

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**TECNOLOGIA EM PREPARAÇÃO DE PASTAS PARA DISPOSIÇÃO DE
REJEITOS**

Autor: Patrícia Costa de Andrade

Orientador: Prof. George Eduardo Sales Valadão

Março/2017

Patrícia Costa de Andrade

TECNOLOGIA EM PREPARAÇÃO DE PASTAS PARA DISPOSIÇÃO DE
REJEITOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Tecnologia Mineral.

Orientador: Prof. George Eduardo Sales Valadão

Belo Horizonte

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

2017

“Na simplicidade aprendemos que reconhecer um erro não nos diminui, mas nos engrandece, e que as pessoas não existem para nos admirar, mas para compartilhar conosco a beleza da existência”.

Roberto Shinyashiki

AGRADECIMENTOS

A Deus minha grande fonte de energia e inspiração.

Ao meu orientador Professor Dr. George Eduardo Sales Valadão pelos ensinamentos, amizade, confiança e suporte acadêmico para a realização da pesquisa.

Aos professores Paulo Roberto Gomes Brandão, Ricardo Geraldo de Sousa, Paulo Roberto de Magalhães Viana, Roberto Galéry, Raul Zanoni Lopes Cançado, Leandro de Arruda Santos entre outros pelos ensinamentos e amizade.

Pela amizade e carinho de Juliana Angélica Evangelista de Carvalho e Verenice Andrade Costa.

Aos meus amigos e parceiros de mestrado pelo compartilhamento de experiências, dúvidas e opiniões.

Ao apoio técnico de DEMIN/DEMET: Isabel, Ilda, Andréia, Patrícia pelo carinho, amizade, atenção e auxílio durante a execução dos experimentos.

À Vale Fertilizantes, na pessoa do engenheiro Rubén Olcay Barreda por fornecer as amostras para execução dos experimentos.

À Clariant, em especial Valdilene por fornecer os reagentes utilizados, bem como à SNF Florger em nome de Rafael Norton.

Ao meu pai falecido Gilberto Sena de Andrade e ao meu avô querido Alírio Ribeiro de Andrade minhas grandes inspirações.

As minhas filhas: Bruna, Verônica e Ester pela minha grande ausência e agradeço-lhes pela compreensão, apoio e carinho principalmente a Ester que esteve sempre ao meu lado.

Ao Atair Silva de Sousa pela amizade e apoio na minha vida acadêmica.

Ao apoio da minha família, principalmente ao grande apoio da minha irmã Alessandra Costa de Andrade.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS.....	2
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
3.1 O mineral Fosfato.....	3
3.2 Características dos Depósitos de Fosfatos em Patos de Minas (MG).....	3
3.3 Estrutura e composição da apatita.....	6
3.4 A dupla camada elétrica.....	7
3.5 Teoria DLVO.....	10
3.6 Fundamentos de Dispersão coloidal.....	14
3.7 Mecanismo de agregação de partículas.....	16
3.7.1 Coagulação.....	16
3.7.2 Coagulação por mancha eletrostática.....	17
3.7.3 Mecanismos de Flocculação.....	18
3.7.4 Polímeros sintéticos.....	21
3.7.5 Mecanismo de adsorção dos floculantes.....	23
3.7.6 Flocculação por reversão.....	24
3.7.7 Flocculação por depleção.....	25
3.8 Fatores que influenciam a flocculação.....	26
3.8.1 Escolha do floculante.....	27
3.8.2 Forma de adição.....	27
3.8.3 Ambiente químico.....	28
3.8.4 Sistemas hidrodinâmicos.....	29
3.8.5 Estado de conservação da molécula do polímero.....	29

3.8.6 Tamanho da partícula.....	30
3.9 Preparação de uma Pasta Mineral.....	30
3.9.1 Distribuição granulométrica da amostra mineral.....	30
3.9.2 Características de sedimentação contínua.....	34
3.9.3 Características de sedimentação descontínua.....	36
3.9.4 Características reológicas das polpas minerais.....	38
3.9.4.1 Classificação reológica dos fluidos.....	40
3.9.4.1.1 Fluidos newtonianos.....	40
3.9.4.1.2 Fluidos não newtonianos.....	40
3.9.4.1.3 Fluidos com comportamentos reológicos dependentes do tempo.....	42
3.9.5 Teste de abatimento ("slump").....	43
3.9.6 Medições de viscosidade e Tensão de escoamento.....	45
3.10 Metodologia de disposição de rejeitos.....	49
3.10.1 Método Montante.....	50
3.10.2 Método Jusante.....	51
3.10.3 Método Linha de Centro.....	51
4. METODOLOGIA.....	53
4.1 Amostra mineral.....	53
4.2 Característica da amostra mineral.....	53
4.2.1 Composição química da amostra.....	54
4.2.2 Composição mineralógica da amostra.....	54
4.2.3 Distribuição granulométrica da amostra mineral.....	55
4.2.4 Densidade da amostra.....	55
4.2.5 Área superficial específica e porosidade.....	56
4.3 Características das pastas minerais.....	58
4.3.1 Sedimentação descontínua.....	58

4.3.2 Teste de abatimento ("slump").....	60
4.3.3 Medição da Tensão de Escoamento.....	60
5.RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	62
5.1 Análise químicas das amostras sólidas.....	62
5.1.1 Fluorescência de raio X (FRX).....	62
5.2 Composição Mineralógica.....	63
5.2.1 Identificação de fases minerais por difração de raio X e quantificação das fases pelo Método Rietveld.....	63
5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS.....	67
5.3 Distribuição granulométrica dos sólidos.....	74
5.4 Massa específica da amostra mineral.....	77
5.5 Área superficial específica.....	78
5.5.1 Método de Blaine.....	78
5.5.2 Método de BET.....	79
5.6 Ensaios de Sedimentação Descontínua.....	83
5.6.1 Ensaios de Sedimentação descontínua na amostra na ausência de floculante.....	81
5.6.2 Testes de Floculantes Catiônicos, Aniônicos e Não Iônicos.....	82
5.6.2.1 Testes com polpas com adição de floculantes catiônicos.....	82
5.6.2.2 Testes com polpas com adição de floculantes aniônicos.....	83
5.6.2.3 Testes com polpas com adição de floculantes não iônicos.....	84
5.6.3 Estudo do comportamento dos diversos tipos de cargas das poliacrilamidas com polpas com adição de floculante.....	85
5.6.4 Comportamento de uma polpa utilizando coagulante sulfato de alumínio	86

5.6.5 Estudo do comportamento para diversos tipos de cargas das poliacrilamidas com polpas de minério com adição de coagulante.....	89
5.6.5.1 Comparação de testes de flocculantes catiônicos com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio e polpa com adição de flocculante.....	89
5.6.5.2 Testes de flocculantes aniônicos com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.....	90
5.6.5.3 Testes de flocculantes não iônico com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.....	93
5.6.6 Desempenho dos flocculantes em testes com adição de coagulantes e testes com adição de flocculante.....	94
5.7 Características de pastas minerais.....	95
5.7.1 Teste de abatimento "slump".....	95
5.7.2 Tensão de escoamento da polpa ("yield stress").....	98
6. CONCLUSÕES.....	101
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	103
8.REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	104
ANEXO A.....	113
ANEXO B.....	116
ANEXO C.....	119
ANEXO D.....	123

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Coluna Estratigráfica e Perfil geológico do Grupo Vazante segundo DARDENNE (2000).....	5
Figura 3.2: Modelo da estrutura da fluorapatita, em corte perpendicular ao eixo c, segundo o programa ATOMS for Windows, versão 3.2 (DOWLY, 1995), destacando os átomos de F e Ca nas posições Ca1 e Ca2 e os tetraedros de PO_4^3	6
Figura 3.3: Representação esquemática da dupla camada elétrica (KIM, 1995).....	8
Figura 3.4: Representação esquemática da estrutura dupla camada elétrica de acordo com a teoria de Stern.....	10
Figura 3.5 : Curvas de energia de interação total: V(1) e V(2) obtidas mediante soma de uma curva de atração V_A com curvas de repulsão V_{R1} e V_{R2}	12
Figura 3.6: Curva de energia de interação em função da distância entre duas partículas.....	14
Figura 3.7: Compressão da dupla camada elétrica (KIM, 1995).....	16
Figura 3.8: Mecanismo de mancha eletrostática (KIM, 1995).....	18
Figura 3.9: Floculação por pontes: polímero filamentoso de massa molar elevada (LAMER E HEALY, 1963).....	18
Figura 3.10: Tipos de configuração de polímeros adsorvidos em partículas sólidas (KIRWAN, 2002).....	19
Figura 3.11 : Estrutura dos flocos resultante do mecanismo de adsorção do floculante (floco aberto) (BALTAR, 2010).....	20
Figura 3.12: Figura (A) Polímero promovendo a ligação entre partículas (agregação), (B) re-estabilização de partículas coloidais (rompimento do floco) (SHARMA <i>et.al</i> , 2006).....	21
Figura 3.13: Representação do polímero homopolímero-poliacrilamida (amida acrílica).....	22

Figura 3.14: Fórmula estrutural do poli(óxido)etileno (BALTAR,2010).....	22
Figura 3.15: Poliacrilamida aniônica (BRANDÃO,2010).....	22
Figura 3.16: Poliacrilamida aniônica (BRANDÃO,2010).....	23
Figura 3.17: Mecanismo de formação do floco (OLIVEIRA; LUZ, 2007).....	23
Figura 3.18 : Adsorção de um polímero catiônico em uma superfície com excesso de carga negativa, resultando na reversão localizada de carga.((BALTAR, 2010).....	25
Figura 3.19: Estrutura dos flocos resultante do mecanismo de adsorção do floculante (foco fechado) (BALTAR,2010).....	25
Figura 3.20: Agregação por depleção entre partículas imersas em uma solução de polímero (BRANDÃO,2010).....	26
Figura 3.21: Ilustração das etapas observadas com adição de um polímero a uma suspensão (GREGORY,1988): (A) adição, (B) homogeneização, (C) adsorção, (D) floculação, (E) quebra de floco.....	27
Figura 3.22: Princípio de difração a laser.....	31
Figura 3.23: Padrões de difração: grande (A), menor (B) e da sobreposição de dois espectros (C).....	32
Figura 3.24: Granulômetro Cilàs 1064.....	32
Figura 3.25: Princípio de funcionamento do Granulômetro Cilàs 1064.....	33
Figura 3.26: Granulômetro Sympatec de laboratório (www.extronex.com).....	33
Figura 3.27: Esquema de funcionamento do Granulômetro de difração à laser (Sympatec) (A) Esquema de funcionamento (B) Difração de luz (laser) (C) Espalhamento de laser por partículas de diâmetros diferentes (D) Franjas de difração de partículas pequenas e grandes.....	34
Figura 3.28: Regime de sedimentação ideal (McKETTA,1993).....	36
Figura 3.29: Zonas durante um experimento de sedimentação em proveta.....	36

Figura 3.30: Curva de sedimentação.....	38
Figura 3.31: Modelo de placas paralelas utilizadas por Newton para explicar a viscosidade de um fluido (BARNES, 1989).....	39
Figura 3.32: Desenho esquemático indicando o efeito da presença de uma partícula esférica sobre as linhas de fluxo de um fluido submetido ao cisalhamento: fluido (a) isento (b) contendo partícula.....	40
Figura 3.33: Classificação do comportamento reológico de diferentes tipos de suspensões (OLIVEIRA <i>et.al.</i> ;2000).....	42
Figura 3.34: Representação esquemática do teste de cone "slump". (CLAYTON <i>et al.</i> , 2003).....	43
Figura 3.35: Gráfico altura de "slump" em função do conteúdo de água ou umidade da pasta. (JUNG <i>et al.</i> , 2002).....	45
Figura 3.36: Esquema de viscosímetros primários (BRANDÃO, 2010).....	46
Figura 3.37: Viscosímetro Brookfield.....	47
Figura 3.38: Desenho esquemático do rotor vane: (a), com quatro lâminas (TURIAN <i>et al.</i> , 1997) e, em (b), com duas lâminas.....	48
Figura 3.39: Método de montante (VICK,1983).....	50
Figura 3.40: Método a jusante (VICK,1983).....	51
Figura 3.41: Método de linha de centro (NIEBLE 1976).....	52
Figura 4.1: Picnômetros.....	55
Figura 4.2 Aparelho de Blaine para determinação da ASE.....	58
Figura 4.3: Reômetro Brookfield ,modelo YR-1.....	60
Figura 5.1: Difração de raio X da amostra de fosfato.....	63
Figura 5.2: Refinamento (Método Rietveld) usando o programa GSAS/EXPGUI com os dados obtidos a partir da análise de difração de raio X da amostra de fluorapatita.....	66

Figura 5.3: Representação de imagens obtidas pela MEV utilizando detector de elétrons retroespalhados com aumento de 200 X (Figura 5.3 A), 1500 X (Figura 5.3 B), 8000 X (Figura 5.3 C)	68
Figura 5.4: Representação de imagens obtidas pelo MEV utilizando detector de elétrons secundários com aumento de 200 X (Figura 5.4A) , 1500 X (Figura 5.4B), 8000 X (Figura 5.4 C).....	69
Figura 5.5: EDS da amostra geral proveniente do rejeito de fosfato.....	70
Figura 5.6: Figura (A) Imagens com aproximação de 1500 X obtidas por elétrons retroespalhados, Figura (B) Imagens aproximação de 8000 X obtidas por elétrons retroespalhados	71
Figura 5.7: Fotomicrografias do mapeamento de raio X realizado no resíduo da lixiviação ácido sulfúrico sob condições otimizadas para a extração de cálcio, com aumento de 100 X obtidas a partir de imagens geradas por elétrons retroespalhadores (BET) na área da amostra mapeada (A): (Si) sílica, (P) fósforo, (O) oxigênio, (Mg) magnésio, (F) flúor, (Fe) ferro, (Ca) cálcio, (Ba) Bário, (Al) alumínio.....	73
Figura 5.8: Distribuição granulométrica da amostra realizada pelo granulômetro Sympatec e Cilàs.....	77
Figura 5.9: Linearização da isoterma de adsorção de N ₂ pelo Método de multipontos..	79
Figura 5.10: Isotermas de adsorção e dessorção de N ₂	80
Figura 5.11: Variação da altura de interface versus tempo em escala normal da amostra para 10% de sólido em massa utilizando uma proveta de 2.000 mL.....	81
Figura 5.12: Determinação da velocidade de sedimentação na ausência de floclulantes.	81
Figura 5.13: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de floclulantes catiônicos com polpas com adição de floclulante.....	83
Figura 5.14: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de floclulantes aniônicos com polpas com adição de floclulante.....	84

Figura 5.15: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de floclulantes não iônicos com polpas com adição de floclulante.....	85
Figura 5.16: Velocidade de sedimentação em polpas com adição de floclulante utilizando poliacrilamidas de cargas catiônicas, aniônicas e não iônicas.....	86
Figura 5.17: Velocidade de sedimentação do coagulante sulfato de alumínio para dosagens até 2.000g/t.....	87
Figura 5.18: Velocidade de sedimentação do coagulante sulfato de alumínio para dosagens até 100 g/t.....	87
Figura 5.19: Velocidade de sedimentação utilizando floclulante catiônica com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.....	90
Figura 5.20: Velocidade de sedimentação utilizando floclulante aniônico com polpa e polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.....	91
Figura 5.21: Velocidade de sedimentação utilizando floclulante não iônico com polpa e polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.....	93
Figura 5.22: Velocidade de sedimentação por diversos tipos de floclulantes em polpas com adição de floclulantes e polpas com adição de coagulante com sulfato de alumínio 100 g/t.....	95
Figura 5.23: Sequencia de abatimento na ausência de floclulante: (A) 60% sólido em massa (B) 63% sólido em massa (C) 66% sólido em massa (D) 69% sólido em massa(E) 72% sólido em massa (F) 75% sólido em massa.....	97
Figura 5.24: Sequencia de abatimento na presença de floclulante: (A) 60% sólido em massa (B) 63% sólido em massa (C) 66% sólido em massa (D) 69% sólido em massa(E) 72% sólido em massa (F) 75% sólido em massa.....	98
Figura 5.25: Valores de "yield stress" para diferentes concentrações da polpa com pH natural.....	100

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1: Substituições iônicas na apatita.....	7
Tabela III.2 Principais coagulantes inorgânicos e respectivas faixas de pH ótimas para aplicação (BRAGANÇA,2008).....	17
Tabela III.3: Dimensões e material de construção de cinco cilindros para teste de "slump" de laboratório, utilizados nos experimentos de CLAYTON <i>et al.</i> (2003) e HERNANDEZ <i>et al.</i> (2005).....	44
Tabela IV.1: Técnicas e equipamentos utilizados na determinação da caracterização da amostra.....	53
Tabela IV.2: Técnicas e equipamentos utilizados para caracterização de pastas minerais.....	58
Tabela IV.3: Características dos floculantes estudados do fabricante Clariant.....	59
Tabela IV.4: Características dos floculantes estudados do fabricante SNF do Brasil LTDA.....	59
Tabela V.1: Análise química semiquantitativa da amostra via fluorescência de raio X	62
Tabela V.2: Comparação entre densidade de cada fase de acordo com o padrão ICSD com as densidades calculadas pelo Método Rietveld.....	64
Tabela V.3: Parâmetros das células unitárias de acordo com a quantidade pelo Método Rietveld.....	64
Tabela V.4: Dados padrão ICSD para amostra analisada célula unitária (a,b,c,α,β,γ)....	64
Tabela V.5: Quantificação de minerais nas amostras de fosfato obtida através do Método Rietveld (% em massa).....	65
Tabela V.6: Microanálise geral da amostra obtida por espectrometria dispersiva de raio X.....	70

Tabela V.7: Análise química quantitativa correspondentes a amostra relativa à Figura 5.7.A.....	71
Tabela V.8: Análise química quantitativa correspondentes a amostra relativa à Figura 5.7.B.....	72
Tabela V.9: Distribuição granulométrica com utilização de difração laser Sympatec....	74
Tabela V.10: Distribuição granulométrica com utilização de difração laser Cilàs.....	75
Tabela V.11: Valores experimentais obtidos pela picnometria simples.....	77
Tabela V.12: Valores de índice de Blaine para amostra mineral.....	78
Tabela V.13: Medidas de área superficial específica, diâmetro médio dos poros e volumes dos poros determinados por diferentes métodos.....	79
Tabela V.14: Diferentes dosagens de poliacrilamida de cargas catiônicos utilizados em polpas com adição de floculantes.....	82
Tabela V.15: Diferentes dosagens de poliacrilamida de cargas aniônicos utilizados em polpas com adição de floculantes.....	83
Tabela V.16: Diferentes dosagens de poliacrilamida de carga não iônicos utilizados em polpas com polpas com adição de floculantes.....	84
Tabela V.17: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de coagulante.....	88
Tabela V.18: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante catiônico para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t.....	91
Tabela V.19: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante aniônico para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t.....	92
Tabela V.20: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante aniônico para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 100 g/t.....	92

Tabela V.21: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante não iônico para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25g/t.....	94
Tabela V.22: Resultados de altura de abatimento de cone (hs) das pastas minerais na ausência e presença de floculante.....	96
Tabela V.5.23: Resultados experimentais dos testes de escoamento ("yield stress") para polpa estudada na ausência e presença de floculante.....	99

LISTA DE NOTAÇÕES

ppm = partes por milhão

Å = Angstrom

ψ = potencial elétrico a qualquer distância da superfície

ψ_0 = potencial elétrico na superfície carregada

k = constante de Boltzmann

x = distância da interface

z_i = corresponde à carga elétrica dos íons

n_0 = concentração dos íons na solução (número de íons por unidade de volume distante do plano de Stern)

T = temperatura absoluta

ϵ = permissividade elétrica do solvente

k = constante de Boltzmann

e = carga do elétron

K = comprimento recíproco de Debye-Huckel (mm^{-1})

V_T = energia potencial total de interação

V_A = energia potencial de interação atrativa

V_R = energia potencial de interação repulsiva

A = constante de Hamaker

a = raio de duas esferas idênticas

H = distância mais curta entre esferas de raio a

K = concentração de eletrólitos

Z = carga elétrica do contra-íon

T = temperatura

β, ϵ = constantes dielétrica

γ = Taxa de cisalhamento

η = Viscosidade aparente

λ = parâmetro estrutural dependente do tempo

μ = Viscosidade absoluta ou dinâmica

τ = tensão de cisalhamento

τ_0 = tensão limite de cisalhamento

ψ = Potencial elétrico

ψ_o = Potencial elétrico na superfície

ψ_d = Potencial elétrico no plano de Stern

A = Área

ASE = Área Superficial Específica

cm/s = Centímetro por segundo

ICDD = International Centre for Diffraction Data

d_s = densidade do sólido

RESUMO

A estabilidade de uma polpa contendo partículas muito finas em um sistema disperso pode ser minimizada através do aumento do grau de agregação entre as partículas. Para efetivamente se conseguir tal intento, pode-se fazer uso de reagentes químicos que, em virtude de sua natureza e modo de ação, irão determinar se a agregação ocorrerá por coagulação, floculação. O estado de dispersão destas partículas está diretamente relacionado ao potencial eletrostático de superfície, sendo necessárias etapas de desestabilização de cargas. O método mais utilizado no beneficiamento de fosfato para a disposição das lamas é o armazenamento em bacias (barragens). Potenciais falhas nas barragens podem causar grandes desastres ambientais, geração de indignação pública, e causa de mortes, fechamento de plantas mineradoras entre outros fatos relevantes. A disposição de rejeitos na forma de pasta mineral apresenta diversas vantagens em comparação às barragens de rejeitos convencionais, por exemplo: precisa-se de uma área muito menor para disposição, apresenta melhor recuperação de água, é menor o risco de contaminação de áreas pela ruptura de barragens, reduz a contaminação de água de processo possibilitando o reaproveitamento desta, facilita a recuperação final do local entre outros. Foram realizados ensaios para caracterização da amostra, sendo que 81% da amostra é de calcita magnesiana. A amostra pode ser classificada como tendo microporos, onde o d_{50} é $5,10\mu\text{m}$. A massa específica da amostra é de $2,55\text{ g/cm}^3$. Foram utilizadas polpas com adição de floclantes com diversos tipos de poliacrilamidas de cargas aniônicas, catiônicas e não iônicas. Também foram realizados testes com polpas com adição do coagulante sulfato de alumínio com objetivo de avaliar o melhor desempenho na velocidade de sedimentação. Os resultados apontaram que a melhor resposta dos diversos reagentes testados foi a poliacrilamida de carga positiva Flotisor 7464 em uma polpa com adição de floclantes, com uma dosagem de 20 g/t e uma velocidade de sedimentação de $0,6\text{ cm/s}$. Em relação a caracterização da pasta mineral utilizando o teste de adensamento foi verificado que, utilizando o floclante Flotisor 7464 com a dosagem de 20 g/t , consegue-se formar uma pasta com uma menor quantidade de sólido em massa.

ABSTRACT

The stability of a pulp containing very fine particles in a dispersed system can be minimized by increasing the degree of aggregation between the particles. In order to effectively achieve such an intent, chemical reagents can be used which, by virtue of their nature and mode of action, will determine whether aggregation will occur by coagulation, flocculation. The dispersion state of these particles is directly related to the electrostatic potential. The most used method for the treatment of phosphate for sludge disposal is the storage in basins (dams). Potential failures in dams can cause major environmental disasters, generation of public outrage, and cause of death, closure of mining plants among other relevant facts. The disposal of tailings in the form of mineral pulp presents several advantages compared to conventional tailings dams, for example: a much smaller area is needed for disposal, better water recovery, the risk of contamination of areas by rupture is lower. Of dams, reduces the contamination of process water allowing the reuse of this, facilitates the final recovery of the site among others. Tests were carried out to characterize the sample, with 81% of the sample being magnesian calcite. The sample can be classified as having micropores, where the d_{50} is $5.10\mu\text{m}$. The specific mass of the sample is 2.55 g / cm^3 . It was used pulps with addition of flocculants with several types of anionic, cationic and nonionic polyacrylamides. Tests were also carried out with pulps with the addition of aluminum sulfate coagulant in order to evaluate the best performance in sedimentation velocity. The results indicated that the best response of the various reagents tested was the Flotacor 7464 positive charge polyacrylamide in a flocculent pulp with a dosage of 20 g / t and a settling velocity of 0.6 cm / s . In relation to the characterization of the mineral paste using the densification test, it was verified that, using the flocculant flocculant 7464 with the dosage of 20g / t , it is possible to form a paste with a lower amount of solid in mass.

1. INTRODUÇÃO

O sistema de disposição de rejeitos na forma de pasta vem ganhando recentemente uma importante participação na mineração e no contexto mundial. Há uma tendência para substituir o sistema convencional de disposição de rejeitos em forma de polpas minerais (barragens ou bacias de rejeitos). A disposição de rejeitos em forma de pasta apresenta variadas vantagens entre as que podem destacar-se as seguintes: menores impactos ambientais, menor área para disposição, maiores recuperações de água de processo permitindo sua reciclagem, menor o risco de contaminação pela ruptura de barragens.

Uma definição simples e prática de pasta mineral segundo (THERIAULT *et.al.*;2001), diz que são rejeitos que devem ser suficientemente desaguados. Apresentam uma velocidade de fluxo crítica quando são bombeados, não sofrem segregação quando são depositados e produzem um mínimo de água quando são descarregados a partir de tubulações. Segundo os trabalhos de JEWELL 2002 e de ARAUJO *et.al.*,2003, uma pasta mineral pode ser conceituada como um sistema de partículas finas que se apresenta como um fluido homogêneo, no qual não ocorre a segregação granulométrica das partículas, e que, se disposto de forma suave em superfícies estáveis, não apresenta drenagem significativa de água.

A tecnologia de pastas tem se desenvolvido rapidamente, no mundo e no Brasil. No entanto, deve-se ressaltar que esta tecnologia, principalmente no que se refere aos espessadores de pasta não está disponível, ficando as informações com os fabricantes. Este fato mostra a necessidade do desenvolvimento de estudos, para a melhor compreensão dos mecanismos envolvidos no espessamento de materiais com o objetivo de alcançar as características de pasta mineral.

2. OBJETIVOS

- a. Caracterização do rejeito do processamento do minério de fosfato, determinando algumas características físicas e químicas tais como: massa específica, distribuição granulométrica, composição química e mineralógica, área superficial específica, dentre outras;
- b. Analisar o efeito das dosagens de diversos flocculantes e um coagulante (sulfato de alumínio) na velocidade de sedimentação, (flocculantes catiônicos, aniônicos e não iônicos), no minério de fosfato de polpas com adição de flocculantes e polpas com adição de coagulante sulfato de alumínio;
- c. Determinar e estudar o comportamento da viscosidade em função do adensamento e porcentagem de sólido, e consistência da pasta (teste de abatimento e viscosimetria).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O minério fosfato

O fósforo existe com certa abundância na natureza (é o décimo elemento mais comum): 1.050 ppm na crosta terrestre e teores médios de 8.690 ppm em carbonatitos, 650 ppm em granitos e 390 ppm em diabásicos (HEINRICH, 1980; MASON, 1971).

Mineralogicamente, minérios fosfáticos de origem ígnea são normalmente constituídos de apatita, argilo-minerais, magnetita, hematita, minerais hidratados de ferro, barita, quartzo, carbonatos (calcita e dolomita), fosfatos secundários de alumínio e ferro, micas e minerais de titânio, entre outros elementos. A maioria dos minerais de fósforo pertence ao grupo da apatita. Sua mineralogia é bastante complexa, podendo ocorrer em praticamente todos os ambientes geológicos.

No Brasil, cerca de 80% das jazidas fosfáticas naturais (fosfatos), são de origem ígnea com presença acentuada de rocha carbonatítica e minerais micáceos, com baixo teor (é o conteúdo de fósforo de uma rocha ou concentrado), em geral expresso em (P_2O_5), enquanto que em termos mundiais esse percentual está em torno de 17%.

A maioria dos minérios portadores de fósforo dessas rochas pertence 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%. Quando bem cristalizada pode chegar ao estágio de ser considerada como gema e ser confundida com outros minerais. Os depósitos de apatita têm uma mineralogia extremamente complexa tendo impurezas contaminantes de influência marcante na recuperação e teor de fósforo nos concentrados.

3.2 Características dos Depósitos de Fosfato em Patos de Minas (MG)

Segundo (DAMASCENO, 1989), a jazida de Patos de Minas apresenta idade pré-cambriana ou Eon-cambriana tendo sido submetida a metamorfismo de baixo grau.

A jazida de Patos de Minas pertence a bacias sedimentares neoproterozóicas do Cráton do São Francisco e o Grupo Vazante. O Grupo Vazante representa uma espessa

sequência marinha pelítica dolomítica, que cobre uma área de aproximadamente 250 km², em uma faixa de direção N-S. (DARDENNE *et al.*, 1998).

A Formação Santo Antônio do Bonito constitui a base do Grupo Vazante sendo formada por camadas métricas de quartzito branco localmente conglomerático intercalados com níveis pelíticos ardosianos. Nos vales dos rios Santo Inácio e Antônio Bonito ocorrem camadas de diamictito com clastos de quartzito, calcário, dolomito, siltito e granitóides, com matriz essencialmente pelítica, localmente fosfatada. (DARDENNE *et al.*, 1998).

A Formação Rocinha é composta por uma sequência rítmica arenosa e pelítica em sua base, um espesso pacote de ardósias e metassiltitos intercalados e no topo ocorre uma camada de fosfarenitos, que compõe o depósito de fosfato de Lagamar.

A Formação Lagamar é uma unidade psamítica-pelítica carbonática, composta na base por alternâncias de conglomerados, quartzitos e ardósias. Sobrepostos a estes ocorrem brechas dolomíticas que passam para calcários com laminações e dolomitos estromatolíticos que se interdigitam com metassiltitos carbonáticos e metapelitos ardosianos (DARDENNE, 2000), conforme visto na Figura 3.1.

Os depósitos de fosfato de Rocinha e Lagamar estão inseridos na porção basal do Grupo Vazante, na forma de fosfarenitos, fosforuditos e fosfoluditos, os quais são associados a ardósias carbonosas e carbonáticas. O principal mineral é a fluorapatita resultante da lixiviação do CO₂ do carbonato-fluorapatita original, com a alteração supergênica ocorrendo o desenvolvimento de apatitas ricas em alumínio e estrôncio, do tipo wavelita.

Grupo	Formação	Membro	Coluna	Descrição
GRUPO VAZANTE	Serra da Lapa			Ardósias carbonatadas cinza Lentes de dolomitos Ardósias carbonatadas pretas
	Morro do Calcário	Pamplona Superior		Bioherma estromatolítico c/ fácies de brechas e dolarenitos
	Serra do Poço Verde	Pamplona Médio		Dolomitos rosados com esteiras nódulos de barita e gretas de ressecamento
		Pamplona Inferior		Ardósias cinza esverdeadas c/ intercalações de dolomitos rosados
				Dolomitos cinza escuro c/ esteiras estromatolíticas e bird 's eyes
		Morro do Pinheiro Inf.		Dolomitos cinza claros a rosados c/ níveis de brechas e dolarenitos
	Serra do Garrote			Ardósias c/ raras lentes de quartzitos
	Lagamar	Sumidouro		Bioherma estromatolítico Calcários cinza escuros Brechas dolomíticas
		Arrependido		Conglomerados
	Rocinha			Ritmitos
				Ardósias cinza escuras, piritosas e fosfatadas
				Ritmitos
	Sto. Antônio do Bonito			Intercalações de quartzitos, fosforitos, diamictitos e ardósias



Figura 3.1: Coluna Estratigráfica e Perfil geológico do Grupo Vazante segundo DARDENNE (2000)

3.3 Estrutura e composição da apatita

O mineral apatítico geralmente citado como o mais frequentemente associado aos carbonatitos, e como acessório nas rochas ígneas em geral, é a fluorapatita, de fórmula simplificada $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$.

A fluorapatita cristaliza no sistema hexagonal, grupo espacial $\text{P6}_3/\text{m}$ (BRAGG & CLARINGBULL, 1965). De acordo com SLANSKY, 1980, apresenta dois planos de simetria paralelos ao plano (001) e tetraedros PO_4 associados a colunas Ca-O, formando uma estrutura em colmeia. Perpendicularmente ao plano (001), há dois tipos de canais; o primeiro, com diâmetro de cerca de $2\text{\AA}$, corresponde aos eixos ternários da estrutura e são rodeados por íons Ca^{2+} em posição Ca1, coordenados a 9 átomos de oxigênio. O outro tipo, com diâmetro um pouco maior (3 a $3,5\text{\AA}$), é formado por eixos helicoidais, rodeados pelos íons Ca^{2+} na posição Ca2, coordenados a 7 átomos de oxigênio.

Resulta uma malha elementar correspondente a um prisma reto de base losangular, com quatro íons Ca1, seis íons Ca2, seis íons P, dois íons F e 24 átomos de O.

Segundo MONTEL, 1968, a apatita apresenta-se como sólido lacunar atravessado por canais cujo diâmetro varia em função das substituições nos seus sítios iônicos; estes canais ou túneis favorecem a difusão iônica, podendo mesmo ser observada difusão no estado sólido (Wallaeys, 1968). A Figura 3.2 mostra uma representação desta estrutura, obtida no programa ATOMS for Windows, versão 3.2.

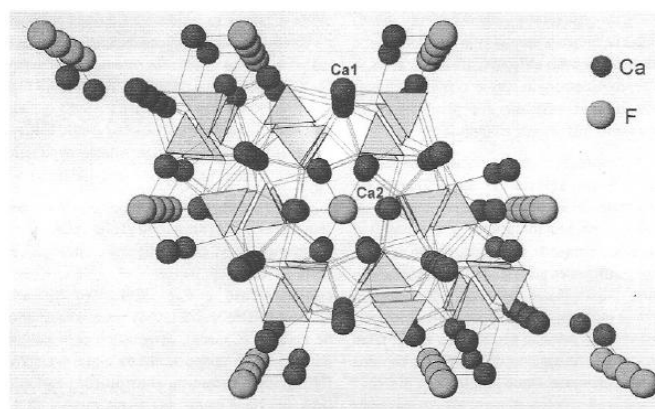


Figura 3.2: Modelo da estrutura da fluorapatita, em corte perpendicular ao eixo c, segundo o programa ATOMS for Windows, versão 3.2 (DOWLY, 1995), destacando os átomos de F e Ca nas posições Ca1 e Ca2 e os tetraedros de PO_4^3

A composição da apatita depende do meio de formação, mas é também influenciada pela necessidade de compensação de cargas quando ocorrem substituições entre íons de carga diferente em relação à apatita ideal. A variabilidade de composição, admitindo várias substituições, de acordo com a tabela III.1, resulta em diferenças de densidade, índice de refração, birrefringência, susceptibilidade magnética, solubilidade etc.

O conteúdo aniônico pode incluir, no sítio XO_4^{3-} , CO_3^{2-} , SiO_4^{4-} , SO_4^{4-} , VO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} e ainda outros; o sítio do ânion monovalente F^- pode também ser ocupado principalmente por OH^- , Cl^- , ou CO_3^{2-} . O conteúdo catiônico pode conter, substituindo o Ca^{2+} , Na^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , U^{4+} , U^{6+} , K^+ , Cd^{2+} , ETR^{2+} , ETR^{3+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Be^{2+} e ainda outros. Al^{3+} poderia substituir tanto Ca^{2+} como P^{5+} , segundo (FISCHER & MCCONNELL, 1970).

Tabela III.1: Substituições iônicas na apatita

Sítio A (Ca)	Sítio X (PO_4^{3-})	Canais (F^-)
Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ag^+ , U^{4+} , U^{6+} , K^+ , Cd^{2+} , TR^{2+} , TR^{3+} , Y^{3+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Be^{2+} , Al^{3+} , Pb^{2+} , Zn^{2+} , Sc^{3+} , Bi^{3+}	CO_3^{2-} , SO_4^{4-} , VO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , AlO_2^- ; ; mais raramente, ânions de Nb, Ge, Se e Zr	OH^- , Cl^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , Br^- e I^-

3.4 A Dupla camada elétrica

A maior parte das substâncias adquire uma carga elétrica superficial quando postas em contato com meio polar (aquoso). Os possíveis mecanismos para criação de cargas são: ionização, adsorção de íons e dissolução de íons.

