271		
Falta de ajuste	15	4,765	18,28%	4,765	0,3176	0,95	0,536
Erro puro	18	6,030	23,13%	6,030	0,3350	*	*
Total	35	26,068	100,00%				

O modelo tem uma contribuição significativa para a variabilidade total, com uma contribuição de 58,59% (SQ Seq). O valor F do modelo é de 23,35 e o valor-p associado é 0,000. Isso indica que o modelo é estatisticamente significativo. O fator B tem uma contribuição significativa para a variabilidade total, com um valor-p de 0,000 (<0,05).

Comparação entre os modelos

Tabela 36 - Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,578811	76,87%	55,02%	24,1216	7,47%	123,34	105,93

Tabela 37- Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,571944	58,59%	56,08%	12,8469	50,72%	68,09	73,14

Comparando as tabelas 36 e 37 e considerando os diferentes critérios de avaliação, o Modelo 2 indica ser o melhor modelo, pois apresenta um R² (pred) mais alto, um PRESQ, AICc e BIC mais baixo. Baseado nos resultados apresentados conclui-se que somente a variável dosagem de coletor apresenta influência significativa no resultado do teor de SiO₂ do concentrado.

8.1.4. Análise estatística – Teor de Al_2O_3 (%)

Neste tópico será apresentada a análise estatística do modelo para a resposta “% Al_2O_3 ”.

Modelo completo - Utilização de todos os Fatores

Tabela 38- Análise estatística do modelo completo “teor de Al_2O_3 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	17	0,130525	84,17%	0,130525	0,007678	5,63	0,000
Linear	5	0,112719	72,69%	0,112719	0,022544	16,53	0,000
A	2	0,008267	5,33%	0,008267	0,004133	3,03	0,073
B	2	0,102717	66,24%	0,102717	0,051358	37,66	0,000
C	1	0,001736	1,12%	0,001736	0,001736	1,27	0,274
Interações de 2 fatores	8	0,012061	7,78%	0,012061	0,001508	1,11	0,404
A*B	4	0,000167	0,11%	0,000167	0,000042	0,03	0,998
A*C	2	0,007022	4,53%	0,007022	0,003511	2,57	0,104
B*C	2	0,004872	3,14%	0,004872	0,002436	1,79	0,196
Interações de 3 fatores	4	0,005744	3,70%	0,005744	0,001436	1,05	0,408
A*B*C	4	0,005744	3,70%	0,005744	0,001436	1,05	0,408
Erro	18	0,024550	15,83%	0,024550	0,001364		
Total	35	0,155075	100,00%				

O modelo apresentado na tabela 38 é estatisticamente significativo, principalmente devido ao fator B, que contribui de forma significativa para a variabilidade explicada. O fator A mostra uma tendência à significância, enquanto o fator C não é estatisticamente significativo. As interações de 2 fatores e de 3 fatores também não são estatisticamente significativas. Desta forma torna-se interessante nova avaliação retirando do modelo os fatores que não influenciam no resultado.

Modelo otimizado - Fatores que influenciam

Tabela 39- Análise estatística do modelo simplificado “teor de Al_2O_3 ”.

Fonte	GL	SQ Seq	Contribuição	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	2	0,10272	66,24%	0,10272	0,051358	32,37	0,000
Linear	2	0,10272	66,24%	0,10272	0,051358	32,37	0,000
B	2	0,10272	66,24%	0,10272	0,051358	32,37	0,000
Erro	33	0,05236	33,76%	0,05236	0,001587		
Falta de ajuste	15	0,02781	17,93%	0,02781	0,001854	1,36	0,265
Erro puro	18	0,02455	15,83%	0,02455	0,001364	*	*
Total	35	0,15507	100,00%				

O modelo apresentado na tabela 39 é estatisticamente significativo, com o fator B sendo o único fator presente e significativo.

Comparação entre os modelos

Tabela 40- Sumário do modelo com todos os fatores (Modelo1):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,0369309	84,17%	69,22%	0,0982	36,68%	-74,80	-92,21

Tabela 41- Sumário do modelo com os fatores que influenciam (Modelo2):

S	R ²	R ² (aj)	PRESQ	R ² (pred)	AICc	BIC
0,0398324	66,24%	64,19%	0,0623107	59,82%	-123,74	-118,70

Analisando os resultados apresentados na tabela 40 e 41 e considerando os diferentes critérios de avaliação, o Modelo 2 indica ser o melhor modelo, pois, após retirada dos fatores que não influenciam na resposta, apresentou um R² (pred) mais alto apesar do R² (aj) ter reduzido o valor levemente. A análise indicou que somente a variável dosagem de coletor (Fator B) apresenta influência significativa no resultado do teor de Al_2O_3 do concentrado.

8.2. Análise Mineralógica

Neste tópico serão apresentadas as imagens e análises realizadas com as amostras do produto magnético e não magnético.

8.2.1. Análise Mineralógica – Produto não magnético

As Figuras 24 a 31 ilustram as áreas da amostra onde foram feitas análises por EDS. O titânio está presente em 5 fases analisadas: ilmenita, rutilo, perovskita, titanita e schorlomita. A ilmenita, com presença de Mg e Mn, como mostra a análise na Figura 27 – ponto 1.

O rutilo, com presença de Fe, como mostram a Figura 27 – pontos 29 e 30 e a Figura 31 – pontos 8 e 9. A perovskita apresentou composição com Fe como mostra a 27 – ponto 3. A titanita também mostrou Fe na sua composição como mostram as análises nas Figura 27 – ponto 4, Figura 28 – pontos 4 e 5, Figura 31 – ponto 7. A schorlomita foi identificada apenas uma vez (figura 28 – ponto 6). Os óxidos de Fe (Figura 27 – ponto 2, Figura 31 – ponto 2), alguns filossilicatos (figura 28 – pontos 1, 2, 9, Figura 31 – pontos 3 e 4) mostraram Ti em suas composições.

Figura 24 -. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 25.

