

LEONARDO DE AQUINO GOMES

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DOS REAGENTES
AMIDO E AMINA NO PROCESSO DE FLOTAÇÃO INVERSA PARA
RECUPERAÇÃO METALÚRGICA DE MINÉRIO DE FERRO: UMA
ABORDAGEM VIA EXPERIMENTO FATORIAL**

Belo Horizonte, MG

Instituto de Ciências Exatas da UFMG

Departamento de Estatística

LEONARDO DE AQUINO GOMES

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DOS REAGENTES
AMIDO E AMINA NO PROCESSO DE FLOTAÇÃO INVERSA PARA
RECUPERAÇÃO METALÚRGICA DE MINÉRIO DE FERRO: UMA
ABORDAGEM VIA EXPERIMENTO FATORIAL**

Monografia apresentada ao Curso de Especialização em Estatística do Departamento de Estatística do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do Título de Especialista em Estatística.

Orientadora: Professora Doutora Ilka Afonso Reis

Belo Horizonte, MG
Instituto de Ciências Exatas da UFMG
Departamento de Estatística

Folha de Aprovação

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à minha namorada, que me apoiou durante todo o caminho, aos meus amigos e aos meus colegas de faculdade que agregaram valor à minha vida.

Agradeço à minha orientadora, Prof^a. Doutora Ilka Afonso Reis, pela oportunidade de receber sua orientação e seus conhecimentos.

Agradeço à Prof^a Doutora Ela Mercedes Medrano de Toscano, que muito me apoiou durante os momentos de dificuldade no curso e aos demais professores do ICEx/UFMG.

Agradeço especialmente a todos aqueles que, independentemente do nível de interação social ou espiritual, consciente ou inconscientemente, contribuíram de alguma maneira para que esta monografia pudesse ser concretizada. Muito obrigado!

RESUMO

Atualmente a flotação inversa é amplamente utilizada no beneficiamento de minério de ferro, principalmente para minerais de baixo teor de concentração, como os Itabiritos. O processo de concentração é complexo e exige um ajuste fino nos níveis de dosagem de amido, amina e da faixa de pH, para maximizar a recuperação metalúrgica. Entretanto, a qualidade do processo, ou seja, teor de ferro no concentrado, também deve ser levado em consideração, uma vez que, em escala industrial, o ajuste do processo começa pela qualidade. As diferentes possibilidades de combinações dos reagentes para os diferentes tipos de litologias encontradas em uma mina podem definir a estabilidade econômica de uma mineradora. Sendo assim, quanto mais robusto for o processo utilizado para definir os níveis desses reagentes, mais garantido será o resultado final. Esse estudo tem como objetivo utilizar o experimento fatorial para avaliar o efeito dos reagentes amido e amina em três níveis de dosagens diferentes, visando a maximização da recuperação metalúrgica em função do teor de ferro no concentrado após o processo de flotação.

PALAVRAS-CHAVE: Estatística Experimental, Experimento Fatorial Cruzado, Flotação Inversa.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Evolução do preço (em dólares) do minério de ferro (62% Fe Spot China)	9
Figura 2 - Fluxo de tratamento minério.....	10
Figura 3 – Modelo esquemático de um processo industrial.	13
Figura 4 - Sequência das etapas do teste para flotação em bancada.....	18
Figura 5: Matriz de definição das combinações com o resultado dos testes.....	19
Figura 6 – Efeito principal da concentração de amido e de amina na recuperação metalúrgica de ferro.	20
Figura 7 – Efeito interação entre a concentração de amido e de amina na recuperação metalúrgica de ferro.	20
Figura 8 – Análise dos resíduos, modelo inicial.....	22
Figura 9 - Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis do amido, modelo inicial.	22
Figura 10 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis da amina, modelo inicial.	23
Figura 11 - Teste de igualdade da variância no amido, modelo inicial.....	24
Figura 12 – Teste de igualdade da variância na amina, modelo inicial.....	24
Figura 13 – Análise dos resíduos, modelo inicial ajustado via MQP.....	27
Figura 14 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis de amido, modelo inicial ajustado via MQP.....	27
Figura 15 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis da amina, modelo inicial ajustado via MQP.....	28
Figura 16 – Teste de igualdade da variância no amido, modelo inicial ajustado via MQP. ...	29
Figura 17 - Teste de igualdade da variância na amina, modelo inicial ajustado via MQP. ...	29
Figura 18 – Efeito interação entre a concentração de amido e de amina no teor de ferro no concentrado.	34

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Matriz de definição das combinações de níveis dos fatores (tratamentos) a serem testados e sua sequência de execução.....	16
Tabela 2 – Média e variância dos resíduos em relação aos níveis de dosagem de amina. ...	25
Tabela 3 – Matriz de definição das combinações para a execução dos testes com os pesos.	26
Tabela 4 – Modelo geral para recuperação metalúrgica com os fatores, bloco, amido e amina.	30
Tabela 5 – Análise de variância da recuperação metalúrgica (modelo inicial ajustado via método MQP).....	30
Tabela 6 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 800 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	32
Tabela 7 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 1000 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	32
Tabela 8 - Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 1200 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	32
Tabela 9 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 60 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	33
Tabela 10 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 70 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	33
Tabela 11 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 80 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$	34

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	9
1.1 Objetivos Específicos.....	12
2. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS: UMA BREVE REVISÃO	12
3. MATERIAL E MÉTODOS	15
3.1 O Planejamento do Experimento	15
3.2 O Experimento Básico	16
3.3 A Análise Estatística dos Dados	18
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	19
4.1 Análise Descritiva dos Dados.....	19
4.2 Análise de Variância	21
4.2.1 – Análise de Resíduos do Modelo Inicial	21
4.2.2 – O Ajuste do Modelo via Método dos Mínimos Quadrados Ponderados	25
4.3 – Análise de Variância: ajuste com pesos	30
4.4 Teste de comparações múltiplas da média da resposta nos níveis dos fatores	31
4.4.1 – Teste de Tukey para as médias da recuperação metalúrgica nos níveis do fator amina	31
4.4.2 – Teste de Tukey para as médias de recuperação metalúrgica nos níveis do fator amido	33
4.5 – Avaliação gráfica do teor de ferro em função dos níveis de amido e amina	34
5. CONCLUSÕES	35
REFERÊNCIAS.....	37
APÊNDICES	38

1. INTRODUÇÃO

A industrialização dos países emergentes criou um grande consumo de minério de ferro e o aumento da demanda fomentou investimentos de larga escala no setor de extração mineral. Durante o ápice da demanda, as empresas não pouparam esforços para trabalhar visando o *time to market* e o *taylor to market*, ou seja, entregar o minério na hora que o cliente pediu e com a qualidade e quantidades solicitadas. Após o superciclo do minério de ferro, as atenções se voltaram para a eficiência durante o processo de extração e beneficiamento, visando à redução do custo unitário, haja vista que a margem de lucro foi reduzida em função da redução do preço da *commodity*, conforme observado na Figura 1.

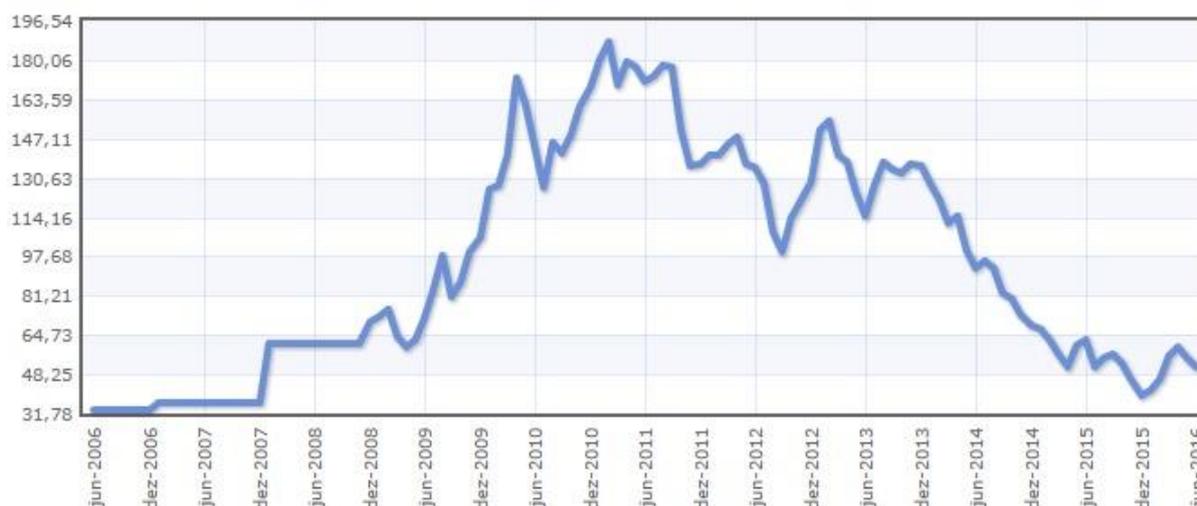


Figura 1 - Evolução do preço (em dólares) do minério de ferro (62% Fe Spot China)

Fonte: Site Indexmundi

Para poder ser usado, o mineral *in situ* precisa ser extraído e tratado. Segundo Adão *et al.* (2010), o tratamento ou Beneficiamento de Minérios consiste de operações – aplicadas aos bens minerais – visando modificar a granulometria, a concentração relativa das espécies minerais presentes ou a forma, sem, contudo, modificar a identidade química ou física dos minerais. Esse processo pode ser resumido conforme a Figura 2.

