



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



MARÍLIA RIBEIRO SANTILIANO

**APLICABILIDADE DO REFRAÔMETRO ÓPTICO PARA
CONTROLE DA CONCENTRAÇÃO DOS REAGENTES AMIL
XANTATO DE POTÁSSIO E SULFATO DE COBRE NA PLANTA
DA NEXA RESOURCES - UNIDADE MORRO AGUDO**

OURO PRETO

2021

MARÍLIA RIBEIRO SANTILIANO

**APLICABILIDADE DO REFRAATÔMETRO ÓPTICO PARA
CONTROLE DA CONCENTRAÇÃO DOS REAGENTES AMIL
XANTATO DE POTÁSSIO E SULFATO DE COBRE NA PLANTA
DA NEXA RESOURCES - UNIDADE MORRO AGUDO**

Artigo apresentado ao curso de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Minas.

Orientadora: Prof^a Otávia Martins Silva Rodrigues

OURO PRETO

2021

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

S235a Santiliano, Marília Ribeiro.

Aplicabilidade do refratômetro óptico para controle da concentração dos reagentes amil xantato de potássio e sulfato de cobre na planta da Nexa Resources - Unidade Morro Agudo. [manuscrito] / Marília Ribeiro Santiliano. - 2021.

14 f.: il.: color., gráf., tab..

Orientadora: Profa. Dra. Otávia Martins Silva Rodrigues.

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

1. Beneficiamento de minério. 2. Flotação. 3. Testes químicos e reagentes. 4. Refratômetro. I. Rodrigues, Otávia Martins Silva. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 622.765.061

Bibliotecário(a) Responsável: Sione Galvão Rodrigues - CRB6 / 2526



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Aos vinte dias do mês de abril de 2021, às 15h30min, foi instalada a sessão pública remota para a defesa de Trabalho de Conclusão de Curso da discente **Marília Ribeiro Santiliano**, matrícula 14.2.1768, intitulado: **APLICABILIDADE DO REFRACTÔMETRO ÓPTICO PARA CONTROLE DA CONCENTRAÇÃO DOS REAGENTES AMIL XANTATO DE POTÁSSIO E SULFATO DE COBRE NA PLANTA DA NEXA RESOURCES - UNIDADE MORRO AGUDO**, perante comissão avaliadora constituída pela orientadora do trabalho, Prof^ª. Dr^ª. Otávia Martins Silva Rodrigues, Prof. Dr. José Fernando Miranda e Químico Industrial Leandro Rodrigues de Lima. A sessão foi realizada com a participação de todos os membros por meio de videoconferência, com base no regulamento do curso e nas normas que regem as sessões de defesa de TCC. Inicialmente, a presidente da comissão examinadora concedeu à discente 20 (vinte) minutos para apresentação do seu trabalho. Terminada a exposição, a presidente concedeu, a cada membro, um tempo máximo de 20 (vinte) minutos para perguntas e respostas ao candidato sobre o conteúdo do trabalho, na seguinte ordem: primeiro ao Prof. Dr. José Fernando Miranda, segundo, ao Eng.^º Químico Leandro Rodrigues de Lima e em último, a Prof^ª. Dr^ª. Otávia Martins Silva Rodrigues. Dando continuidade, ainda de acordo com as normas que regem a sessão, a presidente solicitou à discente e aos espectadores que se retirassem da sessão de videoconferência para que a comissão avaliadora procedesse à análise e decisão. Após a reconexão da discente e demais espectadores, anunciou-se, publicamente, que a discente foi **APROVADA** por unanimidade, com a nota 9,5 (NOVE E MEIO), sob a condição de que a versão definitiva do trabalho incorpore todas as exigências da comissão, devendo o exemplar final ser entregue no prazo máximo de 15 (quinze) dias. Para constar, foi lavrada a presente ata que, após aprovada, foi assinada pela presidente da comissão. A discente, por sua vez, encaminhará uma declaração de concordância com todas as recomendações apresentadas pelos avaliadores. Ouro Preto, 20 de abril de 2021.