A carga superficial influencia a distribuição dos íons no meio polar, de modo que as partículas sólidas ficam rodeadas por uma nuvem de íons. Íons de carga oposta (contraíons) são atraídos pela superfície e íons de carga de mesmo sinal (co-íons) são repelidos para mais longe da superfície, garantindo a eletroneutralidade da suspensão.

A teoria da dupla camada elétrica descreve a distribuição dos íons e, portanto, a intensidade dos potenciais elétricos gerados pela superfície carregada (SHAW, 1992).

Considera-se que a dupla camada elétrica seja constituída de duas regiões: uma camada externa difusa conhecida como camada de Gouy-Chapman e uma camada interna compacta conhecida como camada de Stern. A Figura 3.3 mostra uma representação esquemática da dupla camada elétrica.

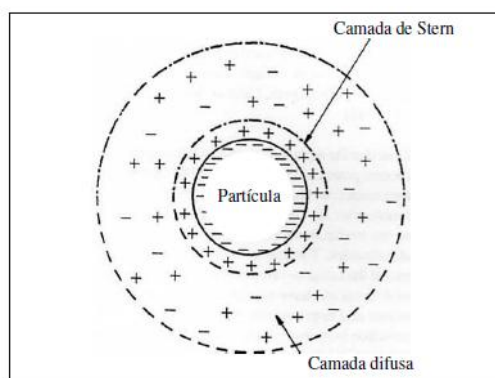


Figura 3.3: Representação esquemática da dupla camada elétrica (KIM, 1995).

O tratamento quantitativo mais simples da parte difusa da dupla camada é o tratamento desenvolvido por Gouy e Chapman, que se baseia no seguinte modelo:

1. a superfície é suposta plana, de extensão infinita e com cargas distribuídas uniformemente;
2. Os íons na parte difusa da dupla camada são encarados como cargas puntiformes distribuídas de acordo com a distribuição de Boltzmann;
3. O solvente influencia a dupla camada através de sua constante dielétrica, que tem o mesmo valor através de toda a parte difusa;
4. Supõe-se para estudo um eletrólito isolado simétrico, de carga z . Seja ψ_0 o potencial elétrico numa superfície plana e ψ o potencial elétrico a uma distância x da superfície, no interior da solução do eletrólito

De acordo com a equação 3.1, mostra que com potenciais baixos, o potencial decresce exponencialmente à medida que aumenta a distancia a uma superfície carregada. Nas

proximidades da superfície, onde o potencial deve ser relativamente alto e é a equação 3.2 de Debye-Huckel:

$$\psi = \psi_0 \exp[-kx] \quad (3.1)$$

onde:

ψ = potencial elétrico a qualquer distância da superfície;

ψ_0 = potencial elétrico na superfície carregada;

k = constante de Boltzmann;

x = distância da interface.

$$K = \sqrt{\frac{4\pi e^2}{\epsilon k T} \sum_i z_i^2 n_{i0}} \quad (3.2)$$

onde:

z_i = corresponde à carga elétrica dos íons;

n_0 = a concentração dos íons na solução (número de íons por unidade de volume distante do plano de Stern);

T = temperatura absoluta;

ϵ = permissividade elétrica do solvente;

k = constante de Boltzmann;

e = carga do elétron

K = comprimento recíproco de Debye-Huckel (mm^{-1}).

Stern propôs um modelo na qual a dupla camada se divide em duas partes, conforme vista na Figura 3.4, separadas por um plano (plano de Stern), localizado a uma distância da superfície, idêntica ao raio do íon hidratado; levou ainda em consideração a possibilidade de adsorção iônica específica. Íons adsorvidos especificamente são aqueles ligados à superfície por forças eletrostáticas e/ou forças de van der Waals suficientemente fortes para se sobreporem a agitação térmica. Os centros de quaisquer íons adsorvidos especificamente se localizam na camada de Stern, entre a superfície e o plano de Stern. Íons cujos centros localizam além do plano de Stern constitui a parte difusa da dupla camada, para a qual considera-se o tratamento de Gouy-Chapman, substituindo-se ψ_0 por ψ_δ . (SHAW,1992)

O potencial varia de ψ_0 (o potencial superficial ou da parede) para ψ_δ (o potencial de Stern) na camada de Stern, e decresce de ψ_δ até zero na dupla camada difusa, conforme Figura 3.4.

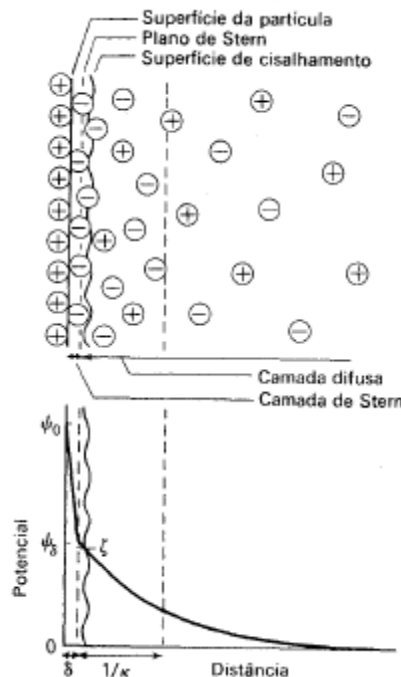


Figura 3.4: Representação esquemática da estrutura dupla camada elétrica de acordo com a teoria de Stern (CAMPOS *et.al.*,2001)

A espessura característica da dupla camada (K^{-1}) é drasticamente influenciada pela concentração de íons na solução (n_0). Quanto maior for a concentração dos íons na solução, menor a espessura característica e, logo, mais compacta a dupla camada elétrica. A espessura da dupla camada também é influenciada pela força iônica do meio líquido: $\sum z_i^2 n_{i0}$, o aumento da força iônica acentua a queda de potencial elétrico da camada difusa.

3.5 Teoria DLVO

Derjaguin juntamente com Landau e Verwey juntamente com Overbeek foram os primeiros a desenvolverem paralelamente uma teoria quantitativa, conhecida como teoria DLVO, para descrever a interação total entre partículas em função da separação entre elas. Essa teoria baseia-se nas variações de energia que são observadas quando as partículas se aproximam-se uma das outras. Apenas as interações de van der Waals (atrativas) e eletrostáticas (repulsivas) são consideradas (BALTAR,2010). A energia

potencial total de interação (V_T) é obtida por meio de balanço das energias potenciais das interações atrativas (V_A) e repulsivas (V_R), de acordo com a equação 3.3:

$$V_T = V_A + V_R \quad (3.3)$$

A energia de atração intermolecular (V_A) tem alcance muito curto, sendo inversamente proporcional à distância entre as moléculas. A energia de atração entre conjuntos de moléculas (micropartículas) decresce muito mais rapidamente do que entre moléculas individuais.

Para o caso de duas esferas idênticas de raio a (no vácuo) separadas por não mais que 10nm a 20nm, e com $H \ll a$, sendo H é a distância mais curta entre esferas de raio, a energia de atração (V_A), e a constante de Hamaker (A). A energia de atração será representada pela Equação 3.4:

$$V_A = -\frac{Aa}{12H} \quad (3.4)$$

O valor da constante de Hamaker (A) depende da natureza do material que constitui as partículas, principalmente do número de átomos por unidade de volume e da polarizabilidade.

A expressão geral para a energia de interação V_R resultante da superposição das camadas difusas da dupla camada elétrica ao redor de duas partículas esféricas idênticas é bastante complexa. Uma expressão relativamente simples e que oferece uma boa aproximação para o valor de (V_R) foi dada por (REERINK & OVERBEEK, 1954), de acordo com a Equação 3.5:

$$V_R = \frac{B\epsilon k^2 T^2 a \gamma'^2}{z^2} \exp(-\kappa H) \quad (3.5)$$

onde H é a distância mais curta entre esferas de raio a , k a concentração de eletrólitos, z a carga elétrica do contra-íon, T a temperatura e B , e ϵ constantes. γ' é dado pela Equação 3.6:

$$\gamma' = \frac{\exp(ze\psi_0/2KT) - 1}{\exp(ze\psi_0/2KT) + 1} \quad (3.6)$$

A energia de interação VR pode ser repulsiva ou atrativa, dependendo do potencial no plano de Stern das partículas envolvidas. Em três situações VR será atrativa: (i) partículas com ψ_0 de sinal diferente, (ii) uma das partículas com ψ_0 igual a zero e (iii) partículas separadas por uma pequena distância com ψ_0 de mesmo sinal, porém com magnitudes diferentes. De outro modo, haverá repulsão.

De acordo com a teoria DLVO, a energia total de interação de acordo com a equação 3.7, ou seja, :

$$V_T = -\frac{aA}{12H} + \frac{B\epsilon k^2 T^2 a \gamma^2}{z^2} \exp(-\kappa H) \quad (3.7)$$

O caráter total de interação é a soma das energias de atração e repulsão ilustrado na Figura 3.5. A energia de repulsão é uma função exponencial da distância que separa as partículas, com o alcance da ordem da espessura da dupla camada elétrica. A energia de atração decresce inversamente com a distância entre as partículas. Portanto, com distâncias pequenas e grandes entre as partículas predominará atração de van der Waals e distâncias intermediárias predominará repulsão das duplas camadas elétricas, dependendo dos valores reais das duas forças (SHAW, 1992).

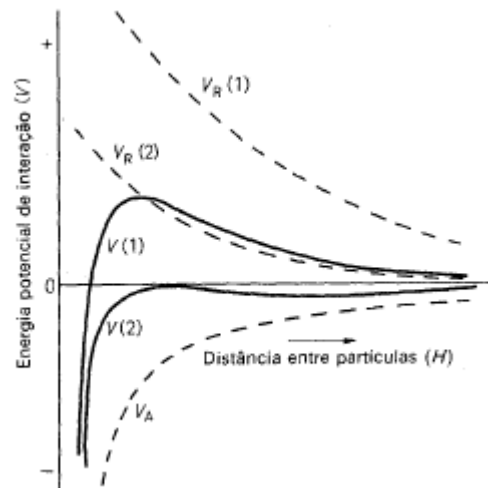


Figura 3.5 :Curvas de energia de interação total: V(1) e V(2) obtidas mediante soma de uma curva de atração V_A com curvas de repulsão V_{R1} e V_{R2}

O mínimo apresentado pela curva VT na Figura 3.6 , a uma distância muito pequena entre as partículas é denominado mínimo primário. O sistema é dito instável: assim que as partículas se aproximam suficientemente, se agregam. Normalmente, a agregação é irreversível. A profundidade do mínimo primário é determinada pela intensidade e alcance da repulsão de Born (ou *hard core repulsion*) que as partículas experimentam quando suas nuvens eletrônicas virtualmente se tocam.

No mínimo secundário, localizado a uma distância intermediária entre as partículas, há uma agregação mais fraca, facilmente desfeita por agitação moderada, causando redispersão do sistema. Ocorre geralmente em soluções eletrolíticas concentradas e/ou com partículas relativamente mais grosseiras (LINS, 2000)

A combinação de energia atrativa e repulsiva surge no sistema uma energia total que é representada por uma barreira energética repulsiva , dificultando a formação de aglomerados primários na suspensão, mantendo as partículas dispersas. A barreira energética dependerá do potencial de Stern gerado pelas cargas superficiais da partícula e da força iônica do meio.

Logo, o processo de agregação das partículas é provocada pela diminuição da barreira energética através da redução ou eliminação de cargas das partículas , fenômeno conhecido como coagulação.

A Figura 3.6 mostra um exemplo típico de energia de interação quando duas partículas se aproximam, de acordo com a teoria DLVO, expressa pela Equação 3.7.

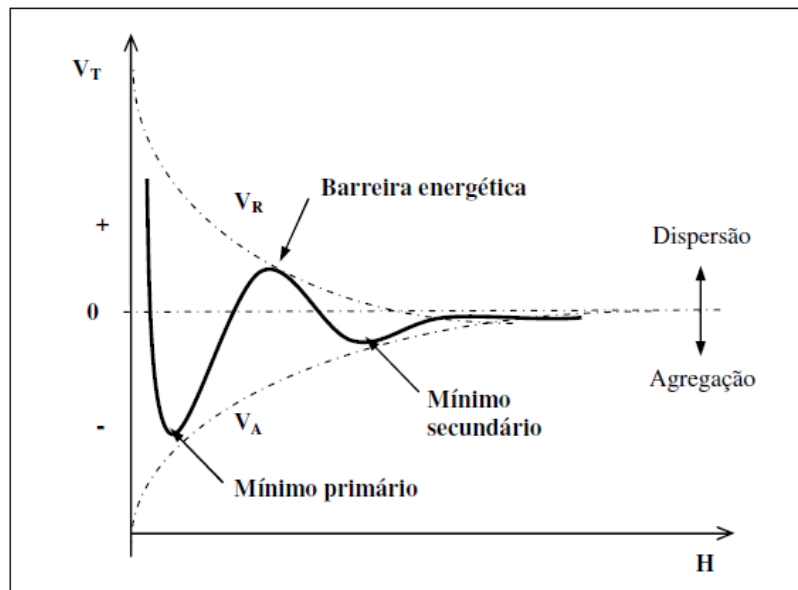


Figura 3.6: Curva de energia de interação em função da distância entre duas partículas

3.6 Fundamentos de Dispersão Coloidal

A ciência dos colóides se ocupa com sistemas nas quais um ou mais componentes apresentam pelo menos uma de suas dimensões dentro do intervalo de 1nm a 1 μ m, ou seja, se refere a sistemas contendo tanto moléculas grandes como pequenas partículas.

Os sistemas coloidais são formados por uma fase discreta, de tamanho muito pequeno, e de uma fase contínua geralmente um fluido. Exemplo de suspensão coloidal: partículas dispersas em um líquido. Exemplo de uma emulsão: um líquido disperso em outro líquido.

A principal razão da estabilidade dos colóides é o tamanho muito pequeno da fase dispersa que em geral com diâmetros menores que 1 μ m, ou seja, a fase discreta tem uma área superficial específica muito grande, maior que 10 m²/g. Nestas condições as forças gravitacionais e viscosas tornam-se desprezíveis e predominam as forças interfaciais: atração de van der Waals e repulsão/atração eletrostática.

De acordo com SHAW, os sistemas coloidais podem ser agrupados em três classificações gerais:

1. Dispersões coloidais: estas são termodinamicamente instáveis por causa de sua elevada energia livre de superfície, e constituem sistemas irreversíveis, que não podem ser constituídos facilmente após a separação das fases.
2. Soluções verdadeiras de substâncias macromoleculares: que são termodinamicamente estáveis e também reversíveis, pois podem ser reconstituídas facilmente depois de separar o soluto do solvente.
3. Coloides de associação, também chamados de eletrólitos coloidais são termodinamicamente estáveis.

De modo geral, os fatores que mais contribuem para a natureza global de sistemas coloidais são (MASLIYAH E BHATTACHARJEE, 2006):

- A dimensão e a forma das partículas;
- Propriedades físico-químicas de superfície;
- Propriedades físico-químicas da fase contínua (solvente);
- Interações partícula-partícula;
- Interações partícula-solvente.

A forma como se distribuem as partículas e o quão estável é a distribuição no meio podem ser controladas pelas propriedades interfaciais das partículas coloidais, inclusive propriedades elétricas. Em meio aquoso, este controle pode ser feito através do pH ou pela adsorção de uma cadeia polimérica sobre a superfície da partícula. O polímero adsorvido cria uma camada que se estende a uma distância suficiente para prevenir as forças atrativas de van der Waals entre as partículas. A adsorção de um polímero sobre a superfície de uma partícula pode ocorrer devido à interação coulômbica (carga-carga), via ligações hidrogênio, interações de van der Waals ou ainda pela combinação destas interações.(ZUPANCIC,1999; HAZEN,2005)

3.7 Mecanismos de agregação de partículas

Há duas alternativas principais para o processo de agregação de partículas coloidais utilizados em operações de separação sólido-líquido:

- Coagulação: ocorre quando as forças atrativas superam as forças repulsivas. Haverá a formação de pequenos agregados denominado coágulo.
- Flocculação: ação de um polímero de alto peso molecular que adsorve-se na superfície das partículas, originando agregados chamados flóculos ou flocos.

3.7.1 Coagulação

A coagulação é obtida com a redução ou mesmo a eliminação da barreira energética repulsiva. A Figura 3.7 representa a compressão da dupla camada elétrica (KIM, 1995).

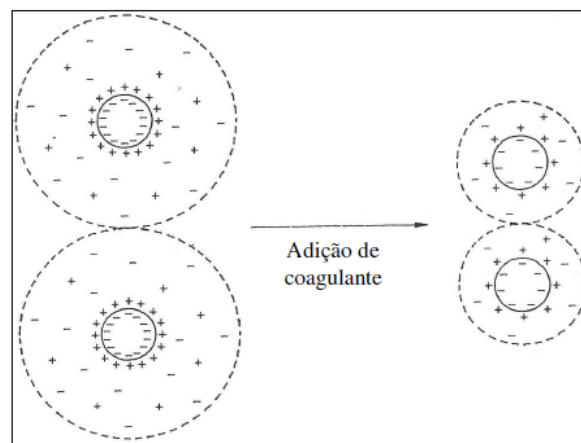


Figura 3.7: Compressão da dupla camada elétrica (KIM, 1995)

Para minimizar a barreira energética repulsiva é necessário:

- Alterar a carga elétrica superficial da partícula por ação de íons determinadores de potencial (idp): controlando o pH ;
- Promover adsorção específica de íons: a presença de íons especificamente adsorvidos provoca o abaixamento do potencial zeta, se forem cargas opostas à da superfície;

- Provocar a compressão da dupla camada elétrica: adicionando eletrólitos. Usam-se em geral cátions hidrolisáveis como Al^{3+} e Fe^{3+} e alguns polímeros sintéticos com baixo peso molecular (2×10^4 a 1×10^5) geralmente catiônicos, (RICHTFONDON E CONNELLY, 1988; HOGG, 2000).

A regra de Schulze-Hardy afirma que a concentração de eletrólito necessária para induzir a coagulação em um sistema estabilizado de partículas carregadas é inversamente proporcional à valência do contra-íon (HUNTER, 1994). A natureza do contra-íon, a carga do co-íon e a natureza e concentração do solvente exercem pouca influência. Com relação ao primeiro fator, tem-se, geralmente, que quanto maior o contra-íon, menor o raio de hidratação e, logo, o contra-íon pode se aproximar mais da superfície da partícula. Desta maneira, contra-íons maiores possuem um efeito desestabilizador maior do que contra-íons menores, pois estes possuem maior raio de hidratação (VERRAL, WARWICK E FAIRHURST, 1999).

A alcalinidade da água é importante na coagulação, pois, normalmente, os coagulantes inorgânicos atuam como ácidos em solução. A redução de alcalinidade provoca a redução de pH, tornando frequentemente necessária a adição de alcalinizantes (PAVANELLI, 2001). Os principais auxiliares de coagulação são o óxido e o hidróxido de cálcio, o bicarbonato, o carbonato e o hidróxido de sódio.

Tabela III.2 – Principais coagulantes inorgânicos e respectivas faixas de pH ótimas para aplicação (PAVANELLI, 2001).

Coagulante	Fórmula	Faixa de pH
polihidroxiclreto de alumínio	$[\text{Al}_n(\text{OH})_m\text{Cl}_{(3n-m)}]_x$	6,5 – 7,3
sulfato de alumínio	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n=14-18)	4,5 – 7,5
sulfato férrico	$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	6,0 – 7,5
clreto férrico	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	6,0 – 7,5

3.7.2 Coagulação por mancha Eletrostática

GREGORY (1973) propôs o mecanismo de mancha eletrostática em que não há necessidade de haver correspondência de um para um entre as cargas opostas na superfície da partícula e no polímero adsorvido para que ocorra agregação. Se a

densidade de carga no polímero adsorvido for maior que a da superfície da partícula, a distribuição não uniforme do polímero resultará em manchas de cargas negativas e positivas, como mostra a Figura 3.8. Embora a partícula seja eletricamente neutra, as manchas carregadas de uma partícula podem atrair as manchas de carga oposta em outra partícula e assim por diante. Seria razoável admitir que a neutralização de cargas é dominante para polímeros de baixo peso molecular e que o mecanismo de mancha eletrostática prevalece para polímeros de alto peso molecular (KIM, 1995).

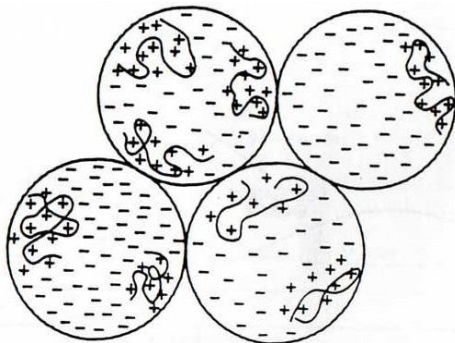


Figura 3.8: Mecanismo de mancha eletrostática (KIM, 1995).

3.7.3 Mecanismos de Flocculação

A flocculação é um processo de agregação caracterizado pela ação de um agente de ligação, normalmente um polímero de alto peso molecular que une fisicamente partículas primárias através de pontes (LA MER E HEALY, 1963), que pode ser vista na Figura 3.9. Este processo pode ser descrito em duas etapas principais: adsorção do polímero na superfície das partículas e agregação das partículas formando flocos.

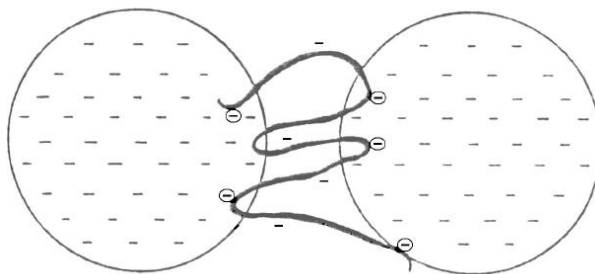


Figura 3.9: Flocculação por pontes: polímero filamentososo de massa molar elevada (LA MER E HEALY, 1963)

De acordo com LA MER, 1963, as partículas coloidais hidrofílicas dispersam-se espontaneamente em água e, conseqüentemente, formam um sistema termodinamicamente estável. A estabilidade é devida principalmente a interações químicas entre íons da superfície do coloide e moléculas de água. Por outro lado, dispersões de coloides hidrofóbicos e de partículas minerais, não necessariamente hidrofóbicas, mas suficientemente pequenas (1 a 50 μ m), representam estados termodinamicamente instáveis. Em certos casos, estes estados podem ser estabilizados por um longo período de tempo pela presença de cargas elétricas na superfície das partículas.

As possíveis configurações que os segmentos das cadeias de um polímero podem assumir quando em contato com partículas sólidas são estirada, alça e cauda (SUEYOSHI, 1994 ; LUCKHAM E ROSSI, 1999). A configuração estirada caracteriza-se como uma série de segmentos consecutivos em contato com a superfície. A configuração do tipo alça consiste de segmentos em contato apenas com o meio líquido, delimitada pelas configurações do tipo estirada, enquanto que a do tipo cauda é a terminação delimitada pelo segmento com configuração do tipo alça e com movimentação livre na solução (LUCKHAM e ROSSI, 1999). A Figura 3.10 representa alguns tipos de configuração de polímeros adsorvidos em partículas sólidas (KIRWAN, 2002).

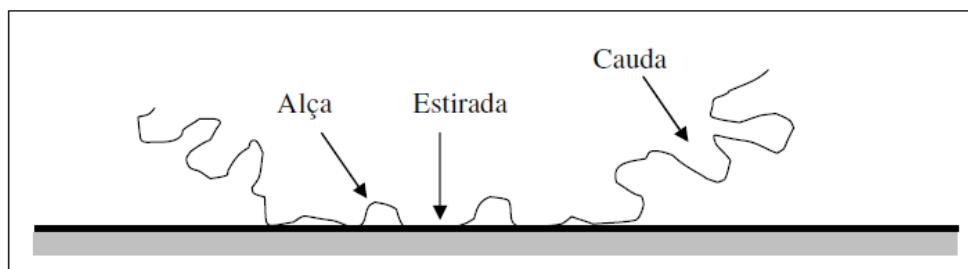


Figura 3.10: Tipos de configuração de polímeros adsorvidos em partículas sólidas (KIRWAN, 2002).

A conformação de equilíbrio da molécula adsorvida, quantidade e tamanho das alças e caudas, irá depender da natureza de interação do polímero com a fase líquida e com a superfície do mineral. No caso em que a molécula do polímero e a superfície possuem cargas contrárias, a conformação de equilíbrio é alcançada em menor tempo e a

molécula assume uma conformação horizontal, com maior quantidade de pontes de contato. Mas, quando a molécula do polímero e a superfície possuem cargas de mesmo sinal, a molécula tende a permanecer com a conformação vertical durante um maior período de tempo, formando grandes alças e caudas.

O mecanismo de ponte assume que o polímero adsorvido na partícula projeta suas alças e caudas na fase aquosa de maneira a encontrar outra partícula. É necessário que a extensão das alças e caudas seja maior que a distância em que a repulsão entre partículas é efetiva (MAGDASSI E RODEL, 1996). Neste sistema o crescimento dos flocos é um processo rápido, são flocos grandes, flexíveis e aprisionam água em seu interior (ERIKSSON *et al.*, 1988). A Figura 3.11 representa este processo de crescimento rápido do floco. Apesar da água retida diminuir a densidade média, os flocos apresentam alta velocidade de sedimentação, devido ao seu tamanho. A reconstrução dos flocos destruídos pelas tensões de cisalhamento é mais difícil nos sistemas onde predomina este tipo de mecanismo (CLAESSON *et al.*, 1994) devido à quebra de moléculas do polímero.

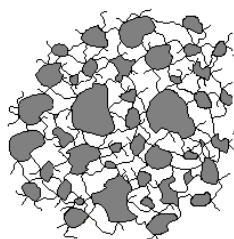


Figura 3.11 : Estrutura dos flocos resultante do mecanismo de adsorção do floculante (floco aberto) (BALTAR, 2004)

Em altas concentrações, é possível que o polímero se adsorva completamente em partículas individuais, antes que ocorra a formação de pontes, e que a repulsão entre as cargas do polímero cause a dispersão das partículas, como pode ser visto na Figura 3.12. Deste modo, polímeros de baixo peso molecular normalmente atuam como dispersantes. Por outro lado, a dosagem excessiva de polímero pode levar a um processo de superfloculação em que grandes flocos independentes são formados (KIRWAN, 2002).

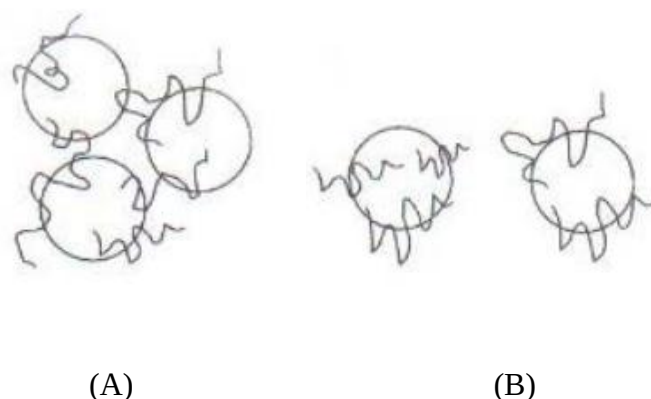


Figura 3.12: Figura (A) Polímero promovendo a ligação entre partículas (agregação), (B) re-estabilização de partículas coloidais (rompimento do floculo) (SHARMA *et.al*,2006)

KISSA (1999) considera este processo reversível uma vez que há um equilíbrio entre crescimento e quebra dos flocos formados, por exemplo, por agitação vigorosa. SWIFT *et al* (2004) descobriram que o tamanho dos flocos aumenta rapidamente até um valor máximo e, então, diminui em uma taxa mais baixa do que a taxa inicial de agregação.

3.7.4 Polímeros sintéticos

Um polímero é uma macromolécula formada por vários segmentos unitários, denominados monômeros. Em sua composição, podem haver monômeros iguais ou diferentes entre si, resultando na formação de homopolímeros ou copolímeros, respectivamente.

Embora sejam mais caros, os polímeros sintéticos apresentam uma série de vantagens em relação aos polímeros naturais, sendo solúveis em água e, usualmente, de peso molecular elevado. Os mais importantes polímeros sintéticos para a indústria mineral são as poliacrilamidas (PAM) e o poli(óxido)etileno (POE).

As poliacrilamidas são largamente utilizadas como flocculantes e são produzidas numa grande variedade de pesos moleculares. A densidade de carga está associada à percentagem dos segmentos do monômero acrílico que carregam a carga. Por exemplo, se o polímero não é carregado ele compreende um número n de segmentos similares do monômero acrílico. A Figura 3.13 representa um polímero homopolímero-poliacrilamida:

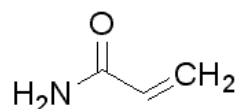


Figura 3.13: Representação do polímero homopolímero-poliacrilamida (amida acrílica)

O poli(óxido)etileno é um polímero neutro, que adsorve-se por meio de pontes de hidrogênio e interações hidrofóbicas (BALTAR, 2010). Comercialmente, pode ser encontrado com diferentes tamanhos de molécula. A fórmula do poli(óxido)etileno é apresentada na Figura 3.14 a seguir:

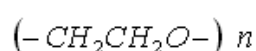


Figura 3.14: Fórmula estrutural do poli(óxido)etileno (BALTAR, 2010)

Os principais polímeros aniônicos são obtidos a partir da copolimerização da acrilamida com o ácido acrílico ou por reações de hidrólise da poliacrilamida. Em solução aquosa, a principal reação química da poliacrilamida é a hidrólise do grupo amida, dando origem à forma ionizada mais solúvel. Na hidrólise, o grupo amida é substituído por um grupo carboxílico, como mostrado na Figura 3.15. Como consequência, a molécula adquire uma carga negativa em meio neutro ou alcalino. A repulsão eletrostática entre os grupamentos ionizados resulta no estiramento da molécula.

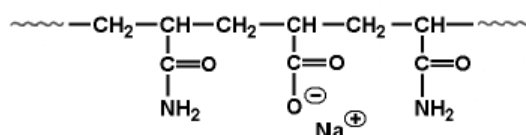
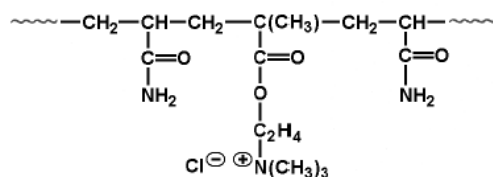


Figura 3.15: Poliacrilamida aniônica (BRANDÃO, 2010)

Os floculantes catiônicos são reagentes que se caracterizam pela presença de monômeros com um átomo de nitrogênio e uma carga positiva. A carga positiva tem origem na protonação ou quaternização do grupo funcional. Em geral, esses floculantes são obtidos a partir da copolimerização da acrilamida com um monômero catiônico (LEWELLYN E AVOTINS, 1988; KRISHNAN E ATTIA, 1988), visto na Figura 3.16.



entretanto, a adsorção simultânea dos grupos funcionais na superfície das partículas, se torna praticamente irreversível.

A adsorção pode também ocorrer por meio de interações hidrofóbicas da cadeia hidrocarbônica do polímero. Isso somente é possível nos casos em que a superfície da partícula é naturalmente hidrofóbica ou foi hidrofobizada.

Quando a superfície mineral e o polímero apresentam cargas contrárias, ocorrem as interações eletrostáticas, que são a principal forma de adsorção dos flocculantes catiônicos (KITCHENER, 1992).

A adsorção pode ainda ocorrer através das ligações químicas entre grupos ativos da molécula do polímero e sítios metálicos disponíveis na superfície do mineral, formando compostos insolúveis por meio de ligações covalentes ou iônicas (ATTIA, 1992).

Finalmente quando a adsorção dos polímeros acarreta a formação de complexos ou quelatos, o mecanismo de adsorção envolvido é o das ligações coordenadas (KRISHNAN E ATTIA, 1988).

3.7.6 Flocculação por reversão

O segundo mecanismo é a flocculação por reversão localizada de carga ocorre quando um polímero com peso molecular médio ou baixo, de carga elétrica oposta à da superfície da partícula, se espalha sobre o sólido, revertendo a carga elétrica da superfície nas regiões de adsorção. Como consequência, a superfície passa a apresentar uma distribuição heterogênea de cargas, com áreas positivas e negativas, fazendo com que a colisão entre áreas com cargas opostas de duas partículas origine a formação do floco (BALTAR, 2010). A Figura 3.18 mostra o processo de reversão localizada de carga.

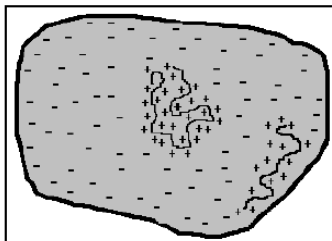


Figura 3.18: Adsorção de um polímero catiônico em uma superfície com excesso de carga negativa, resultando na reversão localizada de carga. (BALTAR, 2010)

Já SHARMA *et. al* (2006) indicam que as áreas de adsorção de polímero podem realmente ter uma carga positiva, devido à alta densidade de carga polímero. O floco é tenaz e resistente à redispersão. Materiais poliméricos inorgânicos também podem adsorver nas superfícies e a floculação apresenta um mecanismo similar. Segundo os autores, o modelo de reversão de cargas aplica-se à floculação utilizando polímeros de baixo peso e densidade de carga elevada.

No caso de predominância do mecanismo de floculação por reversão localizada de carga, existe o contato direto partícula-partícula. Os flocos têm crescimento lento, apresentam formas esféricas e uniformidade de tamanho, sendo pequenos, compactos, rígidos, densos e permeáveis, conforme visto a Figura 3.19. Naturalmente, os dois mecanismos de adsorção discutidos acima podem estar presentes em um mesmo sistema, desde que as condições básicas para a reversão localizada (polímero e partículas com cargas opostas) e formação de pontes (tamanho adequado de partícula, polímero com molécula estendida e elevado peso molecular) sejam satisfeitas. Quando se utilizam poliacrilamidas como floculantes, a adsorção ocorre via ligação de hidrogênio, onde as interações de van de Waals reforçam a adsorção do reagente. (HOGG,2000)

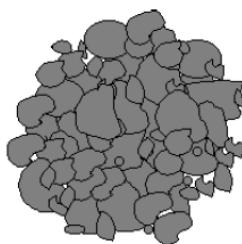


Figura 3.19: Estrutura dos flocos resultante do mecanismo de adsorção do floculante (floco fechado) (BALTAR, 2010)

3.7.7 Floculação por Depleção

Um outro exemplo de floculação é quando as partículas estão imersas em uma solução de um polímero que não adsorva as partículas. Quando as partículas se aproximam, o volume entre elas fica empobrecido em concentração do polímero, que é expulso para

fora desta região. Então, se estabelece um gradiente de concentração entre a região interpartículas e o interior da solução; assim aparece uma pressão osmótica na região. Em consequência, o solvente neste volume entre as partículas tende a se difundir para fora deste volume, para diminuir o gradiente de concentração, isto faz com que as partículas se aproximem e se agreguem. A Figura 3.20 representa uma agregação por depleção.

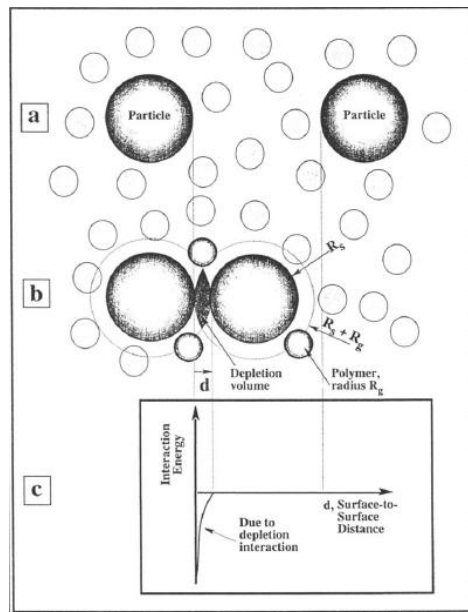


Figura 3.20: Agregação por depleção entre partículas imersas em uma solução de polímero (BRANDÃO,2010).