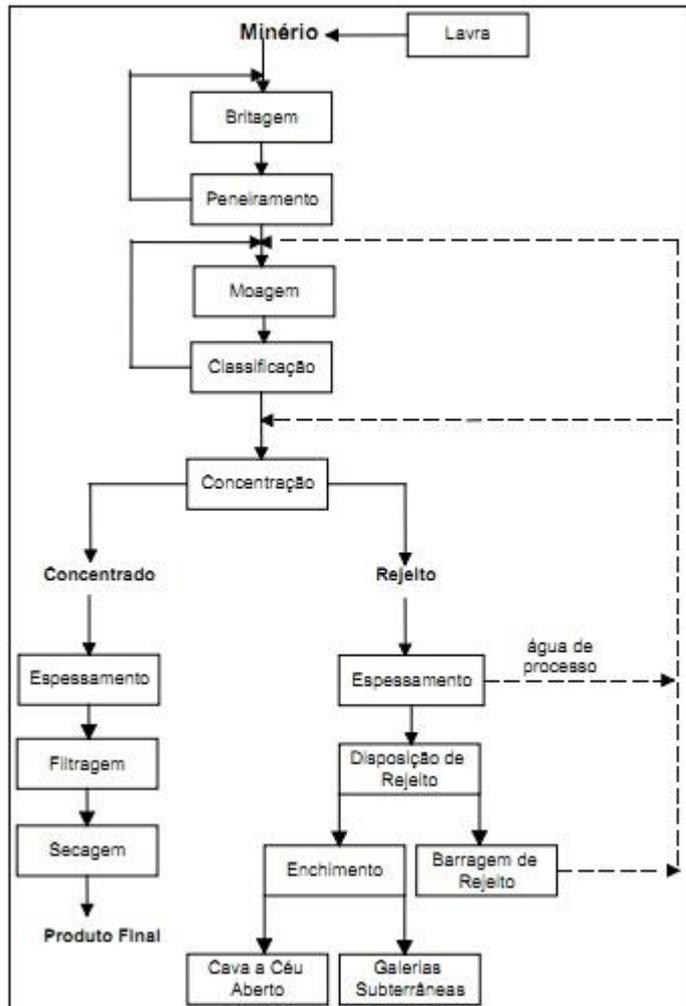


Figura 2 - Fluxo de tratamento minério

Fonte: Adão *et al.* (2010) Tratamento de Minérios – 5ª Edição

No passado, devido ao alto teor de ferro nas hematitas (Fe_2O_3), que eram facilmente encontradas no quadrilátero ferrífero, não se demandava um processamento muito complexo para deixar o mineral de interesse em condição para ser comercializado. O fluxo apresentado na Figura 2 normalmente terminava na fase de classificação, onde, após britado, o mineral era somente classificado pela sua granulometria e já estava pronto para ser comercializado.

Com o passar do tempo, as hematitas foram escasseando. Entretanto, a demanda por minério de ferro foi aumentando, forçando a migração da extração para minerais com menores teores de ferro, como por exemplo, os Itabiritos ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$). Como a concentração natural de ferro nesses minerais é bem menor do que aquela encontrada nas hematitas, foi preciso a adição de novas fases dentro do

processo de tratamento, de modo que elas possibilitassem a concentração dos teores, tornando esses minerais viáveis para atender à crescente demanda mundial por minério de ferro.

O processo de concentração é muito mais complexo e envolve vários fatores, que interferem diretamente no resultado esperado dessa fase. Na empresa estudada, o processo que concentra os teores de ferro nos Itabirito extraídos na mina Alpha é a flotação inversa.

De acordo com os manuais de referência internos da empresa estudada, a flotação inversa consiste em um processo que explora as diferenças nas propriedades de superfície dos minerais presentes na polpa. Para que ocorra a separação do mineral de interesse no processo, são utilizados reagentes químicos, nesse caso o amido e a amina, que atuam sobre estas características de superfície, tornando alguns minerais (quartzo) hidrofóbicos e aumentando a hidrofiliabilidade de outros, no caso em questão, do ferro presente nos Itabiritos. A seletividade dessa fase baseia-se no fato de que a superfície das diferentes espécies minerais pode apresentar diferentes graus de afinidade química com a água, ou seja, a capacidade da superfície ser molhada. Um dos indicadores de um bom aproveitamento do processo de flotação é a recuperação metalúrgica, porém, não se pode deixar de levar em consideração o que o cliente quer em termos de qualidade, ou seja, teor de ferro no concentrado após a flotação.

Para maximizar a recuperação do ferro na fase de flotação, é preciso que os reagentes que são utilizados durante o processo estejam balanceados, entre outros fatores. Atualmente aplica-se diferentes níveis de dosagem desses reagentes, dificultando bastante a escolha da combinação que trará o melhor custo benefício para a empresa, levando em consideração a recuperação metalúrgica e o teor de ferro no concentrado.

O Planejamento e Análise de Experimentos é um conjunto de técnicas estatísticas que pode nortear os testes a serem feitos para identificar os níveis dos reagentes que maximizam a recuperação metalúrgica na fase de flotação inversa do processo de concentração de minerais.

Sendo assim, a proposta deste trabalho é utilizar técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos com o objetivo de estudar a influência dos reagentes químicos amina e amido no resultado da recuperação metalúrgica metálica de ferro no mineral Itabirito dentro do processo de flotação inversa.

1.1 Objetivos Específicos

1. Estabelecer os fatores a serem controlados no experimento, assim como definir os níveis a serem utilizados;
2. Identificar a presença de fatores não controláveis (ruídos);
3. Definir o tipo de planejamento experimental a ser realizado, identificando quais testes e em que ordem devem ser feitos;
4. Identificar a combinação de dosagem de amido e de amina que maximize a recuperação metalúrgica;
5. Avaliar se a melhor combinação para a recuperação metalúrgica mantendo um bom teor de ferro no concentrado.

2. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS: UMA BREVE REVISÃO

Segundo Montgomery e Runger (2013), o experimento pode ser entendido como sendo um procedimento no qual alterações propositalmente, nível de dosagens por exemplo, são feitas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, de modo que se possam avaliar as possíveis alterações sofridas pela variável resposta, como também as razões de sua alteração. Um modelo esquemático desse procedimento pode ser observado na Figura 3.

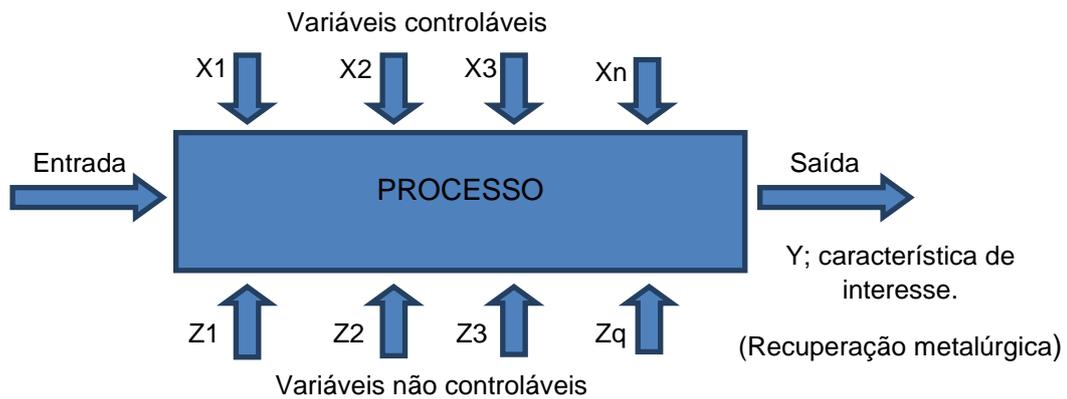


Figura 3 – Modelo esquemático de um processo industrial.

Fonte: Adaptada de Montgomery e Runger (2013)

O planejamento de experimento é extremamente importante para qualquer Engenheiro que queira melhorar o desempenho de um processo, seja este, de fabricação, de produção ou teste. Segundo Montgomery e Runger (2013), as informações provenientes desse experimento podem ajudar a determinar as variáveis críticas do processo, assim como a direção de ajuste para esses fatores, de modo a potencializar o objetivo esperado, que, no estudo em questão, é a maximização da recuperação metalúrgica durante a flotação de minério de ferro. Ainda segundo Montgomery e Runger (2013), pode-se citar como principais objetivos de um experimento planejado;

- Melhor rendimento do processo;
- Redução da variação do processo e uma melhor obediência aos requerimentos nominais ou alvos;
- Redução do custo operacional.

Existem três princípios básicos de um planejamento de experimentos. São eles:

- Replicação;
- Aleatoriedade;
- Blocagem.

A replicação de um experimento é muito importante por dois motivos básicos. Primeiramente, porque com ela pode-se definir o erro experimental. A estimativa desse erro é fundamental para verificar se as diferenças observadas nos dados são ou não são estatisticamente significantes. O segundo ganho se refere ao fato de que, se a média amostral for usada para estimar o efeito de um fator em um experimento, então a replicação permitiria o cálculo do erro de estimação do efeito e, assim, a obtenção de uma estimativa intervalar para esse efeito.

A aleatoriedade é outra característica importante que precisa ser observada, como as observações ou os erros são gerados. Os métodos estatísticos, para serem validados, precisam que as observações e/ou erros sejam aleatoriamente distribuídos e totalmente independentes uns dos outros.

Segundo Coleman (2008), o número de combinações de tratamentos necessários para a análise fatorial completa, por vezes, se torna grande e pode ser impossível executar todas as combinações dentro da mesma unidade experimental homogênea. Quando ocorre esse problema, a blocagem pode ser bastante útil. Ela é uma técnica extremamente importante para controlar e avaliar, de maneira sistemática, a influência de fatores conhecidos que perturbam o sistema durante o teste, mas que não são de interesse. Como exemplos de uso de blocos, pode-se citar:

- Testes que são realizados por duas pessoas (cada pessoa é um bloco);
- Quando o teste é realizado em bateladas (cada batelada é um bloco);
- Quando o teste for realizado em dias distintos (cada dia é um bloco).

Para evitar a influência dessas particularidades no resultado final, pode-se tratar, nos exemplos citados, cada pessoa, cada batelada ou cada dia com sendo um bloco distinto, a fim de garantir a homogeneidade de condições durante os testes do experimento.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 O Planejamento do Experimento

A recuperação metalúrgica da flotação inversa de minério de ferro será usada como variável resposta do experimento. Entretanto, só ela não é suficiente para garantir que a combinação de amido e amina escolhido é a mais eficiente no sentido de maximizá-la. É preciso levar em consideração também o teor de ferro no material que foi concentrado como resultado da flotação. O amido e amina serão utilizados como os fatores do experimento e serão alterados em três níveis. Essa alteração permite a verificação do comportamento da variável resposta durante a variação dos reagentes em uma faixa de níveis normalmente utilizada no dia-a-dia das operações na mina Alpha. Por se tratar de dois fatores alternados em três níveis, serão necessários no mínimo nove testes. Por se tratar de um teste de bancada com várias medições de dosagens, será utilizada uma replicação para minimizar o erro durante a estimativa dessas dosagens. Os testes foram feitos em duas etapas (dois dias) devido à quantidade e a limitação estrutural do laboratório para executá-los. Foi utilizado a blocagem para verificar se a execução dos testes em dias distintos influenciaria no resultado. Cada bloco representa um dia de testes.

Tabela 1 - Matriz de definição das combinações de níveis dos fatores (tratamentos) a serem testados e sua sequência de execução.

Ordem inicial	Ordem de execução	Blocos	Amido	Amina
5	1	1	1000	70
8	2	1	1200	70
3	3	1	800	80
4	4	1	1000	60
2	5	1	800	70
7	6	1	1200	60
6	7	1	1000	80
9	8	1	1200	80
1	9	1	800	60
17	10	2	1200	70
16	11	2	1200	60
10	12	2	800	60
13	13	2	1000	60
18	14	2	1200	80
15	15	2	1000	80
11	16	2	800	70
14	17	2	1000	70
12	18	2	800	80

3.2 O Experimento Básico

O experimento básico, aqui chamado de *teste*, será descrito a seguir.

