



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS



NATHALIA LUIZA NASCIMENTO DE CARVALHO

AVALIAÇÃO DE COLETORES E DEPRESSORES NA FLOTAÇÃO DO MINÉRIO
SULFETADO DE CHUMBO E ZINCO DE MORRO AGUDO

OURO PRETO

2018

NATHALIA LUIZA NASCIMENTO DE CARVALHO

AVALIAÇÃO DE COLETORES E DEPRESSORES NA FLOTAÇÃO DO MINÉRIO
SULFETADO DE CHUMBO E ZINCO DE MORRO AGUDO

Monografia apresentada ao curso de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Minas.

Área de concentração: Beneficiamento de minérios.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira

OURO PRETO

2018

C331a Carvalho, Nathalia Luiza Nascimento de.
Avaliação de coletores e depressores na flotação do minério sulfetado de chumbo e zinco de Morro Agudo [manuscrito] / Nathalia Luiza Nascimento de Carvalho. - 2018.

66f.: il.: color; grafs; tabs.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira.

Monografia (Graduação). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia de Minas.

1. Beneficiamento de minério. 2. Flotação. 3. Chumbo. 4. Zinco. I. Pereira, Carlos Alberto. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU: 622.765



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
Universidade Federal de Ouro Preto
Escola de Minas - Departamento de Engenharia de Minas

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

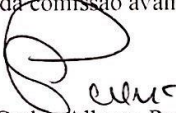
Aos 19 dias do mês de dezembro de 2018, às 10h00min. no auditório do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas - DEMIN EM, foi realizada a defesa do Trabalho de Conclusão de Curso de Engenharia de Minas requisito da disciplina MIN-491 – Trabalho de Conclusão de Curso II, intitulado “*AValiação de COLETORES E DEPRESSORES NA FLOTAÇÃO DO MINÉRIO SULFETADO DE CHUMBO E ZINCO DE MORRO AGUDO*”, pela aluna **Nathalia Luiza Nascimento de Carvalho**, sendo a comissão avaliadora formada por **Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira (Orientador)**, Eng.^o de Minas **Isabela dos Santos Stopa** e Eng.^o de Minas **Carlos Eduardo Domingues da Mata**.


Após arguição sobre o trabalho, a comissão avaliadora deliberou por unanimidade pela ~~aprovação~~ da candidata, com a nota ~~8,5~~ concedendo-lhe o prazo de 15 dias para incorporar no texto final da monografia as alterações determinadas/sugeridas pela banca.

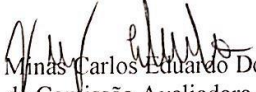
A aluna fará jus aos créditos e conceito de aprovação na disciplina MIN-491 – Trabalho de Conclusão de Curso II após a entrega dos exemplares definitivos (Cd e cópia impressa) da versão final da monografia defendida, conforme modelo do CEMIN-2009, no Colegiado do Curso de Engenharia de Minas – CEMIN.

Para fins de registro, foi lavrada a presente ata que, depois de lida e aprovada é assinada pelos membros da comissão avaliadora e pelo discente.


Ouro Preto, 18 de dezembro de 2018.


Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira
Presidente da Comissão Avaliadora e Professor Orientador


Eng.^ª de Minas Isabela dos Santos Stopa
Membro da Comissão Avaliadora


Eng.^º de Minas Carlos Eduardo Domingues da Mata
Membro da Comissão Avaliadora


Nathalia Luiza Nascimento de Carvalho


Prof. M.Sc. José Fernando Miranda
Professor responsável pela Disciplina Trabalho de Conclusão de Curso

Dedico esse trabalho à minha mãe Edima, à minha irmã Luiza e ao Leonardo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por sempre guiar meus caminhos e estar comigo em todos os momentos.

À minha querida mãe e à minha irmã por não medirem esforços para me ajudarem nessa caminhada.

Ao Leonardo por toda compreensão e carinho.

À empresa Nexa pelo apoio e em especial a Equipe de Gerência Geral de Tecnologia por todos os conhecimentos compartilhados ao longo desse ano.

Ao Lucas Monteiro, Carolina Carvalho e Pablo Pina pelo imenso apoio ao desenvolver esse projeto.

Ao professor Carlos Alberto Pereira pela orientação e amizade ao longo desses anos.

À Universidade Federal de Ouro Preto pelo ensino de qualidade.

Aos professores do Departamento de Engenharia de Minas pelos ensinamentos.

A Fundação Gorceix pelo auxílio financeiro/profissional durante todos esses anos.

Aos meus amigos e colegas de curso, em especial Paty e Glaucia por toda ajuda.

RESUMO

A flotação é a única técnica de concentração que pode manipular a molhabilidade das superfícies dos minerais envolvidos. Nesse processo os coletores utilizados para flotação de sulfetos são os aniônicos sulfidrílicos, como por exemplo, xantatos e ditiofosfatos. Esse trabalho buscou avaliar o desempenho de coletores e depressores na flotação do minério de Morro Agudo, através de testes de bancada abertos e LCT. Os resultados dos testes abertos mostraram que o diisobutil-ditiofosfato de sódio (Solvay) foi melhor coletor que o o ditiofosfato de sódio di-alkil (Interfusão) para a flotação de chumbo. A utilização de depressor de zinco na flotação de chumbo melhorou a recuperação dos concentrados. O metabissulfito de sódio não foi um bom depressor de ferro. Para os testes LCT, obtive o melhor desempenho no ensaio de número 4, no qual utilizou-se o sulfato de zinco e diisobutil-ditiofosfato de sódio (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil (Interfusão) na flotação de zinco. Esse teste apresentou teor de 46% e recuperação de 76% de chumbo e teor e recuperação de zinco de respectivamente, 46,5% e 87,2%.

Palavras-chave: Minério sulfetado. Chumbo. Zinco. Coletor. Depressor.

ABSTRACT

The flotation is the only concentration technique that can handle the wettability of the surfaces of minerals are involved. The collectors used for flotation process of sulfides are sulfhydryl collectors, for example xanthates and dithiophosphates. This study sought to assess the performance of collectors and depressants on flotation of ore of Morro Agudo, through open bench tests and LCT. Open bench test results showed that the Sodium diisobutyl-sodium dithiophosphinate was better than the di-alkyl dithiophosphinate (Interfusão) for the lead flotation. The use of zinc depressant in the lead flotation improved recovery of the concentrates. Sodium metabisulphite was not a good iron depressant. For LCT, obtained the best test performance of number 4, in which the zinc sulphate and diisobutyl-sodium dithiophosphate (Solvay) on flotation of lead and diisobutyl-sodium dithiophosphate (Interfusão) on flotation of zinc. This test had lead content of 46% and lead recovery of 76%. For the zinc, had zinc content of 46,5% and zinc recovery of 87,2%.

Keywords: Sulfid ore. Zinc. Lead. Collector. Depressant.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Intervalos de pH para a separação/flotação de cobre, chumbo, zinco e ferro (adaptado de 911Metallugist, 2018).	19
Figura 2 - Estrutura de um ditiofosfato (Bulatovic, 2007).	23
Figura 3 - Geologia local de Morro Agudo (em seção).	26
Figura 4 - Mineralogia modal da alimentação da planta de Morro Agudo.	27
Figura 5 - Fluxograma simplificado das atividades de Morro Agudo.	28
Figura 6 - Fluxograma da britagem de Morro Agudo.	29
Figura 7 - Fluxograma da flotação de chumbo.	31
Figura 8 - Fluxograma da flotação de zinco.	33
Figura 9 - Células de flotação utilizadas para a flotação de chumbo (à esquerda) e de zinco (à direita).	36
Figura 10 - Fluxograma do teste de flotação em bancada.	37
Figura 11 - Fluxograma dos LCT.	42
Figura 12 - Curva de moagem para a amostra de minério de Morro Agudo.	48
Figura 13 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado rougher de chumbo.	49
Figura 14 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado <i>rougher</i> de Zinco	50
Figura 15 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado cleaner de chumbo.	51
Figura 16 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado cleaner de zinco.	52
Figura 17 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado recleaner de chumbo.	53
Figura 18 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado recleaner de zinco.	54
Figura 19 - Teor e recuperação dos principais elementos no rejeito final.	55
Figura 20 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 01 (coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)	56
Figura 21 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 02 (diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e xantato na flotação de zinco)	58

Figura 22 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 03 (xantato na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de zinco)	60
Figura 23 - Balanço de massa e metalúrgico do LCT 04 (ZnSO ₄ e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de zinco).....	62
Figura 24 - Balanço de massa e metalúrgico do LCT 05 (ZnSO ₄ e coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco).....	64
Figura 25 - Resumo dos teores e recuperação de chumbo, ferro e zinco no concentrado final de chumbo dos LCT realizados.....	65
Figura 26 - Resumo dos teores e recuperação de Zinco e Fe no concentrado final de Zinco dos LCT's realizados	65
Figura 27 - Resumo das recuperações de chumbo, zinco e ferro no rejeito final dos LCT realizados	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades coletoras versus cadeia orgânica dos xantatos (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).	21
Tabela 2 – Resultados zinco de 2017 e especificações de contrato.	27
Tabela 3 – Resultados chumbo de 2017 e especificações de contrato.....	27
Tabela 4 – Informações dos reagentes utilizados.	35
Tabela 5 – Parâmetros fixos do sistema de moagem.	36
Tabela 6 – Reagentes utilizados em cada etapa dos testes abertos de flotação em bancada	38
Tabela 7 – pH utilizado em cada etapa da flotação de chumbo e zinco dos testes abertos de flotação em bancada	38
Tabela 8 – Reagentes utilizados em cada etapa dos testes LCT.....	43
Tabela 9 – pH utilizado em cada etapa da flotação de chumbo e zinco dos testes LCT	44
Tabela 10 – Análise da água de processo utilizada na Nexa e SGS Geosol.	47
Tabela 11 – Composição química da amostra de minério de Morro Agudo.	47

1. INTRODUÇÃO	14
2. OBJETIVOS	16
2.1. Objetivos específicos	16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1. Flotação	17
3.2. Reagentes na flotação	17
3.2.1. Espumantes	17
3.2.2. Modificadores	18
3.2.2.1. Depressores	18
3.2.2.2. Ativador	18
3.2.2.3. Moduladores de pH	19
3.2.3. Coletores	20
3.2.3.1. Xantatos	21
3.2.3.2. Outros coletores sulfidrílicos	23
3.3. Testes abertos em escala laboratorial	24
3.4. <i>Locked cycle test</i> (LCT)	25
3.5. Nexa	25
3.6. Geologia e Mineralogia de Morro Agudo	26
3.7. Processamento do minério sulfetado de Morro Agudo	28
3.7.1. Moagem	29
3.7.2. Flotação	30
3.7.2.1. Flotação de chumbo	30
3.7.2.2. Flotação de zinco	32
4. METODOLOGIA	34
4.1. Preparação das amostras minerais	34
4.2. Preparação dos reagentes	34

4.3.	Caracterização das amostras minerais	35
4.4.	Moagem das amostras para os testes de flotação	35
4.5.	Testes de flotação em bancada	36
4.6.	<i>Locked cycle test (LCT)</i>	42
4.7.	Análise de resultados	45
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
5.1.	Caracterização das amostras minerais	47
5.2.	Moagem das amostras para os testes de flotação	48
5.3.	Testes de flotação em bancada	48
5.3.1.	Etapa <i>rougher</i>	48
5.3.2.	Etapa <i>cleaner</i>	51
5.3.3.	Etapa <i>re-cleaner</i>	52
5.3.4.	Rejeito Final	54
5.4.	<i>Locked Cycle Test (LCT)</i>	55
5.4.1.	LCT 01 (coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)	55
5.4.2.	LCT 02 (diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e xantato na flotação de zinco)	57
5.4.3.	LCT 03 (xantato na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de zinco)	59
5.4.4.	LCT 04 ($ZnSO_4$ e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de zinco)	61
5.4.5.	LCT 05 ($ZnSO_4$ e coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)	63
6.	CONCLUSÕES	67
	REFERÊNCIAS	68

1. INTRODUÇÃO

A flotação é um método de concentração mineral que utiliza a reatividade da superfície como propriedade diferenciadora entre as várias espécies presentes. A seletividade do processo de flotação é baseada nos diferentes graus de hidrofobicidade (maior afinidade com o ar) ou hidrofiliabilidade (mais susceptível a interação com a água) que a superfície da espécie mineral pode apresentar com a utilização de reagentes químicos (BALTAR, 2018).

Em processos de concentração por flotação, são realizados estudos de otimização em escala de bancada, seguido de testes em planta piloto, e por fim, em escala industrial. Os estudos em escala de bancada permitem obter informações elementares do processo, como por exemplo, tempos necessários de flotação, tipos e dosagens de reagentes e melhor faixa granulométrica. Os chamados *Locked Cycle Tests* (LCT) avaliam, ainda em escala de laboratório, o efeito da carga circulante na recuperação final metalúrgica e na qualidade do concentrado final, ao executar o teste com um número finito de ciclos com as recirculações intermediárias.

O êxito da flotação resulta da escolha adequada de reagentes, bem como de ajustes das condições operacionais e de processo. A dosagem de coletor, depressor e espumante; pH; porcentagem de sólidos, granulometria são exemplos de fatores que contribuem para que se atinja níveis de qualidade e recuperação metalúrgica satisfatórios, atendendo as especificações praticadas no mercado.

Os coletores atuam na interface sólido-líquido, alterando a superfície mineral de caráter hidrofílico para hidrofóbico. Para flotação de sulfetos são utilizados os coletores sulfidrílicos (PERES & ARAUJO, 2009). No teste de bancada padrão de Morro Agudo é utilizado o amil xantato de potássio (Interfusão) como coletor da flotação de chumbo e zinco, nas concentrações, de respectivamente, 50 e 100 gramas por tonelada. Como espumante, é utilizado um álcool alifático (Interfusão) nas flotações de chumbo e zinco, na concentração de 5 gramas por tonelada. Na etapa de zinco é utilizado o sulfato de cobre (Nexa Juiz de Fora) como ativador, na concentração de 200 gramas por tonelada.

Esse trabalho avaliou o desempenho de novos coletores e depressores no processo de concentração do minério sulfetado de Morro Agudo em busca de otimização do processo, e assim atingir níveis maiores de recuperação e teor nos concentrados.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar o desempenho de novos reagentes no processo de concentração de minério sulfetado de Morro Agudo por flotação sequencial através de testes abertos e *Locked Cycle Tests* (LCT) em escala laboratorial.

2.1. Objetivos específicos

Os objetivos específicos foram:

- a) Comparar, através de testes abertos de bancada, o desempenho de novos coletores em termos de recuperação e teores de chumbo, zinco e ferro;
- b) Avaliar, através de testes abertos de bancada, a influência do depressor de zinco em termos de teor e recuperação dos concentrados;
- c) Avaliar, através de testes abertos de bancada, a eficácia do depressor de ferro no minério de Morro Agudo;
- d) Definir os reagentes com melhores desempenhos nos testes abertos de bancadas para definição dos testes LCT;
- e) Avaliar nos testes LCT o desempenho dos melhores reagentes com o efeito da carga circulante na recuperação final metalúrgica e na qualidade dos concentrados.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta uma revisão baseada na literatura, contextualizando os temas pertinentes a este trabalho.

3.1. Flotação

Segundo Baltar (2018) todo mineral, por sua definição, tem composição química e estrutura cristalina definida. Isso faz com que cada mineral possua uma superfície exclusiva. Essa superfície apresenta uma determinada afinidade com a fase líquida, resultante da energia livre gerada no processo de quebra.

A flotação é um processo de concentração que utiliza a diferença das características superficiais dos minerais entre as várias espécies presentes. A seletividade do processo se dá pelo fato de cada espécie mineral possuir um grau de hidrofobicidade. Atualmente é um dos métodos mais utilizados na indústria mineral, por sua eficiência e alta aplicabilidade (PERES & ARAUJO, 2009).

3.2. Reagentes na flotação

Os reagentes são de extrema importância na performance da flotação. Eles são definidos como compostos orgânicos e inorgânicos e atuam no controle das características interfaciais ligadas ao processo. De acordo com sua atuação são categorizados em coletores, espumantes e modificadores (PERES & ARAUJO, 2009).

3.2.1. Espumantes

Os espumantes são compostos tenso-ativos heteropolares, contendo uma cadeia hidrocarbônica e um grupo polar, o que torna possível a adsorção na interface água/ar. O espumante cria condições para a formação da espuma. Concentra-se na interface água/bolhas de ar formando um envelope ao redor das bolhas, que impede a colisão. Também reduz a tensão superficial na interface, o que faz com que a bolha fique mais resistente e melhore as condições de coleta das partículas (BULATOVIC, 2007).

Na Mina de Morro Agudo é utilizado um álcool alifático (Interfusão), que é uma mistura de hexanol/octanol. Ele é fornecido na forma de um líquido transparente, com o odor doce pungente e somente 60% solúvel em água.

3.2.2. Modificadores

São reagentes orgânicos ou inorgânicos que possuem como principal função melhorar o desempenho da flotação em relação a seletividade e/ou recuperação. São divididos em quatro classes: depressores, ativadores, reguladores de pH e dispersantes (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

3.2.2.1. Depressores

Como o próprio nome já diz, esses sais metálicos têm como função deprimir alguma espécie presente na flotação, tornando a coleta da espécie de interesse mais seletiva. Sua atuação é afetada principalmente pelo potencial zeta da superfície mineral (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

O Metabissulfito de sódio (Sulfal), de fórmula química $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ é utilizado para deprimir pirita. É fornecido comercialmente na forma de um sólido cristalino, cor branca, leve odor de dióxido de enxofre e é solúvel em água.

O Sulfato de zinco (Sulfal), de fórmula química ZnSO_4 é utilizado para deprimir esfalerita. É fornecido comercialmente na forma de um sólido cristalino ou granulado, cor branca, inodoro e é solúvel em água.

