



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE MARABÁ
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MINAS E MEIO AMBIENTE

Deborah Evelyn da Costa Almeida

EFEITO DA DEGRADABILIDADE DO AMIL XANTATO DE POTÁSSIO (AXP)
SOBRE A EFICIÊNCIA DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO

MARABÁ – PA
2012

Deborah Evelyn da Costa Almeida

EFEITO DA DEGRADABILIDADE DO AMIL XANTATO DE POTÁSSIO (AXP)
SOBRE A EFICIÊNCIA DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente da Universidade Federal do Pará – UFPA, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas e Meio Ambiente.

Orientador: Prof. Dr. Dorsan dos Santos Moraes.

Co-orientador: Luís Rennó Machado.

MARABÁ – PA

2012

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Biblioteca II da UFPA. CAMAR, Marabá, PA

Almeida, Deborah Evelyn da Costa

Estudo em escala laboratorial da degradabilidade do amil xantato de potássio / Deborah Evelyn da Costa Almeida ; orientador, Dorsan dos Santos Moraes. — 2012.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Marabá, Faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente, Marabá, 2012.

1. Flotação. 2. Cobre - minas e mineração - Canaã dos Carajás (PA). 3. Testes químicos e reagentes. 4. Beneficiamento de minério. I. Moraes, Dorsan dos Santos, orient. II. Título.

CDD: 22. ed.: 622.752

Deborah Evelyn da Costa Almeida

EFEITO DA DEGRADABILIDADE DO AMIL XANTATO DE POTÁSSIO (AXP)
SOBRE A EFICIÊNCIA DO PROCESSO DE FLOTAÇÃO

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Faculdade de
Engenharia de Minas e Meio
Ambiente da Universidade Federal do
Pará – UFPA, em cumprimento às
exigências para obtenção do grau de
Bacharel em Engenharia de Minas e
Meio Ambiente.

Data da aprovação: _____

Conceito: _____

Banca examinadora:

Prof. Dr. Dorsan dos Santos Moraes

Prof. Dr. Denílson da Silva Costa

Prof. Dr. Reginaldo Sabóia de Paiva

Aos meus pais e à minha querida prima
Dinorah (*in memoriam*).

AGRADECIMENTOS

À Deus, que durante toda minha vida se mostrou presente, proporcionando saúde, tranquilidade e força a mim e a minha família, gerando o ambiente ideal para o meu crescimento pessoal e profissional.

Aos meus irmãos, Aron Costa de Almeida e Bárbara Costa de Almeida.

Aos meus queridos tios, Lúcia e Climério, pela confiança, torcida e apoio que sempre me foi dado.

Ao meu orientador Prof. Dr. Dorsan Moraes, que me ajudou e acreditou na realização deste trabalho.

Ao Instituto de Geociências em especial ao Laboratório de Difração de Raios-x e ao Laboratório de Pesquisa e Análise de Combustíveis (LAPAC), da Universidade Federal do Pará, pelo apoio e colaboração.

A turma de Engenharia de Minas 2006, da qual eu tenho orgulho de ter feito parte. Em especial aos amigos, Raiza Cavalcante, Rafael Ferrari, Itaguaí Faria, Renan Tourinho, Gutto Freire e Bruna Guimarães.

Aos colaboradores e amigos, Adriano Paiva, Arthur e Elis Siqueira, Ovídio Neto, Nayana Maia e Hyago Marinho.

A todos os professores da Faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente, ao Reginaldo Sabóia, Lucinewton Moura, Alexandre Buriel, Raimundo Nonato do Espírito Santo, Denílson Costa.

À Vale, pela oportunidade de estágio em um projeto tão diferenciado, a equipe de operação de usina e do processo do Sossego/PA. Principalmente ao Sr. Luís Machado, pela disponibilidade e apoio que sempre me foi dado e ao Gerente da Operação de Usina, Sr. Antônio Carlos Neves.

“Para ter sucesso nesse mundo, é preciso ou ser louco ou ser sábio”

Barão de Montesquieu

RESUMO

A Mina do Sossego está localizada a cerca de 37 km do município de Canaã dos Carajás, no Estado do Pará. O cobre encontrado nesta região é predominantemente calcopirítico e é concentrado por flotação para o posterior tratamento hidrometalúrgico. O projeto conta com duas cavas, uma usina de beneficiamento, depósito de estéril e uma barragem de rejeitos. A usina, por sua vez, é composta basicamente por operações de britagem, moagem, classificação, flotação, remoagem, espessamento e filtragem. O controle de adições de reagentes é a parte mais importante da estratégia de flotação. A relevância do desempenho dos reagentes sobre a eficiência do processo se demonstra indispensável. No presente trabalho foi realizado um estudo sobre a degradabilidade do amil xantato de potássio, classificado como um coletor utilizado na flotação de minério de cobre, em função do tempo. Seguindo este raciocínio foram coletadas amostras da alimentação do processo de flotação da usina de beneficiamento da Mina do Sossego para a realização dos ensaios de flotação na UFPA em Marabá. A partir dos ensaios da degradabilidade do coletor e de flotação e também através das análises por DRX e FRX, foi observada a decomposição do amil xantato de potássio com o tempo e a sua influência sobre o rendimento do processo de flotação. O estudo em questão sugere uma observação mais acurada em escala laboratorial, pois contrariando o procedimento de descarte de reagentes, talvez esses possam ser usados por um menor período de tempo, em relação aos atuais utilizados acarretando em diminuição de custos com esses insumos químicos.

Palavras-chave: Mina do Sossego, flotação, amil xantato de potássio.

ABSTRACT

The Sossego Mine is located about 37 km from the town of Canaã of Carajás, in Pará State. The copper found in this region is predominantly calcopirítico and concentrated by flotation for subsequent hydrometallurgical treatment. The project has two pits, processing plant, storage of waste and a tailings dam. The plant, in turn, is composed mainly of crushing operations, comminution, classification, flotation, regrind, thickening and filtering. The control additions of reagents is the most important part of the flotation. The relevance of the performance of the reagents on the efficiency of the process is shown indispensable. In this paper we present a study on the degradation of potassium amyl xanthate, classified as a collector used in flotation of copper ore, a function of time. Following this reasoning, samples were collected from the feeding of the flotation process plant with the Sossego Mine for the testing of flotation in the UFPA in Marabá. From the tests of degradability of the collector and flotation and also through the XRD and XRF analyzes, we observed the decomposition of potassium amyl xanthate with time and its influence on the yield of the flotation process. The present study suggests a closer look at industrial scale, because contrary to the procedure for disposal of reagents, perhaps these can be used for a shorter period of time, compared to the current used resulting in lower costs with these chemicals.

Keywords: Sossego Mine, flotation, potassium amyl xanthate.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVO	14
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1	COBRE.....	15
3.2	MINERAIS DE COBRE.....	17
3.3	CALCOPIRITA.....	19
3.3.1	Estrutura cristalina da calcopirita	20
3.4	MINA DO SOSSEGO.....	21
3.4.1	Usina de beneficiamento	23
3.5	FLOTAÇÃO.....	30
3.6	REAGENTES DE FLOTAÇÃO.....	31
3.7	COLETORES.....	32
3.8	AMIL XANTATO DE POTÁSSIO (AXP).....	33
4	MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1	REAGENTES, SOLVENTES E AMOSTRA UTILIZADOS.....	34
4.1.1	Procedência dos reagentes utilizados na avaliação da qualidade do amil xantato de potássio	34
4.1.2	Procedência do amil xantato de potássio (AXP)	34
4.1.3	Procedência dos reagentes utilizados nos ensaios de flotação	34
4.1.4	Procedência da amostra utilizada nos ensaios de flotação	35
4.2	ENSAIOS EXPERIMENTAIS.....	35
4.2.1	Avaliação da qualidade do xantato	35
4.2.1.1	Preparação dos reagentes.....	35
4.2.1.2	Cálculos das quantidades de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH) para a preparação das respectivas soluções a 0,1 molar.....	36
4.2.1.3	Execução dos testes de qualidade do coletor.....	37
4.2.2	Ensaio de flotação em bancada	39

4.2.2.1	Preparação da polpa.....	41
4.2.2.2	Cálculos para a dosagem de reagentes.....	41
4.2.2.3	Execução dos ensaios de flotação.....	43
4.3	ANÁLISE QUÍMICA E MINERALÓGICA DAS AMOSTRAS.....	45
4.3.1	Difração de Raios-X (DRX)	45
4.3.2	Fluorescência de Raios-X	45
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
5.1	QUALIDADE DO XANTATO.....	46
5.2	ENSAIOS DE FLOTAÇÃO.....	47
5.3	ANÁLISES DAS AMOSTRAS.....	48
5.3.1	Difração de raios-X (DRX)	48
6	CONCLUSÃO	51
	REFERÊNCIAS	52

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.	Imagem de uma amostra de cobre.....	15
Figura 2.	Imagem das amostras: a) cobre sulfetado; b) cobre oxidado.....	17
Figura 3.	Imagem de uma amostra de calcopirita.....	19
Figura 4.	Estrutura cristalina da calcopirita.....	20
Figura 5.	Imagem da distribuição de íons na superfície de cristais.....	21
Figura 6.	Vista aérea da usina de beneficiamento do Sossego.....	23
Figura 7.	Pilha pulmão da usina.....	24
Figura 8.	Processos presentes na usina: A) Peneiras vibratórias, B) Rebritador, C) Moinho SAG e D) Moinhos de bolas.....	25
Figura 9.	Bateria de hidrociclones presente na usina de beneficiamento.....	26
Figura 10.	Células de flotação da etapa rougher na usina do Sossego.....	27
Figura 11.	Imagem do espessador no pátio da usina do Sossego.....	28
Figura 12.	Pilha de concentrado calcopirítico.....	29
Figura 13.	Fluxograma da usina do Sossego.....	30
Figura 14.	Estrutura molecular genérica do xantato.....	33
Figura 15.	Imagem da solução após a adição do vermelho de metila.....	38
Figura 16.	Imagem da solução após a titulação com a solução de NaOH.....	38
Figura 17.	Imagem da célula de flotação utilizada nos ensaios	40
Figura 18.	A) Cuba original; B) Cuba improvisada.....	40
Figura 19.	Imagem da cuba durante a etapa rougher I.....	44
Figura 20.	Difratogramas de raios-x das amostras de alimentação e rejeito final da usina do Sossego/Canaã dos Carajás-PA.....	48
Figura 21.	Difratograma de raios-x das amostras de concentrados obtidos no 7° e no 13° dia (conc. AXP a 1,5 %).	49
Figura 22.	Zoom da porção central do difratograma das amostras de rejeito final obtido no dia 0 (AXP a 0,5 %), concentrado obtido no 7° dia (AXP a 1,5 %) e concentrado obtido no 13° (AXP a 1,5 %).....	50

1 INTRODUÇÃO

Devido ao diversificado uso do cobre, o seu papel na mineração está aumentando a cada dia. Geralmente ocorrem na natureza como óxidos ou sulfetos. Os óxidos mais comuns são a cuprita (Cu_2O), malaquita $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, e azurita $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, enquanto os minérios sulfetados são a calcita (Cu_2S), calcopirita (CuFeS_2) e bornita (Cu_5FeS_4). Normalmente minérios de cobre contém um número de elementos de menor valor (minerais), como o Fe, Zn, Pb, As, Co e Cd, se faz necessária a sua remoção para a obtenção de cobre puro.