Para a realização dos testes, foi simulado, em laboratório, o processo de flotação em escala de bancada. Foi utilizado como depressor o amido de milho e como coletor a amina EDA-C nas dosagens indicadas na Tabela 1.

Os percentuais de amido de milho e amina utilizados nos testes foram ponderados em relação unidade de medida da alimentação real, ou seja, g/t alimentada, conforme parâmetros industriais usados no processo de beneficiamento da mina Alpha, onde foram realizados os testes. O depressor amido de milho está relacionado ao teor de ferro, enquanto que o coletor Amina está relacionado ao teor de Sílica, ambos na alimentação da flotação. É sabido que o pH interfere significativamente no processo se ele não estiver controlado e na faixa correta. Segundo estudos empíricos, realizados várias vezes no laboratório da mina Alpha, o valor ideal de pH para esses testes, simulando a condição real do processo, é de

10,5 e o percentual de sólidos deve ser 40% na mistura a ser flotada. Para tanto, foi coletada uma amostra representativa do minério mais comum na mina Alpha e esse material foi preparado para a realização dos testes.

Foi levado em consideração como variáveis (fatores) nesses testes apenas a concentração de amido e de amina. Os demais fatores que poderiam influenciar a resposta tais como, faixa de pH, percentual de sólidos e tempo de condicionamento do amido e da amina, foram fixados e tratados como constantes

A execução dos testes seguiu o procedimento padrão do laboratório da mina Alpha, que será descrito a seguir. Basicamente a amostra a ser flotada é transferida para a cuba de flotação e, logo após, é adicionada água até o nível de referência. Coloca-se a polpa em agitação, adiciona-se o depressor (amido) e o coletor (amina) nas dosagens pré-definidas. Normalmente, os tempos de condicionamento são de 5 minutos com o depressor e 1 minuto com o coletor. Se necessário, faz-se o ajuste de pH visando estabilizá-lo em 10,5. Ao final do condicionamento, injeta-se ar para promover a coleta do material a ser descartado, no caso em questão, a sílica (SiO_2). Essa coleta ocorre até a exaustão do extravasamento da sílica. Terminada a coleta, procede-se a filtragem, a secagem dos produtos e o envio destes para análise química pelo laboratório da mina Alpha. Após o retorno dos dados da análise química, é verificado o percentual de recuperação metalúrgica, RM , de cada amostra. Esse percentual pode ser obtido a partir da relação do teor de ferro no concentrado, $Fe\ con.$, do teor de ferro na alimentação, $Fe\ Alim.$ e do teor de ferro no rejeito, $Fe\ rej.$. A relação entre RM e os teores de ferro citados é descrita por meio da equação 1.

$$RM = \left(\frac{Fe\ con.}{Fe\ alim.} * \left(\frac{Fe\ alim. - Fe\ rej.}{Fe\ con. - Fe\ rej.} \right) \right) * 100 \quad (1)$$

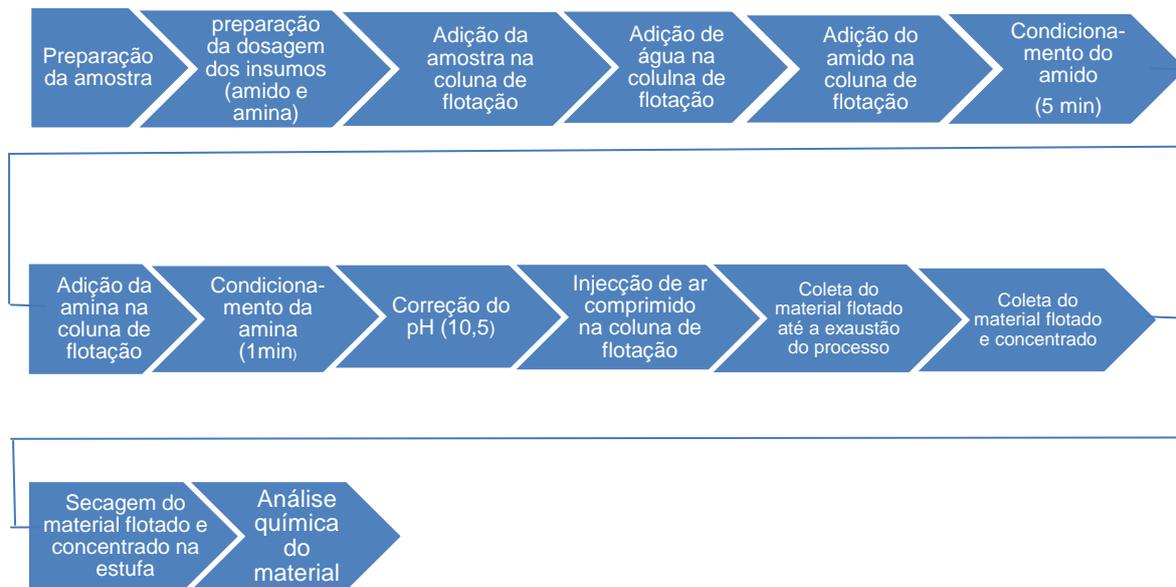


Figura 4 - Sequência das etapas do teste para flotação em bancada.

3.3 A Análise Estatística dos Dados

Para análise dos dados foi utilizado o software Minitab (versão 16). O modelo que será ajustado é mostrado na equação 2.

$$y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + (\tau\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (2)$$

Sendo μ a média geral da recuperação metalúrgica, τ_i o efeito dos níveis do fator amido ($i = 1, 2, 3$), β_j o efeito dos níveis do fator amina ($j = 1, 2, 3$), γ_k o efeito dos dias em que o teste foi realizado ($k = 1, 2$), $(\tau\beta)_{ij}$ o efeito da interação entre os níveis dos fatores amido e amina e ε_{ijk} a componente do erro aleatório.

Primeiramente, é preciso que as suposições feitas sobre os erros do modelo sejam todas verificadas antes de se proceder à análise estatística inferencial. São elas: os erros do modelo (ε_{ijk}) possuem distribuição normal com média zero ($E(\varepsilon_{ijk}) = 0$) e variância constante ($Var(\varepsilon_{ijk}) = \sigma^2$), além de serem independentes entre si. Essas suposições são avaliadas pela Análise de Resíduos. Logo após a análise dos resíduos do modelo ajustado, será verificado se existe interação entre os fatores por meio dos testes da Análise de Variância (ANOVA).

Caso seja confirmada a existência do efeito de interação, e verificada também a significância dos efeitos principais dos fatores, será usado o teste de Tukey para a comparação múltipla entre as médias da resposta nos níveis de um fator em cada nível do outro fator.

O teste de Tukey permite avaliar qualquer contraste entre o resultado dos tratamentos, sempre em pares. Para o teste de comparação para a média das respostas nos níveis do fator, tem-se:

H0: as médias são iguais em todos os níveis do fator;

H1: pelo menos um nível do fator tem a média diferente.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise Descritiva dos Dados

A Figura 5 apresenta as combinações dos níveis 800 g/t, 1000 g/t e 1200 g/t para o fator amido e 60 g/t, 70 g/t e 80 g/t para o fator amina e seus respectivos resultados da recuperação metalúrgica e do percentual de ferro no concentrado.

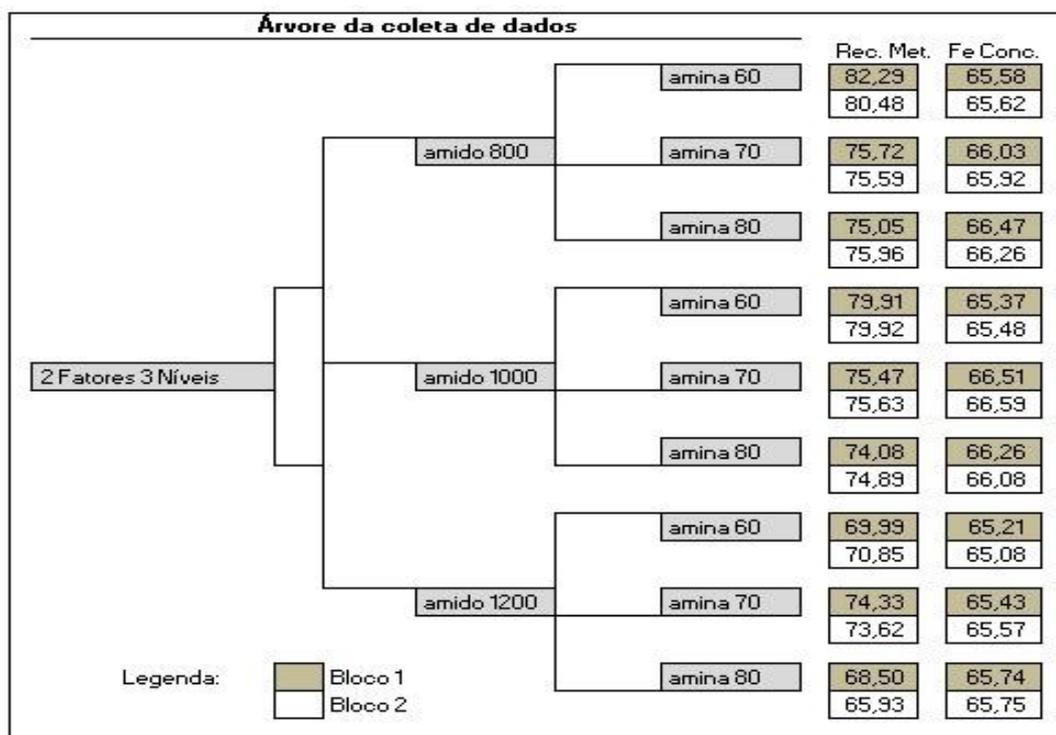


Figura 5: Matriz de definição das combinações com o resultado dos testes.

As figuras 6 e 7 mostram, respectivamente, os gráficos dos efeitos principais da concentração de amido e amina, e os gráficos do efeito de interação.