Na mina de Rosh Pina utiliza-se uma mistura de cianeto de sódio e sulfato de zinco (50/50) para deprimir a esfalerita e pirita na etapa de flotação do cobre e chumbo, com dosagem total de 200g/t (SEHLOTTHO *et al*, 2018).

3.2.2.2. Ativador

Sabe-se que o sulfeto de zinco ocorre juntamente com outros minerais sulfetados. Na separação de zinco-chumbo, a galena é flotada antes que a esfalerita. Isso é possível

pois os coletores tíois adsorvem-se eletroquimicamente na superfície desse mineral, já na esfalerita é necessária uma ativação para facilitar a ação desse coletor (SÃO JOSÉ, 2015).

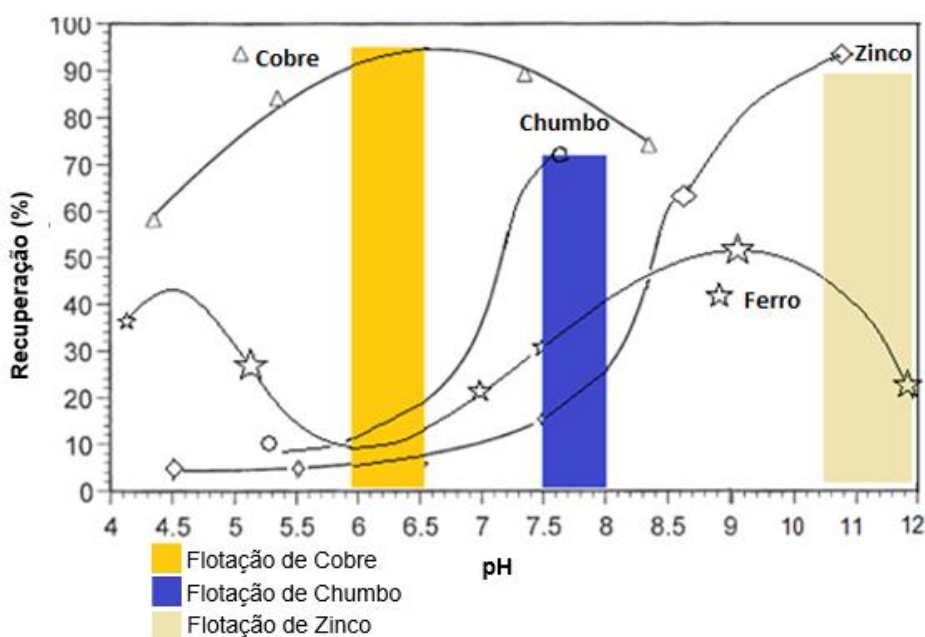
Na mina de Morro Agudo é utilizado o sulfato de cobre, fornecido pela unidade de Juiz de Fora da Nexa. O sulfato de cobre possui a forma de finos cristais azuis e tem como função ativar a esfalerita. É solúvel em água facilmente, e não possui nenhum odor próprio.

3.2.2.3. Moduladores de pH

O pH da polpa influencia em diversos fatores relacionados as propriedades interfaciais e físico-químicas do sistema solução/ar/sólido. Por esse motivo ele tem extrema importância no processo de flotação.

A Figura 1 apresenta as curvas de recuperação (%) aproximada/relativa da flotação de alguns elementos em função do pH, para um dado valor de referência de coletor e espumante.

Figura 1 - Intervalos de pH para a separação/flotação de cobre, chumbo, zinco e ferro (adaptado de 911Metallugist, 2018).



Observa-se que com o pH 9 não é possível ter uma flotação seletiva, já que a maioria dos metais são flotados. Com o objetivo de flotar sequencialmente o chumbo e zinco enquanto deprime-se a pirita, são sugeridos os seguintes pH em cada etapa:

- No pH 7,5-8, os metais zinco e ferro são menos hidrofóbicos, enquanto o chumbo é mais hidrofóbico, sendo um ótimo pH para recuperar chumbo.
- No pH 10,5-12, o ferro é menos hidrofóbico, enquanto o zinco e chumbo são mais hidrofóbicos, sendo um ótimo pH para recuperar zinco.

Sehlotho *et al* (2018) realizou testes ajustando o pH com cal (200g/t) para 11 na flotação de zinco, na qual sabe-se que a pirita é bem deprimida. Observou-se que a pirita é deprimida nos estágios mais rápidos, e cresce sua distribuição ao longo do tempo.

Na Mina de Morro Agudo utiliza-se a cal virgem (Belocal), um óxido de cálcio (CaO) para regular o pH. É fornecido em forma de sólidos branco em diferentes faixas granulométricas.

3.2.3. Coletores

Os coletores atuam na interface sólido-líquido, alterando a superfície mineral de caráter hidrofílico (maior afinidade com a água) para hidrofóbico (maior afinidade com o ar). Sabe-se que a maioria dos minerais encontrados na natureza são naturalmente hidrofílicos, logo com a adição do coletor para uma espécie mineral, conseguimos separar duas ou mais espécies (PERES & ARAUJO, 2009).

Os coletores são classificados de acordo com sua carga iônica. Para flotação de sulfetos são utilizados os coletores aniônicos sulfidrílicos, ou também conhecidos como os tio-compostos. (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

Esses compostos possuem o grupamento sulfidrato ($-SH$) e uma cadeia hidrocarbônica (R). O átomo de enxofre está associado a um átomo de carbono ou fósforo. De acordo com o número de átomos de enxofre são classificados como monotio, ditio ou tridio (BALTAR, 2010).

De acordo com o comprimento da cadeia molecular do reagente, há um aumento no ângulo de contato de uma bolha de ar, energia de adsorção e preço do reagente. Quanto maior adsorção, menor é a seletividade da coleta proporcionando maiores recuperações. A Tabela 1 apresenta o comprimento da cadeia molecular dos xantatos e seus respectivos níveis de hidrofobicidade (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

Tabela 1 - Propriedades coletoras versus cadeia orgânica dos xantatos (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

Radical	Nº de Carbonos	Ângulo de Contato
Metil	1	50°
Etil	2	60°
Propil	3	68°
Butil	4	74°
Iso-butil	4	78°
Amil	5	80°
Iso-amil	5	86°
Hexil	6	87°
Heptil	7	90°
Octal	8	94°
Cetil	16	96°

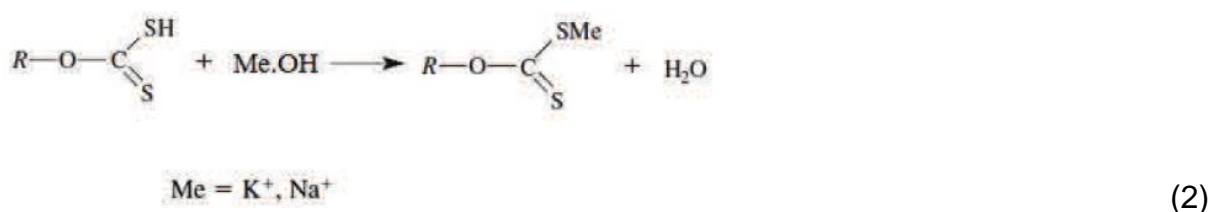
3.2.3.1. Xantatos

Os xantatos são sais do ácido xântico (ou também chamados ditiocarbônicos), de cor amarelada, solúveis em água e estáveis em solução. Há um aumento no poder de coleta com maiores cadeias carbônicas até o octil xantato e, a partir daí se estabiliza (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

O ácido xântico é obtido pela reação de um álcool com o dissulfeto de carbono (Equação 1). Como descreve a Equação 2, os sais de ácido xântico (xantato) são obtidos a partir da reação do ácido xântico com hidróxido alcalino (BALTAR, 2010).



(1)



Baltar (2010) explica que pela alta solubilidade em água dos xantatos de potássio ou sódio, surge-se o íon xantato com a liberação do metal (Equação 3).



A hidrofobização da superfície é proveniente da cadeia hidrocarbônica, já a parte inorgânica da molécula é a responsável pela adsorção no sólido, ou seja, seletividade (BALTAR, 2010).

A adsorção do xantato, por ser uma cadeia curta (geralmente de 2 a 5 carbonos) é específica, de natureza predominantemente química. Com isso, é preciso um tempo de condicionamento que leve em consideração a cinética de formação (BALTAR, 2010). Outra característica importante é que só deve ser utilizado em meio levemente alcalino para evitar sua hidrólise em meio ácido ou estabilidade do hidróxido metálico em meio altamente alcalino.

O xantato possui a facilidade de hidratação e oxidação, logo se degradam facilmente. Por esse motivo é sugerido um pequeno estoque em ambiente seco, fresco e escuro (BALTAR, 2010). Para a realização de testes de laboratório esse coletor é preparado diariamente para evitar a degradação.

A coleta dos xantatos é de terceira espécie, com uma reação química de cinética baixa e demandando maiores tempos de condicionamento. Com isso, é usual adicioná-los nos circuitos de moagem para se ter um maior tempo de contato (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018).

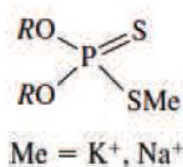
Outra justificativa para essa adição é a superfície fresca (não oxidada) do sulfeto gerada na moagem e que é imediatamente coletada pelo reagente (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018). Mendonça (2014) realizou testes de microflotação da galena após submetê-lo a ambientes protegidos do ar atmosférico, exposto ao ar e em ambiente oxidante ($\text{H}_2\text{O}_2(\text{l})$) para avaliar o impacto da oxidação superficial na flotação. Os resultados mostraram que houve pequena variação na flotabilidade da galena exposta ao ar atmosférico se comparado aos protegidos do ar. Para os tempos de exposição à oxidação de até 14 dias, a flotabilidade da galena permaneceu entre 95 e 85%. Nos testes utilizando água oxigenada como meio, em que o mineral estava totalmente oxidado, houve uma queda significativa da fração flotada da galena. Para o volume de 15ml de H_2O_2 , a flotação da galena caiu de 90% para 10%.

O coletor utilizado na Mina de Morro Agudo na flotação de chumbo e zinco é o amil xantato de potássio (PAX), de fórmula química $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OCSSK}$. É fornecido pela Interfusão na forma de um pó ou granulado levemente amarelo ou cinza amarelo e com o odor desagradável.

3.2.3.2. Outros coletores sulfidrílicos

O ditiofosfato e tiocarbamatos são exemplos de outros coletores sulfidrílicos. A Figura 2 descreve a fórmula química geral do ditiofosfato, que são conhecidos no mercado como *Aerofloat*® (Bulatovic, 2007).

Figura 2 - Estrutura de um ditiofosfato (Bulatovic, 2007).



Aplan & Chander (1988) *apud* Baltar (2010) explica que os ditiofosfatos são mais resistentes à oxidação se comparados aos xantatos e tem como características serem ácidos fortes e instáveis na presença de umidade.

O diisobutil-ditiofosfato de sódio, de fórmula química $C_8H_{18}PS_2.Na$, é fornecido pela Solvay na forma de um líquido claro à amarelo e inodoro

O reagente ditiofosfato de sódio di-alkil (Interfusão) é fornecido na forma de um líquido amarelo à marrom claro e com o odor sulfeto leve. Possui de 65-75% em peso de ditiofosfato de sódio, O-diisobutil e de 0-25% de polioéter.

O diisobutil-ditiofosfato de sódio ($C_8H_{18}NaO_2PS_2$) é fornecido pela Interfusão na forma de um líquido marrom claro e com o odor característico de enxofre.

Sehlotho *et al* (2018) realizou testes de bancada para uma zona de baixo cobre (com teores de 0,1% Cu, 2,5% Pb, 6,6% Zn e 3,2% Fe). Utilizou-se, uma mistura de cianeto de sódio e sulfato de zinco (200g/t) como depressor e o diisobutil-ditiofosfato de sódio (Solvay) na concentração de 30g/t como coletor flotação do cobre/chumbo. O concentrado final de chumbo apresentou uma recuperação mássica de 5%, com teor igual a 41% e recuperação de 80% de chumbo. A perda de zinco na *rougher* de chumbo foi significativa: 29% em distribuição. Para o ferro o valor foi de quase 20%.

Na etapa de zinco, utilizou-se o sulfato de cobre (300g/t) como ativador e o o isobutil xantato de potássio (90g/t) como coletor. O concentrado final de zinco apresentou uma recuperação mássica de 4%, com teor igual a 55% e recuperação de 36% de zinco (SEHLOTTHO *et al*, 2018).

No teste em circuito fechado (LCT) foram realizadas 3 etapas *cleaner*, com cinco ciclos. O concentrado final de chumbo apresentou um teor igual a 31% e recuperação de 91% de chumbo. O concentrado final de zinco apresentou um teor igual a 54% e recuperação de 90% de zinco (SEHLOTTHO *et al*, 2018).

3.3. Testes abertos em escala laboratorial

Os testes abertos (batch) de bancada são amplamente utilizados pois possibilitam na obtenção de parâmetros elementares para o processo, como definição de etapas de flotação, pH ideal, condições de reagentes e etc.

É um teste rápido de executar e que gasta pouca massa (de 1 a 4 quilos) que possibilita uma previsão de teor e recuperação dos concentrados a serem gerados. Como não há recirculação dos fluxos intermediários, possui a limitação de não fornecer valores confiáveis de recuperação global para fluxos com alta carga circulante.

3.4. *Locked cycle test* (LCT)

O *locked cycle test* (LCT) é um teste de bancada utilizado para simular um processo contínuo. É composto por ciclos, no qual os produtos intermediários gerados ao longo de um ciclo são retornados ao circuito no ciclo posterior. A determinação do número de ciclos é arbitrária. Espera-se que ao final de n ciclos, o sistema esteja em equilíbrio pelo menos nos dois ciclos finais, ou seja, quando os fluxos de saída são iguais ou quase aos da entrada (tanto em massa quanto em metal).

O LCT é muito importante por obter recuperações e qualidade de concentrado em um circuito com recirculações utilizando pouca massa. Com isso, é possível avaliar o desempenho parâmetros em projetos em que não há massa de minério disponível para testes piloto.

3.5. Nexa

Em outubro de 2017, a brasileira Votorantim Metais e sua subsidiária peruana Milpo passaram a se chamar Nexa *Resources*. O lançamento da nova marca ocorreu em paralelo à abertura de capital da empresa nas bolsas de Toronto (TSX), no Canadá, e Nova Iorque (NYSE), nos Estados Unidos. O evento consolidou a Nexa como uma mineradora global, que faz parte do conglomerado de empresas investidas da Votorantim, uma das maiores transnacionais de origem brasileira.

A Nexa é a única empresa produtora de zinco no Brasil, com dois empreendimentos mineiros localizados nas cidades de Vazante e Paracatu, e duas usinas hidrometalúrgicas, localizadas nas cidades de Três Marias e Juiz de Fora, que produzem o metal primário através dos processos de ustulação e hidrometalurgia. No Peru, a Nexa conta com Unidades de mineração em *El Porvenir*, *Atacocha* (Complexo

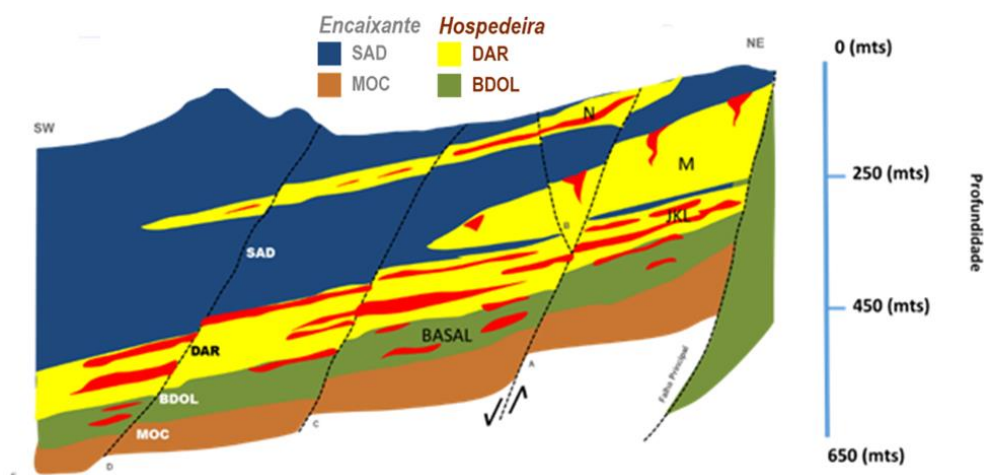
Pasco) e Cerro Lindo e um *smelter* na província de Lima, distrito de *Lurigancho - Chosica (Cajamarquilla)*. Seu portfólio de mineração engloba as cadeias de produção de concentrados de zinco, cobre, chumbo, prata e ouro.

O complexo de Morro Agudo compreende a Mina Morro Agudo, Mina Ambrósia Sul e dois depósitos: Ambrosia Norte e Bonsucesso. A mina de Morro Agudo iniciou suas operações em 1975 e aproxima-se o fim da sua vida útil de mina. Para continuar as atividades, conta com a produção de Ambrosia Sul, que iniciou em junho de 2017. Bonsucesso está em fase de FEL 2 (“*Front End Loading*”) e será a fonte de minério a ser processada em 2021 na planta de beneficiamento de Morro Agudo (VOTORANTIM METAIS HOLDING S.A., 2017).

