

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE**  
**PRODUÇÃO**

**Tiago Caixeta Nunes**

**OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DA**  
**FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO**  
**UTILIZANDO METODOLOGIA DE**  
**SUPERFÍCIE DE RESPOSTA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação Profissional em Engenharia de Produção como requisito à obtenção do título de *Mestre em Ciências em Engenharia de Produção*.

**Área de Concentração:** Engenharia de Produção

**Orientador:** Prof. Tarcísio Gonçalves de Brito, Dr.

**Itabira**  
**Novembro de 2019**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE**  
**PRODUÇÃO**

Tiago Caixeta Nunes

**OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DA**  
**FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO**  
**UTILIZANDO METODOLOGIA DE**  
**SUPERFÍCIE DE RESPOSTA**

Banca examinadora em 13 de novembro de 2019, conferindo ao autor o título de Mestre Profissional em Engenharia de Produção.

**Banca Examinadora:**

Prof. Dr. Emerson José de Paiva (UNIFEI)

Dr. Neymayer Pereira Lima (VALE)

Prof. Dr. Tarcísio Gonçalves de Brito (Orientador)

**Itabira**

**Novembro de 2019**

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus e a todos que direta ou indiretamente, contribuíram para a minha formação pessoal e profissional para a realização deste trabalho.

Aos meus filhos, Pedro Santos Caixeta e Thomás Santos Caixeta, por fazerem minha vida ter mais sentido.

À minha esposa, Rizza, pelo incentivo, apoio e compreensão.

Aos meus pais, João e Vilma, pelas orações e base dos meus ensinamentos.

Ao meu irmão, Cristiano Caixeta Nunes, pelo exemplo em superar desafios.

Aos gestores de automação Vale, Vicentino Rodrigues, Álvaro Guedes e Thiago Rezende, pelo incentivo, confiança e oportunidade de desenvolvimento.

Aos amigos Roberto Dias, Cássio Costa e Felipe Caldas, pelo companheirismo e pelas referências que contribuíram para meu desenvolvimento profissional.

Ao colega Nilson Paula, da equipe de desenvolvimento de processos de tratamento de minérios, pela contribuição na pesquisa e facilitar a realização dos ensaios de flotação.

Ao colega José Marcelino Reis, da equipe de tratamento de minérios, pelos conselhos e contribuições.

Ao meu orientador, prof. Dr. Tarcísio Gonçalves de Brito, pelas orientações, direcionamentos, competência, paciência e conselhos.

Ao prof. Dr. Emerson José de Paiva, coordenador do curso de Pós-graduação Profissional em Engenharia Produção da UNIFEI, pela formação e contribuições acadêmicas junto aos demais professores deste instituto.

Aos membros da banca, prof. Dr. Tarcísio Gonçalves de Brito, Dr. Neymayer Pereira Lima e prof. Dr. Emerson José de Paiva, por participarem nesta defesa e colaborarem para a discussão e conclusão do trabalho.

Ao CNPq, CAPES, FAPEMIG e GEQProd, pelo apoio nesta pesquisa.

## RESUMO

A flotação catiônica reversa de quartzo para partículas inferiores a 0,150 mm é o processo industrial mais importante para concentração de minério de ferro na produção de *pellet feed*. Com a exaustão das jazidas minerais de alto teor de ferro, e crescente demanda de minérios com baixo teor de contaminantes para a fabricação de aço, é importante avaliar os efeitos dos parâmetros que influenciam no desempenho da flotação. Neste contexto, esta pesquisa apresenta uma proposta para aplicar um método de otimização dos parâmetros de flotação para melhor aproveitamento das reservas minerais disponíveis. Dois procedimentos experimentais envolvendo as variáveis de processo: depressor, coletor e pH, foram empregados para identificar a combinação ótima destas variáveis de entrada para maximizar a recuperação metálica, mantendo-se o teor de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) do concentrado abaixo do limite para não penalizar a qualidade. No primeiro, para identificar as condições das respostas do processo, empregou-se um Experimento Fatorial Completo com 3 pontos centrais, totalizando 11 ensaios de flotação em bancada, referente a amostras no fluxo da alimentação da flotação em uma grande mineradora de ferro no Brasil. No segundo, utilizou-se um Arranjo Composto Central (CCD) delineado com 17 ensaios de flotação com uma amostra representativa para uma condição futura de alimentação. Para testar esta hipótese, utilizaram-se os resultados no CCD e, pela análise de variância, obteve-se como ajuste  $R^2 = 0,6972$  para teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado,  $R^2 = 0,9854$  para teor de Fe no rejeito,  $R^2 = 0,9791$  para recuperação metálica e  $R^2 = 0,9734$  para a recuperação em massa. A condição ótima dos parâmetros foi identificada utilizando o algoritmo Gradiente Reduzido Generalizado (GRG), obtendo-se como resultado 500 g/t<sub>alimentação</sub>, 75 g/t<sub>SiO<sub>2</sub></sub> e 9,80, para amido, amina e pH, respectivamente, e um valor calculado para a recuperação metálica de 95,21%, com um teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado de 0,46%, considerando-se um limite superior de 0,50%. Para confirmação dos resultados, foi realizado um ensaio obtendo-se 93,86% para recuperação metálica e 0,51% de  $\text{SiO}_2$  no concentrado da flotação.

**Palavras chaves:** Flotação, Minério de ferro, Metodologia de Superfície de Resposta (MSR), Arranjo Composto Central (CCD), Otimização.

