


MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL  
CONVÊNIO DNPM - CPRM

**PROJETO  
BENEFICIAMENTO E ACIDULAÇÃO  
DE FOSFATO**  
**RELATÓRIO FINAL**

PH2 13343

 CPRM	<b>SUREMI</b> SEDOTE
<b>F. 96</b>	
ARQUIVO TÉCNICO	
Relatório n.º	<b>633 - S</b>
N.º de Volumes:	<b>1</b> V:

*Vicente Paulo de Souza*  
*Roberto Lobo D'Alvear*



COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS  
DIRETORIA DA AREA DE PESQUISAS  
SUPERINTENDÊNCIA DE RECURSOS MINERAIS  
DEPARTAMENTO DE PESQUISA MINERAL  
DIVISÃO DE TECNOLOGIA MINERAL  
RIO DE JANEIRO - R.J

1977

# PROJETO BENEFICIAMENTO E ACIDULAÇÃO DE FOSFATO

Coordenador do Projeto

*Vicente Paulo de Souza*

Chefe do Projeto

*Roberto Lobo D'Alvear*

Equipe Executora

*Roberto Lobo D'Alvear*

*Sérgio L. da Costa Braga*

Colaboração Especial

*Adão Benvindo da Luz*

*Ney Hamilton Porphirio*

PROJETO BENEFICIAMENTO E ACIDULAÇÃO DE FOSFATO

RELATÓRIO FINAL

ÍNDICE DO VOLUME

	Pág.
SUMÁRIO	i
1 - INTRODUÇÃO	2
1.1 - Objetivos do Projeto	2
1.2 - Mercado e Usos de Concentrados Fosfáticos	3
1.3 - Reservas e Características da Jazida Estudada	4
1.4 - Tecnologia de Beneficiamento de Rochas Fosfáticas	4
1.5 - Tecnologia da Fabricação de Ácido Fosfórico	6
1.5.1 - Processo por Via Úmida	6
1.6 - Estudos Preliminares	11
2 - BENEFICIAMENTO FÍSICO	
2.1 - Material e Métodos	13

	Pág.
2.1.1 - Descrição das Amostras	13
2.1.2 - Equipamento e Técnicas Experi- mentais	20
2.2 - Resultados Obtidos e Discussão	22
2.3 - Conclusões	27
3 - TESTES DE ACIDULAÇÃO	
3.1 - Material e Métodos	30
3.1.1 - Procedência e Análise do Concen- trado	30
3.1.2 - Aparelhagem e Técnicas Experimen- tais	31
3.2 - Testes de Acidulação	34
3.2.1 - Apresentação e Discussão dos Re- sultados Obtidos	34
3.2.2 - Conclusões	39
3.3 - Testes de Reatividade	40
3.3.1 - Resultados Obtidos e Conclusões	41
3.4 - Teste Comparativo de Crescimento de Cris- tais	42
3.4.1 - Resultados Obtidos e Conclusões	43
4 - CONSIDERAÇÕES FINAIS	47

LISTA DE ANEXOS

- ANEXO I - Resultados dos Testes de Beneficiamento Físico  
(Tabelas e Gráficos)
- ANEXO II - Fotomicrografias do Teste de Crescimento de  
Cristais
- ANEXO III - Resultados dos Testes de Acidulação (Gráficos)

## LISTA DE TABELAS

TABELA I	- Composição química das amostras estudadas	13
TABELA II	- Análise granulométrica e distribuição do $P_2O_5$ após moagem a 10 malhas e lavagem da fração + 200 malhas	14
TABELA III	- Distribuição de $P_2O_5$ nos produtos da deslamagem	15
TABELA IV	- Análise granulométrica após moagem a 35 malhas e lavagem exaustiva da fração + 400 malhas	17
TABELA V	- Resultados da separação em meio denso e das análises microscópicas e difração de Raios X	19
TABELA VI	- Resultados resumidos dos testes de flotação com "Tall Oil"	23
TABELA VII	- Resultados resumidos dos testes de flotação com "FA-1"	24
TABELA VIII	- Resultados resumidos dos testes de flotação com "Tall Oil" e 20 ml de silicato de sódio	25

Pág.

TABELA IX	- Composição química do concentrado utilizado nos testes de acidulação	30
TABELA X	- Análise granulométrica do concentrado utilizado nos testes de acidulação	31
TABELA XI	- Resultados dos testes de acidulação	36
TABELA XII	- Resultados do teste de acidulação com lavagem exaustiva da torta de filtração	38
TABELA XIII	- Extração e consumo de ácido para concentrados de várias procedências	40
TABELA XIV	- Resultados do teste de reatividade	41
TABELA XV	- Resultados do teste de crescimento de cristais	44

## SUMÁRIO

O presente trabalho teve como objetivo a definição de uma tecnologia especificamente dirigida para o fosfato brasileiro, incluindo beneficiamento e acidulação, visando à fabricação de ácido fosfórico.

Devido a importância econômica da jazida de Patos de Minas, nela foram concentrados os estudos, tanto de beneficiamento, como os de acidulação.

Foram realizados estudos de caracterização química e mineralógica, que definiram qualitativa e quantitativamente os principais constituintes do minério e o grau de liberação do mineral fosfático predominante. Através dos estudos de beneficiamento físico, verificou-se ser possível obter concentrados fosfáticos (por intermédio de operações de deslamagem e flotação), que atendem aos requisitos usuais para sua aplicação no processo de obtenção de ácido fosfórico por via úmida.

Com os testes de acidulação realizados, verificou-se ser possível obter ácido fosfórico, a partir do minério fosfático de Patos de Minas, dentro dos níveis obtidos industrialmente, no tocante à concentração do ácido produto (entre 28% e 32%), à eficiência de extração (92% a 96%) e ao consumo de ácido. Foram realizados, ainda, testes de reatividade e grau de inibição e de crescimento dos cris



tais de sulfato de cálcio, durante a reação de acidulação.

Finalmente, com base nos resultados obtidos em escala de bancada, sugere-se um aprofundamento dos estudos em escala contínua.

1 - INTRODUÇÃO

## 1 - INTRODUÇÃO

### 1.1 - Objetivos do Projeto

Com a finalidade de definir uma tecnologia especificamente dirigida para o fosfato brasileiro, de beneficiamento e acidulação, visando à fabricação de ácido fosfórico, foi instituído e autorizado pelo DNPM, através da Solicitação de Serviço nº 49/76, o presente trabalho, com um prazo de quatorze meses para sua execução.

O Projeto objetivou estudar o comportamento da rocha fosfática de Patos de Minas, no processo de acidulação para a produção de ácido fosfórico por via úmida, dentro das limitações deste estudo em escala de laboratório. Os dados obtidos sobre os principais parâmetros que intervêm no processo, deverão servir de base para um estudo em escala contínua, onde o controle do processo de acidulação será o objetivo principal. Na parte referente ao estudo de beneficiamento físico, o objetivo principal foi a obtenção de concentrados fosfáticos, que atendessem às condições, quanto aos teores de  $P_2O_5$  e de impurezas ( $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$ ), para sua utilização no processo de acidulação.

## 1.2 - Mercado e Usos de Concentrados Fosfáticos

O mercado internacional apresenta a tendência, até o ano 2000, de manter constantes os níveis atuais de preço dos concentrados fosfáticos, devido a uma produção sempre superior à demanda.

A indústria de fertilizantes nos E. U. A., detém 76% do consumo de concentrados fosfáticos, para utilização "in natura", na produção de superfosfatos e fertilizantes combinados. Os concentrados fosfáticos, com teores entre 30 e 32% de  $P_2O_5$ , são utilizados em sua totalidade na fabricação de ácido fosfórico. (3)

No Brasil, o índice de crescimento da população, do padrão de vida e a tendência de se tornar o País um grande exportador de alimentos, vem exigindo um crecimento da agricultura em ritmo apreciável, com um consequente aumento no consumo de fertilizantes, o que, aliado à necessidade de diminuir as importações destes, torna o mercado interno praticamente inesgotável.

Embora possuindo uma reserva medida, totalizando 250.352.306 toneladas de minério com teor médio de 14,7% de  $P_2O_5$  (não computadas as reservas de Patos de Minas e Coromandel), o País é ainda, extremamente carente de fertilizantes fosfatados e combinados, tendo importado em 1974, 802.947 toneladas, no valor (CIF) de US\$ 177.334.873. (6)

### 1.3 - Reservas e Características da Jazida Estudada

As jazidas de Patos de Minas são de origem sedimentar, tendo suas reservas medidas (alvarás 1511 e 1512), totalizado 256.353.122 de toneladas, com um teor médio de 13,01% de  $P_2O_5$ , sendo que o minério apresenta boa solubilidade, permitindo seu uso "in natura" (Fonte: Projeto Fosfato CPRM - 1976).

O valor da rocha fosfática para aplicação direta, depende não só de teor de  $P_2O_5$ , mas principalmente, da solubilidade natural da rocha, pois somente a parte solúvel em água e em citrato de amônia, servirá como nutriente para os vegetais.

### 1.4 - Tecnologia de Beneficiamento de Rochas Fosfáticas

Em geral, os tratamentos feitos nas rochas fosfáticas têm como objetivo, a transformação do fosfato tricálcico (insolúvel), em fosfato monocálcico (solúvel em água), ou em fosfato dicálcico (solúvel em citrato de amônia). Entretanto, para ser atingida esta etapa de transformação química, é necessário que sejam realizadas etapas anteriores de beneficiamento físico. Estas diferem entre si, de acordo com o tipo de jazimento, teor do minério e outros fatores<sup>(16)</sup>, mas é importante que o concentrado obtido pos-

sua um teor mínimo de 30% de  $P_2O_5$  e um teor máximo de  $R_2O_3$  ( $Fe_2O_3 + Al_2O_3$ ) de 4,5% para sua utilização no processo de obtenção do ácido fosfórico por via úmida.

Um estudo preliminar de beneficiamento, utilizando minério de Patos de Minas com 22% de  $P_2O_5$  demonstrou ser possível, após moagem à - 10 malhas, lavagem exaustiva até a eliminação completa dos minerais argilosos superficiais e com um corte em peneira de 400 malhas, a obtenção de um concentrado com 31,1% de  $P_2O_5$  e uma recuperação em torno de 61%. (5)

Apesar dos atuais métodos de beneficiamento de rocha fosfática diferirem entre si, em quase todos eles é realizada uma etapa inicial de deslamagem (que normalmente é uma operação de concentração), sendo a seguir o minério submetido ao processo de flotação.

O concentrado fosfático para uso "in natura" se presta para culturas de longo ciclo, onde a absorção do nutriente deve ser realizada de modo lento. No caso das culturas de ciclo rápido, são necessários fertilizantes altamente solúveis, onde a absorção do nutriente pelos vegetais se processa rapidamente. Para a produção destes fertilizantes de alta solubilidade, como o superfosfato triplo e os fertilizantes combinados torna-se necessário a fabricação de ácido fosfórico.

## 1.5 - Tecnologia da Fabricação de Ácido Fosfórico

Existem dois métodos utilizados comercialmente na fabricação de ácido fosfórico: o processo por via úmida (wet process) e o processo à forno elétrico (produzindo ácido a partir do fósforo elementar). O processo por via úmida conduz a um ácido com impurezas, porém com um custo de produção bem inferior àquele produzido a partir do fósforo elementar, sendo por isso, largamente utilizado na fabricação de fertilizantes sólidos. O ácido fosfórico obtido através do fósforo elementar é de alta pureza, sendo, devido ao seu alto custo, utilizado na fabricação de detergentes e fertilizantes líquidos. <sup>(2)</sup>

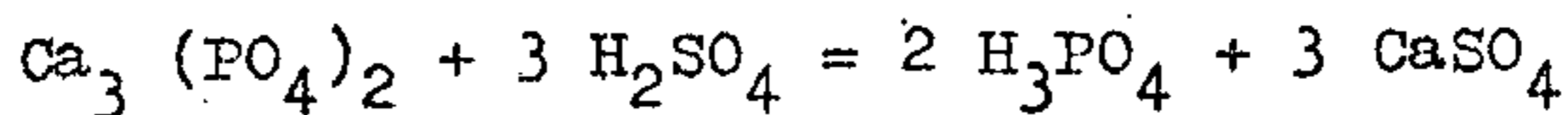
### 1.5.1 - Processo por Via Úmida

No processo de obtenção do ácido fosfórico por via úmida, no qual o concentrado fosfático reage com ácido sulfúrico, o objetivo principal é a obtenção da maior concentração possível de ácido fosfórico com o máximo rendimento. Este, depende da completa reação da rocha com o ácido sulfúrico e da eficiência de separação entre o ácido fosfórico e o sulfato de cálcio na filtração, onde o tamanho e forma dos cristais de sulfato de cálcio são fatores de importância fundamental. <sup>(4)</sup> A temperatura da reação e a concentração do ácido fosfórico são fatores que governam o grau de hidratação do sulfato de cálcio, que pode se apresentar

sob três formas: anidrita ( $\text{CaSO}_4$ ), semi-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ) e di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ). O processo, no qual o sulfato de cálcio se apresenta di-hidratado, é o mais utilizado nas plantas industriais. <sup>(2)</sup>

Quando o concentrado fosfático é tratado com um ácido forte, a rede cristalina dos minerais de fosfato é destruída, havendo solubilização dos constituintes fosfáticos sob a forma de ácido fosfórico. Para o caso do ácido sulfúrico, a reação total pode ser assim dividida: <sup>(4)</sup>

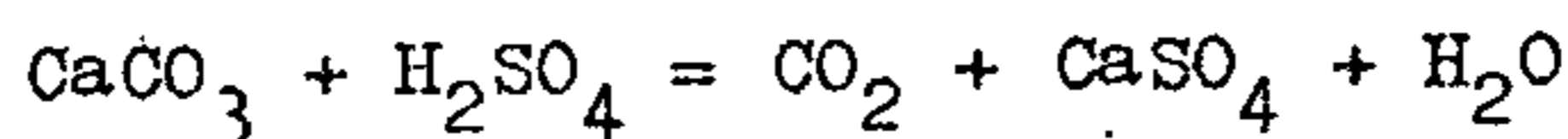
a) o fosfato tricálcico é convertido em ácido fosfórico e sulfato de cálcio.



b) o fluoreto de cálcio existente na fluorapatita reage com o ácido sulfúrico, produzindo ácido fluorídrico e sulfato de cálcio.