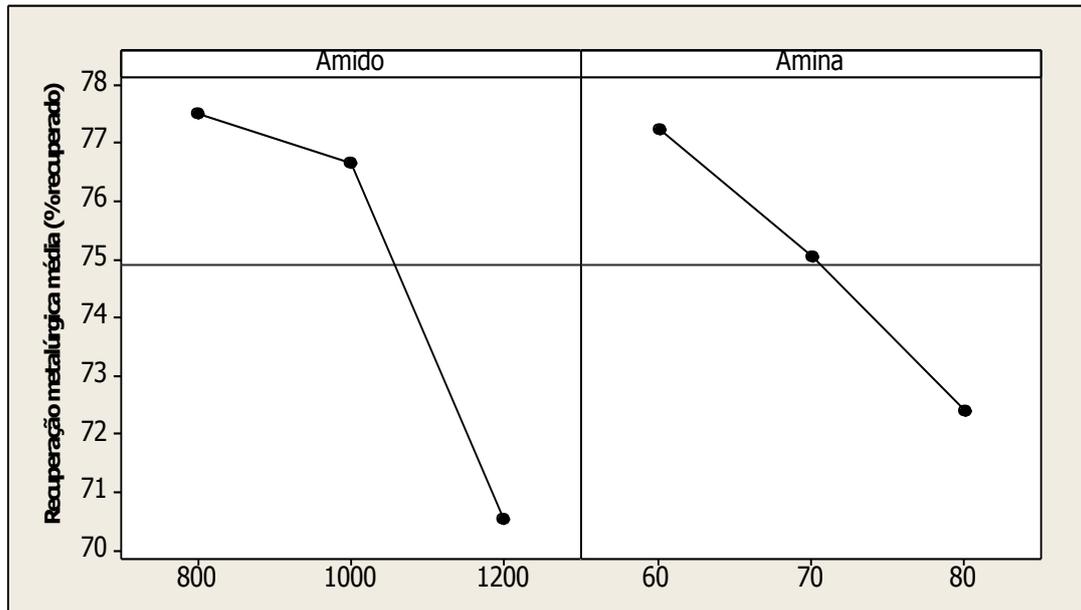


Figura 6 – Efeito principal da concentração de amido e de amina na recuperação metalúrgica de ferro.

Percebe-se que o aumento do amido e da amina, observados de maneira separada, diminuem drasticamente o nível da recuperação metalúrgica, sobretudo quando se passa do nível médio para o nível alto de amido.

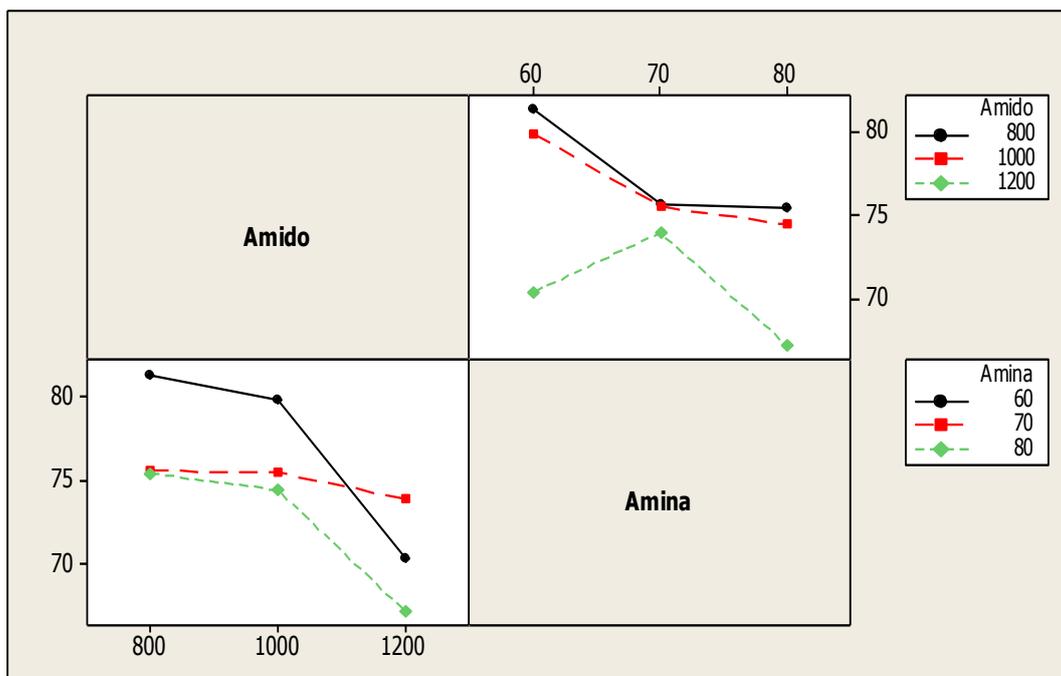


Figura 7 – Efeito interação entre a concentração de amido e de amina na recuperação metalúrgica de ferro.

Ao se observar o gráfico da interação entre os dois fatores, percebe-se que um comportamento semelhante da resposta para o aumento do amido nos níveis baixo e alto de amina 60g/t e 80g/t, respectivamente, com uma queda mais acentuada quando o amido sobe de 1000g/t para 1200g/t. Já para o nível de amina de 70g/t, a variação dos níveis de amido praticamente não interfere na recuperação metalúrgica. No caso do efeito da amina nos níveis de amido, o aumento do nível de amina de 60g/t para 70g/t reduz a recuperação quando o amido está em 800g/t ou 1000g/t e não afeta muito a recuperação quando sobre para 80g/t. Quando o amido está em 1200g/t, o aumento da amina de 60g/t para 70g/t aumenta a recuperação. Entretanto, quando o nível de amina continua a subir e vai para 80g/t o comportamento é o inverso, a recuperação cai bruscamente, ficando abaixo de todas as outras combinações.

4.2 Análise de Variância

O modelo apresentado na equação 2 foi ajustado aos dados e os resíduos desse ajuste foram analisados para verificar se todas as suposições feitas sobre os erros do modelo podiam ser consideradas válidas. Visando facilitar a identificação do modelo da equação 2 durante a análise, o mesmo será referenciado com sendo “modelo inicial”.

4.2.1 – Análise de Resíduos do Modelo Inicial

As figuras 8, 9 e 10 mostram os gráficos usuais para análise dos resíduos do ajuste do modelo inicial aos dados. Pode-se observar pelo gráfico de normalidade da Figura 8 que a suposição de que os erros seguem uma distribuição normal pode ser considerada válida. No gráfico dos resíduos versus a ordem de coleta, pode-se notar que não parecer haver dependência temporal dos erros. Na Figura 9, observa-se que a variância da resposta pode ser considerada constante nos níveis do amido. Já para o fator amina (Figura 10), percebe-se que os resíduos no nível central estão menos dispersos do que os resíduos nos níveis extremos. Sendo assim, a suposição de variância constante dos erros nos níveis de amina não pode ser considerada válida.

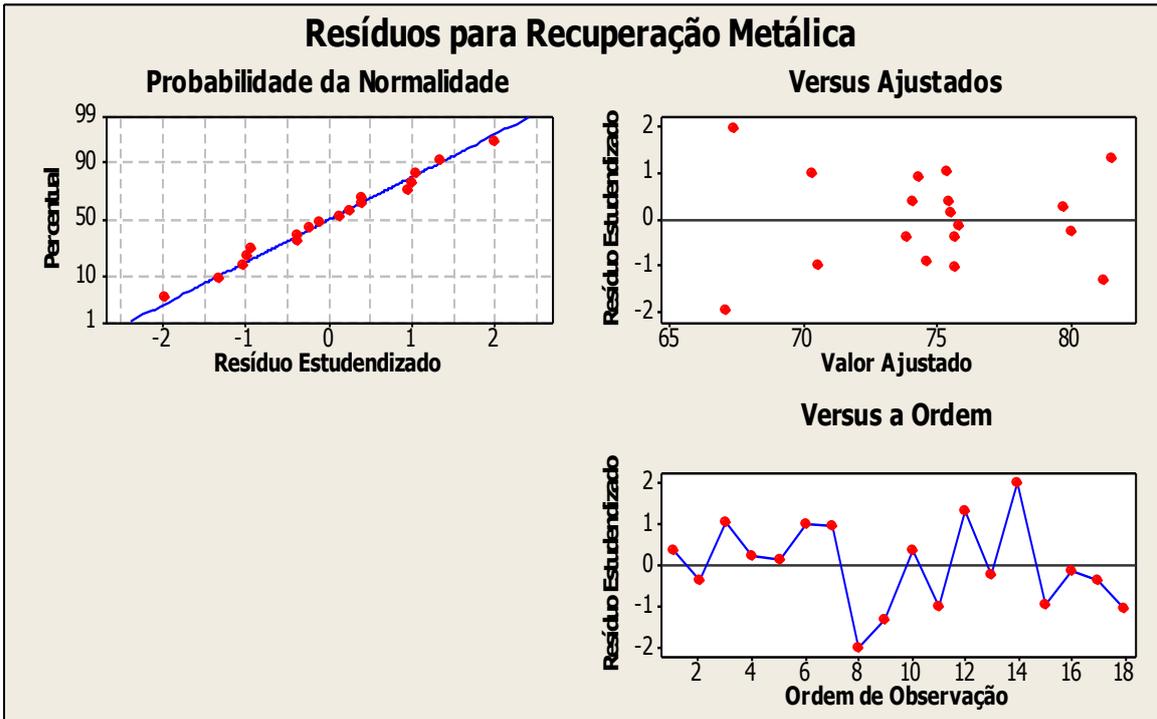


Figura 8 – Análise dos resíduos, modelo inicial.

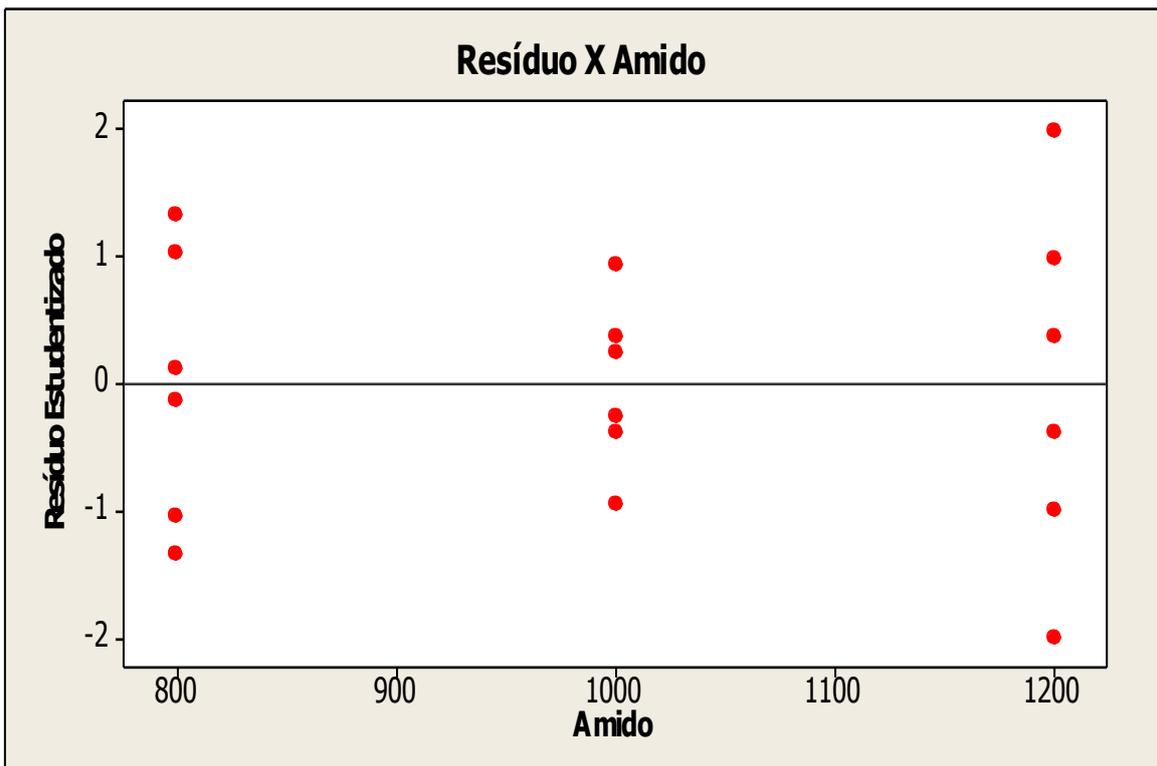


Figura 9 - Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis do amido, modelo inicial.