Presidente: Prof^ª. Dr^ª. Otávia Martins Silva Rodrigues

Membro: Prof. Dr. José Fernando Miranda

Membro: Químico Industrial Leandro Rodrigues de Lima

Discente: Marília Ribeiro Santiliano

RESUMO

No processo de concentração por flotação da galena e esfalerita na planta de beneficiamento da Nexa Resources em Morro Agudo, Paracatu – MG, são utilizados os reagentes: coletor de sulfetos amil xantato de potássio e o ativador de esfalerita sulfato de cobre. Ambos os reagentes são preparados, solubilizados com água em concentrações padronizadas, mas que podem estar suscetíveis a variações pelo processo operacional industrial. O presente trabalho avaliou a aplicabilidade do refratômetro óptico para controle da concentração destes reagentes dosados na planta. Foram preparadas soluções com diferentes concentrações e realizadas as leituras com o instrumento refratômetro para construção de curvas de calibração. Os resultados obtidos mostraram uma curva de calibração com ótima aderência e representividade para as amostras. Dessa forma, foi possível aplicar o instrumento tanto em laboratório como na planta industrial, tendo assim um maior controle da concentração e conseqüentemente da quantidade de reagente dosado em cada ponto.

PALAVRAS-CHAVE: Refratômetro, concentração, reagente, amil xantato de potássio, sulfato de cobre.

ABSTRACT

In the concentration process by flotation of galena and sphalerite in the Nexa Resources plant in Morro Agudo, Paracatu - MG, the potassium amyl xanthate collector reagents and the copper sulfate activator are used. Both reagents are prepared solubilized with water in standardized concentrations, but which can be susceptible to variations. The present work evaluated the applicability of the refractometer in the control of the concentration of the dosed reagents in the plant. Solutions with different concentrations were prepared and read with the refractometer to build calibration curves. The results showed a calibration curve with excellent model adherence for the samples. Thus, it was possible to apply the refractometer both in the laboratory and in the industrial plant, having greater control of the concentration and consequently of the amount of reagent dosed at each point.

KEYWORDS: Refractometer, concentration, reagent, potassium amyl xanthate, copper sulfate.

SUMÁRIO

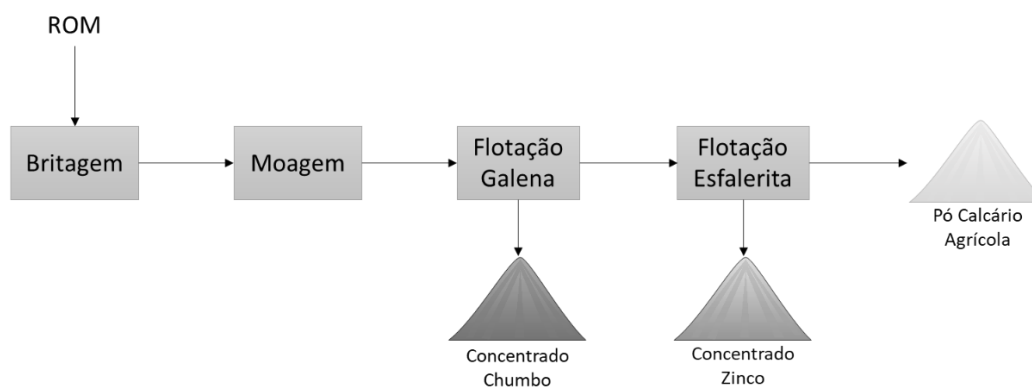
- 1.INTRODUÇÃO
- 2.MATERIAIS E MÉTODOS
- 3.RESULTADOS E DISCUSSÃO
- 4.CONCLUSÃO
- 5.REFERÊNCIAS

1. INTRODUÇÃO

A flotação é um processo de concentração que faz uso das diferentes características superficiais de alguns elementos minerais em relação a outros presentes no minério a ser tratado. A seletividade do processo de flotação é dada 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).

A Nexa Resources - Morro Agudo, em Paracatu-MG é um local de extração e processamento de galena (PbS) e esfalerita de baixo Fe ((Zn, Fe)S), minerais de origem para os metais chumbo e zinco (DNPM, 2001). A flotação é o método de concentração utilizado pela empresa, no qual tem-se uma flotação sequencial: primeiramente a galena é flotada e a partir do seu rejeito flota-se a esfalerita. Tal separação é possível devido ao fato dos coletores adsorverem-se diretamente na superfície da galena através de processos eletroquímicos enquanto a esfalerita requer prévia ativação, por íons de cobre, para facilitar a reação com os coletores (SÃO JOSÉ, 2015).