Atualmente uma das mais importantes mina de cobre em operação no Brasil é a Mina do Sossego e está localizada a cerca de 37 km do município de Canaã dos Carajás, no estado do Pará, região norte do Brasil. O cobre encontrado nesta região é predominantemente calcopirítico, onde em geral, são concentrados por flotação. O projeto conta com duas cavas, uma usina de beneficiamento, um depósito de estéril e uma barragem de rejeitos. A usina, por sua vez, é composta basicamente por operações de britagem, moagem, classificação, flotação, remoagem, espessamento e filtragem (Vale S/A, 2004).

Assim, um dos principais problemas atuais no processamento mineral é a separação dos componentes em minérios complexos, que pode ser alcançado com a ajuda do magnetismo, gravidade, solubilidade, etc. Um dos processamentos minerais mais dominantes é a flotação, ela utiliza as diferenças nas propriedades da superfície de vários minerais com o auxílio da adição de reagentes orgânicos conhecidos como coletores, que aderem à superfície mineral, tornando-a hidrofóbica facilitando o processo de flotação, em um leite aquoso, conhecido como polpa.

Uma série de estudos foram realizados sobre o fenômeno da degradabilidade de coletores em função do tempo, pH, temperatura e concentração. Os resultados destes estudos são importantes para o desempenho da flotação mineral, pois afetam diretamente a recuperação metalúrgica.

Dessa forma, surge o interesse em se avaliar o efeito da degradabilidade do amil xantato de potássio (AXP) sobre a eficiência do processo de flotação.

2 OBJETIVO

Avaliar o efeito da degradabilidade do coletor amil xantato de potássio em três concentrações diferentes e em função do tempo, avaliando ainda a recuperação metalúrgica, através dos resultados obtidos no processo de flotação.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 COBRE

O nome cobre (Figura 1) deriva do termo “*aes cyprium*” - minério de Chypre (Chipre) -, mais tarde conhecido como “*cuprum*”, palavra latina que deu origem ao símbolo químico Cu.

O elemento químico é um metal de cor avermelhada, de número atômico 29, peso atômico 63,54, dureza 2,5 a 3,0, ponto de fusão 1.023°C, brilho metálico, ótimo condutor de calor e eletricidade, dúctil e maleável. Apresenta elevada resistência à tensão física e à corrosão. Possui propriedade não magnética e é de fácil formação de ligas com outros metais.



Figura 1. Imagem de uma amostra de cobre.

O cobre é um dos metais mais antigos da civilização, datando seus primeiros usos desde 8.000 anos A.C. Sua importância na história da humanidade marcou uma época denominada “Idade do Bronze”, pois eram forjadas na época ligas de cobre e estanho. O domínio da posse e tecnologia do cobre representava nos povos da antiguidade a riqueza e o poder. Durante a idade média o cobre continuou a ter seu grau de importância.

O Chile e os Estados Unidos sempre estiveram à frente da produção mundial de concentrado de cobre. O Chile, o Peru, a Indonésia e a Austrália foram os países que mais obtiveram incrementos nessa produção, contrastando-se fortemente com os países africanos, incluindo a Zâmbia e o Congo (ex Zaire), que tiveram resultados negativos. No ano 2000, os principais produtores mundiais de concentrado de cobre

foram os países que detêm as maiores reservas do minério. O Chile, com 35 % do total da produção, e os Estados Unidos, com 11,3 %, lideraram a produção mundial (Ribeiro, 2001).

Constituem as reservas de cobre mais significativas e promissoras do Brasil, de nível internacional, as localizadas no distrito cuprífero de Carajás, no Estado do Pará, perfazendo uma quantidade total de 853.140.341 t. As reservas medidas somam 618.108.992 t, com teor médio de 0,93 %, correspondendo a 5.767.411 t do metal contido (Vale S/A, 2004).

As reservas paraenses compreendem os depósitos de Salobo, Cristalino, Sossego, Alemão e 118, a maioria sulfetada, contendo ainda ouro, prata e molibdênio, alvos ainda de pesquisa mineral, passíveis, portanto, de reavaliações das reservas.

Na atualidade, o cobre mantém sua relevância para o homem, graças às características que lhe conferem diversidade de aplicações no desenvolvimento tecnológico industrial. As perspectivas futuras de seu uso são bastante promissoras. Vários trabalhos de pesquisa vêm sendo desenvolvidos nos últimos anos, visando intensificar as aplicações atuais, criar novas e ampliar seu vasto campo de utilização.

A Associação Brasileira de Normas e Técnicas - ABNT estabelece a definição de termos e classificação de tipos e ligas de cobre. Considera-se como cobre o metal que contenha 99,85 % ou mais do elemento, ou no mínimo 97,5 % em massa.

O elemento em estado puro, denominado cobre nativo, raramente é encontrado na natureza. Normalmente está associado a outros elementos químicos em várias formas estruturais, proporções estequiométricas e combinações químicas, formando diversos minerais. Existem dois grupos de minerais (Figura 2): os primários ou sulfetados, ocorrentes em zonas mais profundas da crosta terrestre, com mais alto teor em cobre, e os oxidados ou secundários, de origem mais superficial, de menor teor.

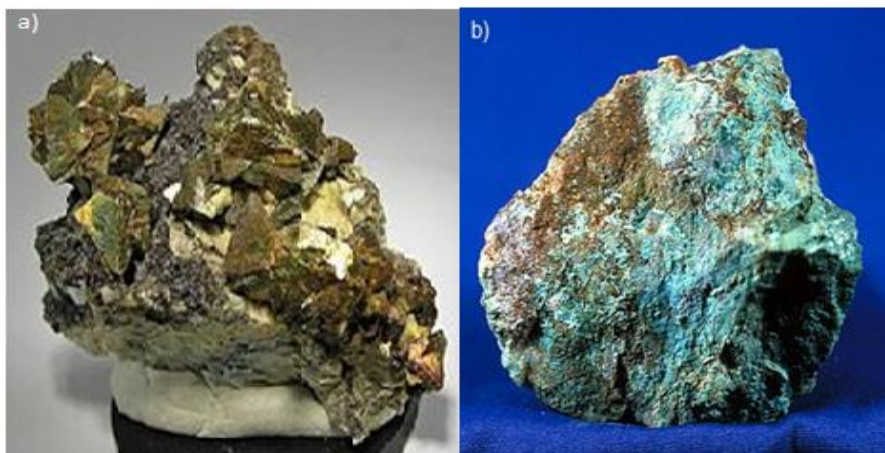


Figura 2. Imagem das amostras: a) cobre sulfetado; b) cobre oxidado.




3.2 MINERAIS DE COBRE

No rol dos sulfetados, os mais importantes são a calcopirita (CuFeS_2 , com 34,6 %), a calcocita (Cu_2S , com 79,9 %), a bornita (Cu_5FeS_4 , com 63,3 %), a covelita (CuS , com 66,4%) e a enargita (Cu_3AsS_4 , com 48,3%). Entre os secundários, incluem-se os oxidados cuprita (Cu_2O , com 88,8%), e a tenorita (CuO , 79,8%), os carbonatados malaquita ($\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, 57,5%), e a azurita ($2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, 55,3%) e os silicatados crisocola ($\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 36%).

Os tipos de depósitos econômicos de cobre são os de segregação magmática, escarnitos, vulcanogênicos, cobre porfírico, os filoneanos e das séries sedimentares. No Brasil os principais depósitos compreendem, até o presente, os associados com as séries sedimentares detríticas, vulcanogênicos e depósitos em intrusões básicas e/ou ultrabásicas (Jost e Brod, 1988).

Na tabela abaixo são encontrados os tipos mais comuns de minerais de cobre na Mina do Sossego, assim como informações básicas a respeito.

Tabela 1. Minerais de cobre presentes na Mina do Sossego.

Minerais	Fórmula Química	Composição Mineralógica	Descrição
 BORNITA	Cu_5FeS_4	4%	Apresenta dureza 3,0 e com densidade de 4,9 a $5,3 \text{ g/cm}^3$.
 CALCOCITA	Cu_2S	1%	Apresenta dureza 2,5 – 3 e densidade relativa $5,5 - 5,8 \text{ g/cm}^3$.
 CALCOPIRITA	CuFeS_2	83%	Apresenta <u>dureza</u> entre 3,5 e 4. Tem traço preto-esverdeado e seu <u>peso específico</u> varia entre 4,1 e 4,3.

Fonte: Empresa Vale S/A (2004).

3.3 CALCOPIRITA

A calcopirita (Figura 3) é o mineral de cobre mais frequente na natureza, e o principal minério desse metal. É um sulfeto de cobre e ferro (CuFeS_2) que cristaliza no sistema tetragonal, originando pseudotetraedros e pseudo-octaedros. Com uma dureza na escala de Mohs entre 3,5 e 4, tem traço preto-esverdeado e seu peso específico varia entre 4,1 e 4,3. Possui brilho metálico e tem uma cor amarelo-latão ou amarelo-ouro. Apresenta uma clivagem imperfeita (102) e fratura concoidal ou desigual.

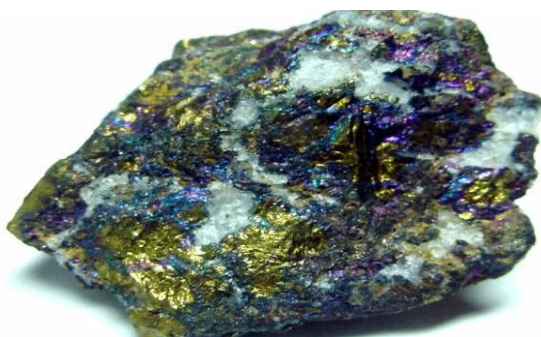


Figura 3. Imagem de uma amostra de calcopirita.

É parecida com o ouro, a pirrotita, a pirita e a marcassita, diferenciando-se destes minerais pela dureza, densidade, cor e traço.

A sua estequiometria assemelha-se bastante à do CuFeS_2 ideal, sendo a sua estrutura semelhante à da esfalerita (ZnS), onde metade do zinco foi substituído por cobre e a outra metade por ferro. Para compensar a sua estequiometria, a célula unitária duplicou-se em relação à da esfalerita.