3.8 Fatores que influenciam a eficiência da floculação

Os fatores que influenciam a eficiência da floculação são:

- escolha apropriada do flocculante;
- forma de aplicação;
- ambiente químico;
- sistema hidrodinâmico;
- estado da molécula;
- tamanho das partículas.

3.8.1 Escolha do floculante

A escolha do floculante deve-se levar em conta sua finalidade. Exemplo: na operação de espessamento o fator mais importante é o tamanho do floco, para a filtração o floco tem que ser compacto com o mínimo de água retida em seu interior. Já nas operações de bombeamento os flocos terão que ser resistentes.

Para se escolher um floculante terá que levar em consideração:

1. Tamanho da cadeia: os polímeros podem ser classificados como baixo: $PM < 10^5$, médio : $10^5 < PM < 10^6$ e alto $PM > 10^6$);
2. Natureza da carga elétrica: positiva, negativa ou neutra;
3. Densidade de carga: um polieletrólito pode ser considerado como de baixa densidade de carga $< 25\%$, média densidade de carga entre 25% e 50% e alta densidade de carga acima de 50% ;
4. Características químicas dos grupos ativos da molécula.

3.8.2 Forma de adição

A adição do floculante por etapas foi sugerida por diversos autores (MOUDGIL E SHAH, 1986; MOSS, 1978) como forma de promover uma melhor distribuição do polímero na suspensão, mostrado na Figura 3.21.

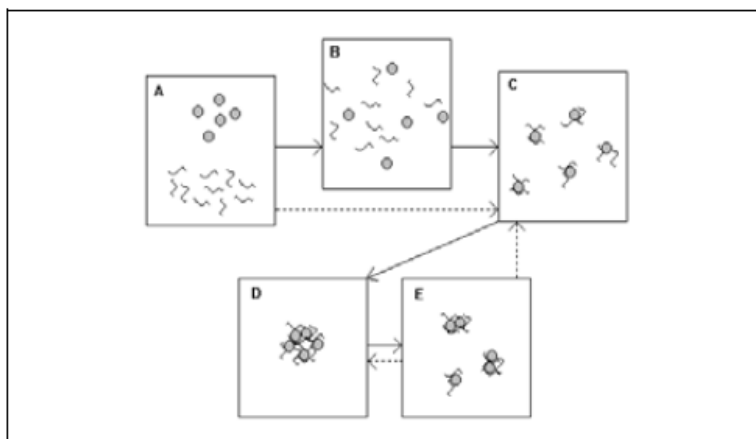


Figura 3.21: Ilustração das etapas observadas com adição de um polímero a uma suspensão (GREGORY, 1988): (A) adição, (B) homogeneização, (C) adsorção, (D) floculação, (E) quebra de floco

Conforme a Figura 3.21, na desestabilização de uma suspensão por ação de um floculante polimérico, vários processos podem ocorrer de forma simultânea (HOGG, 1988; GREGORY, 1992):

- homogeneização do polímero na suspensão;
- adsorção da molécula na superfície do sólido;
- acomodação das moléculas adsorvidas;
- formação e crescimento dos flocos;
- quebra dos flocos.

3.8.3 Ambiente químico

As espécies químicas presentes podem facilitar ou inibir adsorção do polímero na superfície da partícula.

O efeito positivo pode ocorrer quando a pré-adsorção de íons na superfície mineral resulta em sítios atrativos à adsorção do polímero (MICHAELS e MORELOS, 1955; MPOFU *et al.*, 2005) ou quando a pré-adsorção de íons na superfície neutraliza parte da carga elétrica da molécula do polímero de modo a reduzir a repulsão eletrostática com a superfície (KHANGAONKAR e SUBRAMANI, 1993).

O efeito prejudicial pode ser verificado nos casos de competição por sítios disponíveis na superfície do mineral (KITCHENER, 1978; LEE E SOMASUNDARAN, 1991) ou quando as espécies ionizadas de carga contrária interagem com grupos iônicos de polímero provocando a precipitação ou completa desativação do floculante (HENDERSON E WHEATLEY, 1987; PENG e DI, 1994), além do encolhimento da molécula (DAHLGREN, 1994).

3.8.4 Sistemas Hidrodinâmicos

A ocorrência de colisão entre as partículas é um pré requisito para que haja agregação.

O movimento Browniano de partículas coloidais, devido a energia térmica proporciona colisões que podem resultar agregação, mas uma agregação de forma lenta.

Considerando que o número de colisões aumenta com a turbulência, agitação contribui com maior velocidade na formação de flocos. A partir de uma determinada velocidade crítica, as forças de cisalhamento resultantes da agitação promovem quebra do floco formado. A velocidade crítica diminui a medida que o agregado cresce (LA MER e SMELLIE, 1957). Isto significa que o tamanho do floco pode ser controlado pela velocidade de agitação. Para cada sistema de agitação, corresponde um tamanho limite que representa um balanço dinâmico entre o crescimento e a quebra do floco.

3.8.5 Estado de Conservação da Molécula do Polímero

A molécula do polímero sofre degradação e pode perder seu poder floculante. Os fatores externos podem ser responsáveis por esta alteração do polímero (HENDERSON E WHEATLEY, 1987):

- A força de cisalhamento: um sistema com grande agitação as moléculas são esticadas provocando um grande esforço na região central da cadeia que pode resultar na ruptura da molécula. A redução do tamanho da molécula reduz a capacidade de formar pontes.
- A oxidação da molécula: presença de radicais livres provoca oxidação e ruptura das moléculas.
- Envelhecimento da solução: durante seu preparo e consumo da solução as moléculas passam por um processo inicial de espalhamento e posteriormente ruptura.

3.8.6 Tamanho das partículas

A cada tamanho de partícula corresponde um peso molecular mínimo a partir do qual a floculação é possível. O peso molecular mínimo aumenta com o tamanho da partícula.

O tamanho da partícula está relacionado com a quantidade de floculante que deverá ser utilizado: maior dosagem de floculante para partículas ultrafinas (área superficial específica alta).

A tendência à predominância da floculação por pontes aumenta com a diminuição do tamanho das partículas devido a menor quantidade de sítios disponíveis por partícula, para a interação com a molécula do floculante.

3.9 Preparação de uma Pasta Mineral

3.9.1 Distribuição granulométrica da amostra mineral

A análise do tamanho de partícula através da difração de laser baseia-se nas teorias de Fraunhofer e Mie. A difração da luz faz parte de um conjunto de técnicas, onde as partículas são dispersas num fluído em movimento. As partículas de pó causam descontinuidades no fluxo do fluído, que são detectadas por uma luz incidente, e correlacionadas com o tamanho de partícula. Ao atingir uma quantidade de partículas, a luz incidente sofre uma interação segundo quatro diferentes fenômenos (difração, refração, reflexão e absorção) (HILDEBRAND, 1999) formando um invólucro tridimensional de luz, como pode ser vista na Figura 3.22. O formato e o tamanho deste invólucro é afetado pelo índice de refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz e pelo tamanho e formato da partícula. Detectores estrategicamente posicionados medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada. O sinal dos detectores é então convertido para a distribuição de tamanho de partícula através de algoritmos matemáticos (AUen, 1997).

O conceito fundamental desta técnica é a teoria de espalhamento Mie que apresenta uma solução matemática para o espalhamento de luz incidente sobre partículas esféricas (Pohl, 1998) e pode ser aplicada para partículas com diferentes formatos e razões de aspecto. Para a sua aplicação, porém, é necessário um conhecimento prévio dos índices de refração do material que está sendo analisado e do meio em que ele se encontra.

Nos casos em que as partículas são opacas e maiores que o comprimento de onda da luz, pode ser usada a aproximação de Fraunhofer (também chamada de teoria de difração de Fraunhofer). O tamanho de partícula altera a intensidade e o ângulo do feixe de luz espalhado. Com a utilização de luz monocromática (coerente), ou seja, laser, o ângulo de espalhamento é inversamente proporcional ao diâmetro da partícula (assume-se a forma esférica). O menor tamanho de partícula passível de detecção deve ser pelo menos duas vezes o comprimento de onda do laser. A limitação do tamanho máximo surge do fato de que o ângulo do feixe difratado se torna muito próximo daquele de um feixe não espalhado. A faixa típica de trabalho vai de 0,1/1 a 200/300 μm , porém o seu uso é mais difundido para partículas maiores que 1 μm ou 2 μm (Jillavenkatesa et al., 2001).

Através do envio de luz monocromática através da amostra, partículas difratam a luz, tal como ilustrado na Figura 3.22. O interação da luz com uma única partícula resulta em um ângulo específico, dependendo do espectro de luz.

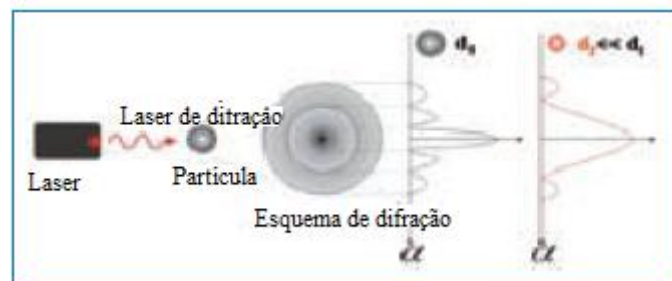


Figura 3.22: Princípio da difração a laser

O padrão de difração a laser depende comprimento de onda, tamanhos de partículas e a óptica propriedades da amostra. A localização de mínimos e máximos é causada por interferência. Diferentes diâmetros de partículas resultar em padrões de difração específicos, como pode ser visto na Figura 3.23.

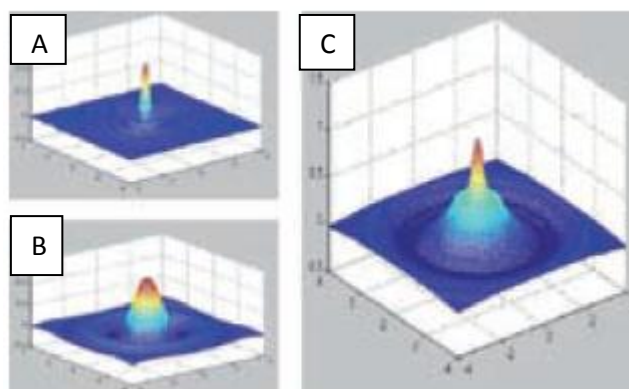


Figura 3.23 : Padrões de difração : grande (A), menor (B) e da sobreposição de dois espectros (C)

A distribuição de tamanhos da amostra através do método de difração é a técnica realizada pelo granulômetro Quantachrome, modelo Cilàs 1064 na ausência de solução dispersante, embora o sistema de hastes e ultrassom tenham sido mantidos ligados durante toda a análise, garantindo a dispersão das partículas. A Figura 3.24 representa o modelo Cilàs 064.

Cilàs 1064 integra 2 fontes de laser sequenciados posicionada a 0° e 45° que produz um padrão de difração analisadas num detector de silício de 64 canais, como pode ser visto na Figura 3.25. Através do software , a curva de distribuição é representada em uma faixa granulométrica de 0,04 a $500\mu\text{m}$.

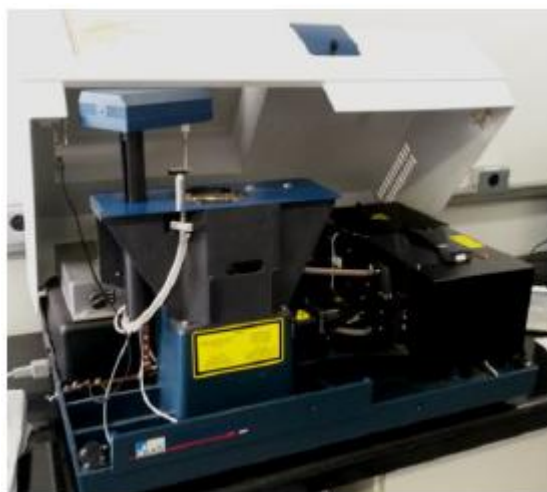


Figura 3.24 : Granulômetro Cilàs 1064

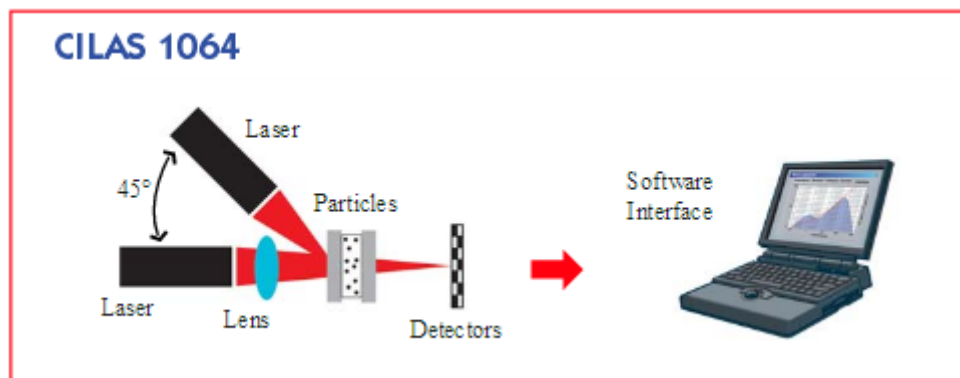


Figura 3.25 : Princípio de funcionamento do Granulômetro Cilàs 1064

Os equipamentos com sensor de difração laser são aplicadas para medição de partículas de $0,1\mu\text{m}$, à $8750\mu\text{m}$, com rapidez e alta precisão, possibilitando uma análise de alta qualidade . Na Figura 3.26 representa um granulômetro de difração laser (Sympatec).



Figura 3.26: Granulômetro Sympatec de Laboratório (www.extronex.com).

A ótica de alta precisão é utilizada para a projeção dos padrões de difração na superfície de um detector composto - *Helos*, que é controlado por um sistema único auto- focal. Existem 7 intervalos de medição que podem ser utilizados isoladamente ou adicionados, dependendo do tamanho das partículas a serem analisadas.

O *Helos*, combinado com o sistema de dispersão *Rodos* que se aplica a amostras secas, possibilita a análise de amostra desde poucos mg até 100g, em poucos segundos.

O princípio de funcionamento deste aparelho é baseado na emissão de feixes de raio laser sobre as partículas da amostra. A emissão de dois raios, com ângulos de incidência diferentes se chocam com as partículas da amostra. Estes raios sofrem desvios e incidem sobre um conjunto de placas detectoras. Sabendo-se que o ângulo da luz refratada é

inversamente proporcional ao tamanho da partícula, logo pequenas partículas terão desvios maiores em comparação às partículas maiores que, por sua vez desviará os raios de laser com menor angulosidade. O esquema de funcionamento do granulômetro de difração laser está representado na Figura 3.26.

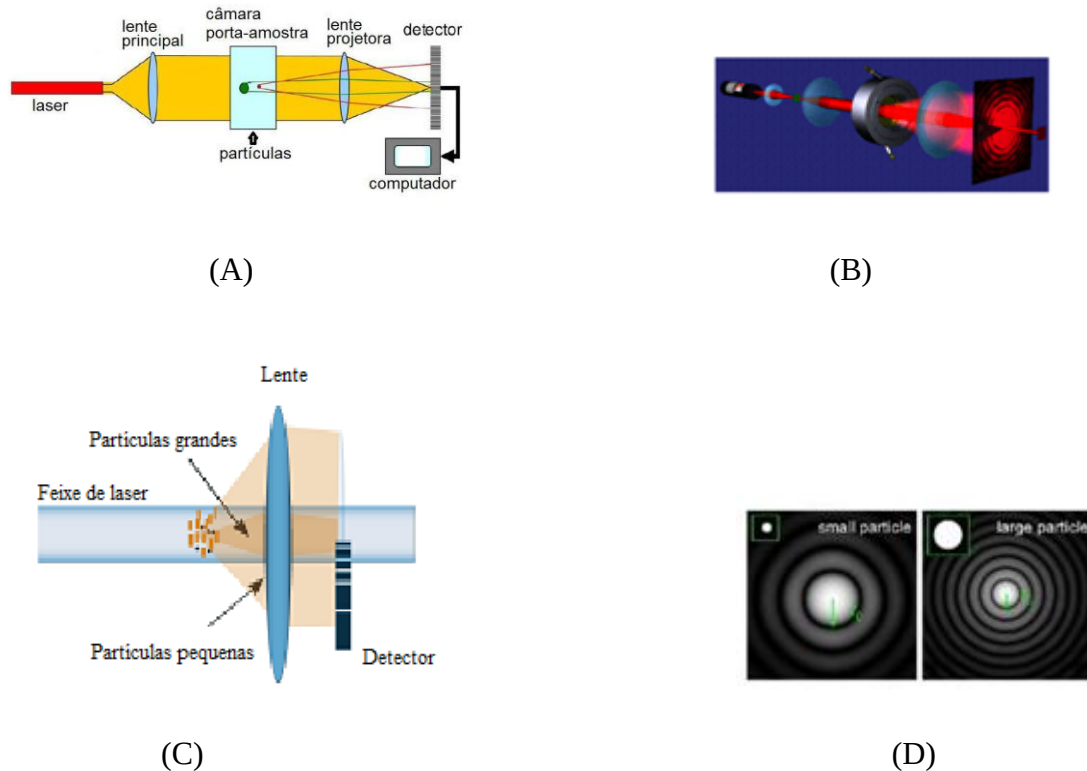


Figura 3.27: Esquema de funcionamento do granulômetro de difração laser (Sympatec): (A) Esquema de funcionamento (B) Difração de luz (laser) (C) Espalhamento de laser por partículas de diâmetros diferentes (D) Franjas de difração de partículas pequenas e grandes.

3.9.2 Características de sedimentação contínua

Nos processos de separação sólido/líquido, o componente líquido sempre se encontra em fase contínua enquanto que o componente sólido pode estar em forma dispersa ou contínua. Em uma suspensão que alimenta um espessador, o sólido está em forma dispersa na etapa de sedimentação, mas se comporta como fase contínua na etapa de consolidação (BARREDA, 2012).

A operação de sedimentação se baseia no fenômeno de transporte da partícula para o fundo de um equipamento, onde a partícula sólida em suspensão sofre ação das forças: gravidade, empuxo e resistência ao movimento (BENVINDO *et al.* 2002).

Espessamento é a separação de uma suspensão de sólido para obter uma fase mais densa e uma fase líquida clarificada. A função desempenhada pelos espessadores é a de receber uma polpa diluída e gerar um produto (*underflow*) que exibe maior concentração de sólidos que a alimentação. Um segundo produto, (*overflow*), exibe concentração de sólidos bem menor que aquela apresentada pela alimentação.

Baseado nos conceitos de sedimentação e nas características que influenciam o processo são descritos três regimes de sedimentação, apresentados por autores como (FITCH 1966; MICHAELS e BOLGER 1962; PERRY, 1999), entre outros, como sendo regimes de clarificação, sedimentação por zona e compressão.

O regime de clarificação se localiza acima da zona de alimentação que pode ser observada pela Figura 3.28 e é caracterizada por uma região de menor concentração de sólidos no espessador. As partículas estão distantes uma das outras e podem sedimentar praticamente sem interferências mútuas. Se uma partícula maior afunda mais rapidamente e colide com outra partícula, e se há tendência para formação de flocos, as duas se agregam e passam a sedimentar com velocidade ainda maior. Se não há essa tendência, após a colisão as duas partículas continuam seu movimento individual, sem interferência mútua, cada uma com sua velocidade própria (CHAVES, 2004).

Na zona de alimentação também chamada de zona de sedimentação livre, os sólidos são admitidos no equipamento e começam a sedimentar em regime aleatório e concentração local baixa faz com que os sólidos tenham uma movimentação livre.

A zona crítica é caracterizada por uma região em que os sólidos se encontram com diâmetros variados e o contato entre eles passa a ser mais intenso. Chega-se a uma situação em que elas formam uma estrutura plástica que sedimenta em conjunto e aprisiona as partículas que estavam num nível inferior dentro da polpa, obrigando-as a sedimentar juntas, com a mesma velocidade. As partículas agregadas (coaguladas ou floculadas) sedimentam juntas permitindo que a água assuma um movimento ascendente entre elas. É conhecida como zona de transição.

A zona de compressão se localiza no fundo do equipamento e os sólidos passam a ser espessados pelo próprio peso das partículas que se comprimem mutuamente. Nesta zona ocorre também uma eliminação de água da lama e uma melhor compactação da mesma.

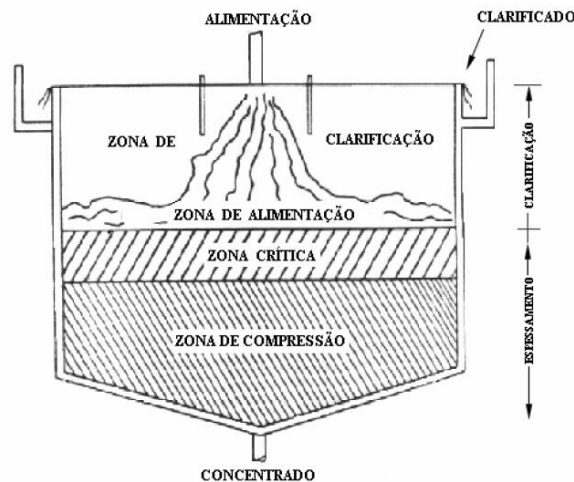


Figura 3.28: Regime de sedimentação ideal (MCKETTA, 1993)

3.9.3 Características de sedimentação descontínua

Suspensões concentradas apresentam características de sedimentação bem diferentes das observadas na sedimentação de uma partícula isolada. O efeito da concentração origina o fenômeno da sedimentação impedida, fazendo com que a taxa de sedimentação deixe de ser constante para se tornar decrescente.

A avaliação das características de sedimentação de polpas pode ser realizada através de teste em laboratório, com auxílio de provetas. O teste baseia-se no deslocamento da interface superior da suspensão com o tempo, conforme ilustra a Figura 3.29.

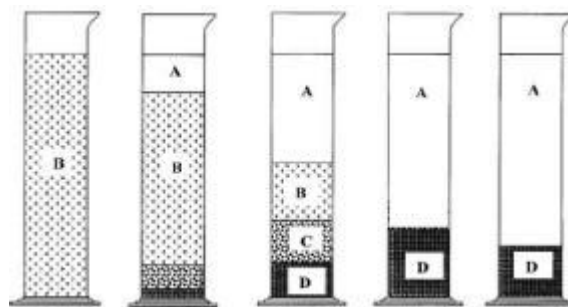


Figura 3.29: Zonas durante um experimento de sedimentação em proveta

Na Figura 3.29 , podem-se identificar quatro zonas distintas:

A – Líquido clarificado; B – Suspensão com concentração uniforme, igual à inicial; C – Zona de transição e concentração não uniforme, aumentando de cima para baixo; D – Zona de compressão, que aumenta com o passar do tempo;

No início do teste, a suspensão apresenta-se homogênea e a concentração de sólidos é constante em todos os pontos da proveta. Em seguida, as partículas maiores começam a sedimentar formando uma fina camada de sólidos no fundo da proveta, na região de compactação. Assim, esta região é formada por partículas sólidas mais pesadas e com maior velocidade de sedimentação. A sedimentação das partículas mais finas ocorre mais lentamente, sem interação entre elas, em uma região intermediária, de sedimentação livre, com concentração de sólidos constante. Na medida em que os sólidos começam a sedimentar, inicia-se a formação de uma região de líquido clarificado, isenta de sólidos.

No decorrer do teste, são observadas variações na altura das regiões. As regiões de líquido clarificado e de compactação tornam-se maiores devido ao desaparecimento da região de sedimentação livre. Em determinado momento, na fase final do teste, passam a existir apenas a região de compactação e a região de líquido clarificado. A partir desse ponto, o processo de sedimentação consiste em uma compressão lenta dos sólidos, que expulsa o líquido existente entre as partículas para a região de líquido clarificado. A expulsão do líquido promove a acomodação das partículas sólidas, que pode ser observado por meio de uma pequena variação na altura da região de compactação (LUZ *et al*, 2004).

A partir dos dados de altura da interface obtidos em função do tempo de teste, são traçadas curvas de sedimentação, como esquematizado na Figura 3.30, para obtenção de parâmetros como velocidade inicial de sedimentação, altura do ponto de compressão.

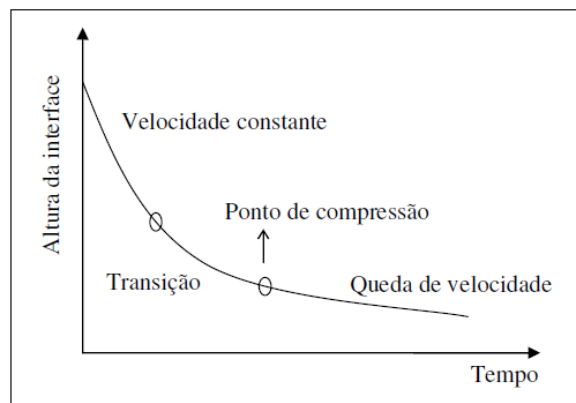


Figura 3.30: Curva de sedimentação.

As curvas de sedimentação apresentam, em geral, três seções: seção de velocidade constante, seção de transição e seção de queda de velocidade (compressão). Para determinação da velocidade de sedimentação, através do cálculo da inclinação da curva, considera-se somente a primeira seção, onde esta é constante. As informações obtidas através da identificação dos limites entre as seções são utilizadas para dimensionamento de espessadores (VALADÃO, 2011).

3.9.4 Características reológicas das polpas minerais

A reologia pode ser definida como uma ciência da mecânica de fluidos que estuda as propriedades físicas que influenciam o transporte de quantidade de movimento num fluido.

Isaac Newton, em 1687, definiu a viscosidade de um fluido como a resistência ao deslizamento de suas moléculas devido à fricção interna e, quanto maior o grau de fricção interna de um fluido, maior é a sua viscosidade. Em sua abordagem matemática, Newton utilizou o modelo de duas placas de áreas A , separadas por uma distância h , movimentadas através da aplicação de uma força F , como mostra a Figura 3.31. De acordo com esse modelo, a força requerida por unidade de área (F/A) para manter uma diferença de velocidade entre as placas (dv/dx) é diretamente proporcional ao gradiente de velocidade através do líquido. Assim, o coeficiente de proporcionalidade é igual à viscosidade (η), conforme mostrado na equação 3.8. A força por unidade de área é conhecida como tensão de cisalhamento (σ) e o gradiente de velocidade é conhecido como taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) (BARNES *et al.*, 1989).

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{dv}{dx} \quad (3.8)$$

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (3.9)$$

Substituindo (F/A) por (s) e (dv/dx) por $(\dot{\gamma})$, tem-se a equação de Newton, equação 3.9 para a viscosidade de um fluido.

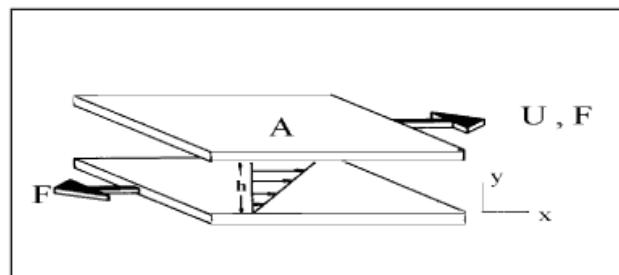


Figura 3.31: Modelo de placas paralelas utilizadas por Newton para explicar a viscosidade de um fluido (BARNES, 1989).

Para se compreender o efeito da adição de uma partícula sobre a viscosidade de um líquido, imagine a presença de um sólido esférico entre as laminas paralelas de fluido do modelo de Newton na Figura 3.25. A partícula introduzida entre os planos externos do modelo atua como uma barreira ao escoamento do líquido ao seu redor, que deixa de se deslocar através de lâminas paralelas e passa a formar linhas de fluxo curvadas que contornam a partícula como observado na Figura 3.32. Considerando-se que a viscosidade é uma medida da resistência que o fluido oferece ao escoamento, logo a dificuldade imposta pelas partículas ao fluxo do líquido ao seu redor aumenta a viscosidade do fluido.

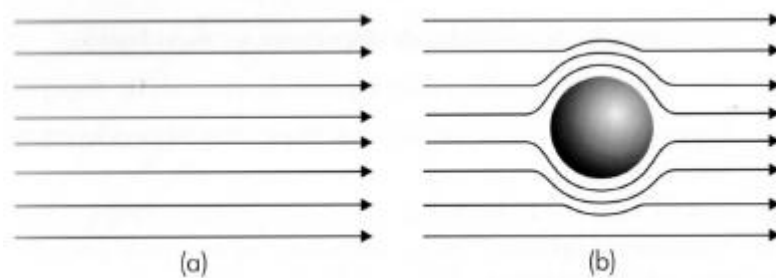


Figura 3.32: Desenho esquemático indicando o efeito da presença de uma partícula esférica sobre as linhas de fluxo de um fluido submetido ao cisalhamento: fluido (a) isento (b) contendo partícula

3.9.4.1 Classificação reológica dos fluidos

3.9.4.1.1 Fluidos newtonianos

Esses fluidos apresentam uma relação linear entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento, como mostra a equação de Newton, equação 3.9, ou seja, a viscosidade mantém-se constante com a variação na taxa de cisalhamento. Como exemplos de fluidos newtonianos, podem-se citar os óleos e soluções de polímeros.

3.9.4.1.2 Fluidos não newtonianos

Ao contrário dos fluidos newtonianos, os fluidos não newtonianos não apresentam uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento, isto é, os valores da viscosidade mudarão com a variação nos valores da taxa de cisalhamento. Esses valores de viscosidade são considerados como viscosidade aparente, podendo aumentar ou diminuir, de acordo com as características de cada fluido.

Uma maneira de se expressar a viscosidade que possibilita comparar suspensões formadas a partir de diferentes tipos de meio líquido é através da viscosidade relativa: (η_R), que corresponde a razão entre a viscosidade da suspensão e a viscosidade do meio (η / η_0).

O comportamento pseudoplástico é verificado quando a viscosidade aparente ($\sigma / \dot{\gamma}$) do fluido diminui com o aumento da taxa e/ou da tensão de cisalhamento, conforme a Figura 3.33. Como exemplo, têm-se alguns tipos de emulsões e vários tipos de suspensões.

Este tipo de comportamento pseudoplástico pode ser causado por diversos fatores, dentre os quais as podem ser citados:

- características físicas das partículas: área superficial (partículas de elevada área superficial são mais susceptíveis aos fenômenos de superfície, que podem causar agregação entre as partículas), formato (partículas assimétricas presentes na

suspensão podem causar orientação preferencial com a magnitude do cisalhamento aplicado) e dimensões;

- tipo de interação entre as partículas: atração e repulsão;
- concentração;
- peso molecular;
- conformação de moléculas de dispersantes presentes no meio líquido.

A principal causa do fenômeno da pseudoplasticidade é a presença de agregados na suspensão, originados pelas forças atrativas entre as partículas (PANDOLFELLI *et.al.*, 2000).

A equação 3.10 descreve estado reológico mais utilizado para descrever o comportamento pseudoplástico das suspensões e é dada pela lei de potência (PANDOLFELLI *et.al.*; 2000):

$$\sigma = k \left(\dot{\gamma} \right)^n \quad (3.10)$$

onde:

k = constante

n= índice de comportamento do fluido, que para o caso de suspensões pseudoplásticas, é menor do que 1.

O comportamento dilatante é caracterizado por um aumento da viscosidade aparente do fluido à medida que se eleva a taxa e/ou a tensão de cisalhamento, como visto na Figura 3.27 b. Esse comportamento é característico de suspensões com alta percentagem de sólido (PANDOLFELLI *et.al.*,2000). Para que haja escoamento nesta situação é necessário que o meio líquido flua dos estreitos canais entre as partículas. De acordo com SHAW (1992), esse comportamento está relacionado à quebra do empacotamento formado por essas partículas e, como o sistema possui uma alta concentração de sólido, o líquido presente não é suficiente para preencher todos os vazios. Na equação 3.10, os valores de n devem ser superiores a um (PANDOLFELLI *et.al.*, 2000).

Outros tipos de fluidos não-newtonianos são os fluidos plásticos. Esses fluidos necessitam de uma tensão finita, conhecida como tensão de escoamento ou "yield stress", para que ocorra movimento das partículas, como visto na Figura 3.27 b. Esse tipo de comportamento é característico de suspensões pseudo-homogêneas de partículas finas ou ultrafinas. Segundo NGUYEN E BOGER (1992), o valor da tensão de escoamento denota a transição entre o comportamento de um sólido e um líquido. Uma das principais aplicações desse parâmetro tem sido no projeto e monitoramento do transporte de suspensões através de bombeamento, onde se deseja um valor da tensão de escoamento que possibilite o transporte de suspensões sem a ocorrência de sedimentação de partículas e, em caso de uma eventual parada do sistema, não ocorra a sedimentação imediata das partículas.

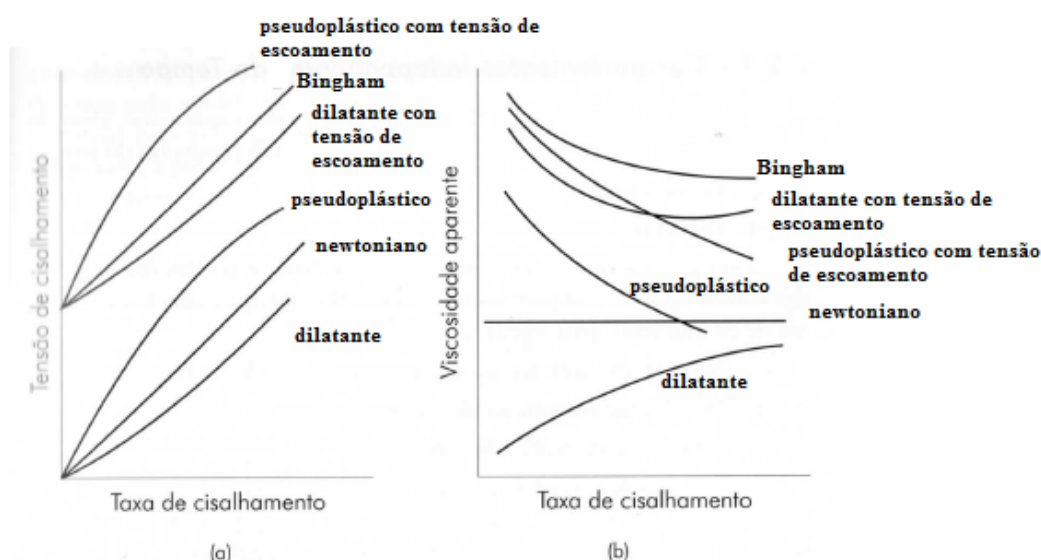


Figura 3.33: Classificação do comportamento reológico de diferentes tipos de suspensões (PANDOLFELLI et.al.; 2000)

3.9.4.1.3 Fluidos com comportamentos reológicos dependentes do tempo

Em relação à mudança da viscosidade com o tempo, existem dois tipos de fluidos, o tixotrópico e o reopético. Os fluidos tixotrópicos apresentam uma diminuição da viscosidade com o tempo, quando submetidos a uma taxa de cisalhamento constante. Já os fluidos considerados reopéticos apresentam um aumento da viscosidade com o

tempo. No processamento mineral, esse tipo de comportamento, nas suspensões, é bastante inconveniente, devido às constantes mudanças na viscosidade.

3.9.5 Teste de Abatimento ("slump")

Verifica-se do trabalho de CLAYTON, GRICE E BOGER (2003), que o teste de abatimento ("slump") foi originalmente idealizado para medir a consistência ou plasticidade de misturas de concreto, sendo normalizado pela norma ASTM a partir de 1998. A Figura 3.34 mostra uma representação esquemática do teste de "slump". Neste teste, o cone é preenchido com concreto até completar todo seu volume, sendo retirado verticalmente, e verificando-se a diferença entre a altura original e a final, que é chamada de altura de "slump" ou altura de abatimento.

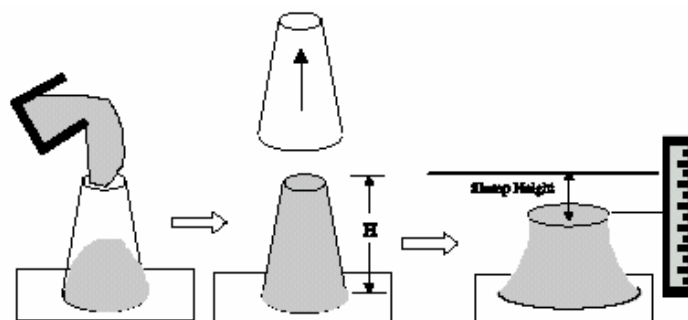


Figura 3.34: Representação esquemática do teste de cone "slump". (CLAYTON *et al.*, 2003).