3.6. Geologia e Mineralogia de Morro Agudo

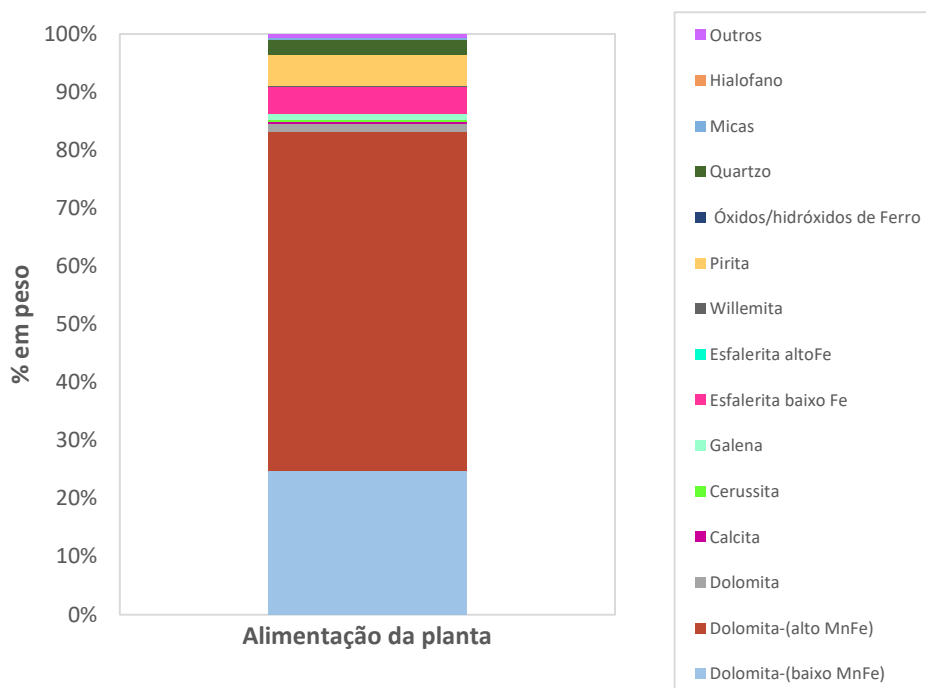
A mina de Morro Agudo é situada na Fazenda Morro Agudo, zona rural, cerca de 45km sul do município de Paracatu. O depósito de zinco e chumbo de Morro Agudo é composto por um número de corpos sulfetados stratabound concordantes, corpos sulfetados de remobilizações não-concordantes, em dolaneritos e brechas intraformacionais da Formação Morro do Calcário (VOTORANTIM METAIS HOLDING S.A., 2017). Na figura 3 é apresentado um desenho esquemático da geologia local de Morro Agudo.

Figura 3 - Geologia local de Morro Agudo (em seção).



Os minerais de minérios de Morro Agudo são a galena (PbS) e a esfarelita (ZnS). Os minerais de ganga são basicamente dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), pirita (FeS_2) e quartzo (SiO_2), como ilustra a Figura 4.

Figura 4 - Mineralogia modal da alimentação da planta de Morro Agudo.



O sulfeto de ferro é um dos principais contaminantes do concentrado de zinco, pois o ustulador, que processa os concentrados sulfetados de zinco nos *smelters*, possui um limite de teor desse elemento em sua alimentação. A qualidade dos concentrados gerado no ano de 2017 bem como as especificações firmadas junto ao cliente final para o zinco e chumbo são apresentadas, respectivamente, nas Tabelas 2 e 3.

Tabela 2 - Resultados zinco de 2017 e especificações de contrato.

	%Zn	%Pb	%Fe	%CaO	%MgO	%Rec.Zn
Real Acumulado 2017	39,67	2,33	3,36	9,34	5,58	91,30
Especificação	≥ 37,50	≤ 2,20	≤ 3,00	≤ 10,80	≤ 5,80	91,39

Tabela 3 - Resultados chumbo de 2017 e especificações de contrato.

	%Pb	%Zn	%Fe	ppm Ag	%CaO	%MgO	%Rec.Pb
Real Acumulado 2017	51,75	5,01	8,9	49	2,79	1,81	79,19
Especificação	≥ 55,00	≤ 7,60	-	-	-	-	81,49

Uma particularidade de Morro Agudo é que o rejeito gerado se enquadra dentro da Instrução normativa nº 35 da Secretaria de Defesa Agropecuária que o classifica como corretivo de acidez de solo (BRASIL, 2006).

3.7. Processamento do minério sulfetado de Morro Agudo

O fluxograma das atividades de Morro Agudo é ilustrado na Figura 5.

Figura 5 - Fluxograma simplificado das atividades de Morro Agudo.

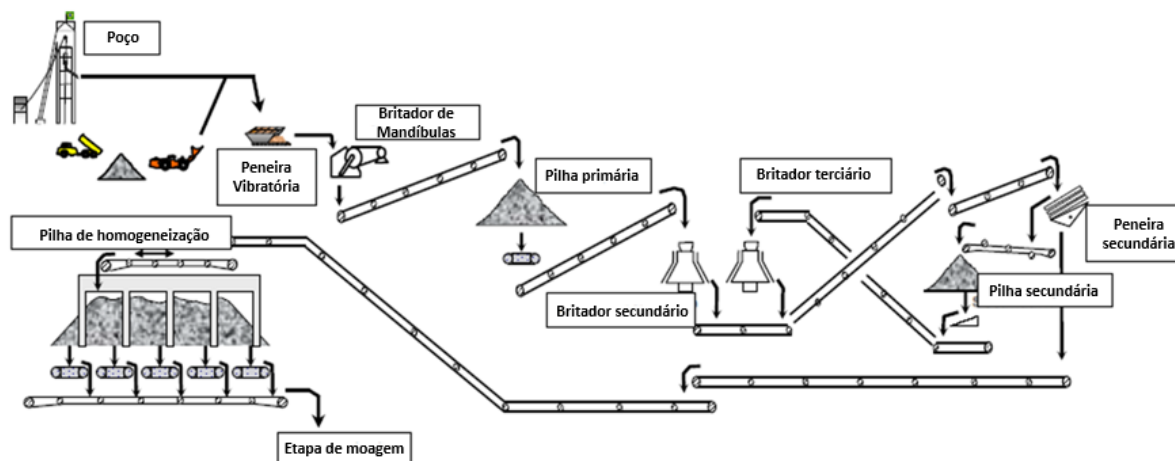


O minério, após ser desmontado, é transportado até o sistema de içamento ou por meio de caminhões, os quais descarregam o minério no pátio de estocagem. O material é retomado adequadamente por pá carregadeira em uma grelha, quando descarregado no pátio.

Na descarga da grelha é instalado um alimentador vibratório que alimenta a britagem primária. No total, o minério passa por três etapas de britagem (com um P80 de 5,3 mm). A escala de produção é da ordem de 1100 kta de ROM.

O fluxograma da britagem de Morro Agudo é mostrado na Figura 6.

Figura 6 - Fluxograma da britagem de Morro Agudo.



3.7.1. Moagem

O minério britado, estocado na pilha de homogeneização, é retomado por cinco alimentadores vibratórios e transportado através dos transportadores de correia até um divisor de fluxo que alimentará o sistema de moagem. Morro Agudo possui dois moinhos de bolas que operam em série que atualmente processam até 165 t/h de minério.

A alimentação nova alimenta o Moinho 010 (4m diâmetro, 6m comprimento interno ao revestimento e potência de 1500 kW). A descarga desse moinho é bombeada para uma bateria de hidrociclones (7 ciclones operando e 12 instalados de 10" diâmetro cada). Os grossos alimentam o moinho 035 (3,4m diâmetro, 5,5m comprimento interno ao revestimento e potência de 900 kW). A descarga desse moinho é bombeada para uma bateria de hidrociclones (5 ciclones operando e 8 instalados de 10" diâmetro cada). Os grossos retornam para o moinho 035 fechando o circuito. Os finos (overflow dos ciclones correspondentes aos dois moinhos) alimentam o circuito de flotação. O minério é classificado para produzir um produto para alimentação da flotação com é um P65 em 45 μ m e por consequência um P80 em aproximadamente 75 μ m.

3.7.2. Flotação

A flotação é o método de concentração utilizado em Morro Agudo, no qual tem-se uma flotação sequencial: primeiramente a galena é flotada e a partir do seu rejeito flota-se a esfalerita.

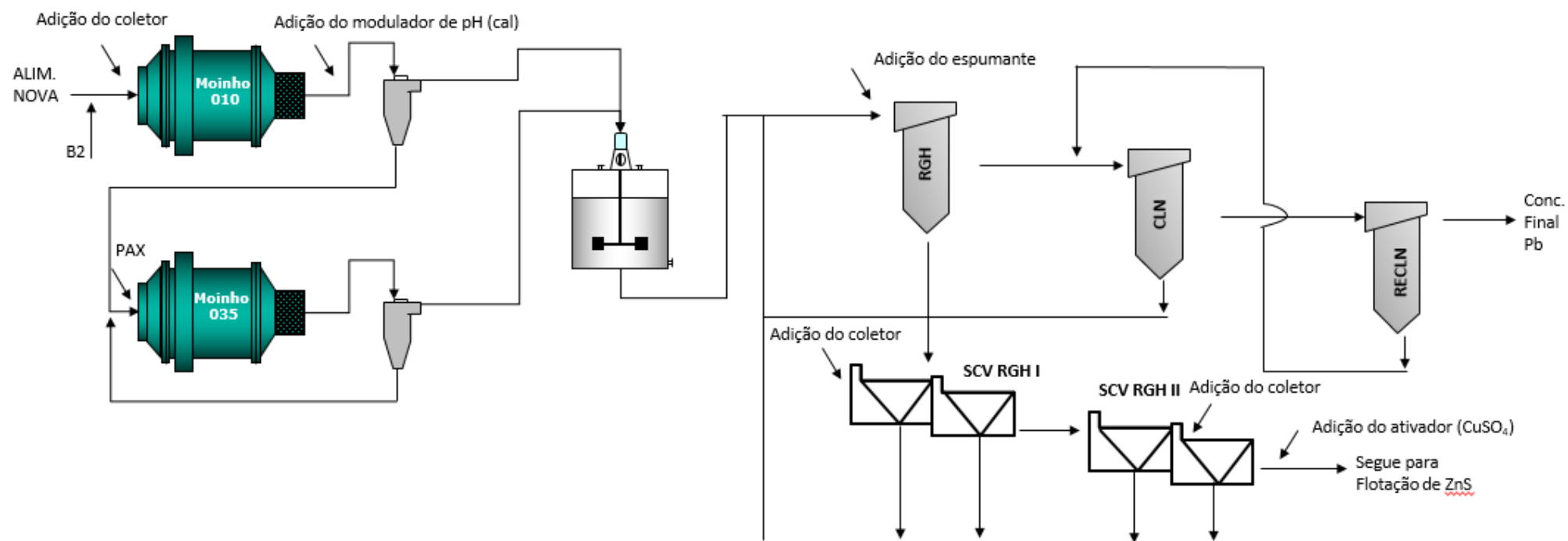
3.7.2.1. Flotação de chumbo

O minério moído proveniente do overflow da bateria de hidrociclones é direcionado por gravidade até o tanque condicionador com agitador, que alimenta a flotação *rougher* de chumbo (realizada em coluna). O concentrado da *rougher* alimenta a flotação de coluna *cleaner*. O concentrado *cleaner* alimenta a flotação de coluna *re-cleaner*. O concentrado da *re-cleaner* é o concentrado final de chumbo, que posteriormente é filtrado.

O rejeito *cleaner* é bombeado e retorna na alimentação da etapa *rougher*. Já o rejeito *re-cleaner* é retornado na alimentação da etapa *cleaner*.

O rejeito da *rougher* alimenta a flotação *scavenger* I, composta por dois bancos de duas células convencionais. O rejeito da *scavenger* I alimenta a *scavenger* II, composta por quatro bancos de duas células convencionais cada. O concentrado das *scavenger* I e II são bombeados até a etapa *rougher*. O rejeito da etapa *scavenger* II do chumbo consiste na alimentação do circuito de flotação de zinco. A Figura 7 apresenta o fluxograma da flotação de chumbo.

Figura 7 - Fluxograma da flotação de chumbo.



3.7.2.2. Flotação de zinco

O tanque condicionador da flotação de zinco é composto pelo rejeito da etapa *scavenger* II da flotação de chumbo e alimenta a flotação em coluna *rougher* de zinco. O concentrado *rougher* de zinco segue para a flotação em coluna *cleaner*. O concentrado da etapa *cleaner* alimenta o estágio de flotação *re-cleaner*, composta por duas células convencionais. O concentrado da etapa *re-cleaner* constitui o concentrado final de zinco, que posteriormente é filtrado.

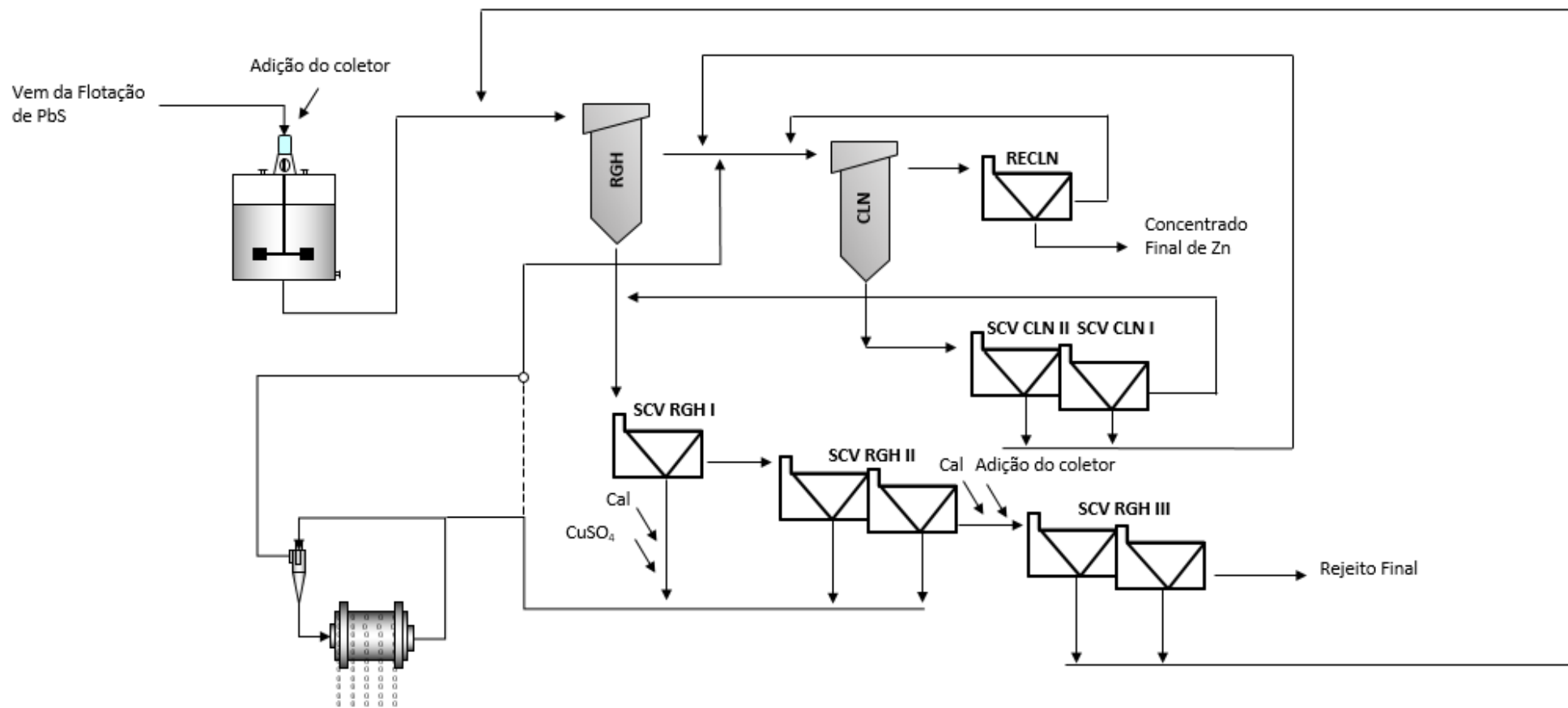
O rejeito da flotação *cleaner* é bombeado para o estágio *scavenger cleaner* I, composto por duas células de flotação convencionais. O rejeito da *scavenger cleaner* I é a alimentação da etapa *scavenger cleaner* II. Os concentrados das etapas *scavenger cleaner* I e II são bombeados e alimentam a flotação *cleaner* de zinco, juntamente com o rejeito da célula *re-cleaner*.

Os rejeitos das etapas *rougher* e *scavenger cleaner* II formam a alimentação da flotação *scavenger* I de uma célula de flotação convencional. O rejeito da etapa *scavenger* I alimenta a etapa *scavenger* II, composta por quatro células convencionais.

O rejeito da etapa *scavenger* II segue para a etapa de flotação *scavenger* III composta por duas células convencionais, no qual o concentrado retorna para alimentação da etapa *rougher* de zinco.

O rejeito da *scavenger* III constitui o rejeito final que é bombeado para a barragem B1. A planta possui um circuito de remoagem para os concentrados das etapas *scavenger* I e II porém não está em operação atualmente. Os concentrados das etapas *scavenger* I e II são bombeados para a etapa *cleaner* de flotação de zinco. A Figura 8 apresenta o fluxograma da flotação de zinco.

Figura 8 - Fluxograma da flotação de zinco.



*Recentemente o circuito de remoagem está parado, com projetos para retornar

4. METODOLOGIA

Este capítulo descreve os materiais, equipamentos e métodos utilizados no desenvolvimento deste trabalho. Os testes abertos e os testes LCT foram realizados no Laboratório de beneficiamento e hidrometalurgia da SGS GEOSOL. As análises químicas foram realizadas no Laboratório geoquímico da SGS Geosol.

4.1. Preparação das amostras minerais

As amostras de minério sulfetado de chumbo e zinco utilizadas nos testes de flotação em bancada e LCT foram oriundas da Nexa, Mina de Morro Agudo, situada na cidade de Paracatu, Minas Gerais.

As amostras coletadas foram constituídas pelo material que alimenta o circuito de moagem (ROM britado). Todas as amostras foram secas, britadas de forma estagiada em 100% passante em 2.0mm, homogeneizadas e quarteadas para formação de alíquotas fracionadas de 1000g.

Foi realizada curva de moagem de modo que a amostra apresentasse uma distribuição semelhante a utilizada na usina de concentração (P65 em 44 μ m e por consequência P80 próximo de 75 μ m).