A sua formação costuma ocorrer em ambientes hidrotermais de alta temperatura, associada a outro tipo de sulfetos como a pirita, a esfalerita e a pirita, ou alguns minerais de níquel. Também ocorre como constituinte original das rochas ígneas; em diques pegmatíticos; nos depósitos metamórficos de contato e disseminada nas rochas xistosas. Pode ser encontrada também em rochas de metamorfismo de contato e em *placers* derivados da meteorização e erosão destas. Em rochas orgânicas, mais ou menos fossilizadas, a calcopirita pode aparecer sob a forma de fragmentos orgânicos, cristalizando na madeira e em partes duras de

alguns organismos. Pode conter ouro ou prata, tornando-se um minério desses metais (Dutra, 2004).

3.3.1 Estrutura cristalina da calcopirita

A estrutura de cristal da calcopirita (CuFeS_2) foi determinada pela análise de Raio X nos anos 70. A calcopirita cristaliza no sistema tetragonal com o espaço do grupo I4 2d (Hall e Stewart, 1973). O plano de clivagem na calcopirita é (102). Existe um $\text{Cu(I)} / \text{Fe(III)}$ por $19,6 \text{ \AA}^2$ sobre a superfície de cristal da calcopirita. Os planos de clivagem (Figura 4) são marcados pelas linhas tracejadas

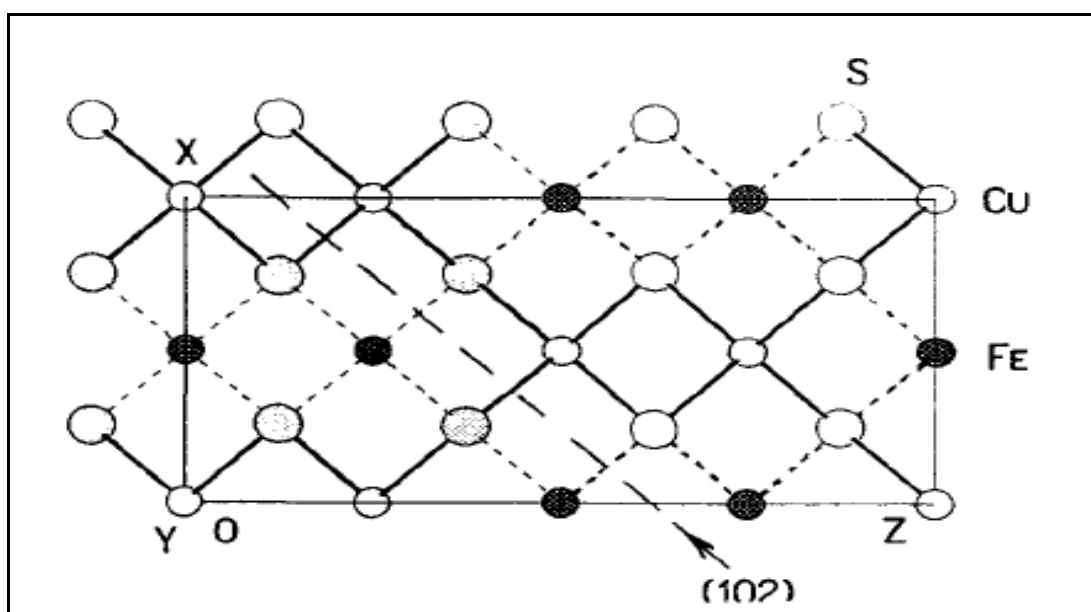


Figura 4. Estrutura cristalina da calcopirita. Fonte: Szymula (1996).

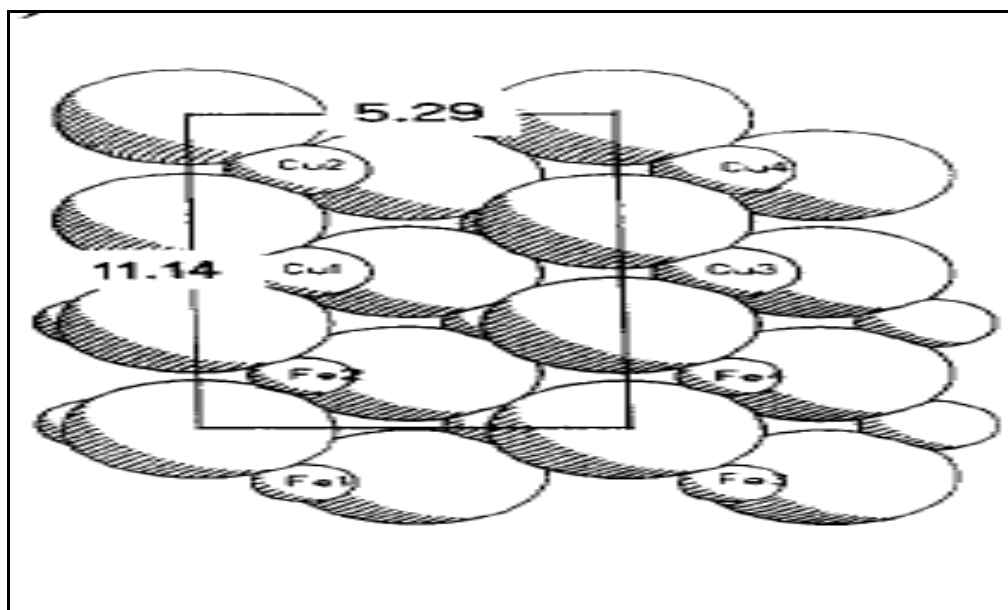


Figura 5. Imagem da distribuição de íons na superfície de cristais. Fonte: Szymula (1996).

Os raios de cristal iônico utilizado para cátions de quatro coordenadas de metal são $r_{\text{Cu(I)}} = 0,74$, $r_{\text{Fe(III)}} = 0,63 \text{ \AA}$, e para S^{2-} $1,7 \text{ \AA}$ (Shannon, 1976). As dimensões dos planos dos fragmentos arbitrários são dadas em \AA .

A calcopirita (CuFeS_2) é simultaneamente o mais abundante e o mais refratário dos sulfetos de cobre. O principal problema para a aplicação industrial é a baixa e lenta taxa de dissolução desse sulfeto. Além da formação e precipitação de polissulfetos, camada de S^0 , e hidróxidos férricos, como a jarosita ($\text{K}_2\text{Fe}_6(\text{OH})_{12}(\text{SO}_4)_4$), sobre a superfície do mineral, pode ser a causa dessa dissolução lenta (Fowler e Crundwell, 1999; Klauber *et al.*, 2001).

3.4 MINA DO SOSSEGO

Em junho de 2004 a Empresa Vale S/A realizou o seu primeiro embarque de concentrado de cobre, dando início ao ciclo de produção da Mina do Sossego.

A Mina está localizada a cerca de 37 km do município de Canaã dos Carajás, no estado do Pará. O Sossego tem dois depósitos principais: Sequeirinho e Morro do Sossego, que estão situados na porção sul de Carajás, ao longo de uma estrutura de cisalhamento regional. O depósito do Sequeirinho consiste de uma única zona mineralizada contínua, de aproximadamente 2.000 m ao longo de sua

direção, com mineralização adicional, de menor teor, estendendo-se por mais 1.000 m, em direção oeste. Por sua vez, o morro do Sossego é parte de uma grande estrutura circular com cerca de 600 m de diâmetro.

O minério de cobre é basicamente calcopirítico, ressalta-se ainda a pequena presença de bornita e calcocita, sendo que a ganga compreende silicatos e magnetita, além de óxidos e carbonatos em quantidade menores. A mineralização com maiores teores de cobre é encontrada preferencialmente na zona brechada, além de sua disseminação, principalmente, em granitos, gabros, biotita xisto, metavulcânica ácida, actinolititos e magnetitos. As composições mineralógica e química médias do minério sulfetado processado na usina do Sossego são apresentadas nas tabelas 2 e 3.

Tabela 2. Composição mineralógica (% m/m) a partir de amostras de testemunhos de sondagem.

Minerais	Sequeirinho	Sossego
Quartzo	23	26
Feldspato	24	27
Clorita	2	14
Biotita	5	10
Magnetita	8	9
Calcopirita	2	3
Hematita	1	1
Anfibólio	24	2
Carbonatos	< 1	6
Epidoto	10	2

Fonte: Empresa Vale S/A (2004).

Tabela 3. Composição química média do minério do Sossego no período de lavra (expresso em percentagem m/m) no período de lavra.

Elemento	Sequeirinho	Sossego
Cu	1,37	1,00
Fe	12,5	6,41
S	1,46	0,89
Au *	0,37	0,30

Fonte: Empresa Vale S/A (2004).

* expresso em g/t.

A usina produz concentrado calcopirítico com teor médio de 30% de cobre, a partir do processamento de 15 milhões t/ano de minério com a média de 1% de cobre.

3.4.1 Usina de beneficiamento

Com sua operação iniciada em março de 2004, a usina do Sossego (Figura 6) processa 41.000 t de minério de cobre por dia e está projetada para uma produção superior a 520.000 t de concentrado de cobre por ano.



Figura 6. Vista aérea da usina de beneficiamento do Sossego. Fonte: Empresa Vale S/A (2007).

O ROM (*run of mine*) é transportado por caminhões de capacidade de 240 t e alimenta a britagem, num tamanho máximo de aproximadamente 1,20 m. Trata-se de um britador giratório com abertura de 167 mm na posição aberta e atualmente opera com vazão de 2.500 t/h. O produto britado, com 80% passante de 6", é transportado por um transportador de correia de longa distância (4.054 m) e alimenta uma pilha pulmão cônica (Figura 7) de 41.000 t de capacidade útil.



Figura 7. Pilha pulmão da usina do Sossego.

O minério é retomado da pilha pulmão por três alimentadores em linha, com velocidade variável, que alimentam a moagem semi-autógena (SAG). O SAG opera em circuito fechado com rebritagem de *pebbles* (fragmentos de rochas gerados em processos de britagem ou moagem, em geral entre 35 e 70 mm que em alguns casos são usados como corpos moedores. Em português, na área de moagem de bolas, usa-se o termo seixos. Neste trabalho, usou-se a conotação *pebbles*, por ser a mais usada na área da moagem semi-autógena, mesmo no Brasil), numa carga circulante média de 25%. A produtividade do SAG é da ordem de 1.841 t/h (base seca) e a sua descarga é realizada por grelhas (3 ½" com aproximadamente 10% de

área aberta), que alimentam duas peneiras vibratórias com abertura de 13 mm. O produto da rebitagem pode ser encaminhado também diretamente a moagem de bolas, após uma etapa de peneiramento.