## ABSTRACT

*The reverse cationic flotation of quartz for particles smaller than 0,150 mm is the most important industrial processes of iron ore concentration for pellet feed production. With the depletion of mineral deposits with high iron contents and increasing demand for low ore contaminants for steel production, it is important to evaluate the effects of parameters that influence flotation performance. In this context, this research presents a proposal to apply an optimization method of flotation parameters for better utilization of available mineral reserves. Two experimental procedures involving process variables: depressor, collector and pH were employed to identify the optimal combination of these input variables to maximize metal recovery, keeping the silica (SiO<sub>2</sub>) content in the concentrate below to avoid quality penalization. In the first one, to identify the conditions of the process responses, a 2<sup>3</sup> full factorial design with three center points was used, totaling 11 bench flotation tests referring to samples in the flotation feed flow in a large iron mining company in Brazil. In the second, a Central Composite Design (CCD) designed with 17 flotation tests with a representative sample was used for a future feeding condition. To test this hypothesis, the results were used in the CCD and the analysis of variance, obtained was fit  $R^2 = 0.6972$  for SiO<sub>2</sub> content in the concentrate,  $R^2 = 0.9854$  for Iron content in the tailing,  $R^2 = 0.9791$  for iron recovery e  $R^2 = 0.9734$  for mass recovery with 0.46% of SiO<sub>2</sub> content in the concentrate, considering an upper limit of 0.50%. The optimization was performed using the Generalized Reduced Gradient (GRG) algorithm and obtained as a result 500 g/t<sub>feed</sub>, 75 g/ t<sub>SiO<sub>2</sub></sub> and 9.80, for starch, amine and pH, respectively, and a calculated recovery value of 95.21% with a SiO<sub>2</sub> content in the concentrate of 0.46%, with an upper limit of 0.50% in the concentrate. To confirm the results, a test was performed obtaining 93.86% for iron recovery and 0.51% of SiO<sub>2</sub> in the flotation concentrate.*

**Keywords:** *Flotation, Iron Ore, Response Surface Methodology (RSM), Central Composite Design (CCD), Optimization.*

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Modelo geral de um processo ou sistema. ....	8
Figura 2.2 – Etapas para conduzir experimentos conforme metodologia DOE. ....	9
Figura 2.3 – Experimentação com fatorial completo $2^3$ . ....	11
Figura 2.4 – Experimentação sequencial com Fatorial Fracionado (a) Fração principal; (b) Fração alternativa; (c) Fatorial completo resultante. ....	12
Figura 2.5 – Superfície de resposta para modelo com curvatura. ....	14
Figura 2.6 – Arranjos experimentais de superfície de resposta (a) CCD; (b) Box-Behnken. ....	15
Figura 2.7 – Rotacionalidade do arranjo CCD para dois fatores. ....	16
Figura 2.8 – Tipos de CCD (a) Circunscrito; (b) Face centrada; (c) Inscrito. ....	17
Figura 2.9 – Gráfico de teste de normalidade. ....	21
Figura 2.10 – Formato de superfícies e gráficos de contornos (a) Concava; (b) convexa; (c) formato de sela. ....	24
Figura 2.11 – Estratégia de otimização experimental. ....	25
Figura 2.12 – Método do vetor gradiente. ....	26
Figura 2.13 – Visão esquemática do processo de identificação de curvatura. ....	26
Figura 2.14 – Hematita, goethita, magnetita e quartzo. ....	30
Figura 2.15 – Principais operações de uma planta de concentração mineral. ....	31
Figura 2.16 – Fenômeno de adesão bolha-partícula hidrofílica e hidrofobizada. ....	34
Figura 2.17 – Fenômeno de adesão bolha-partícula hidrofílica e hidrofobizada. ....	35
Figura 2.18 – Circuito de flotação de minério de ferro. ....	38
Figura 2.19 – Aspectos da espuma na flotação de minério de ferro nas etapas (a) rougher, (b) cleaner; (c) scavenger. ....	40
Figura 2.20 – Curva típica de recuperação e teor. ....	43
Figura 2.21 – Flotação convencional com baixa recuperação de fino. ....	45
Figura 2.22 – Recuperação de finos e grosso com segregação de circuitos. ....	45
Figura 2.23 – Representação do sistema de flotação e otimização de reagentes. ....	47
Figura 3.1 – Classificação da presente pesquisa científica. ....	49
Figura 3.2 – Etapas para desenvolvimento da pesquisa. ....	50
Figura 4.1 – Esquemática do objeto de estudo. ....	52
Figura 4.2 – Fluxograma de preparação da amostra para ensaio e análises – Fase preliminar. ....	53
Figura 4.3 – Regiões das amostras selecionadas na lavra – Fase definitiva. ....	54
Figura 4.4 – Fluxograma de preparação da amostra para ensaio e análises – Fase definitiva. ....	55
Figura 4.5 – Ensaio de flotação da etapa rougher/cleaner no laboratório. ....	60
Figura 5.1 – Porcentagem passante acumulado em função da abertura da fração – Fase preliminar. ....	62
Figura 5.2 – Quantificação mineralógica da fração -0,150mm que alimenta a flotação – Fase preliminar. ....	63
Figura 5.3 – Porcentagem passante acumulado em função da abertura da fração -0,150mm global que alimenta a flotação – Fase definitiva. ....	64
Figura 5.4 – Quantificação mineralógica da fração 0,150mm que alimenta a flotação – Fase definitiva. ....	64
Figura 5.5 – Fotomicrografias com principais minerais identificados na amostra. ....	65

Figura 5.6 – Teste de normalidade ( $\alpha = 0,05$ ) para (a) teor de $\text{SiO}_2$ no concentrado; (b) teor de Fe no concentrado; (c) recuperação metálica; (d) recuperação em massa - Fase preliminar.....	70
Figura 5.7 – Teste de normalidade ( $\alpha = 0,05$ ) para (a) teor de $\text{SiO}_2$ no concentrado; (b) teor de Fe no concentrado; (c) recuperação metálica; (d) recuperação em massa - Fase definitiva. ....	72
Figura 5.8 – Efeitos principais sobre o teor de $\text{SiO}_2$ no concentrado - Fase definitiva. ....	73
Figura 5.9 – Efeitos principais sobre o teor de Fe no rejeito - Fase definitiva. ....	73
Figura 5.10 – Efeitos principais sobre a recuperação metálica - Fase definitiva. ....	74
Figura 5.11 – Efeitos principais sobre a recuperação em massa - Fase definitiva. ....	74
Figura 5.12 – Gráficos de superfície e contorno para resposta teor de $\text{SiO}_2$ no concentrado (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva. ....	76
Figura 5.13 – Gráficos de superfície e contorno para resposta teor de Fe no rejeito (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva.....	77
Figura 5.14 – Gráficos de superfície e contorno para resposta recuperação metálica (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva. ....	78
Figura 5.15 – Gráficos de superfície e contorno para resposta recuperação em massa (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva. ....	79
Figura 5.16 – Planilha para resolução do modelo de otimização não-linear no solver utilizando o GRG. ....	82

## **LISTA DE QUADROS**

Quadro 2.1 – Características fundamentais das principais técnicas de DOE.....	10
---	----