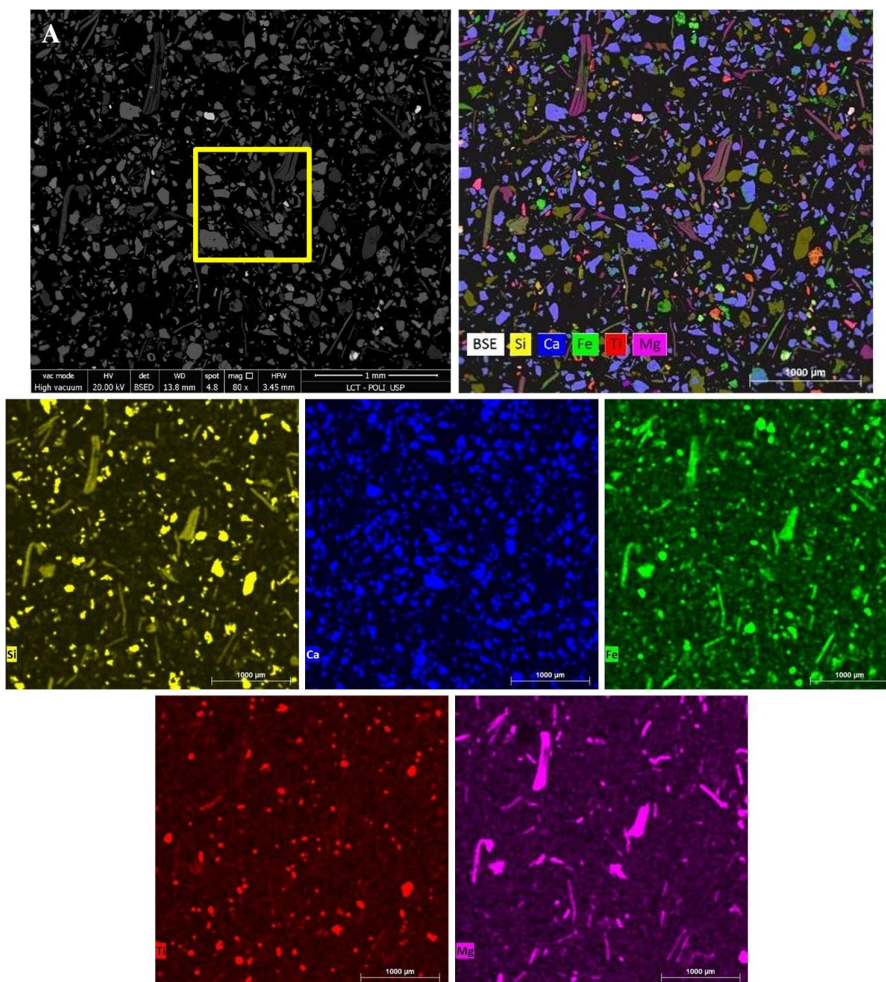


Figura 25 -. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 26. Área em azul, na Figura 28.

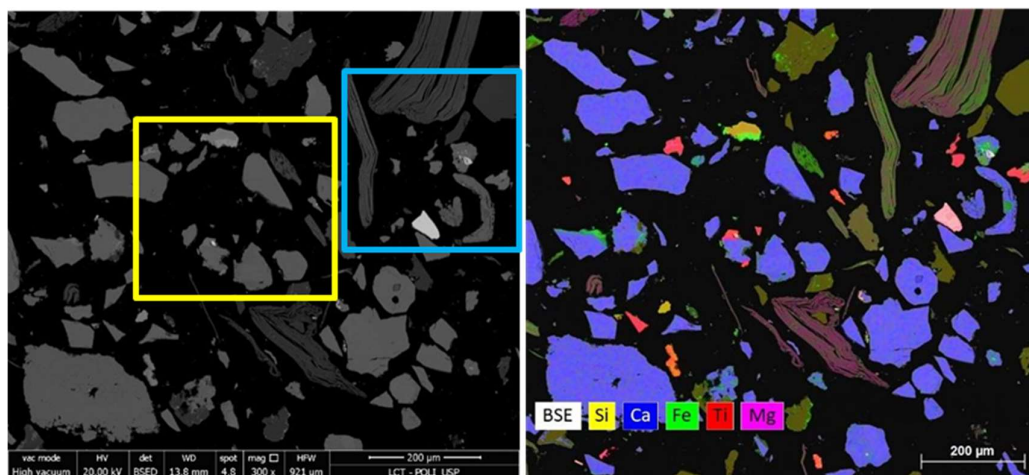


Figura 26 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 27.

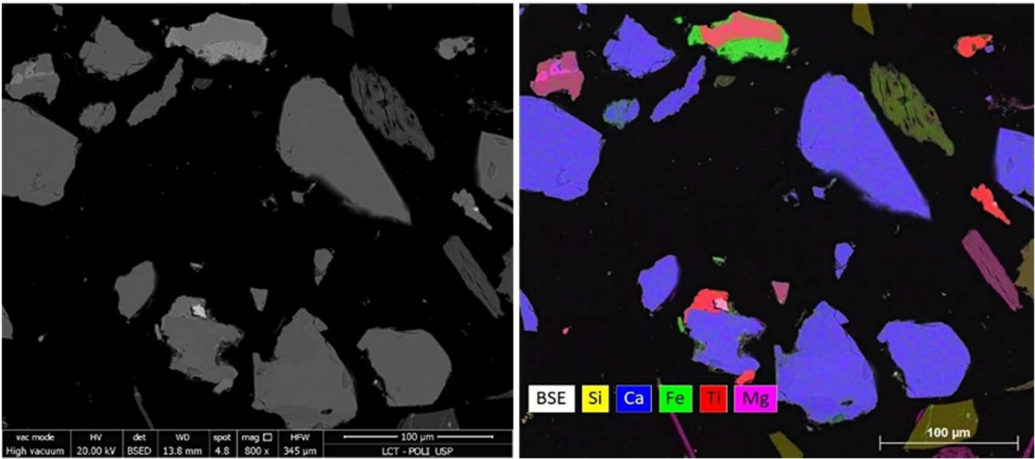
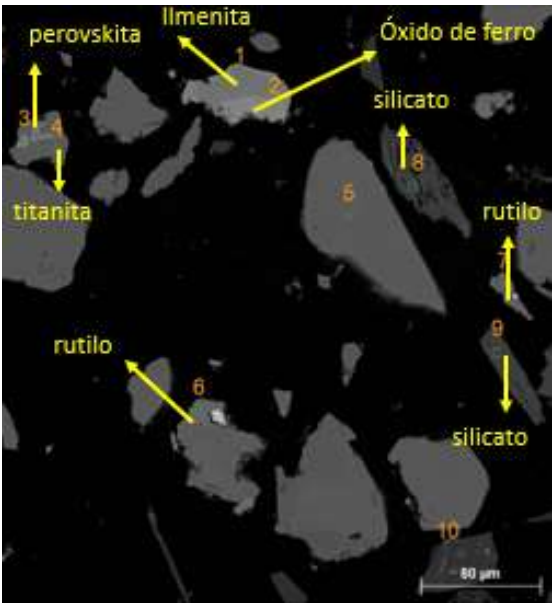