Figura 1. Fluxograma Simplificado do Beneficiamento da Nexa Resources - Morro Agudo.



No processo de concentração praticado na planta de Morro Agudo, para a flotação dos sulfetos é utilizado o coletor sulfidrílico amil xantato de potássio (PAX). Os coletores atuam na interface sólido-líquido, alterando a superfície mineral de caráter hidrofílico para hidrofóbico (PERES & ARAUJO, 2009). Os xantatos são sais do ácido xântico (também chamados ditiocarbônicos), de cor amarelada, solúveis em água e estáveis em solução (CHAVES, LEAL FILHO & BRAGA, 2018). O amil xantato de potássio utilizado em Morro Agudo é fornecido pela empresa Interfusão, na forma de pequenos grânulos amarelos de forte odor.

Para a flotação da esfalerita, que ocorre numa segunda etapa com o material rejeitado do circuito da galena, é realizada a ativação com o sulfato de cobre (CuSO_4), fornecido pela Nexa Resources de Juiz de Fora. Esse reagente possui a forma de finos cristais azuis, sem odor característico e é facilmente solubilizado em água.

As concentrações padrões de preparo industrial do amil xantato é de 1,1% (chumbo) e 2,8% (zinco) e do sulfato de cobre é de 4,1%, tais concentrações foram padronizadas em função dos volumes dos tanques disponíveis de preparo, a quantidade

presente no recipiente de origem e a quantidade média dosada em cada circuito. Os reagentes em questão são preparados atualmente durante os turnos de forma manual por um operador responsável. Devido algumas instabilidades no controle do nível do tanque de preparo, a presença de carga morta nos tanques ou imprevistos ocorridos em trocas de turnos do responsável pelo preparo, a concentração dos reagentes dosados industrialmente pode estar susceptível há algumas alterações.

Para se atingir um bom desempenho de seletividade do processo e níveis de qualidade e recuperação metalúrgica que atendam as especificações praticadas no mercado, é necessário manter o controle das variáveis que interferem no processo. O controle de pH, a porcentagem de sólidos da polpa, a granulometria do minério, e principalmente a escolha adequada do esquema de reagentes, bem como as concentrações e dosagens de coletores e ativadores, são exemplos de fatores fundamentais para se alcançar o êxito na flotação industrial.

O refratômetro é um instrumento óptico utilizado para medir o índice de refração de uma substância translúcida. De acordo com Jenkins e White (1957), a refração é o fenômeno de mudança de velocidade da luz em diferentes meios de propagação, ou seja, existe uma alteração em sua trajetória, ou ângulo de incidência, que quando medido pode revelar características próprias do material. Com base nisso, o uso do refratômetro pode determinar a concentração de uma substância dissolvida em outra, por exemplo a concentração do coletor dissolvido em água. O uso mais comum deste instrumento, é na determinação da concentração de açúcar na indústria alimentícia, na medição de proteínas e salinidade no sangue, e ele também apresenta algumas aplicações industriais na medição de líquidos anticongelantes.

Este estudo avaliou a aplicabilidade do refratômetro óptico portátil para o controle da concentração dos reagentes Amil Xantato de Potássio e o Sulfato de Cobre, utilizados na flotação da galena e esfalerita da planta de Morro Agudo - Nexa Resources em Paracatu –MG, Brasil.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para os testes foi utilizado um refratômetro óptico portátil com uma escala de leitura de 0 a 32 °Bx, modelo Div: 0,2 Brix RT-30 ATC da marca Cap Lab. As amostras de amil xantato de potássio e do sulfato de cobre utilizadas nos testes foram coletadas da área de preparo de reagentes da unidade de Morro Agudo, diretamente dos seus recipientes de origem, evitando a coleta de reagentes já expostos a ação do tempo, garantindo assim a integridade dos produtos químicos.