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Arranjo CCD genérico.....	17
Tabela 4.1 – Parâmetros de controle e níveis para o experimento - Fase preliminar .....	56
Tabela 4.2 – Parâmetros de controle e níveis para o experimento - Fase definitiva.....	56
Tabela 4.3 – Matriz Experimental – Arranjo Fatorial Completo – Fase preliminar.....	57
Tabela 4.4 – Matriz Experimental – Arranjo Composto Central – Fase definitiva .....	58
Tabela 5.1 – Distribuição granulométrica da amostra deslamada – Fase preliminar.....	61
Tabela 5.2 – Distribuição dos principais elementos químicos das amostras globais que compõem a alimentação da flotação – Fase preliminar .....	62
Tabela 5.3 – Distribuição granulométrica da amostra deslamada – Fase definitiva .....	63
Tabela 5.4 – Distribuição dos principais elementos químicos das amostras globais que compõem a alimentação da flotação – Fase definitiva.....	64
Tabela 5.5 – Respostas dos ensaios de flotação – Fase preliminar .....	66
Tabela 5.6 – Respostas dos ensaios de flotação – Fase definitiva .....	66
Tabela 5.7 – Coeficientes estimados para os modelos lineares completos - Fase preliminar.....	67
Tabela 5.8 – Coeficientes estimados para os modelos quadráticos completos - Fase definitiva .....	68
Tabela 5.9 – Análise de variância (ANOVA) - Fase preliminar.....	69
Tabela 5.10 – Análise de variância (ANOVA) - Fase definitiva .....	71
Tabela 5.11 – Arranjo experimental CCD – Fase definitiva.....	80
Tabela 5.12 – Coeficientes de regressão significativos das respostas - Fase definitiva.....	81
Tabela 5.13 – Resultados da condição ótima.....	82
Tabela 5.14 – Teor de minerais de pellet feed calculados utilizando a solução ótima do modelo .....	82
Tabela 5.15 – Resumo dos resultados do ensaio de confirmação .....	83
Tabela B.1 – Litologia das 22 amostras das 9 regiões, com predominância de Itabirito Friável – Fase definitiva.....	98
Tabela B.2 – Quantificação mineralógica – Fase preliminar .....	98
Tabela B.3 – Resumo dos resultados dos ensaios de flotação – Fase preliminar .....	99
Tabela B.4 – Resumo dos resultados dos ensaios de flotação – Fase definitiva.....	100
Tabela B.5 – Resultados dos ensaios de flotação – Fase definitiva .....	101

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AD	<i>Anderson-Darling</i>
ANOVA	Análise de Variância
CCC	Arranjo Composto Circunscrito
CCD	Arranjo Composto Central ou Box-Wilson <i>Central Composite Design</i>
CCF	Arranjo de face centrada
CCI	Arranjo composto inscrito
DOE	<i>Design of Experiments</i> – Planejamento de Experimentos
GRG	Gradiente Reduzido Generalizado
MSR	Metodologia de Superfície de Resposta
NLP	<i>Nonlinear Problem</i> – Problema não linear
OLS	<i>Ordinary Least Squares</i> – Mínimos Quadrados Ordinários
R <sup>2</sup>	Coefficiente de determinação
(R <sup>2</sup> (adj))	Coefficiente de determinação ajustado
Min	Minuto
µm	Micrômetro

# SUMÁRIO

<b>1. Introdução.....</b>	<b>1</b>
1.1 Considerações Iniciais.....	1
1.2 Justificativa .....	3
1.3 Objetivos .....	3
1.4 Limitações do Trabalho.....	4
1.5 Estrutura do Trabalho.....	5
<b>2. Fundamentação Teórica .....</b>	<b>7</b>
2.1 Métodos estatísticos para modelagem e análise de processos.....	7
2.2 Planejamento de Experimentos (DOE) .....	7
2.3 Metodologia de Superfície de Resposta (MSR).....	12
2.3.1 Arranjo Composto Central (CCD).....	15
2.3.2 Análise de Variância (ANOVA).....	18
2.3.3 Falta de ajuste .....	19
2.3.4 Análise de resíduos e Teste de normalidade .....	20
2.3.5 Convexidade e Gráficos de Contorno .....	22
2.4 Otimização de múltiplas respostas .....	24
2.5 Gradiente Reduzido Generalizado (GRG) .....	27
2.6 Minério de Ferro .....	28
2.7 Tratamento de Minérios .....	30
2.7.1 Concentração de Minérios por Flotação .....	32
2.8 Flotação Catiônica Reversa de Quartzo .....	38
2.8.1 Reagentes da Flotação de Minério de Ferro.....	40
2.8.2 Influência da Granulometria na Flotação de Minério de Ferro.....	42
2.8.3 Eficiência da Flotação.....	43
2.8.4 Sistema de Flotação, Seleção de Reagentes e Otimização.....	46
<b>3. Metodologia da Pesquisa .....</b>	<b>48</b>

3.1 Considerações iniciais.....	48
3.2 Método de pesquisa.....	48
3.3 Etapas da pesquisa .....	49
<b>4. Procedimento Experimental .....</b>	<b>51</b>
4.1 Objeto do estudo e Problema de pesquisa.....	51
4.1.1 Amostras .....	52
4.1.2 Preparação e caracterização .....	53
4.2 Definição das Variáveis de Controle.....	55
4.3 Variáveis do processo .....	56
4.4 Matriz Experimental .....	57
4.5 Equipamentos e reagentes utilizados na pesquisa .....	58
4.6 Execução dos Experimentos .....	59
<b>5. Resultados e Discussão .....</b>	<b>61</b>
5.1 Caracterização das Amostras .....	61
5.2 Respostas dos Ensaio de Flotação em Bancada.....	65
5.3 Modelagem das Funções Objetivo .....	67
5.4 Adequação e Ajuste dos Modelos .....	68
5.5 Análise dos efeitos principais dos parâmetros .....	72
5.6 Análise dos efeitos das interações entre os parâmetros.....	75
5.7 Otimização das respostas .....	80
5.8 Confirmação dos resultados .....	83
<b>6. Conclusões .....</b>	<b>84</b>
6.1 Contribuições do Trabalho.....	85
6.2 Sugestões para Estudos Futuros .....	86
<b>Referências Bibliográficas .....</b>	<b>87</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>97</b>
ANEXO A – Artigo submetido em periódico e congresso .....	97
ANEXO B – Tabelas diversas.....	98

# 1. Introdução

## 1.1 Considerações Iniciais

A produção de minério de ferro tem grande importância na economia mundial em função de ser o principal insumo na indústria siderúrgica para a fabricação do aço. A demanda deste minério exige teores metálicos elevados de ferro (Fe) associado à presença reduzida de contaminantes, principalmente sílica ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e fósforo (ARAÚJO *et al.*, 2003). Para obterem-se produtos com tais características, utilizam-se processos de concentração de minérios nas usinas de beneficiamento, dentre eles, a flotação.