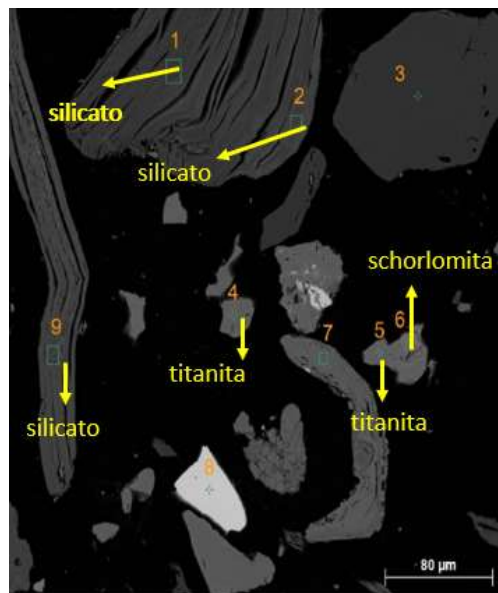
Figura 27. Imagem de BSE. Os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundário
1	Ti, Fe, O	Mg, (Mn)
2	Fe, O	Si, (Ca, Ti)
3	Ca, Ti, O	(Nb, Fe)
4	Si, Ca, Ti, O	(Fe)
5	Ca, P, O	(F, Sr)
6	Ti, O	(Nb, Fe)
7	Ti, O	P, Al, P, (Fe)
8	Si, Fe, O	Al, Mg, (Ca)
9	Si, Mg, Fe	K, Al
10	Si, O	

() = indica presença menor que dos elementos secundários.

Figura 28 - Imagem de BSE. Os pontos/áreas numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundários
1	Si, Mg, O	Fe, Ca, Ti
2	Si, Mg, Fe, O	Ca, Ti
3	Si, O	
4	Si, Ca, Ti, O	(Fe)
5	Si, Ca, Ti, O	(Fe)
6	Ca, Si, Fe, O	Ti
7	Ca, P, O	(F, Sr)
8	Zr, O	Ca, Ti
9	Si, Mg, Al, O	Fe, K, (Ti)

() = indica presença menor que dos elementos secundários.

Figura 29- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 30.

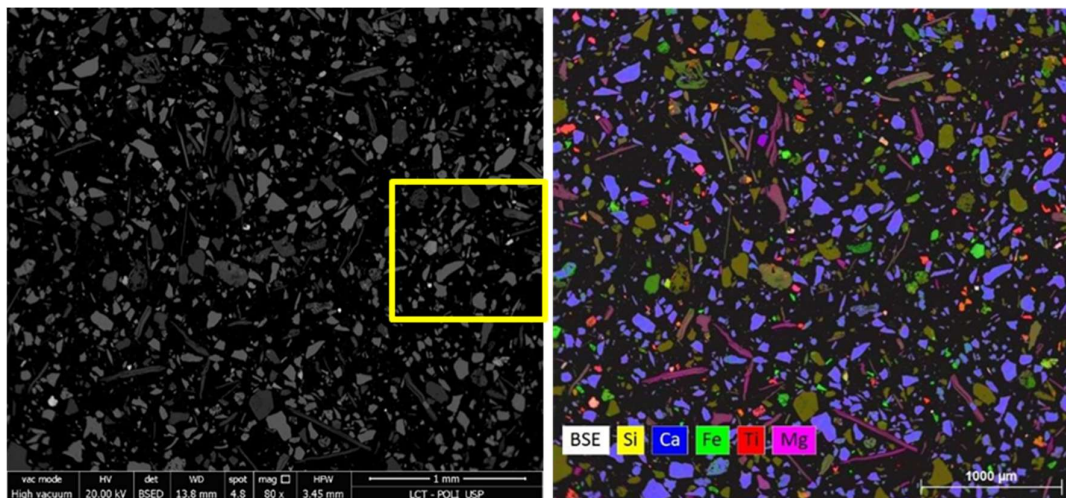


Figura 30- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 31.