Figura 8. Processos presentes na usina: A) Moinho SAG, B) Rebitador, C) Moinhos de bolas e D) Peneiras.

O produto é bombeado para o circuito de classificação, que é constituído por duas baterias de ciclones de 33", as quais operam em circuito fechado reverso com dois moinhos de bolas, com uma carga circulante na faixa de 300%.

As baterias da ciclonagem (Figura 9) são constituídas por 8 ciclones cada. O *underflow* da ciclonagem alimenta a moagem de bolas, com uma percentagem de sólidos de aproximadamente 70%. Os moinhos têm um F80 na faixa de 2.500 μm e operam com até 35% de enchimento.



Figura 9. Bateria de hidrociclones presente na usina de beneficiamento.

Os *overflows* da ciclonagem e produto do moinho de bolas alimentam o circuito de flotação, que se constitui na alimentação *rougher*, caracterizada, atualmente por um P80 de 0, 210 mm e 35 % de sólidos.

O circuito de flotação possui capacidade para processar 1.841 t/h (base seca) de minério, num teor de cobre médio da ordem de 1% e densidade de aproximadamente 3,0 g/cm³. A flotação é composta por três etapas: *rougher*, *cleaner* e *scavenger-cleaner*.

A etapa de flotação *rougher* consiste em duas linhas paralelas e independentes, constituídas por sete células da marca Outokumpu cada uma, com capacidade de 160 m³ e aeração forçada. As células *rougher* trabalham com as duas variáveis operacionais. A primeira é o nível de espuma, que deve estar em torno de 100 – 450 mm. Já a segunda variável, é a vazão de ar, que gira em torno de 25 – 40 m³/h.

O rejeito *rougher* corresponde a 95% do rejeito final, sendo direcionado à barragem com vazão média de 1.740 t/h. Ressalta-se ainda que o pH médio da alimentação esteja em torno de 8,7.

O concentrado *rougher* tem um teor de cobre variando entre 13 a 17%, com recuperação metalúrgica variando de 94 % a 96 %. Vale ressaltar também que o circuito *rougher* dispõe da alternativa dos concentrados *rougher* das três primeiras células de cada linha alimentar diretamente o espessador ou a flotação *cleaner* (sem passar pela remoagem).



Figura 10. Células de flotação da etapa *rougher* na usina do Sossego.

Os concentrados *rougher* e *scavenger-cleaner* alimentam, através de bombas de velocidade variável, duas baterias de sete ciclones de 15". O *underflow* da ciclonagem é direcionado, por gravidade, para dois moinhos verticais (VTM 1500), que operam em circuito fechado com a ciclonagem.

O produto da remoagem (*overflow* dos ciclones), P80 da ordem de 44 μm , é submetido à flotação *cleaner* em seis colunas de flotação de 4,27 metros de diâmetro e 14 metros de altura. As colunas trabalham com três variáveis operacionais: nível de espuma (400 – 1300 mm), vazão de ar (80 – 150 m^3/h) e água de lavagem (0 – 120 m^3/h).

O rejeito da etapa *cleaner*, com teor aproximado de 4% de cobre, alimenta a etapa *scavenger-cleaner*, composta de 6 células de flotação de 160 m^3 . A flotação possui uma recuperação mássica que está entre 3,5 - 4,0 % com a recuperação de cobre em torno de 93 %, que chega a picos de 98 % em ótimas situações de operação. O concentrado final é transportado para o espessador (Figura 11) e posteriormente filtrado.



Figura 11. Imagem do espessador no pátio da usina do Sossego.

Os reagentes que são utilizados durante o processo de flotação estão listados com suas respectivas dosagens na tabela 4.

Tabela 4. Dosagens típicas de reagentes na flotação do Sossego.

Reagente	Dosagem (g/t)
Ditiofosfato de sódio	8
Amil xantato de potássio	8
MIBC	15
Propileno glicol	15

Fonte: Empresa Vale S/A (2007).

Ressalta-se ainda que os reagentes são dosados *in natura*, exceto pelo xantato, com concentração de 20 %.

O concentrado final obtido na etapa *cleaner* é direcionado ao espessador, que opera com alimentação em torno de 15,5 % de sólidos. A floculação é realizada com auxílio de poliacrilamida aniônica na dosagem de 30 g/ton de concentrado.

O *underflow* do espessador, com percentagem de sólidos de 60 – 65 % seguirá através de bombas com velocidade variável, para o tanque de alimentação da filtragem, de 720 m³, dotado de agitador, suficiente para mais de 5,5 h de operação. Posteriormente, o concentrado é transferido para filtragem.

A filtragem consiste de dois filtros prensas com capacidade de produção da ordem de 54 t/h. A umidade do concentrado final (Figura 12) está variando entre 9,0-9,5 %. O *overflow* do espessador é água de processo que posteriormente, retorna a moagem de bolas.



Figura 12. Pilha de concentrado calcopirítico.

Todos os processos citados estão sintetizados no fluxograma apresentado na Figura 13.

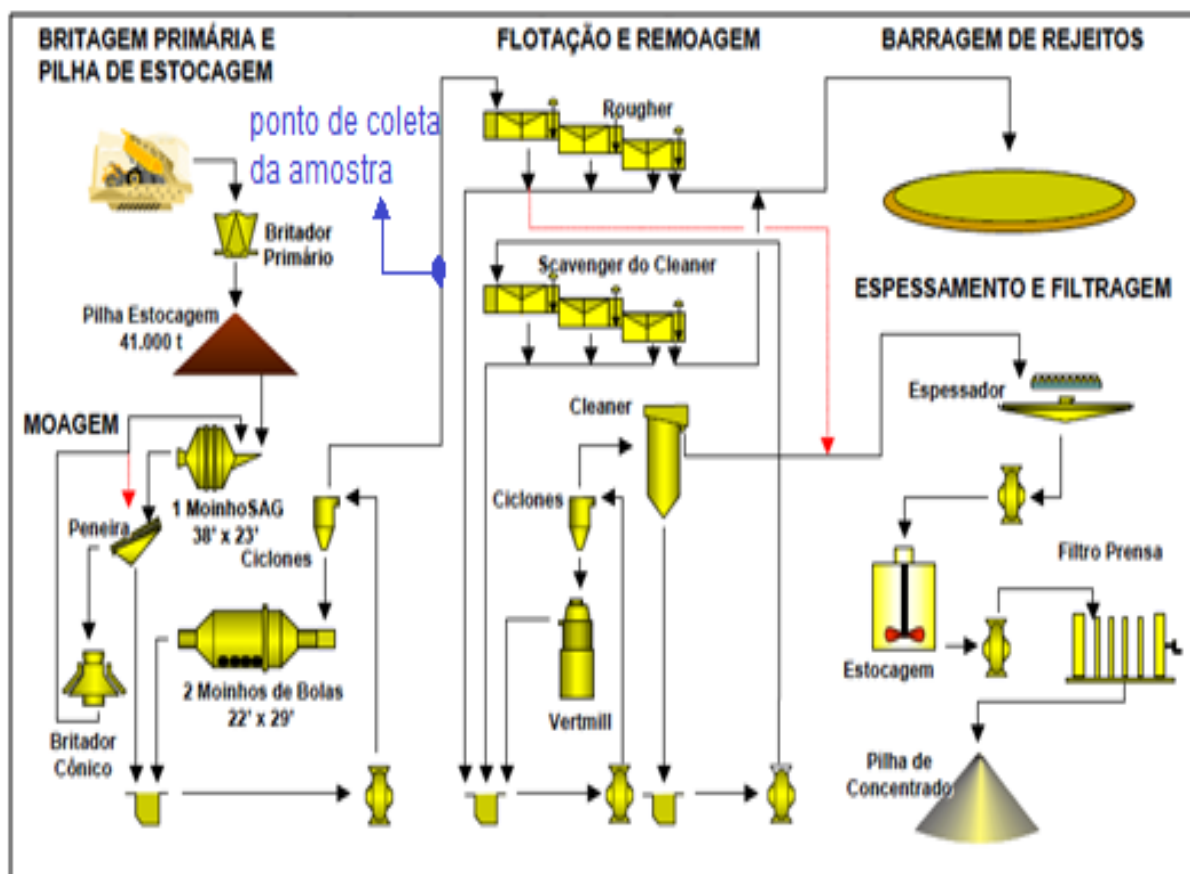


Figura 13. Fluxograma da usina do Sossego (Modificada de Vale S/A, 2004).

3.5 FLOTAÇÃO

Em 1886, Carrie Everson, estudando química e metalurgia com seu marido, por meio da experimentação, descobriu a possibilidade da ocorrência da flotação e registrou a patente do processo. No entanto, as patentes mais disputadas, que envolveram grandes somas de dinheiro (Laine, 1928), referem-se à aplicação do processo inicialmente na separação mineral e na extração do cobre a partir da calcopirita (CuFeS_2).

Nesse processo, o mineral é pulverizado e combinado com óleo, água e detergentes. As partículas de sulfetos esmagadas e moídas são molhadas por óleo, mas não por água. Então o ar é borbulhado através da mistura. O sulfeto mineral recoberto de óleo adere à bolha de ar e flutua na superfície com a espuma formada;

e o resíduo não desejado, pobre em cobre, chamado de ganga, deposita-se na parte inferior. A remoção da espuma é bastante simples e a separação das partículas bastante eficiente (Atkins e Jones, 2001).

A flotação é um processo de separação aplicado a partículas sólidas que explora diferenças nas características de superfície entre as várias espécies presentes (Chaves, 2006). É uma separação feita numa suspensão em água (polpa) (Luz, 2004). O importante nesse processo é que ele representa exatamente o inverso daquele que deveria ocorrer espontaneamente, que é a sedimentação das partículas.

A diferenciação entre as espécies minerais é dada pela capacidade de suas partículas se prenderem (ou prenderem a si) a bolhas de gás (geralmente ar). Se uma partícula consegue capturar um número suficiente de bolhas, a densidade do conjunto partícula-bolhas torna-se menor que a do fluido e o conjunto se deslocam verticalmente para a superfície, onde fica retido e é separado numa espuma, enquanto que as partículas das demais espécies minerais mantêm inalterada a sua rota (Luz, 2004).

De acordo com Luz (2004), a propriedade de determinadas espécies minerais capturarem bolhas de ar no seio da polpa é designada por hidrofobicidade, e exprime a tendência desse mineral ter maior afinidade pela fase gasosa que pela fase líquida. Este comportamento, entretanto, não é regra no reino mineral, constituindo-se antes em exceção, pois praticamente todas as espécies minerais imersas em água tendem a molhar sua superfície, ou seja, tem maior afinidade pela fase líquida, comportamento este designado por hidrofiliicidade. Mas este natural comportamento hidrofílico das espécies minerais pode ser alterado através da adição de reagentes conhecidos como coletores à polpa e da adsorção deles à superfície dos minerais, tornando-os hidrofóbicos. Em outras palavras, a propriedade diferenciadora pode ser induzida.