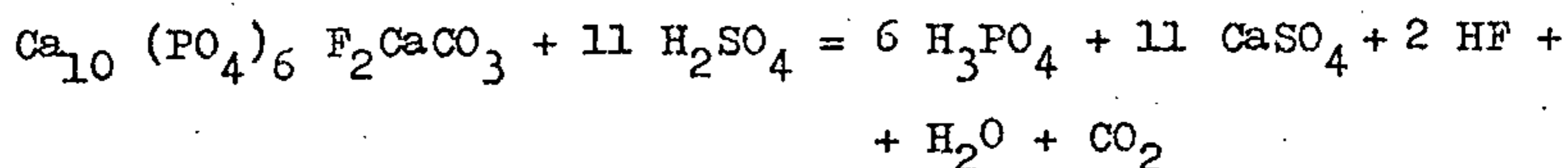


c) o carbonato de cálcio é convertido em dióxido de carbono e sulfato de cálcio.





Uma equação geral entre os constituintes mais comuns das rochas fosfáticas e o ácido sulfúrico pode ser assim descrita:



No processo di-hidratado, que é o mais utilizado no mundo, na produção de ácido fosfórico, o ácido sulfúrico concentrado (93%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), reage com concentrado fosfático em granulometria adequada (50 - 55% abaixo de 200 malhas, para o caso do minério da Flórida). A concentração de  $\text{P}_2\text{O}_5$  na fase líquida, deve situar-se entre 28 e 32%, e a temperatura entre 70°C e 85°C, para que o sulfato de cálcio formado, seja di-hidratado. A mistura deve ser mantida sob constante agitação até a reação completa dos minerais de fosfato (em geral, um período de 4 a 6 horas). Completada a reação, a polpa é filtrada, separando-se o ácido fosfórico dos resíduos sólidos (basicamente sulfato de cálcio e sílica), sendo estes, lavados em contra corrente para remoção do ácido fosfórico residual.

O processo é influenciado por diversos parâmetros, dentre os quais podem ser destacados: <sup>(4)</sup>

### a) Características da Rocha

Rochas fosfáticas de diferentes depósitos variam de modo acentuado na sua composição, tendo estas variações efeitos importantes na produção de ácido fosfórico. Os efeitos produzidos por algumas impurezas, são tão pouco conhecidos, que é difícil predizer a eficiência da operação através do simples conhecimento da composição química e mineralógica da rocha. A relação  $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5$  é fator determinante no consumo de ácido. O  $\text{CaO}$  proveniente do carbonato de cálcio e as impurezas orgânicas, quando não removidos através de calcinação, podem provocar formação de espuma, diminuindo a capacidade dos reatores. O fluor, embora quando presente em pequena quantidade (relação  $\text{F} : \text{P}_2\text{O}_5$  de aproximadamente 0,12), ocasiona problemas de corrosão e formação de gel. Os compostos de ferro e alumínio, normalmente formam gel no produto ácido e possíveis efeitos adversos na filtração. A reatividade das rochas fosfáticas determina a granulometria adequada para se obter dissolução num tempo de reação razoável. N. Robinson<sup>(7)</sup>, indica um teste comparativo de reatividade e resistência à inibição, utilizado pela Fisons Limited, U.K.

### b) Excesso de Ácido Sulfúrico

A quantidade de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  no sistema, é um

dos parâmetros que controla o tamanho e a forma dos cristais de  $\text{CaSO}_4$ , formados na reação. Acima de um certo limite pode causar a cristalização da gipsita na superfície das partículas da rocha, bloqueando a reação.

#### c) Temperatura

Baixas temperaturas aumentam a viscosidade da polpa e prejudicam o crescimento dos cristais. Altas temperaturas eliminam essas inconveniências, mas por outro lado, provocam a formação do semi-hidratado, aumentando a corrosão e a solubilidade das impurezas, que mais tarde precipitam, dando formação a uma substância gelatinosa.

#### d) Densidade da Mistura

A polpa deverá ser extremamente uniforme e a sua densidade variar de 25 a 40%, dependendo das condições de operação. O controle da densidade poderá ser feito pela reciclagem do ácido diluído (18 a 20%  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), proveniente da lavagem do resíduo.

#### e) Eficiência do Processo

A recuperação incompleta do fosfato po-

de ser atribuída a uma ou mais das seguintes causas:

- dissolução incompleta da rocha
- lavagem incompleta do resíduo (cake)
- substituição de íons de fosfato na re  
de cristalina da gipsita
- perdas mecânicas (gás, derramamento  
de líquido, etc.)

#### 1.6 - Estudos Preliminares

Com a rocha fosfática de Patos de Minas, da Luz e Lins<sup>(2)</sup> fizeram um estudo preliminar de acidulação, utilizando concentrado fosfático obtido por flotação com teores de 27,6% de  $P_2O_5$  e 8,7% ( $Al_2O_3 + Fe_2O_3$ ). Esse estudo consistiu de uma acidulação com ácido sulfúrico e com condições de formação do sulfato de cálcio na forma de di-hidratada, sendo obtido um ácido fosfórico com 24,5% de  $P_2O_5$  e uma eficiência de extração de 95%.

2 - BENEFICIAMENTO FÍSICO

## 2 - BENEFICIAMENTO FÍSICO

### 2.1 - Material e Métodos

#### 2.1.1 - Descrição das Amostras

As três amostras utilizadas nos testes de flotação, recebidas de Patos de Minas, foram britadas a 1/4". As amostras pesando, respectivamente, 12, 11 e 21 kg, foram, separadamente, britadas a 10 malhas, homogeneizadas em pilha triangular, quarteadas em amostras de 1 kg, ensacadas e guardadas para os testes a serem executados.

A Tabela I, abaixo, apresenta a composição química das amostras analisadas.

TABELA I - Composição química das amostras estudadas

AMOSTRA	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	TiO <sub>2</sub>	P. F.
A	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	0,96	0,5	-
B	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-	-	-
C	18,9	11,8	3,6	35,5	24,4	-	-	4,3

A análise espectrográfica semiquantitativa, para 30 elementos, da amostra C, acusou a presença de 0,3% de Sr.

Como a amostra C não difere, de modo acentuado, das amostras A e B, pois se trata de material homogêneo, ela foi utilizada nos estudos de caracterização mineralógica. A amostra foi moída a 10 malhas e lavada manualmente, com um corte na peneira de 200 malhas, objetivando a eliminação dos minerais argilosos superficiais. A composição granulométrica e os teores em  $P_2O_5$  das frações, estão expostos na Tabela II.

TABELA II - Análise granulométrica e distribuição do  $P_2O_5$ , após moagem a 10 malhas e lavagem da fração + 200 malhas

PRODUTO	P E S O		$P_2O_5$ %	DISTRIBUIÇÃO DO $P_2O_5$	
	%	ACUM.		%	ACUM.
+ 20	32,33	32,33	21,40	36,97	36,97
20/ 35	7,77	40,10	24,40	10,13	47,10
35/ 65	7,47	47,57	26,71	10,66	57,76
65/150	9,72	57,29	27,72	14,39	72,15
150/200	4,65	61,94	26,17	6,50	78,65
-200	38,06	100,00	10,50	21,35	100,00
TOTAL	-	-	18,72	-	-

Observa-se que com a operação de deslamagem poder-se-ia elevar o teor em  $P_2O_5$  de 18,9% para 23,77%, com uma recuperação em torno de 78%.

Como o material obtido nas frações granulométricas mencionadas na Tabela II, continha ainda, minerais na fração argila, foi preparada uma segunda amostra (Figura 1) para exame microscópico, separação em líquidos densos e análise por difratometria de Raios X. Para esta preparação foi utilizado material da amostra C, que foi submetido a uma pré-lavagem, com corte a 400 malhas, moagem a 35 malhas da fração + 400 malhas, deslamagem com corte a 400 malhas, sendo finalmente a fração + 400 malhas, atritada em agitador mecânico, com alta percentagem em sólidos (68%), e novamente deslamada com corte a 400 malhas. O produto resultante da fração foi quarteado e separado em frações para análise química e granulométrica. Na Tabela III, estão os resultados das análises químicas.

TABELA III - Análise de  $P_2O_5$  nos produtos da deslamagem

PRODUTO	GRANULOMETRIA	PESO %	$P_2O_5$ %	DISTRIBUIÇÃO % $P_2O_5$
LAMA 1	- 400 M	27,68	8,7	13,46
LAMA 2	- 400 M	18,24	13,7	13,97
LAMA 3	- 400 M	8,58	10,3	4,93
CONCENTRADO	35/400 M	45,40	26,6	67,64



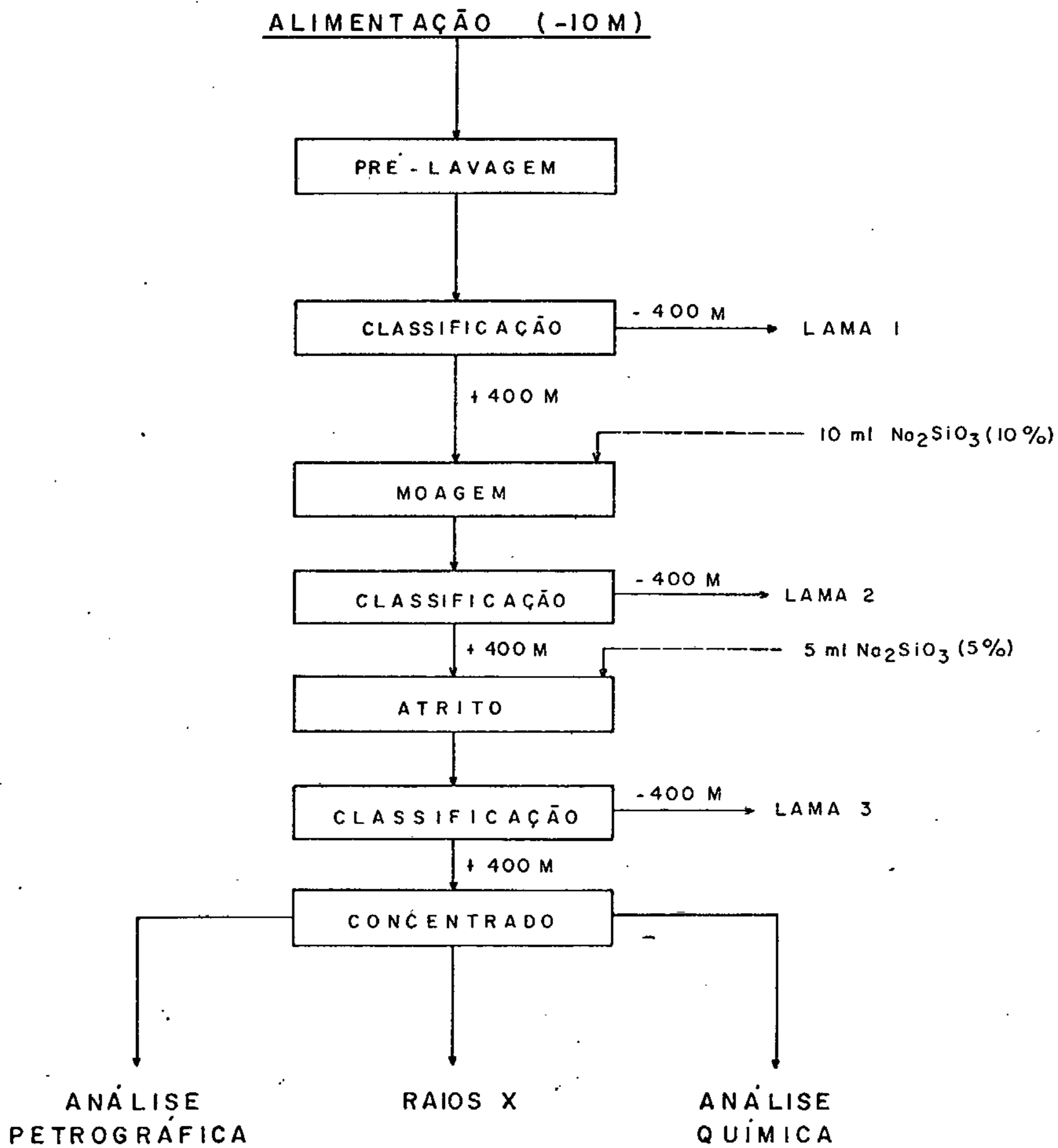


Fig. 1 - Fluxograma das operações de preparação da amostra para caracterização mineralógica.

A análise granulométrica do concentrado, é apresentada na Tabela IV.

TABELA IV - Análise granulométrica da amostra C, após moagem a 35 malhas e lavagem exaustiva da fração + 400 malhas

MALHA	% RETIDA	% RETIDA ACUMULADA
+ 35	2,96	2,96
35/ 48	6,72	9,68
48/ 65	11,83	21,51
65/100	19,63	41,14
100/150	22,04	63,18
150/200	15,32	78,50
200/270	5,64	84,14
270/400	13,44	97,58
-400	2,42	100,00

As frações foram examinadas por microscopia ótica e verificada a liberação dos minerais em 35 malhas (86%).

A fração 100/150, foi submetida a separação em meio denso ( $d = 2,5$  e  $d = 2,8$ ), sendo a seguir os produtos obtidos examinados por microscopia ótica e difra-

ção de Raios X. Os resultados estão expostos na Tabela V.

Devido a natureza do material, muito fino e se apresentando em sua maior parte sob a fração argila, a caracterização mineralógica da rocha fosfática, utilizando processos óticos, apresentou dificuldades. Deve ser ressaltado ainda que, o principal mineral de fosfato, a colofana, ocorre no estado amorfo, o que impossibilitou sua caracterização, utilizando apenas meios óticos, recorrendo-se então aos resultados de análises químicas e estudos paragenéticos para sua melhor determinação.