A flotação é um processo de natureza físico-química que explora as diferenças das características da superfície de diversos minérios presentes na polpa. É realizada, em sua maioria, em células mecânicas de flotação, consistindo de um tanque com sistema de agitação, controle de nível de polpa, aeração e arraste da espuma (BALTAR, 2008). De acordo com Araújo *et al.* (2005), a flotação é o método de concentração de minério de ferro mais empregado para partículas inferiores a 0,150mm, propiciando grande parte da separação de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), que é a principal ganga do mineral portador de ferro, utilizando a hidrofobicidade induzida das partículas minerais para separar partículas hidrofóbicas (afinidade pelo ar) de hidrofílicas (afinidade pela água).

A qualidade do minério obtido como produto da flotação é determinada de acordo com especificações praticadas, e influenciada por fatores como pH, dosagem do depressor amido, dosagem do coletor amina, tamanho das partículas e velocidade do rotor (LIMA *et al.*, 2013). As condições das características físicas, químicas e mineralógicas dos depósitos também influenciam na qualidade devido às complexas interações destas condições associadas ao processo. Considerando-se que fatores físicos estejam controlados, a variação de um parâmetro químico deve resultar em uma mudança mensurável na eficiência da flotação, como teor ou recuperação. Para identificar a significância dessas alterações no processo, deve-se recorrer a ferramentas estatísticas (NAGARAJ, 2005).

A melhoria de desempenho dos processos industriais depende intrinsecamente da redução de variabilidade nas características críticas de qualidade definidas para os produtos. Tal variabilidade é provocada por *setups* inadequados para as variáveis de controle do processo que, reconhecidas ou não, aumentam o deslocamento da média em relação ao valor desejado. Nos processos industriais, pesquisadores buscam reduzir a variância nas

distribuições de probabilidade dos fatores relacionadas à qualidade do produto final (BRITO *et al.*, 2014; PAIVA *et al.*, 2012). Para reduzir tal variância na flotação catiônica de quartzo, pode-se medir a eficiência do processo por dois indicadores: recuperação metálica de ferro, e teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado. Enquanto o teor de SiO<sub>2</sub> é uma medida direta, obtida da amostra por análise química no laboratório, a recuperação metálica é função do teor de Fe dos fluxos de alimentação, concentrado e rejeito (VALADÃO e ARAÚJO, 2007).

Estas medições dos teores são importantes para analisar os efeitos das variáveis de controle de processo relevantes para a eficiência da flotação de minério de ferro: amido, amina e pH, para posterior ajuste de processo (ARAÚJO *et al.*, 2006). Pesquisas relacionadas à flotação de minério de ferro considerando estes parâmetros para identificar os efeitos na recuperação metálica e teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado utilizam métodos estatísticos (ARAÚJO *et al.*, 2005; KUMAR e MANDRE, 2015; LIMA *et al.*, 2013; LUO *et al.*, 2016; LUBISI *et al.*, 2018; PATTANAİK e RAYASAM, 2018; RATH *et al.*, 2013; VIEIRA e PERES, 2007).

A utilização de métodos estatísticos propicia a identificação de modelos significativos para reduzir a variabilidade de processo, com conseqüente melhoria do rendimento, maior conformidade com especificações do produto e redução de custos (MONTGOMERY, 2009). Entende-se que esses modelos associados a algoritmos de busca para otimização da recuperação metálica na etapa de flotação é uma alternativa a ser explorada para melhor aproveitamento dos recursos minerais.

Assim, para promover a melhoria no processo, esta pesquisa aplica um método para maximizar a recuperação metálica, mantendo o teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado abaixo do limite superior de qualidade na flotação catiônica reversa de quartzo, utilizando projeto de experimentos e o algoritmo GRG para identificar a condição ótima dos parâmetros: amido, amina e pH.

Para ilustrar esta proposição, utilizaram-se arranjos experimentais para gerar modelos de quatro respostas de interesse: teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado, teor de Fe no rejeito, recuperação metálica e recuperação em massa, para determinar os fatores significativos pela análise de variância, estabelecer a otimização utilizando o GRG e realizar o experimento para confirmação dos resultados da otimização.

## 1.2 Justificativa

A indústria de minério de ferro dos últimos anos é caracterizada pelo aumento da demanda por produtos deste minério para a fabricação de aço. Esse aumento, deve ser obtido de modo a não impactar os requisitos de qualidade do produto.

Os desafios na concentração dos minérios disponíveis são marcados pelos seguintes aspectos: esgotamento das reservas de elevados teores de ferro, início da operação de reservas de baixos teores de ferro, restrições de custos devido à competitividade, e necessidade de alta produtividade. Considerando-se estes desafios, gera-se uma demanda de contribuição relacionada à área de concentração por flotação do minério de ferro.

Pesquisas nesta área têm sido realizadas com objetivos diversos para maximizar a recuperação metálica, de maneira a obter concentrado com baixos teores de contaminantes, menor teor de Fe no rejeito e redução de custo. Muitas destas pesquisas são associadas ao consumo de reagentes (SILVA, 2016a).

Diante deste cenário, o emprego da otimização no processo de flotação que auxilia na tomada de decisão para aumentar a recuperação do mineral de interesse é uma alternativa que influencia diretamente no resultado.

Neste contexto, esta pesquisa se justifica, pois, visa obter melhor desempenho do processo ao aplicar procedimentos experimentais para ensaios de flotação de minério de ferro em laboratório para busca da condição ótima do ajuste de variáveis de processo.