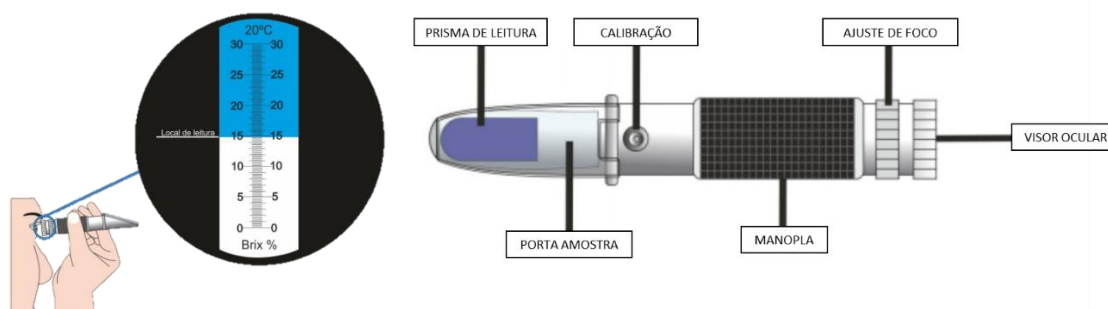
Para cada reagente, foram preparadas 9 soluções nas concentrações (peso/volume) de 0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 2,5%, 3%, 4%, 5% e 6% para construção de curvas de calibração. Foi seguido o procedimento operacional padrão do laboratório químico da unidade de Morro Agudo para o preparo das soluções, onde as quantidades de solutos sólidos a serem solubilizados foram pesadas utilizando uma balança de alta precisão em um béquer previamente tarado. O Solutos foi dissolvido em água no béquer, utilizando uma pequena quantidade do solvente, com o auxílio de um agitador magnético e uma barra magnética. Após a completa solubilização dos solutos, a solução foi transferida por completo para um balão volumétrico de 100mL, o qual foi completado até aferir seu volume. O balão volumétrico foi agitado para a homogeneização da solução e rotulado com a sua concentração referente, conforme mostrado na Figura 1. Para maior aproximação da realidade industrial, todas as soluções foram preparadas com a água industrial da unidade, assim como é feito no preparo rotineiro dos reagentes para a planta.

Figura 2. Soluções de Amil Xantato preparados para o estudo.



Para a utilização do refratômetro, primeiramente aferiu-se sua calibração, realizando uma primeira leitura com água destilada. O prisma do instrumento foi limpo com um lenço de papel macio e depois foram depositadas algumas gotas de água destilada, onde foi verificado pelo visor se a leitura óptica estava zerada. Caso não estivesse o aparelho deveria ser zerado através de um parafuso de calibração no corpo do instrumento, de acordo com o esquema da Figura 2.

Figura 3. Desenho esquemático do Refratômetro.



Disponível em: <<http://www.splabor.com.br/blog/refratometro/aprendendo-mais-arla-32-voce-sabe-o-que-e/>>. Acesso em: 04 abr. 2021.

Em seguida, foram realizadas as leituras em brix ($^{\circ}\text{Bx}$) dos reagentes: amil xantato de potássio e sulfato de cobre, nas diferentes concentrações preparadas. Para cada leitura, o prisma era previamente lavado com água destilada e secado com um lenço de papel limpo, depois eram depositadas algumas gotas da solução preparada e abaixava-se a tampa do porta amostra. Para a leitura da resposta o instrumento era direcionado para um ponto de alta luminosidade que permitia a leitura das marcas de graduação pelo visor ocular com nitidez. Todas as leituras foram realizadas em triplicata para melhor confiabilidade nos dados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

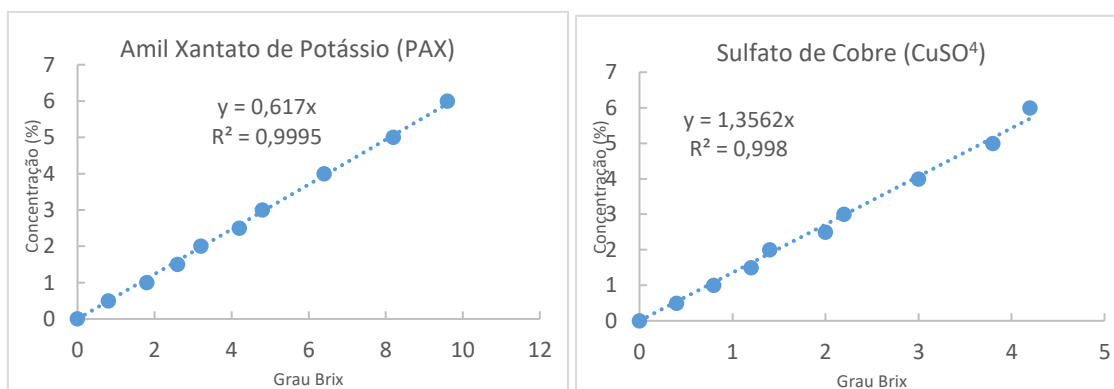
A tabela 1 apresenta os resultados das leituras em brix, medidas pelo refratômetro para as diversas concentrações das soluções preparadas do coletor amil xantato de potássio e do ativador sulfato de cobre.