Entretanto, foram assinalados alguns minerais cristalizados, representados por grãos de quartzo e por outro mineral incolor, com baixo índice de refração e fracas cores de interferência, que se supõe seja wavelita.

Numa quantidade ínfima, foram observados grãos de minerais opacos (óxidos de ferro), disseminados entre os demais constituintes.

Apesar dos resultados de Raios X confirmarem apenas a presença de apatita (englobando todos os outros minerais de fosfato da amostra) e quartzo, foram assinalados pelos estudos mineralógicos em lâmina delgada, grande quantidade de colofana, não detectável no Raios X, por ser substância amorfa e, em menor proporção o quartzo e um outro mineral de fosfato, provavelmente a wavelita.

TABELA V - Separação em meio denso ( $d = 2,5$  e  $d = 2,8$ ) da fração 100/150 malhas

DENSIDADE DO MINERAL	PESO %	M I N E R A I S	
		MICROSCOPIA ÓTICA	DIFRAÇÃO DE RAIOS X
< 2,5	0,5	Quartzo: 80% - Wavelita: 20%	Quartzo (e)*, Apatita (a)**
2,5 - 2,8	4,5	Colofana: 50% - Quartzo: 50%	Quartzo (e) , Apatita (a)
> 2,8	95,0	Colofana: 99%	Apatita (e) , Quartzo (a)

\* (e) - essencial

\*\* (a) - acessório

## 2.1.2 - Equipamento e Técnicas Experimentais

A preparação do material para os testes de flotação, foi realizada obedecendo sempre as mesmas operações (Figura 2).

Inicialmente, 1 kg de rocha fosfática (100% abaixo de 1/4") era peneirado a 35 malhas. A fração entre 35 malhas e 1/4" era submetida a moagem, a 58% de sólidos, em moinho de barras com uma carga de 7 barras, durante 3 minutos, a uma velocidade de 87 rpm. O produto da moagem, juntamente com a fração abaixo de 35 malhas era condicionado com silicato de sódio, durante 4 minutos, com o objetivo de dispersar e deprimir a ganga silicatada, e deslamado em hidrociclone de laboratório (pressão de 10 a 12 lb/pol<sup>2</sup>), com um corte a 400 malhas.

Os ensaios de flotação, realizados numa célula Fagergreen, obedeceram ao seguinte roteiro:

a) condicionamento por 3 minutos do produto da deslamagem (35 a 400 M), com querosene, "fuel oil", ácido oleico ("tall oil" e FA-1) e NaOH para regular pH em 10,

b) flotação durante 4 minutos com rotação de aproximadamente 900 rpm, e

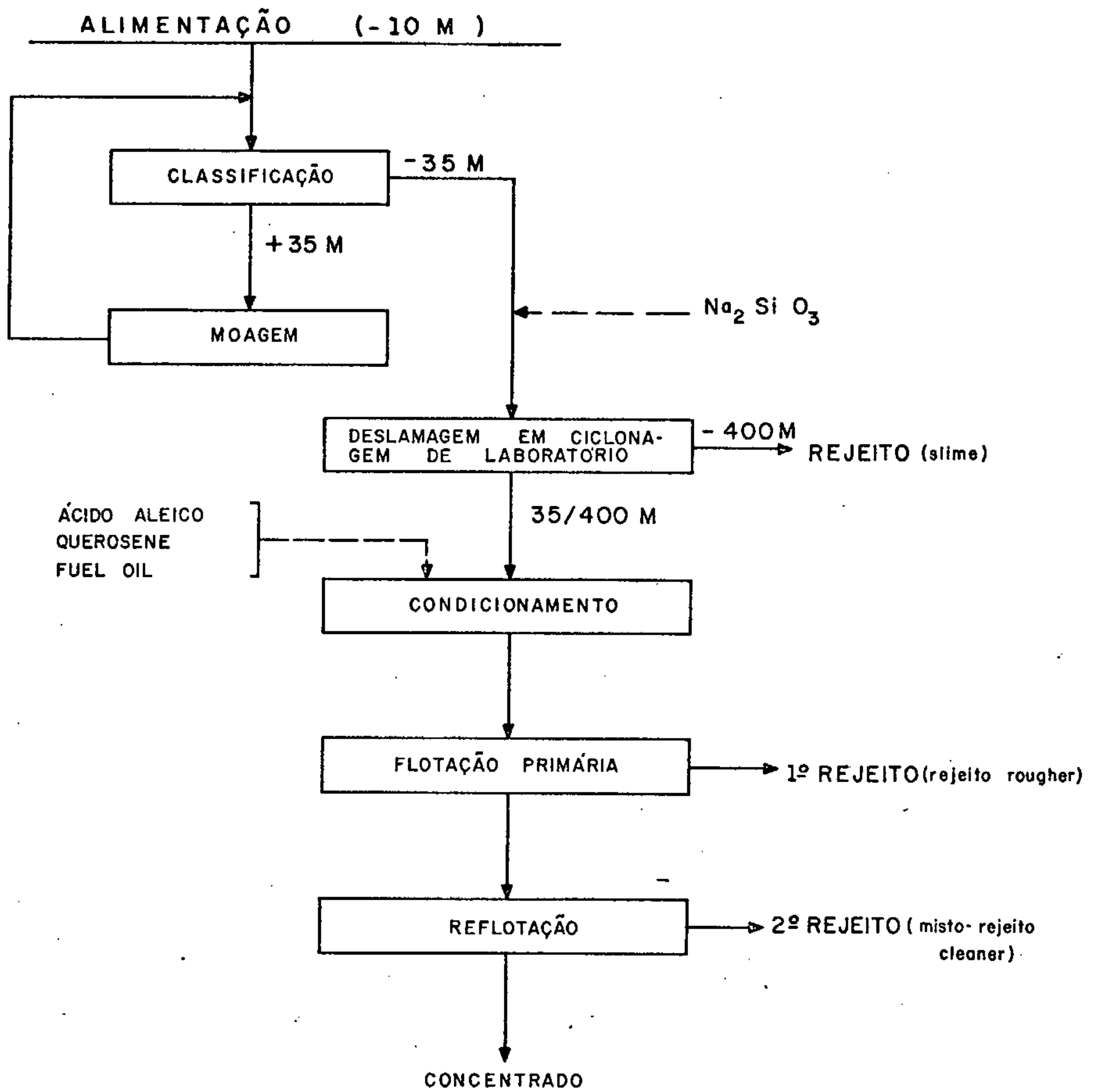


Fig. 2 - Fluxograma das operações de beneficiamento físico do fosfato de Patos de Minas.

c) reflotação (cleaner) com adição de 1/3 das quantidades de reagentes utilizados na flotação primária, sendo que os tempos de condicionamento e flotação, e pH mantiveram-se constantes.

Foram realizadas séries de testes com os reagentes "tall oil" e FA-1 da Arizona Chemical Company, para escolher o mais indicado e determinar sua faixa de utilização, e uma série em que foi aumentada a quantidade de silicato de sódio e variada a de "tall oil".

## 2.2 - Resultados Obtidos e Discussão

As Tabelas VI, VII e VIII, a seguir, apresentam de modo sucinto, os resultados obtidos para os concentrados. Os resultados detalhados dos testes de flotação, são encontrados no Anexo I.

TABELA VI - Resultados dos testes com "Tall Oil"

TESTE Nº	"TALL OIL" (kg/t)	CONCENTRADO			DISTRIBUIÇÃO (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) %
		% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
1	0,58	31,2	3,1	1,7	47,66
2	0,93	30,9	2,7	1,6	49,82
3	1,28	28,8	2,7	1,8	52,17
4	1,63	28,9	3,0	1,7	59,70
5	1,98	28,0	3,2	2,0	72,92
6	2,33	28,0	2,3	3,0	69,84

Alimentação (AMOSTRA A): 16,7% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 10,0% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 4,1% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 36,9% SiO<sub>2</sub> e  
20,0% CaO

Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (10%): 11 ml



TABELA VII - Resultados dos testes com "FA-1"

TESTE Nº	"TALL OIL" (kg/t)	CONCENTRADO			DISTRIBUIÇÃO (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) %
		% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
1	0,5	28,9	x	x	32,15
2	0,6	30,2	3,2	1,5	34,18
3	0,8	29,3	3,4	1,7	43,77
4	0,9	28,9	3,4	1,8	49,09
5	1,2	28,9	3,5	1,9	55,10
6	1,5	28,2	3,4	1,9	57,28

Alimentação (AMOSTRA B): 16,0% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 9,8% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 4,1% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 37,5% SiO<sub>2</sub> e  
20,9% CaO

Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (10%): 11 ml

TABELA VIII - Resultados dos testes com "Tall Oil" e maior quantidade de silicato de sódio

TESTE Nº	"TALL OIL" (kg/t)	CONCENTRADO			DISTRIBUIÇÃO (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) %
		% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
1	0,65	31,4	2,8	1,6	38,08
2	0,90	31,4	2,8	1,8	45,10
3	0,80	31,7	3,1	1,8	41,23

Alimentação (AMOSTRA B): 16,0% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 9,8% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 4,1% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 37,5% SiO<sub>2</sub> e  
20,9% CaO

Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (10%): 20 ml

Condições fixadas nos testes:

- Granulometria do material: abaixo de 35 malhas
- Deslamagem: em hidrociclone com corte a 400 malhas
- pH da polpa de flotação: 10,0 (controlado por adição de NaOH)
- Tempo de condicionamento: 3 minutos
- Tempo de flotação: 4 minutos
- Percentagem em sólidos: aproximadamente 20%

Dos resultados dos testes com "Tall Oil" observa-se que com o aumento da quantidade do reagente, o teor do concentrado diminui, mas por outro lado, há uma sensível melhora na recuperação. É provável que com o aumento do número de etapas de limpeza do concentrado (flotação "cleaner"), sejam obtidos melhores resultados, tanto no teor de  $P_2O_5$ , como na recuperação.

Os resultados obtidos com o reagente FA-1 (Arizona Chemical Company), foram inferiores àqueles apresentados nos testes com "Tall Oil". No 2º teste (0,6 kg/t de FA-1), foi obtido o teor de  $P_2O_5$  mais elevado da série (30,2%), mas com uma recuperação baixa (34,18%). Os demais testes produziram concentrados com teores inferiores a 29,5% com recuperação máxima de 57,28%.

Comparando os resultados dos testes com "Tall Oil", onde foram usados 11 ml de silicato de sódio à 10%, com aqueles nos quais se utilizou 20 ml, observa-se que, nestes, houve um acréscimo quanto ao teor em  $P_2O_5$  dos concentrados. No que se refere à recuperação, os resultados iniciais foram melhores, tendo sido obtida uma recuperação de 73%, enquanto que nos testes com 20 ml de silicato de sódio, a melhor recuperação foi de 45%. Quanto aos teores em  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$ , não foi observada variação significativa.

### 2.3 - Conclusões

a) Com a utilização de "Tall Oil", "Fuel Oil" e Querosene, nas quantidades fixadas para o 1º teste (Tabela VI), é possível a obtenção de concentrados com teores de  $P_2O_5$  dentro da faixa utilizável para produção de ácido fosfórico por via úmida e, com a soma dos teores de  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$  ultrapassando ligeiramente o valor máximo normalmente utilizado no processo.

b) A baixa distribuição de  $P_2O_5$  no concentrado (1º teste, Tabela VI), significa aparentemente uma baixa recuperação, entretanto a recuperação efetiva só poderá ser quantificada mediante a utilização de circuito contínuo, onde se tem recirculação dos produtos intermediários. Porém, a existência de uma quantidade razoável de  $P_2O_5$ , na fração argila, limita a recuperação deste por flotação. No

teste em questão, se forem consideradas em separado, as operações de deslamagem e flotação, observa-se que a recuperação desta se elevaria para cerca de 61%.

c) O aumento na quantidade de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (Tabela VIII), não apresentou resultados satisfatórios, uma vez que a elevação observada no teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$  foi muito pequena, em relação ao decréscimo na recuperação.

3 - TESTES DE ACIDULAÇÃO

### 3 - TESTES DE ACIDULAÇÃO

#### 3.1 - Material e Métodos

##### 3.1.1 - Procedência e Análise do Concentrado

O concentrado utilizado nos testes foi processado e fornecido pela firma PAA-EIM, a partir do minério de Patos de Minas. O concentrado, totalizando 5 kg, foi homogeneizado, quarteado em amostras de 100 e 200 gramas. A Tabela IX abaixo, apresenta a composição química da amostra recebida para ensaios.

TABELA IX - Composição química do concentrado

COMPOSTO	TEOR (%)
$P_2O_5$	31,1
CaO	39,5
$SiO_2$	13,9
$Fe_2O_3$	1,6
$Al_2O_3$	2,2

A Tabela X, que se segue, apresenta a distribuição granulométrica da amostra.