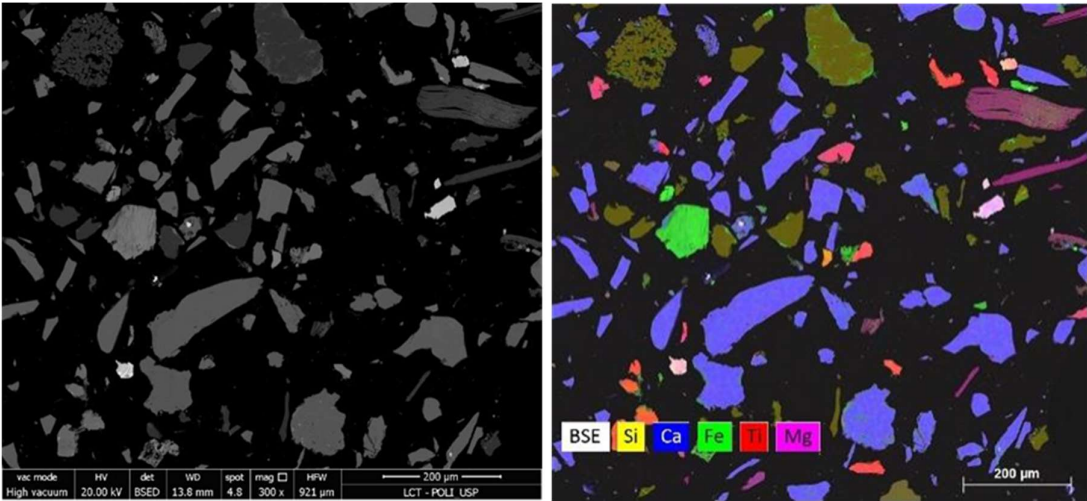
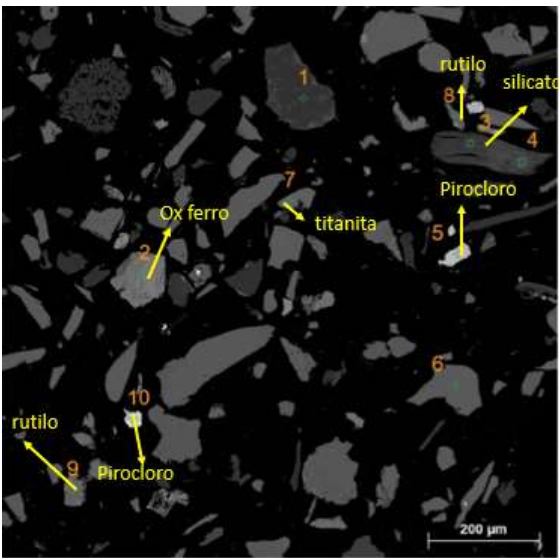


Figura 31- Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundários
1	Si, O	
2	Fe, O	(Al, Si, Nb)
3	Si, Mg, Al, O	Fe, Ca, (Ti)
4	Si, Mg, Al, O	Fe, K, (Ti)
5	Nb, Ca, O	Na, Ti, (F)
6	Ca, P, O	(F, Sr)
7	Si, Ca, Ti, O	(Fe, Nb)
8	Ti, O	Al, P, Ca, (Fe)
9	Ti, O	Al, P, Ca, Fe
10	Nb, Ba, Ca, O	Sr, (Fe)
() = indica presença menor que dos elementos secundários.		

8.2.2. Análise Mineralógica – Produto Magnético

Nas áreas da amostra onde foram feitas análises por EDS (Figura 32 a Figura 39), o titânio está presente em 4 fases identificadas: ilmenita, rutilo, perovskita e titanita. A ilmenita, com presença de Mg e Mn, como mostram as análises nas Figura 35 – pontos 7 e 9, Figura 36 – pontos 2 e 4, Figura 39 – pontos 8 e 9. O rutilo, com presença de Fe, como mostram as análises nas Figura 35 – pontos 2 e 3, Figura 36 – pontos 5 e 8, Figura 39 – ponto 11. A perovskita apresentou composição com Fe como mostram as análises nas Figura 35 – pontos 1 e 4, Figura 36 – ponto 3 e Figura 39 – ponto 7. A titanita, nas áreas analisada, foi identificada 1 única vez (Figura 39 – ponto 6), também com Fe em sua composição. Alguns grãos de magnetita apresentam lamelas de rutilo como mostra a Figura 36 – ponto 7. Os óxidos de ferro também indicaram presença de Ti em sua composição, como mostram Figura 35 – ponto 8, Figura 36 – pontos 7 e 9, Figura 39 – ponto 3.

Figura 32-. Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 33. Área em azul, na Figura 36.