Tabela 1. Valores obtidos na leitura do refratômetro das soluções preparadas.

| Concentração (%) | °Bx | |
|------------------|-----|-------------------|
| | PAX | CuSO ₄ |
| 0,5 | 0,8 | 0,4 |
| 1 | 1,8 | 0,8 |
| 1,5 | 2,6 | 1,2 |
| 2 | 3,2 | 1,4 |
| 2,5 | 4,2 | 2 |
| 3 | 4,8 | 2,2 |
| 4 | 6,4 | 3 |
| 5 | 8,2 | 3,8 |
| 6 | 9,6 | 4,2 |

A partir desses resultados, foram gerados gráficos de dispersão a fim de estabelecer uma relação matemática entre as duas variáveis analisadas, encontrando assim o coeficiente de conversão da leitura °Bx para concentração (%) peso/volume, que é a unidade de medida utilizada industrialmente para o controle dos reagentes. Como observado na Figura 3, para ambos os reagentes, observou-se que o coeficiente de determinação linear (R^2) é próximo a 1,00, indicando a ótima aderência e representividade do modelo para as amostras.

Figura 4. Curvas de calibração do Amil Xantato de Potássio e o Sulfato de Cobre.



Posteriormente, foram realizadas novas medições em laboratório para avaliar a consistência e abrangência dos fatores de conversão obtidos. Foram realizados testes utilizando amostras de lotes diferentes, dos reagentes amil xantato de potássio e o sulfato de cobre, onde os fatores de conversão se mantiveram inalterados para a leitura. Foi avaliado também o uso de amostras de água industrial coletadas em dias diferentes para o preparo das soluções, onde não foi observada nenhuma alteração nos resultados. E por fim, avaliou-se também, se para uma diferente marca do coletor amil xantato de potássio haveria uma variação no fator de conversão obtido, nessa análise foi avaliado o

reagente da marca MarQuim em comparação ao da Interfusão que é o comumente utilizado em Morro Agudo. Notou-se uma diferença no fator de conversão, devido as próprias formulações dos reagentes serem diferentes.

4. CONCLUSÃO

A partir desse estudo conclui-se que a utilização do refratômetro óptico portátil para medição da concentração do coletor amil xantato de potássio e do ativador sulfato de cobre utilizados na planta de beneficiamento da Nexa Resources – Morro Agudo cumpriu seu propósito, com sensibilidade dentro dos parâmetros operacionais e facilidade de manuseio.

Devido à simplicidade do instrumento, tanto de leitura como de componentes, que permite uma fácil higienização e uma resistência aceitável, foi possível a sua aplicabilidade competente tanto em laboratório como na planta industrial. Com isso, o operador após passar por um treinamento simples, está apto a realizar verificações constantes das concentrações dos reagentes na área, trazendo um melhor controle das concentrações e consequentemente na quantidade de reagente real dosado em cada ponto. Isso permitiu uma melhora significativa na rotina dos operadores em estabilizar a flotação e uma maior confiabilidade nos dados de dosagem, permitindo assim ações mais assertivas nas tomadas de decisões para com a flotação.

O uso do refratômetro na rotina da planta industrial deve-se atentar apenas para a boa limpeza e calibração do mesmo. E caso aconteça alguma troca na marca dos reagentes utilizados, deve-se realizar uma nova curva de calibração.

5. REFERÊNCIAS

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.

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.

DNPM. Anuário Mineral Brasileiro - Ministério de Minas e Energia. Brasília. 2020.

JENKINS, F.A., WHITE, H.E. Fundamentals of Optic, 3^a edition, McGraw-Hill Book Company, New York, p. 3-4, 1957.

LACERDA, A.L.S., REIS, E.L., BORGES, A.A. The use of optical refractometer to measure the concentration of starch solutions in reverse flotation of iron ore, In: 9th International Mineral Processing Seminar - PROCEMIN 2012, Santiago, p. 53-54, 2012.

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, 2^a edição: A Flotação no Brasil. Signus Editora, São Paulo, p. 1 29, 2009.

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.