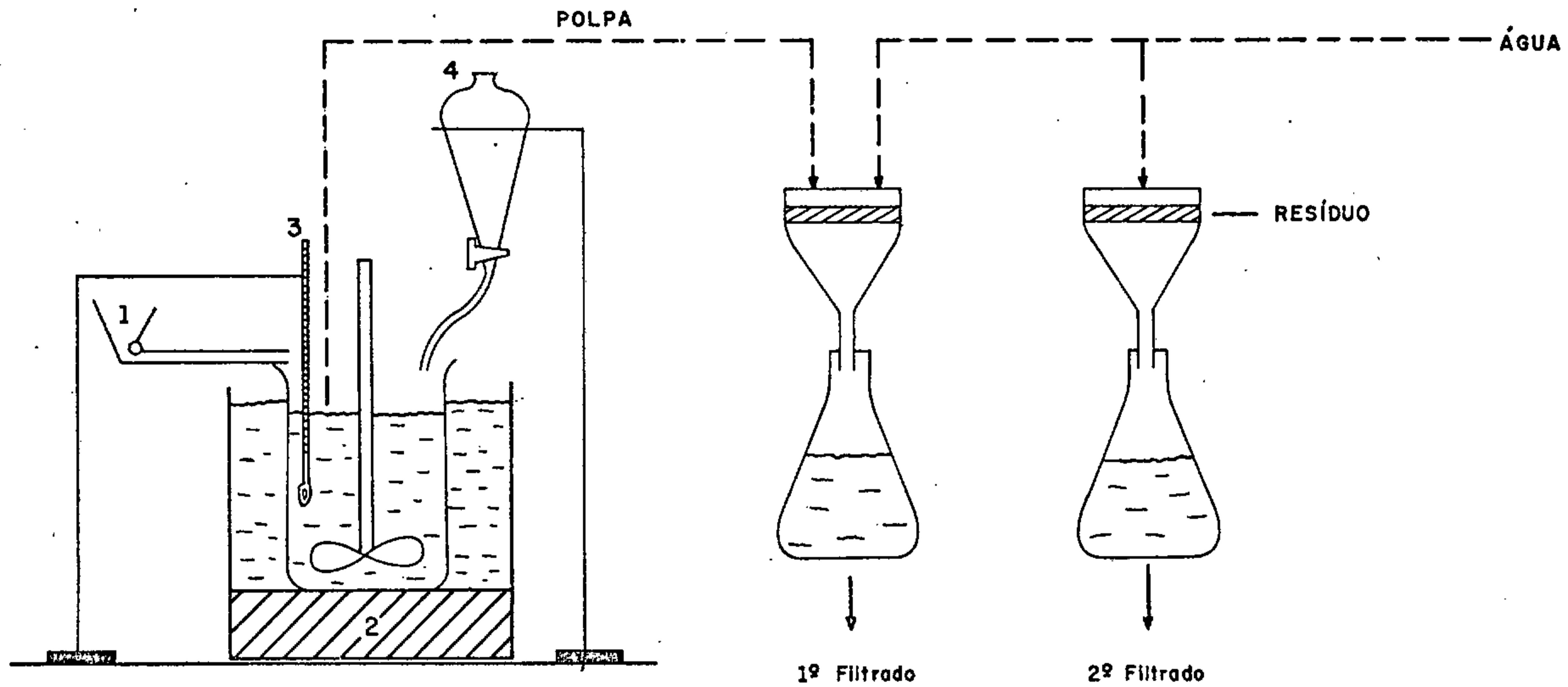
TABELA X - Análise granulométrica do concentrado

FRAÇÃO (MALHAS)	PERCENTAGEM RETIDA	PERCENTAGEM ACUMULADA
+ 65	0,10	0,10
65/100	2,45	2,55
100/150	11,88	14,43
150/200	23,75	38,18
200/270	12,84	51,02
270/325	8,99	60,01
-325	39,99	100,00

### 3.1.2 - Aparelhagem e Técnicas Experimentais

As experiências, à exceção do teste de reatividade e grau de inibição, foram realizadas em um reator, com agitação mecânica constante da polpa, fluxo contínuo das soluções de ácido sulfúrico e ácido fosfórico e alimentação contínua de concentrado fosfático, através de calha vibratória (Figura 3). As quantidades dos componentes da polpa foram estequiometricamente calculadas para obten-



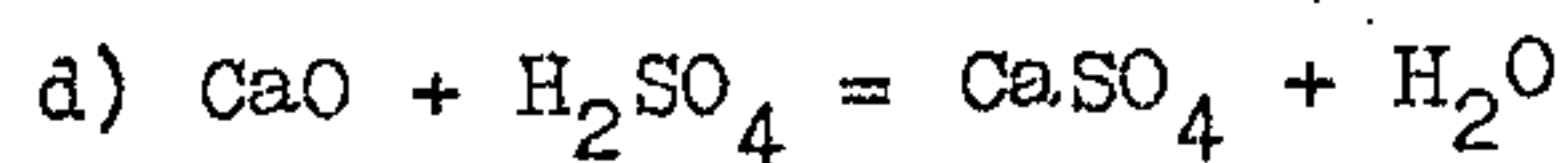
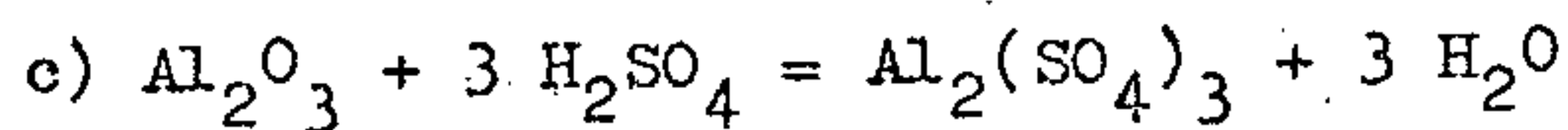
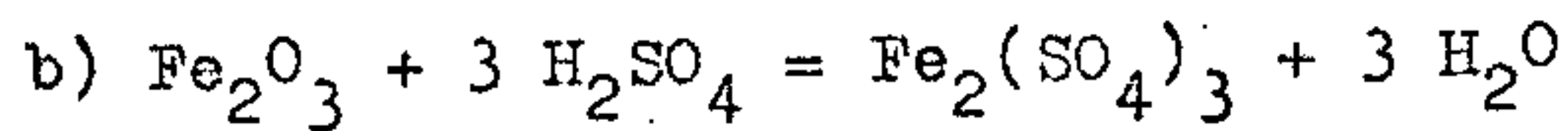
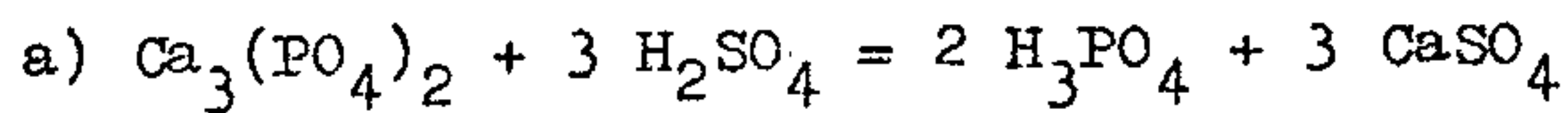


- 1- CALHA VIBRATÓRIA (Alimentação do Concentrado)
- 2- BANHO TERMOSTÁTICO
- 3- TERMÔMETRO
- 4- FUNIL DE SEPARAÇÃO (Alimentação da Solução Ácida)

Fig. 3 - Esquema da aparelhagem utilizada

ção de ácido fosfórico a 30% de  $P_2O_5$ , admitindo a solubilização completa dos minerais fosfáticos.

Os cálculos estequiométricos foram baseados nas reações:



A obtenção do ácido fosfórico foi feita em duas etapas:

1ª) Reação da solução ácida ( $H_2SO_4$  e  $H_3PO_4$ ) com o concentrado fosfático formando ácido fosfórico e sulfato de cálcio.

2ª) Filtração para separar o ácido fosfórico dos resíduos sólidos (1ª filtrado) e, lavagem dos resíduos para remoção do ácido fosfórico residual (2ª filtrado).

Foram estudados os seguintes parâmetros:

- a) Excesso de ácido sulfúrico;
- b) Tempo de reação;
- c) Temperatura; e,
- d) Granulometria do concentrado.

Em todos os testes de acidulação, a velocidade de agitação permaneceu constante.

### 3.2 - Testes de Acidulação

O estudo foi programado e executado, visando à investigação dos parâmetros mais influentes no processo, com a utilização do menor número de testes possível. Foram calculados, com base nos resultados das análises químicas dos produtos obtidos, a eficiência de extração e o consumo de ácido sulfúrico que, juntamente com a concentração do ácido produto (1º filtrado) e da velocidade de filtração, são os dados técnico-econômicos mais importantes do processo.

#### 3.2.1 - Apresentação e Discussão dos Resultados Obtidos

Os resultados obtidos nos testes de acidulação, bem como os parâmetros estudados e as condições fi

xadas para cada teste, estão sintetizadas na Tabela XI.

Com base nestes resultados, observa-se que:

1º) Geralmente, concentrações elevadas, tanto no ácido produto (1º filtrado), como no ácido de retorno (2º filtrado), estão associadas a uma baixa extração e elevado consumo de ácido, o que poderia indicar uma lavagem pouco eficiente da torta de filtração;

2º) A perda de água por evaporação, cujo controle através de adições periódicas se torna muito difícil (principalmente no caso de testes de bancada, onde não existe recirculação), é responsável pelas variações observadas nas concentrações dos ácidos produto.

3º) Nos testes realizados nas temperaturas de 65°C e 70°C, onde a perda por evaporação foi menor, foram obtidos ácidos produto entre 29 e 32%, com extração da ordem de 90%.

Devido ao elevado consumo de ácido e baixa extração observados nos ensaios, foi testada a possibilidade de aumentar a extração através de lavagem mais eficiente da torta de filtração. Esta, foi levada exaustivamente, obtendo-se três filtrados.

TABELA XI - Resultados dos Testes de Acidulação

TESTE Nº	PARÂMETRO INVESTIGADO	VALOR	CONDIÇÕES FIXADAS	ÁCIDO 1º FILTRADO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	ÁCIDO 2º FILTRADO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE (%)	EXTRAÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	CONSUMO DE ÁCIDO SULFÚRICO t H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> / t P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> <sup>(1)</sup>
1	Excesso de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2%	T= 70°C t= 4h g= -100 M	31,5	-	8,7	90,0	2,86
2	Excesso de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4%	T= 70°C t= 4h g= -100 M	34,3	22,5	11,7	70,0	3,77
3	Excesso de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	6%	T= 70°C t= 4h g= -100 M	37,5	27,2	5,7	34,3	7,78
4	Tempo de Reação	3h	T= 70°C E.A.= 6% g= -100 M	27,0	21,2	-	58,8 <sup>(2)</sup>	-
5	Tempo de Reação	5h	T= 70°C E.A.= 6% g= -100 M	32,2	25,5	5,8	10,6 <sup>(2)</sup>	-
6	Temperatura	60°C	E.A.= 6% , t= 4h g= -100 M	27,4	21,3	4,3	80,0	3,34
7	Temperatura	65°C	E.A.= 6% t= 4h g= -100 M	29,1	17,7	5,0	89,6	2,98
8	Temperatura	75°C	E.A.= 6% t= 4h g= -100 M	34,1	26,3	5,5	77,0	3,47
9	Temperatura	80°C	E.A.= 6% t= 4h g= -100 M	29,7	24,0	4,6	68,04	3,92
10	Granulometria	-150 M	T= 70°C t= 4h E.A.= 6%	33,6	23,7	3,0	83,3	3,21

(Continuação da TABELA 11)

TESTE Nº	PARÂMETRO INVESTIGADO	VALOR	CONDIÇÕES FIXADAS	ÁCIDO 1º FILTRADO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	ÁCIDO 2º FILTRADO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE (%)	EXTRAÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	CONSUMO DE ÁCIDO SULFÚRICO t H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> / t P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (1)
11	Excesso de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4%	T= 70°C t= 4h g= -100 M	34,4	19,1	3,5	80,3	3,29
12	Excesso de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	6%	T= 70°C t= 4h g= -100 M	31,7	18,5	5,5	72,3	3,69
13	Otimização		T= 74°C t= 3:15h g= -100 M E.A.= 4%	32,0	22,6	3,9	81,1	3,26

(1) O consumo de ácido foi calculado, levando em consideração a quantidade de ácido sulfúrico alimentada e a quantidade de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> extraída na reação.

(2) Valor estimado.

LEGENDA: T - temperatura  
t - tempo

g - granulometria  
E.A. - excesso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Os resultados do teste estão expostos na Tabela XII, abaixo.

TABELA XII - Resultados do teste com lavagem exaustiva da torta de filtração

ÁCIDO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )			EXTRAÇÃO % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CONSUMO* DE H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	VELOCIDADE DE** FILTRAÇÃO
1ºF	2ºF	3ºF			
32,8	4,9	0,03	93	2,78	181,2

Condições: temperatura: 70°C

excesso de ácido sulfúrico: 2%

tempo de reação: 4 horas

granulometria: 98% abaixo de 100 malhas

\* O consumo de ácido foi calculado, levando em consideração a quantidade de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100%) alimentada e a quantidade de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> extraída na reação (t H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100%)/t P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> extraído).

\*\* A velocidade de filtração é expressa em kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/m<sup>2</sup>/h.

### 3.2.2 - Conclusões

Observando-se os resultados obtidos, po  
de ser concluído que:

1º) É possível obter, com o minério de Patos de Minas, ácido fosfórico dentro das concentrações normalmente obtidas na indústria (28 - 32%  $P_2O_5$ ) e com extrações que se enquadram nos padrões industriais; e,

2º) O consumo de ácido para o concentrado de Patos de Minas, é comparável ao do minério da Flórida, que lhe é semelhante. Deve ser observado ainda que, no cálculo do consumo de ácido não foi computado o ácido livre contido no 2º filtrado e que, num processo contínuo, seria recirculado, obtendo-se um consumo menor do que aquele ora obtido.

A Tabela XIII apresenta valores de extração e consumo de ácido para concentrados de diversas pro  
cedências.





TABELA XIII - Extração e consumo de ácido para concentrados de várias procedências

PROCEDÊNCIA	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	EXTRAÇÃO % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CONSUMO DE H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> *
Flórida	35,6	2,6	96	2,8
Western	26,7	4,5	92	-
Tennessee	20,4	6,9	95	-
Patos de Minas	31,1	3,8	93	2,78**
Jacupiranga	36,0	-	-	2,0 ***

\* O consumo de ácido é expresso em t H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100%)/t P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (extraído)

\*\* Único valor não obtido em escala industrial

\*\*\* Calculado supondo uma eficiência de 100% logo, o valor real é superior ao citado

### 3.3 - Teste de Reatividade

O teste comparativo de reatividade e grau de inibição (baseado no método descrito por N. Robinson, da Fisons Limited, UK), foi realizado com os concentrados fosfáticos de minérios de Patos de Minas e Jacupiranga. Consistiu na reação de duas amostras de concentrado de cada procedência, em granulometria entre 200 e 270 malhas, com solu-

ções a 30% de ácido sulfúrico e ácido fosfórico (ambas em grande excesso), sendo mantidas as mesmas condições de temperatura, agitação e tempo de reação.