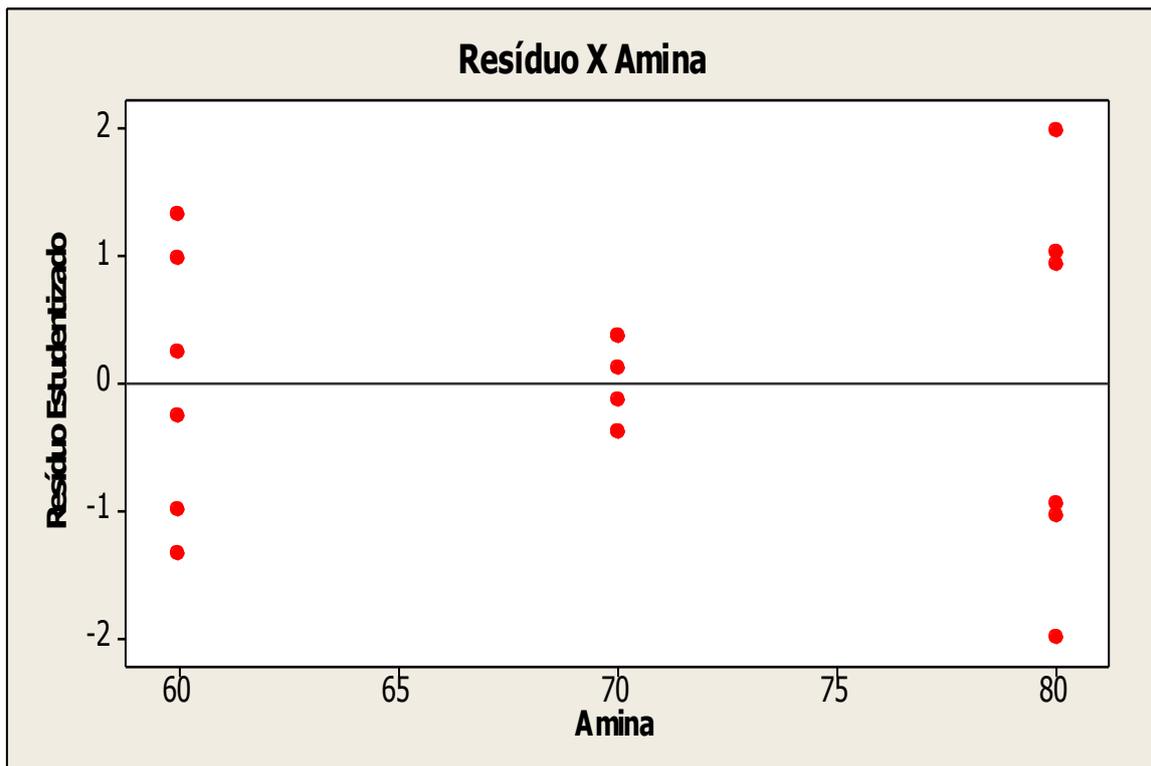


Figura 10 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis da amina, modelo inicial.

Segundo Box, Hunter e Hunter (2005), o teste de Bartlett pode ser usado para a hipótese de homogeneidade de variâncias dos erros nos níveis dos fatores. As figuras 11 e 12 mostram o resultado dos testes de Bartlett para a hipótese de homogeneidade de variâncias dos erros nos níveis de amido e de amina, respectivamente, considerando o ajuste do modelo inicial.

Para o teste de igualdade das variâncias dos erros nos níveis de um fator, tem-se as seguintes hipóteses:

H0: as variâncias são iguais em todos os níveis do fator

H1: pelo menos um nível tem a variância diferente dos demais.

Considerando um nível de significância de 5%, não se rejeita a hipótese de igualdade das variâncias dos erros nos níveis do fator amido (Figura 11). No entanto, para o fator amina, e também considerando um nível de significância de

5%, ambos os testes levam à rejeição da hipótese de homogeneidade das variâncias dos erros nos diferentes níveis de amina.

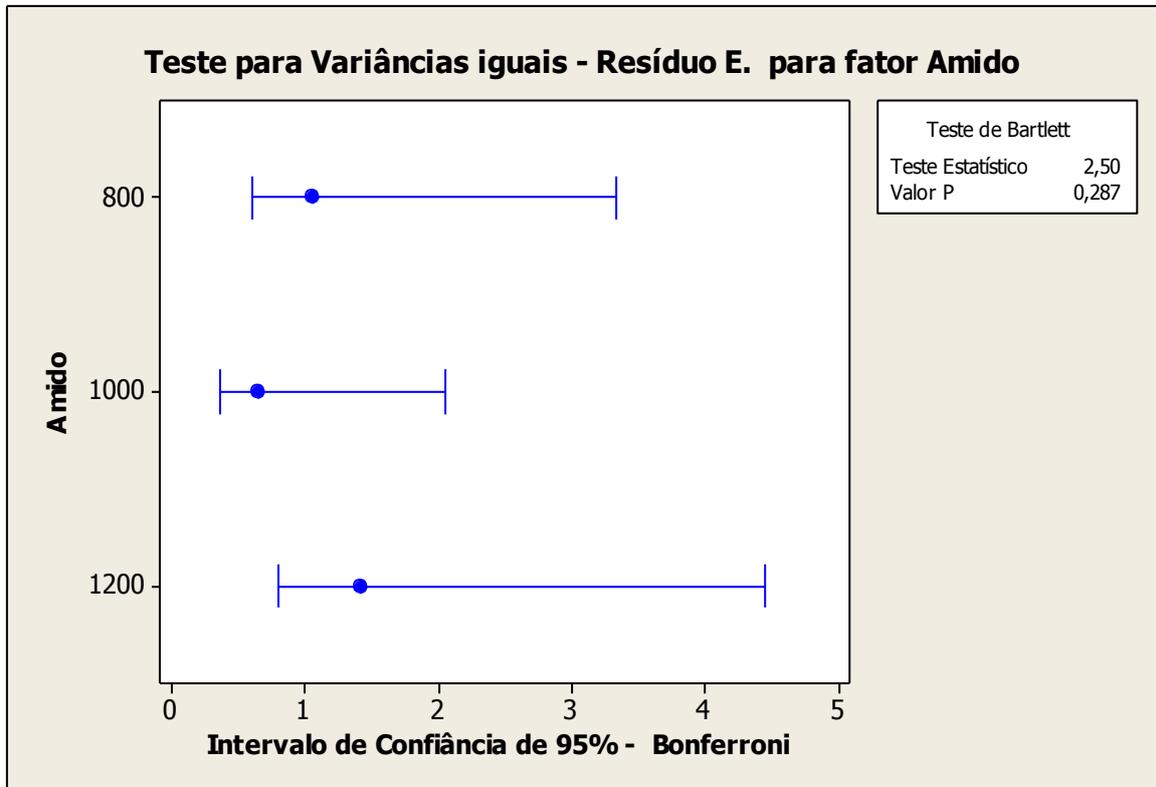


Figura 11 - Teste de igualdade da variância no amido, modelo inicial.

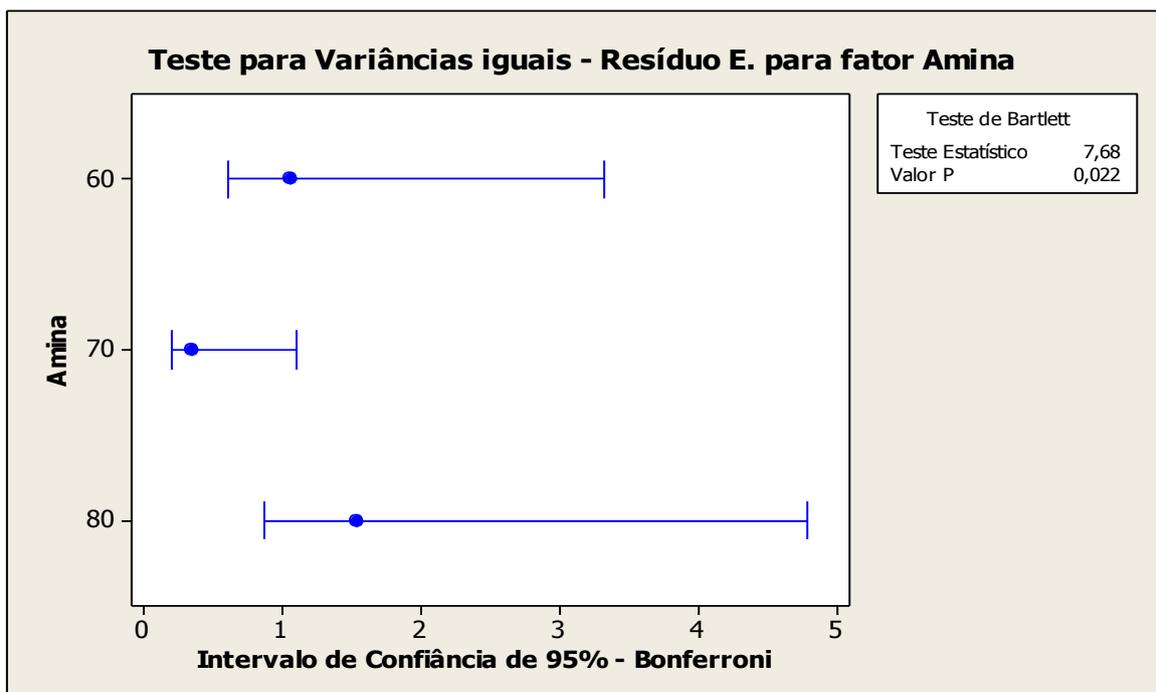


Figura 12 – Teste de igualdade da variância na amina, modelo inicial.

Na tentativa de corrigir o problema de heterocedasticidade dos erros nos níveis do fator amina, foi utilizada a adição de pesos quando do ajuste do modelo, por meio do Método dos Mínimos Quadrados Ponderados.