3.6 REAGENTES DE FLOTAÇÃO

De acordo com Bulatovic (2007), a atual indústria da mineração não existiria sem a flotação. E esta por sua vez, não existiria sem os reagentes. Os reagentes são, portanto uma parte inseparável do processo de flotação.

Na fase inicial do desenvolvimento do processo de flotação, os maiores avanços foram devidos aos reagentes que apresentaram melhor flotação. No desenvolvimento de um processo de tratamento, muito tempo, energia e atenção são gastos com a seleção de reagentes para dar a separação mais eficaz e os resultados de concentração. Em plantas industriais, o controle de adições de reagentes é a parte mais importante da estratégia de flotação.

A relevância dos reagentes no desempenho da flotação após a prévia explicação do processo se demonstra indispensável. O principal objetivo da adição dos reagentes é o recobrimento da superfície mineral tornando-a hidrofóbica. Os minerais hidrofobizados apresentam uma fraca afinidade pela água e conseqüentemente podem ser ligados às bolhas de ar e separados dos demais.

Os reagentes de flotação são compostos orgânicos e inorgânicos empregados com o objetivo de controle das características das interfaces envolvidas no processo. De acordo com o seu papel no processo de flotação, os reagentes são tradicionalmente classificados em coletores, espumantes, modificadores e floculantes (Bulatovic, 2007).

3.7 COLETORES

Grupo bastante grande de compostos químicos orgânicos, que se diferem na composição química e função. A finalidade básica do coletor é a de seletivamente formar uma camada hidrofóbica em uma superfície mineral dada na polpa de flotação e de, portanto, providenciar condições para a fixação das partículas hidrofóbicas às bolhas de ar e a recuperação de tais partículas do produto na espuma. Os coletores, portanto, se concentram na interface mineral-água (Bradshaw, 1997).

Em uma base ampla, os coletores podem ser definidos como substâncias químicas orgânicas em que a estrutura molecular é dividida em um não-polar e um grupo polar. A parte não-polar da molécula do coletor é aquela que não reage com a água. Em contraste com a parte não-polar da molécula, a polar pode reagir com a água.

O mecanismo de ligação do mineral ao coletor depende do tipo de coletor e da natureza da superfície mineral e da sua carga (Bradshaw, 1997).

3.8 AMIL XANTATO DE POTÁSSIO (AXP)

A principal família de tio-compostos empregados como coletores de flotação é a dos xantatos, derivados do composto inorgânico ácido carbônico, H_2CO_3 . Os xantatos, em geral, apresentam cadeia hidrocarbônica curta (etil a hexil) o que lhes confere uma característica de alta solubilidade.

Os xantatos (Figura 14) são sintetizados a partir de um álcool (R-OH), uma base de potássio ou de sódio e dissulfeto de carbono (CS_2). O comprimento e a estrutura da cadeia R-alquila afeta a ação do coletor (Lotter, 2010). Existem pares solitários de elétrons no átomo de oxigênio e em um dos átomos de enxofre. O grupo funcional é o OCS_2 . A reação de síntese do amil xantato de potássio é dada de acordo com o esquema reacional a seguir: $\text{ROH} + \text{KOH} + \text{CS}_2 \rightarrow \text{ROCS}_2\text{K} + \text{H}_2\text{O}$.

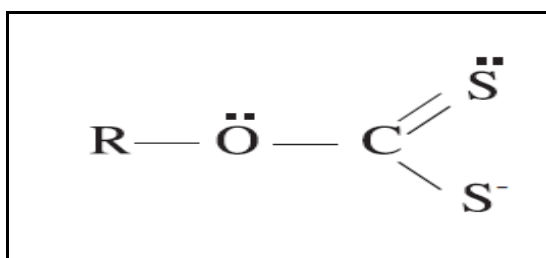
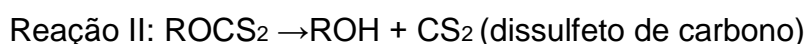
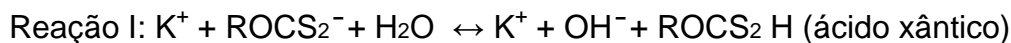


Figura 14. Estrutura molecular genérica do xantato. Fonte: Lotter (2010).

O íon xantato é hidrolizado formando a espécie molecular que, em seguida, decompõe em dissulfeto de carbono e álcool de acordo com as reações:



O caráter hidrofílico-hidrofóbico dos tio-compostos pode ser modificado significativamente quando íons metálicos reagem com a parte polar da molécula dessa classe de compostos.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 REAGENTES, SOLVENTES E AMOSTRA UTILIZADOS

Os reagentes, solventes e a amostra utilizados nas reações e nos ensaios de flotação tiveram sua procedência conforme discriminado abaixo.

4.1.1 Procedência dos reagentes utilizados na avaliação da qualidade do amil xantato de potássio.

- Ácido clorídrico p.a. (HCl) 37%	IMPEX
- Hidróxido de sódio p. a. (NaOH)	IMPEX
- Acetona p.a. ((CH ₃) ₂ CO) 58,85%	BIOTEC
- Vermelho de metila (C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂)	CRQ

4.1.2 Procedência do amil xantato de potássio (AXP)

A amostra de xantato da marca FLOMIN foi cedida pela GAROY (Gerência de Processo do Cobre) da Vale S/A na Mina do Sossego. A partir desta amostra, prepararam-se soluções de xantato em três concentrações diferentes a 0,5% (0,024M), 1% (0,049M) e 1,5% (0,074M).

4.1.3 Procedência dos reagentes utilizados nos ensaios de flotação

- Amil xantato de potássio (AXP), ditiofosfato de sódio, propileno glicol e metil iso butil carbinol (MIBC).

Foram cedidos pela GAROY (Gerência de Processo do Cobre) da Vale S/A da Mina do Sossego. As concentrações do AXP utilizado foram as mesmas utilizadas na prática do cálculo da degradabilidade do xantato. Já os demais reagentes com exceção do ditiofosfato de sódio foi utilizado com concentração de 0,1%, o restante dos reagentes foi adicionado a 1%.

4.1.4 Procedência da amostra utilizada nos ensaios de flotação

A amostra utilizada nos ensaios de flotação foi coletada da alimentação da etapa *rougher* do processo de flotação da usina de beneficiamento da Mina do Sossego (ponto azul na figura 13). Aproximadamente cerca de 10 kg de minério foram coletados. Essa amostra foi acondicionada em um frasco de vidro e direcionada ao Laboratório de Fenômenos de Transporte da Faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente, na Universidade Federal do Pará, em Marabá, onde foram realizados os ensaios de flotação.

4.2 ENSAIOS EXPERIMENTAIS

4.2.1 Avaliação da qualidade do xantato

O roteiro da técnica foi cordialmente concedido pelo Laboratório de Processo do Sossego consta da referência PGS 0001 GAROY – Laboratório de Processo. Ela têm por objetivo avaliar a qualidade do amil xantato de potássio por meio da análise da percentagem de agente ativo em suas soluções. Três soluções de amil xantato de potássio em concentrações diferentes foram utilizadas durante um período de treze dias tudo com base em avaliações similares encontradas na literatura (PGS 0001).

A seguir serão relatados os roteiros das atividades que compõem a avaliação da qualidade do coletor.

4.2.1.1 Preparação dos reagentes

- Preparação das soluções de amil xantato de potássio a 0,5% (0,024M), 1% (0,049M) e 1,5% (0,074M).

Em três erlenmeyer de 200 mL, sobre a balança de precisão e tarando a mesma, foi adicionado respectivamente 0,5 g; 1 g e 1,5 g de xantato e em seguida água deionizada até completar 100 g.

4.2.1.2 Cálculos das quantidades de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH) para a preparação das respectivas soluções a 0,1 molar.

Os cálculos foram realizados através da equação a seguir:

$$V_r = \left[\left\{ \frac{(PM/10)*V}{1000} \right\} * \frac{100}{P} \right] /d \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde:

V_r = Volume do reagente;

PM = Peso molecular do reagente;

V = Volume desejado;

P = Pureza;

d = densidade do reagente.

O cálculo do volume de ácido clorídrico para uma solução de 500 mL foi realizado através da Eq.(1)

$$V_r = \left[\left\{ \frac{(36,6/10)*500}{1000} \right\} * \frac{100}{37} \right] /1,18$$

$V_r = 4,18$ mL de HCl.

O cálculo do volume de hidróxido de sódio para uma solução de 500 mL foi realizado através da Eq.(1).

$$V_r = \left[\left\{ \frac{(40/10)*500}{1000} \right\} * \frac{100}{99} \right] /1$$

$V_r = 2,02$ mL de NaOH.

4.2.1.3 Execução dos testes de qualidade do coletor

- Foram colocados dois frascos de 20 mL com tampa em rosca em uma balança e em seguida tarando-se a mesma;
- Foi adicionado em cada frasco aproximadamente de 1,3 a 1,4 gramas de solução de xantato de mesma concentração, anotando o peso da solução;
- Foi montada a aparelhagem da filtração a vácuo com filtro de vidro de média porosidade e kitassato de 250 mL. A aparelhagem foi conectada a bomba de vácuo;
- Ao sistema reacional foi adicionada acetona até completar aproximadamente $\frac{3}{4}$ da capacidade do frasco de 20 mL com tampa de rosca. O mesmo foi tampado e agitado vigorosamente por alguns segundos;
- O conteúdo do frasco foi derramado no filtro e o frasco lavado em seguida com aproximadamente 10 mL de acetona, que posteriormente também foi derramada na mesma vidraria;
- Com o auxílio de uma bureta foi adicionado 40 mL da solução de HCl ao kitassato, agitando constantemente;
- O kitassato foi coberto e deixado por 20 minutos antes do início da próxima etapa;
- Após colocar o kitassato no agitador magnético, enquanto o sistema sofre agitação, adicionam-se algumas gotas de vermelho de metila 0,1% até a solução apresentar coloração rosada (Figura 15);
- Com o auxílio de uma bureta, foi feita a titulação com solução de NaOH até a solução do kitassato se tornar amarela, anotando-se o volume utilizado de NaOH que é utilizado no cálculo da concentração real de xantato (Figura 16);



Figura 15. Imagem da solução após a adição do vermelho de metila.



Figura 16. Imagem da solução após a titulação com a solução de NaOH.

- O cálculo da concentração real de xantato (% em peso) foi feito através da equação (2):

$$\text{Conc} = (40 - A) \times \text{PM} \times 0,01 / \text{MX}$$

Eq. (2)

Onde:

A = Volume de NaOH;

MX = Massa de solução de xantato;

PM = Peso molecular do amil xantato de potássio, que equivale a 202,37.