## 1.3 Objetivos

Em função da discussão apresentada na seção anterior, o objetivo geral desta dissertação é:

- Aplicar um método para maximizar a recuperação metálica, mantendo-se o contaminante “Teor de  $\text{SiO}_2$ ” no concentrado abaixo do limite superior de qualidade, na flotação catiônica reversa de quartzo, utilizando-se projeto de experimentos, métodos estatísticos e o algoritmo GRG para identificar a condição ótima dos parâmetros: amido, amina e pH.

Desdobrando os objetivos gerais enunciados, chegam-se aos seguintes objetivos específicos:

- Obter modelos de: teor  $\text{SiO}_2$  no concentrado, teor de Fe no rejeito, recuperação metálica e recuperação em massa, para identificar os efeitos principais e interações significativos dos parâmetros: amido, amina e pH;
- Realizar experimento de confirmação para verificar os resultados matemáticos da solução viável do GRG;
- Analisar e discutir os resultados do ponto de vista do processo de flotação.

## 1.4 Limitações do Trabalho

Este trabalho investigará abordagens referentes à otimização de parâmetros da flotação de minério de ferro, tendo seu escopo limitado a:

- a) A avaliação do comportamento da flotação sob diferentes condições, restritas a três variáveis de entrada: dosagens dos reagentes amido, amina e pH da flotação, para duas etapas de flotação em bancada de laboratório: *rougher/cleaner* (etapa de limpeza) e *scavenger* (etapa de recuperação);
- b) Nesta pesquisa, limitou-se a utilizar duas amostras de minério de ferro para realizar a experimentação;
- c) O modelo do processo nesta pesquisa não considera ruídos do processo;
- d) As funções objetivo obtidas com os arranjos experimentais serão utilizadas com modelos lineares e quadráticos completos. Não serão analisados modelos quadráticos reduzidos, modelos exponenciais ou modelos de coeficientes não-lineares dos arranjos;
- e) Dentre as opções de arranjos experimentais, utilizou-se um Experimento Fatorial Completo, com três pontos centrais, para planejamento e realização dos experimentos preliminares, e considerou-se o Arranjo Composto Central (CCD) para a compor os experimentos da fase definitiva. Isto faz com que os modelos matemáticos desenvolvidos fiquem restritos aos comportamentos desses arranjos;
- f) Não serão realizadas análises comparativas dos resultados entre os dois arranjos experimentais utilizados, devido às diferentes características mineralógicas das amostras submetidas à experimentação;
- g) Quanto aos algoritmos de busca e solução, esta dissertação se restringe a utilizar o algoritmo de Gradiente Reduzido Generalizado (GRG). Outros métodos não serão

utilizados para fins de comparação, como o Algoritmo Genético (GA). Outro aspecto da escolha do GRG é que viabiliza a utilização da aplicação proposta em ambientes industriais e no meio acadêmico com o pacote de suplementos *solver*, disponível no Microsoft Excel®;

- h) Não haverá desenvolvimento de *software* específicos para a solução do problema, utilizando-se apenas *softwares* comerciais;
- i) Restringiu-se à análise de quatro respostas de interesse para os modelos: teor SiO<sub>2</sub> no concentrado, teor de Fe no rejeito, recuperação metálica e recuperação em massa;
- j) O objetivo do algoritmo de busca da condição ótima se restringe a apenas uma resposta, a recuperação metálica.

## 1.5 Estrutura do Trabalho

Esta dissertação está organizada em seis capítulos. No primeiro, apresentam-se os pressupostos iniciais para justificar e contextualizar o problema que motivou o desenvolvimento desta pesquisa e sua relevância. Em seguida, são elencados os objetivos e limitações deste trabalho. Encerra-se com uma breve descrição da estrutura dos demais capítulos remanescentes.

- **No Capítulo 2**, apresentam-se as fundamentações teóricas para o desenvolvimento desta pesquisa, abordando-se assuntos de planejamento de experimentos, metodologias estatísticas para modelagem e análise de processo, uma breve descrição dos conceitos inerentes à otimização e sobre algoritmo de resolução para busca da condição ótima, o Gradiente Reduzido Generalizado. Em seguida, apresenta-se uma revisão da literatura relativa aos principais elementos da concentração de minério de ferro por flotação, que é objeto de estudo deste trabalho.
- **No Capítulo 3**, descreve-se uma visão geral e justificativa da metodologia de pesquisa utilizada neste trabalho. Dessa forma, obtém-se um embasamento para desenvolver a pesquisa em 2 etapas. A primeira, fase preliminar, para conhecer melhor o comportamento das respostas do processo, e a fase definitiva, para prosseguir com um projeto de experimento no desenvolvimento do trabalho e otimização.
- **No Capítulo 4**, inicia-se caracterizando-se o objeto de estudo, ao descrever os aspectos relevantes do processo de flotação. Apresenta-se o procedimento experimental utilizado

para conduzir a aplicação prática desta pesquisa, utilizando-se, como material, amostras de minério de ferro para realizar os ensaios de flotação em bancada. Em seguida, definem-se os parâmetros, as variáveis de processo, a matriz experimental, equipamentos e materiais utilizados e a execução dos experimentos.

- **No Capítulo 5**, apresentam-se e discutem-se os resultados obtidos, estabelecendo para as respostas desejadas, a função objetivo e a análise dos efeitos dos parâmetros, pela análise de variância. Em seguida, utiliza-se o algoritmo GRG de busca e solução para definirem-se os valores ótimos dos parâmetros e confirmam-se os resultados, com a realização de um novo ensaio de flotação.
- **No Capítulo 6**, apresenta-se uma discussão dos resultados obtidos, assim como do experimento de confirmação, para avaliar a metodologia proposta. Por fim, encerra o trabalho, apresentando-se as contribuições desta pesquisa e sugestões para estudos futuros.

## 2. Fundamentação Teórica

Nesta seção serão discutidas algumas ferramentas e a fundamentação teórica para o desenvolvimento desta pesquisa, iniciando-se com conceito de métodos estatísticos, uma abordagem sobre o Planejamento de Experimentos (*Design of Experiments – DOE*), Metodologia de Superfície de Respostas (*Response Surface Methodology – RSM*) e a Análise de Variância (ANOVA). Em seguida, tem-se uma discussão dos conceitos inerentes à otimização e apresentam-se as características principais do algoritmo GRG para a resolução dos modelos de otimização propostos nesta pesquisa.