O teste de "slump" tem sido utilizado para avaliar a consistência de fluidos inelásticos, incluindo-se suspensões de rejeitos minerais.

A altura de "slump" é utilizada como parâmetro de controle, para avaliação da consistência de uma pasta. Esta altura é dependente tanto da tensão de escoamento quanto da densidade do material. No contexto mineiro, estes fatores poderiam variar com as mudanças na origem do minério ou mudanças em seu processamento. Como resultado, a utilização da altura de "slump" como o único parâmetro para avaliação da consistência para o sistema de disposição de rejeitos pode não ser suficiente.

Uma superfície cilíndrica pode ser utilizada de forma alternativa ao cone. A Tabela III.3 mostra alguns tamanhos de cilindro utilizado por CLAYTON *et al.* (2003) e HERNANDEZ (2005).

Tabela III.3: Dimensões e material de construção de cinco cilindros para teste de "slump" de laboratório, utilizados nos experimentos de CLAYTON *et al.* (2003) e HERNANDEZ *et al.* (2005).

Cilindro	Altura, H (mm)	Diâmetro, D (mm)	Material de construção
1	75	75	PVC
2	102	102	PVC
3	120	120	Perspex
4	200	200	Lâmina metálica
5	100	100	PVC

Para aplicações industriais, o teste do cilindro tem várias vantagens sobre o teste de cone "slump", algumas delas são as seguintes:

- determinação mais precisa da tensão de escoamento, com respeito à simetria do cone;
- o modelo cilíndrico, é matematicamente mais fácil para o desenvolvimento de modelos;
- maior facilidade para o enchimento com menor quantidade de bolhas de ar que podem afetar os resultados;
- a forma do material que passou pelo teste de "slump" é mais consistente, especialmente para valores elevados de tensão de escoamento;
- as medições do teste de cilindro podem ser completadas usando uma seção do tubo, enquanto as medições de cone só podem ser feitas com um cone manufaturado com um maior número de especificações .

Na indústria mineral, o teste de "slump" encontra uma importante aplicação para avaliação de materiais para "pastefill".

Segundo JUNG *et al.* (2002), utilizando testes de "slump" de acordo a norma ASTM C143, foram encontradas correlações consistentes entre os valores da altura de "slump" e os conteúdos de água das misturas ou pastas estudadas. Isto foi muito útil para

estabelecer uma apropriada consistência da mistura com cimento, já que um adequado conteúdo de água foi compatível com os critérios de projetos existentes.

As medidas de altura de slump de 13,34cm (5,25") – 14,61cm (5,75") mostraram que o conteúdo de água em massa estava na faixa de 21 a 22%. A Figura 3.35 mostra as alturas de "slump" para os conteúdos de água que foram estudados. O tipo de material utilizado nesse caso, não é especificado pelos autores no artigo original.

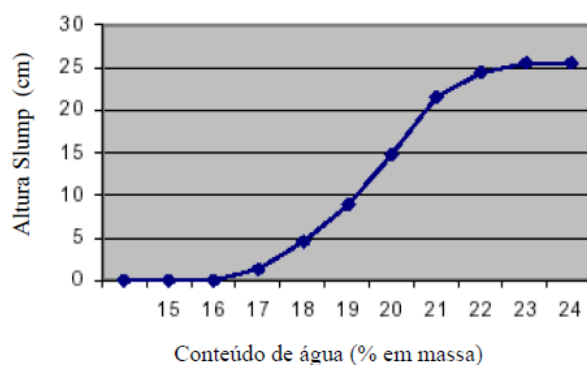


Figura 3.35: Gráfico altura de "slump" em função do conteúdo de água ou umidade da pasta. (JUNG *et al.*, 2002)

3.9.6 Medições de viscosidade e tensão de escoamento

Os reômetros e viscosímetros foram desenvolvidos para a determinação da viscosidade e demais propriedades reológicas dos materiais.

A viscosidade é medida em viscosímetros, os quais podem ser classificados em dois grupos: primário e secundário. No grupo primário estão os instrumentos que realizam medidas diretas da tensão e da taxa de deformação do fluido. Instrumentos com diversos arranjos podem ser concebidos para este fim: entre eles há o de placa, o de placa e cone e o de cilindro, todos eles visando a reprodução do escoamento entre placas planas paralelas visto na Figura 3.31. Os respectivos esquemas estão mostrados na Figura 3.36. Os símbolos mostrados na Figura 3.36 indicam:

- μ é denominada de viscosidade dinâmica (unidade [Pa.s] ou [kg/s/m]);
- Ω refere-se a rotação aplicada nos rotores;
- T ao torque medido, que resulta da tensão oriunda da deformação do fluido;

- B refere-se a espessura do viscosímetro;
- R refere-se ao raio do viscosímetro;
- α refere-se o angulo entre a placa e o cone;
- R_1 refere-se o raio externo do cilindro e R_0 refere-se ao raio interno do cilindro.

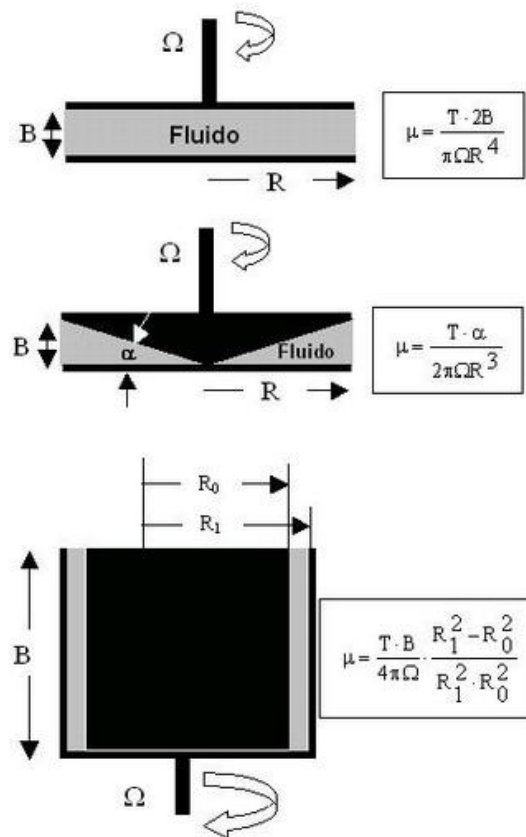


Figura 3.36: Esquema de viscosímetros primários: placa, placa e cone, cilindro (BRANDÃO, 2010).

A Figura 3.37 mostra um viscosímetro Brookfield e seus vários "spindles" (junto à base, à direita na figura), cada um apropriado para medir a viscosidade de fluidos em uma faixa específica: os de menor diâmetro, as maiores viscosidades; os de maior diâmetro, as menores viscosidades.



Figura 3.37: Viscosímetro Brookfield

Os viscosímetros do grupo secundário inferem a razão entre a tensão aplicada e a taxa de deformação por meios indiretos, isto é, sem medir a tensão e deformação diretamente. Nesta categoria pode-se citar o viscosímetro capilar onde a viscosidade é obtida por meio da medida do gradiente de pressão.

A viscosidade do material pode ser calculada como a razão entre a tensão e a taxa de cisalhamento. Nos reômetros rotacionais, a taxa e a tensão de cisalhamento são, respectivamente, relacionadas à velocidade de rotação e ao torque, que são as grandezas determinadas ou controladas pelo equipamento.

A avaliação da tensão de escoamento mediante o método do “vane” (pás), mostrou ser adequada quando comparada com métodos reológicos mais convencionais (NGUYEN e BORGER, 1992).

O rotor “vane” é utilizada para obter propriedades reológicas de fluidos não-newtonianos, principalmente de suspensões concentradas. Esta geometria evita o deslizamento das partículas nas paredes e a sedimentação durante a realização dos ensaios. A introdução desta geometria na suspensão não causa nenhuma perturbação significativa na amostra (BARNES E NGUYEN, 2001). O rotor vane consiste de duas a oito lâminas finas, retangulares, soldadas a um eixo cilíndrico. O ângulo entre as lâminas está compreendido entre 45 e 180°. A Figura 3.38a mostra esquematicamente o

rotor “Vane” com quatro lâminas (TURIAN *et al.*; 1997) e na Figura 3.38b a fotografia de um outro rotor “vane” com duas lâminas.

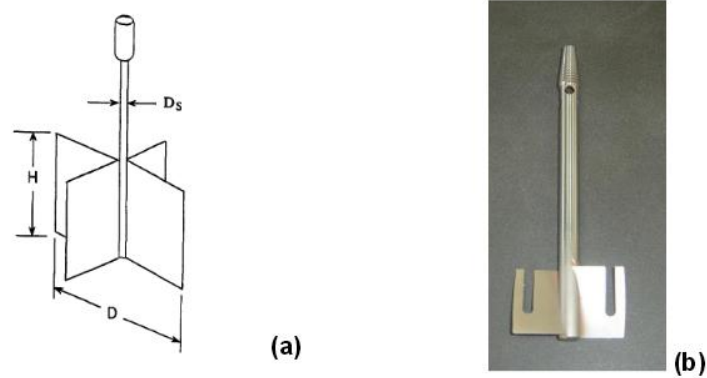


Figura 3.38: Desenho esquemático do rotor vane: (a), com quatro lâminas (TURIAN *et al.*, 1997) e, em (b), com duas lâminas.

Os ensaios reológicos que utilizam o rotor “vane” são realizados da seguinte forma: introduz-se, suavemente, o rotor no recipiente até que as lâminas fiquem totalmente cobertas pela amostra. As lâminas são movimentadas lentamente, com uma rotação constante, e o torque requerido para manter o movimento constante da lâmina é obtido em função do tempo (ou do ângulo de rotação) (DZUY E BOGER, 1983).

Os valores de torque podem ser convertidos em tensão de cisalhamento por meio das Equações 3.10 e 3.11. A tensão de escoamento será o valor máximo da tensão de cisalhamento obtida em baixas rotações (DZUY E BORGES, 1983; LIDDELL E BOGER, 1996; KELLESSIDIS E MAGLIONE, 2008).

$$\sigma = \frac{T_M}{K} \quad (3.10)$$

$$K = \frac{\pi D^3}{2} \left(\frac{H}{D} + \frac{1}{3} \right) \quad (3.11)$$

onde:

T_M = torque medido

D = diâmetro do rotor “vane”

H = altura do rotor “vane”

3.10 Metodologia de disposição de rejeitos

As atividades mineradoras geram uma grande quantidade de resíduos sólidos, dos quais os mais importantes em termos de volumes são gerados pelas atividades de extração de minérios (estéril) e pelas usinas de beneficiamento (rejeitos).

Os rejeitos são partículas sólidas, sem valor econômico, resultantes de um processo de beneficiamento mineral. A granulometria dos rejeitos varia em função do tipo de minério. Os rejeitos são transportados para os locais de disposição em tubulações, por gravidade ou por bombeamento, com grande quantidade de água.

A disposição dos rejeitos pode ser feita a céu aberto ou de forma subterrânea. A disposição subterrânea é feita em câmaras que restam depois da extração do minério, onde os rejeitos são bombeados na maioria dos casos e depositados preenchendo essas câmaras. A disposição a céu aberto que é a mais comum pode ser feita em pilhas controladas ou em estruturas de contenção localizadas em bacias ou vales.

O comportamento do rejeito depende, dentre outros fatores, do teor da umidade, do estado de tensão em que está submetido e da composição mineralógica. As propriedades de resistência, compressibilidade e condutividade hidráulica são importantes na análise de recalques e na determinação da capacidade de armazenamento do depósito.

Segundo VICK (1983), a estrutura de contenção é construída levantando-se inicialmente um dique de partida com solo de empréstimo, o qual deve ter uma capacidade de retenção de rejeitos para dois ou três anos de operação da lavra. Os estágios posteriores podem ser construídos também com material de empréstimo, com estéreis por disposição hidráulica de rejeitos ou por ciclonagem dos mesmos rejeitos. Na ciclonagem realizada com hidrociclones há separação granulométrica do material.

Os alteamentos podem assumir diferentes configurações, cada uma com suas características, especificações, vantagens e desvantagens. Os métodos de alteamentos são classificados em três classes: método de montante, método de jusante e método de linha de centro. Os nomes referem-se a direção em que o alteamento são feitos em relação ao dique inicial.

3.10.1 Método Montante

Inicialmente é construído o dique de partida e nos alteamentos o eixo da barragem se desloca para montante, observado na Figura 3.39 .

A polpa é descarregada ao longo do perímetro da crista do dique formando uma praia. Como os rejeitos tem uma distribuição granulométrica ampla, as partículas mais grossas e mais pesadas sedimentam mais rapidamente, ficando nas zonas perto do dique, e as partículas menores e menos densas ficam em suspensão e são transportadas para as zonas internas da bacia de sedimentação. A descarga pode ser feita com ciclones ou com uma sequencia de tubulações menores perpendiculares a tubulação principal chamados "spigots" que permite melhor uniformidade na formação da praia.

Nas etapas posteriores são construídos diques em todo o perímetro da bacia. O tamanho dos diques nos alteamentos é uma variável que depende das necessidades operacionais da mina. O dique principal é geralmente maior que os diques das etapas seguintes.

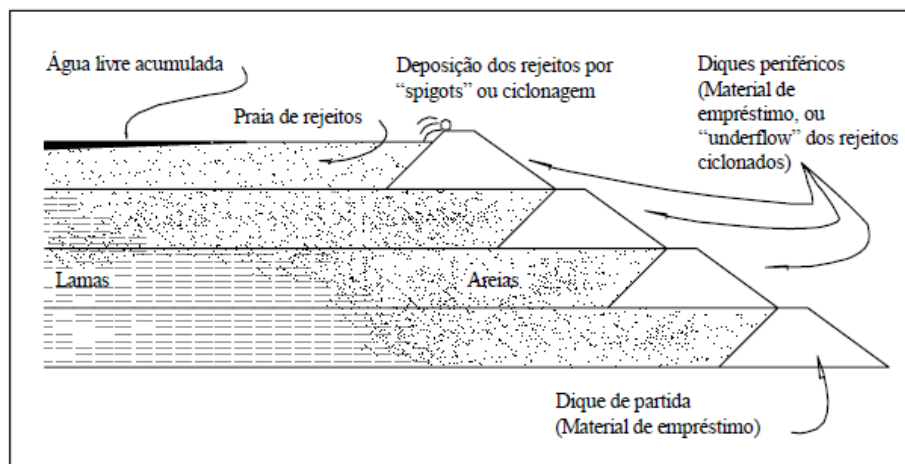


Figura 3.39: Método de montante (VICK,1983)

3.10.2 Método de Jusante

Este método é assim chamado porque nos alteamentos o eixo da barragem se desloca para jusante como pode ser visto na Figura 3.40. É construído um dique inicial impermeável, o qual deve ter uma drenagem interna composta por filtro inclinado e tapete drenante. O talude interno da barragem ou talude da montante nos alteamentos é impermeabilizado. A drenagem interna e a impermeabilização do talude de montante não são obrigatória se rejeitos possuem características de alta permeabilidade e ângulo de atrito elevado.

Neste método os rejeitos são ciclonados e o underflow é lançado no talude da jusante. Somente são utilizados os rejeitos grossos nos alteamentos, os quais são compactados quando as características de umidade da zona o permitam. Pode ser utilizado no alteamento material de empréstimo ou estéril proveniente da lavra.

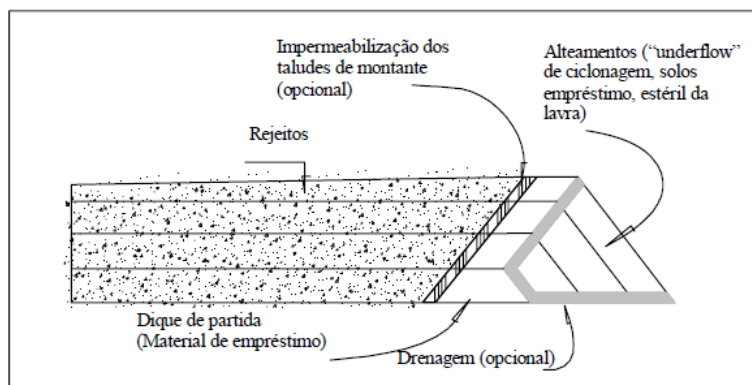


Figura 3.40: Método a jusante (VICK,1983)

3.10.3 Método de Linha de Centro

O método da linha de centro, chamado assim porque o eixo da barragem é mantido na mesma posição enquanto ela é elevada, é uma solução intermediária entre o método de montante e o de jusante (inclusive em termos de custo), embora seu comportamento estrutural se aproxime do método de jusante. Na Figura 3.41 apresenta-se o método da linha de centro. Inicialmente é construído um dique de partida e o rejeito é lançado perifericamente da crista do dique até formar uma praia. O alteamento subsequente é formado lançando materiais de empréstimo, estéril da mina ou "underflow" de ciclones,

sobre o limite da praia anterior e no talude de jusante do maciço de partida, mantendo o eixo coincidente com o eixo do dique de partida.

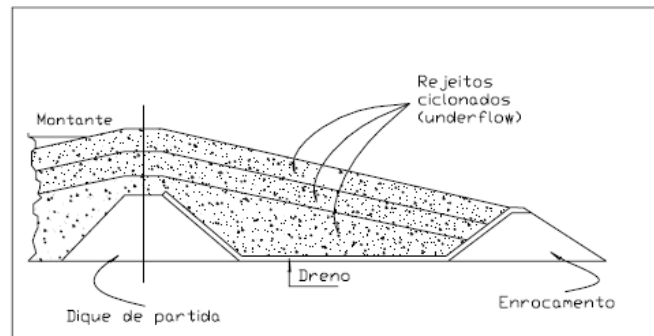


Figura 3.41: Método de linha de centro (NIEBLE, 1976)

4. METODOLOGIA

4.1 Amostra mineral

Foram utilizadas amostras minerais que correspondem a lamas de fosfato provenientes da usina de beneficiamento Valefétil.

4.2 Caracterização da amostra mineral

Para o caso da caracterização da amostra estudada, foram utilizadas técnicas e equipamentos que são apresentados na Tabela IV.1.

Tabela IV.1: Técnicas e equipamentos utilizados na determinação da caracterização da amostra.

Propriedade	Técnica utilizada	Equipamento(s) requerido(s)
Composição química	- Fluorescência de raios X (FRX). - Microscopia eletrônica (EDS).	- Espectrômetro de raios X dispersivo (EDS). - Microsonda eletrônica.
Composição mineralógica	- Difração de raios X (DRX). - Espectrometria de Infra Vermelha (EIV). - Microscopia eletrônica de varredura (MEV).	- Espectrômetro de raios X. - Espectrômetro de luz infravermelha. - Microsonda eletrônica (MEV).
Granulometria	Peneiramento, classificação centrífuga e difração de laser.	- peneiras Tyler - Granulômetro Cilàs. - Granulômetro Sympatec
Densidade	Picnometria	- Picnômetro simples.
Área superficial específica	- Adsorção de nitrogênio (BET). - Método de Blaine (Permeabilidade ao ar).	- Sistema automático de determinação de ASE e porosidade de pós (BET). - Aparelho de Blaine.

4.2.1 Composição química da amostra mineral

Para a determinação da composição química dos componentes das amostras do sólido em estudo, foram utilizadas as seguintes técnicas e equipamentos disponíveis no Departamento de Engenharia de Minas - UFMG:

- Fluorescência de raios X (semiquantitativa), espectrômetro de fluorescência de raios-X sequencial marca PANALYTICAL (PHILIPS) PW 2400. A amostra deverá ser prensada em matriz de ácido bórico na forma de pastilha e levadas ao aparelho para análise.

4.2.2 Composição mineralógica da amostra mineral

No caso da determinação da composição mineralógica dos componentes das amostras do sólido estudadas, foram utilizadas as seguintes técnicas disponíveis no Departamento de Engenharia de Minas - UFMG:

- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo JSM 5410 – Jeol.
- Espectroscopia de Infravermelho (qualitativa), espectrômetro de luz infravermelha, modelo PE 735 – Perkin Elmer.
- Difração de Raios X: Os difratogramas foram obtidos pelo método do pó, e coletados em um equipamento Philips-PANalytical, modelo EMPYREAN, nas seguintes condições de operação: radiação $\text{CuK}\alpha$ e monocromador $\lambda=1,54184 \text{ \AA}$; velocidade do goniômetro de $0,06^\circ (2\theta)$ por passo com tempo de contagem de 1 segundos por passo e coletados de $3,03$ a $89,97^\circ (2\theta)$. As identificações de fases cristalinas por difração de raio X foram analisadas pelo softwares High Score Plus, aonde os picos de cada fase presente no banco de dados são comparados com o difratograma da amostra, atribuindo-se créditos/penalidades para cada pico difratado, no que se refere a presença / ausência de fases, intensidade difratada e deslocamento da distancia interplanar. Ao final do processo de busca e comparação, os resultados são expressos em ordem decrescente de pontuação, seguindo-se a avaliação final por parte do usuário. As interpretações qualitativas dos difratogramas foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados ICSD em software High Score Plus da PANalytical e refinamento de Rietveld com o uso do software GSAS são várias as fases que podem ser quantificadas.

4.2.3 Distribuição granulométrica da amostra mineral

O estudo da distribuição granulométrica foi feito considerando uma série de peneiras Tyler $\sqrt{2}$, Granulômetro Quantachrome, modelo Cilas 1064; e o granulômetro de difração laser (Sympatec).

4.2.4 Densidade da amostra

No caso da determinação da massa específica da amostra, foi utilizado picnômetro simples, como visto na Figura 4.1.



Figura 4.1: Picnômetros

O procedimento a seguir, é usado na quantificação da densidade de uma amostra mineral, conforme equação 4.1 e descreve, passo a passo, a determinação da densidade relativa (d_s) com base na equação abaixo (SILVA, 2007).

$$d_s = \frac{(A_2) - (A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)} \quad (4.1)$$

Onde: d_s = densidade do sólido; A_1 =massa do picnômetro; A_2 =massa do picnômetro + amostra; A_3 =massa do picnômetro + amostra + água; A_4 =massa do picnômetro + água.

(i) Pesar o picnômetro vazio, previamente limpo e seco, em estufa, a 100°C e resfriado em dessecador.

(ii) Encher o picnômetro com água até transbordar, secar a água que molha a superfície externa do mesmo e, em seguida, pesar o picnômetro com água.

(iii) A diferença entre os pesos do picnômetro com água e sem água é a massa de água utilizada. Sabendo o volume de água colocada no picnômetro pode-se determinar a densidade da água ou de outro líquido utilizado.

(iv) Adiciona-se a amostra do mineral no picnômetro e, em seguida, pesa-se todo o conjunto, obtendo-se o valor de A2. A massa da amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com o mineral e sem o mineral (vazio), informação obtida no item (i).

(v) A massa de água adicionada ao picnômetro com amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com amostra do mineral e água (A3) e a massa do picnômetro com amostra do mineral (A2).

(vi) O volume de água adicionado é obtido pela relação entre a densidade da água (obtida em iii) e a massa de água adicionada no picnômetro (obtida em v).

(vii) O volume da amostra mineral é determinado pela diferença entre o volume total do picnômetro e o volume de água adicionada (obtida em vi).

(viii) A densidade da amostra é obtida pela relação entre a massa da amostra mineral (obtida em iv) e o volume desta amostra (obtido em vii).

4.2.5 Área superficial específica e porosidade

No caso da determinação da área superficial específica (ASE) da amostra do sólido estudado, foram consideradas tanto o método Blaine, que baseia-se na resistência a passagem de fluxo de ar através de um leito de partículas, quanto o método da isoterma BET, (e também a caracterização dos parâmetros de porosidade pela porosimetria de adsorção-condensação gasosa) foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Sólidos Particulados do DEMET da EEUFMG, usando-se o equipamento, da marca Quantachrome, modelo NOVA-1200.

A degaseificação da amostra submetida a vácuo foi realizada a uma temperatura constante de 180°C, por duas horas, para eliminação de possíveis contaminantes presentes. A amostra será submetida a um fluxo de nitrogênio gasoso. Durante a determinação da ASE, a célula que contém a amostra foi imersa em nitrogênio líquido (-196°C).

No método de Blaine, precisa-se em primeiro lugar do cálculo da massa de sólido a utilizar, a qual é definida pela equação 4.2 a seguir:

$$M = 0,5 * \rho * V \quad (4.2)$$

onde:

M : a massa de sólido a utilizar-se no teste;

ρ : a massa específica do sólido;

V : o volume fixo de calibração de 2,06 cm³;

0,5 é o fator definido pela porosidade de 50% .

A determinação da área superficial específica, ASE, pode ser realizada através da equação 4.3, a seguir:

$$ASE = K / \rho * \varepsilon^{3/2} / (1 - \varepsilon) * t^{1/2} / (0,1 \eta_a)^{1/2} \quad (4.3)$$

onde:

K: constante, neste aparelho igual a 26,9;

ρ : massa específica do sólido;

ε : porosidade do leito (suposto de $\varepsilon = 50\%$) ;

t: tempo (medido em três ensaios) que o líquido tarda em passar pelas marcas já estabelecidas no aparelho (marcas 2 e 4 da Figura 4.2);

η_a : viscosidade do ar à temperatura do ensaio (em Pa * s) .

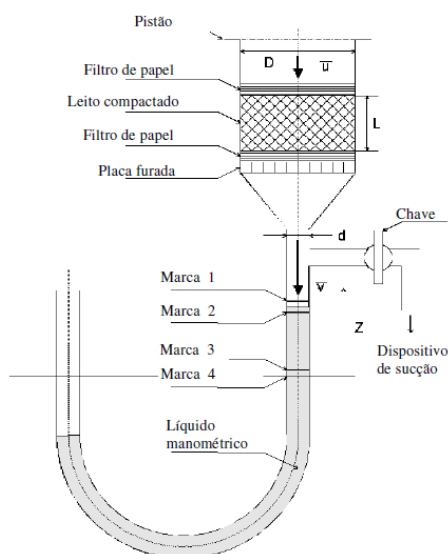


Figura 4.2: Aparelho de Blaine para determinação da ASE

4.3 Caracterização das pastas minerais

Na Tabela IV.2 estão apresentados os métodos e equipamentos utilizados para a caracterização de pastas minerais.

Tabela IV.2: Técnicas e equipamentos utilizados para a caracterização de pastas minerais.

Propriedade	Técnica utilizada	Equipamento requerido
Formação de polpas	Sedimentação descontínua	Provetas de 2000mL
Consistência da pasta	Teste de abatimento	Cilindro de PVC.
Tensão de escoamento	Vane	Reômetro Brookfield YR-1.

4.3.1 Sedimentação descontínua

Os testes de sedimentação descontínuas foram realizados com provetas de 2000 mL, observando-se a movimentação da interface formada entre o líquido clarificado e os sólidos em sedimentação em função do tempo. Foi utilizada uma polpa com 10% de sólido em massa, sempre observando velocidade de sedimentação utilizando vários cargas de poliacrilamidas: catiônicas, aniônicas e não aniônicas para polpas dispersas e pré-coaguladas com sulfato de alumínio.

Foram estudados o desempenho das poliacrilamidas de cargas aniônicas, não iônicas e catiônicas das empresas Clariant e SNF do Brasil LTDA que podem ser vistas nas Tabelas IV.3 e IV.4.

Tabela IV.3: Características dos floculantes estudados do fabricante Clariant.

Floculante	Tipo de carga	Estado físico	pH
Flotisor FL 7130	Poliacrilamida aniônica	sólido	7-9
Flotisor FL 33939	Poliacrilamida aniônica	sólido	6,5-8,5
Flotisor FL 7464	Poliacrilamida catiônica	sólido	4,5
Flotisor FL 15553	Poliacrilamida catiônica	sólido	3-4,5
Flotisor FL 28755	Poliacrilamida não- iônica	sólido	6-7

A Tabela IV.4 apresenta as características dos floculantes estudados do fabricante SNF do Brasil LTDA.

Tabela IV.4: Características dos floculantes estudados do fabricante SNF do Brasil LTDA.

Floculante	Tipo de carga	Estado físico	% mol	Peso molecular
Flonex-956 SH	Poliacrilamida aniônica média	sólido	50	Alto
Flonex-910 SH	Poliacrilamida aniônica baixa	sólido	10	Alto
Flonex-4190 SH	Poliacrilamida catiônica baixa	sólido	10	Alto
Flonex-4350 SH	Poliacrilamida catiônico médio	sólido	25	Alto
Flonex-4490 SH	Poliacrilamida catiônica alta	sólido	40	Alto
Flonex-920 SH	Poliacrilamida não-iônico	sólido	1	Alto
Flonex-912 SH	Poliacrilamida não-iônico	sólido	3	Alto

Foi utilizado também uma poliacrilamida catiônica Bufloc doado pela Valefértil.

Foi definida a melhor dosagem de flocculante para cada tipo de carga.

4.3.2 Teste de abatimento ("slump")

Os testes de slump foram realizados considerando-se a norma NBR NM67, utilizando-se cilindro de PVC de 10cm de diâmetro e 10cm de altura. A determinação da porcentagem de abatimento (%ABT) é calculada mediante equação:

$$\%ABT = S/H*100$$

Onde: S é a diferença entre altura do cilindro e altura da pasta já ensaiada; H é a altura inicial do cilindro

4.3.3 Medição da Tensão de Escoamento

A Figura 4.3 mostra reômetro digital Brookfield, modelo YR-1 que dispõe de para computador, este foi utilizado para as medições de “yield stress” da pasta mineral. Este equipamento pertence ao Laboratório de Fenômenos de Interface do Departamento de Engenharia de Minas da UFMG, e utiliza o software Rheocalc para a determinação dos parâmetros reológicos.



Figura 4.3: Reômetro Brookfield, modelo YR-1

Foram utilizados os seguintes parâmetros do equipamento para as hastes 72 e 73:

- Imersão: primária;
- Tempo e velocidade de pré-cisalhamento: 10 segundos e 1 rpm;
- Velocidade de calibração: 0,2 rpm;
- Tempo de espera: 10 segundos;

- Velocidade de giro: 0,1 rpm;
- Tempo de incremento dos dados: 1000 milissegundos;
- Redução de torque: 100%

Foram utilizadas as hastes 72 e 73 para medir as tensões de escoamento das diferentes suspensões, as quais se relacionam com o limite de detecção de torque e de tensão de escoamento do reômetro. Para suspensões com menores adensamentos foi utilizada a haste 72 nas seguintes condições:

- a. com ausência de flocculante: 58, 60, 62% de sólido em massa;
- b. na presença de flocculante: 58 e 60 % de sólido em massa.

Para suspensões com maiores adensamentos foi utilizada a haste 73 nas seguintes condições:

- a. com ausência de flocculante: 64, 66, 68, 70 % de sólido em massa;
- b. na presença de flocculante: 62, 64, 66, 68 e 70 % de sólido em massa.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise Química das Amostras Sólidas

5.1.1 Fluorescência de Raios X (FRX)

Os resultados das análises semiquantitativas por espectrometria de fluorescência de raios X das amostras são apresentados na tabela V.1. Na amostra o elementos magnésio e oxigênio têm alta ocorrência.

Tabela V.1: Análise química semiquantitativa da amostra via fluorescência de raios X

Ocorrência	Elemento
Alta	Mg,O
Média	Ca, P
Baixa	Si, Fe, S
Traço	AL, Na, Cu, Mn, Ce, Ti, K, Zr, Sr

O anexo A apresentam os espectros de fluorescência de raio X obtidos para a amostra. Observa-se grandes picos de Mg e O como foi comprovado na difração de raio X.

5.2 Composição Mineralógica

5.2.1 Identificação de fases minerais por difração de raios X e quantificação das fases pelo método Rietveld

Os resultados da difração de raio X podem ser observados pela Figura 5.1 e no anexo B. Como visto no difratograma, as fases minerais majoritárias identificadas durante a interpretação foram calcita magnesiana, dolomita, fluor apatita, biotita magnesiana e caulinita.

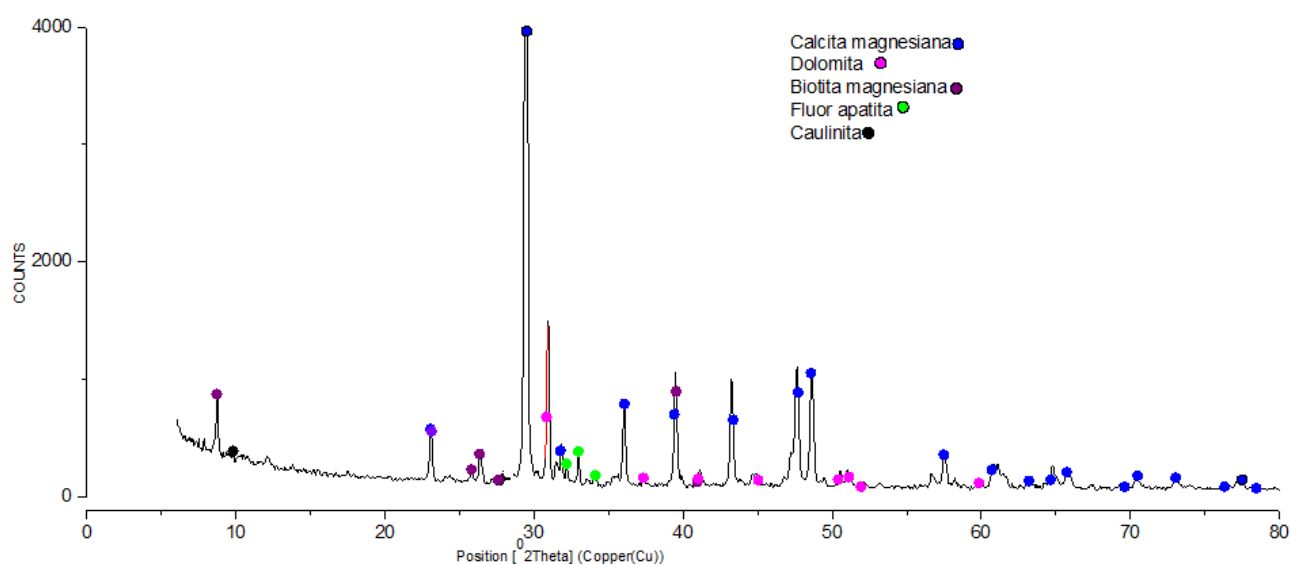


Figura 5.1: Difração de raio X da amostra de Fosfato

Através do refinamento pelo método de Rietveld foi possível determinar, para cada amostra, a quantificação das fases. As densidades cristalográficas são mostradas na tabela V.2 que pode ser comparadas com as densidades padrão ICSD com o Método de Rietveld.

Os parâmetros de rede são apresentados na tabela V.3 calculados pelo Método de Rietveld que podem ser comparados com os dados padrão ICSD na tabela V.4 .

Tabela V.2: Comparação entre as densidades de cada fase de acordo com o padrão ICSD com as densidades calculadas pelo Método de Rietveld

Fases	Densidades padrão ICSD (g/cm ³)	Densidade calculada Rietveld (g/cm ³)
1: Biotita magnésiana (Mn,Mg,Al,Fe)1,8(K,Na,Ca)0,91(Si,Al,Ti)4(O,OH)12	2,877	2,709
2: Calcita magnésiana (Mg0,03Ca0,97)(CO3)	2,722	2,684
3: Dolomita CaMg0,77Fe0,23(CO3)2	2,968	2,967
4: Fluor Apatita Ca5(PO4)3F	3,205	3,177

Tabela V.3: Os parâmetros da célula unitária de acordo com a quantificação pelo método de Rietveld

Fases	a(Å)	b(Å)	c(Å)	α	β	γ
1: Biotita magnésiana (Mn,Mg,Al,Fe)1,8(K,Na,Ca)0,91(Si,Al,Ti)4(O,OH)12	5,358225	9,374507	10,308416	90,000	100,437	90,000
2: Calcita magnésiana (Mg0,03Ca0,97)(CO3)	4,979839	4,979839	17,022907	90,000	90,000	120,000
3: Dolomita CaMg0,77Fe0,23(CO3)2	4,816433	4,816434	16,036430	90,000	90,000	120,000
4: Fluor Apatita Ca5(PO4)3F	9,399364	9,399364	6,888951	90,000	90,000	120,000

Tabela V.4 : Dados padrão ICSD para a amostra analisada célula unitária (a, b, c, α , β , γ)

Fases	ICSD	Grupo Espacial	a(Å)	b(Å)	c(Å)	α	β	γ
1: Biotita magnésiana (Mn,Mg,Al,Fe)1,8(K,Na,Ca)0,91(Si,Al,Ti)4(O,OH)12	880709	C2/m	5,359998	9,374866	10,309367	90,000	100,448	90,000
2: Calcita magnésiana (Mg0,03Ca0,97)(CO3)	891304	R-3c	4,980143	4,980143	17,022623	90,000	90,000	120,000
3: Dolomita CaMg0,77Fe0,23(CO3)2	842065	R-3	4,816451	4,816451	16,036707	90,000	90,000	120,000
4: Fluor Apatita Ca5(PO4)3F	872462	3/m	9,399364	9,399364	6,889074	90,000	90,000	120,000

Na tabela V.5 está representada a quantificação de minerais na amostra de fosfato.