4.2.2 – O Ajuste do Modelo via Método dos Mínimos Quadrados Ponderados

A Tabela 2 contém a média e a variância dos resíduos nos três níveis do fator amina, nos quais a hipótese de variância constante não pode ser considerada válida. Os pesos utilizados no ajuste do modelo inicial via Método dos Mínimos Quadrados Ponderados (MQP) foram definidos como o inverso da variância dos resíduos em cada nível de amina.

Tabela 2 – Média e variância dos resíduos em relação aos níveis de dosagem de amina.

Dosagem	Média	Variância	Inverso da Variância
60	0,000	0,374	2,67
70	0,000	0,041	24,51
80	0,000	0,782	1,28

A Tabela 3 contém os dados do experimento e os pesos específicos para cada nível de amina.

Tabela 3 – Matriz de definição das combinações para a execução dos testes com os pesos.

Ordem inicial	Ordem de execução	Blocos	Amido	Amina	Peso	Rec. Met.	Fe Con.
5	1	1	1000	70	24,51	75,63	66,59
8	2	1	1200	70	24,51	73,62	65,57
3	3	1	800	80	1,28	75,96	66,26
4	4	1	1000	60	2,67	79,92	65,48
2	5	1	800	70	24,51	75,59	65,92
7	6	1	1200	60	2,67	70,85	65,08
6	7	1	1000	80	1,28	74,89	66,08
9	8	1	1200	80	1,28	65,93	65,75
1	9	1	800	60	2,67	80,48	65,62
17	10	2	1200	70	24,51	74,33	65,43
16	11	2	1200	60	2,67	69,99	65,21
10	12	2	800	60	2,67	82,29	65,58
13	13	2	1000	60	2,67	79,91	65,37
18	14	2	1200	80	1,28	68,50	65,74
15	15	2	1000	80	1,28	74,08	66,26
11	16	2	800	70	24,51	75,72	66,03
14	17	2	1000	70	24,51	75,47	66,51
12	18	2	800	80	1,28	75,05	66,47

As figuras 13, 14 e 15, mostram os gráficos para análise dos resíduos do modelo inicial ajustado via o método MQP utilizando-se os pesos apresentados na (Tabela 3). Pode-se observar pelo gráfico de normalidade (Figura 13) que a suposição de que os erros seguem uma distribuição normal pode ser considerada válida. O gráfico dos resíduos contra a ordem de coleta indica que não parecer haver dependência temporal dos erros. Na Figura 14, observa-se que a variância da resposta pode ser considerada constante nos níveis do amido. Para o fator amina (Figura 15), percebe-se que os resíduos no nível central, após ajuste, estão dispersos de maneira mais homogênea em relação aos outros níveis. Sendo assim,

a suposição de variância constante dos erros nos níveis de amina pode ser considerada válida.

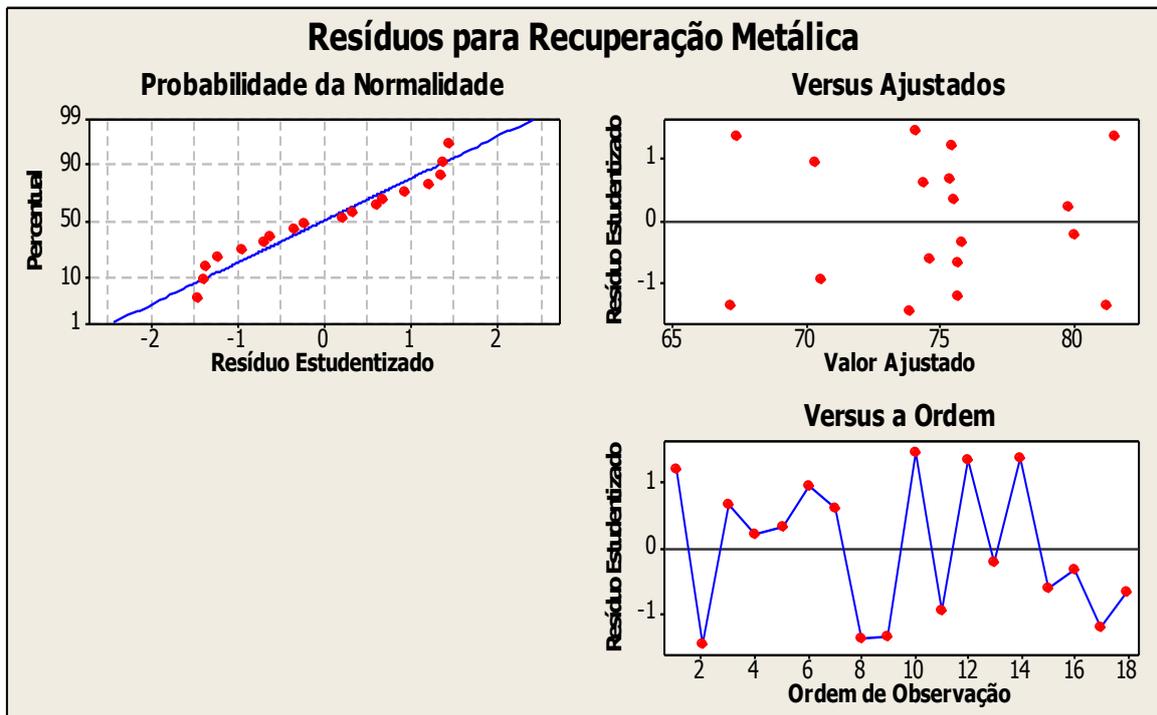


Figura 13 – Análise dos resíduos, modelo inicial ajustado via MQP.

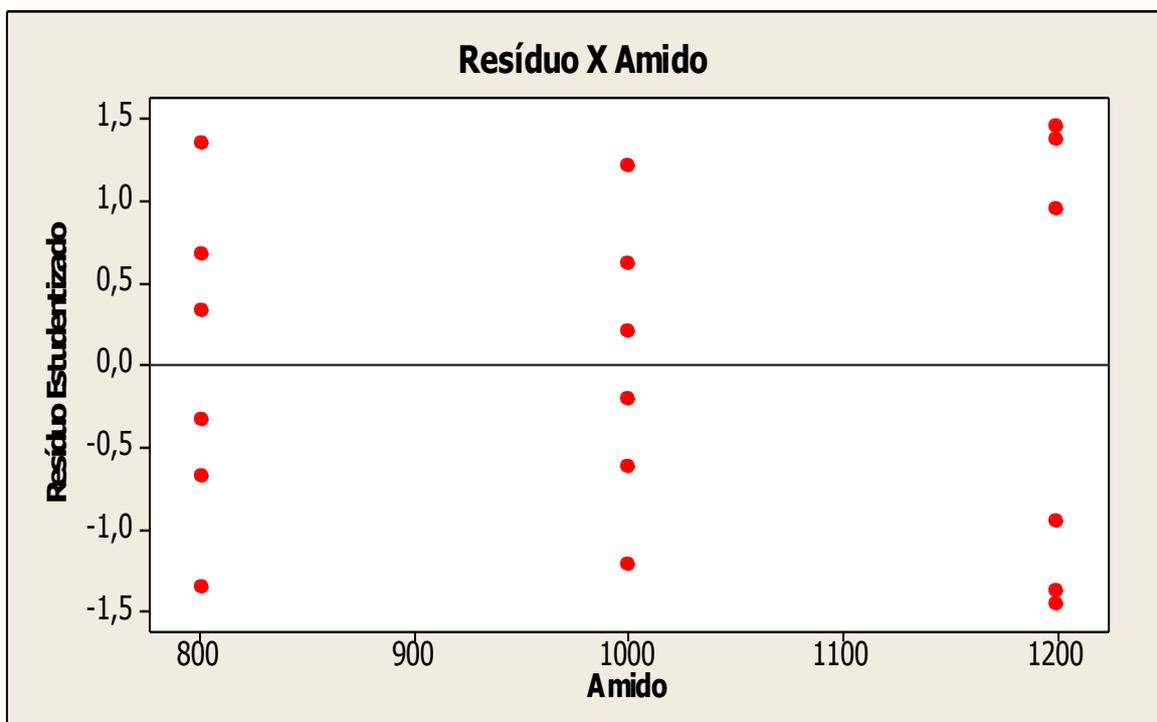


Figura 14 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis de amido, modelo inicial ajustado via MQP.

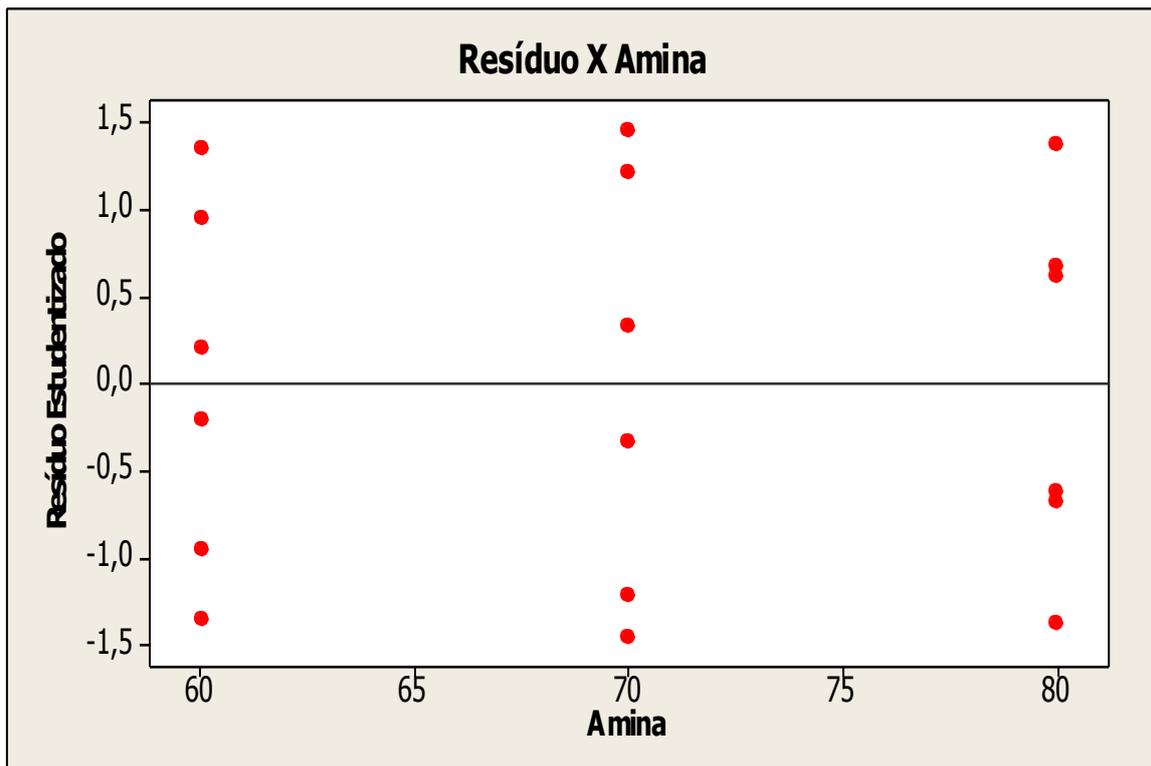


Figura 15 – Verificação da suposição de variância constante dos erros nos níveis da amina, modelo inicial ajustado via MQP.