4.2. Preparação dos reagentes

A cal foi dosada com diluição em água a uma concentração de 50g/L. O sulfato de zinco foi dosado com diluição em água a uma concentração de 20g/L. O metabissulfito de sódio foi dosado com diluição em água a uma concentração de 15g/L. O sulfato de cobre e o amil xantato de potássio foram dosados com diluição em água a uma concentração de 10g/L. O álcool alifático, diisobutil-ditiofosfato (Solvay), diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) e ditiofosfato di-Alkil (Interfusão) foram dosados sem diluição na flotação.

As informações gerais sobre os reagentes utilizados para os testes de flotação estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4 - Informações dos reagentes utilizados.

Nome	Fornecedor	Função	Preparação (p/v)
Cal virgem	Belocal	Modulador de pH	5%
Álcool alifático	Interfusão	Espumante	PURO
Sulfato de zinco (ZnSO ₄)	Sulfal	Depressor de Zn	2%
Metabissulfito de sódio (Na ₂ S ₂ O ₅)	Sulfal	Depressor de Fe	1,5%
Sulfato de cobre (CuSO ₄)	Nexa Resources (JF)	Ativador de Zn	1%
Amil xantato de potássio	Interfusão	Coletor de sulfetos	1%
Diisobutil-ditiofosfato de sódio	Solvay	Coletor de sulfetos	Sem diluição
Diisobutil-ditiofosfato de sódio	Interfusão	Coletor de sulfetos	Sem diluição
Ditiofosfato de sódio di-alkil	Interfusão	Coletor de sulfetos	Sem diluição

4.3. Caracterização das amostras minerais

As amostras de minério sulfetado de chumbo e zinco (amostra global e os produtos dos testes de flotação em bancada e testes LCT) foram caracterizadas quimicamente através de análises fluorescência de raios X. Foram realizadas também análises da água de processo de Morro Agudo e água da SGS Geosol através de análises via ICP.

4.4. Moagem das amostras para os testes de flotação

A adequação do minério para flotação consistiu em sua redução granulométrica. Na moagem buscou-se um P80 de aproximadamente 75µm (200# na escala Tyler), grau de liberação utilizado na escala industrial do minério em estudo. Para determinação do tempo ideal de moagem foram realizadas moagens no tempo de 5m, 10m e 15 minutos.

As moagens foram realizadas com 1kg, a 60% de sólidos em moinho de barras com parâmetros descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros fixos do sistema de moagem.

Dimensões do moinho de barras	Diâmetro: 180 mm Comprimento: 300 mm
Composição do moinho	300 mm
Carga de barras	20 kg
Diâmetro da barra	25,4 mm
Nº de barras	20
Velocidade do moinho	67 rpm

4.5. Testes de flotação em bancada

Os ensaios de flotação em bancada foram realizados em células de flotação de bancada G3 da marca Topsize, conforme ilustrado na Figura 9.

Figura 9 - Células de flotação utilizadas para a flotação de chumbo (à esquerda) e de zinco (à direita).

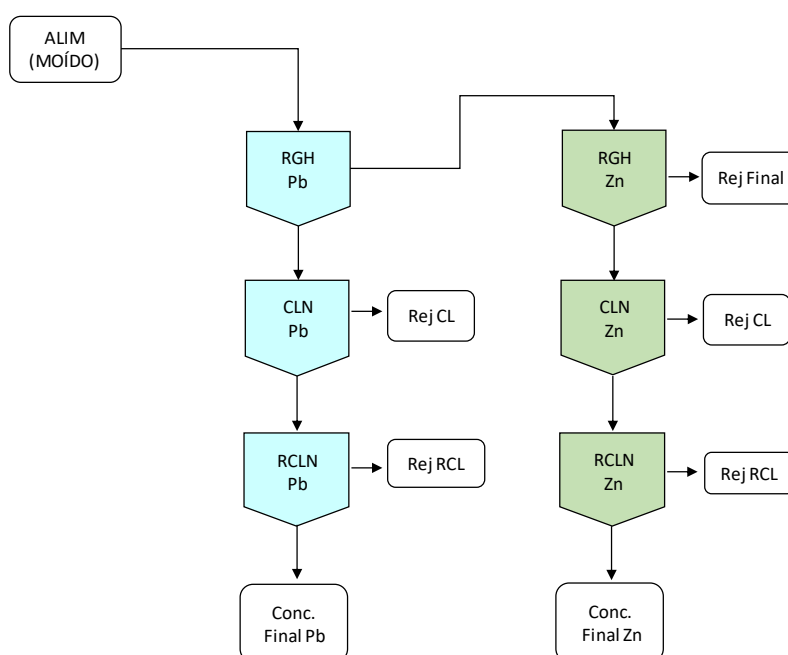


Na etapa *rougher* de chumbo e zinco utilizou-se a cuba de 9000 mL de volume a uma rotação de 1400 rpm e ar comprimido de 6L/min. Nas etapas *cleaner* de chumbo e zinco utilizou-se a cuba de 2500 mL e rotação de 800 rpm. O ar comprimido utilizado para o chumbo e zinco foram, respectivamente, 2L/min e 3L/min.

Na etapa *releaner* de chumbo utilizou-se a cuba de 900 mL, rotação de 700 rpm e ar comprimido de 1,5L/min. Na etapa *releaner* de zinco utilizou-se a cuba de 2,5l, rotação de 800 rpm e ar comprimido de 3L/min.

A Figura 10 ilustra o fluxograma dos testes de flotação de chumbo e zinco realizados em escala de bancada.

Figura 10 - Fluxograma do teste de flotação em bancada.



Foram realizados 7 testes para avaliar o desempenho dos coletores com e sem adição de depressor, e também com variação do pH. O coletor diisobutil-ditiofosfato (Solvay) foi utilizado na dosagem de 15g/t na etapa *rougher* e 2,5g/t na etapa *cleaner* de chumbo. O ditiofosfato di-alkil (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 50g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *cleaner* de chumbo. O amil xantato de potássio (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 50g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *cleaner* de chumbo. O amil xantato de potássio (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 100g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *cleaner* de zinco. O coletor diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 30g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *cleaner* de zinco.

O álcool alifático (espumante) foi utilizado na dosagem de 5g/t nas etapas *rougher* de chumbo e zinco. O sulfato de cobre (ativador de zinco) foi utilizado na dosagem de

200g/t na etapa *rougher* de chumbo. O sulfato de zinco (depressor de zinco) foi utilizado na dosagem de 400g/t na etapa *rougher* de chumbo. O metabissulfito de sódio (depressor de ferro) foi utilizado na dosagem de 400g/t na etapa *rougher* de chumbo.

A condições de utilização de reagentes e pH de cada etapa estão descritas, respectivamente, nas Tabelas 6 e 7.

Tabela 6 - Reagentes utilizados em cada etapa dos testes abertos de flotação em bancada

TESTE	FLOTAÇÃO DE CHUMBO			FLOTAÇÃO DE ZINCO		
	DEPRESSOR	COLETOR	ESPUMANTE	ATIVADOR	COLETOR	ESPUMANTE
1	-	di-alkil (Interfusão)	-	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
2	Sulfato de zinco	di-alkil (Interfusão)	-	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
3	-	Diisobutil (Solvay)	Álcool	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
4	Sulfato de zinco	Diisobutil (Solvay)	Álcool	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
5	-	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool
6	Sulfato de zinco	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool
7	Sulfato de zinco e Metabissulfito	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool

Tabela 7 - pH utilizado em cada etapa da flotação de chumbo e zinco dos testes abertos de flotação em bancada

Teste	Flotação de chumbo			Flotação de zinco		
	Rougher	Cleaner	RECLEANER	Rougher	Cleaner	RECLEANER
1	Natural	Natural	Natural	11,0	11,5	11,5
2	Natural	Natural	Natural	11,0	11,5	11,5
3	Natural	Natural	Natural	11,0	11,5	11,5
4	Natural	Natural	Natural	11,0	11,5	11,5
5	9,5	10,3	Natural	9,5	11,5	11,5
6	9,5	10,3	Natural	9,5	11,5	11,5
7	9,5	10,3	Natural	9,5	11,5	11,5

Para a etapa *rougher* de chumbo e zinco foi realizado a dosagem estagiada do coletor para uma maior seletividade. Para os testes utilizando os coletores alternativos (1, 2, 3 e 4) foi realizada a dosagem do coletor no t=0; t=2,5; t=5 e t=7,5 minutos.

Para os testes na condição padrão de processo de Morro Agudo (5 e 6), na etapa de flotação de chumbo foi realizada a dosagem do coletor no moinho, t=0 e t=2,5. Para a flotação de zinco foi realizada a adição de coletor no t=0 e t=5 minutos. O teste 7 foi similar ao teste 5 e 6, porém sem a adição de reagente no moinho.

Para a realização da etapa *rougher* de chumbo adotou-se o seguinte procedimento:

- a) nos testes 5 e 6 adicionou-se 15g/t do coletor na moagem. 4000g do minério foi moído com 60% de sólidos. A descarga do minério moído foi realizada diretamente na cuba, e para a obtenção de um percentual de sólidos de 45%, acrescentou-se água até completar o nível da cuba. Nos demais testes, o minério moído foi filtrado.
- b) para os testes que não foram realizados com pH natural, ajustou-se o pH da polpa para o valor de 9,5 utilizando uma solução de Cal;
- c) para os testes com a adição de depressor de zinco, agitou-se a polpa e adicionou-se um volume pré-determinado da solução referente a dosagem de 400 g/t de sulfato de zinco e condicionou-se por 2 minutos. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, quando necessário, ajustou-se para o pH do teste;
- d) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem estagiada do teste. Condicionou-se a polpa por 2 minutos;
- e) acrescentou-se um volume pré-determinado do espumante referente a dosagem do teste. Condicionou-se a polpa por 1 minuto;
- f) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (6L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 10 minutos;
- g) o concentrado final dessa etapa (t=10 minutos) foi filtrado e seguiu para a alimentação da etapa *cleaner* de chumbo;
- h) o rejeito dessa etapa seguiu para a alimentação da *rougher* de zinco;

Para a realização da etapa *rougher* de zinco adotou-se o seguinte procedimento:

- a) ajustou-se o pH da polpa para o valor do teste utilizando uma solução de cal;
- b) agitou-se a polpa e adicionou-se um volume pré-determinado da solução referente a dosagem de 200 g/t de sulfato de cobre e condicionou-se por 5 minutos. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, ajustou-se para o pH do teste utilizando uma solução de cal;
- c) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem estagiada do teste. Condicionou-se a polpa por 2 minutos. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, se necessário, ajustou-se para o pH do teste utilizando uma solução de cal;
- d) acrescentou-se um volume pré-determinado do espumante referente a dosagem de 5g/t. Condicionou-se a polpa por 1 minuto. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, se necessário, ajustou-se para o pH do teste utilizando uma solução de cal;
- e) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (6L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 10 minutos;
- f) o concentrado final dessa etapa (t=10 minutos) foi filtrado e seguiu para a alimentação da etapa *cleaner* de zinco;
- g) o rejeito dessa etapa foi o rejeito final do teste. A massa do rejeito foi filtrada, seca em estufa, pesada e retirou-se uma parte para posterior análise química.

Para a realização da etapa *cleaner* de chumbo adotou-se o seguinte procedimento:

- a) adicionou-se a massa filtrada do concentrado *rougher* de chumbo na cuba de 2500 mL de volume. Acrescentou-se água até completar o nível da cuba. Utilizou-se durante toda essa etapa a rotação de 800 rpm.
- b) para os testes que não foram realizados com pH natural, ajustou-se o pH da polpa para o valor de 10,3 utilizando uma solução de cal;
- c) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem do teste.
- d) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (2L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 2,5 minutos;

- e) o concentrado final dessa etapa ($t=2,5$ minutos) foi filtrado e seguiu para a alimentação da etapa *releaner* de chumbo;
- f) a massa do rejeito dessa etapa foi filtrada, seca em estufa, pesada e retirou-se uma parte para posterior análise química.

Para a realização da etapa *cleaner* de zinco adotou-se o seguinte procedimento:

- a) adicionou-se a massa filtrada do concentrado *rougher* de zinco na cuba de 2500 mL de volume. Acrescentou-se água até completar o nível da cuba. Utilizou-se durante toda essa etapa a rotação de 800 rpm.
- b) ajustou-se o pH da polpa para o valor do teste utilizando uma solução de cal;
- c) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem do teste.
- d) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (3L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 5 minutos;
- e) o concentrado final dessa etapa ($t=5$ minutos) foi filtrado e seguiu para a alimentação da etapa *releaner* de zinco;
- f) a massa do rejeito dessa etapa foi filtrada, seca em estufa, pesada e retirou-se uma parte para posterior análise química.

Para a realização da etapa *releaner* de chumbo adotou-se o seguinte procedimento:

- a) adicionou-se a massa filtrada do concentrado *cleaner* de chumbo na cuba de 900 mL de volume. Acrescentou-se água até completar o nível da cuba. Utilizou-se durante toda essa etapa a rotação de 700 rpm.
- b) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (1,5L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 1,5 minutos;
- c) as massas do concentrado e rejeito dessa etapa foram filtradas, secas em estufa, pesadas e retirou-se uma parte para posterior análise química.

Para a realização da etapa *releaner* de zinco adotou-se o seguinte procedimento:

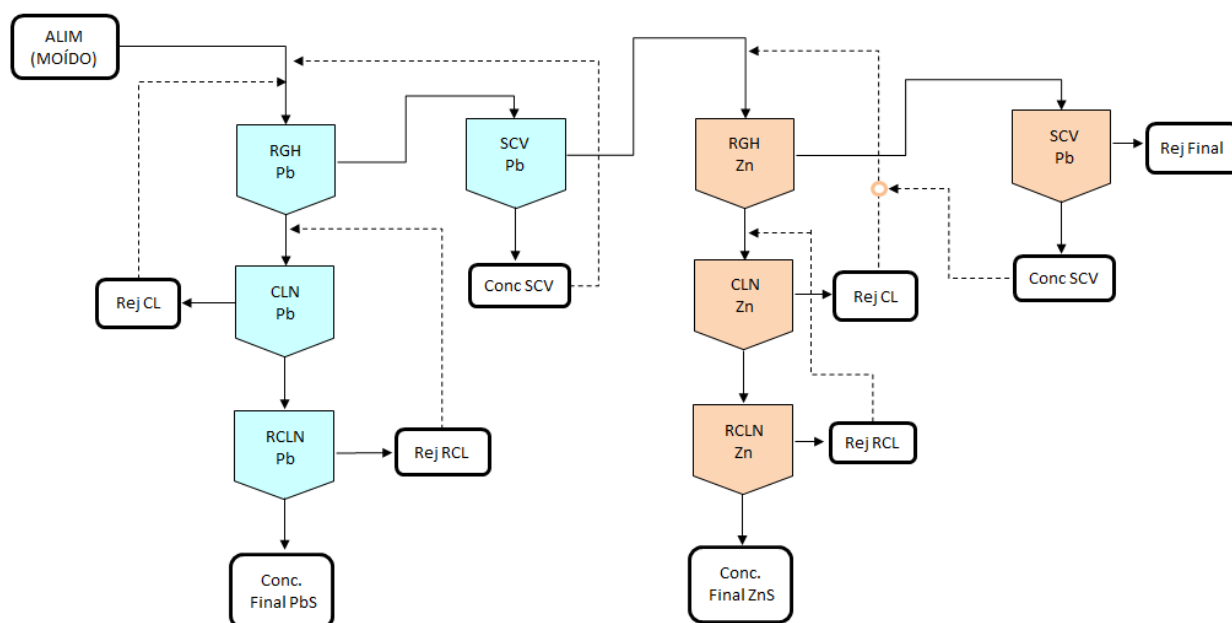
- a) adicionou-se a massa filtrada do concentrado *cleaner* de chumbo na cuba de 2500 mL de volume. Acrescentou-se água até completar o nível da cuba. Utilizou-se durante toda essa etapa a rotação de 800 rpm.
- b) ajustou-se o pH da polpa para 11,5 utilizando uma solução de cal;

- c) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (3L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 2,5 minutos;
- d) as massas do concentrado e rejeito dessa etapa foram filtradas, secas em estufa, pesadas e retirou-se uma parte para posterior análise química.

4.6. Locked cycle test (LCT)

A Figura 11 ilustra o fluxograma utilizado nos LCT. Foram realizados 8 ciclos. Na etapa do chumbo e zinco, o concentrado *scavenger* e o rejeito *cleaner* recircularam na alimentação da etapa *rougher* do ciclo posterior. O rejeito recleaner recirculou na alimentação da etapa *cleaner* do ciclo posterior.

Figura 11 - Fluxograma dos LCT.



Nas etapas *rougher* e *scavenger* de chumbo e zinco utilizou-se a cuba de 9000 mL de volume a uma rotação de 1400 rpm. Para o chumbo utilizou-se ar comprimido de 6L/min, com duração de 5 minutos cada. Para o zinco utilizou-se ar de 5L/min, com duração de 6 minutos cada.

Na etapa *cleaner* de chumbo e zinco utilizou-se a cuba de 2400 mL a uma rotação de 800 rpm, ar comprimido de respectivamente 3L/min e 4L/min e duração de 2 minutos

cada. Na etapa *releaner* de chumbo e zinco utilizou-se a cuba de 900 mL, rotação de 600 rpm, ar comprimido de 2L/min e duração de 1 minuto cada.