Tabela V.5: Quantificação de minerais nas amostras de fosfato obtida através do método de Rietveld (% massa)

Fases	Quantidades (%)
1: Biotita magnésiana (Mn,Mg,Al,Fe)_{1,8}(K,Na,Ca)_{0,91}(Si,Al,Ti)₄(O,OH)₁₂	1,611
2: Calcita magnésiana (Mg_{0,03}Ca_{0,97})(CO₃)	80,573
3: Dolomita CaMg_{0,77}Fe_{0,23}(CO₃)₂	11,101
4: Fluor Apatita Ca₅(PO₄)₃F	6,715

A Figura 5.2 mostra o difratograma obtido experimentalmente, o difratograma calculado e a diferença entre eles que representa o resultado do refinamento, quanto menor o resíduo melhor o refinamento. A quantificação de fases pelo método de Rietveld é um método matemático que faz uso da difração de raios X para realizar refinamento da estrutura cristalina e análise quantitativa de fases.

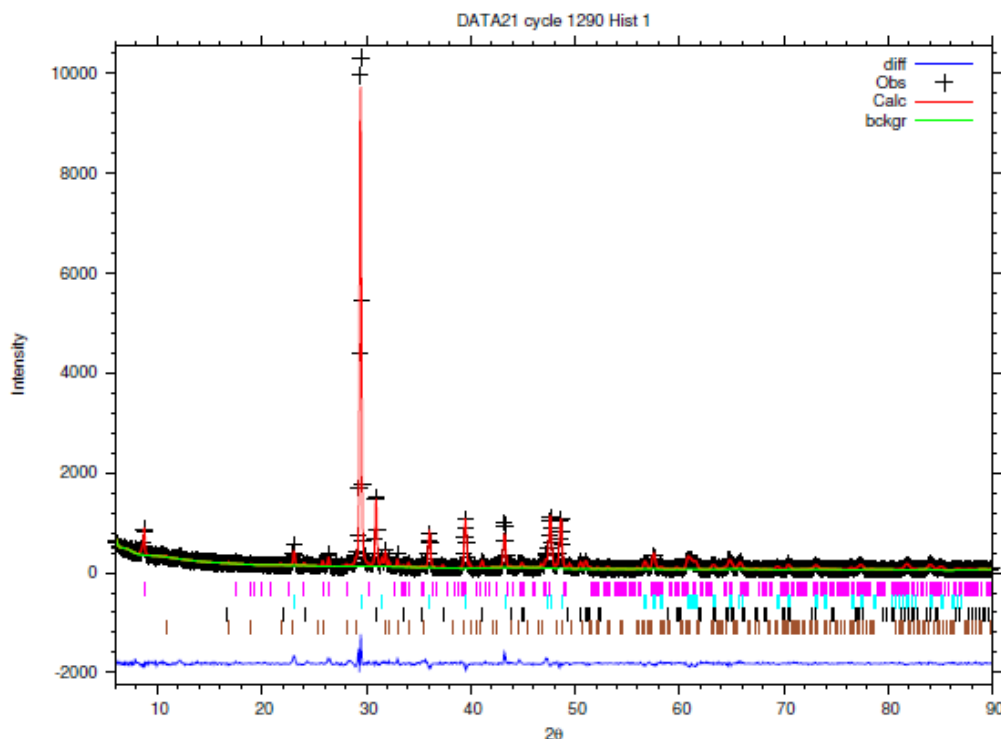


Figura 5.2: Refinamento (método Rietveld) usando o programa GSAS/EXPGUI com os dados obtidos a partir da análise de difração de raios X da amostra de fluorapatita.

De acordo com os resultados, o refinamento alcançou seguintes valores:

- $R_{wp} = 0,1079$ ou 10,79%
- $R_p = 0,0805$ ou 8,05%
- $X^2 = 2,376$

Segundo ANTONIASSI, J.L. do ponto de vista matemático, RWP (R-weighted pattern) é um dos índices que melhor reflete o processo do refinamento por ter no numerador o resíduo que é minimizado; bons resultados fornecem valores de R_{wp} da ordem de 2 a 10%, porém tipicamente se encontram entre 10 a 20%. O goodness-of-fit ($GOF = X^2$)

é outro índice também frequentemente utilizado e está relacionado a qualidade ajuste entre o difratograma calculado e o observado; deve ser equivalente a 1,0 em um

$$= \left[\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right]^2 = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \quad \text{onde exp é o resíduo teórico mínimo esperado para o difratograma)}$$

refinamento perfeito, sendo que na prática valores em torno de 5,0 caracterizam refinamentos otimizados.

5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS

A análise realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou alguns aspectos microestruturais da amostra. A análise semiquantitativa por EDS foi também realizada.

Para estudar as amostras por MEV-EDS a análise pode ser feita através de lâminas delgadas polidas ou por secções polidas. Considerando que o material utilizado para recobrimento da superfície é constituído de carbono, o elemento não foi quantificado, já que poderia resultar em uma microanálise discrepante da realidade.

As Figuras 5.3 e 5.4 representam uma imagem de MEV utilizando detector de elétrons retroespalhados e de elétrons secundários respectivamente.

A Figura 5.3 mostra uma imagem de elétrons retroespalhados com os níveis de cinza relacionados a cada fase mineral e podem ser observados:

- contraste de densidade, onde as fases densas aparecem mais claras e as menos densas mais escuras;
- contraste de relevo quando os topos mostram-se mais claros e os vales mais escuros;
- contraste de número atômico onde as fases ricas em elementos químicos com números atômicos maiores ficam mais claras e as fases compostas por elementos com números atômicos mais baixos aparecem mais escuras.

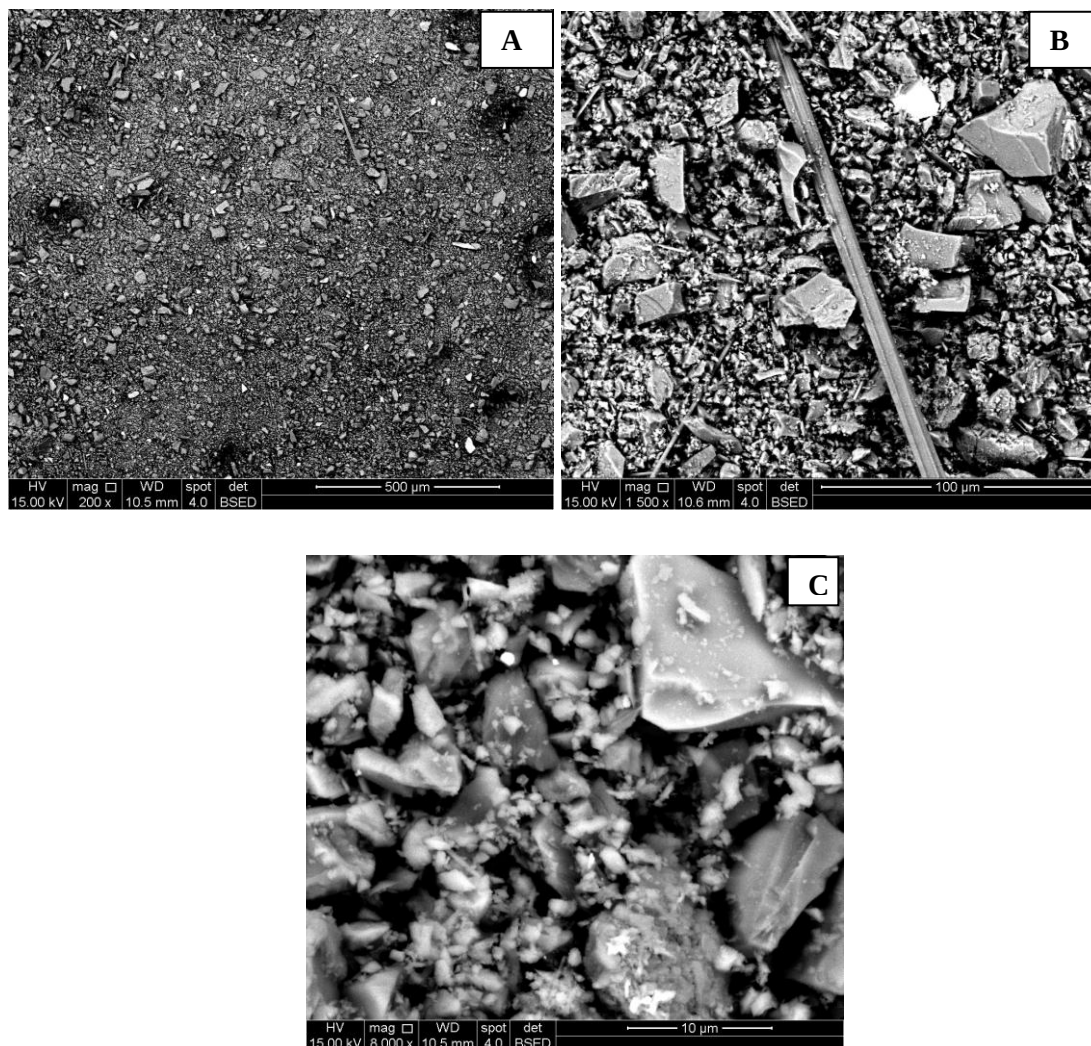


Figura 5.3: Representação de imagens obtidas pelo MEV utilizando detector de elétrons retroespalhados com um aumento de 200 x (Figura 5.3 A), 1500 x (Figura 5.3 B), 8000 x (Figura 5.3 C).

Na Figura 5.4, as imagens obtidas pelo MEV utilizando detector de elétrons secundários possuem os dois primeiros tipos de contrastes: densidade e topografia, comparado com as imagens de elétrons retroespalhados o detector de elétrons secundários não possui o contraste de número atômico.

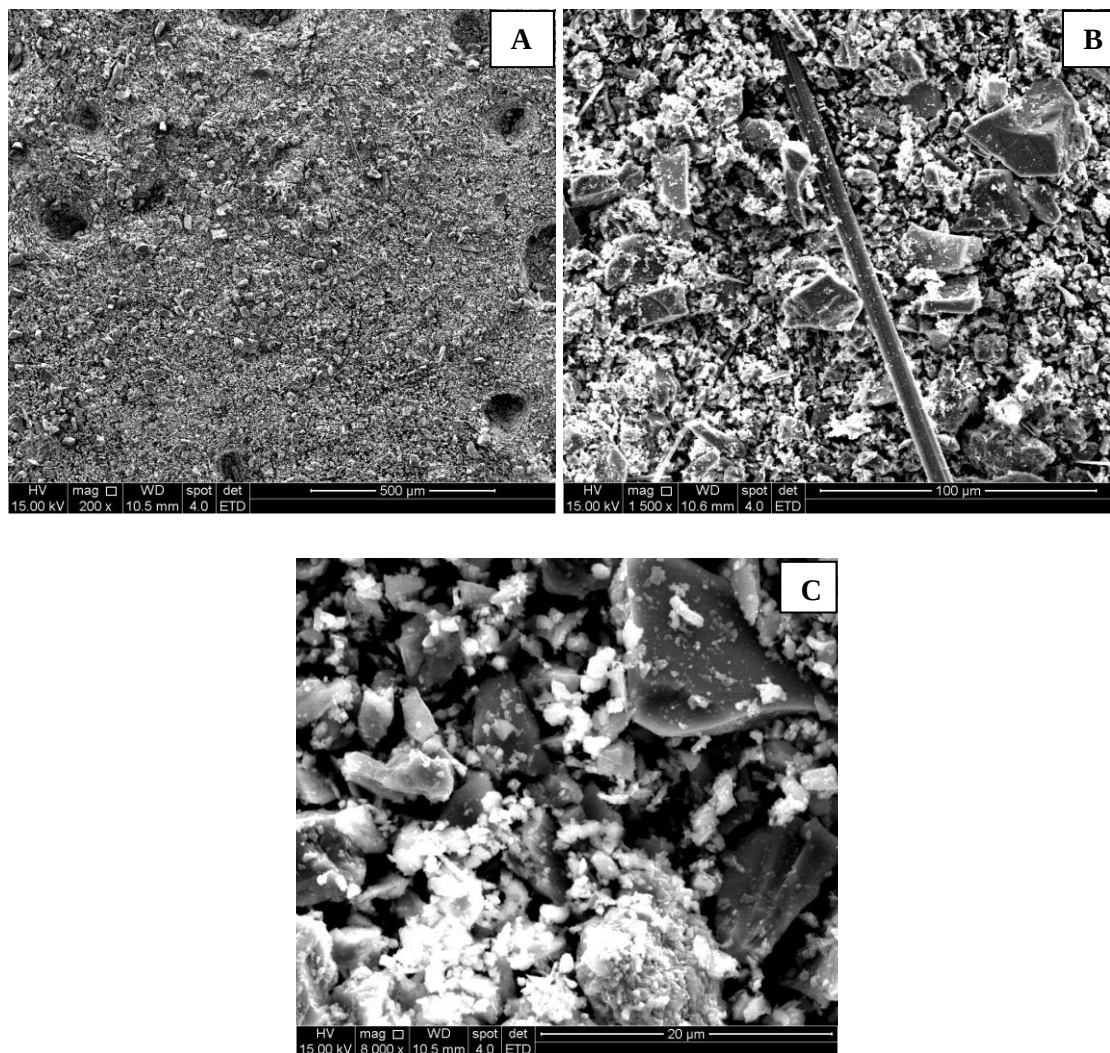


Figura 5.4: Representação de imagens obtidas pelo MEV utilizando detector de elétrons secundários com um aumento de 200 x (Figura 5.4 A), 1500 x (Figura 5.4 B), 8000 x (Figura 5.4 C).

Na seguinte Figura 5.5 apresenta-se a composição química geral da amostra estudada através da técnica de espectrometria de energia dispersiva de raios-x (EDS).

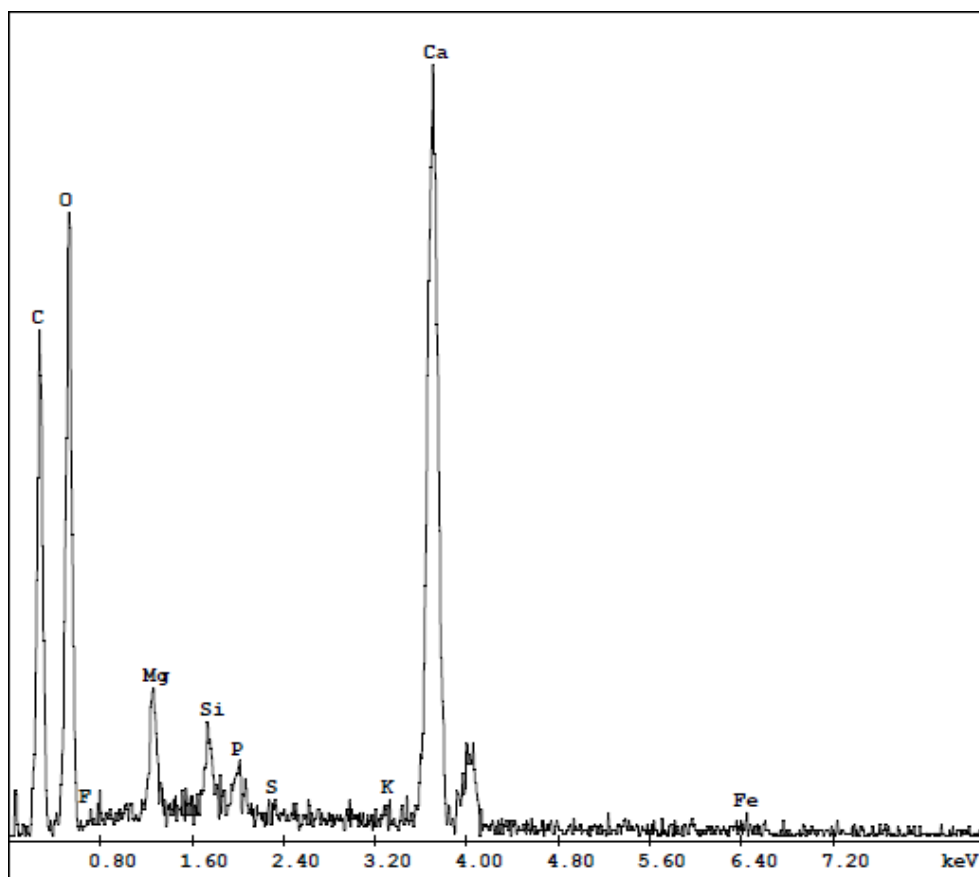


Figura 5.5: EDS da amostra geral proveniente de rejeito de fosfato.

Tabela V.6: Microanálise geral da amostra obtida por espectrometria dispersiva de raios X

Elemento	O	F	Mg	Si	P	S	K	Ca	Fe
% Massa	45,37	0,31	3,89	2,26	1,38	0,39	0,67	43,69	2,04

A tabela V.6 apresentada conclui-se que a maior parte da amostra tem em sua composição química a calcita magnesiana, comprovado assim pela difração de raio X.

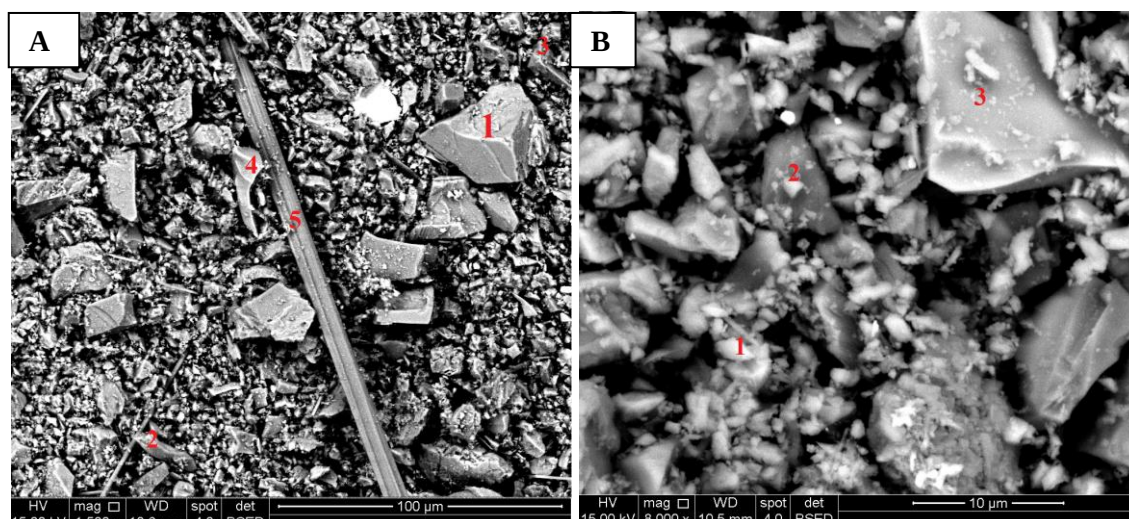


Figura 5.6: Figura A: Imagens com aproximação de 1500 x obtidas por elétrons retroespalhados , Figura B: Imagens com aproximação de 8000 x obtidas por elétrons retroespalhados.

Tabela V.7: Análise química quantitativa correspondentes a amostra relativa à Figura 5.7 A:

Partículas					
% massa	1	2	3	4	5
O	48,4	28,58	43,63	37,98	32,58
F	----	----	----	1,19	----
Mg	2,19	17,52	14,42	1,84	15,89
Si	0,26	22,77	0,37	0,90	35,52
P	-----	-----	----	16,52	----
S	----	0,7	----	----	----
K	-----	9,96	0,15	0,17	0,86
Ca	47,74	6,19	29,89	40,10	4,08
Fe	0,93	7,63	11,00	0,78	4,17
Na	0,48	1,00	0,13	0,39	6,9
Al	-----	5,65	0,41	0,12	----

De acordo com a análise da Tabela V.7 a partícula 1 é uma calcita magnesiana, a partícula 2 é uma biotita magnesiana, a partícula 3 é uma dolomita, a partícula 4 é uma fluor apatita e a partícula 5 é uma vermiculita.

Tabela V.8: Análise química quantitativa correspondentes à amostra relativa a Figura 5.7 B:

% massa	Partículas		
	1	2	3
O	47,53	20,57	34,47
F	0,68	----	1,57
Mg	2,44	17,47	0,42
Si	1,02	1,38	0,36
P	2,14	1,09	20,66
S	0,18	1,02	----
K	0,28	0,88	0,16
Ca	44,27	53,78	40,83
Fe	0,72	2,05	1,01
Na	0,55	0,68	0,35
Al	0,19	1,08	0,18

De acordo com a análise da Tabela V.8 a partícula 1 é uma calcita magnesiana, a partícula 2 é uma dolomita, a partícula 3 é uma flúor apatita.

A Figura 5.7 representa um mapa de distribuição de elementos químicos por microanalisador WDS com imagens de aproximação de 8000 x obtidas por elétrons retroespalhados, de acordo com área da amostra mapeada A.

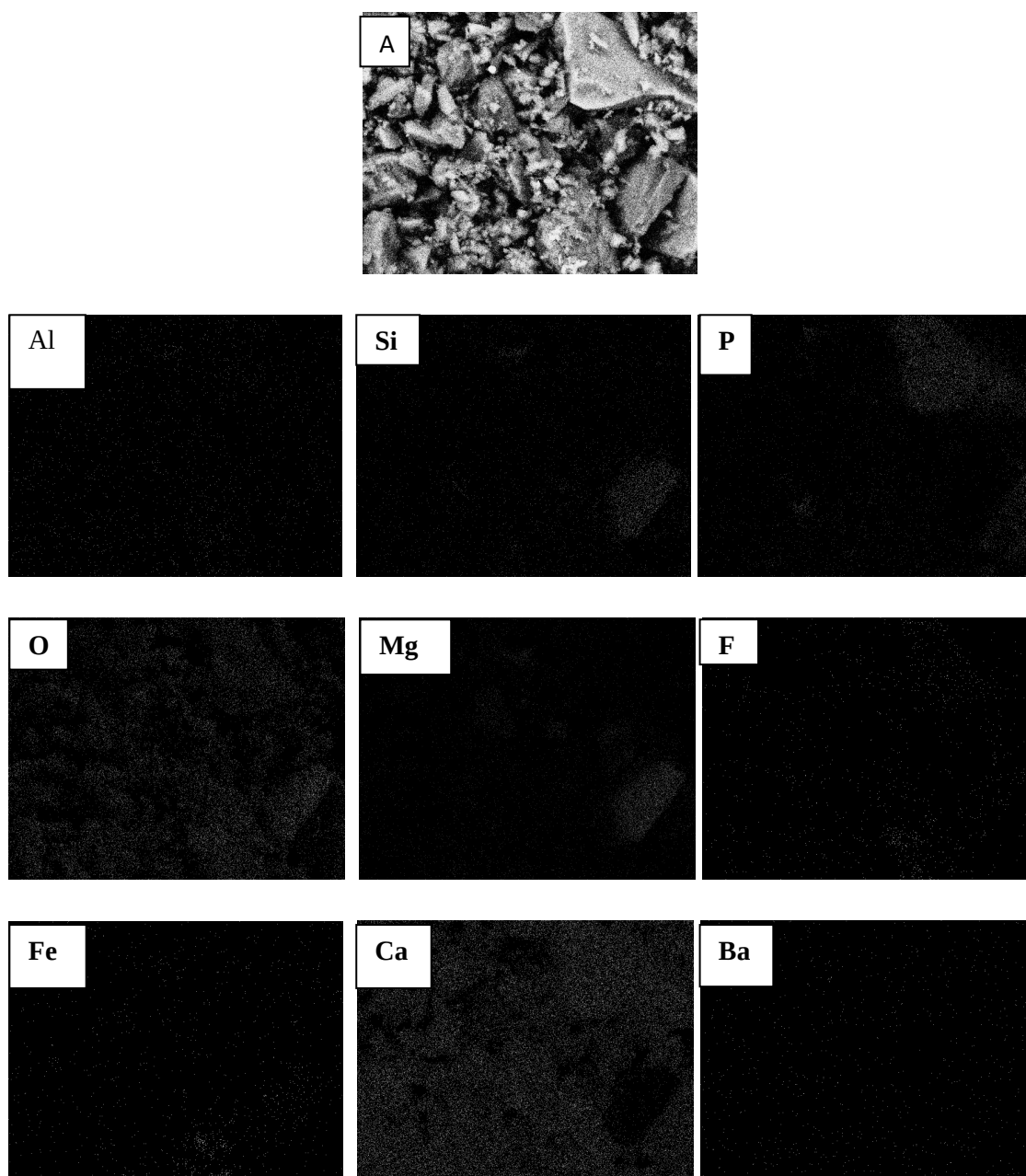


Figura 5.7: Fotomicrografias do mapeamento de raios X realizado no resíduo da lixiviação ácida sulfúrica sob condições otimizadas para a extração de cálcio, com aumento de 100 vezes e obtidas a partir de imagens geradas por elétrons retroespalhados (BEI) na área da amostra mapeada (A): (Si) sílica, (P) fósforo, (O) oxigênio, (Mg) magnésio, (F) fluor, (Fe) ferro, (Ca) Cálcio, (Ba) bário, (Al) alumínio.

5.3 Distribuição granulométrica do sólido

Devido à granulometria muito fina da amostra foram utilizados os métodos de difração a laser para determinação da distribuição de tamanho da amostra mineral.

A Tabela V.9 e o anexo C apresentam os resultados da análise granulométrica obtidos mediante utilização de difração laser Sympatec.

Tabela V.9: Distribuição granulométrica com utilização de difração laser Sympatec

Diâmetro da partícula(µm)	% Acumulada	Diâmetro da partícula (µm)	% Acumulada
0,18	0,00	3,00	35,75
0,22	0,00	3,60	40,00
0,26	0,00	4,20	44,13
0,30	0,05	5,00	49,43
0,36	0,29	6,00	55,37
0,44	0,86	7,20	61,31
0,52	1,69	8,60	67,01
0,62	3,03	10,20	72,69
0,74	4,98	12,20	79,40
0,86	7,20	14,60	87,21
1,00	9,94	17,40	95,00
1,20	13,86	20,60	100,00
1,50	19,36	24,60	100,00
1,80	23,98	29,40	100,00
2,10	27,78	35,00	100,00
2,50	31,77		

A Tabela V.10 e o anexo C apresentam os resultados da análise granulométrica obtidos mediante utilização de difração laser Cilàs.

Tabela V.10: Distribuição granulométrica com utilização de Difração Laser Cilàs

Diâmetro da partícula(μm)	%	Diâmetro da partícula (μm)	% Acumulada
			Acumulada
0,04	0,04	7,00	49,51
0,07	0,33	7,50	51,32
0,10	0,65	8,00	53,01
0,20	1,86	9,00	54,56
0,30	3,12	10,00	56,03
0,40	4,10	11,00	58,75
0,50	4,95	12,00	61,31
0,60	5,96	13,00	63,77
0,70	7,19	14,00	66,19
0,80	8,66	15,00	68,58
0,90	10,16	16,00	70,92
1,00	11,60	17,00	73,21
1,10	12,94	18,00	75,41
1,20	14,20	19,00	77,47
1,30	15,38	20,00	79,39
1,40	16,49	21,00	81,16
1,60	18,55	22,00	82,78
1,80	20,41	23,00	84,25
2,00	22,12	25,00	85,57
2,20	23,68	28,00	87,83
2,40	25,15	30,00	90,52
2,60	26,55	32,00	91,99
2,80	27,89	34,00	93,28
3,00	29,20	36,00	94,41
3,20	30,48	38,00	95,40
3,40	31,73	40,00	96,26
3,60	32,96	43,00	97,01
3,80	34,15	45,00	97,92
4,00	35,32	50,00	98,40
4,30	37,02	53,00	99,22
4,60	38,65	56,00	99,52
5,00	40,73	60,00	99,73
5,30	42,22	63,00	99,88
5,60	43,64	64,00	99,94
6,00	45,44	71,00	99,98
6,50	47,55	75,00	100,00

Na análise granulométrica realizada pelo granulômetro Sympatec foi utilizado dispersante hexametáfosfato de sódio 0,05% em água e a realizada pelo granulômetro Cilàs não foi utilizado nenhum dispersante.

Observando a Tabela V.9 e a Figura 5.8 verifica-se que a amostra é muito fina, onde o d_{50} das partículas é de $5,10\mu\text{m}$ e os parâmetros d_{10} e d_{90} são respectivamente $1,00\mu\text{m}$ e $15,60\mu\text{m}$, de acordo com o granulômetro Sympatec.

Observando a Tabela V.10 e a Figura 5.8, a amostra tem um d_{50} de $7,13\mu\text{m}$ e os parâmetros d_{10} e d_{90} respectivamente: $0,89\mu\text{m}$ e $27,39\mu\text{m}$, de acordo com o granulômetro Cilàs.

Pós finos, com partículas de dimensões coloidais (entre $1\mu\text{m}$ e $0,001\mu\text{m}$), apresentam uma forte tendência à aglomeração, permanecendo unidos por atrações de origem eletrostática. Quando estas partículas são colocadas em um meio líquido, por sua elevada área de superfície específica acentua a atuação das forças superficiais, afetando diretamente o estado de dispersão das partículas (OLIVEIRA et al., 2000).

Para evitar a agregação destas partículas, é necessário que haja no sistema forças de repulsão que superem as forças de atração. Estas forças de repulsão podem ser criadas, basicamente, por meio do desenvolvimento de cargas elétricas nas partículas - devido à interação entre sua superfície e o meio líquido, formando a dupla camada elétrica (estabilização eletrostática) - e/ou pela adsorção superficial de polímeros de cadeias longas que impedem mecanicamente a aproximação das partículas (estabilização estérica) (OLIVEIRA et al., 2000; GOUVÊA E MURAD, 2001).

O estado de dispersão de uma suspensão pode ser controlado pelo potencial elétrico da superfície das partículas e pela espessura da dupla camada elétrica composta pelos íons de cargas opostas àsquelas da superfície (contra-íons). O estudo do potencial de superfície é feito por meio da determinação do potencial zeta que corresponde ao potencial elétrico no plano de cisalhamento (limite de separação entre os contra-íons que conseguem ou não se manter ao redor da partícula em movimento, devido à aplicação de um campo elétrico) (PUGH e BERGSTROM, 1994).

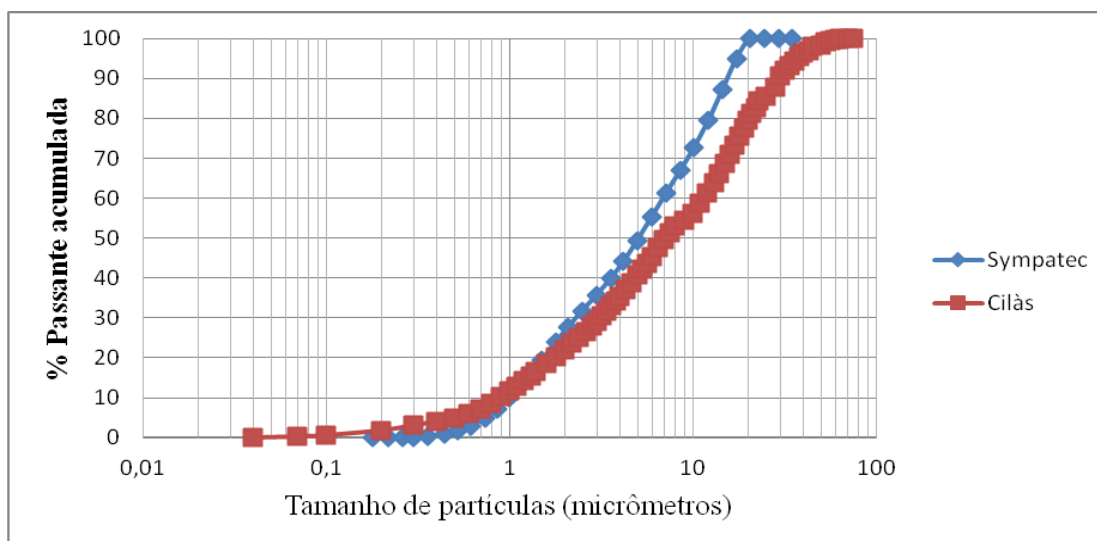


Figura 5.8: Distribuição granulométrica da amostra realizada pelo granulômetro Sympatec e Cilàs.

5.4 Massa específica da amostra mineral

A Tabela V.11 apresenta os resultados das medições realizadas e que são necessárias ao cálculo da massa específica da amostra.

Tabela V.11: Valores experimentais obtidos pela picnometria simples

Elemento/massas	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3
Picnômetro vazio (g)	68,1	62,3	69,7
Picnômetro + sólido (g)	77,6	73,2	82,5
Picnômetro + sólido (g) + líquido (g)	179,6	179,4	182,1
Picnômetro + líquido (g)	173,8	174,9	174,2
Valor da massa específica (g/cm ³)	2,57	2,47	2,61

Utilizando a equação básica da picnometria apresentada na Equação 4.1, pode-se determinar o valor da massa específica considerando as três amostras. De acordo com os resultados de cada análise, o valor da massa específica média da amostra é de 2,55 g/cm³.

5.5 Área superficial específica

5.5.1 Método de Blaine

O procedimento adotado para a determinação é o determinado pela NBR NM 76 (ABNT, 1998).

Considerando a densidade do material $2,55 \text{ g/cm}^3$ e o volume de calibração de $2,06 \text{ cm}^3$, logo de acordo com a equação 4.2 a massa de sólido utilizada é de $2,627 \text{ g}$.

A determinação da área superficial específica, ASE, foi realizada através da equação 4.3 também mencionada na metodologia, a viscosidade do ar a 24°C é $0,00001839 \text{ Pa.s}$.

O resultado da ASE é apresentada na tabela V.12.

Tabela V.12: Valor de índice de Blaine para amostra mineral

Teste	Tempo de passagem do ar (s)	Valor ASE (cm^2/g)	Valor médio ASE (cm^2/g)
1	88	16.317,2	16.470,6
2	90	16.501,6	
3	91	16.593,0	

O valor médio obtido da ASE foi de $16.470,6 \text{ cm}^2/\text{g}$, já que o tempo médio dos três ensaios realizados foi de 90 s. A Tabela V.12 apresenta os tempos determinados para cada teste.

Porém este método não é muito preciso, pois sofre a influência de inúmeros fatores, como a forma variável das partículas e acamamento tortuoso e não fornece valores confiáveis quando utilizado para determinar superfícies específicas maiores que $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ (POTGIETER, 1996).

Quando se deseja obter a superfície específica de maneira confiável de materiais muito finos e uma maior precisão dos resultados, o ensaio que é comumente utilizado é o BET (BRUNAUER, EMMETT e TELLER).

5.5.2 Método BET

Na tabela V.13 encontram-se os valores de área específica, diâmetro médio e volume específico dos poros obtidos por adsorção de N_2 , utilizando os métodos de BET, monoponto e BJH.

Tabela V.13: Medidas de área superficial específica, diâmetro médio dos poros e volume dos poros determinados por diferentes métodos

Métodos	Área superficial específica (m^2/g)	Diâmetro médio dos poros	Volume dos poros (cm^3/g)
BET	2,686	-----	-----
Monoponto	2,651	-----	0,865
BJH	1,951	3,728	0,009

A área determinada pelo Método BET é de $2,686 m^2/g$, logo apresentou-se uma ASE alta.