As figuras 16 e 17 mostram o resultado dos testes de Bartlett para a hipótese de homogeneidade de variâncias dos erros nos níveis de amido e de amina, respectivamente, considerando o modelo inicial após ajuste via o método MQP.

Considerando um nível de significância de 5%, não se rejeita a hipótese de igualdade das variâncias dos erros nos níveis do fator amido (Figura 16). Para o fator amina (Figura 17), também considerando um nível de significância de 5%, após adição dos pesos pode-se considerar que a hipótese de homogeneidade das variâncias dos erros nos diferentes níveis de amina é válida.

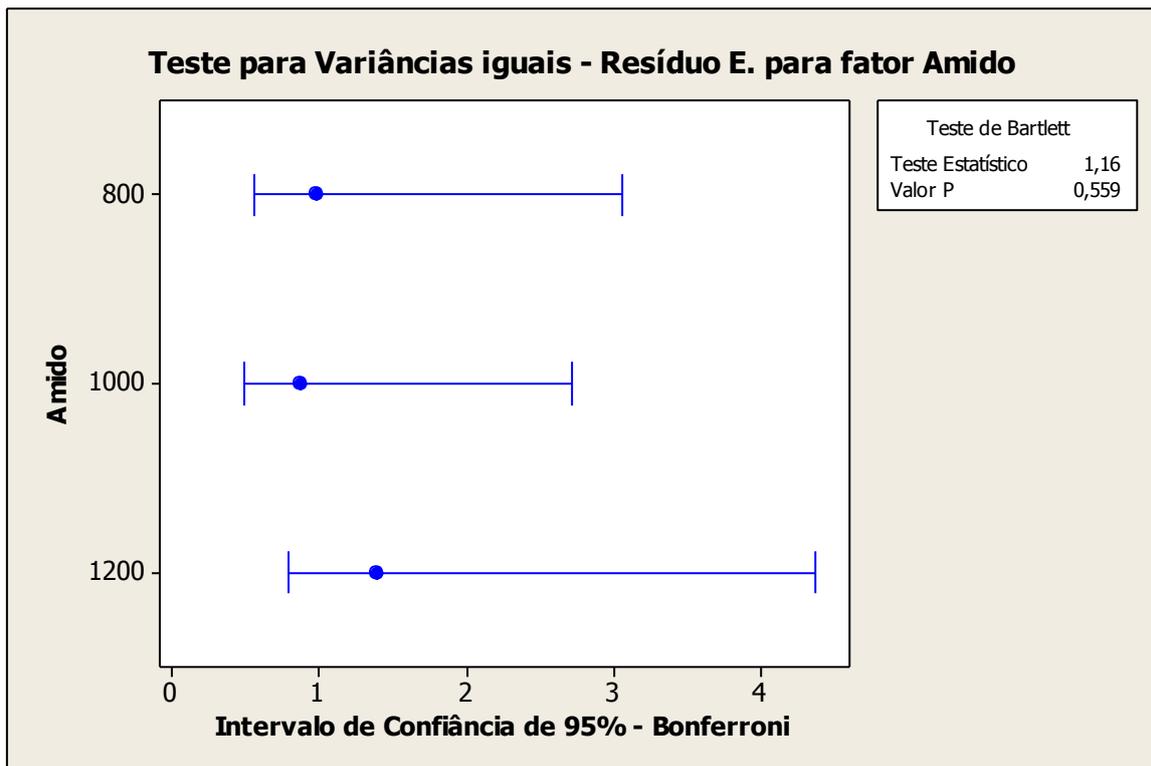


Figura 16 – Teste de igualdade da variância no amido, modelo inicial ajustado via MQP.

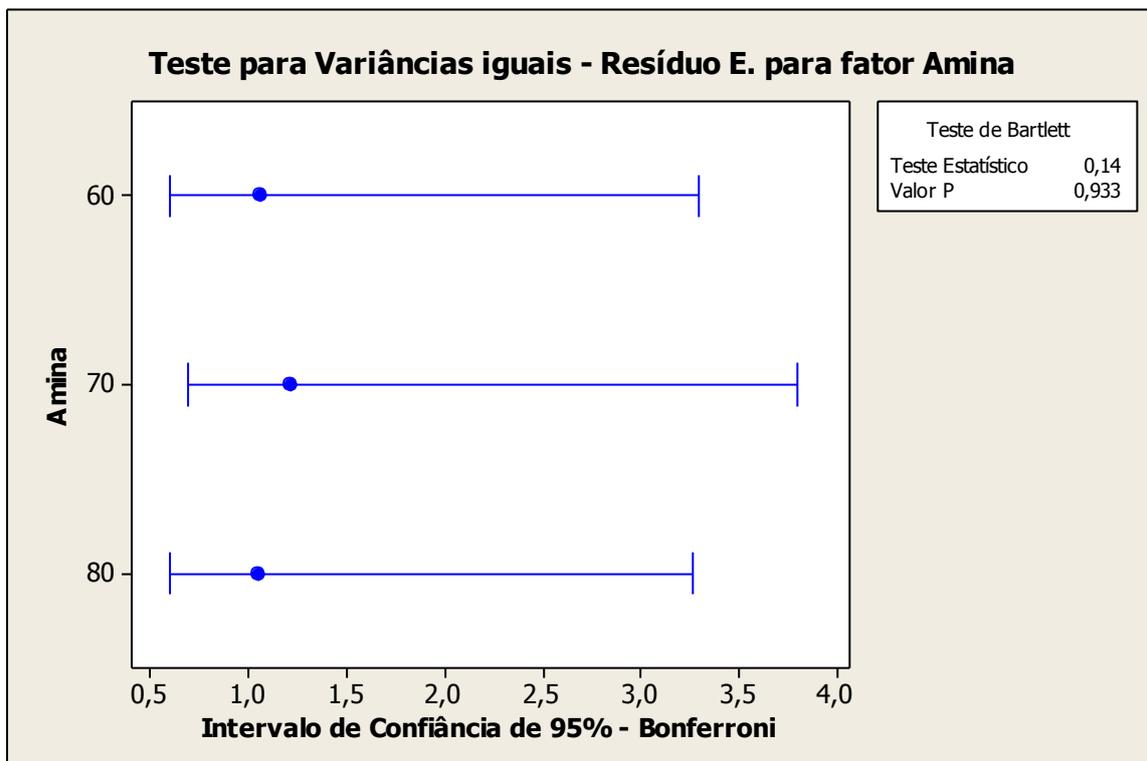


Figura 17 - Teste de igualdade da variância na amina, modelo inicial ajustado via MQP.

4.3 – Análise de Variância: ajuste com pesos

A Tabela 4 resume as características dos fatores utilizados no ajuste do modelo inicial para o estudo da recuperação metalúrgica do ferro.

Tabela 4 – Modelo geral para recuperação metalúrgica com os fatores, bloco, amido e amina.

Fator	Tipo	Nível	Valores
Bloco	Fixo	2	1 ; 2
Amido	Fixo	3	800 ; 1000 ; 1200
Amina	Fixo	3	60 ; 70 ; 80

A Tabela 5 apresenta a Tabela de Análise de Variância (ANOVA) para o ajuste do modelo inicial ajustados aos dados via MQP com os pesos apresentados na Tabela 3.

Tabela 5 – Análise de variância da recuperação metalúrgica (modelo inicial ajustado via método MQP).

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados (Ajustados)	Quadrado Médio	F	Valor P
Bloco	1	2,391	2,391	1,280	0,291
Amido	2	435,394	217,697	116,560	0,000
Amina	2	129,285	64,642	34,610	0,000
Amido*amina	4	288,729	72,182	38,650	0,000
Erro	8	14,942	1,868		
Total	17				

Para o teste da significância estatística do efeito dos fatores sobre a resposta, tem-se:

H0: o efeito do fator não é estatisticamente significativo;

H1: o efeito do fator é estatisticamente significativo.

A partir dos resultados da ANOVA resumidos na Tabela 5, levando em consideração o nível de significância de 5%, percebe-se que o efeito do amido, da amina e da interação entre eles podem ser considerados estatisticamente significantes. Já o efeito da blocagem não foi considerado significativo. Esse modelo consegue explicar 97,92% da alteração da recuperação metalúrgica no processo final de flotação inversa em função da combinação de amino e amina.

4.4 Teste de comparações múltiplas da média da resposta nos níveis dos fatores

Durante a análise descritiva, pode-se observar que o efeito do amido sobre a recuperação metalúrgica é diferente nos níveis de amina e vice-versa (Figura 7). Por meio do teste F da tabela ANOVA, constatou-se que o efeito de interação observado na Figura 7 pode ser considerado estatisticamente significativo. Assim, o teste de comparação múltipla das médias nos níveis de um fator deve ser feito para cada nível de outro fator. O teste de comparação múltipla utilizado foi o teste de Tukey, com o objetivo de descobrir se as médias da resposta são diferentes nos níveis de amina para cada nível de amido. Do mesmo modo, para cada nível de amina, foi feito um teste de Tukey para descobrir se as médias da resposta são diferentes nos níveis de amido.

4.4.1 – Teste de Tukey para as médias da recuperação metalúrgica nos níveis do fator amina

As tabelas 6, 7 e 8 mostram o resultado do teste de Tukey para comparação das médias da recuperação metalúrgica nos níveis de amina considerado os três níveis de amido, 800g/t, 1000g/t e 1200g/t, respectivamente. Para o teste foi considerado um nível de significância de 5%. Em todos os níveis de amido, encontrou-se evidências estatísticas de que pelo menos um dos níveis de amina tem a média diferente. Observa-se na saída do agrupamento do teste de Tukey, com o nível de confiabilidade de 95%, que, nos níveis de amido a 800g/t e 1000 g/t, tem-se dois grupos bem definidos: Grupo A (amina a 60 g/t) e Grupo B (amina a 70 e 80 g/t) . Já para o amido a 1200 g/t, apenas as médias dos níveis com 60 e 80 g/t de amina foram consideradas estatisticamente diferentes..