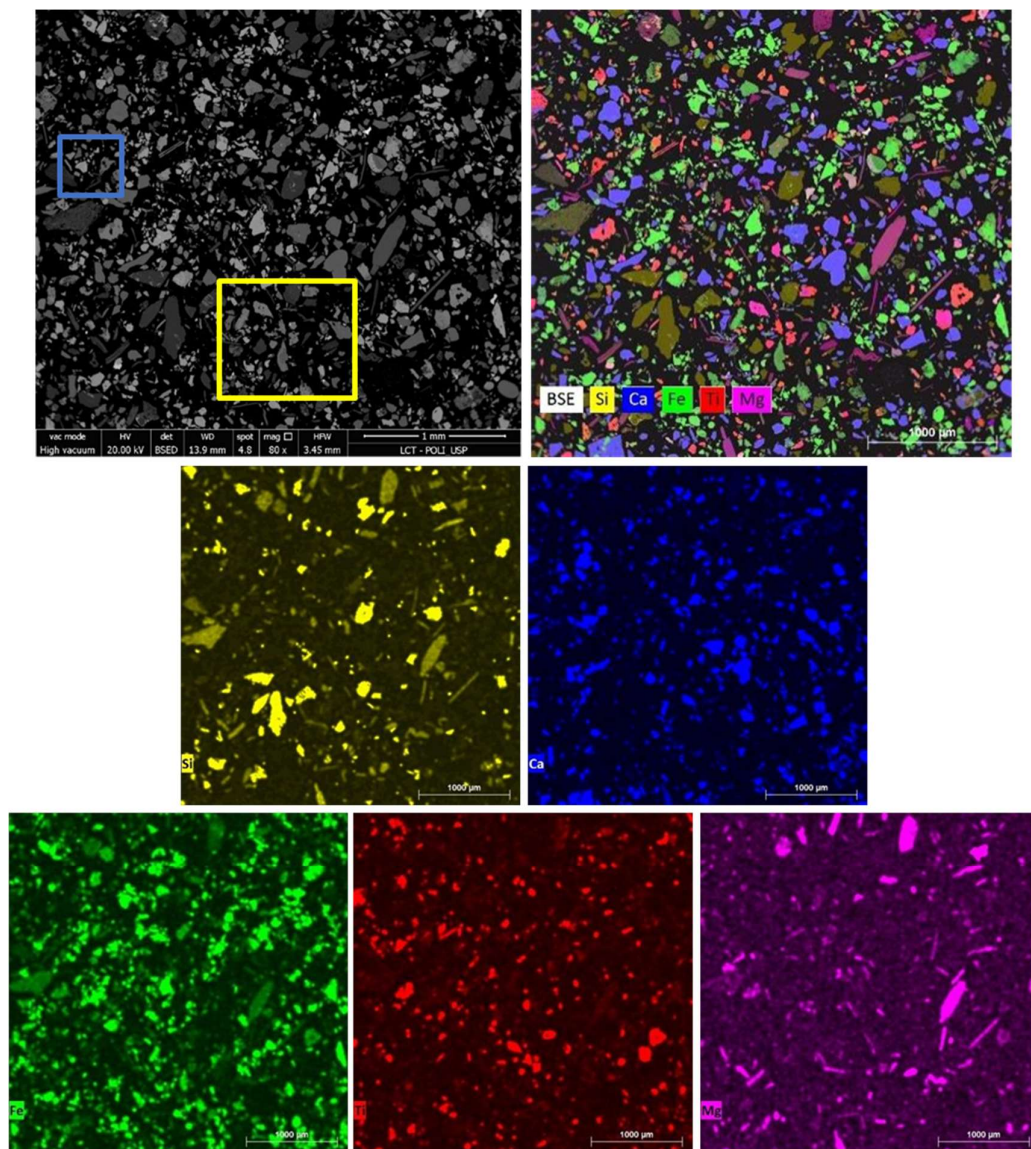


Figura 33 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. Área em amarelo é apresentada em detalhe na Figura 34.

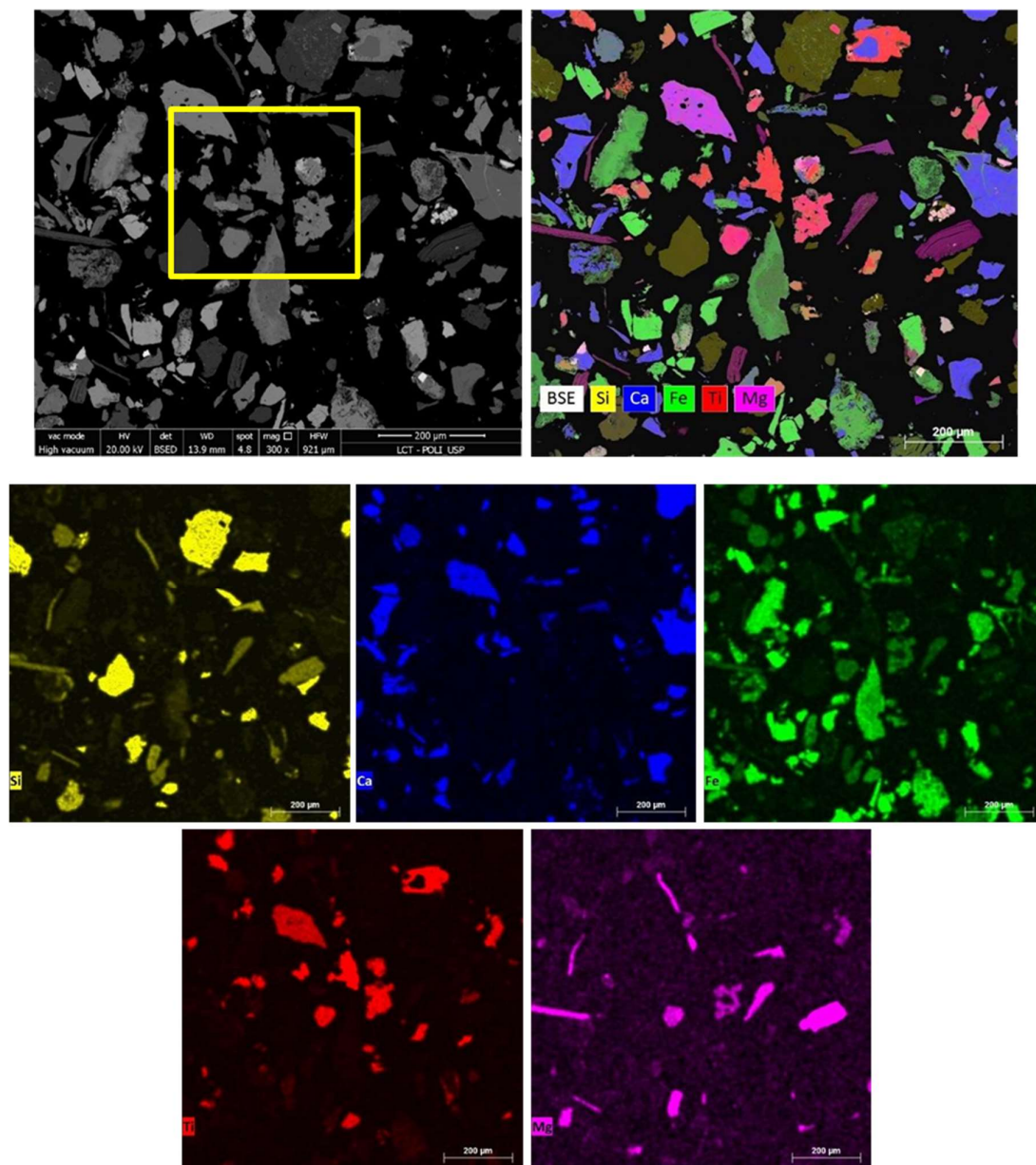


Figura 34- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 35.