A escolha dos reagentes para os testes LCT foi baseada nos melhores resultados dos testes abertos. Foram realizados 5 testes para avaliar o desempenho dos coletores com e sem adição de depressor, e também com variação do pH. O coletor diisobutil-ditiofosfato (Solvay) foi utilizado na dosagem de 10g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *scavenger* de chumbo. O amil xantato de potássio (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 35g/t na etapa *rougher* e 15g/t na etapa *scavenger* de chumbo. O amil xantato de potássio (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 50g/t na etapa *rougher* e 50g/t na etapa *scavenger* de zinco. O coletor diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) foi utilizado na dosagem de 10g/t na etapa *rougher* e 5g/t na etapa *scavenger* de zinco. O álcool alifático (espumante) foi utilizado na na dosagem de 10g/t nas etapas *rougher* de chumbo e zinco. O sulfato de cobre (ativador de zinco) foi utilizado na dosagem de 200g/t na etapa *rougher* de chumbo. O sulfato de zinco (depressor de zinco) foi utilizado na dosagem de 400g/t na etapa *rougher* de chumbo.

A Tabela 8 apresenta um resumo dos reagentes utilizados em cada etapa dos 5 testes LCT realizados.

Tabela 8 - Reagentes utilizados em cada etapa dos testes LCT

Teste	Flotação de chumbo			Flotação de zinco		
	Depressor	Coletor	Espumante	Ativador	Coletor	Espumante
1	-	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool
2	-	Diisobutil (Solvay)	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool
3	-	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
4	Sulfato de zinco	Diisobutil (Solvay)	Álcool	Sulfato de Cobre	diisobutil (Interfusão)	Álcool
5	Sulfato de zinco	Xantato	Álcool	Sulfato de Cobre	Xantato	Álcool

A Tabela 9 apresenta um resumo dos pH utilizados em cada etapa da flotação de chumbo e zinco dos 5 testes LCT realizados.

Tabela 9 - pH utilizado em cada etapa da flotação de chumbo e zinco dos testes LCT

Teste	Flotação de chumbo			Flotação de zinco		
	Rougher/ Scavenger	Cleaner	Recleaner	Rougher/ Scavenger	Cleaner	Recleaner
1	9,5	10,2	10,2	9,5	11,5	11,5
2	Natural	Natural	Natural	9,5	11,5	11,5
3	9,5	10,2	10,2	9,5	11,5	11,5
4	Natural	Natural	Natural	9,5	11,5	11,5
5	9,5	10,2	10,2	9,5	11,5	11,5

Nos testes 1 e 3 foi adicionado 15g/t de xantato (Interfusão) no moinho. Para os demais testes, um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem do teste foi adicionada na cuba de flotação. A metodologia do teste foi similar a descrita no tópico 4.5. As diferenças são a adição de uma etapa *scavenger* antes das etapas *cleaner* do chumbo e zinco descritos a seguir:

- a) para os testes que não foram realizados com pH natural, ajustou-se o pH da polpa para 9,5 utilizando uma solução de cal;
- b) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem do teste. Condicionou-se a polpa por 2 minutos. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, se necessário, ajustou-se para o pH do teste utilizando uma solução de Cal;
- c) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (6L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 5 minutos;
- d) o concentrado final dessa etapa recirculou na alimentação da etapa *rougher* do ciclo posterior;
- e) o rejeito dessa etapa foi o rejeito *scavenger* do chumbo do ciclo n. A massa do rejeito foi filtrada, seca em estufa, pesada e retirou-se uma parte para posterior análise química.

Para a realização da etapa *scavenger* de chumbo e zinco adotou-se o seguinte procedimento:

- f) ajustou-se o pH da polpa para 9,5 utilizando uma solução de cal;

- g) acrescentou-se um volume pré-determinado da solução de coletor referente a dosagem do teste. Condicionou-se a polpa por 2 minutos. Verificou-se o pH com a adição desse reagente e, se necessário, ajustou-se para o pH do teste utilizando uma solução de cal;
- h) abriu-se o ar comprimido da célula para dar início à flotação (5L/min) e o flotado foi então retirado manualmente da cuba. Esta etapa teve duração de 6 minutos;
- i) o concentrado final dessa etapa recirculou na alimentação da etapa *rougher* do ciclo posterior;
- j) o rejeito dessa etapa para o rejeito final do ciclo n. A massa do rejeito foi filtrada, seca em estufa, pesada e retirou-se uma parte para posterior análise química.

4.7. Análise de resultados

Nos testes de flotação em bancada e LCT utilizou-se as análises dos teores de zinco, chumbo, ferro e óxido de magnésio no concentrado final de chumbo, concentrado final de zinco e rejeito final. Através das massas obtidas em cada etapa dos testes é possível calcular a recuperação mássica (Equação 4). A relação entre as massas e as análises químicas dos teores do elemento analisado da alimentação, do concentrado e do rejeito permite calcular a recuperação metalúrgica utilizando as Equações 5 ou 6. É possível calcular a massa dos ciclos intermediários utilizando a Equação 7 e posteriormente os teores utilizando a Equação 8.

$$RP = \frac{C}{A} = \frac{C}{C+R} \times 100 \quad (4)$$

$$RM = \frac{C_c}{A_a} \times 100 \text{ ou } RM = RP \frac{C}{a} \quad (5)$$

$$RM = \frac{c(a-r)}{a(c-r)} \times 100 \quad (6)$$

$$A = C + R \quad (7)$$

$$A_a = C_c + R_r \quad (8)$$

Onde:

A = massa da alimentação

C = massa do concentrado

R = massa do rejeito

a = teor do elemento na alimentação

c = teor do elemento no concentrado

r = teor do elemento no rejeito

RP = recuperação mássica ou recuperação em peso

RM = recuperação metálica ou metalúrgica

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo foi realizada a análise e discussão dos resultados obtidos nesse estudo.

5.1. Caracterização das amostras minerais

Na Tabela 10 estão descritos alguns elementos analisados da água de processo utilizado na Nexa e a água proveniente do local dos testes (SGS Geosol).

Tabela 10 - Análise da água de processo utilizada na Nexa e SGS Geosol.

	Ag	Au	Ca	Cd	Mg	Mn	Mo	Na
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
AGUA NEXA	<0,03	<0,1	150,1	<0,03	97,7	<0,01	<0,05	44,27
AGUA SGS	<0,03	<0,1	355,9	<0,03	<0,01	<0,01	<0,05	42,8
	Fe	Nb	P	Chumbo	Cu	K	Si	Ti
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
AGUA NEXA	3,3	<0,05	<0,01	0,73	0,09	72	3,4	<1,25
AGUA SGS	4,1	<0,05	<0,01	0,92	<0,01	85	1,2	<1,25

Observa-se que ambas apresentaram teores de cobre consideravelmente baixos, 0,09ppm e <0,01ppm respectivamente. Levando em consideração que geralmente utiliza-se 200 gramas por tonelada de sulfato de cobre na flotação de zinco, a presença desse metal é muito baixa. Foi realizado também um teste de flotação modificando apenas a água e obteve-se resultados similares. Por esses motivos, optou-se por utilizar a água da SGS Geosol nos testes.

A Tabela 11 apresenta a análise química da amostra utilizada nos testes de flotação de bancada e LCT.

Tabela 11 - Composição química da amostra de minério de Morro Agudo.

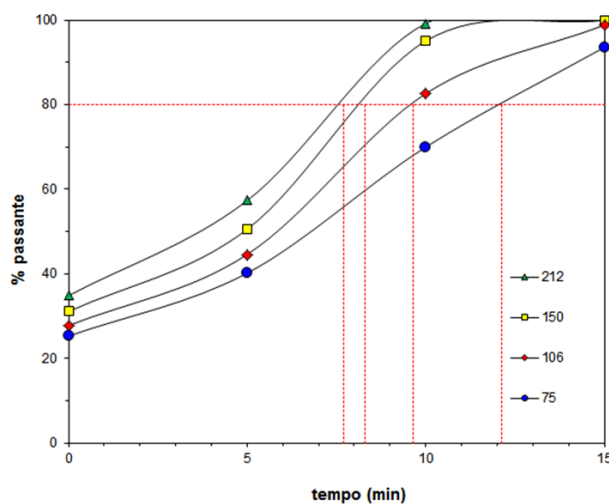
Cu	Chumbo	Zinco	MgO	Fe	S	SiO2	Al2O3	TiO2	MnO	P2O5	K2O	CaO	Fe2O3
0,01	0,66	2,77	17,43	2,90	2,53	3,71	0,19	0,01	0,33	0,03	0,12	27,40	4,15

Os resultados demonstram que o minério testado tem composição típica de um minério de baixo teor (0,66% de chumbo e 2,77% de zinco) com a presença dos contaminantes: ferro, sílica, óxido de cálcio e de manganês.

5.2. Moagem das amostras para os testes de flotação

A Figura 12 apresenta a porcentagem passante em 212, 150, 106 e 75 μ m para os tempos de moagem iguais a 0m, 5m, 10m e 15 minutos.

Figura 12 - Curva de moagem para a amostra de minério de Morro Agudo.



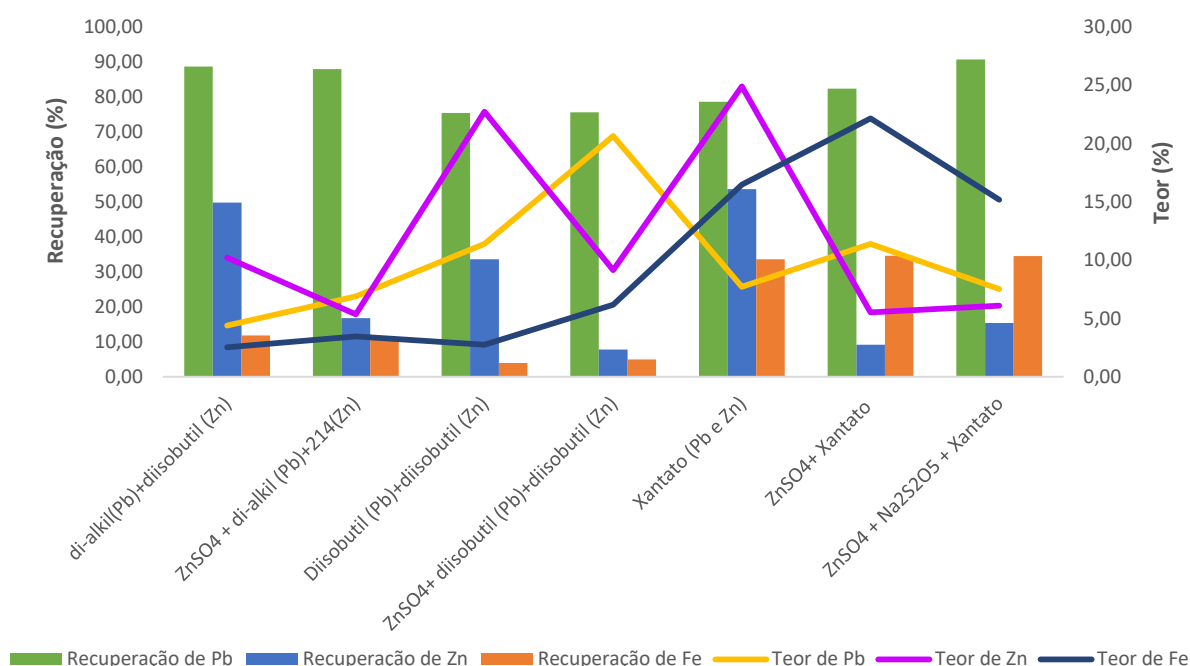
O tempo necessário para atingir o P80 de 75 μ m foi de 12 minutos e 8 segundos, que foi utilizado para preparação do minério de todos os testes de flotação.

5.3. Testes de flotação em bancada

5.3.1. Etapa *rougher*

A Figura 13 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro na etapa *rougher* de chumbo para os 7 testes realizados.

Figura 13 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *rougher* de chumbo.



Para o teste com o reagente padrão de Morro Agudo, observou-se uma recuperação de chumbo de 78,6%. Nesse teste ocorreu a maior contaminação de ferro e zinco, com recuperações de respectivamente 53,7% e 33,6%.

Com a utilização do reagente diisobutil-ditiofosfato (Solvay), observou-se a maior seletividade entre chumbo e ferro, com teor de ferro de apenas 3,90%. A recuperação de chumbo foi a mais baixa (75,4%). Observou também uma menor contaminação de zinco se comparado aos outros coletores, com recuperação de 33,6%.

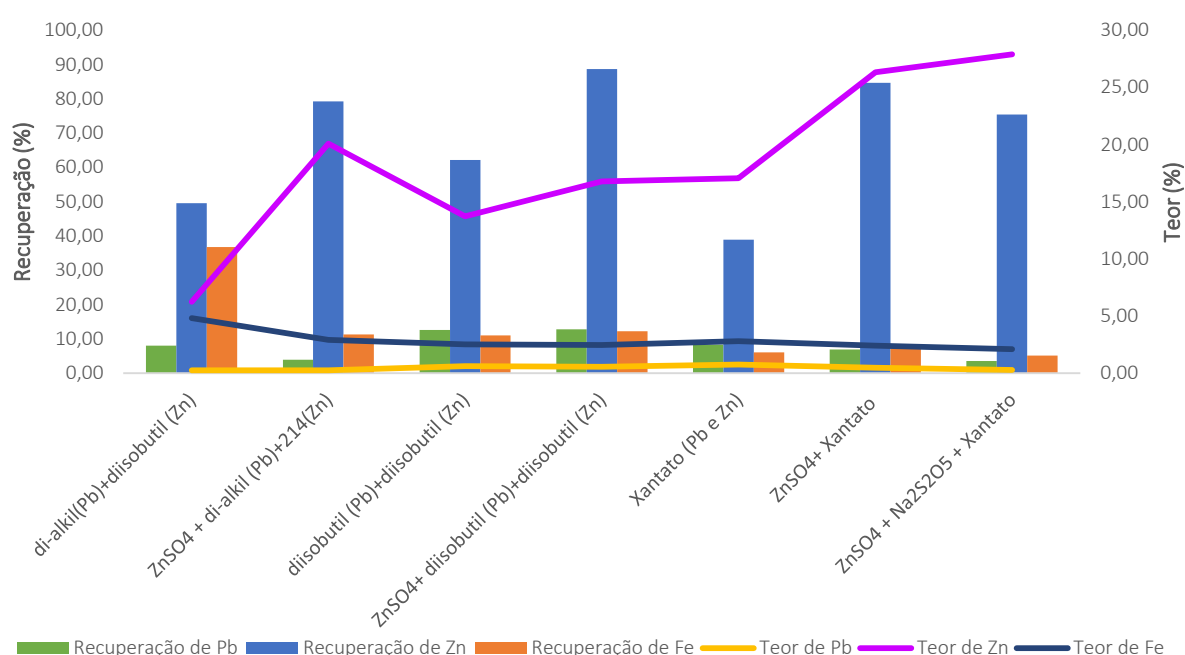
Sabe-se que a esfalerita precisa ser ativada para que o coletor atue em sua superfície. Basílio *et al.* (1996) explica que íons de chumbo podem ativar a esfalerita. Rao (2004b) acredita que a esfalerita pode ser ativada não intencionalmente por íons de chumbo, pela sua ligação natural dos sulfetos.

A utilização de sulfato de zinco para deprimir a esfalerita fez com que o teor de chumbo aumentasse para todos os testes. O teste utilizando depressor de zinco e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) se mostrou promissor pois foi o mais seletivo entre chumbo e ferro e apresentou o maior teor de chumbo.

A utilização do metabissulfito de sódio para deprimir a pirita aumentou a recuperação de chumbo, porém aumentou-se a de zinco e a de ferro se manteve constante. O teor de zinco e distribuição de ferro ficaram estáveis, já o teor de chumbo e ferro diminuiu.

A Figura 14 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro da etapa *rougher* de zinco para os 7 testes realizados.

Figura 14 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *rougher* de Zinco



Como a flotação de zinco é sequencial a do chumbo, esta ficou prejudicada pela contaminação na etapa *rougher* de chumbo. Observou-se que o teste padrão de Morro Agudo apresentou a menor recuperação de zinco (39%). A combinação dos reagentes diisobutil-ditiofosfato (Solvay) para a flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) para a flotação de zinco foi melhor que ditiofosfato di-alkil (Interfusão) e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) pois apresentou maiores teores e recuperação de zinco.

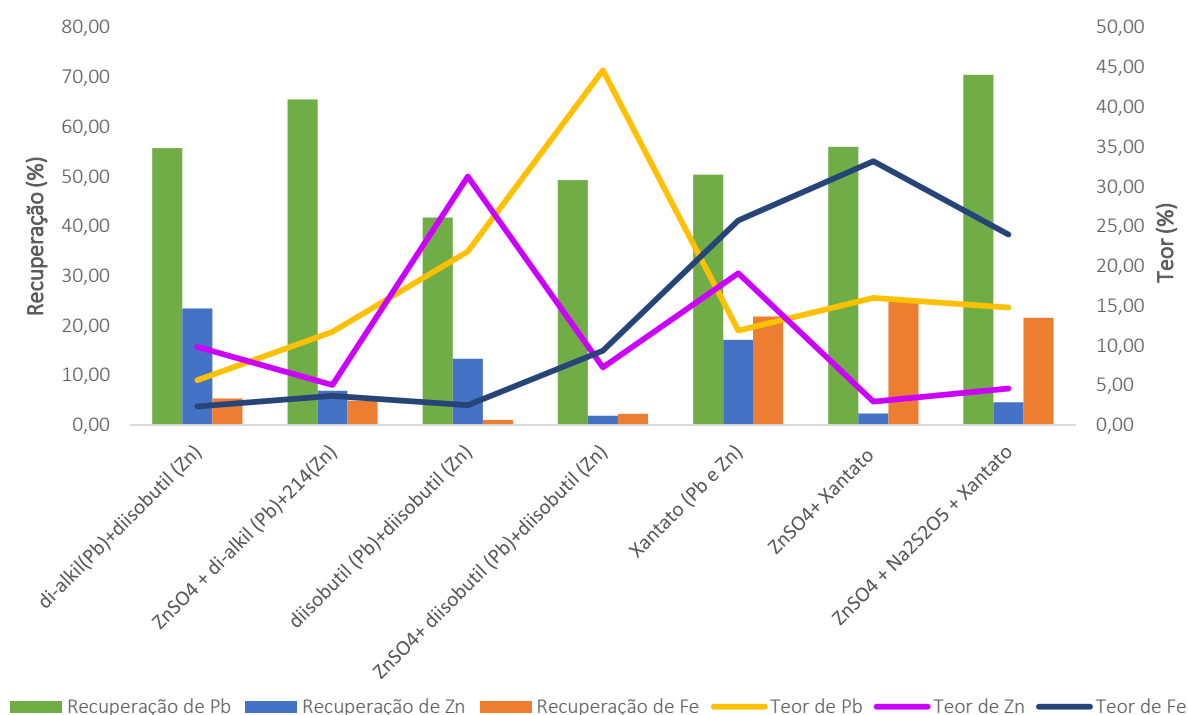
Com a adição do depressor de zinco na etapa *rougher* de chumbo, houve melhora no desempenho de todos os testes. O teste com os reagentes sulfato de zinco, diisobutil-ditiofosfato (Solvay) para a flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão)

para a flotação de zinco apresentou a maior recuperação de zinco (88,6%). O teste com os reagentes metabissulfito de sódio, sulfato de zinco e xantato (para as flotações de chumbo e zinco) apresentou o maior teor de zinco (27,9%).