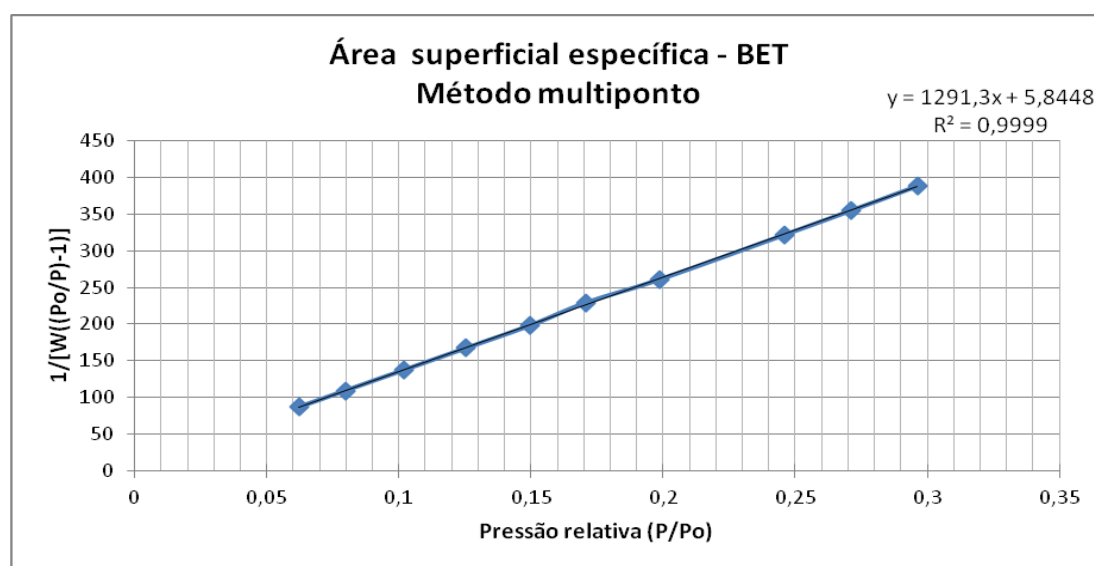


Figura 5.9: Linearização da isoterma de adsorção de N_2 , método de multipontos.

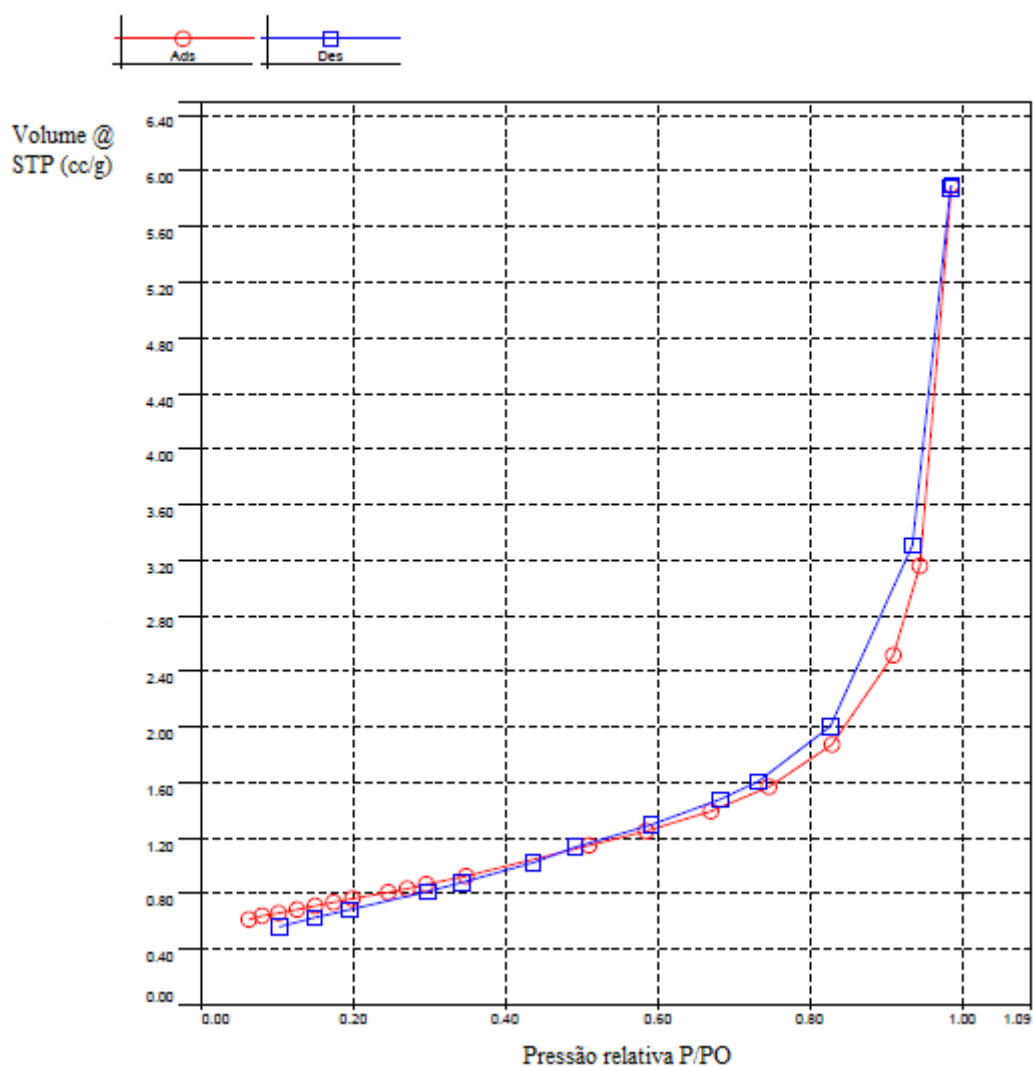


Figura 5.10 Isotermas de adsorção e dessorção de N_2

As Figuras 5.9 e 5.10 representam uma isoterma tipo BET, isto é, segue o modelo de BET. Esta isoterma é do tipo II o que indica que o material estudado aqui é do tipo não poroso ou macroporoso. Não apresenta histerese o que pode indicar a ausência de mesoporos de larga escala nas amostras.

Os dados de modelamento de Barrett-Joyner-Halenda (BJH) mostraram que estes poros estão na faixa de mesoporos com diâmetro de poros 3,728 nm. Apresenta um volume de poro de 0,009 cc/g, logo sendo uma amostra compacta.

5.6 Ensaios de Sedimentação Descontínua

5.6.1 Ensaios de sedimentação descontínua na amostra na ausência de floclantes

A Figura 5.11 apresenta o comportamento da variação da altura de interface em função do tempo dos ensaios realizados na amostra estudada em provetas de 2.000 mL para a porcentagem de sólidos em massa de 10%. Esta curva apresenta seção de velocidade constante, seção de transição e seção de queda de velocidade (compressão).

A Figura 5.12 apresenta a seção de velocidade constante, a velocidade de sedimentação na ausência de floclante: 0,016 cm/s.

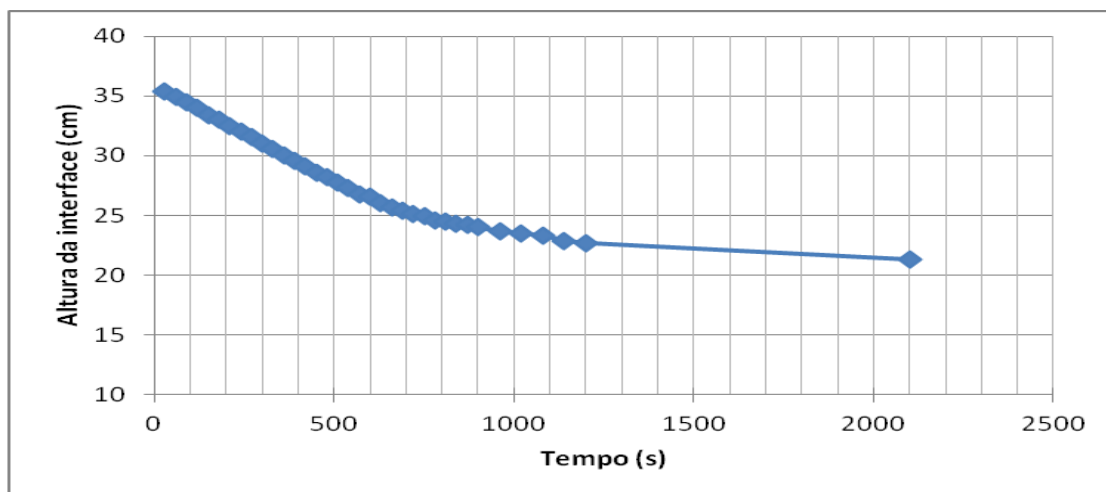


Figura 5.11: Variação da altura de interface versus tempo em escala normal da amostra para 10% de sólidos em massa utilizando uma proveta de 2.000 mL.

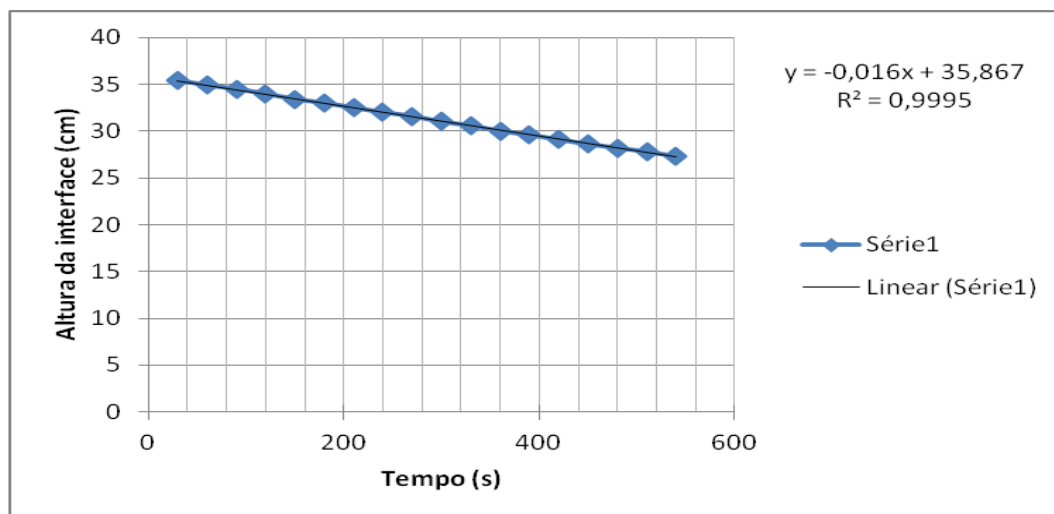


Figura 5.12 :Determinação da velocidade de sedimentação na ausência de floclante.

5.6.2. Testes de Floculantes Catiônicos, Aniônicos e Não Iônicos

Foram realizados ensaios de sedimentação fixando uma porcentagem de 10% de sólido em massa em todos os testes.

Estes ensaios foram feitos com polpa com adição de floculantes utilizando diferentes dosagens de floculantes e diferentes tipos de cargas de poliacrilamidas.

Foram realizados também ensaios com polpa com adição do coagulante sulfato de alumínio, para definir a relação da menor dosagem de reagente com a maior velocidade de sedimentação.

5.6.2.1 Testes com polpas com adição de floculantes catiônico

A tabela V.14 apresenta diversos tipos de floculantes catiônicos com quantidades diferentes de dosagens para cada teste realizado.

A figura 5.13 representa as velocidades de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamida de cargas catiônicos testados com polpa com adição de floculantes.

Tabela V.14: Diferentes dosagens de poliacrilamida de cargas catiônicas utilizados em polpas com adição de floculantes:

Floculante	Dosagens (g/t)
Bufloc	5,10,15,20,25,30,35,40,45,50,55,60
Flotisor FL 7464	5,10,15,20
Flotisor FL 15553	5,10,15,20,30,40,50,60
Flonex-4190 SH	5,10,15,20,30,40,50,60,70
Flonex-4350 SH	5,10,15,20,30,40,50
Flonex-4490 SH	5,10,15,20,30,40,50

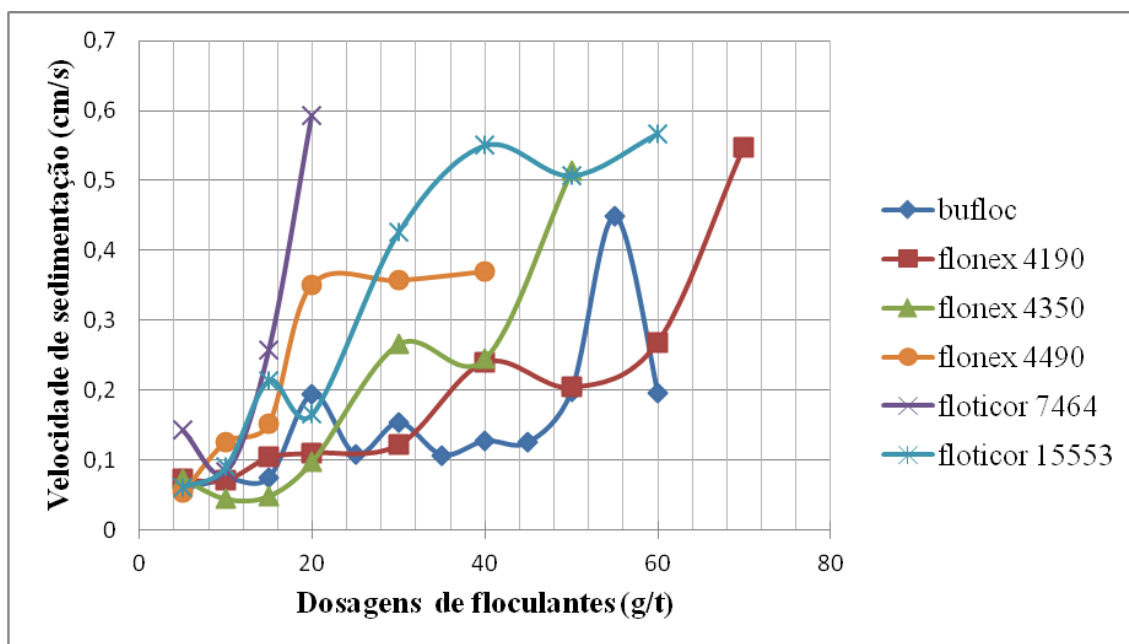


Figura 5.13: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamidas de carga catiônicas com polpa com adição de flocculantes.

5.6.2.2 Testes com polpas com adição de flocculantes aniônico

A tabela V.15 apresenta diversos tipos de flocculantes aniônicos com quantidades diferentes de dosagens para cada teste realizado.

A Figura 5.14 representa as velocidades de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamidas de cargas aniônicas testados com polpa com polpa com adição de flocculantes.

Tabela V.15: Diferentes dosagens de poliacrilamida de cargas aniônicas utilizados em polpas com adição de flocculantes.

Floculante	Dosagens (g/t)
Floticor FL 7130	5,10,15,20,25
Floticor FL 33939	5,10,15,20,25,30
Flonex-956 SH	5,10,15,20,25,30,35
Flonex-910 SH	5,10,15,20,25,30,35

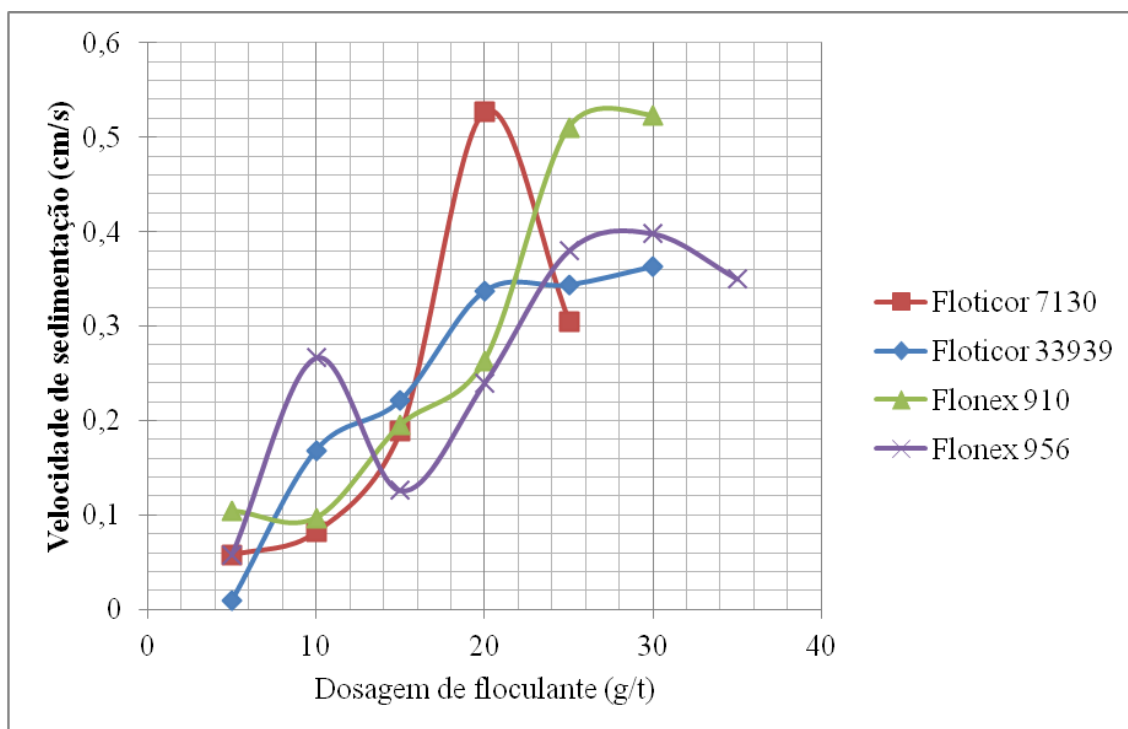


Figura 5.14: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamida de carga aniônicas com polpa com adição de flocculantes.

5.6.2.3 Testes com polpas com adição de flocculantes não iônica

A tabela V.16 apresenta diversos tipos de flocculantes não iônicos com quantidades diferentes de dosagens para cada teste realizado.

A Figura 5.15 representa as velocidades de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamidas de cargas não iônicas testados com polpas com adição de flocculantes..

Tabela V.16: Diferentes dosagens de poliacrilamida de carga não iônicas utilizados em polpas com polpas com adição de flocculantes:

Floculante	Dosagens (g/t)
Floticor FL 28755	5,10,15,20,25,30,40,50
Flonex-920 SH	5,10,15,20,25
Flonex-912 SH	5,10,15,20,25,30,35

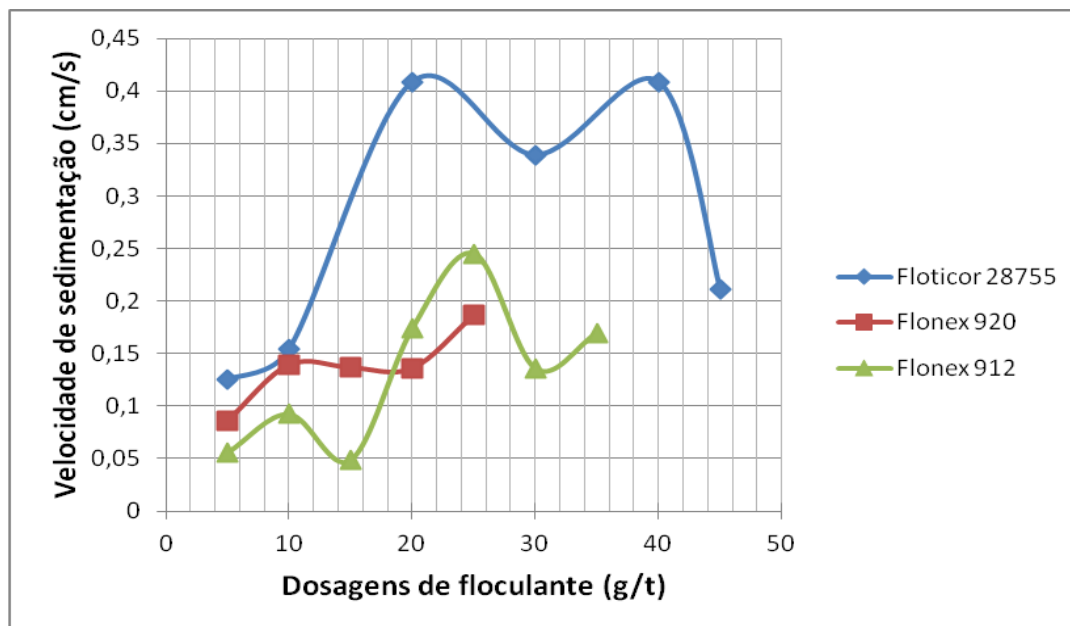


Figura 5.15: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de poliacrilamida de carga não iônica com polpa com adição de flocoantes.

5.6.3 Estudo do comportamento dos diversos tipos de cargas das poliacrilamidas em polpas com adição de flocoantes

Observando as Figuras 5.13, 5.14 e 5.15 conclui-se que a maior velocidade de sedimentação para poliacrilamidas catiônicas é Flotisor 7464, para as poliacrilamidas aniônicas é Flotisor 7130 e para as poliacrilamidas não iônicas é Flotisor 28755.

A Figura 5.16 representa o comportamento das diversas velocidades de sedimentação comparando as maiores velocidades de sedimentação, para as poliacrilamidas de cargas catiônicas, aniônicas e não iônicas. Para uma polpa com adição de flocoantes, a maior velocidade de sedimentação para diferentes cargas de poliacrilamida é o Flotisor 7464 com uma dosagem de 20 g/t de flocoante com uma velocidade de aproximadamente 0,6 cm/s.

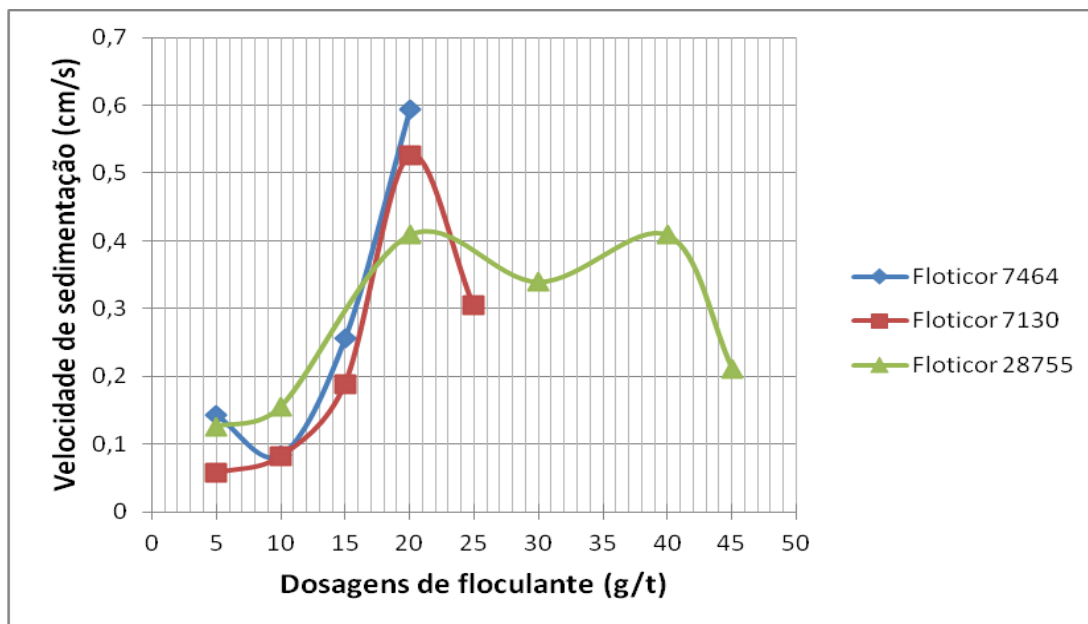


Figura 5.16: Velocidade de sedimentação em polpas com adição de flocculantes utilizando poliacrilamidas de cargas catiônicas, aniônicas e não iônicas.

5.6.4 Comportamento de uma polpa utilizando coagulante sulfato de alumínio

Foram estudadas diversas dosagens do coagulante sulfato de alumínio para se observar o seu comportamento para definir a melhor velocidade de sedimentação.

A Figura 5.17 apresenta a velocidade de sedimentação para as dosagens de coagulante em g/t: 25,50,75,100,300,500,700,900,1100,1300,1500 e 2000 g/t.

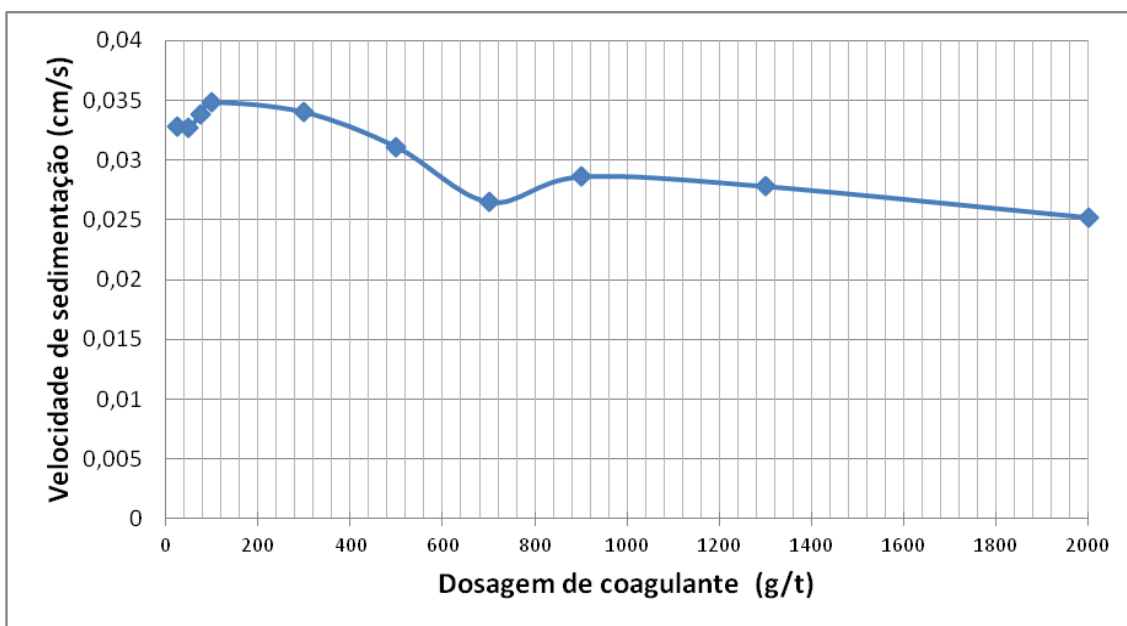


Figura 5.17 Velocidade de sedimentação do coagulante sulfato de alumínio para dosagens até 2.000 g/t.

Observou-se que até a dosagem de 100 g/t de sulfato de alumínio ocorreu um aumento significativo na velocidade de sedimentação. Na Figura 5.18 pode ser melhor observado este comportamento.

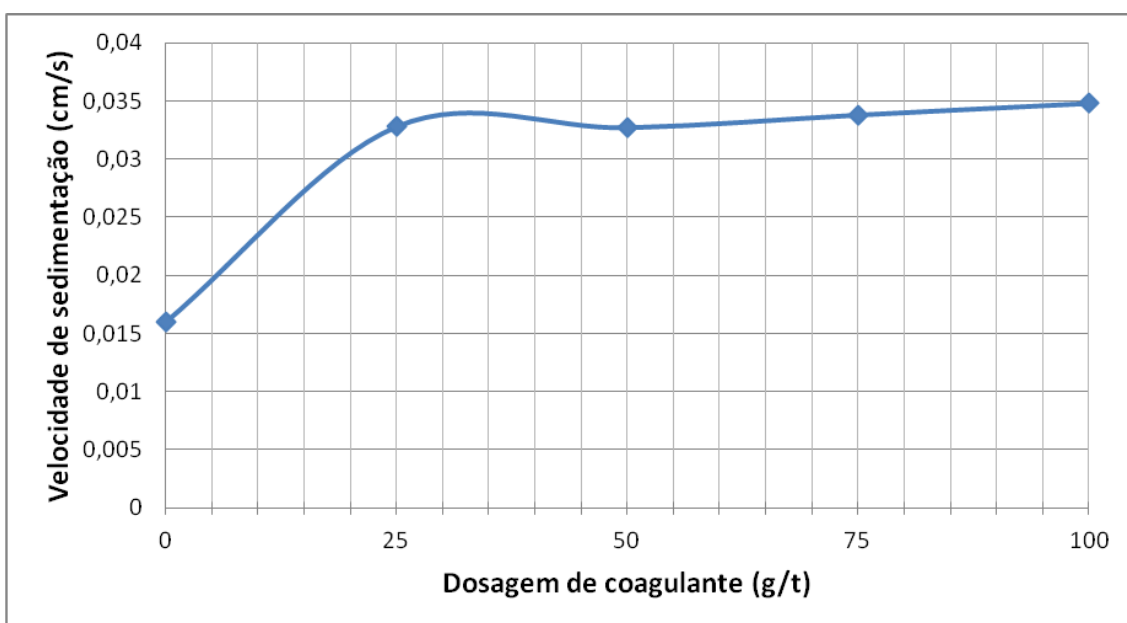


Figura 5.18: Velocidade de sedimentação do coagulante sulfato de alumínio para dosagens até 100 g/t.

Pode-se observar que a maior velocidade de sedimentação utilizando uma menor dosagem de coagulante (25 g/t) é de aproximadamente 0,033cm/s . Mas para uma dosagem de 100 g/t observou-se uma velocidade um pouco maior comparada a dosagem de 25 g/t.

Na Tabela V.17 pode-se observar a influencia da velocidade de sedimentação e turbidez relacionada com cada dosagem de coagulante.

Tabela V.17: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de coagulante

Dosagem (g/t)	Turbidez (NTU)	Velocidade de sedimentação (cm/s)
0	285	0,0160
25	127	0,0328
50	165	0,0327
75	116	0,0338
100	171	0,0348
300	142	0,0340
500	116	0,0311
700	111	0,0265
900	90	0,0286
1300	100	0,0278
2000	119	0,0252

5.6.5 Estudo do comportamento para diversos tipos de cargas das poliacrilamidas com polpas de minério com adição de coagulante sulfato de alumínio

Definiu-se anteriormente que para as maiores velocidades de sedimentação com o uso das poliacrilamidas catiônicas foram alcançados com o é Flotisor FL7464. Para as poliacrilamidas aniônicas as maiores velocidades foram obtidas com Flotisor FL7130 e para as poliacrilamidas não iônicas o melhor resultado foi obtido com o é Flotisor FL28755.

Foram realizados testes de sedimentação com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com dosagens de 25 g/t e 100 g/t, pois para estas dosagens observou-se uma maior velocidade de sedimentação .

5.6.5.1 Comparação de testes de Floculante Catiônico com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio e polpa com adição de floculante

A Figura 5.19 apresenta a velocidade de sedimentação para uma polpa de 10% de sólido em massa, com adição de coagulante sulfato de alumínio com dosagens de 25g/t e 100 g/t. Comparando-se para uma mesma dosagem de floculante, com uma polpa com adição de coagulante , a maior velocidade de sedimentação foi obtida com a polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com uma dosagem de 100 g/t.

Observou-se que a polpa com adição de floculantes teria, neste caso, maior velocidade de sedimentação e uma menor dosagem de reagente se comparada com a polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.

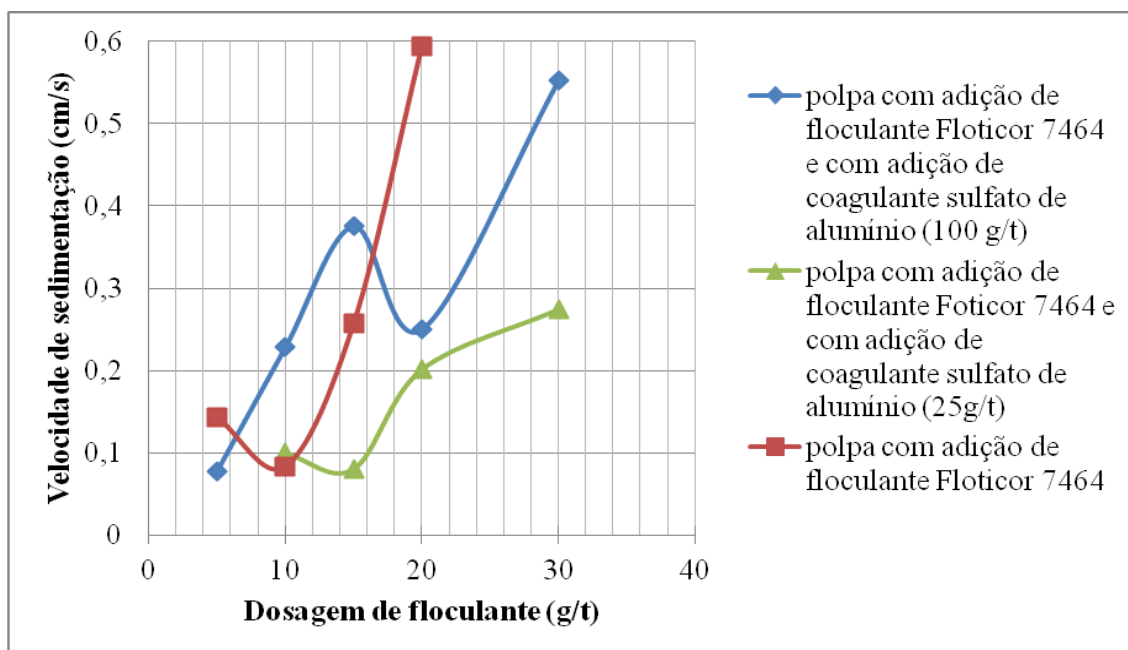


Figura 5.19: Velocidade de sedimentação utilizando floculante catiônico com polpa com adição de floculante e com adição de coagulante sulfato de alumínio

5.6.5.2 Testes de Floculante Aniônico com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio

A Figura 5.20 apresenta a velocidade de sedimentação para uma polpa de 10% de sólido, em polpa com adição de floculante e polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com dosagens de 25g/t e 100 g/t.

Observou-se que a polpa com adição de floculante e a polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com uma dosagem de 25g/t tem uma velocidade de sedimentação muito próxima.

Devido a economia de reagentes, a polpa com adição de floculante seria uma melhor escolha, pois teria uma maior velocidade de sedimentação com uma mesma quantidade de floculante.

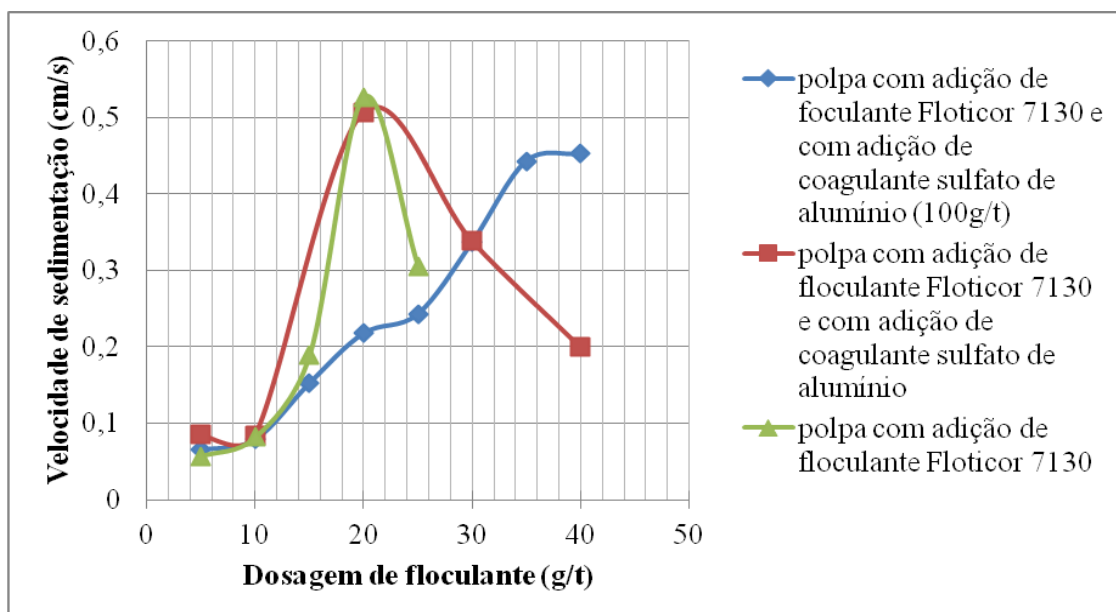


Figura 5.20: Velocidade de sedimentação utilizando floculante aniônico com polpa com adição de floculante e polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio .

Nas Tabelas V.19 e V.20 pode-se observar a influencia da velocidade de sedimentação e turbidez relacionadas com cada dosagem de floculante, utilizando uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com dosagens de 25 g/t e 100 g/t respectivamente.

Na Tabela V.18 pode-se observar a influencia da velocidade de sedimentação e turbidez relacionada para cada dosagem de floculante, utilizando uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com uma dosagem de 25 g/t.

Tabela V.18 Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante catiônica para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t

Dosagem (g/t)	Turbidez (NTU)	Velocidade de sedimentação (cm/s)
0	285	0,0160
5	78	0,0998
10	113	0,0801
20	154	0,2017
30	144	0,2750

Tabela V.19: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante aniônica para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t

Dosagem (g/t)	Turbidez (NTU)	Velocidade de sedimentação (cm/s)
0	285	0,0160
5	118	0,0853
10	80	0,0847
20	33	0,5067
30	22	0,3387
40	12,6	0,2000

Tabela V.20: Influencia da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante aniônica para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 100 g/t

Dosagem (g/t)	Turbidez (NTU)	Velocidade de sedimentação (cm/s)
0	285	0,0160
5	117	0,0657
10	94	0,0793
15	74	0,1527
20	43	0,2183
25	27	0,2433
30	10	0,3367
35	11	0,4433
40	13	0,4533

5.6.5.3 Testes de Floculante Não Iônico com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio

A Figura 5.21 apresenta a velocidade de sedimentação para uma polpa de 10% de sólido, com adição de coagulante, com dosagens de 25g/t e 100 g/t de sulfato de alumínio.

Utilizando uma poliacrilamida de carga não iônica a maior velocidade de sedimentação, com uma menor dosagem de reagente, seria a da polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio com uma dosagem de 100 g/t e utilizando o reagente Flotisor 28755.

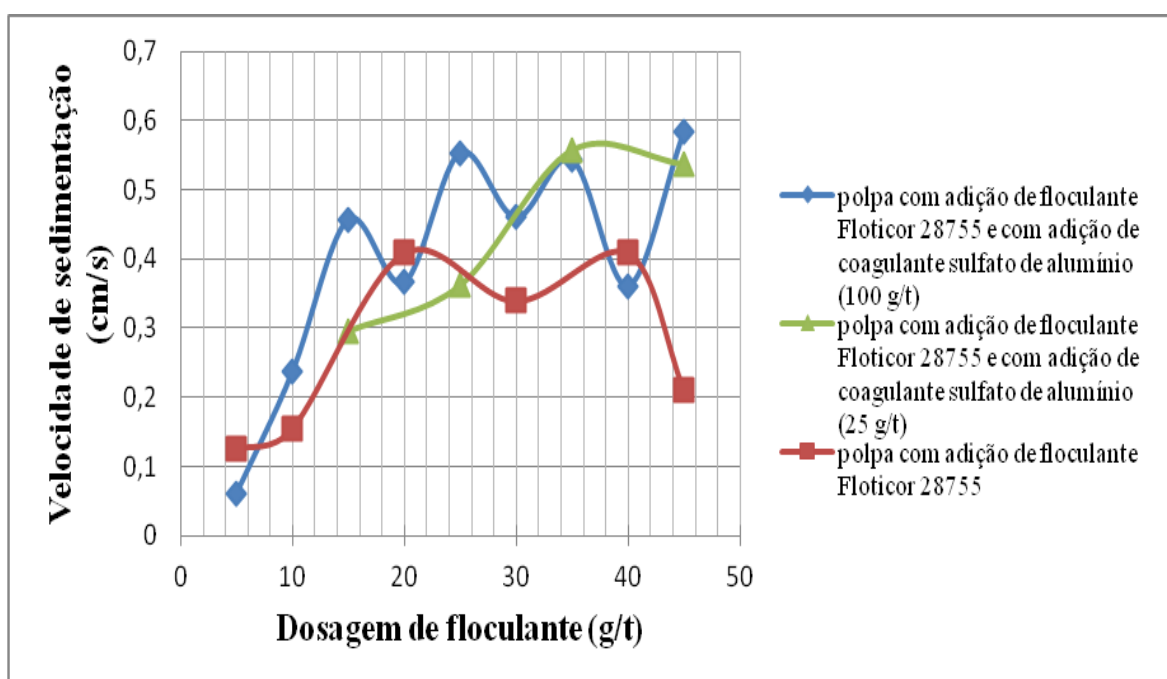


Figura 5.21: Velocidade de sedimentação utilizando floculante não iônica com polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio.

Na Tabela V.21 pode-se observar a influência da velocidade de sedimentação e turbidez relacionada para cada dosagem de floculante, utilizando uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t.

Tabela V.21: Influência da velocidade de sedimentação e turbidez para cada dosagem de floculante não iônica para uma polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio 25 g/t

Dosagem (g/t)	Turbidez (NTU)	Velocidade de sedimentação (cm/s)
0	285	0,0160
15	117	0,2960
25	101	0,3620
35	72	0,5567
45	37	0,5367

5.6.6 Desempenho dos flocculantes em testes com adição de coagulantes e testes com adição de flocculante

Na Figura 5.22 observa-se a polpa com adição de flocculante e com adição de coagulante sulfato de alumínio com uma dosagem de 100 g/t para as cargas das poliacrilamidas: catiônica, aniônica e não iônica.

De acordo com a Figura 5.22 conclui-se que a polpa com maior velocidade de sedimentação, utilizando uma menor dosagem de flocculante, seria a polpa com adição de flocculante utilizando-se uma poliacrilamida catiônica Flotisor FL74644.

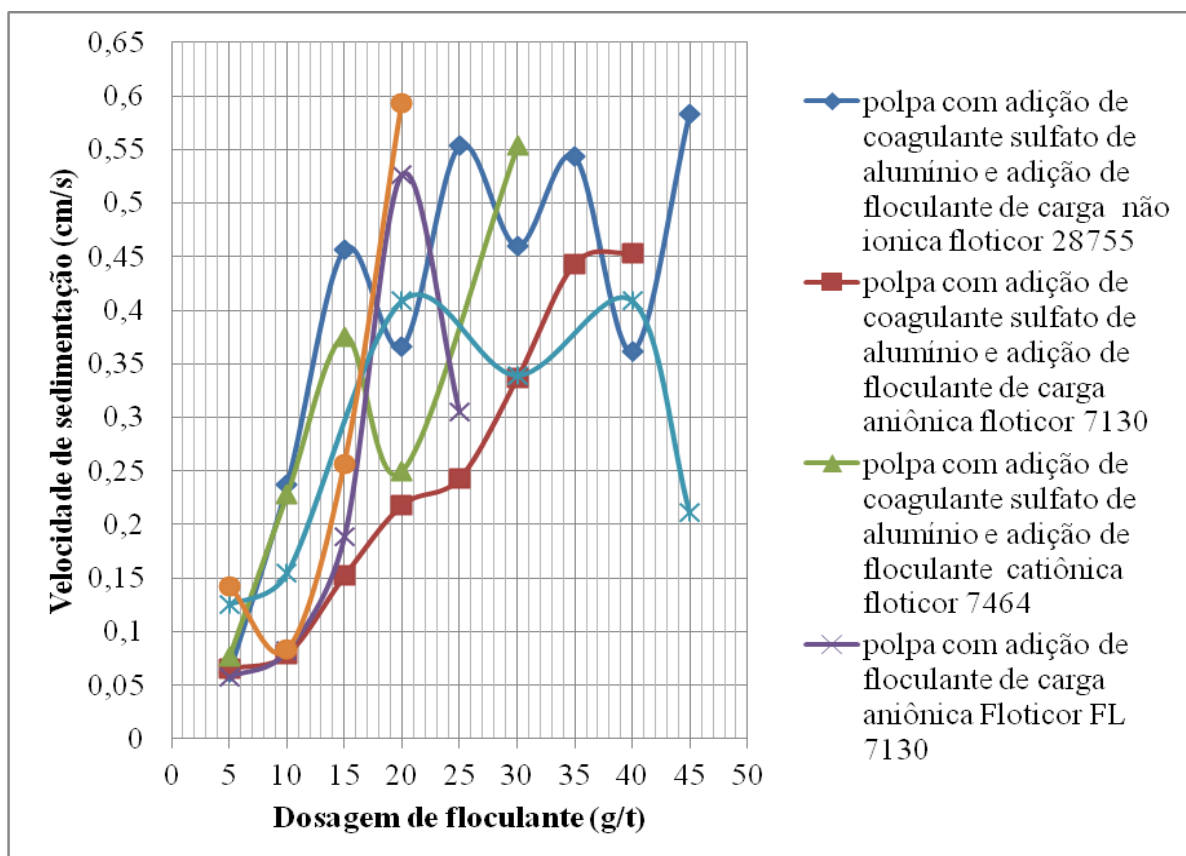


Figura 5.22: Velocidade de sedimentação para diversos tipos de flocculantes em polpas com adição de flocculantes e polpas com adição de coagulante sulfato de alumínio 100 g/t.

5.7 Caracterização das pastas minerais

5.7.1 Teste de abatimento "slump"

Foi definida através do teste de sedimentação, a melhor condição operacional: polpa com adição de flocculante utilizando uma poliacrilamida catiônica Flotisor FL7464 com uma dosagem de 20 g/t.

O comportamento das pastas obtidas foi estudado em função da porcentagem de sólidos em massa, a partir de 60 até 75% de sólidos em massa, para pastas na ausência de flocculantes e pastas utilizando o flocculante selecionado-Flotisor FL 7464. Os resultados dos testes de abatimento são apresentados na Tabela V.22 para pastas na ausência de flocculantes e pastas utilizando flocculante respectivamente.

Tabela V.22 Resultados de altura de abatimento de cone (Hs) das pastas minerais na ausência e presença de floculante

% Sólido	Ausência de floculante	Presença de floculante
	Hs (cm)	Hs (cm)
60	8,7	8,2
63	8	7,7
66	7,7	7,3
69	6,2	5,2
72	3,7	2,5
75	2,0	0,9

Na figura 5.23 pode- se observar que para uma polpa mineral na ausência de floculante em menores porcentagens de sólido há um aumento do abatimento, aumentando assim a mobilidade da pasta e diminuindo a coesão entre as partículas minerais. Quando aumenta-se a porcentagem de sólido em massa, diminuindo assim a quantidade de água na pasta mineral ocorre uma diminuição no adensamento e aumenta a coesão entre as partículas minerais.

Nas Figuras 5.23 (d) e 5.23 (e) respectivamente pode ser visualizada uma etapa de transição de polpa e pasta de baixa densidade entre 69% a 72% de sólido em massa. A Figura 5.23 (f) mostra que para uma porcentagem de sólido em massa de 75% tem-se a presença de pasta mineral , pois há um aumento na densidade devido a concentração de sólido.

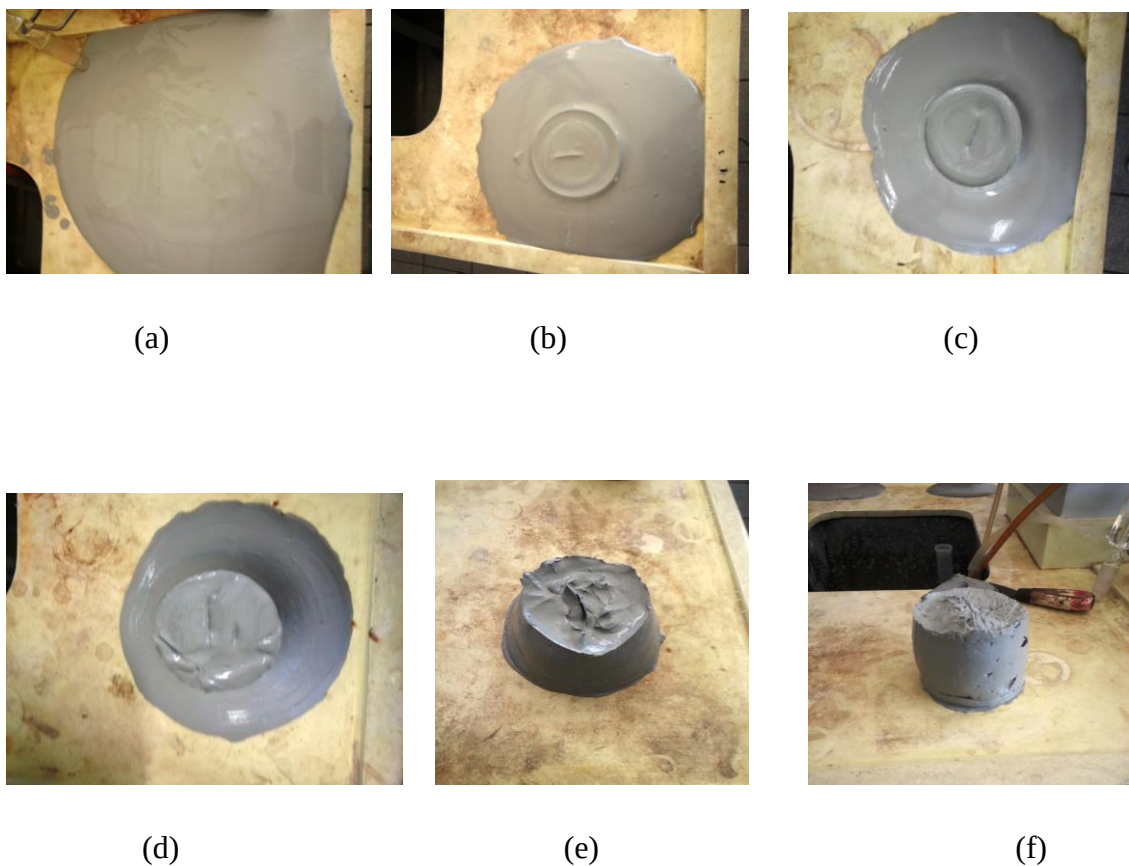


Figura 5.23: Sequencia de abatimento na ausência de floculante: (a) 60% de sólido em massa (b) 63% de sólido em massa (c) 66% de sólido em massa (d) 69% de sólido em massa (e) 72% de sólido em massa (f) 75% de sólido em massa.

Observando-se a figura 5.24 verifica-se que na presença de floculante tem-se uma diminuição no adensamento e um aumento da coesão entre as partículas minerais. Pode-se observar através das Figuras 5.24 (b) e Figura 5.24 (c) respectivamente, uma etapa de transição de polpa e pasta de baixa densidade já em 63% a 66% de sólidos em massa. Para 69% de sólidos em massa tem-se a presença de pasta mineral, observado na Figura 5.24 (d).

Observa-se que quando se acrescenta floculante na polpa mineral haverá como consequencia o aumento da coesão entre as partículas minerais.

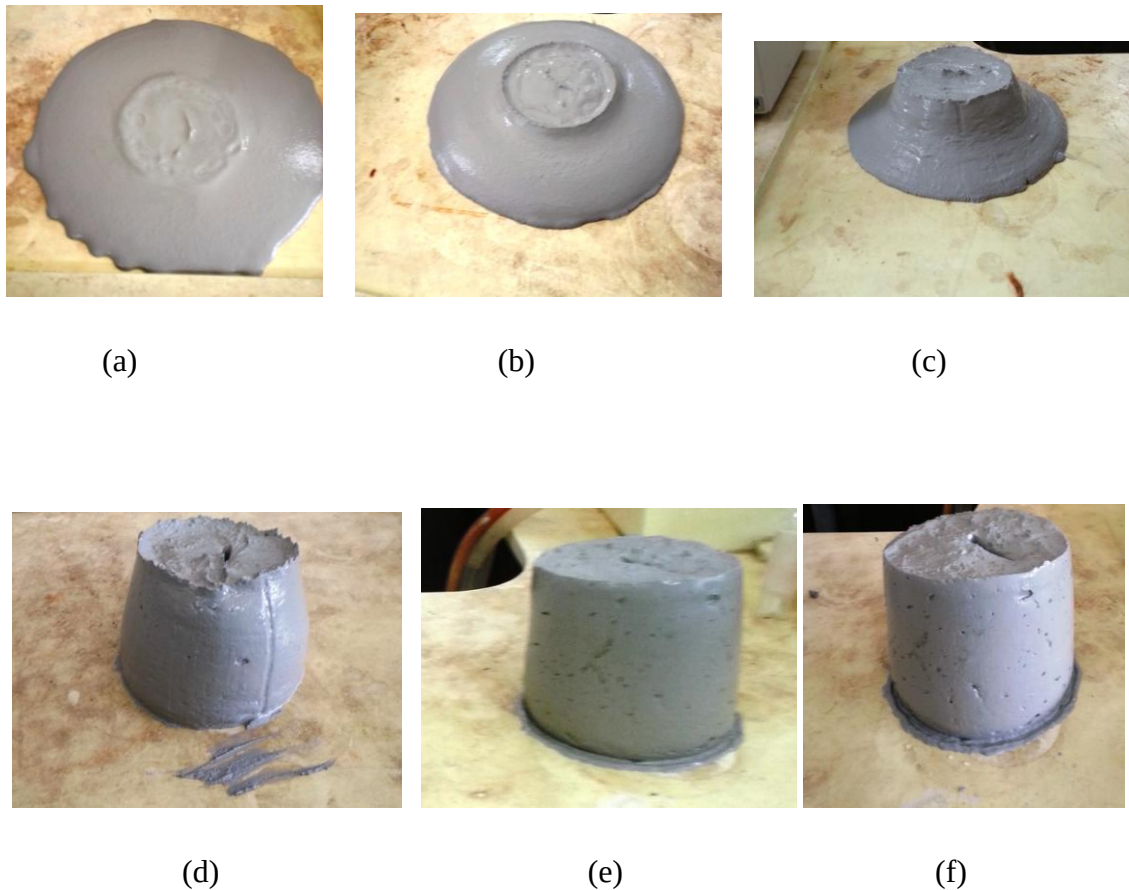


Figura 5.24: Sequencia de abatimento na presença de flocoante: (a) 60% de sólido em massa (b) 63% de sólido em massa (c) 66% de sólido em massa (d) 69% de sólido em massa (e) 72% de sólido em massa (f) 75% de sólido em massa.

5.7.2 Tensão de escoamento da polpa (“yield stress”)

Os resultados de “yield stress” são apresentados a seguir para diferentes porcentagens de sólidos na presença e na ausência de flocoante Flotisor FL 74644.

A Tabela V.23 apresenta os valores experimentais da tensão de escoamento para a polpa estudada na ausência de flocoante e na presença de flocoante Flotisor FL 74644.

Tabela V.23: Resultados experimentais dos testes de tensão de escoamento (“yield stress”) para a polpa estudada na ausência e presença de flocoante

	Ausência de floculante	Presença de floculante
% Sólido em massa	Tensão de escoamento (Pa)	Tensão de escoamento (Pa)
58	6,03	10,76
60	11,83	14,46
62	16,87	26,84
64	26,43	52,61
66	47,12	64,82
68	69,38	71,63
70	80,87	95,20

Observa-se na Figura 5.25 que à medida que a concentração de sólidos em massa aumenta a tensão de escoamento (“yield stress”) também tem um aumento, sendo que este comportamento se ajusta à seguinte equação polinomial de segunda ordem: $y = 0,4072 x^2 - 45,513 x + 1275,5$, com uma correlação de 0,9853 na ausência de floculante. Já na presença de floculante o comportamento também se ajusta à seguinte equação polinomial de segunda ordem: $y = 0,1321 x^2 - 9,6631 x + 123,36$, com uma correlação de 0,9752.

Verifica-se também que o aumento da tensão de escoamento não é proporcional ao aumento da concentração de sólidos em massa.

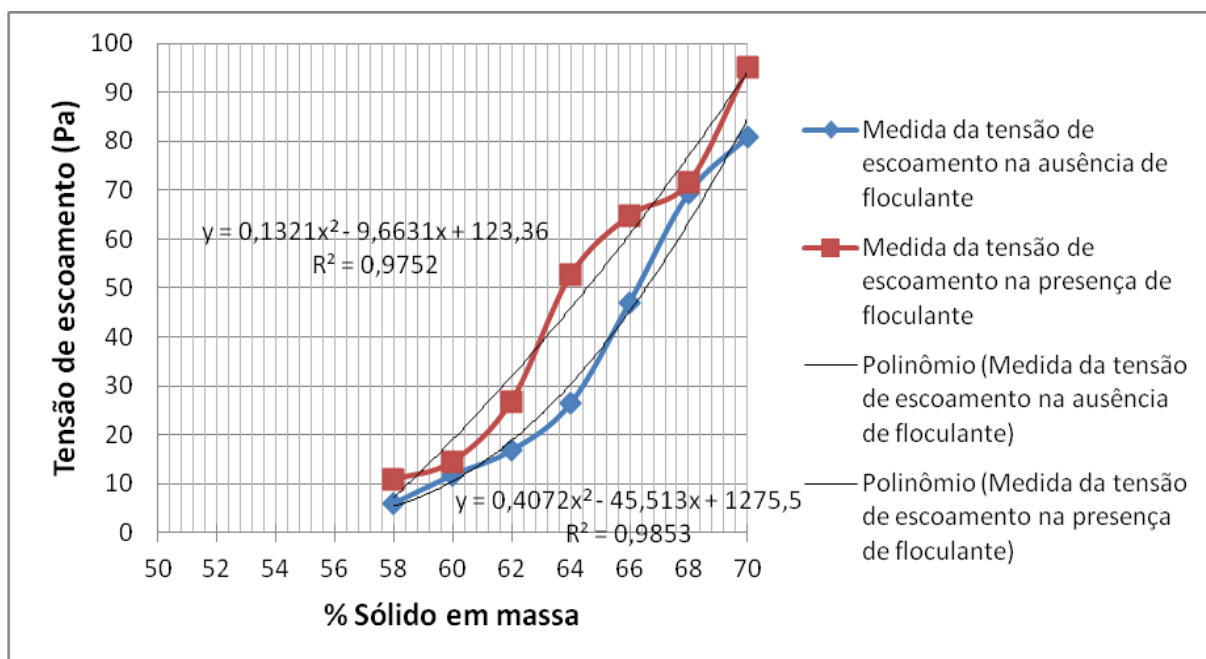


Figura 5.25 : Valores de “yield stress” para as diferentes concentrações da polpa com pH natural.

6. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados das análises químicas e de imagem obtidos foi apresentado claramente que a amostra estudada é constituída principalmente de magnésio, oxigênio, cálcio, fósforo silício, ferro e enxofre. Elementos como alumínio, sódio, cobre, manganês, cério, titânio, potássio, zinco e estrôncio se apresentam em menores proporções.

De acordo com a difração de raio x e a quantificação de fases pelo método de Rietveld, a composição química típica da amostra sólida estudada apresenta os seguintes conteúdos principais: 81% calcita magnesiana, 11% dolomita, 7% flúor apatita e 2% biotita magnesiana.

A amostra é muito fina: d_{50} das partículas é 5,1 μm , classificado segundo a IUPAC de microporos ($d \leq 2 \text{ nm}$).

O valor da massa específica média da amostra é 2,55 g/cm^3 .

O valor da ASE pelo método de Blaine: 16.470,6 cm^2/g e pelo método de BET: 26.860 cm^2/g .

A isoterma de BET é classificada do tipo II: material é do tipo não poroso ou macroporoso. Com os dados de modelamento BJH a amostra é classificada como compacta.

A velocidade de sedimentação de uma polpa contendo 10% de sólidos em massa é de $1,6 \times 10^{-2} \text{ cm/s}$ na ausência de reagentes.

Analisando os flocculantes em polpa com adição de flocculantes e pH natural, o flocculante que obteve maior velocidade de sedimentação e menor dosagem é o Flotisor 7464 com uma dosagem de 20 g/t e uma velocidade de sedimentação de 0,6 cm/s.

Utilizando somente o coagulante sulfato de alumínio com várias dosagens, conclui-se que a maior velocidade de sedimentação é de $3,48 \times 10^{-2} \text{ cm/s}$ utilizando uma dosagem de 100 g/t. Para a dosagem de 25 g/t a velocidade de sedimentação é de $3,28 \times 10^{-2} \text{ cm/s}$.

Utilizando os floculantes pré selecionados (Flotisor 7464, Flotisor 7130, Flotisor 28755) e a polpa com adição de coagulante sulfato de alumínio (25 g/t e 100 g/t) observa-se que o melhor desempenho na velocidade de sedimentação foi obtida com a polpa com adição de coagulante Flotisor 7464 e dosagem de 20g/t.

No teste de adensamento, na ausência de floculante, observou-se que para 72% de sólidos em massa tem-se a presença de pasta mineral, ao passo que utilizando-se o floculante Flotisor 7464 com a dosagem de 20 g/t observou-se que com 69% de sólido em massa tem-se a presença de pasta mineral. A presença de floculante diminui o adensamento e aumenta a coesão entre as partículas minerais.

.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Analisar o comportamento da velocidade de sedimentação, com as mesmas variáveis estudadas, acrescentando a variável pH.

Caracterizar as pastas do ponto de vista reológico, analisando o comportamento da amostra na presença de coagulante e floculante.

Quantificar a melhor dosagem de coagulante e floculante para uma condição de bombeamento da pasta mineral para utilização em preenchimento da cava de mina à céu e preenchimento de cavidades subterrâneas (backfill).

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANTONIASSI, J.L. et al. Caracterização mineralógica em bauxitas de Porto Trombetas, PA. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 22., 2007, Ouro Preto, MG. Proceedings. Ouro Preto: UFOP/UFMG/CDTN/2007.v.1, p.45-52.

ARAUJO, A. C., SOUZA, C. C., AMARANTE, S. C. Rejeitos Adensados para Disposição em Superfície - Nova Tecnologia em Minério de Ferro. In: IV SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO, IV, 2003, Ouro Preto, *Anais*. Ouro Preto, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, p. 610-619, 2003.

ATTIA, Y.A., Flocculation. In.: Colloid Chemistry in Mineral Processing. Laskowski, J.S.; Ralston, J. (eds.). Elsevier Science Publishers, Chapter 9, p. 277-308, 1992..

BALTAR, C.A.M. Processos de Agregação. In: BENVINDO, A.L et al. Tratamento de Minérios. 5ª Edição. CETEM – Centro de Tecnologia Mineral; Rio de Janeiro-Brasil, p.559-594, 2010.

BARNES, H. A., NGUYEN, Q. D. Rotating Vane Rheometry –a Review. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 98, p. 1-14, 2001.

BARNES, H.A.; HUTTON, J.F.; WALTERS, K. An Introduction to Rheology, 1 ed.; Elsevier: New York, 1989; vol.3.

BARREDA, R. H. O. Desenvolvimento de equipamento produtor de pasta mineral para aproveitamento dos rejeitos das lamas calcárias e diminuição do impacto ambiental. 2012. 150 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2012.

BRAGG, L.B & CLARINGBULL, G.F., Crystal structures of minerals, 409 p., G.Bell & sons, London., 1965.

BRANDÃO, P. R. G. Agregação e dispersão. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2010 (Notas de aula).

BENVINDO, A.L et al. Tratamento de Minérios. 3ª Edição. CETEM – Centro de Tecnologia Mineral; Rio de Janeiro - Brasil, 2002.

CAMPOS, A, F, C.; TOURINHO, F, A.; SILVA, G, J.; LARA, M, C, F, L.; Depeyrot, J.; Eur.Phys. J. E.,2001

CHAVES, A.P. e colaboradores, Teoria e Prática do Tratamento de Minérios, Vol. II, Desaguamento, Espessamento e Filtragem. Brasil – São Paulo, 2004.

CLAESSON, P.M., DAHLGREN, M.A.G., ERIKSSON, L., 1994. Forces between Polyelectrolyte-Coated Surfaces: Relations between Surface Interaction and Floc Properties, Colloids and Surfaces, vol. 93, pp. 293-303

CLAYTON, S., GRICE, T. G., BOGER, D. V. Analysis of the Slump Test for on-site Yield Stress Measurement of Mineral Suspensions. *International Journal of Mineral Processing*, Melbourne – Australia, No. 70, Jun-2003, p. 3-21.

DAHLGREN, M.A.G., 1994. Effect of Counterion Valency and Ionic Strength on Polyelectrolyte Adsorption. *Langmuir*, vol. 10, pp. 1580-1583.

DAMASCENO, E. C., (1989), The Patos de Minas phosphate deposit, Minas Gerais, Brazil, In “Phosphate deposits of the world” Notholt A.J.G., SheldonXP. and Davidson D.F. Edit., vol. 2: 100-103, Cambridge Univ. Press

DARDENNE M.A., The Brasília Fold Belt. In: Cordani U.G., Milani E.J., Thomaz Filho A.,Campos D.A.(Eds.) Tectonic Evolution of South America. 31th International Geological Congress, Rio de Janeiro, Brazil, p.231-263, 2000.

DARDENNE, M. A.; FREITAS-SILVA, F.H.; SOUZA, J.C.F. & CAMPOS, J.E.G., 1998 - Evolução Tectono-Sedimentar do Grupo Vazante no Contexto da Faixa de Dobramentos Brasília. In: SBG, XL CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, Belo Horizonte, Anais, SBG-MG, p. 26.

DZUY, N.Q., BOGER, D. V. Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions. *Journal of Rheology*, v . 27, p. 321-349, 1983.

ERIKSSON, L., ALM, B., ALDÉN, L., 1988. Relations between Flocculation Mechanisms, Floc Structures and Separation Properties. In: Moudgil, B.M., Scheiner,B.J. (eds), Flocculation & Dewatering, New York, USA, Engineering Foundation.

FISCHER,D.1.; MCCONNELL,D.1970.Aluminum-RichApatite.Science,164:551-553.

FITCH,B.;A Mechanism of Sedimentation. Industrial and Engineering Chemistry, vol.5,129-134, 1996.

GOUVÊA, D.; MURAD, B. B. S.; Influência das Características Acidobásicas da Superfície de Suspensões Cerâmicas de Al_2O_3 ou SnO_2 com Dispersantes Comerciais, Cerâmica ,v. 47, p. 51-56, 2001.

GREGORY, J. Rates of flocculation of latex particles by cationic polymers. Journal of Colloid and Interface Science, vol. 42, no 2, pp.448-456, fevereiro , 1973.

GREGORY, J., 1988. Polymer Adsorption and Flocculation in Sheared Suspensions, Colloids and Surfaces, 31, 231-253

GREGORY, J., 1992. Flocculation of Fine Particles. In: Mavros, P., Matis, K.A. (eds), Innovations in Flotation Technology, Dordrecht, The Netherlands, Kluwer Academic Publishers, 101-124

HAZEM,B.; BOUFI,S.; MAGNIN,A.-Alumina interaction with AMPS-PEG random copolymer II. Stability and rheological behavior - Colloids and Surfaces,v.253, p.145-153, 2005.

HEINRICH,E.W., The Geology of Carbonatites, 607p., Robert Krieger Publ. Comp. Inc., N.Y.,1980.

HENDERSON, J.M., WHEATLEY, A.D., 1987. Factors Effecting a Loss of Flocculation Activity of Polyacrylamide Solutions: Shear Degradation, Cation Complexation, and Solution Aging. Journal of Applied Polymer Science, vol. 33, pp. 669-684.

HERNANDEZ, C. A. O. Caracterização de Pastas Minerais, Dissertação de Mestrado do CPGEM, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Brasil. Fevereiro de 2005.

HOGG, R., 1988. The Dynamics of Polymer-Induced Flocculation of Fine-Particle Suspensions. In: Moudgil, B.M., Scheiner, B.J. (eds.), Flocculation Dewatering, New York, USA, Engineering Foundation.

HOGG, R. Flocculation Dewatering. *International Journal of Mineral Processing*, 58 (1-4), 223-236, 2000.

HUNTER, R. J. *Introduction to modern colloid science*. 1a Ed. Oxford: Oxford University Press, 1994. 352p. (Oxford Science Publications)

JEWELL, R. Paste & Thickened Tailing (P&TT) in the Australian Mining Industry. In: HIGH DENSITY & PASTE 2002 SEMINAR, Apr-2002, Santiago - Chile, Apresentações digitais. Santiago, Apr-2002.

JUNG, S. J., BISWAS, K. Review of Current High Density Paste Fill and its Technology. *Mineral Resources Engineering*, Idaho – USA, Vol. 11, No. 2, Jun 2002, p. 165-182.

KELESSIDIS, V.C., MAGLIONE, R. Yield Stress of Water-Bentonite Dispersions. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, v.318, p.217-226, 2008.

KHANGAONKAR, P.R., SUBRAMANI, K.J.B., 1993. Flocculation of Hematite Fines by Anionic Polyacrylamide Polymers. *Minerals Engineering*, vol. 6, n^o7, pp. 765-774

KIM, Y. H. Coagulants and flocculants; theory and practice, 1a Ed. Littleton: Tall Oaks Publishing, Inc., 1995. 85p.

KIRWAN, L. J. An Investigation of polyacrylate adsorption onto hematite. Perth: Curtin University of Technology, 2002, 191p. (Tese, Doutorado em Química Aplicada).

KISSA, E. *Dispersions*; characterization, testing and measurement. 1a Ed. New York: Marcel Dekker, Inc., 1999. 724p. (Surfactant Science Series, vol. 84).

KITCHENER, J. A. Principles of action of polymeric flocculants. *British Polymer Journal*, vol. 4, pp.217-229, 1972.

KITCHENER, J.A., 1978. Flocculation in Mineral Processing. In: Ives (ed), *The Scientific Basis of Flocculation*, Alphen aan den Rijn, The Netherlands, Sijthoff & Noordhoff International Publishe

KRISHNAN, S.V.; ATTIA, Y.A., 1988. Polymeric Flocculants. In.: *Reagents in Mineral Technology*. Somasundaran, P. and Moudgil, B.M. Marcel Dekker, Inc. New York, 485-518.

KRISHNAN, S.V.; ATTIA, Y.A., 1988. Polymeric Flocculants. In.: Reagents in Mineral Technology. Somasundaran, P. and Moudgil, B.M. Marcel Dekker, Inc. New York, 485-518.

KOKSAL, E.; RAMACHANDRAN, R.; SOMASUNDARAN, P.; MALTESH, C., 1990. Flocculation of oxides using Polyethylene Oxide. Powder Technology, 62, 253-259.

LA MER, V. K. & HEALY, T. W. The role of filtration in investigating flocculation and redispersion of colloidal dispersions. Journal of Physical Chemistry, vol. 67, no 11, pp.2417-2420, novembro, 1963

LA MER, V.K., SMELLIE, JR., R.H., LEE, P-K., 1957. Flocculation, Subsidence, and Filtration of Phosphate Slimes. IV. Flocculation by Gums, and Polyelectrolytes and Their Influence on Filtration Rate. Journal of Colloid Science, vol. 12, pp. 230-239.

LEE, L.T., SOMASUNDARAN, P., 1991. Effects of Inorganic and Organic Additives on the Adsorption of Nonionic Polyacrylamide on Hematite. Journal of Colloid and Interface Science, vol. 142, no2, pp. 470-479.

LINS, F. A. F. Minerais coloidais, teoria DLVO estendida e forças estruturais. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2000. 29p. (Série Tecnologia Mineral, no 78).

LEWELLYN, M.E.; AVOTINS, P.V., 1988. Dewatering/Filtering Aids. In.: Reagents in Mineral Technology. Somasundaran, P. and Moudgil, B.M. Marcel Dekker, Inc. New York, 559-578

LIDDELL, P. V. BOGERD. V. Yield Stress Measurements with the Vane. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 63, p. 235-261,1996

LOSANO, F.A.E.Seleções de locais para barragens de rejeito usando o método de análise hierárquica.São Paulo, 2006.142 p. (Dissertação Mestrado em Engenharia Geotécnica).