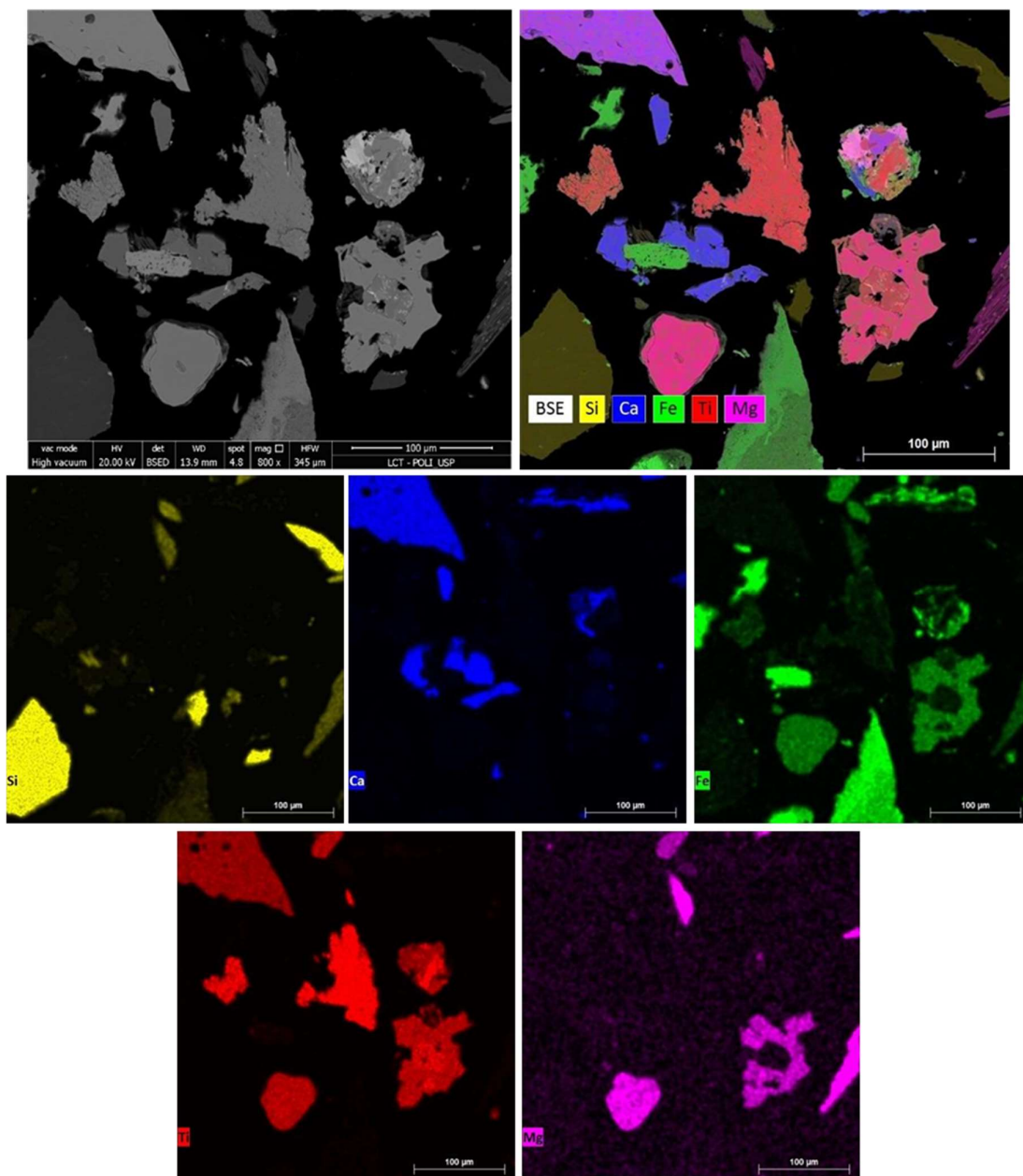
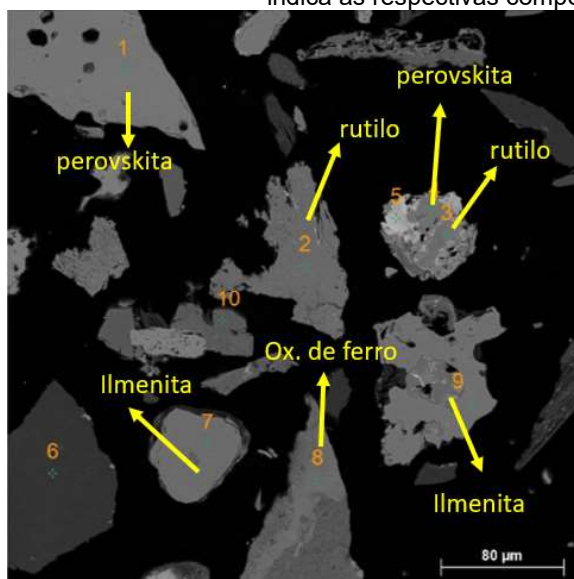


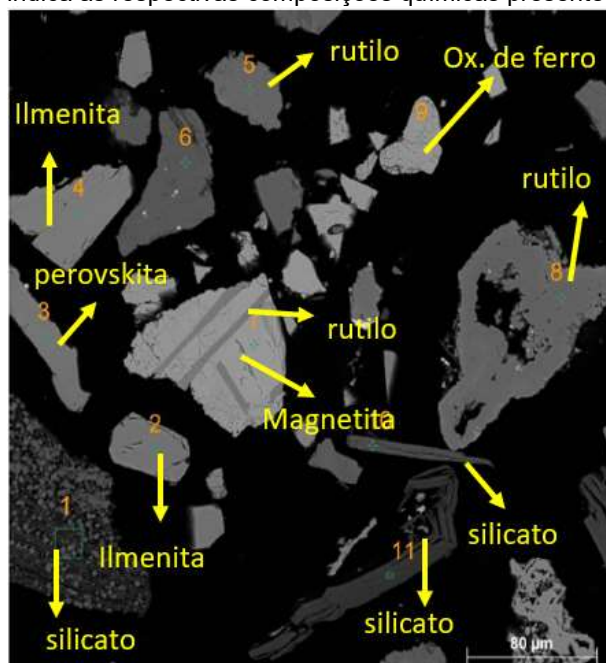
Figura 35- Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundários
1	Ca, Ti, O	(Fe)
2	Ti, O	(Nb, Fe)
3	Ti, O	(Nb, Fe)
4	Ca, Ti, O	(Fe, Nb)
5	Ti, Ca, O	Nb, Na (Fe)
6	Si, O	
7	Ti, Fe, Mg, O	(Mn)
8	Fe, O	Al, Si (P, Ti)
9	Ti, Fe, Mg, O	(Mn)
10	Ca, P, O	(F, Sr)