5.3.2. Etapa *cleaner*

A Figura 15 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro da etapa *cleaner* de chumbo para os 7 testes realizados.

Figura 15 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *cleaner* de chumbo.



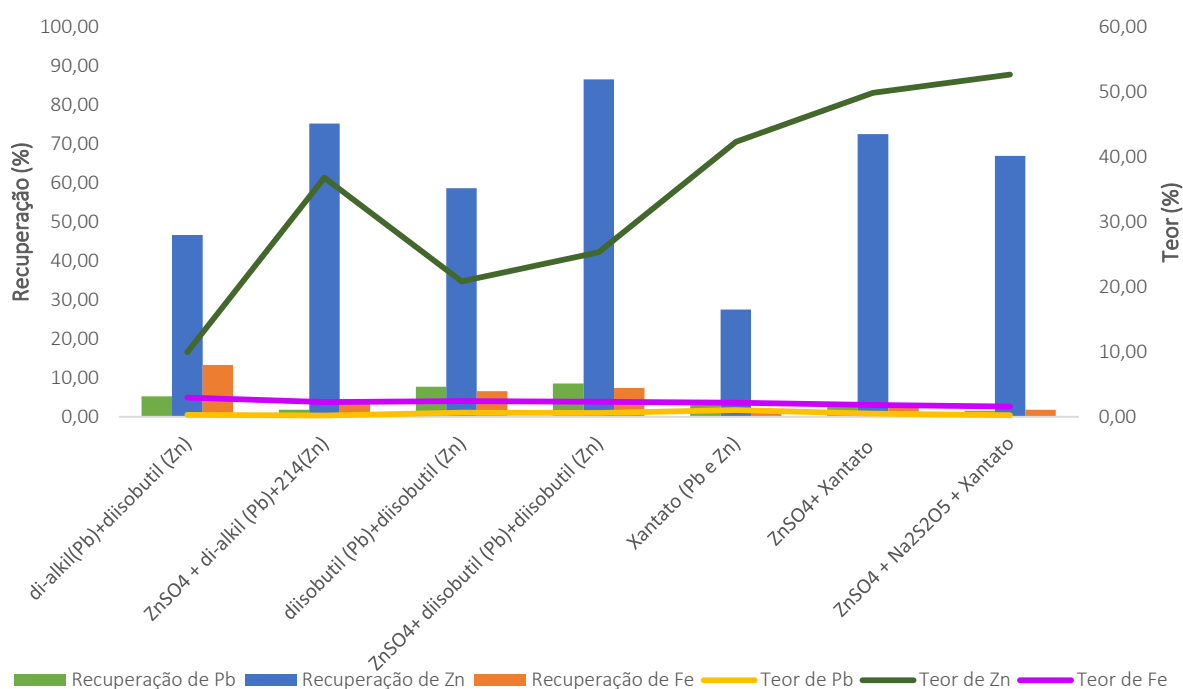
Observa-se que a contaminação de ferro continuou para os testes com o xantato e consequentemente prejudicou a qualidade do concentrado.

O melhor teor de chumbo (44,6%) foi no teste que utilizou-se sulfato de zinco e diisobutil-ditiofosfato (Solvay). Observou-se que nos testes com o ditiofosfato di-alkil (Interfusão) houve um baixo enriquecimento de chumbo nessa etapa, apresentando o menor teor de chumbo (5,65%).

A utilização do metabissulfito de sódio aumentou a recuperação de chumbo, porém a contaminação de ferro ainda foi alta (21,6% em distribuição).

A Figura 16 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro da etapa *cleaner* de zinco para os 7 testes realizados.

Figura 16 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *cleaner* de zinco.

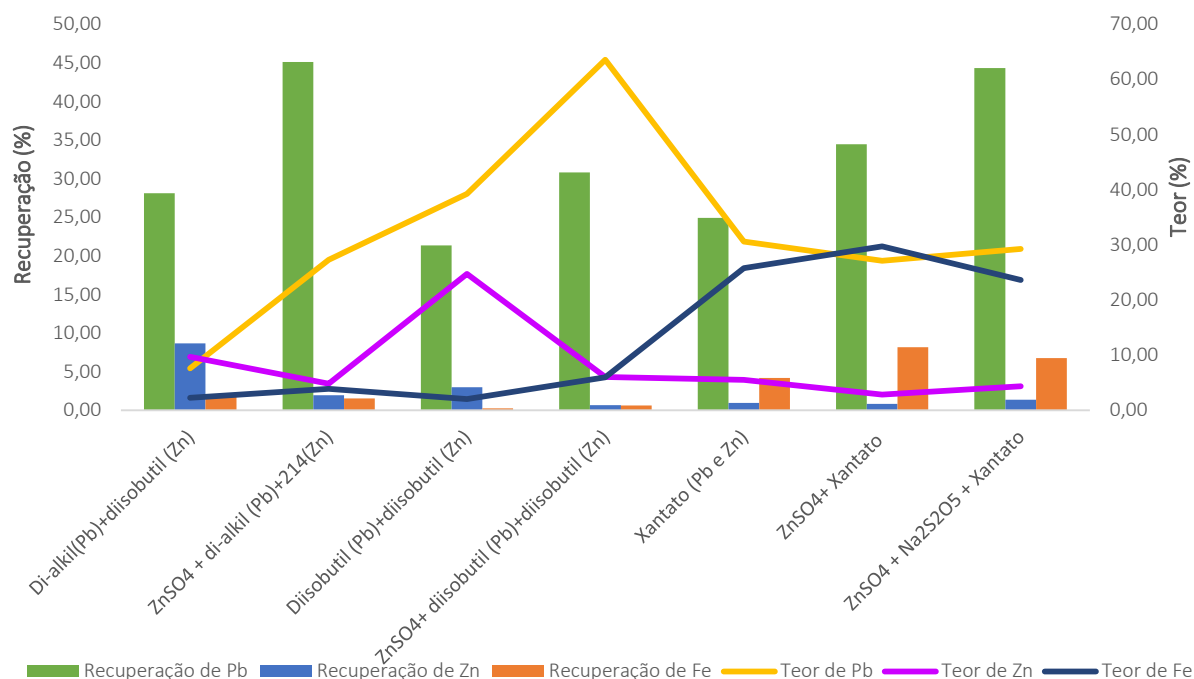


Observou-se que em relação ao teor de zinco, os testes utilizando xantato como coletor na flotação de zinco foram melhores, com teores de zinco variando de 42,3% a 52,7%. A utilização do metabissulfito de sódio aumentou o teor de zinco, porém diminuiu sua recuperação.

5.3.3. Etapa *re-cleaner*

A Figura 17 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro do concentrado final de chumbo para os 7 testes realizados.

Figura 17 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *re-cleaner* de chumbo.



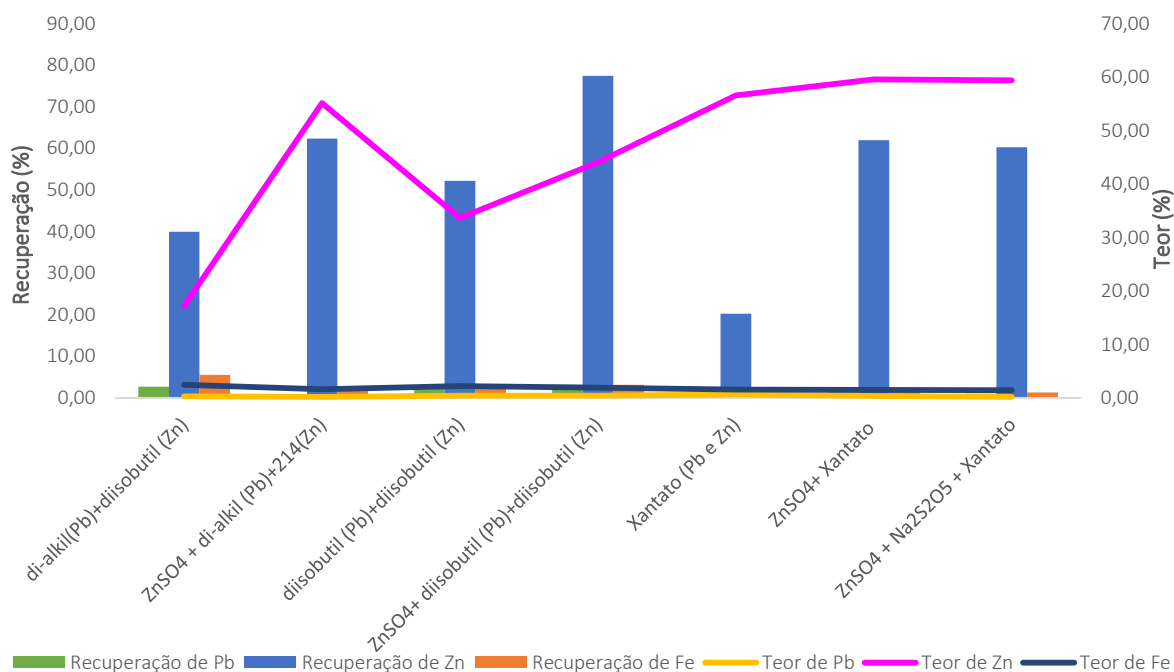
Observou-se que o teste com o xantato (utilizado atualmente em Morro Agudo) não alcançou os níveis de teor e recuperação de chumbo esperados. O teor e recuperação de chumbo nesse teste foram, respectivamente, 30,6% e 24,6%. O teor de ferro foi muito alto: 25,8%. Uma possível justificativa para esse resultado é a condição físico-química criada por cada reagente testado.

Em relação a ativação da esfalerita, observa-se que o zinco não se distribuiu no concentrado final de chumbo. Isso ocorre, pois, parte da massa flotada de zinco na etapa *rougher* de chumbo foi para o rejeito *rougher* e *cleaner* de chumbo.

A utilização do metabissulfito de sódio não foi eficiente para melhora da qualidade do concentrado. Ocorreu uma melhora na recuperação de chumbo (de 34,5% para 44,3%), porém o teor de ferro se manteve alto (de 29,7% para 23,7%).

A Figura 18 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro do concentrado final de zinco para os 7 testes realizados.

Figura 18 - Teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro no concentrado *re-cleaner* de zinco.



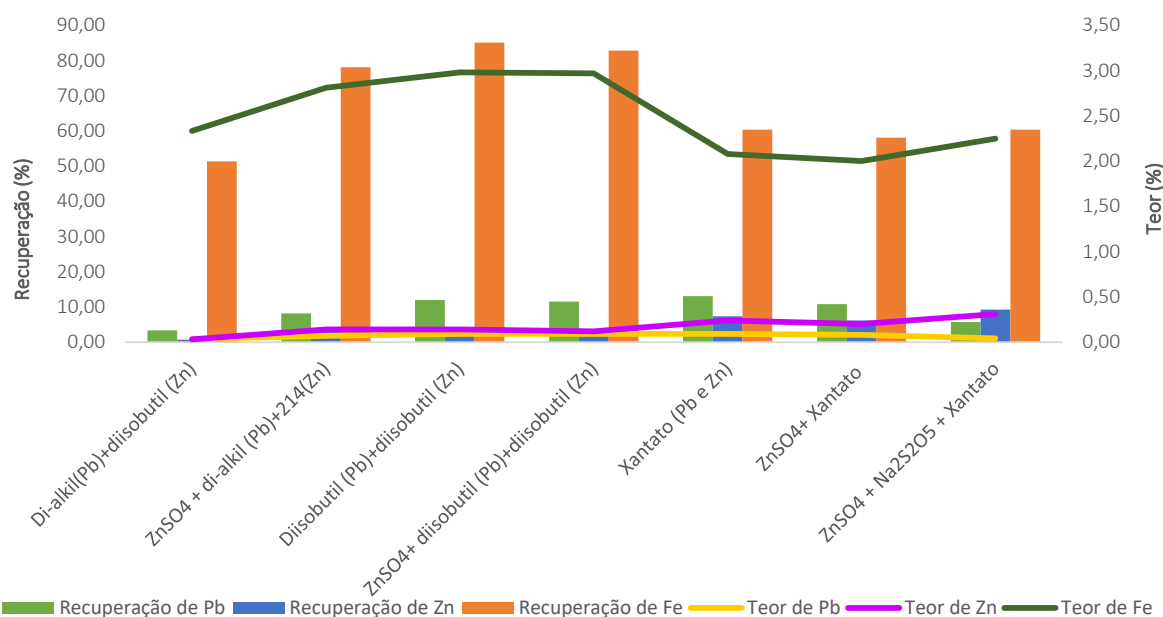
Os testes sem depressor de zinco na etapa *rougher* de chumbo comprometeram o concentrado final de zinco, não atingindo os níveis esperados de teor e recuperação de zinco.

Para os testes em que utilizou o depressor de zinco na etapa *rougher* de chumbo, observou-se que o teste com xantato (no chumbo e zinco) resultou no maior teor de zinco (59,6%). Porém, o teste com diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na lotação de zinco resultou na maior distribuição de zinco (77,5%).

5.3.4. Rejeito Final

A Figura 19 apresenta os resultados de teor e recuperação de chumbo, zinco e ferro do rejeito final para os 7 testes realizados.

Figura 19 - Teor e recuperação dos principais elementos no rejeito final.



O teste com o diisobutil-ditiofosfato (Solvay) para a flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (zinco) atingiu a maior (85,1%) recuperação de ferro (principal contaminante dos concentrados).

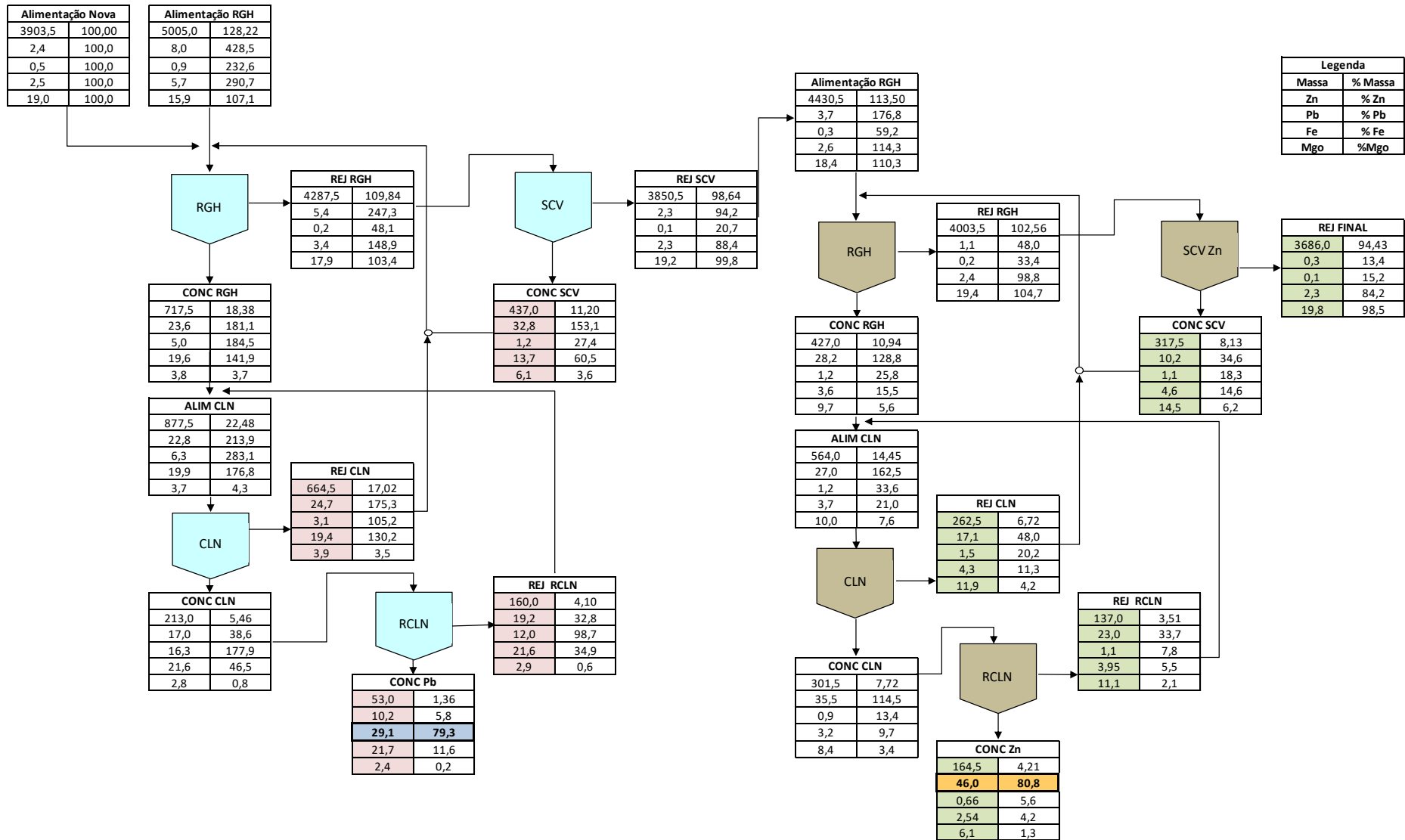
5.4. Locked Cycle Test (LCT)

Através dos resultados dos testes abertos, definiu-se que o melhor reagente alternativo para o Chumbo foi o diisobutil-ditiofosfato (Solvay). Concluiu que a utilização do sulfato de zinco (depressor de zinco) melhorou consideravelmente todos os testes. Para etapa do Zinco, testou-se o reagente alternativo diisobutil-ditiofosfato que apresentou bons resultados nos testes abertos. Dessa forma, foram realizados 5 testes LCT com as melhores combinações, que são apresentados a seguir.