A percentagem de dissolução do concentrado pela solução ácida é chamada "Índice de Reatividade". A comparação entre os índices, para concentrados de diversas procedências, permite avaliar qual o mais resistente à inibição.

### 3.3.1 - Resultados Obtidos e Discussão

Os resultados do teste de reatividade estão expostos na Tabela XIV.

TABELA XIV - Resultado do teste de reatividade

PROCEDÊNCIA DO CONCENTRADO	ÍNDICE DE REATIVIDADE	
	30% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Patos de Minas	21,2	48,2
Jacupiranga	43,3	65,6

O índice obtido em 30% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dá uma comparação da reatividade da rocha. Quanto mais alto o índice,



maior é a velocidade de reação, logo conclui-se ser o concentrado de Jacupiranga mais reativo do que o de Patos de Minas.

Como o índice obtido em 30%  $H_2SO_4$  é influenciado tanto pela reatividade como pela resistência à inibição da rocha, quanto maior for a diferença entre o índice em 30%  $H_3PO_4$  e aquele em 30%  $H_2SO_4$  para uma mesma rocha, maior é sua resistência à inibição. Desta forma, o concentrado de Patos de Minas (diferença = 27,0) é mais resistente à inibição do que o concentrado de Jacupiranga (diferença = 22,3).

#### 3.4 - Teste Comparativo de Crescimento de Cristais

O teste foi realizado com a finalidade de observar o "habitus" em que se apresentariam os cristais de sulfato de cálcio formados durante o processo de acidulação e, a influência da utilização de um ácido fosfórico impuro, isto é, contendo "sementes" de gipsita, no tamanho, forma e velocidade de crescimento dos cristais. Consistiu na reação, com as mesmas condições de agitação, temperatura, excesso de ácido, granulometria e tempo de reação, de duas quantidades iguais de concentrado fosfático, sendo em uma das reações utilizado ácido fosfórico impuro na composição da solução ácida e na outra, ácido fosfórico pró-análise.



Foram confeccionadas lâminas para microscopia, durante o decorrer do processo e, algumas regiões selecionadas e fotomicrografadas.

As fotomicrografias são encontradas no Anexo II.

#### 3.4.1 - Resultados Obtidos e Conclusões

Com os resultados apresentados pelo teste expostos na Tabela XV, que se segue, e nas fotomicrografias (Anexo II), pode ser observado que, os cristais formados nos dois reatores não diferiam, nem na forma, nem no tamanho, apresentando normalmente formas romboédricas e cristais geminados. No final do teste, após 5 horas e 25 minutos de reação, os cristais em ambos os reatores se apresentavam mais ou menos homogêneos, destacando-se alguns cristais maiores geminados.

Como o fator principal interveniente na velocidade de filtração é a espessura dos cristais, esta foi estimada nos cristais formados no teste, através de observação sob luz polarizada de suas cores de interferência e com base na Carta de Michel-Levy, tendo os cristais se enquadrado em espessuras que variam de 0,02 - 0,03 mm.

É possível que diferenças significati-

TABELA XV - Resultados do teste de crescimento de cristais

LÂMINAS	(1) TEMPO DE REAÇÃO	OBSERVAÇÕES MICROSCÓPICAS	
		REATOR A (2)	REATOR B (3)
1	00:15	Início de formação dos cristais aciculares de gipsita - presença de material não cristalizado. Foto 1, sem nicol 31 x	Formação de cristais prismáticos de gipsita, geminados, assinalando-se ainda finos cristais aciculares. Foto 2, com nicol 125 x
2	00:45	Formação total de cristais prismáticos e geminados de gipsita. Foto 3, com nicol 125 x	Idem lâmina A-2. Foto 4, com nicol 125 x
3	01:15	Verifica-se nesta fase um início de maior crescimento nos cristais prismáticos de gipsita. Foto 5, com nicol 125 x	Presença de típicas e desenvolvidas geminações de gipsita, resultantes da concentração de sulfatos. Foto 6, com nicol 125 x
4	01:45	Individualização dos prismas desenvolvidos de gipsita disseminados na trama formada por cristais menores. Foto 7, com nicol 125 x	Cristais geminados de gipsita (com a típica geminação "rabo-de-andorinha"). Foto 8, com nicol 125 x
5	02:15	Individualização dos prismas geminados de gipsita. Foto 9, com nicol 125 x	Cristais geminados e com tendência a formar "estrelas" e prismas alongados de gipsita. Foto 10, com nicol 125 x
6	03:25	Mistura de cristais prismáticos desenvolvidos (às vezes geminados) e finas agulhas de gipsita. Foto 11, com nicol 125 x	Presença de um cristal desenvolvido de gipsita (geminado), envolvido por cristais menores alongados. Foto 12, com nicol 125 x
7	04:00	Grande cristal de gipsita com geminação do tipo "cauda-de-andorinha", indicando baixa concentração de sulfato. Foto 13, com nicol 125 x	Cristais geminados (geminação "rabo-de-andorinha") e prismas romboédricos de gipsita. Foto 14, com nicol 125 x
8	05:25	Cristais de gipsita em tamanhos mais ou menos homogêneos, destacando-se alguns maiores e geminados. Foto 15, com nicol 125 x	Cristais de gipsita prismáticos e de tamanhos quase homogêneos, mostrando-se um cristal geminado típico. Foto 16, com nicol 125 x

(1) O tempo de reação, em horas, foi computado a partir do término da adição dos reagentes.

(2) O reator A continha ácido fosfórico impuro.

(3) O reator B continha ácido fosfórico pró-análise.



CPRM

45

vas sejam observadas com utilização de recirculação da polpa (no caso de processo contínuo), onde a relação de recirculação é alta, da ordem de 15 a 20:1. Esta polpa recirculada conterá, obviamente, um número muito maior de cristais de sulfato de cálcio, que poderão dar origem a cristais maiores e com formas que facilitem a filtração.

#### 4 - CONSIDERAÇÕES FINAIS



#### 4 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

Como já foi concluído, o minério de Patos de Minas poderia ser utilizado na produção de ácido fosfórico por via úmida, uma vez que em escala de bancada foram obtidos valores de concentração do ácido, eficiência de extração, consumo de ácido sulfúrico e velocidade de filtração, dentro da faixa de valores obtidos nas plantas industriais.

Porém, as limitações do estudo em escala de bancada, principalmente no que se refere ao controle do processo, isto é, recirculação de solução ácida e da polpa, quantidade de íons sulfato na fase líquida da polpa, aliadas aos resultados obtidos nos testes, indicam a validade de um aprofundamento do estudo em escala piloto.

Sobre o aspecto do controle em uma planta industrial para fabricação de ácido fosfórico, Richard Hope<sup>(33)</sup>, mencionou em seu artigo sobre a Indústria de Fosfato da Flórida: "Apesar dos méritos relativos dos projetos de plantas para utilização do processo a úmido de fabricação do ácido, controles estreitos sobre o processamento são necessários em todos os sistemas. Os controles principais são o controlador da alimentação de concentrado fosfático, controlador-registrador do fluxo de ácido sulfúrico, controlador-registrador do fluxo total de água, medidor de fluxo da alimentação de polpa nos filtros, medidor de de fluxo



do ácido de retorno e registrador da temperatura em diversos pontos. É fundamental uma supervisão eficiente para manter as operações dentro da faixa limitada de valores para estes parâmetros".

## BIBLIOGRAFIA

1. Hignett, T.P. "Characteristics of the World Fertilizer Industry" - Phosphatic Fertilizers. Tennessee Valley Authority Report nº S-422 (Jan/1968).
2. da Luz, A.B.; Lins, F.A.F. "Acidulação de Rochas Fosfáticas para Obtenção de Ácido Fosfórico". Anais do IV Encontro Nacional de Tratamento de Minérios (Maio/1976).
3. Lewis, R.W. "Phosphorus". Mineral Facts and Problems (1970).
4. A.V. Slack. "Phosphoric Acid". Applied Research Branch. Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals, Alabama (1968).
5. Oliveira, J.F. "Ensaio de Beneficiamento do Fosfato de Patos de Minas" (Estudo Preliminar) - CPRM (1975).
6. "Anuário Mineral Brasileiro" - DNPM (1975).
7. N. Robinson "Laboratory and Pilot Assessment of Phosphate Rocks for Phosphoric Acid and Ammonium Phosphate Manufacture.
8. Peng, S.L. A Indústria Brasileira de Fertilizantes seu Presente e seu Futuro. Seminário Técnico da ANDA/ISMA, São Paulo (1975).
9. Miyamoto, M. "Practice of New Nissan Phosphoric Acid Process". Nissan Chemical Industries, Ltd. Kowa - Hitotsu

bashi Building, 7-1, 3-chome, Kanda-Nishiki-cho, Chiyo-da-ku, Tokyo, Japan.

10. Rule, A.R.; Clark, C.W.; Butler, M.O. "Flotation of Carbonate Minerals from Unaltered Phosphate Ores of the Phosphoria Formation". Bureau of Mines Report of Investigations n<sup>o</sup> 7864 (1974).
11. Aparo, S.J. "Improving Techniques Get More Out of Florida Phosphate". Mining Engineering (Maio/1970).
12. Rule, Albert R. "Removal of Magnesium Impurities from Phosphate Rock Concentrates". Bureau of Mines Report of Investigations n<sup>o</sup> 7362 (1970).
13. Davenport, J.E.; Carroll, Frank; Kieffer, G.W.; Watkins, S.C. "Beneficiation of Florida Hard-Rock Phosphate", Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals, Alabama (1969).
14. Houston, W.M.; La Venue, W.A. "Current Beneficiation Practices for Pebble Phosphate in Florida". Mining Engineering (Nov/1962).
15. Town, Joseph W. "Batch and Continuous - Circuit Beneficiation of Western Phosphate Ores". Bureau of Mines Report of Investigations n<sup>o</sup> 6930 (1967).
16. Town, Joseph W. "Effects of Certain Mineralogical Features on Phosphate Recovery". Bureau of Mines Report of Investigations n<sup>o</sup> 6749 (1966).

17. Town, Joseph W. "Petrographic and Flotation Studies on the Meade Peak, Idaho, Phosphate Samples". Bureau of Mines Report of Investigations nº 6751 (1966).
18. Stickney, W.A.; Rule, A.R. "Concentration of Western Ores" Albany Metallurgy Research Center nº 9368 (1974).
19. Rule, Albert; Stickney W.A. "Improved Processing Techniques for Phosphate Recovery". Mining Engineering (1966).
20. Mitzmager, A; Mizrahi, J.; Fischer, E. "Flotation of Calcite from Phosphate Slimes: Effect of Soluble Alkali Phosphate Salts". Israel Mining Industries Institute for Research and Development.
21. Hoffman, Itzhak; Mariacher, Burt C. "Beneficiation of Israeli Phosphate Ore". Mining Engineering (Maio/1961)
22. Lamont, William E. "Laboratory Flotation Studies of Tennessee Phosphates in the Presence of Slimes". Bureau of Mines Report of Investigations nº 7601 (1972).
23. Lins, F.A.F. "Beneficiamento de Minérios Fosfáticos" (Julho/1975).
24. Devenport, J.E.; Watkins, S.C. "Beneficiation of Florida Pebble Phosphate Slimes". Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals, Alabama (1969).
25. de Campos, A.R.; Leite, M.L.; Rocha, M.E. "Relatório Sobre Excursão a Jacupiranga" - CPRM/DITEMI.
26. Froth Flotation - Rocky Mountain Fund Series - The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum

Engineers, Inc. (1962).

27. Town, Joseph W. "Liberation and Concentration of Phosphate Minerals by Attrition Grinding and Sizing". Bureau of Mines Report of Investigations n° 6993 (1967).
28. Stickney, W.A.; Wells, R.R. "Beneficiation of Western Phosphate Ores". Bureau of Mines Report of Investigations n° 5098 (Jan/1955).
29. Waggman, Wm.H. "Phosphoric Acid, Phosphates and Phosphatic Fertilizers". Hafner Publishing Company - New York, London - (1969).
30. Caro, J.H.; Hill, W.L. "Characteristics and Fertilizers Value of Phosphate Rock from Different Fields". Agricultural and Food Chemistry. Vol. 4 - n° 8 (Ago/1956).
31. Gilbert, Richard L. "Cristallization of Gypsum in Wet Process Phosphoric Acid". I & EC Process Design and Development, Vol. 5 - n° 4 (Out/1966).
32. White, Jack C.; Fergus, A.J.; Goff, T.N. "Phosphoric Acid by Direct Sulfuric Acid Digestion of Florida Land-Pebble Matrix". Bureau of Mines Report of Investigations n° 8086 (1975).
33. Hoppe, Richard "From Matrix to Fertilizers: Florida's Phosphate Industry Girds to Produce Over 50 million tpy". E/MJ (Set/1976).

ANEXO I

RESULTADOS DOS TESTES DE BENEFICIAMENTO FÍSICO

(Tabelas e Gráficos)

A) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL"

B) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "FA-1"

C) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL" E MAIOR  
QUANTIDADE DE SILICATO DE SÓDIO

A) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL"

## RESULTADOS DOS TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL"

### CONDIÇÕES DA SÉRIE DE TESTES:

- Granulometria abaixo de 35 malhas.
- Deslamagem do material a 400 malhas ( usando ciclone).
- Adição de 11 ml de silicato de sódio (10%) antes da deslamagem.
- pH da polpa de flotação em torno de 10, usando hidróxido de sódio.
- Tempo de condicionamento: 3 minutos.
- Tempo de flotação: 4 minutos.
- Na etapa de limpeza (reflotação) foi adicionada a terça parte das quantidades iniciais de reagentes.



ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 1						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	26,90	31,2	3,1	1,7	17,0	40,0	47,66
REJ. REFLOT.	6,43	22,7	4,8	2,8	32,3	28,7	8,29
REJ. FLOT.	30,41	16,1	7,3	3,6	45,7	20,0	27,80
LAMA (deslamagem)	36,26	7,9	16,3	6,1	45,3	8,7	16,27
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	-
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	17,6	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 0,58 kg/ton  
fuel oil : 0,93 kg/ton  
querosene : 1,63 kg/ton

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 2						DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
	% Peso	%					
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	29,5	30,9	2,7	1,6	15,8	-	49,82
REJ. REFLOT.	5,3	21,0	-	-	-	-	6,08
REJ. FLOT.	22,2	15,9	-	-	-	-	19,29
LAMA (deslamagem)	43,0	10,5	-	-	-	-	24,67
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	18,3	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 0,93 kg/ton  
 fuel oil : 0,93 kg/ton  
 querosene : 1,63 kg/ton

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 3						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	38,4	28,8	2,7	1,8	20,0	-	52,17
REJ. REFLOT.	2,0	16,3	-	-	-	-	1,54
REJ. FLOT.	9,1	13,6	-	-	-	-	5,84
LAMA (deslamagem)	50,5	17,0	-	-	-	-	40,50
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	-
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	21,2	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 1,28 kg/ton

fuel oil : 0,93 kg/ton

querosene : 1,63 kg/ton

ENSAIO PRODUCTS	FLOTAÇÃO - 4						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	37,8	28,9	3,0	1,7	19,5	-	59,70
REJ. REFLOT.	2,0	15,2	-	-	-	-	1,66
REJ. FLOT.	11,2	12,7	-	-	-	-	7,78
LAMA (deslamagem)	49,0	11,6	-	-	-	-	31,00
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	-
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	-	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 1,63 kg/ton

fuel oil : 0,93 kg/ton

querosene : 1,63 kg/ton

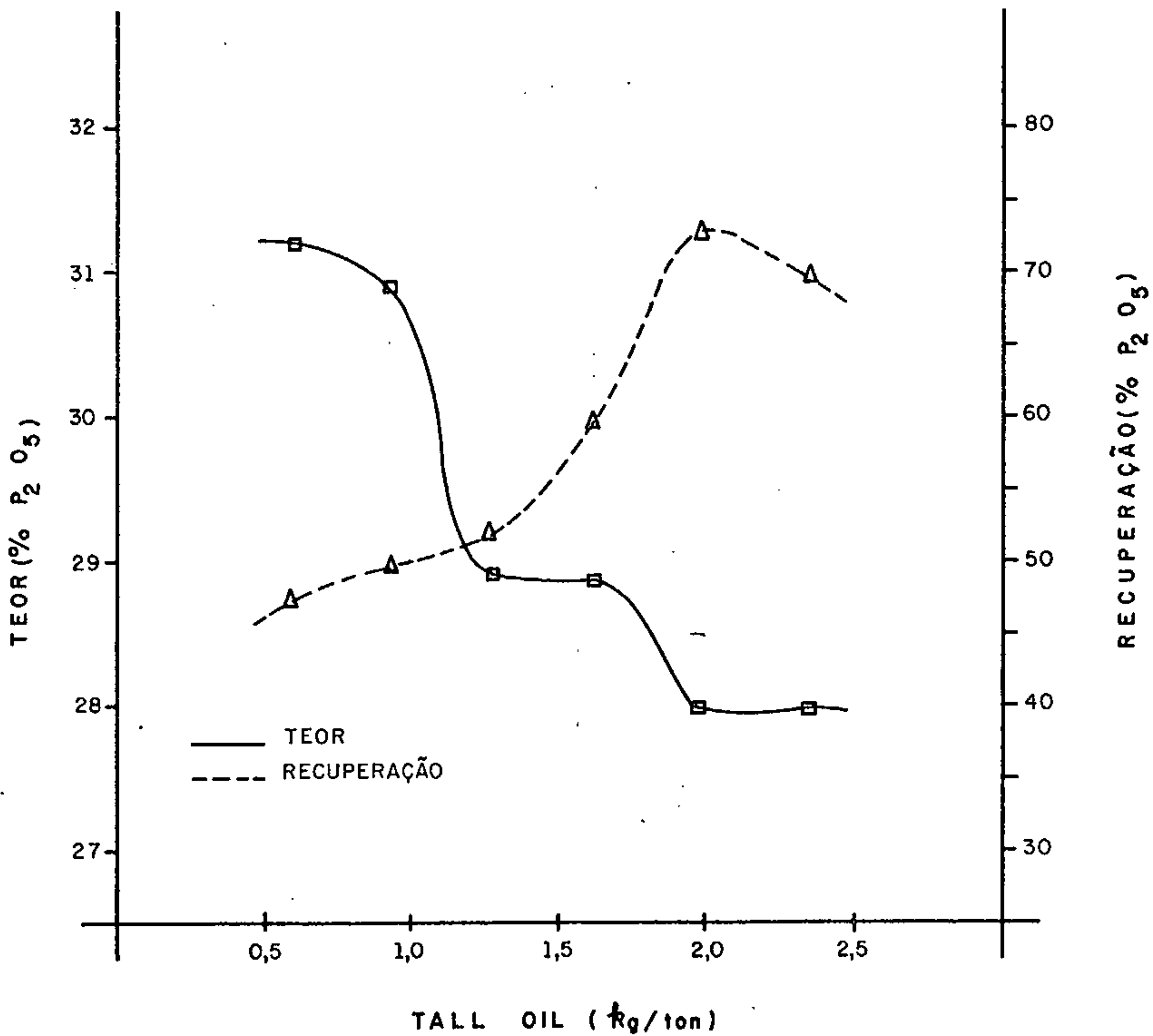
ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 5						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	46,33	28,0	3,2	2,0	23,8	-	72,92
REJ. REFLOT.	1,47	5,0	-	-	-	-	0,42
REJ. FLOT.	8,70	7,1	-	-	-	-	3,48
LAMA (deslanagem)	43,50	9,5	-	-	-	-	23,22
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	-
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	-	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 1,98 kg/ton  
fuel oil : 0,93 kg/ton  
querosene : 1,63 kg/ton

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 6						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	42,9	28,0	2,3	3,0	20,8	-	69,84
REJ. REFLOT.	2,2	7,7	-	-	-	-	0,99
REJ. FLOT.	6,2	4,0	-	-	-	-	1,44
LAMA (deslamagem)	48,7	10,0	-	-	-	-	28,31
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	-
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	17,2	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,7	10,0	4,1	36,9	20,0	-

Reagentes: Tall oil : 2,33 kg/ton  
fuel oil : 0,93 kg/ton  
querosene : 1,63 kg/ton

# TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL"



B) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "FA-1"



## RESULTADOS DOS TESTES DE FLOTAÇÃO COM "FA-1"

### CONDIÇÕES DA SÉRIE DE TESTES:

- Granulometria abaixo de 35 malhas.
- Deslamagem do material a 400 malhas (usando ciclone).
- Adição de 11 ml de silicato de sódio (10%) antes da deslamagem.
- pH da polpa de flotação em torno de 10, usando hidróxido de sódio.
- Tempo de condicionamento: 3 minutos.
- Tempo de flotação: 4 minutos.
- Na etapa de limpeza (reflotação) foi adicionada a terça parte das quantidades iniciais de reagentes.

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 1						DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
	% Peso	%					
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	17,80	28,9	-	-	-	-	32,15
REJ. REFLOT.	3,20	23,5	-	-	-	-	4,70
REJ. FLOT.	129,85	22,2	-	-	-	-	41,42
LAMA (deslamagem)	49,15	-	-	-	-	-	21,73
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	-	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 0,5 kg/ton

fuel oil : 0,9 kg/ton

querosene: 1,6 kg/ton

ENS AIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 2						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	23,72	30,2	3,2	1,5	-	-	34,19
REJ. REFLOT.	3,13	24,2	-	-	-	-	15,26
REJ. FLOT.	25,08	20,2	-	-	-	-	24,17
LAMA (deslanaagem)	48,07	11,5	-	-	-	-	26,38
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	20,96	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 0,6 kg/ton  
 fuel oil : 0,9 kg/ton  
 querosene: 1,6 kg/ton

ENS AIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 3						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	26,40	29,3	3,4	1,7	-	-	43,78
REJ. REFLOT.	3,50	22,0	-	-	-	-	4,36
REJ. FLOT.	21,91	19,4	-	-	-	-	24,05
LAMA (deslamagem)	48,19	10,2	-	-	-	-	27,81
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	17,67	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 0,8 kg/ton  
 fuel oil : 0,9 kg/ton  
 querosene: 1,6 kg/ton

ENS AIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 4						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	29,37	28,9	3,4	1,8	-	-	49,10
REJ. REFLOT.	2,23	19,1	-	-	-	-	2,46
REJ. FLOT.	19,62	18,8	-	-	-	-	21,35
LAMA (deslamagem)	48,78	9,6	-	-	-	-	27,09
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	17,29	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 0,9 kg/ton  
 fael oil : 0,9 kg/ton  
 querosene: 1,6 kg/ton

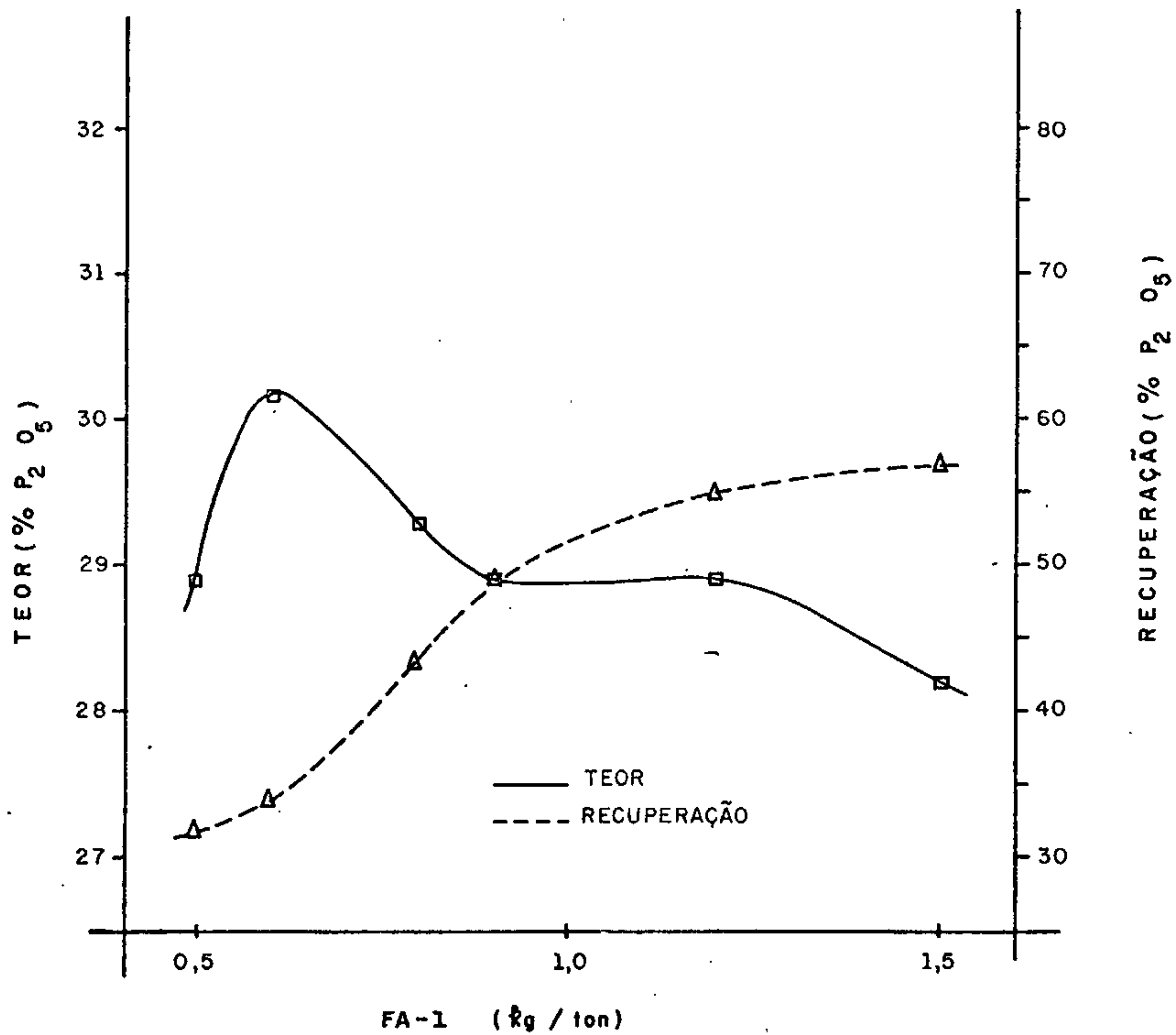
ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 5						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	35,08	28,9	3,5	1,9	-	-	55,11
REJ. REFLOT.	3,09	19,0	-	-	-	-	3,19
REJ. FLOT.	15,46	16,9	-	-	-	-	14,21
LAMA (deslamagem)	46,37	10,9	-	-	-	-	27,49
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	18,39	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 1,2 kg/ton  
 fuel oil : 0,9 kg/ton  
 querosene: 1,6 kg/ton

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 6						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	37,85	28,2	3,4	1,9	-	-	57,27
REJ. REFLOT.	1,13	15,5	-	-	-	-	0,95
REJ. FLOT.	9,04	14,0	-	-	-	-	6,86
LAMA (deslanagem)	51,98	12,4	-	-	-	-	34,92
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	18,46	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: FA-1 : 1,5 kg/ton  
 fuel oil : 0,9 kg/ton  
 querosene: 1,6 kg/ton

# TESTES DE FLOTAÇÃO COM "FA - 1"





C) TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL" E MAIOR  
QUANTIDADE DE SILICATO DE SÓDIO

RESULTADOS DOS TESTES DE FLOTAÇÃO  
COM "TALL OIL" E MAIOR QUANTIDADE  
DE SILICATO DE SÓDIO

CONDIÇÕES DA SÉRIE DE TESTES:

- Granulometria abaixo de 35 malhas.
- Deslamagem do material a 400 malhas (usando ciclone).
- Adição de 20 ml de silicato de sódio (10%) antes da deslamagem.
- pH da polpa de flotação em torno de 10, usando hidróxido de sódio.
- Tempo de condicionamento: 3 minutos.
- Tempo de flotação: 4 minutos.
- Na etapa de limpeza (reflotação) foi adicionada a terça parte das quantidades iniciais de reagentes.