Tabela 6 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 800 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amina	N	Média	Grupo
60	2	81,4	A
70	2	75,7	B
80	2	75,5	B

Tabela 7 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 1000 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amina	N	Média	Grupo
60	2	79,9	A
70	2	75,6	B
80	2	74,5	B

Tabela 8 - Resultado do teste de Tukey para os níveis de amina (nível de amido = 1200 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amina	N	Média	Grupo
70	2	74	A
60	2	70,4	A B
80	2	67,2	B

O aumento da amina reduziu o percentual médio de recuperação metalúrgica, sobretudo quando a amido está a 1200g/t, nesse caso especificamente, a redução média é mais acentuada, 6,8 pontos percentuais. Nessa situação em especial, esse comportamento pode ser explicado pelo excesso de amido, 1200g/t, dentro da coluna de flotação. Esse amido acaba afetando a capacidade de seletividade do processo de flotação inversa, fazendo com que a Silica, ao invés de ser flotada, seja deprimida, reduzindo com isso o percentual de ferro no material concentrado. Entretanto, há uma inversão de comportamento quando a amina sobe de 60g/t para 70gt, aumentando 3,6 pontos percentuais a recuperação metalúrgica média.

4.4.2 – Teste de Tukey para as médias de recuperação metalúrgica nos níveis do fator amido

Nas tabelas 9, 10 e 11, tem-se o resultado do teste de Tukey para comparar a recuperação metalúrgica média nos níveis de amido considerando os níveis de amina a 60g/t, 70g/t e 80g/t, respectivamente. Em todos os níveis de amina, foi considerado um nível de significância de 5%. Em todos os casos, foram encontradas evidências estatísticas de que, pelo menos um dos níveis de amido tem a média diferente da média dos demais níveis. Observa-se, na saída do agrupamento do teste de Tukey, com o nível de confiabilidade de 95%, dois grupos distintos: Grupo A (amido a 800 ou 1000 g/t), independentemente dos níveis de amina; Grupo B (nível de amido a 1200 g/t), que foi considerado diferente, em média, dos outros dois níveis, reduzindo bastante a recuperação metalúrgica, confirmando o que foi observado na análise descritiva (Figura 7).

Tabela 9 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 60 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amido	N	Média	Grupo
800	2	81,4	A
1000	2	79,9	A
1200	2	70,4	B

Tabela 10 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 70 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amido	N	Média	Grupo
800	2	75,7	A
1000	2	75,6	A
1200	2	74	B

Tabela 11 – Resultado do teste de Tukey para os níveis de amido (nível de amina = 80 g/t). Letras iguais indicam médias consideradas iguais, $\alpha=0.05$.

Amido	N	Média	Grupo
800	2	75,5	A
1000	2	74,5	A
1200	2	67,2	B

O aumento dos níveis de amido reduziu o percentual de recuperação metalúrgica, sobretudo quando a amina está a 60g/t. Nesse caso especificamente, a redução é mais acentuada, 11 pontos percentuais. Nessa situação em especial, quando o amido está em 800g/t, tem-se a melhor recuperação metalúrgica. Quando a amina está em 70g/t, a variação da recuperação metalúrgica é muito pequena, quase se mantendo no mesmo nível, apresentando apenas uma pequena variação, mais perceptível principalmente nos níveis extremos de amido. No nível de amina a 70 g/t, é que se tem o melhor teor de ferro no concentrado. Essa observação será melhor abordada na seção de Conclusões.

4.5 – Avaliação gráfica do teor de ferro em função dos níveis de amido e amina

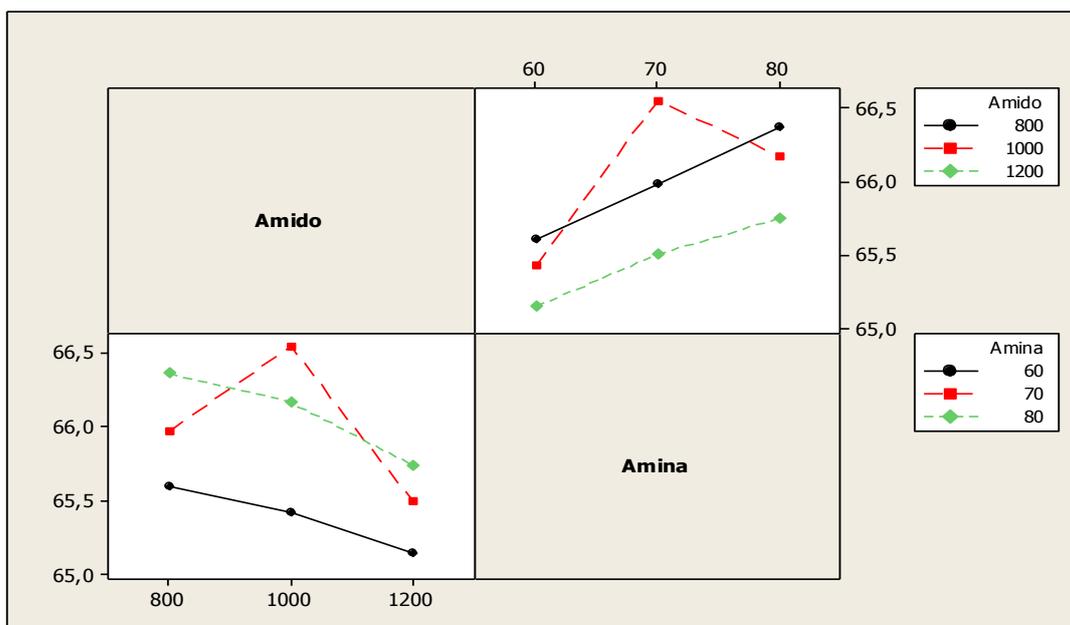


Figura 18 – Efeito interação entre a concentração de amido e de amina no teor de ferro no concentrado.

A Figura 18 apresenta o gráfico de interação dos fatores amido e amida tendo como variável resposta o teor de ferro no concentrado. O teor de ferro no concentrado não se comporta da mesma forma que a recuperação metalúrgica, quando o amido e amina estão em 800g/t e 60g/t, respectivamente. A melhor combinação para maximizar o teor de ferro é quando o amido está em 1000g/t e a amina em 70g/t. Levando em consideração que é o teor de ferro no concentrado o que garante a aderência no produto final, do ponto de vista do cliente, então esse também deve ser o norte verdadeiro para a recuperação metalúrgica, mesmo não sendo a combinação que permite a melhor recuperação, ou seja, aquela que minimiza os custos por tonelada recuperada do ponto de vista da empresa.

5. CONCLUSÕES

A crescente demanda por minério de ferro, associado ao escasseamento de minerais com alto teor de ferro e fácil extração (as hematitas), viabilizou a migração da extração mineral com menor teor de ferro, os itabiritos. Entretanto, para que ocorresse essa migração, os processos de beneficiamento se tornaram mais complexos. Como nos itabiritos, os teores de ferro são menores, para que ele seja comercializado, seus teores precisam ser concentrados por meio de processos mais complexos. Na mina Alpha, a flotação inversa é o principal processo de concentração para os Itabiritos. A grande quantidade de reagentes necessários para essa fase do processo e o alto custo potencializam uma boa oportunidade para uma análise que vise à maximização do processo ou a redução de seu custo unitário.

Levando-se em consideração as características físico-químicas do mineral amostrado na mina Alpha e utilizado nos testes, o aumento da amina e do amido não conseguiu garantir melhoras na recuperação metalúrgica associado à concentração do teor de ferro no concentrado da flotação inversa. Além do aumento do custo do processo, com o aumento das dosagens, o teor de ferro no concentrado praticamente não se alterou. A melhor combinação dos reagentes, aquela que maximiza a recuperação metalúrgica, é a dos níveis mais baixos de amido e amina, isto é, 800g/t e 60 g/t alimentada, respectivamente. Entretanto, somente a recuperação não é suficiente para a escolha da melhor combinação. Os teores de ferro no material concentrado após o processo de flotação inversa também são um

importante parâmetro para análise, uma vez que o cliente é quem define a qualidade do material que deseja comprar. Neste estudo, a amplitude máxima entre a melhor e a pior concentração de ferro é de 1,51 pontos percentuais, não sendo relevante quando levamos em consideração a redução da recuperação metalúrgica (16,36 pontos percentuais), além, é claro, do aumento do custo para obtê-la.

Considerando que o cliente final compra qualidade, ou seja, teor de ferro no concentrado, e a empresa busca maximizar a recuperação atendendo à qualidade, porém, com baixo custo, verifica-se que a combinação intermediária dos reagentes amido e amina (1000g/t e 70g/t), respectivamente, convergem para atender tanto à qualidade, do ponto de vista do cliente, quanto ao custo, do ponto de vista da empresa, podendo ser utilizada como referência após análise dos dados, conforme observa-se na Figura 18 deste trabalho. Essa combinação não é a melhor, quando referenciada pela recuperação metalúrgica, porém, é a que maximiza a concentração de ferro no produto final.

Este estudo limitou-se ao comportamento de dois fatores, amido e amina, sendo que os demais itens que sabidamente interferem nesse processo foram fixados nos níveis mais adequados, do ponto de vista empírico, para possibilitar a conclusão desta análise.

O experimento fatorial foi fundamental para o estudo do comportamento da recuperação metalúrgica do ferro no mineral Itabirito em função da variação do nível dos reagentes envolvido no processo de flotação inversa, no caso em questão, amido e amina. Um estudo mais detalhado, com todas as variáveis de interferência, tais como, nível de pH, tempo de condicionamento dos reagentes, além dos reagentes propriamente dito, potencializaria ainda mais os resultados apresentados

REFERÊNCIAS

Adão B. L., João A. S. e Silvia C. A. F., **Tratamento de Minérios**. Rio de Janeiro, RJ: CETEM/MCT, 2010. 965 p.

Coleman, S. et al. **Statistical Practice in Business and Industry**. Londres, UK: Wiley, 2008. 435 p.

George E. P. Box, J. Stuart Hunter, William G. Hunter, **Statistic for Experimenters: desing, innovation and discovery**. New Jersey, US; Wiley, 2005. 633 p.

Montgomery, D. C., Runger, G. C. (2013) **Estatística aplicada e probabilidade para Engenheiros**. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2013. 525 p.

Varição da evolução do preço em dólar do minério de ferro (62% Fe Spot China), 2016. Disponível em: <<http://www.indexmundi.com/pt/pre%E7os-demercado/?mercadoria=min%C3%A9rio-de-ferro&meses=120>>. Acesso em: 1.ago. 2016.

APÊNDICES

APÊNDICE A: Teste de Bartlett X^2_v para Homogeneidade de Variâncias

Segundo Box, Hunter e Hunter (2005), para K grupos com n observações, a estatística de Bartlett pode ser definida com:

$$M' = \frac{K(n-1) * \ln(S^{-2}/S^{*2})}{1 + (K+1)/3K(n-1)} \quad (3)$$

Onde: S^{-2} é a média aritmética da estimativa da variância e S^{*2} é a média geométrica, então $\ln S^{*2} = \sum_{i=1}^K \ln S_i^{*2}$ assumindo que os erros possuem distribuição normal com média zero ($E(\varepsilon_{ijk}) = 0$) e variância constante ($Var(\varepsilon_{ijk}) = \sigma^2$). M' é aproximação da distribuição X^2 com V= K-1 graus de liberdade.