() = indica presença menor que dos elementos secundários.

Figura 36-Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundários
1	Al, Si, O	P, Ca, Fe, Ti
2	Ti, Fe, Mg, O	Mn, (Nb)
3	Ca, Ti, O	(Fe)
4	Ti, Fe, Mg, O	Mn (Nb)
5	Ti, O	(Nb, Fe)
6	Ca, P, O	(F, Fe)
7	Fe, O	Ti
8	Ti, O	Al, P, Ca, Fe
9	Fe, O	Ti, (Mn)
10	Si, Mg, Al, K, Fe, O	Ti
11	Si, Mg, Al, O	Fe, Ca, (K, Ti)

() = indica presença menor que dos elementos secundários.

Figura 37- Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A área em amarelo está apresentada na Figura 38.

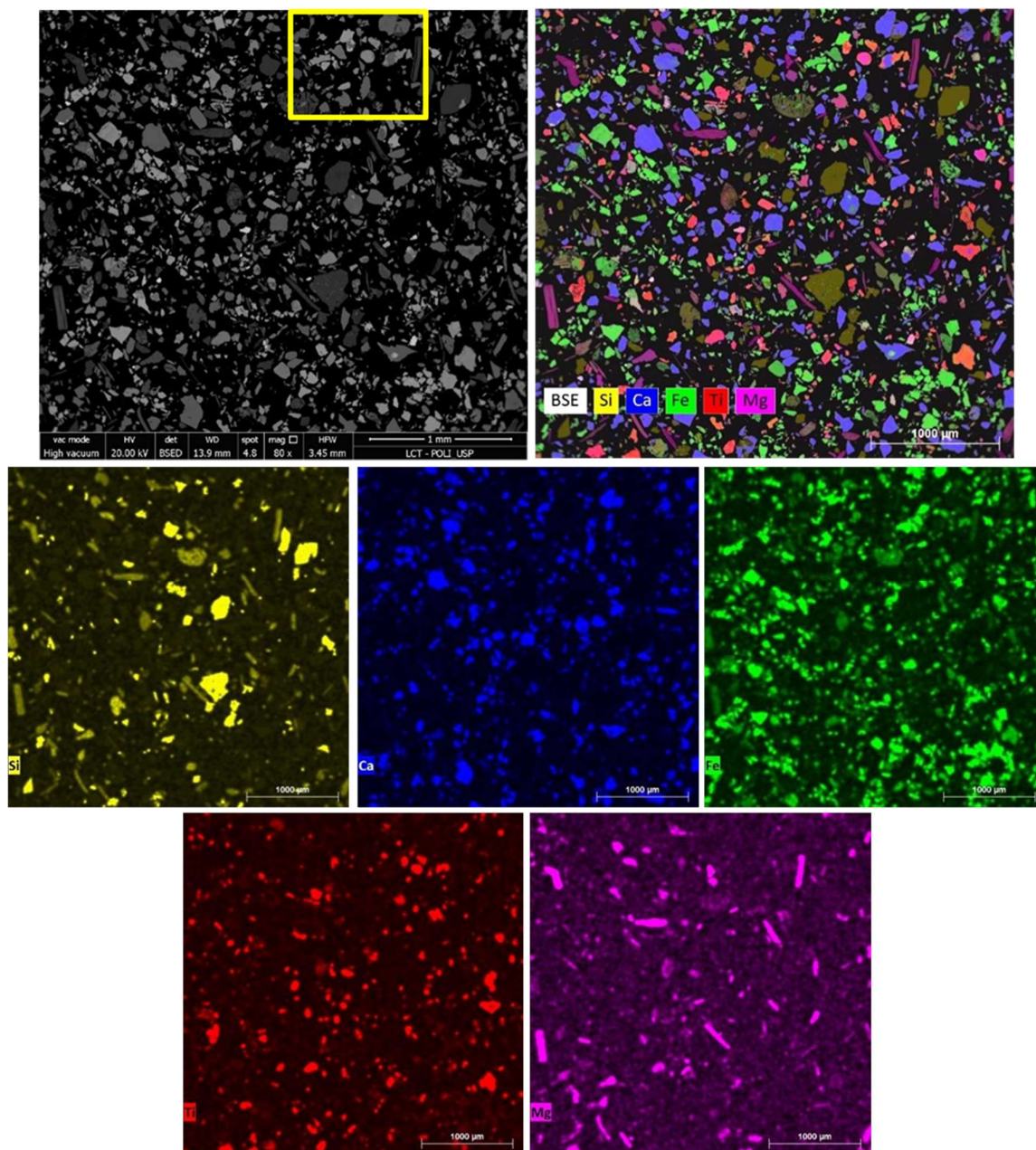


Figura 38 - Imagem de BSE (A) e seus respectivos mapas composicionais por EDS. A mesma região está na Figura 39.