São detalhados nesta seção, fundamentos teóricos e características de minério de ferro, além das definições aplicadas ao tratamento de minério, apresentando-se elementos da concentração por flotação em geral. Encerra-se este capítulo descrevendo-se importantes conceitos, seguido de um suporte teórico da concentração por flotação catiônica reversa de quartzo.

### 2.1 Métodos estatísticos para modelagem e análise de processos

As técnicas de modelagem estatísticas permitem estabelecer relações entre variáveis de entrada e saída de um processo, resultando em modelos pretendidos (BOX e DRAPER, 2007). Ferramentas estatísticas disponíveis em *softwares* são amplamente utilizadas na obtenção destes modelos. Métodos de otimização são utilizados em conjunto com técnicas de modelagem para explorar, identificar e promover respostas para melhorias dos sistemas industriais que são permanentemente monitorados e controlados. Tais melhorias propiciam atingir determinado objetivo, como reduzir a variabilidade e custo operacional, garantindo a qualidade do produto (PAIVA *et al.*, 2007).

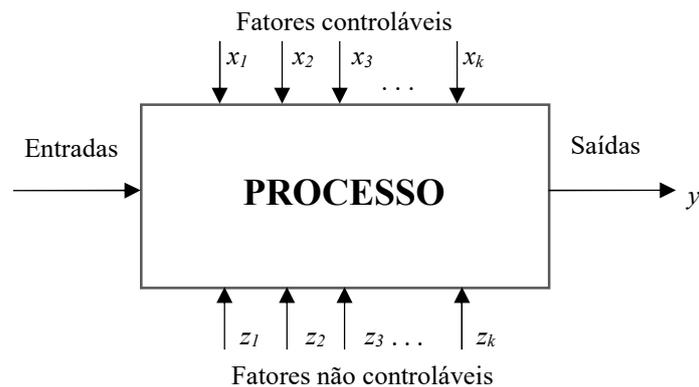
### 2.2 Planejamento de Experimentos (DOE)

Um experimento pode ser definido como um teste ou uma série de testes de alterações propositalmente realizadas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, com o objetivo de observar e identificar como as respostas desse sistema são afetadas, em função de mudanças provocadas nessas variáveis.

O processo é uma combinação de operações, ferramentas, máquinas, e demais recursos que transformam alguma entrada em uma saída, que possui uma ou mais variáveis de resposta

observáveis (MONTGOMERY, 2009). As variáveis que interferem nas respostas são denominadas fatores (ou parâmetros), classificados como controláveis ( $x_k$  - podem ser controlados conforme necessidade do processo ou experimentador) e incontroláveis ( $z_k$  - ruídos), às quais são atribuídas uma ou mais respostas ( $y$ 's). Um modelo geral de processo é representado conforme Figura 2.1.

Figura 2.1 – Modelo geral de um processo ou sistema.



Fonte: Adaptado de Montgomery (2009).

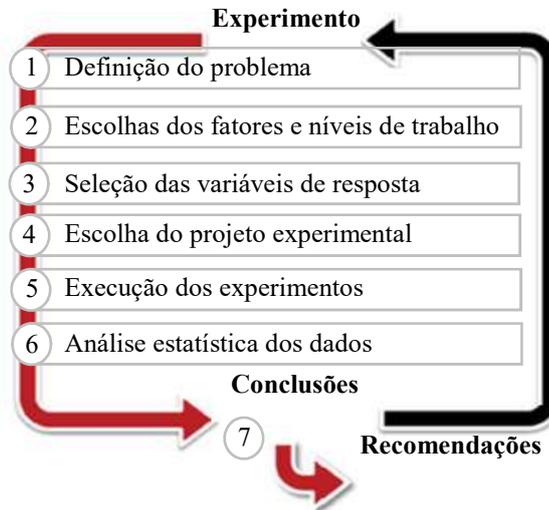
O Planejamento de Experimentos (DOE) consiste em técnicas que objetivam planejar experimentos capazes de gerar dados apropriados para uma análise estatística que resulte em conclusões válidas e objetivas. Preconiza a variação sistemática dos fatores envolvidos em um experimento, com o objetivo de construir modelos de previsão para as respostas de interesse, a cada diferente combinação de níveis dos fatores. Dessa forma, qualquer problema experimental deve ser sustentado por dois elementos: o projeto de experimentos e a análise estatística dos dados (MONTGOMERY, 2009).

As técnicas de projeto de experimentos são utilizadas como ferramentas para aplicação nas etapas de projeto: preliminar, produto, processo de fabricação, e na etapa de avaliação e melhorias para proporcionar redução na variabilidade e conformidade próximas do resultado desejado, além de diminuição no tempo de processo e, conseqüentemente, nos custos operacionais (SEVERINO, 2011). Assim, a experimentação, segundo Montgomery (2009), se caracteriza como uma parte fundamental para o método científico na análise das diversas aplicações na engenharia.

Para empregar dados de experimentos com abordagem estatística, é relevante que os envolvidos na experimentação tenham embasamento técnico do fenômeno que se pretende estudar, de como os dados serão coletados, além de conhecimento básico sobre as ferramentas

de análises estatísticas a serem utilizadas. Sendo assim, Montgomery (2009) sugere que a utilização do DOE seja conduzido pelas etapas conforme Figura 2.2.

Figura 2.2 – Etapas para conduzir experimentos conforme metodologia DOE.



Fonte: Adaptado de Jacyna *et al.* (2019).

Os fatores de entrada e níveis que estes podem assumir no arranjo são definidos e selecionam-se as variáveis de resposta. Deve-se assegurar que a observação de determinados parâmetros resulta em informações úteis sobre o processo estudado e que estes possam ser medidos com precisão. Em seguida, procede-se à seleção do projeto e execução do experimento para análise estatística dos dados e devidas conclusões e recomendações.

De acordo com Montgomery (2005), ao planejar um experimento, deve-se considerar três aspectos: (i) viabilidade do estudo; (ii) experimentos exploratórios ou levantamento de dados históricos para definir os fatores e níveis; (iii) aleatorização, para que os efeitos desconhecidos dos fenômenos sejam distribuídos entre os fatores, reduzindo-se a interpretação equivocada.

Ao planejar um DOE utilizando-se níveis de fatores com dados atuais de um processo, é esperado que os resultados das variáveis de resposta sejam confiáveis e com representatividade prática (MONTGOMERY, 2005).