4.2.2 Ensaio de flotação em bancada

Os ensaios em bancada foram realizados na célula de flotação (Figura 17), modelo CFB 1000N, alocada no Laboratório de Fenômenos de Transportes da Faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente (FEMMA), da Universidade Federal do Pará.

Antes da realização dos ensaios foi regulado o tamanho da cuba da célula de flotação, de forma a se obter uma com as proporções ideais, com o objetivo de melhor favorecer a formação e a estabilidade das bolhas. Uma vez que as disponíveis apresentavam um tamanho superior a quantidade de reagentes calculadas para a parte experimental, conseqüentemente dificultando o processo de separação. Tudo visando gastar o mínimo de material e conseqüentemente geração de resíduos.



Figura 17. Imagem da célula de flotação utilizada nos ensaios.



Figura 18. A) Cuba original; B) Cuba improvisada.

Foram realizados 9 ensaios durante um período de 13 dias, desses 9 ensaios, 3 foram feitos no dia de preparação da solução de amil xantato de potássio, que neste trabalho chamaremos de dia 0. Outros três ensaios foram realizados no sétimo dia após a preparação da solução do AXP (dia 0), e os outros três ensaios restantes foram realizados no décimo terceiro dia após a preparação da solução do coletor AXP.

4.2.2.1 Preparação da polpa

Para estes ensaios foram utilizadas polpas com porcentagem de sólidos de 10%, o que corresponde a 80 g de minério para 800 mL de água deionizada.

4.2.2.2 Cálculos para a dosagem de reagentes

Para a realização destes cálculos foram levadas em consideração as dosagens típicas dos reagentes que são utilizados na usina de beneficiamento do Sossego, que estão dispostas na tabela 4. Há apenas uma exceção quanto à tabela de dosagens de reagentes apresentadas no projeto original do Sossego, que é a dosagem do ditiofosfato de sódio, no projeto original era de 8 g/t e na prática de flotação estudada neste trabalho é de 5 g/t.

- Cálculos para das dosagens do amil xantato de potássio (AXP) no trabalho:

Dados:

Solução a 1% de AXP.

Dosagem do reagente: 8 g/t de minério.

Densidade do reagente = 0,85 g/cm³.

Quantidade de minério: 80g.

O volume de solução de amil xantato de potássio para 1 t de minério é de 800 mL. Assim no trabalho foram estipulados 80 gramas de minério e o volume foi de 0,068 mL de AXP. Através da fórmula da densidade calculou-se a quantidade em gramas de solução de AXP a 1% que correspondeu ao valor de 0,054 g, que equivale a aproximadamente 2 gotas.

Para o AXP a 0,5%, foi calculado um volume de 0,032 mL de solução de AXP, o que representa 0,027g e que equivale a aproximadamente 1 gota. Já para o AXP a 1,5%, foi encontrado um volume de 0,096 mL de solução de AXP, uma massa de 0,085g que equivale a aproximadamente 3 gotas.

- Cálculos para as dosagens de ditiofosfato de sódio:

Dados:

Solução a 1% de ditiofosfato de sódio.

Dosagem do reagente: 5 g/t de minério.

Densidade do reagente = 1,18 g/cm³.

Quantidade de minério: 80 g.

O volume de solução de ditiofosfato de sódio para 1 t de minério é de 500 mL. Assim no trabalho foram estipulados 80 gramas de minério e o volume foi de 0,04 mL de ditiofosfato de sódio. Através da fórmula da densidade calculou-se a quantidade em gramas de solução de ditiofosfato de sódio a 1% para o AXP a 1% que correspondeu ao valor de 0,047 g, que equivale a aproximadamente 3 gotas.

Para o AXP a 0,5%, foi calculado um volume de 0,02mL de solução de ditiofosfato de sódio a 1%, o que representa 0,02g e que equivale a aproximadamente 2 gotas. Já para o AXP a 1,5%, foi encontrado um volume de 0,06 mL de solução de ditiofosfato a 1%, uma massa de 0,07g que equivale a aproximadamente 4 gotas.

- Cálculos para as dosagens de propileno glicol:

Dados:

Solução a 1% de propileno glicol.

Dosagem do reagente: 15 g/t de minério.

Densidade do reagente = 1,036 g/cm³.

Quantidade de minério: 80 g.

O volume de solução de propileno glicol para 1 t de minério é de 1500 mL. Assim no trabalho foram estipulados 80 gramas de minério e o volume foi de 0,12

mL de propileno glicol. Através da fórmula da densidade calculou-se a quantidade em gramas de solução de propileno glicol a 1% para o AXP a 1% que correspondeu ao valor de 0,12 g, que equivale a aproximadamente 12 gotas.

Para o AXP a 0,5%, foi calculado um volume de 0,06 mL de solução de propileno glicol a 1%, o que representa 0,062 g e que equivale a aproximadamente 6 gotas. Já para o AXP a 1,5%, foi encontrado um volume de 0,18 mL de solução de propileno glicol a 1%, uma massa de 0,18 g que equivale a aproximadamente 18 gotas.

- Cálculos para as dosagens de metil iso butil carbinol (MIBC):

Dados:

Solução a 0,1% MIBC.

Dosagem do reagente: 15g/t de minério.

Densidade do reagente = 0,807 g/cm³.

Quantidade de minério: 80 g.

O volume de solução de MIBC para 1 t de minério é de 15000 mL Assim no trabalho foram estipulados 80 gramas de minério e o volume foi de 1,2 mL de MIBC. Através da fórmula da densidade calculou-se a quantidade em gramas de solução de MIBC a 0,1% para o AXP a 1% que correspondeu ao valor de 0,96 g, que equivale a aproximadamente 90 gotas.

Para o AXP a 0,5%, foi calculado um volume de 0,6 mL de solução de MIBC a 0,1%, o que representa 0,48g e que equivale a aproximadamente 45 gotas. Já para o AXP a 1,5%, foi encontrado um volume de 1,8 mL de solução de MIBC a 0,1%, uma massa de 1,45g que equivale a aproximadamente 135 gotas.

4.2.2.3 Execução dos ensaios de flotação

O procedimento dos ensaios foi seguido conforme recomenda o Treinamento de Flotação concedido pelo Laboratório de Processo do Sossego. Neste trabalho foi realizada apenas a primeira parte da etapa do processo da flotação, que consiste no teste *rougher* I. Esta etapa é feita com a polpa inicial e tem duração de oito minutos conforme procedimento a seguir.

- a) A cuba improvisada contendo a polpa foi posicionada na célula de flotação, o inversor foi ligado a uma rotação de aproximadamente 1700 rpm, observando até que não houvessem partículas sedimentadas no interior da cuba (Figura 19);
- b) Foram adicionados os dois coletores: o 1º coletor foi o amil xantato de potássio, apenas 60% da quantidade total a ser adicionada em toda a primeira etapa do processo de flotação. Em seguida foi adicionado o 2º coletor, pelo ditiofosfato de sódio. Após a adição dos reagentes foi realizado o condicionamento da polpa por 2 minutos;
- c) Ao completar 2 minutos de acondicionamento, foram adicionados os espumantes. O primeiro espumante foi o propileno glicol e o segundo, metil iso butil carbinol (MIBC). Após a adição dos reagentes esperou-se por um período de 1 minuto;
- d) Decorrido este período, foi ligada a aeração do sistema e foi aguardado por mais 20 segundos, para que o processo de flotação desse início. Durante 5 minutos de flotação, o material flotado em uma espessa espuma é separado com o auxílio de uma espátula em outro recipiente. Na sequência inversa o ar foi desligado e assim, se encerra a etapa rougher I.



Figura 19. Imagem da cuba durante na etapa rougher I.

4.3 ANÁLISE QUÍMICA E MINERALÓGICA DAS AMOSTRAS

O concentrado de minério obtido no processo foi analisado por Difração de Raios-X (DRX) e por Fluorescência de Raios-X (FRX).

4.3.1 Difração de Raios-X (DRX)

As análises foram realizadas no Laboratório de Difração de Raios-X do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará, em um difratômetro de raios-x modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/60), da PANalytical, com Goniômetro PW3050/60 (Theta/Theta) e com tubo de raios-x cerâmico de anodo de Cu ($K\alpha_1$ 1,5406 Å), modelo PW3373/00, foco fino longo, 2200 W, 60 kV. O detector utilizado é do tipo RTMS, X'Celerator.

A aquisição de dados foi feita com o software X'Pert Data Collector, versão 2.1a, e o tratamento dos dados com o software X'Pert HighScore versão 2.1b, também da PANalytical.

A análise foi executada utilizando-se uma tensão de excitação de 40 kV e corrente no gerador de 30 mA. O passo utilizado foi de $0,02^\circ$, com tempo/passo de 5s e intervalo de varredura de $2\theta = 1$ a 80° para as lâminas orientadas e de 1 a 4° , com máscara fixa de 10 mm para a amostra *in natura*.

4.3.2 Fluorescência de Raios-X

As análises foram realizadas no Laboratório Análise de Controle de Qualidade de Combustíveis da Universidade Federal do Pará. As análises de cobre foram realizadas em um espectrômetro de fluorescência de raios-X modelo EDX-700 da marca Shimadzu, por meio de espectrofotometria de energia dispersiva (XRF) em atmosfera de He.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 QUALIDADE DO XANTATO

Os resultados experimentais obtidos após a execução dos testes a fim de se avaliar a qualidade do amil xantato de potássio estão listados no quadro 1 e demonstrados no gráfico 1. Os cálculos da concentração real do xantato (%) foram realizados através da equação (2).

Quadro 1. Resultados da avaliação da qualidade do amil xantato de potássio.