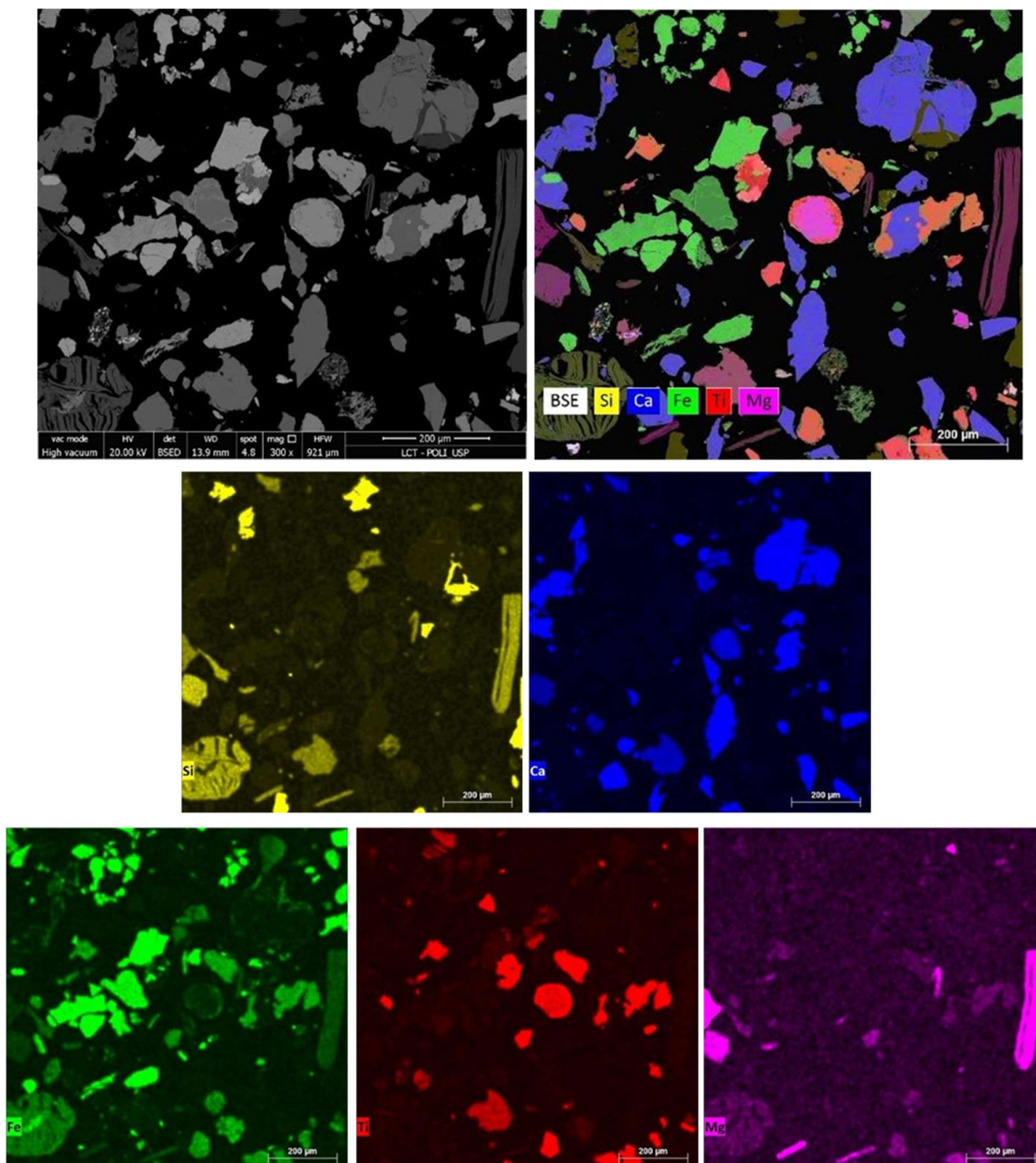
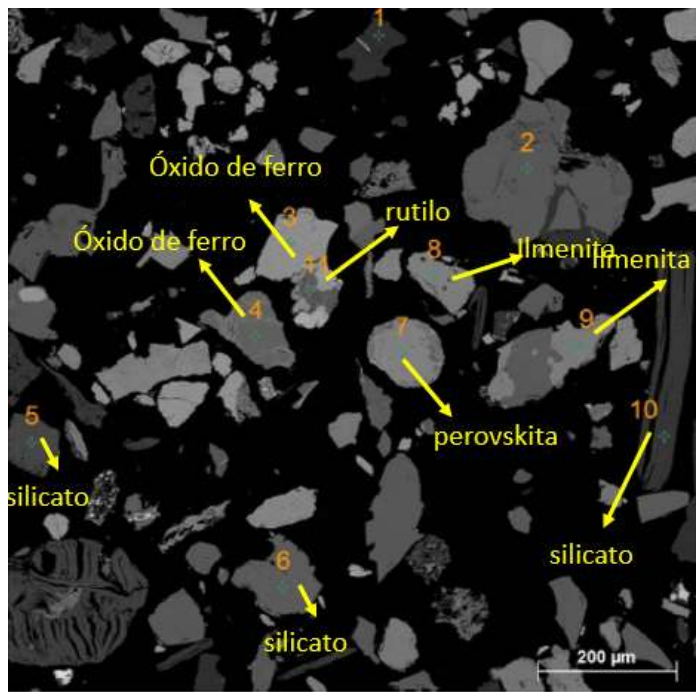


Figura 39 - Imagem de BSE. Os pontos numerados indicam locais de microanálises por EDS; a tabela indica as respectivas composições químicas presentes.



Ponto/ Área	Elementos	
	Principais	Secundários
1	Si, O	
2	Ca, P, O	(F, Sr)
3	Fe, O	Ti
4	Fe, O	(Mn)
5	Si, Ca, Mg, O	Fe
6	Si, Ca, Ti, O	Nb, (Fe)
7	Ca, Ti, O	Nb, Fe
8	Ti, Fe, O	Mg, Mn
9	Ti, Fe, O	Mg, Mn
10	Si, Mg, Al, O	Fe, Ca, Ti, (K)
11	Ti, O	Si, Nb, (Fe)
() = indica presença menor que dos elementos secundários.		