Com relação aos tipos de projetos experimentais, têm-se que o Planejamento Fatorial Completo, Planejamento Fatorial Fracionado, Arranjos de Taguchi e a Metodologia de Superfície de Resposta são as técnicas mais utilizadas (NILO JÚNIOR, 2003). As principais características relacionadas a estas técnicas são apresentadas conforme Quadro 2.1.

Quadro 2.1 – Características fundamentais das principais técnicas de DOE  
 Fonte: Adaptado de Nilo Júnior (2003).

<b>Projeto experimental</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>	<b>Aplicações</b>
<b>Fatorial Completo</b> $2^k$	Permite a varredura completa da região de estudo, pois utiliza todos os fatores e respectivos níveis.	Não identifica variação intermediária, pois só trabalha em dois níveis. Necessita de um alto número de corridas para problemas com grande número de variáveis	Processos em que já se tenha um prévio domínio e nos quais as realizações das corridas não demandem maior tempo ou custo.
<b>Fatorial Fracionado</b> $2^{(k-1)}$	Permite uma pré-análise do processo com um número reduzido de corridas.	Não promove a varredura completa da região experimental.	Processos em que se deseje um pré-conhecimento e nos quais a literatura seja limitada. Corridas que demandem maior tempo ou custo.
<b>Taguchi</b>	Permite a análise de um processo com muitas variáveis de entrada com um número extremamente reduzido de experimentos	Fornecer uma ideia do processo, porém pode apresentar modelos matemáticos não confiáveis.	Processos em que haja pouco ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento. Processos com alta dispersão ou em que as corridas demandem alto custo ou tempo
<b>Metodologia de Superfície de Resposta</b>	Permite a verificação de variações intermediárias do processo	Pode apresentar erros na extrapolação dos pontos estrela, já que são realizadas poucas corridas nesses níveis	Otimização de processos, principalmente bem conhecidos e com baixa dispersão.

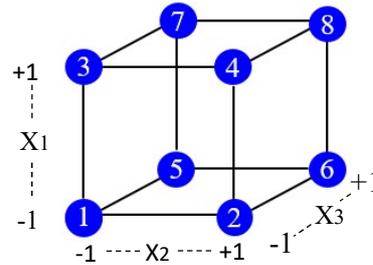
Entre os diversos arranjos disponíveis, o Experimento Fatorial Completo é um dos mais utilizados, no qual todas as combinações dos níveis dos fatores estudados são testadas no processo experimental (JACYNA *et al.*, 2019). De acordo Montgomery e Runger (2009), o ponto ótimo de um processo geralmente é associado a pontos estacionários e somente pode ser obtido em superfícies ou funções não-lineares (curvas, côncavas, convexas ou mistas).

No Fatorial Completo, as variáveis de controle apresentam dois níveis, denominado fatorial de base dois, ou fatorial  $2^k$ , onde  $k$  é o número de variáveis de controle consideradas ( $x_1, \dots, x_k$ ) e  $2^k$  é o número de combinações de experimentos a serem testadas (KARIMIFARD e MOGHADDAM, 2018).

Os parâmetros com dois níveis são comumente codificados em níveis baixo (-1) e alto (+1), de forma que um arranjo fatorial  $2^k$  possa ser representado no espaço  $k$ -dimensional

como sendo um hipercubo com centro na origem  $(0, 0, \dots, 0)$  e dimensão das arestas do cubo igual a 2, sendo as  $2^k$  combinações a serem testadas nos vértices do cubo. A Figura 2.3 ilustra um fatorial completo de 3 variáveis de entrada e  $2^3$  combinações possíveis a serem testadas, ou seja, 8 (BOX e JONES, 1992).

Figura 2.3 – Experimentação com fatorial completo  $2^3$ .



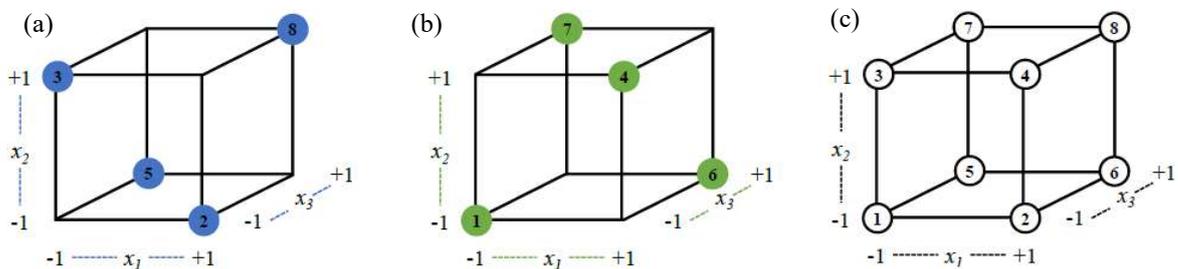
Fonte: Adaptado de Pereira (2017).

Nos fatoriais completos, os arranjos têm possibilidades de trabalhar com os pontos centrais, variando de 3 a 5, os quais podem ser adicionados ao projeto de experimento para analisar como a variável de resposta se comporta no intervalo experimental, além de permitir estimar o erro com poucas repetições (MONTGOMERY, 2009).

De acordo com Kleijnen (1998), o principal problema do fatorial completo é o crescimento exponencial das combinações de níveis com o aumento do número de fatores. Esse problema pode ser controlado com o planejamento fatorial fracionado, onde um número menor de experimentos é suficiente para avaliar apenas os efeitos principais ou as interações de baixa ordem, sem que haja, na maioria dos casos, perda da capacidade de análise do experimento.

Assumindo-se a hipótese da esparsidade dos efeitos, frações do experimento completo podem ser suficientes para identificar a influência de fatores. Como exemplo, uma meia fração de um experimento  $2^k$  com 3 fatores (A, B e C) é construída com um arranjo  $2^{3-1} = 2^2 = 4$  experimentos. Portanto, para três fatores originais A, B e C, toma-se A e B para compor um fatorial completo, admitindo-se  $C=AB$ . Tal relação é nomeada de gerador de confundimento. Multiplicando-se uma coluna por ela mesma, obtém-se uma coluna unitária definida por  $I$ . A Figura 2.4 apresenta esta propriedade, de forma que ao unir as frações principal,  $I = ABC$ , e a secundária,  $I = -ABC$ , obtém-se o fatorial  $2^3$  (BOX e HUNTER, 1961; MYERS *et al.*, 2016).