5.4.1. LCT 01 (coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)

O balanço de massa e metalúrgico do LCT 01, utilizando coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco (condição padrão de Morro Agudo) é apresentado na Figura 20.

Figura 20 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 01 (coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)



O concentrado final de chumbo, ao final de 8 ciclos apresentou um teor de chumbo de 29,1% e 10,2% de zinco. Esse resultado não atingiu as especificações utilizadas atualmente na escala industrial (Teor de chumbo 55% e zinco $\leq 7,6\%$). O ferro é o principal contaminante, com um teor de 21,7%.

Observou-se que no LCT a recuperação de zinco no concentrado *rougher* de chumbo continua alta como foi observado nos testes abertos. Com a recirculação, a recuperação de zinco no concentrado final de chumbo foi de 5,8%.

No concentrado final de zinco, observou-se que o teor de 46% de zinco foi maior que a especificação de Morro Agudo ($\geq 37,50$) porém a recuperação de zinco de 80,8% ficou abaixo do esperado (91,39%).

Observou-se que o teor de 2,54% de ferro ficou bem próximo do acumulado do ano de 2017. É de extrema importância cumprir essa especificação pois o teor de ferro impacta no processo de ustulação do *smelter*. O teor de 6,1% de óxido de magnésio também foi maior que a especificação ($\leq 5,80\%$).

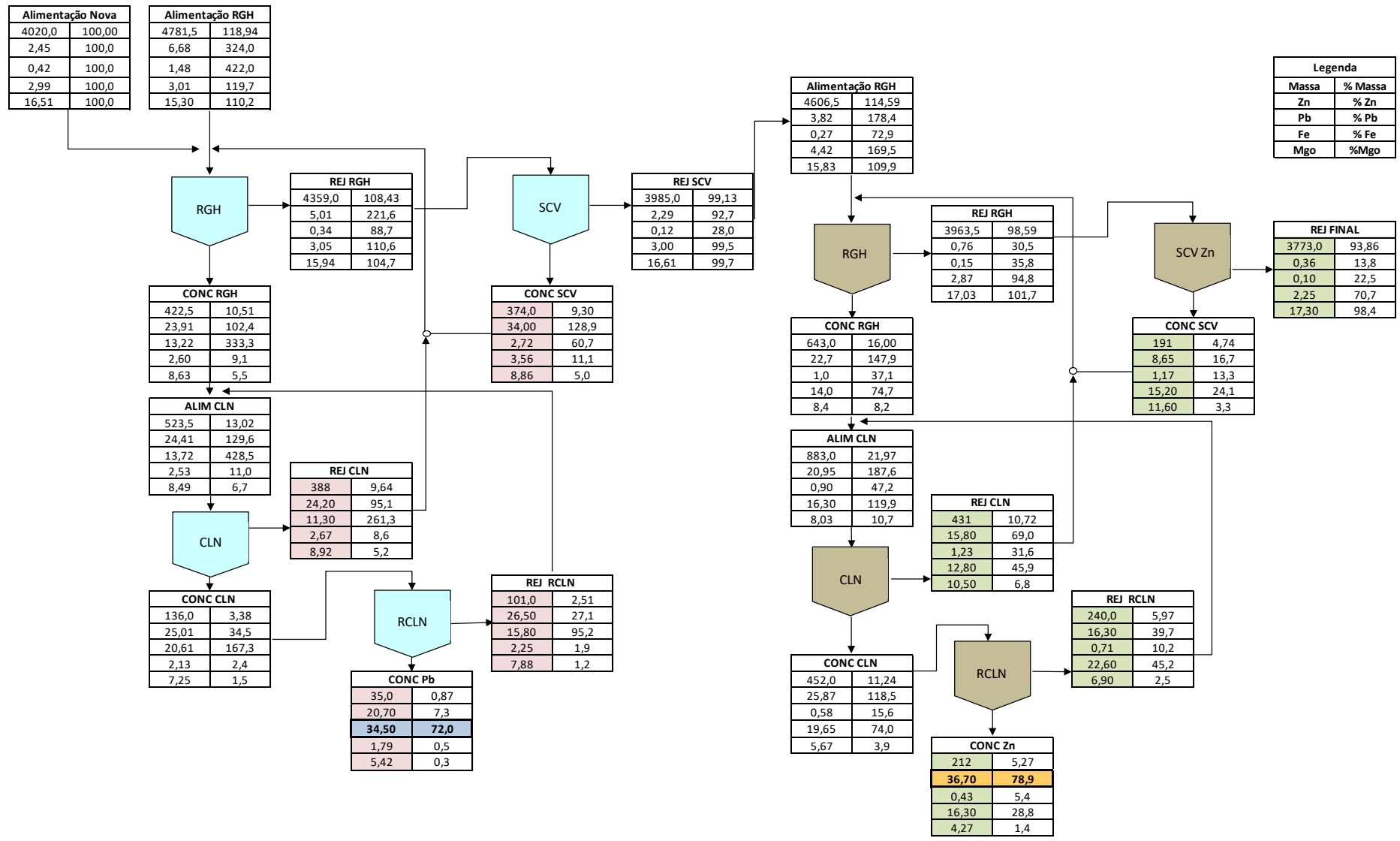
Observou-se que o rejeito final resultou na recuperação de chumbo e zinco de respectivamente, 15,2% e 13,4%. A recuperação de ferro foi de 84,2%. Os resultados desse LCT foram o caso base para comparação de novos reagentes para o minério sulfetado de chumbo e zinco.

Há oportunidades em desenvolver um circuito de teste LCT que resulte em resultados mais similares aos resultados industriais, revisando a dosagem de xantato e os tempos de flotação de cada etapa.

5.4.2. LCT 02 (diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e xantato na flotação de zinco)

O balanço de massa e metalúrgico do LCT 02, realizado com os coletores diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e xantato na flotação de zinco, é apresentado na Figura 21.

Figura 21 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 02 (diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e xantato na flotação de zinco)



No concentrado final de chumbo, observou-se que em termos de teor de chumbo (34,5%) houve uma melhora se comparado ao LCT 01 (29,1%), porém a recuperação metalúrgica nesse teste (72,0%) foi menor. O LCT confirmou a seletividade desse coletor entre chumbo e ferro discutida nos testes abertos, visto que o teor de ferro (1,79%) foi quase 12 vezes menor que o caso base (21,71%). A recuperação (7,3%) de zinco no concentrado final de chumbo aumentou. Observou-se também que o teor de zinco e de óxido de magnésio dobrou.

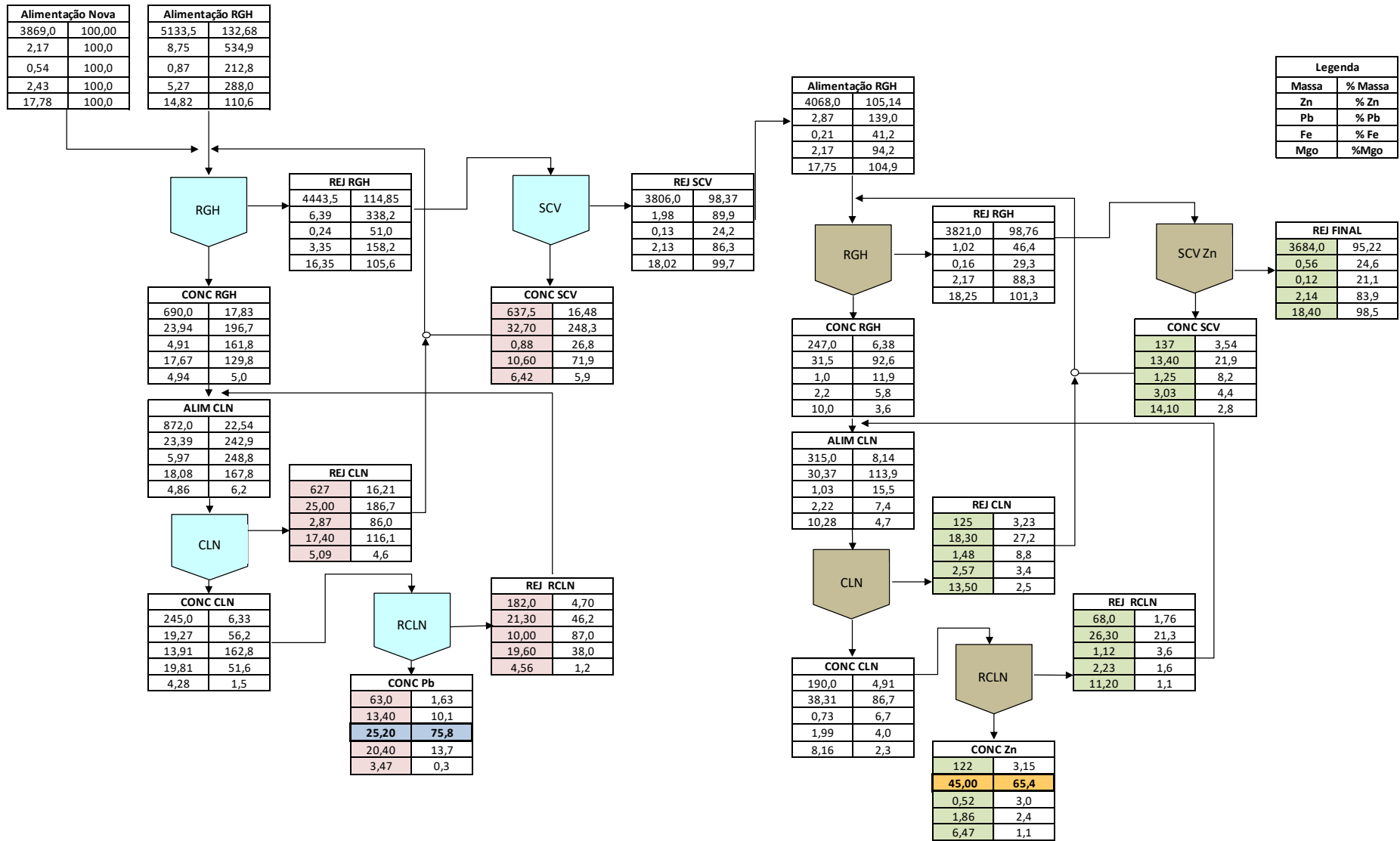
No concentrado final de zinco, observou-se que o teor (36,7%) e recuperação (78,9%) de zinco foram menores que o LCT 01. O teor (16,30%) e recuperação (28,8%) de ferro foram bem maiores que o caso base.

Observou-se que o rejeito final resultou numa distribuição maior de chumbo e menor de zinco (22,5% e 13,8% respectivamente). A recuperação de ferro (70,7%) foi menor.

5.4.3. LCT 03 (xantato na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de zinco)

O balanço de massa e metalúrgico do LCT 03, realizado com os coletores xantato na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de Zinco, é apresentado na Figura 22.

Figura 22 - Balanços de massa e metalúrgico do LCT 03 (xantato na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de zinco)



No concentrado final de chumbo, mesmo utilizando o mesmo reagente que o caso base, observou-se que o teor (25,2%) e recuperação (75,8%) de chumbo variou se comparado ao LCT 01 (respectivamente 29,1% e 79,3%). A recuperação de zinco (10,1%) nesse teste quase dobrou.

No concentrado final de zinco, pode-se observar que o reagente diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) obteve um desempenho menor se comparado ao xantato, apresentando teor de 45% e recuperação de apenas 65,4% de zinco.

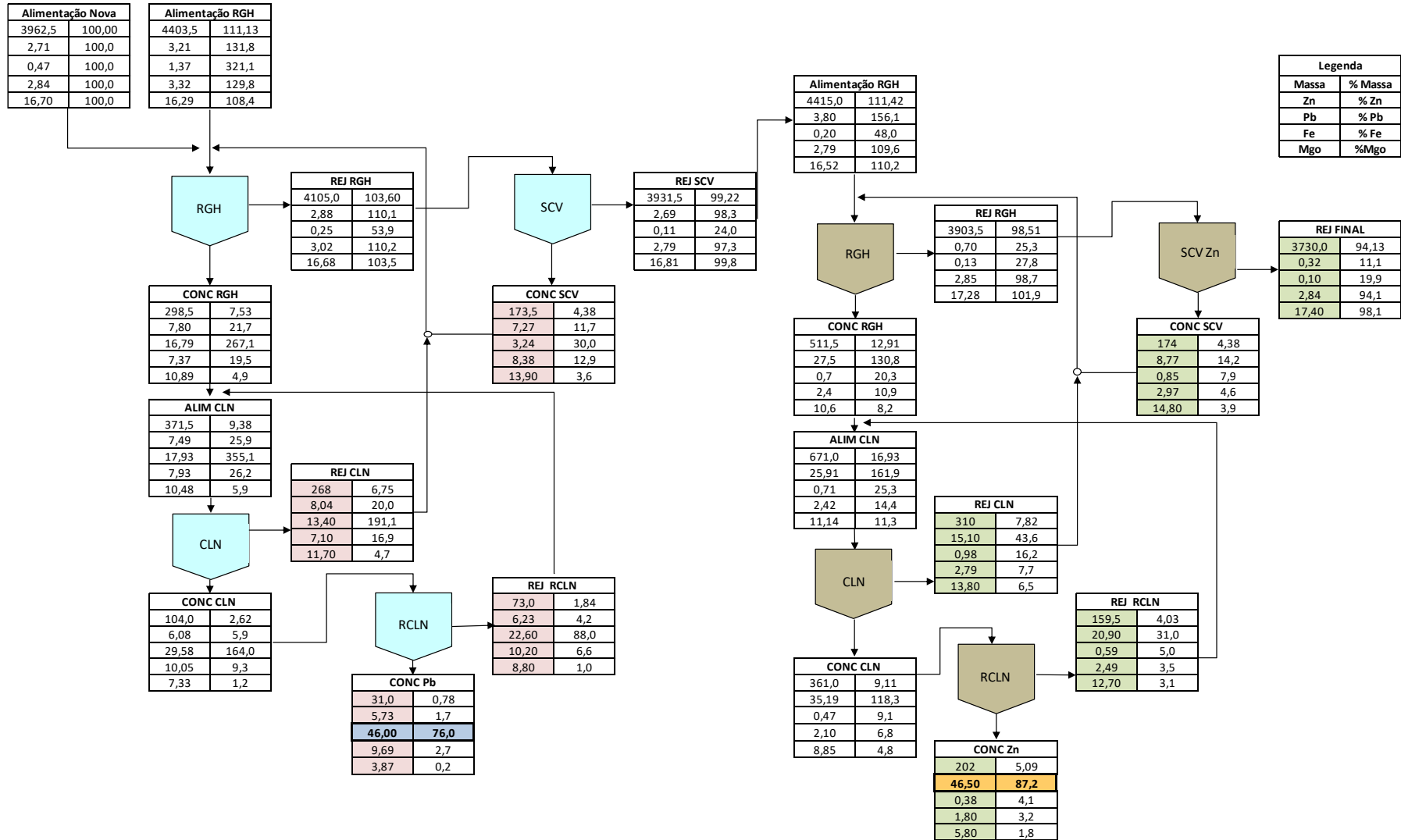
No concentrado final de zinco, observou-se que o teor (45%) e recuperação (65,4%) de zinco foram menores. O teor (1,86%) foi menor e a recuperação (2,4%) de ferro foi a metade se comparada ao caso base.

Observou-se que o rejeito final resultou numa distribuição maior de chumbo e zinco (24,6% e 21,1% respectivamente). A recuperação de ferro (83,9%) foi um pouco menor se comparada ao caso base (84,2%).

5.4.4. LCT 04 ($ZnSO_4$ e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de zinco)

O balanço de massa e metalúrgico do LCT 04, realizado utilizando o depressor sulfato de zinco ($ZnSO_4$) e coletores diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato na flotação de zinco, é apresentado na Figura 23.

Figura 23 - Balanço de massa e metalúrgico do LCT 04 (ZnSO₄ e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de zinco)



No concentrado final de chumbo, obteve-se o melhor teor de chumbo (46,0%). Porém, a recuperação metalúrgica nesse teste (76,0%) foi um pouco menor que o caso base (79,3%). Esse concentrado obteve apenas 2,3% de ferro em distribuição. A recuperação de zinco no concentrado final de chumbo foi de apenas 1,3%, comprovando a eficiência do sulfato de zinco nessa etapa. Observou-se também que de óxido de magnésio foi um pouco maior (3,87%).

No concentrado final de zinco, observou-se que o teor (46,5%) e recuperação (87,5%) de zinco foram maiores que o LCT 01. O teor (1,8%) e recuperação (3,2%) de ferro foram menores que o caso base.

Observou-se que o rejeito final resultou numa distribuição maior de chumbo e menor de zinco (19,9% e 11,1% respectivamente). A recuperação de ferro (94,1%) foi maior.