ENS AIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 1						DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
	% Peso	%					
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	22	31,4	2,8	1,6	-	-	38,08
REJ. REFLOT.	6	25,0	-	-	-	-	8,27
REJ. FLOT.	19	16,9	-	-	-	-	17,70
LAMA (deslamagem)	53	12,3	-	-	-	-	35,94
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	18,14	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: Tall oil : 0,65 kg/ton

fuel oil : 0,9 kg/ton

querosene : 1,6 kg/ton

ENS AIO PRODUCTS	FLOTAÇÃO - 2						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	27	31,4	2,8	1,8	-	-	45,10
REJ. REFLOT.	2	19,5	-	-	-	-	2,07
REJ. FLOT.	24	18,8	-	-	-	-	24,00
LAMA (deslamagem)	47	11,3	-	-	-	-	28,85
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	18,80	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

Reagentes: Tall oil : 0,9 kg/ton

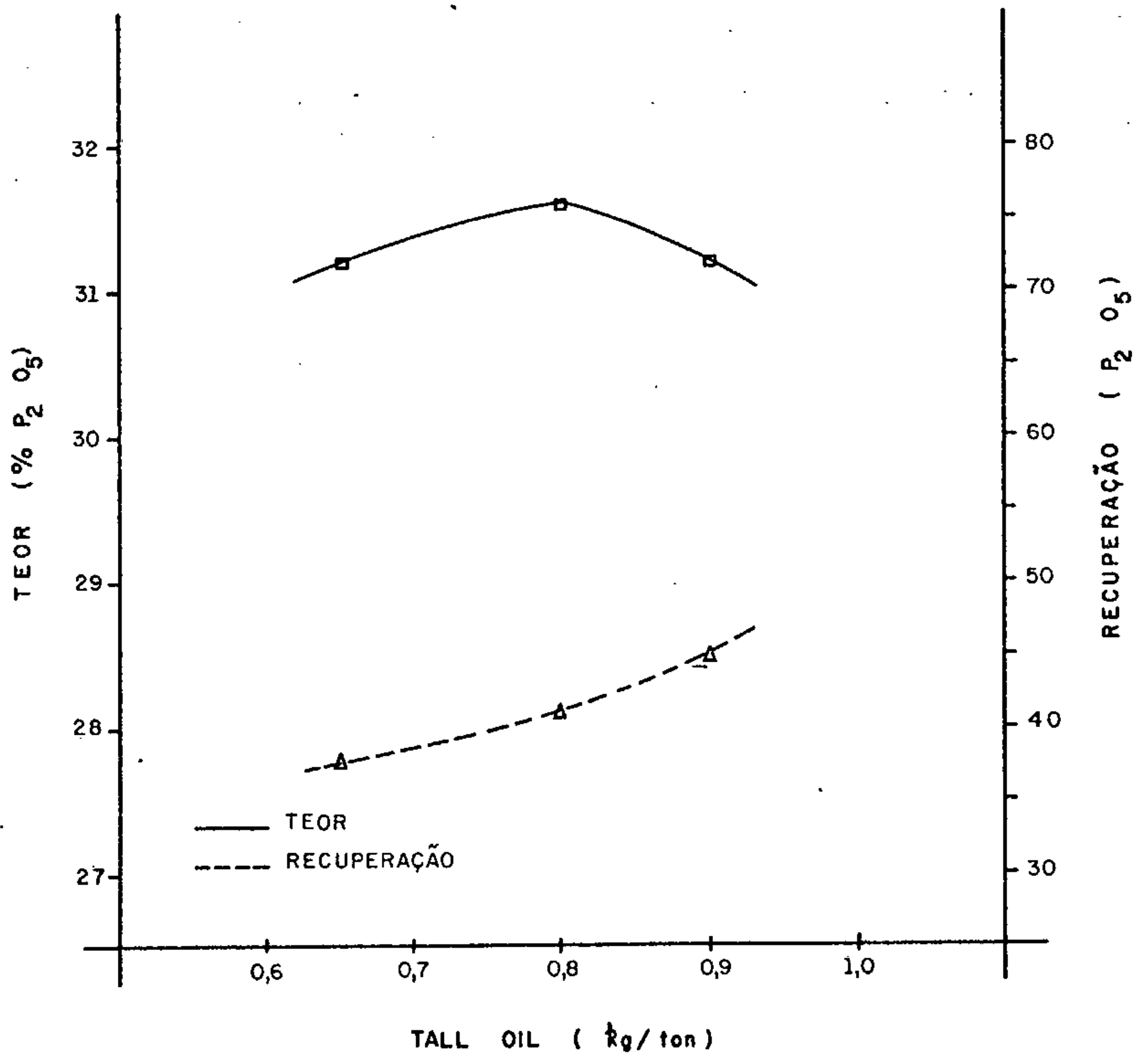
fuel oil : 0,9 kg/ton

querosene : 1,6 kg/ton

ENSAIO PRODUTOS	FLOTAÇÃO - 3						
	% Peso	%					DISTRIBUIÇÃO (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	
CONCENTRADO FINAL	25	31,7	3,1	1,8	-	-	41,23
REJ. REFLOT.	2	19,5	-	-	-	-	2,03
REJ. FLOT.	25	20,0	-	-	-	-	26,01
LAMA (deslamagem)	48	12,3	-	-	-	-	30,72
TOTAL	100,00	-	-	-	-	-	100,00
ALIMENTAÇÃO CALCULADA	-	19,22	-	-	-	-	-
"HEAD SAMPLE"	-	16,0	9,8	4,1	37,5	20,9	-

/ Reagentes: Tall oil : 0,8 kg/ton  
 fuel oil : 0,9 kg/ton  
 querosene . 1,6 kg/ton

# TESTES DE FLOTAÇÃO COM "TALL OIL" E SILICATO DE SÓDIO



ANEXO II

FOTOMICROGRAFIAS DO  
TESTE DE CRESCIMENTO DE CRISTAIS

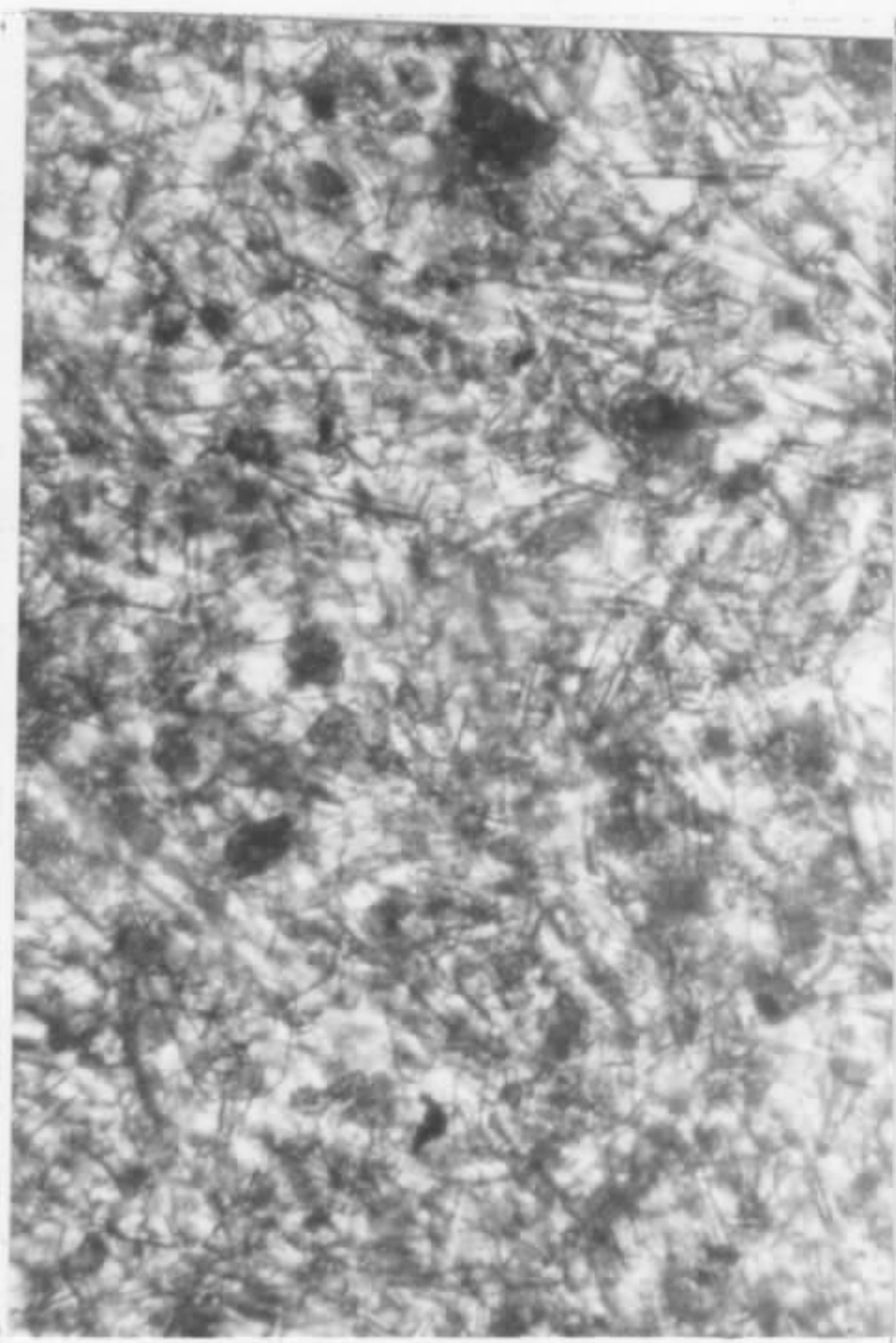


Foto 1 - Cristais da gipsita aciculares em início de formação.



Foto 2 - Cristais prismáticos de gipsita geminados.



Foto 3 - Cristais em formação, prismáticos e geminados de gipsita.



Foto 4 - Cristais em formação, prismáticos e geminados de gipsita.





Foto 5 - Cristais maiores, prismáticos de gipsita.

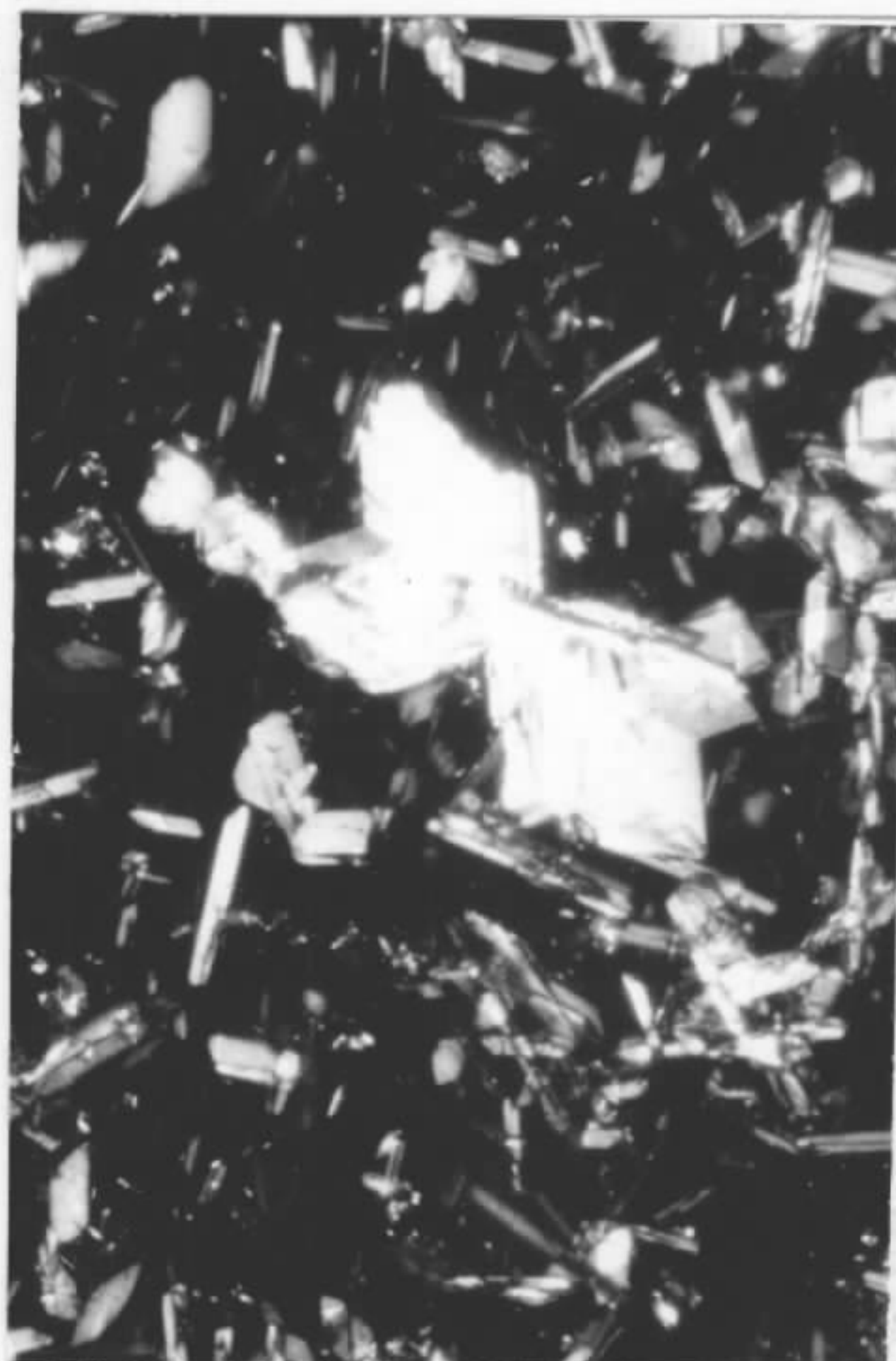


Foto 6 - Geminações de gipsita desenvolvidas.