Dias	AXP A 0,5% (0,024M)			AXP A 1,0% (0,049M)			AXP A 1,5% (0,074M)		
	Massa da solução de xantato (g)	Volume de NaOH consumido (ml)	Concentração real de xantato (%)	Massa da solução de xantato (g)	Volume de NaOH consumido (ml)	Concentração real de xantato (%)	Massa da solução de xantato (g)	Volume de NaOH consumido (ml)	Concentração real de xantato (%)
0	1,34	39,67	0,498	1,36	39,33	0,996	1,31	39,03	1,498
1	1,35	39,67	0,494	1,33	39,36	0,973	1,38	39,01	1,451
2	1,33	39,69	0,471	1,32	39,38	0,950	1,35	39,03	1,463
3	1,36	39,68	0,476	1,34	39,37	0,951	1,35	39,05	1,424
4	1,35	39,70	0,449	1,31	39,41	0,911	1,33	39,07	1,415
5	1,32	39,72	0,429	1,36	39,40	0,892	1,36	39,06	1,398
6	1,34	39,72	0,422	1,34	39,43	0,860	1,35	39,09	1,364
7	1,36	39,73	0,401	1,40	39,44	0,809	1,38	39,07	1,363
8	1,35	39,75	0,374	1,31	39,50	0,772	1,35	39,11	1,334
9	1,38	39,78	0,322	1,38	39,50	0,733	1,34	39,13	1,313
10	1,33	39,78	0,334	1,35	39,55	0,674	1,40	39,16	1,214
11	1,39	39,81	0,276	1,37	39,55	0,664	1,33	39,21	1,202
12	1,40	39,84	0,231	1,31	39,59	0,633	1,30	39,23	1,198
13	1,39	39,88	0,174	1,34	39,61	0,589	1,39	39,22	1,135

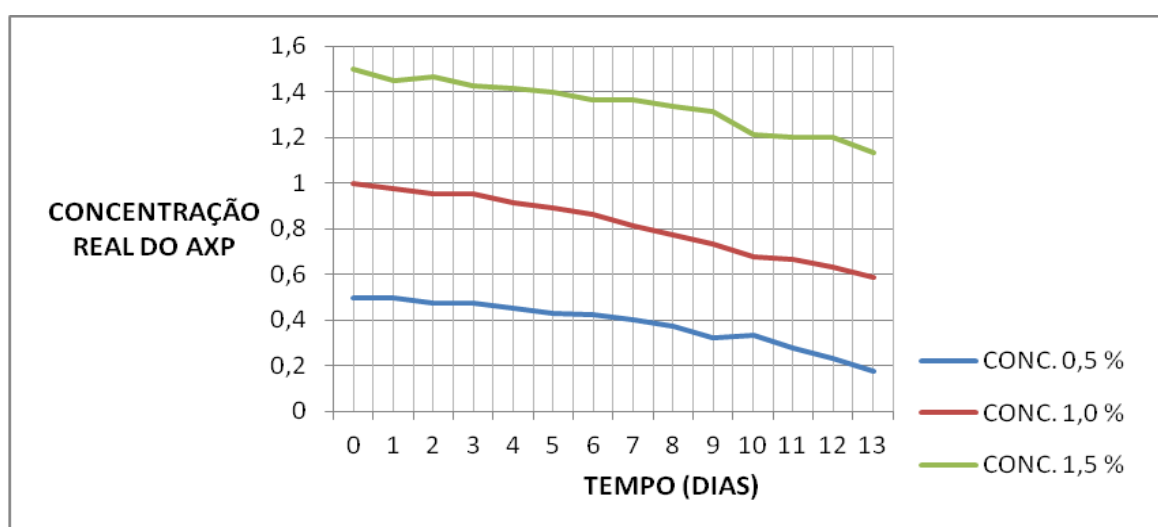


Gráfico 1. Degradabilidade do amil xantato de potássio em função do tempo.

A análise dos resultados presentes no quadro 1 e no gráfico 1 demonstra nitidamente que a concentração real do amil xantato de potássio diminui no decorrer desses 13 dias. Isto ocorreu para as três concentrações, o que é comum nas três concentrações estudadas. Os poucos desvios observados são apontados como erros operacionais, porém isto não invalida o resultado final, o qual foi coerente com a idéia inicial proposta.

5.2 ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

Os resultados encontrados para os diversos ensaios de flotação com as respectivas análises dos concentrados estão demonstrados no quadro 2.

Quadro 2. Resultados dos ensaios de flotação.

Identificação	Quantidade de amostra inicial (g)	Quantidade de concentrado (g)	Teor de Cu no concentrado (%)	Média das medidas dos teores de Cu nos intervalos de tempo	Quantidade de rejeito da etapa rougher I (g)
CONC/0D/0,5	80	3,248	9,37	9,03	76,74
CONC/0D/1	80	3,261	9,98		76,73
CONC/0D/1,5	80	4,233	7,76		75,76
CONC/7D/0,5	80	4,973	7,08	6,60	75,00
CONC/7D/1	80	5,948	6,51		74,04
CONC/7D/1,5	80	6,083	6,23		73,90
CONC/13D/0,5	80	4,85	6,55	5,88	75,49
CONC/13D/1	80	5,126	5,57		74,87
CONC/13D/1,5	80	7,709	5,54		74,74

CONC = concentrado (amostra) / tempo = 0, 7, 13 dias / concentração (AXP) = 0,5; 1; 1,5 %.

Como era de se esperar, os dados mostram que a quantidade de concentrado coletada é maior com a utilização do AXP a 1,5 %, independentemente do dia em que o ensaio está sendo realizado, se comparado com as quantidades obtidas com mesmo coletor em menores concentrações (0,5 % e 1 %).

Porém ao se analisar o teor de cobre no concentrado (média), observa-se que este sofre um decaimento em função da degradabilidade do AXP numa perda de rendimento de aproximadamente 27 % do dia 0 até o sétimo dia e 34 % para o décimo terceiro dia, o que justifica a preocupação em não utilização de soluções deste coletor após decorrido um intervalo apreciável de tempo de sua preparação.

5.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS

5.3.1 Difração de raios-X (DRX)

As análises iniciais de difração de raios-X realizadas com o material da alimentação do processo de flotação da usina do Sossego (ALM-F) e do rejeito final de processo estão apresentadas na figura 20. Os difratogramas demonstram que as duas amostras apresentam praticamente a mesma composição mineralógica. Uma singular diferença observada trata-se da intensidade do pico principal da calcopirita, menor na amostra de rejeito final, o que pode sugerir menor concentração.

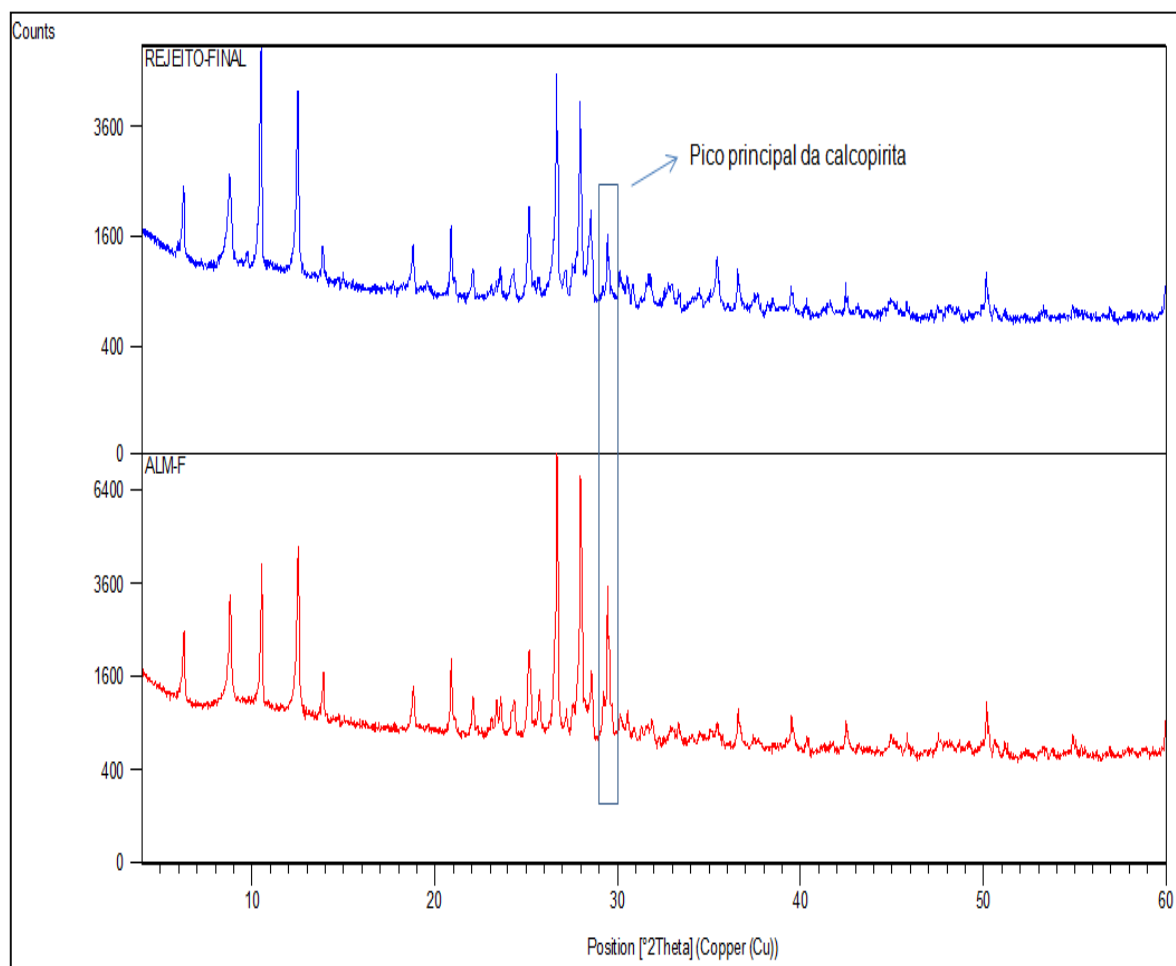


Figura 20. Difratogramas de raios-x das amostras de alimentação e rejeito final da usina do Sossego/Canaã dos Carajás-PA.

Foi realizado para comparação, análises de difração dos concentrados obtidos nos ensaios realizados neste trabalho após 7 e 13 dias de preparação da

solução de AXP a 1,5 % (concentração que apresentou os valores mais significativos de material coletado).

Estes difratogramas apresentados na figura 21 mostram que a composição mineralógica dos concentrados é praticamente a mesma sendo que o principal pico inerente ao mineral calcopirita apresenta-se com redução na sua intensidade na amostra CONC-13D-1,5, o que corrobora com a explicação da decomposição do coletor amil xantato de potássio. Estes difratogramas são também similares aos demonstrados na figura 20, o que indica que o processo em escala laboratorial foi condizente com processo realizado na usina do Sossego.