5.4.5. LCT 05 (ZnSO₄ e coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)

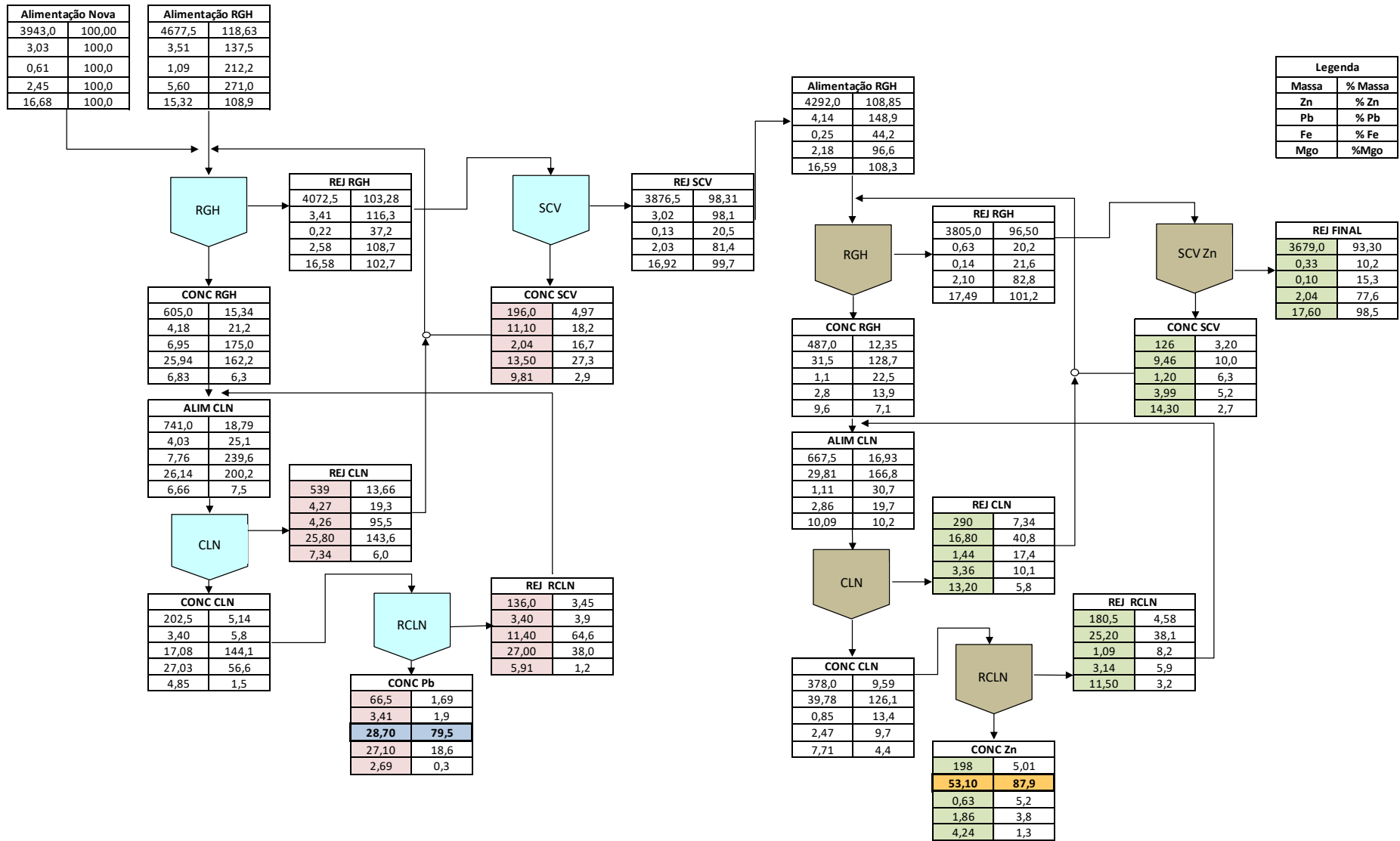
O balanço de massa e metalúrgico do LCT 05, realizado utilizando o depressor sulfato de zinco (ZnSO₄) e o coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco, é apresentado na Figura 24.

No concentrado final de chumbo, o teor (28,7%) e recuperação de chumbo (79,5%) foram similares ao LCT 01. Observou-se um aumento no teor (de 21,7 para 27,10%) e recuperação de ferro (de 11,6 para 18,6%). A recuperação de zinco no concentrado final de chumbo foi de apenas 1,9%, comprovando a eficiência do sulfato de zinco nessa etapa.

No concentrado final de zinco, obteve-se o maior teor (53,1%) e recuperação (87,9%) de zinco. Apenas com a adição do depressor, obteve-se uma melhora de 7,1% em teor e 7,8% em recuperação de zinco comparado ao caso base. O teor (1,86%) e recuperação (3,8%) de ferro foram menores que o caso base.

Observou-se que o rejeito final resultou numa distribuição similar de chumbo (15,3%) e menor de zinco (10,2%). A recuperação de ferro (77,6%) foi menor.

Figura 24 - Balanço de massa e metalúrgico do LCT 05 (ZnSO₄ e coletor xantato nas flotações de chumbo e zinco)



As Figuras 25, 26 e 27 apresentam um resumo do teor e recuperação dos principais elementos de cada etapa (concentrado final de chumbo, concentrado final de zinco e rejeito final).

Figura 25 - Resumo dos teores e recuperação de chumbo, ferro e zinco no concentrado final de chumbo dos LCT realizados

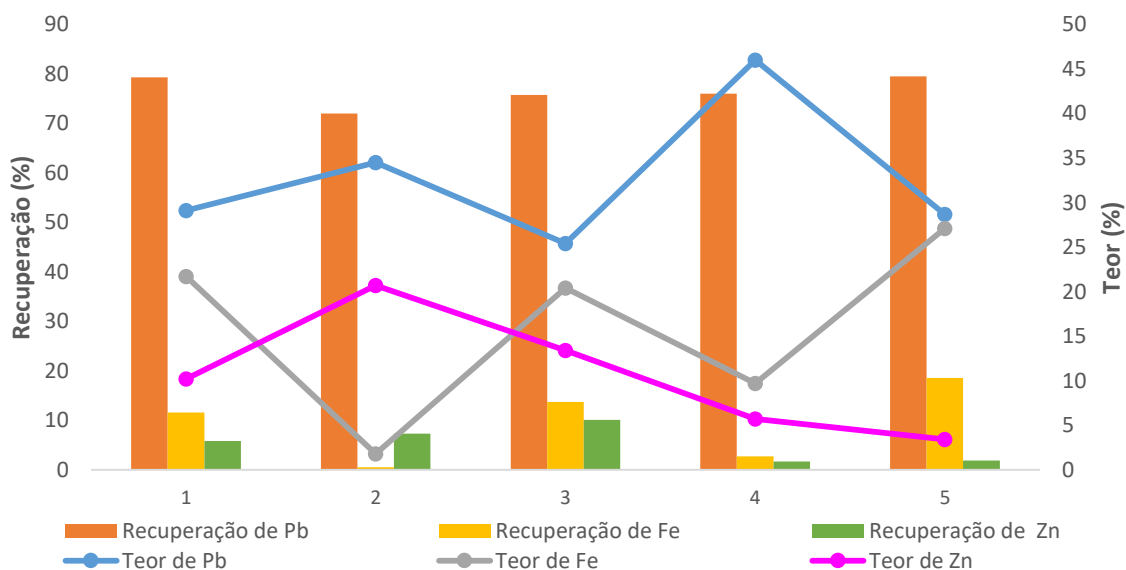


Figura 26 - Resumo dos teores e recuperação de Zinco e Fe no concentrado final de Zinco dos LCT's realizados

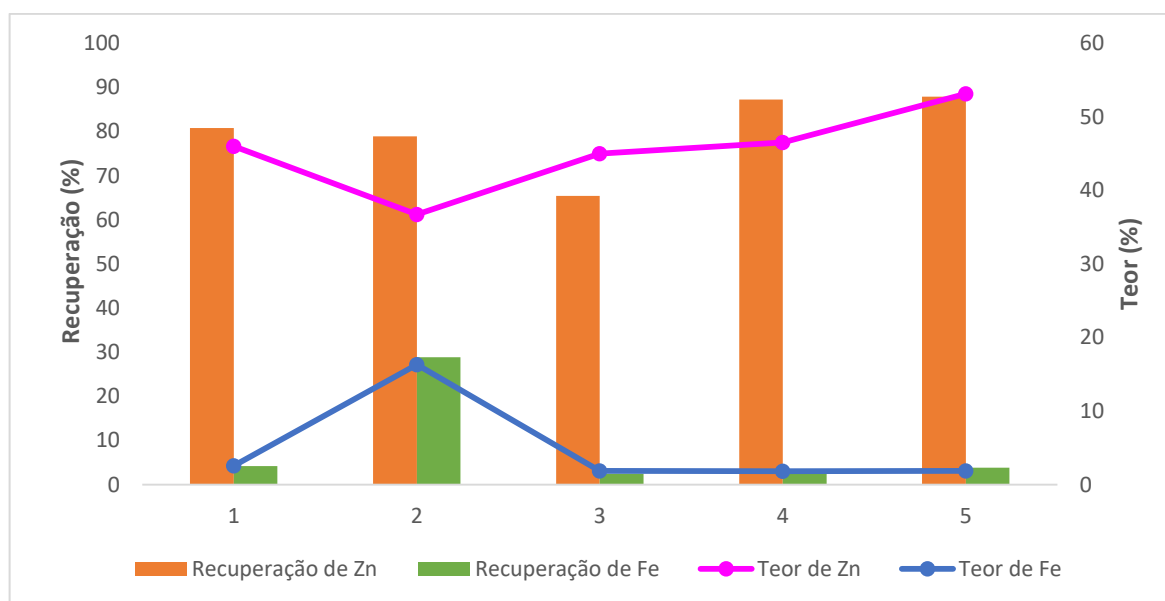
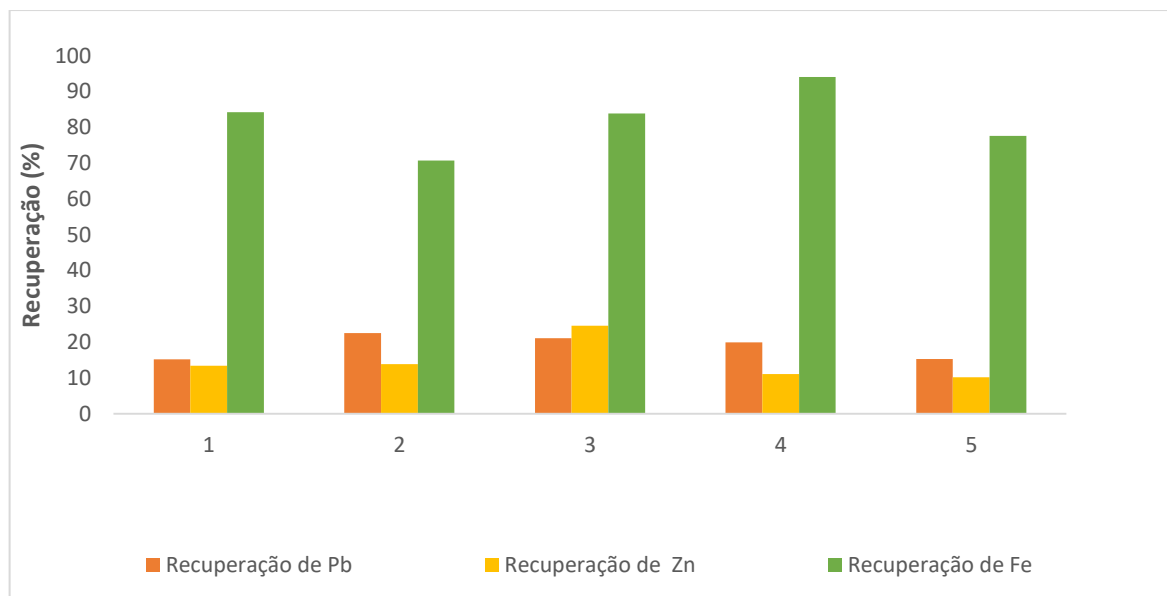


Figura 27 - Resumo das recuperações de chumbo, zinco e ferro no rejeito final dos LCT realizados



Para o concentrado final de chumbo, o melhor resultado foi o do LCT04, atingindo teor de 46% e recuperação de 76% de chumbo. Para o concentrado final de zinco, o melhor resultado foi o do LCT05, atingindo teor de 53,1% e recuperação de 87,9% de zinco. Em relação ao rejeito final, os LCT 04 e 05 foram os que tiveram menor distribuição de chumbo e zinco e maior distribuição de ferro (principal contaminante dos concentrados).

6. CONCLUSÕES

Para os testes abertos o coletor de chumbo diisobutil-ditiofosfato (Solvay) obteve maior desempenho (teor de chumbo, menor contaminação de zinco e ferro) do que o ditiofosfato di-alkil (Interfusão). A utilização do sulfato de zinco melhorou o desempenho de todos os testes. O metabissulfito de sódio não foi um bom depressor de ferro. O teste que utilizou o depressor sulfato de zinco na etapa *rougher* de chumbo, o teste com o coletor xantato na flotação de chumbo e zinco resultou no maior teor de zinco (59,6%).

Nos testes LCT, o melhor resultado para o chumbo foi o LCT de número 4, que utilizou sulfato de zinco e diisobutil-ditiofosfato (Solvay) na flotação de chumbo e diisobutil-ditiofosfato (Interfusão) na flotação de zinco. Nesse teste o concentrado final de chumbo atingiu teor de 46% e recuperação de 76% de chumbo. No concentrado final de zinco, atingiu teor de 46,5% e recuperação de 87,5% de zinco.

Nos LCT, o melhor resultado para o zinco foi o LCT 05, que utilizou o sulfato de zinco e xantato nas flotações de chumbo e zinco, atingindo no concentrado final de zinco um teor de 53,1% e recuperação de 87,9% de zinco. Apenas com a adição do depressor de zinco, obteve-se um aumento de 7,1 pontos percentuais em teor e 7,8 pontos percentuais em recuperação. Uma explicação para a melhora na qualidade desse concentrado é que nessa condição, há mais zinco da alimentação da flotação de zinco. Porém, o concentrado final de chumbo não obteve uma qualidade satisfatória, com teor de 28,7% e recuperação de 78,5% de chumbo.

Analisando uma melhora na qualidade dos dois concentrados, conclui-se o LCT04 apresentou o melhor desempenho.

REFERÊNCIAS

APLAN, F. F.; CHANDLER, S.; NICOL, M.J.; GRANVILLE, A.; 1972. **A determination of the products of reaction between various sulfide minerals and aqueous xanthate solution, and a correlation of the products with electrode rest potentials.** Metallurgical Transactions, 3, 2613-2618.

BALTAR, C. A. M. **Flotação no tratamento de minérios.** 2a Ed. Recife: Universitária da UFPE, 2010. 232 p.

BALTAR, C. A. M. **Fundamentos da Flotação.** In: LUZ, A. B. da; FRANÇA, S. C.; BRAGA, P. F. A. Tratamento de Minérios. 6. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 984 p., 2018.

BASILIO, C. I., KARTIO, I. J., YOON, R. H. **Lead activation of sphalerite during galena flotation.** Minerals Engineering, 1996. Vol.9, No8, p. 869-879.

BRASIL. INSTRUÇÃO NORMATIVA SDA Nº 35, DE 4 DE JULHO DE 2006 *Diário Oficial da República Federativa do Brasil*, Poder Executivo, Brasília, DF, 12 jul. 2006. Seção 1.

BULATOVIC, S. M.; **Handbook of flotation reagents: Chemistry, theory and practice.** V.1, 1 ed. Amsterdam: Elsevier Science &Technology Books; 2007.

CHAVES, A. P.; LEAL FILHO, L. de S.; BRAGA, P. F. A. **Flotação.** In: LUZ, A. B. da; FRANÇA, S. C.; BRAGA, P. F. A. Tratamento de Minérios. 6. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 984 p., 2018.

Flotação sequencial de Chumbo e Zinco. Disponível em <<https://www.911metallurgist.com/blog/sequential-cu-chumbo-zinco-flotation>>. Acesso em 20 de setembro de 2018.

MENDONÇA, G. A. **Influência da Oxidação na Microflotação da Galena.** 2014. 31 f.[Monografia], Universidade Federal de Ouro Preto, 2014.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA. **INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 27, DE 5 DE JUNHO DE 2006, ANEXO III.** 2006

PERES, A. E. C. & ARAUJO, A. C.; **A flotação como operação unitária no tratamento de minérios.** In: CHAVES, A. P. (Ed.) Teoria e Prática do Tratamento de Minérios volume 4, 2ª edição: A Flotação no Brasil. Signus Editora, São Paulo, p. 1 - 29, 2009.

RAO, S. R. **Surface Chemistry of Froth Flotation: Fundamentals. 2.** Ed. Montreal: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2004b. Vol.2. 435 p.

SÃO JOSÉ, Fábio de. **Estudo da flotação coletiva de sulfetos de zinco-chumbo.** 2015. 87 f. [Dissertação de Mestrado], Curso de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, 2015.

SEHLOTTHO, Nthapo *et al.* **Flowsheet development for selective Cu-Chumbo-Zinco recovery at Rosh Pinah concentrator.** Minerals Engineering, v. 122, p. 10-16, 2018.

VOTORANTIM METAIS HOLDING S.A. NI 43-101 **Technical Report on Preliminary Economic Assessment.** Relatório Técnico. Minas Gerais, 2017.




MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
Universidade Federal de Ouro Preto
Escola de Minas - Departamento de Engenharia de Minas

Ouro Preto, 21 de dezembro de 2018

Declaração

Declaro que a aluna Nathalia Luiza Nascimento de Carvalho matricula 13.1.1511 autora do trabalho de conclusão de curso “AVALIAÇÃO DE COLETORES E DEPRESSORES NA FLOTAÇÃO DO MINÉRIO SULFETADO DE CHUMBO E ZINCO DE MORRO AGUDO” efetuou as correções sugeridas pela banca examinadora e que estou de acordo com a versão final do trabalho.

Coloco-me à disposição para quaisquer esclarecimentos.


Prof. Carlos Alberto Pereira
Orientador /DEMIN/UFOP