Foto 7 - Prismas desenvolvidos de gipsita.



Foto 8 - Cristais de gipsita com geminação "Cauda-de-andorinha".



Foto 9 - Prismas gemi-  
nados de gipsita indi-  
vidualizados.



Foto 10 - Prismas alonga-  
dos e geminações típi-  
cas de gipsita.



Foto 11 - Cristais pris-  
máticos desenvolvidos e  
agulhas finas de gipsi-  
ta.



Foto 12 - Cristal gemi-  
nado desenvolvido de  
gipsita.



Foto 13 - Cristal de gipsita geminado "Cauda-de-andorinha".



Foto 14 - Geminações "Cauda-de-andorinha" e prismas romboédricos de gipsita.



Foto 15 - Cristais de gipsita e algumas geminações.

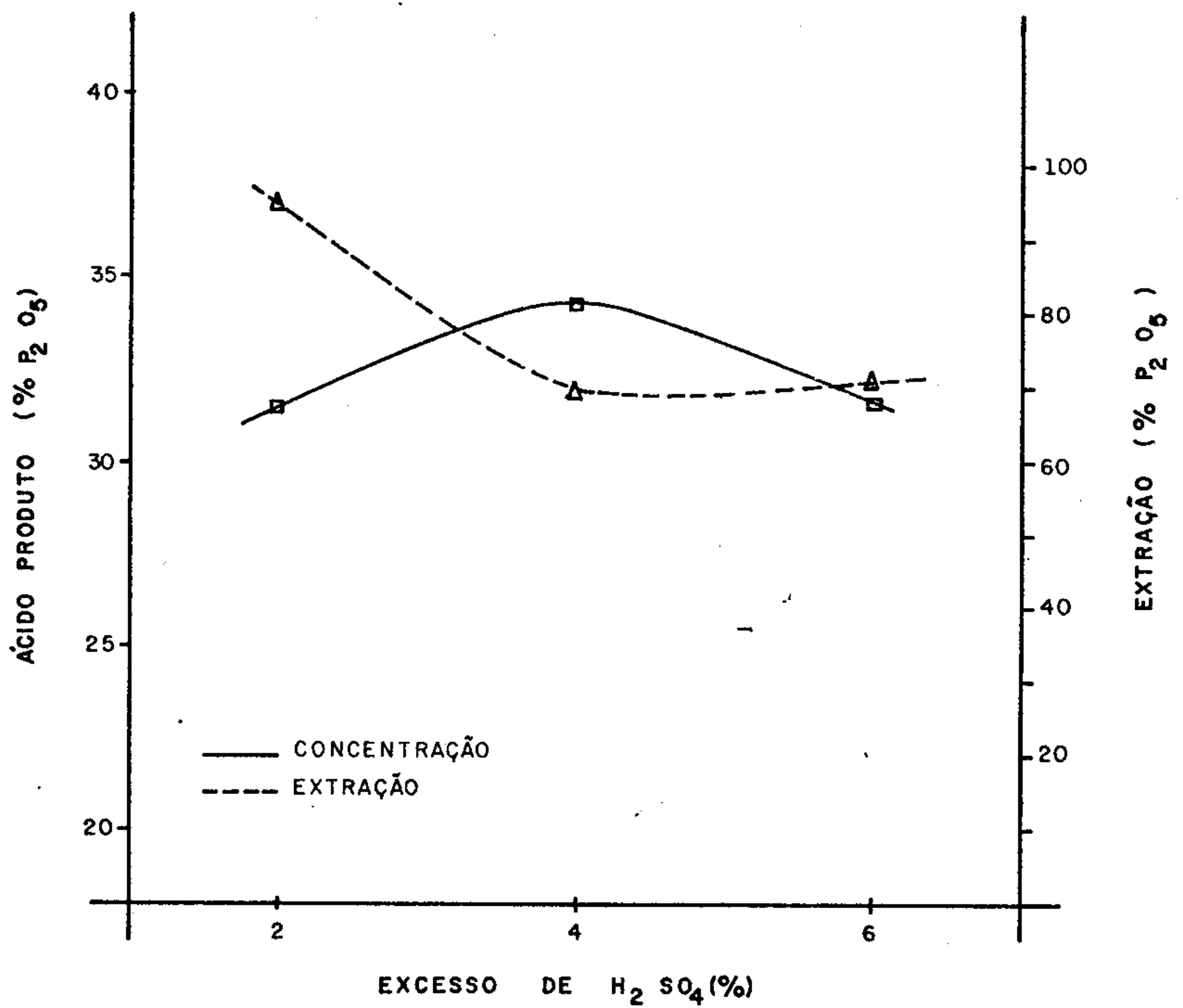


Foto 16 - Cristais de gipsita prismáticos homogêneos.

ANEXO III

RESULTADOS DOS TESTES DE ACIDULAÇÃO  
(Gráficos)

1ª SÉRIE DE TESTES DE ACIDULAÇÃO  
PARAMETRO INVESTIGADO: EXCESSO DE ÁCIDO SULFÚRICO

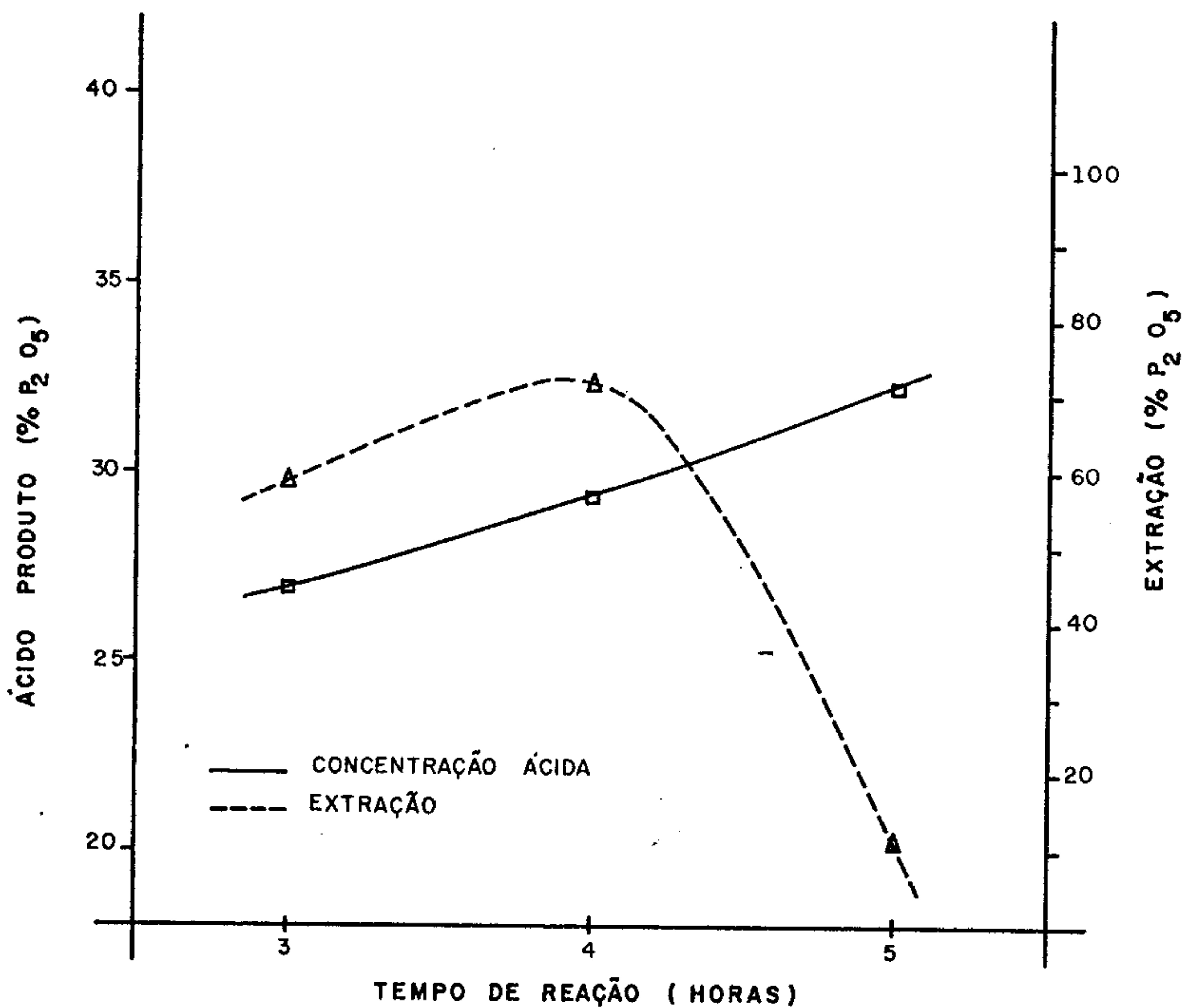


Temperatura : 70° C

Tempo de Reação: 4 Horas

Granulometria: 97 % Abaixo de 100 Malhas

2ª SÉRIE DE TESTES DE ACIDULAÇÃO  
PARAMETRO INVESTIGADO : TEMPO DE REAÇÃO



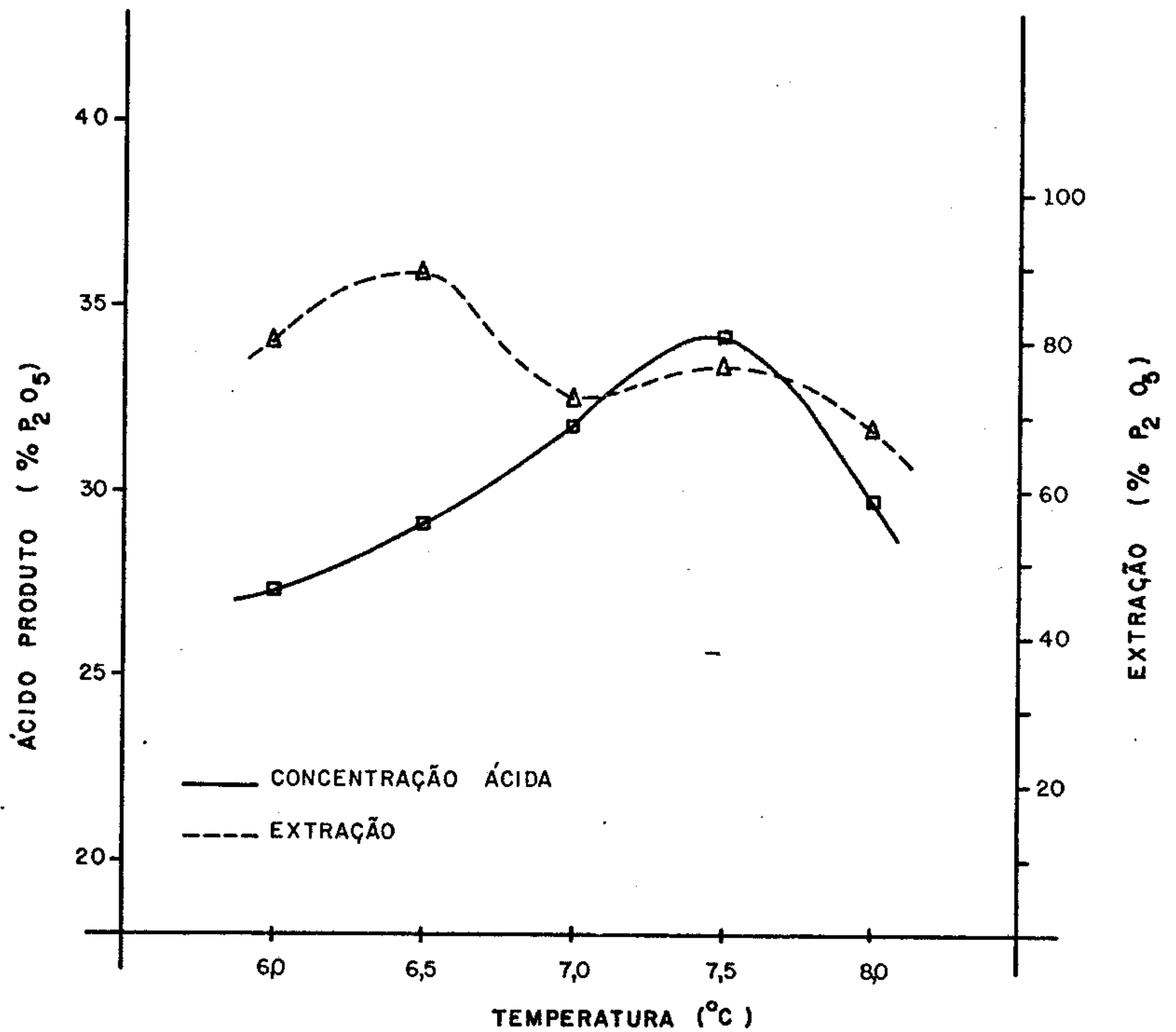
Temperatura : 70° C

Excesso de Ácido: 6%

Granulometria: 97% Abaixo de 100 Malhas

OBS: Os Valores da Porcentagem de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Extraído para 3 e 5 Horas de Reação são Estimados.

3ª SÉRIE DE TESTES DE ACIDULAÇÃO  
PARAMETRO INVESTIGADO: TEMPERATURA



Excesso de ácido: 6 %  
Tempo de reação: 4 Horas  
Granulometria: 97 % Abaixo de 100 Malhas