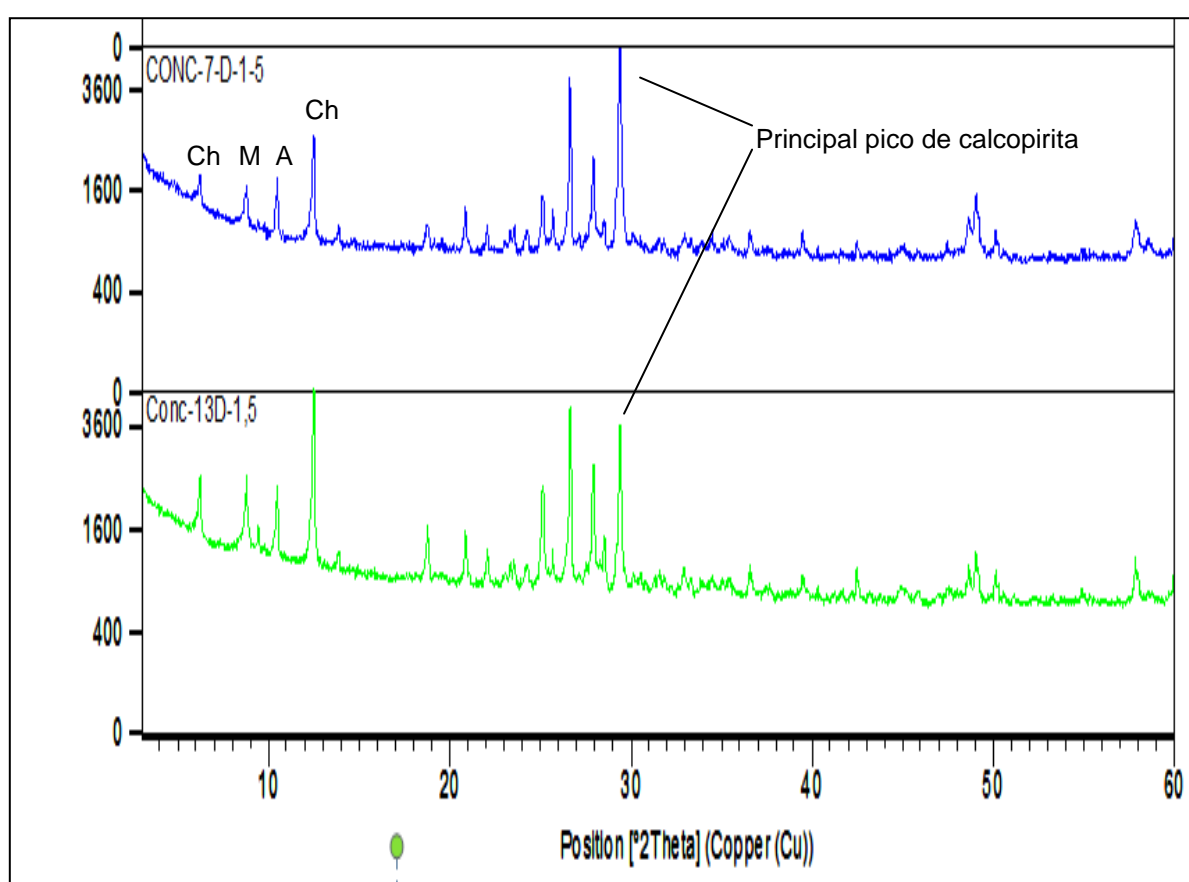


Figura 21. Difratograma de raios-x das amostras de concentrados obtidos no 7° e no 13° dia (conc. AXP a 1,5 %). Ch: Clorita; M: Mica; A: Anfibólio.

Analisando-se esses difratogramas conjuntamente com uma amostra de rejeito final dos ensaios de flotação, através do zoom da parte central do espectro (Figura 22), permite a tomada de outra conclusão, a maior concentração de minerais de ganga no rejeito, trata-se de quartzo e feldspato sendo o teor de calcopirita, principal mineral de interesse, reduzido o que pode ser logo comprovado pela

redução de seu pico principal, o que igualmente demonstra eficiência dos ensaios realizados.

Outra observação que também serve para alicerçar o discutido acima, trata-se da intensidade do pico principal da calcopirita que no concentrado 7D-1,5 apresenta-se superior a do concentrado 13D-1,5 o que sugere por conta dessa diminuição um teor menor de minério de cobre coletado, tendo em vista a já explicada degradação real do AXP.

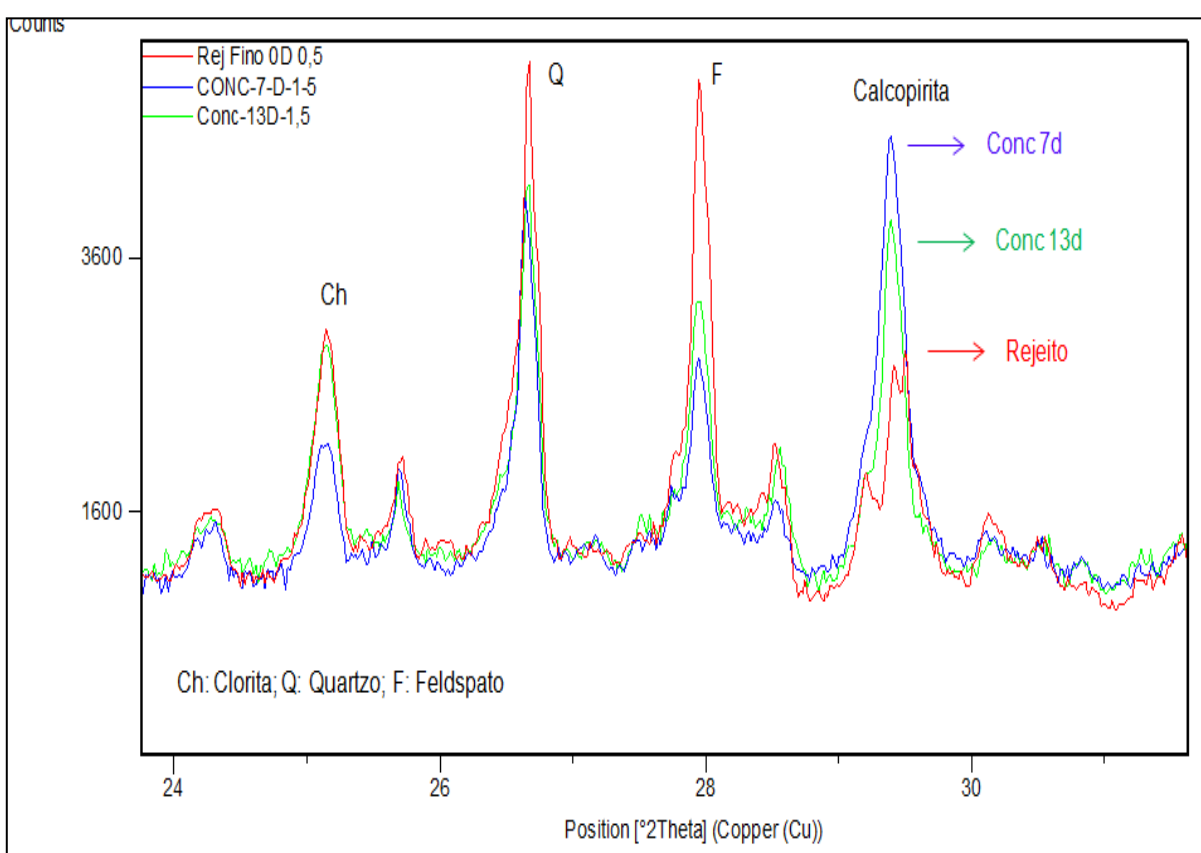


Figura 22. Zoom da porção central do difratograma das amostras de rejeito final obtido no dia 0 (AXP a 0,5 %), concentrado obtido no 7º dia (AXP a 1,5 %) e concentrado obtido no 13º (AXP a 1,5 %). Ch: Clorita, Q: Quartzo, F: Feldspato.

6 CONCLUSÃO

Após a execução deste estudo, tendo-se como meta os objetivos inicialmente definidos, pode-se concluir que:

- Foi observada a real decomposição do coletor amil xantato de potássio num período de tempo de 13 dias;
- Esta decomposição do coletor realmente implica na perda de rendimento no processo de flotação com respeito ao teor de cobre no concentrado;
- O processo de bancada demonstrou-se eficiente quando comparado à alimentação e ao rejeito final da usina do Sossego o que pode nortear ações com respeito a esse tipo de estudo;
- O trabalho sugere uma observação mais acurada em escala industrial, pois permitiu apontar que um tempo de uso do coletor num período já de 7 dias acarreta numa perda de rendimento de aproximadamente 27 % com respeito a coleta de minério de cobre.

REFERÊNCIAS

Bag, B.; Das, D.O.; Mishra, B. K. **Geometrical optimization of xanthate collectors with copper ions and their response to flotation**. Institute of Minerals and Materials Technology, Council of Scientific and Industrial Research. Bhubaneswar, India. 2010.

Bulatovic, S. M. **Handbook of Flotation - Reagents Chemistry, Theory and Practice: Flotation of Sulfide Ores**. Elsevier Science & Technology Books, 2007.

Capponi, F.; Matiolo, E.; Rubio, J. **Flotação extensora de finos de minérios de cobre e molibdênio**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Departamento de Engenharia de Minas – PPGEM. Rio Grande do Sul-RS. 2005

Chaves, A.P. **Flotação: Teoria e Prática de Tratamento de Minérios**. Signus Editora, 4ª edição. São Paulo-SP, 2006.

Dutra, A. J. B.; Albuquerque, C. R. F.; Monte, M. B. M. **Um estudo eletroquímico da oxidação e da absorção de amil xantato de potássio nas superfícies de pirita e arsenopirita**. XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia. Florianópolis-SC. 2004.

Hu, Y. H.; Sun, W.; Wang, D. **Electrochemistry of Flotation of Sulphide Minerals**. Tsinghua University Press, 2009.

Lotter, N.O.; Bradshaw, D. J. **The formulation and use of mixed collectors in sulphide flotation**. Julius Kruttschnitt Mineral Research Centre, 2010.

Luz, A. B. **Tratamento de Minérios**. Centro de Tecnologia Mineral-CETEM. Rio de Janeiro-RJ. 2004.

Pohlandt, E. B. T.; Steele, T. W. **Determination of small quantities of xanthate**. National Institute for Metallurgy. Cottesloe, South Africa. 1969.

Ribeiro, J. A. S. **Balanço Mineral Brasileiro - Cobre Bem Mineral**, 2001.

Szymula, M.; Koziot A. E.; Szczypa, J. **Effect of xanthate chain length on decrease of xanthate concentration in solutions in contact with copper sulphides**. Maria Curie- Sktodowska University. Lublin, Poland. 1996.

Vale S/A. **PGS 0001 - Avaliação da qualidade do xantato**. Gerência de Processo do Cobre – GAROY. 2010.

Vale S/A. **Projeto Sossego - dados básicos e critérios de projeto**. Gerência de Processo do Cobre – GAROY. 2007.

Vreugdenhil, A. J.; Brienne, S. H.R.; Markwell, R. D.; Butler, I. S.; Finch, J. A. **Headspace analysis gas-phase infrared spectroscopy: a study of xanthate decomposition on mineral surfaces**. University St. Montreal. Department of Mining and Metallurgical Engineering. Montreal, Canadá. 1997.