LUCKHAM, P. F. & ROSSI, S. The colloidal and rheological properties of bentonite suspension, Advances in Colloid and Interface Science, vol. 82, pp.43-92, outubro, 1999.

LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A. e ALMEIDA, S. L. M.. Tratamento de Minérios. 4ª Ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, dezembro, 2004. 867p. Cap. 14.

MAGDASSI, S. e RODEL, B. Flocculation of montmorillonite dispersions based on surfactant-polymer interactions. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 119, pp. 51-56, 1996.

MASLIYAH, J. H.,BHATTACHARJEE,S., 2006, Electrokinetic and Colloid Transport Phenomena.Hoboken, New Jersey, JohnWiley & Sons, Inc.

MASON,B.H , Princípios de Geoquímica, Editora da USP/Ed. Polígono,1971.

MATHUR, S.; MOUDGIL, B.M., 1997. Adsorption mechanism(s) of poly(ethylene oxide) on oxide surfaces. Journal of Colloid and Interface Science, 196, 92-98.

McKETTA, JOHN J.; Unit Operations Handbook.1993, volume 1, cap.2.METCALF; EDDY, Inc. Wastewater engineering: Treatment, Disposal, Reuse, 2 ed. New York, McGraw-Hill,1979,920p.

McCONNELL,D. 1970.Crystal chemistry of bone mineral: hydrated carbonate apatites. American Mineralogist, 55: 1659-1669

MICHAELS, A.S., MORELOS, O., 1955. Polyelectrolyte Adsorption by Kaolinite. Industrial and Engineering Chemistry, vol. 47, nº9, pp. 1801-1809

MICHAELS,A.S.;BOLGER,J.C.; Setting rates and sediment volumes of flocculated Kaolin suspensions. Industrial and Enginnering Chemistry Fundamentals, v.1 pag.24-32,1962.

MONTEL,G. Conceptions nouvelles sur la physico-chimie des phosphates de structure apatitique. Colloque Intern. sur les phosphates minéraux solides,1967,Toulouse.Bulletin de la Societé Chimique de France 1968,numero special, p.1693-1700.

MOSS, N., 1978. Theory of Flocculation, Mine and Quarry, vol. 7, no 5, pp. 57-61.

MOUDGIL, B.M., SHAH, B.D., 1986. Selection of Flocculants for Solid-Liquid Separation Processes. In: Advances in Solid-Liquid Separation. Muralidhara, H.S. (ed.). New York, USA, Battelle Press, pp. 191-204.

MPOFU, P., ADDAI-MENSAH, J., RALSTON, J., 2005. Interfacial chemistry, particle interactions and improved dewatering behaviour of smectite clay dispersions. *International Journal of Mineral Processing*, 75, 155-171

NIEBLE, C.M., ROCHA, R. dos S. Método construtivo usa rejeitos para construir barragem de deposição. *Construção Pesada*, São Paulo, v.6, n.70, p90-96, 1976.

NGUYEN, Q.D., BOGER, D.V., Measuring the flow properties of yield stress fluids. *Annual Review Fluid Mech.*, Vol 24, pp 47-88, 1992.

OLIVEIRA, Maria Lúcia Magalhães; LUZ, José Aurélio Medeiros. Curso de espessamento e filtragem. EM/UFOP. Ouro Preto, MG, 2007. p. 14.

PANDOLFELLI V.C OLIVEIRA, I.R., STUDART, A.R., PILEGGI, R.G., Empacotamento de partículas, Princípios e aplicações em processos cerâmicos. São Paulo, 2000. 111p.

PAVANELLI, G. Eficiência de diferentes tipos de coagulantes na coagulação, floculação e sedimentação de água com cor ou turbidez elevada. São Carlos: Universidade de São Paulo, 2001. 216p. (Dissertação, Mestrado em Hidráulica e Saneamento).

PENG, F.F., DI, P., 1994. Effect of Multivalent Salts -Calcium and Aluminum on the Flocculation of Kaolin Suspension with Anionic Polyacrylamide. *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 164, pp. 229-237.

PERRY, R.H.; GREEN, D.W. *Chemical Engineers Handbook*, 7^o ed., Mc Graw-Hill, pag. 18-133, 1999.

POTGIETER, J. H. (1996) An investigation into the correlation between different surface area determination techniques applied to various limestone-related compounds. *Elsevier Science, Cement and concrete research* 26: 1613-1617.

REERINK, H. e OVERBEEK, J. Th. G. Discussions. *Faraday Society*, vol. 18, no 74, 1954.

RICHSTFDON, P.F.; CONNELLY, L.J. Industrial Coagulants and Flocculants. In.: Reagents in Mineral Technology. Somasundaran, P. and Moudgil, B.M. (editors). Marcel Dekker, Inc., 519-558,1988.

SHARMA, B.R., DHULDHOYA, N.C., MERCHANT, U.C. Flocculants Ecofriendly Approach. Journal Polymer Environmental, 14, 195- 202, 2006

SHAW, D. J. *Introduction to colloid and surface chemistry* (Colloid and Surface Engineering). 4a ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1992.

SILVA, F. A. N. G. Estudos de Caracterização Tecnológica e Beneficiamento do Caulim da Região Borborema–Seridó. 2007. Dissertação (Mestrado). Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ.

SILVEIRA,E.B.S.;READES,D.W. Barragens para contenção de rejeitos.In: SEMINÁRIO NACIONAL DE GRANDES BARRAGENS,9,1973,Rio de Janeiro. Anais Rio de Janeiro: SNGB, 1973. 35p. Tema 2

SLANSKY, M. Géologie des phosphates sédimentaires. Mém. BRGM, n ° 114, 1980.92p.

SUEYOSHI, K. H. Propriedades coloidais e reológicas de suspensões de bentonita aditivadas com poliacrilamida e cloreto de sódio, Campinas: UNICAMP, 1994. 105p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Petróleo)

SWIFT, J. D., SIMIC, K., JOHNSTON, R. R. M., FAWELL, P. D. e FARROW, J. B. A study of the polymer flocculation reaction in a linear pipe with a focused beam reflectance measurement probe. International Journal of Mineral Processing,vol. 73, no 2-4, pp.103-118, February, 2004

THERIAULT, J. A., FROSTIAK, J., WELCH, D. Surface Disposal of Paste Tailings at the Bulyanhulu Gold Mine, Tanzania, 2001, p.1-8.

TURIAN, R. M., MA, T. W., HSU, F. L. G., SUNG, D. J. Characterization, Settling, and Rheology of Concentrated Fine Particulate Mineral Slurries. Powder Technology, v. 93, p. 219-233, 1997

VALADÃO, G.E.; Notas de Aula do Curso de Especialização em Recursos Minerais – DEMIN: ERM 526 – Separação Sólido- Líquido I. Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.

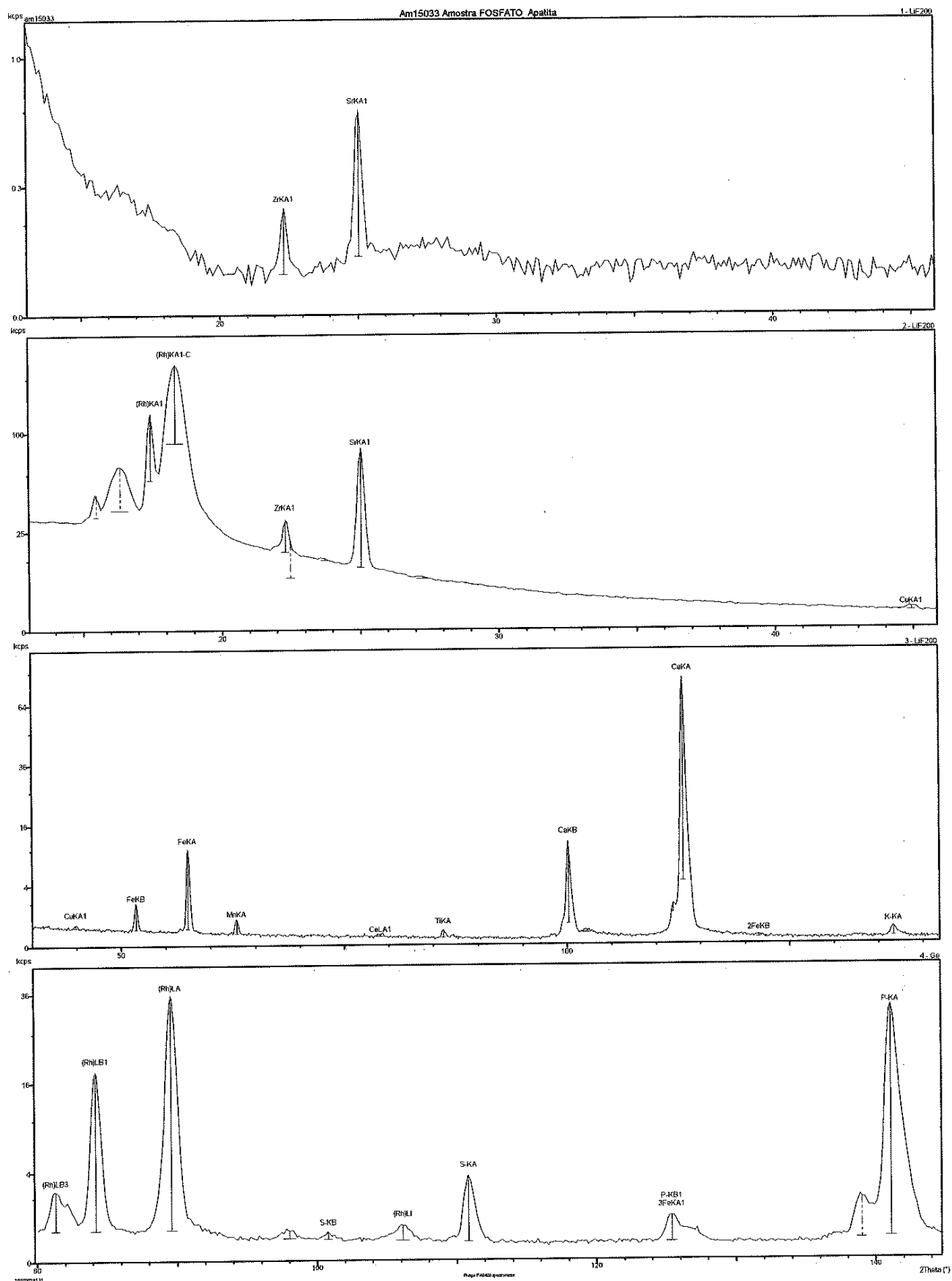
VERRAL K., WARWICK, P. e FAIRHURST, A. Application of Schulze-Hardy rule to haematite and haematite/humate colloid stability. Colloids and Surfaces A:Phisicochemical and Engineering Aspects, vol. 150, pp.261-273, maio, 1999.

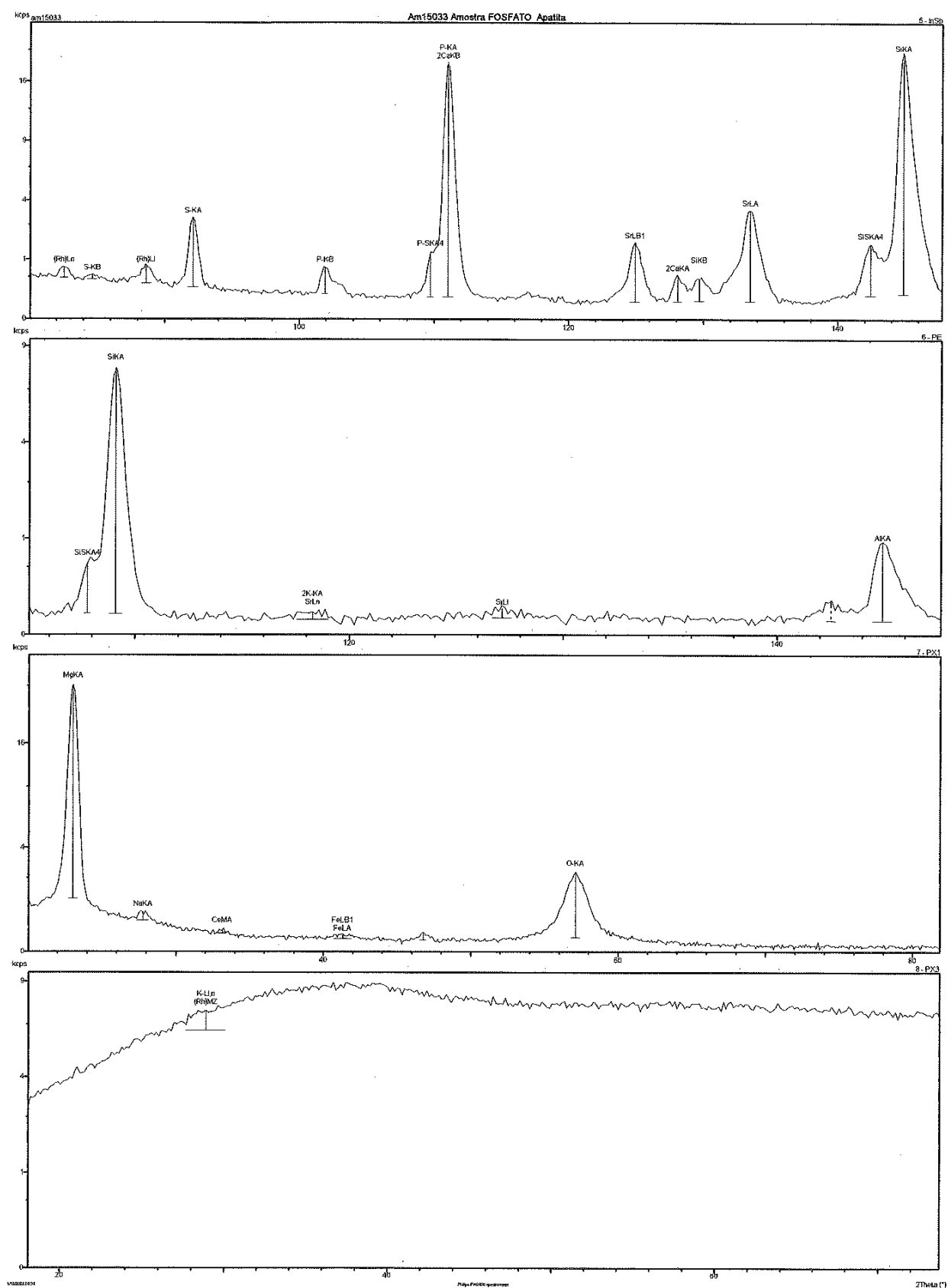
VICK,S.G. Planning, design and analysis of tailing dams. New York: John Wiley & Sons,1983.369p.

WALLAEYS,R. Colloque Intem. sur les phosphates minéraux solides, 1967, Toulouse. Bulletin de la Société Chimique de France,1968, numero special, p.

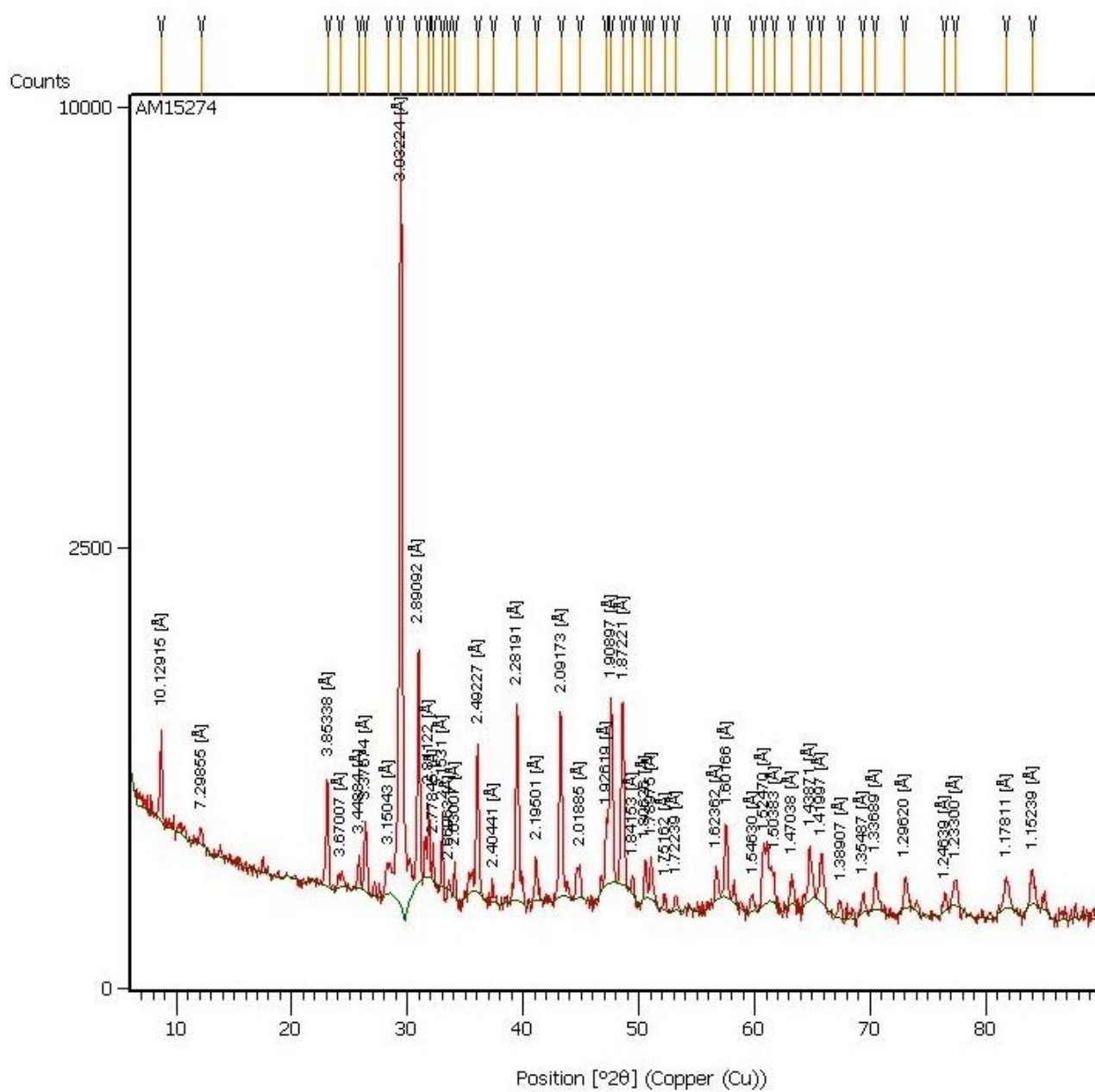
ZUPANIC,A.;LAPASIN,R.;KRISTOFFERSSON,A. Rheological properties of aqueous α -Al₂ O₃ suspensions: influence of dispersant concentration. The Canadian Journal of Chemical Engineering, v.77, p.617-36,1999.

ANEXO A : FLUORESCÊNCIA DE RAIO X





ANEXO B: DIFRAÇÃO DE RAIO X



ANEXO C: ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

 SYMPATEC HELOS VECTRA - User identification

S Y M P A T E C H E L O S Particle size analysis

Measure method suspension cell (SUCELL) Sonication time 60 s
 Dispersant Hexametaf.Na0.05 Pause s
 Additive Stirring rate

Focal length = 20 mm Date 07/07/16 / 11:02
 Measuring time = 4 s Filename C:\SYMPATEC\ISABEL\Am16024.HEL

Operator = Isabel Revalid. menu/form./func. /VAL
 Sample name = Rejeito fosfato - density 2.70 g/cm**3

Comments1

Comments2

xo/mym	Q3/% I	xo/mym	Q3/% I	xo/mym	Q3/% I	xo/mym	Q3/%
	I	0.62	3.03 I	2.50	31.77 I	10.20	72.69
0.18	0.00 I	0.74	4.98 I	3.00	35.75 I	12.20	79.40
0.22	0.00 I	0.86	7.20 I	3.60	40.00 I	14.60	87.21
0.26	0.00 I	1.00	9.94 I	4.20	44.13 I	17.40	95.00
0.30	0.05 I	1.20	13.86 I	5.00	49.43 I	20.60	100.00
0.36	0.29 I	1.50	19.31 I	6.00	55.37 I	24.60	100.00
0.44	0.86 I	1.80	23.98 I	7.20	61.31 I	29.40	100.00
0.52	1.69 I	2.10	27.78 I	8.60	67.01 I	35.00	100.00

x10 = 1.00 mym x50 = 5.10 mym x90 = 15.60 mym
 x5 = 0.74 mym x16 = 1.32 mym x84 = 13.61 mym
 Sv = 2.36 m2/cm3 Sm = 8732.21 cm2/g c_opt = 23.3 %



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 μ - 500.00 μ / 100 Classes

Ref da amostra : HM430620151
 Type produit : Pó branco
 Client : Patrícia
 Comentários : Amostra Sólida
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante : Nenhum
 Operador : Ilda
 Empresa :
 Localização :
 Data : 18/06/2015 Hora : 15:42:06
 Índice med. : 1416

Ultrasom : 80 s (+durante)
 Concentração : 145
 Diâmetro a 10% : 0.89 μ
 Diâmetro a 50% : 7.13 μ
 Diâmetro a 90% : 27.39 μ
 Diâmetro médio : 11.21 μ
 Fraunhofer
 Densidade/Fator :
 Superfície específica :
 Diluição automática : Não / Não
 Medida./Limp. : 60/60/2
 SOP : Incremento

Valores cumulativos particulares

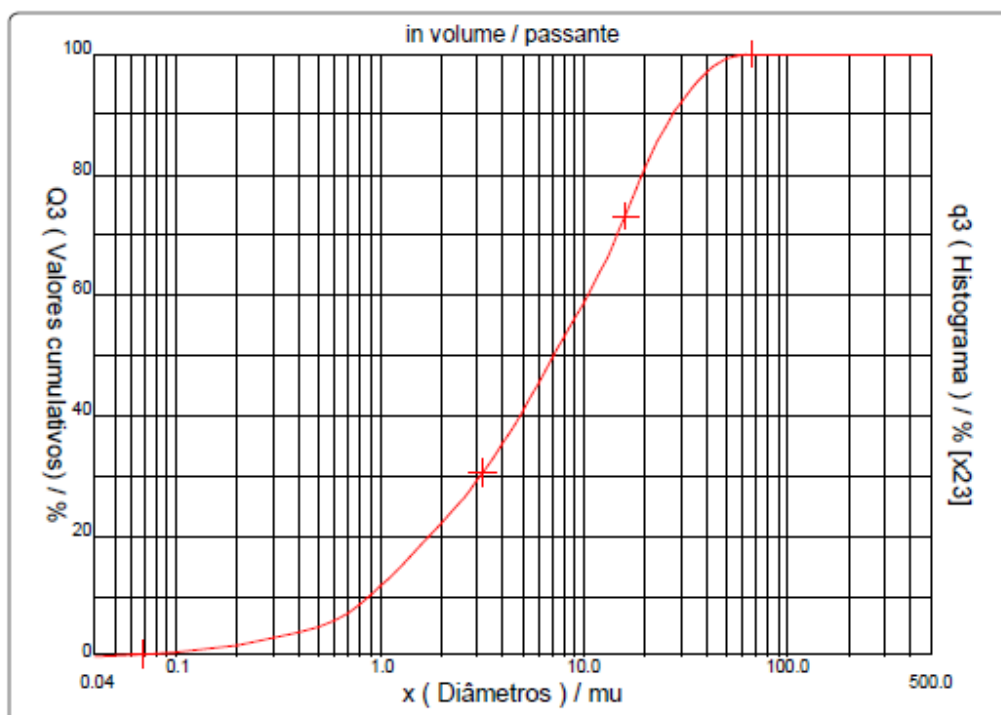
in volume / passante

x	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	30.00	38.00	45.00	56.00	75.00
Q3	11.60	40.73	58.75	70.92	81.16	91.99	96.26	98.40	99.73	100.00

x : diâmetro / μ Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	71.00





DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : HM430620151
 Type produit : Pó branco
 Client : Patrícia
 Comentários : Amostra Sólida
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante : Nenhum
 Operador : Ilda
 Empresa :
 Localização :
 Data : 18/06/2015 Hora : 15:42:06
 Índice med. : 1416

Ultrassom : 80 s (+durante)
 Concentração : 145
 Diâmetro a 10% : 0.89 mu
 Diâmetro a 50% : 7.13 mu
 Diâmetro a 90% : 27.39 mu
 Diâmetro médio : 11.21 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Não / Não
 Medida./Limp. : 60/60/2
 SOP : Incremento

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.04	0.33	0.65	1.86	3.12	4.10	4.95	5.96	7.19	8.66
q3	0.01	0.04	0.07	0.13	0.23	0.26	0.29	0.42	0.60	0.83
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	10.16	11.60	12.94	14.20	15.38	16.49	18.55	20.41	22.12	23.68
q3	0.96	1.03	1.06	1.09	1.11	1.13	1.17	1.19	1.23	1.24
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	25.15	26.55	27.89	29.20	30.48	31.73	32.96	34.15	35.32	37.02
q3	1.28	1.32	1.37	1.43	1.50	1.56	1.63	1.66	1.72	1.78
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	38.65	40.73	42.22	43.64	45.44	47.55	49.51	51.32	53.01	54.56
q3	1.83	1.88	1.93	1.95	1.97	1.99	2.00	1.98	1.98	1.93
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	56.03	58.75	61.31	63.77	66.19	68.58	70.92	73.21	75.41	77.47
q3	1.94	1.95	2.03	2.14	2.28	2.44	2.56	2.68	2.74	2.72
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	79.39	81.16	82.78	84.25	85.57	87.83	90.52	91.99	93.28	94.41
q3	2.68	2.61	2.51	2.39	2.24	2.05	1.79	1.61	1.51	1.41
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	95.40	96.26	97.01	97.92	98.40	99.22	99.52	99.73	99.88	99.94
q3	1.31	1.20	1.10	0.95	0.80	0.59	0.39	0.29	0.16	0.09
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	99.98	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.06	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

ANEXO D: ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01



Analysis		Report	
Operator: llda	Date: 2016/01/06	Operator: llda	Date: 1/7/2016
Sample ID: HM133122015R	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\lstdn_A_20160106_1.qps	
Sample Desc: AMOSTRA Fostato	Comment:	VALIDAÇÃO 2015	
Sample weight: 5.6959 g	Sample Volume:	0 cc	
Outgas Time: 12.0 hrs	Outgas Temp:	200.0 C	
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp:	77.3 K	
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 240.4 min	End of run:	2016/01/06 17:38:50	Instrument: Nova Station A
Cell ID: 0			

MBET summary

Slope = 1291.212
Intercept = 5.451e+00
Correlation coefficient, r = 0.999980
C constant = 237.873
Surface Area = 2.686 m²/g

Multi-Point BET

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]	Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]
[P/Po]	[cc/g]		[P/Po]	[cc/g]	
6.21920e-02	0.6138	8.6451e+01	1.74092e-01	0.7347	2.2955e+02
7.87980e-02	0.6369	1.0893e+02	1.98809e-01	0.7593	2.6114e+02
1.02078e-01	0.6619	1.3741e+02	2.45811e-01	0.8090	3.2234e+02
1.25524e-01	0.6863	1.6734e+02	2.71251e-01	0.8370	3.5583e+02
1.49676e-01	0.7106	1.9819e+02	2.96187e-01	0.8653	3.8913e+02

Single Point Surface Area

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf. Area
[P/Po]	[cc/g]			[m ² /g]
2.96187e-01	0.8653	3.8913e+02	1313.8061	2.6507

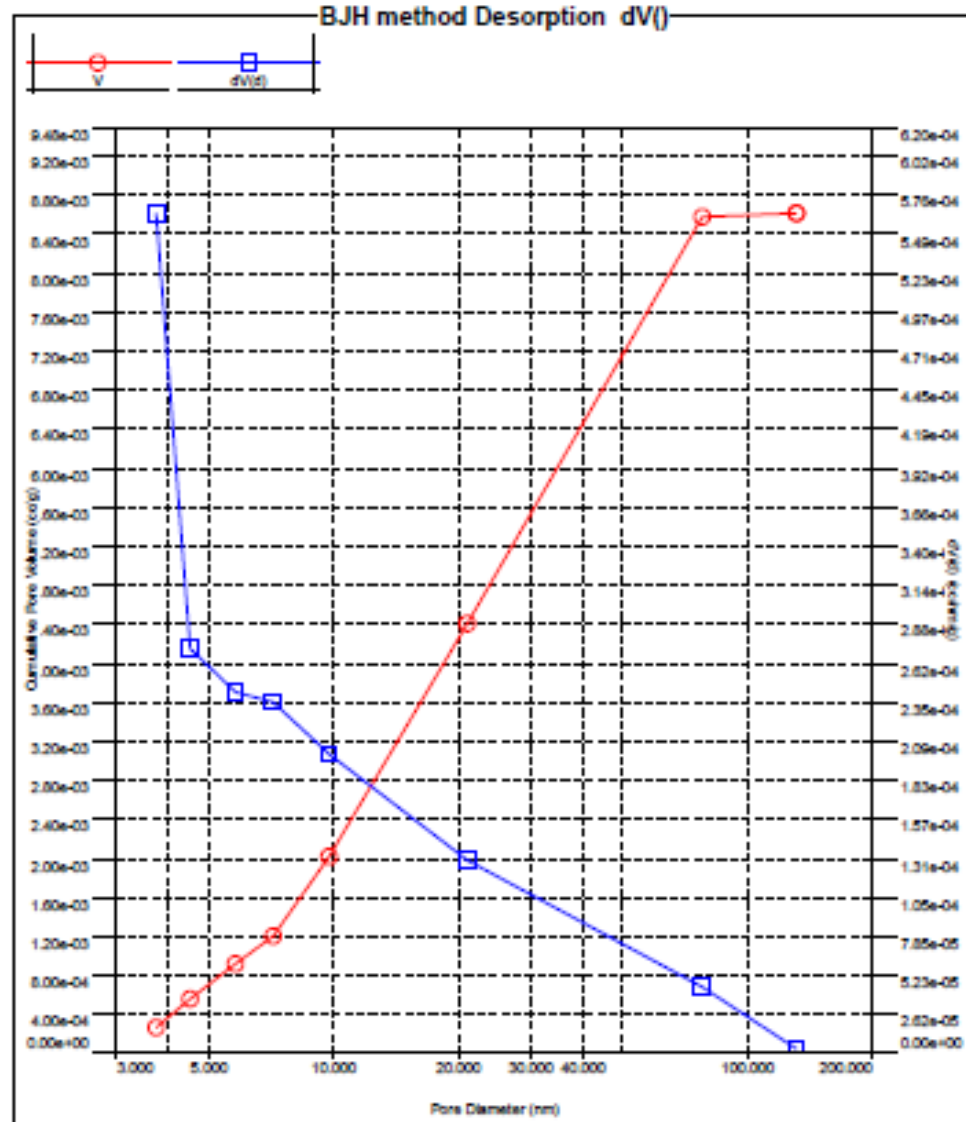
Analysis
Operator:jda
Sample ID: HM133122015R

Date:2016/01/06
Filename:

Report
Operator:jda
C:\QCdata\Physisorb\letn_A_20160106_1.qps

Date:1/7/2016

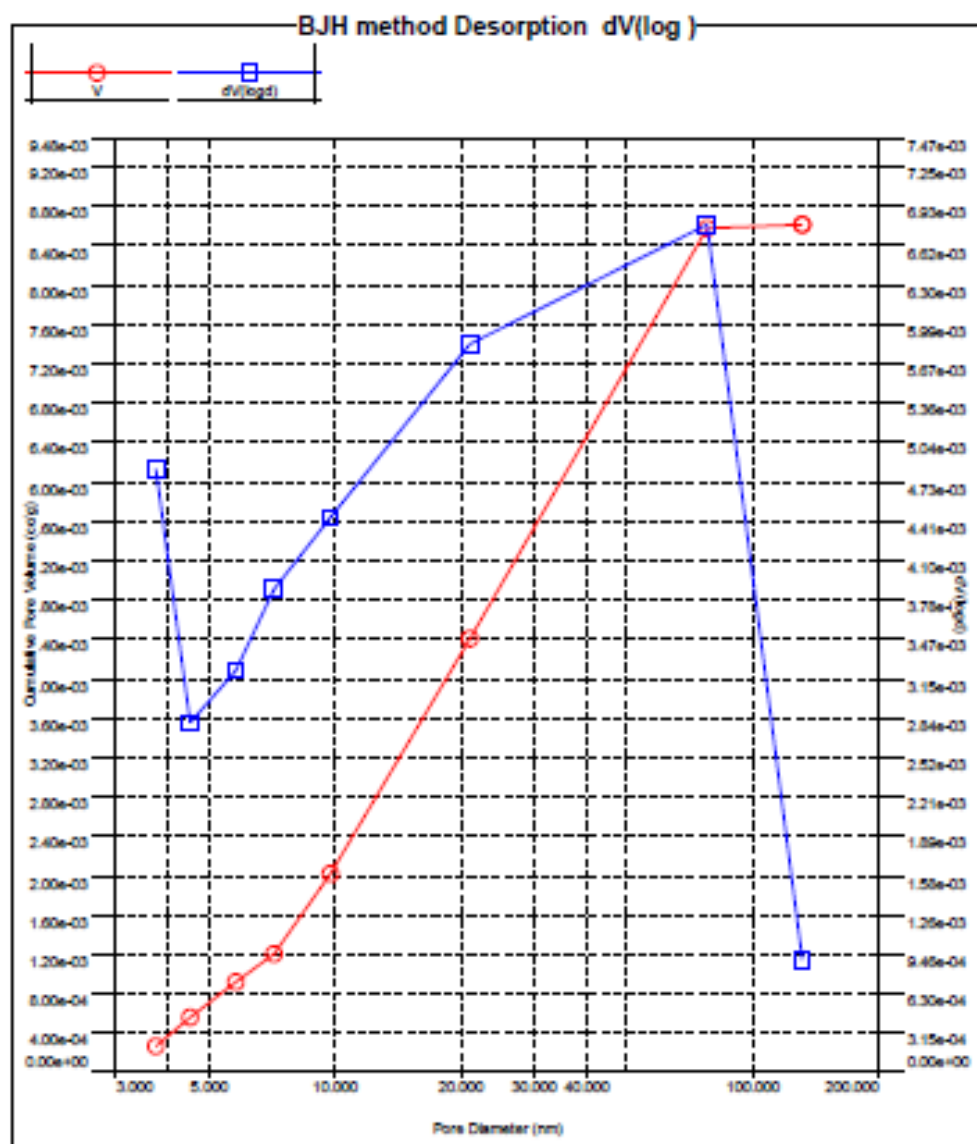
BJH method Desorption dV()



Analysis
Operator: Jida
Sample ID: HM133122015R

Date: 2018/01/08
Filename:

Report
Operator: Jida
Date: 1/7/2018
C:\QCdata\Physisorb\data_A_20180108_1.qps



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01



Analysis

Operator: lida

Sample ID: HM133122015R

Date: 2016/01/06

Filename:

Report

Operator: lida

C:\QCdata\Physisorb\stn_A_20160106_1.qps

Date: 1/7/2016

BJH desorption summary

Surface Area = 1.951 m²/g
Pore Volume = 0.009 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 3.728 nm

Volume/Area summary

Surface Area Data

MultiPoint BET.....	2.686e+00 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	1.951e+00 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	1.987e+00 m ² /g
NLDFT cumulative surface area.....	2.513e+00 m ² /g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Diameter less than 137.77 nm at P/Po = 0.986038.....	9.123e-03 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	8.616e-03 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	8.363e-03 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	1.103e-03 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	1.126e-03 cc/g
NLDFT method cumulative pore volume.....	4.092e-03 cc/g

Pore Size Data

Average pore Diameter.....	1.359e+01 nm
BJH method desorption pore Diameter (Mode Dv(d)).....	3.728e+00 nm
DH method desorption pore Diameter (Mode Dv(d)).....	3.728e+00 nm
HK method pore Diameter (Mode).....	3.675e-01 nm
SF method pore Diameter (Mode).....	3.508e-01 nm
NLDFT pore Diameter (Mode).....	4.252e+00 nm

Average PoreSize data

Average pore Diameter = 1.35866e+01 nm

Total Pore Volume data

Total Pore Volume

Total pore volume = 9.123e-03 cc/g for
pores smaller than 137.8 nm (Diameter)
at P/Po = 0.98604