Figura 2.4 – Experimentação sequencial com Fatorial Fracionado (a) Fração principal; (b) Fração alternativa; (c) Fatorial completo resultante.



Fonte: Adaptado de Pereira (2017).

Os fatoriais fracionados consideram uma identidade entre os fatores, tornando impossível estimar-se o efeito do fator isoladamente, somente da combinação linear dos fatores formada (PAIVA, 2012). Utiliza-se também esta estratégia para os princípios da sequência de experimentação sequencial da metodologia de superfície de resposta.

Com relação ao Arranjo de Taguchi, este método apresenta uma abordagem híbrida na análise das respostas pela relação sinal-ruído. Esta relação transforma uma resposta em uma função que necessita sempre ser maximizada, simplificando-se o processo de otimização (MONTGOMERY, 2005).

Embora os arranjos fatoriais sejam eficazes para identificar variáveis significativas nos processos, a quantidade de combinações experimentais diferentes destes arranjos não é compatível com o número de coeficientes dos modelos quadráticos completos, mas possibilitam estimar os coeficientes de termos lineares e interações (PAIVA, 2012). Para modelos quadráticos, portanto, tem-se os arranjos de superfície de resposta, dentre os quais se destaca o Arranjo Composto Central (*Central Composite Design - CCD*).

Entre os projetos experimentais, nesta pesquisa utilizou-se experimento fatorial completo com pontos fatoriais para ter-se conhecimento das variáveis significativas e emprega-se o arranjo CCD da Metodologia de Superfície de Resposta.

## 2.3 Metodologia de Superfície de Resposta (MSR)

A Metodologia de Superfície de Resposta (*Response Surface Methodology – RSM*) é um conjunto de técnicas matemáticas e estatísticas aplicadas para análise e modelagem de problemas em que a resposta é influenciada por diversas variáveis (MONTGOMERY, 2009). A MSR utiliza arranjos para modelos quadráticos, emprega teste de hipótese, ANOVA e a regressão para gerar os modelos e o cálculo de Gradientes, Lagrangeanas e Hessianas das

funções criadas, para localizar os pontos estacionários (MONTGOMERY, 2009; PAIVA, 2012).

A origem do MSR é atribuída principalmente aos trabalhos de George Box e associados na década de 50, os quais incorporaram diversas contribuições (BOX e WILSON, 1951; KHURI e CORNELL, 1996).

Para Alaeddini e Yang (2009), a MSR é empregada para encontrar um grupo de fatores que produzam respostas satisfatórias, para identificar grupo de fatores que satisfaçam a operação ou as especificações de processo, identificar novas condições de operação com melhor eficiência e modelar a relação entre os fatores e as respostas.

A metodologia de superfície de resposta é aplicada em diversos segmentos da engenharia, dentre eles para a modelagem de parâmetros no tratamento mineral (HONAKER, 1998; COULTER e SUBASINGHE, 2005; ASLAN, 2008; MOHAPATRA *et al.*, 2009; TRIPATHY e MURTHY, 2012; MAKOKHA *et al.*, 2012; BOYLU, 2013; KÖKKILIÇ *et al.*, 2015).

O relacionamento entre as variáveis dependentes e independentes geralmente é desconhecido na MSR. Dessa forma, a primeira etapa da metodologia é encontrar uma plausível aproximação do relacionamento real entre as respostas ( $y$ ) em função de  $k$  variáveis independentes ( $x_1, x_2, \dots, x_k$ ). Utiliza-se, inicialmente, um polinômio de baixa ordem para qualquer região de interesse, caso a resposta seja significativa, por uma função linear das variáveis independentes, então, a função de aproximação será o modelo de primeira ordem, conforme Equação 2.1.

$$y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_{ij} + \varepsilon_i, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (2.1)$$

Onde:  $\beta_j, j = 0, 1, 2, \dots, k$ , é denominado coeficiente da regressão,  $k$  é o número de variáveis independentes,  $\varepsilon$  é o erro do modelo,  $n$  é número de observações da variável resposta, dadas por  $y_1, y_2, \dots, y_n$ . Sendo  $n > k$ , e para cada resposta observada  $y_i$ , tem-se uma observação em cada variável independente, denotada por  $x_{ij}$ , denominada de observação  $i$  ou nível da variável  $x_j$ .

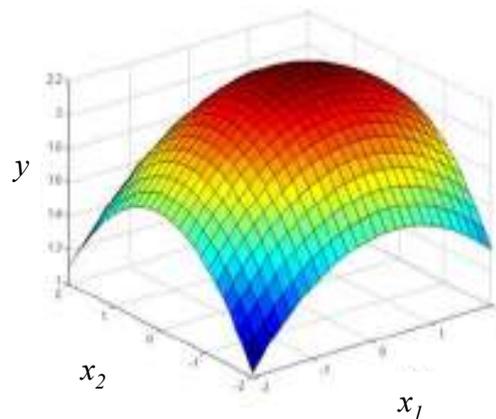
Para Montgomery (2009), caso a resposta do modelo apresente curvatura, então um polinômio de segunda ordem é utilizado, conforme apresentado na Equação 2.2.

$$\hat{Y} = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (2.2)$$

Onde:  $Y$  é resposta de interesse,  $\beta_0$  é uma constante,  $\beta_i$  são os coeficientes lineares,  $\beta_{ii}$  são os coeficientes quadráticos e  $\beta_{ij}$  os coeficientes de interação e  $\varepsilon$  é erro experimental.

Segundo Box e Draper (1987), utilizam-se um ou ambos os modelos acima para representar a maioria dos problemas relacionados à superfície de respostas. A Figura 2.5 ilustra uma superfície de resposta para modelo com curvatura.

Figura 2.5 – Superfície de resposta para modelo com curvatura.



Fonte: Adaptado de Gomes (2013).

De acordo com Montgomery (2005), é improvável que qualquer modelo polinomial seja considerado uma boa aproximação do real em todo o espaço experimental. Esta aproximação só pode ser considerada adequada para uma região específica.

Os parâmetros  $\beta$  do modelo podem ser estimados utilizando-se o método dos Mínimos Quadrados Ordinários (*Ordinary Least Squares* – OLS) que, em uma forma matricial, pode ser representado pela Equação 2.3.

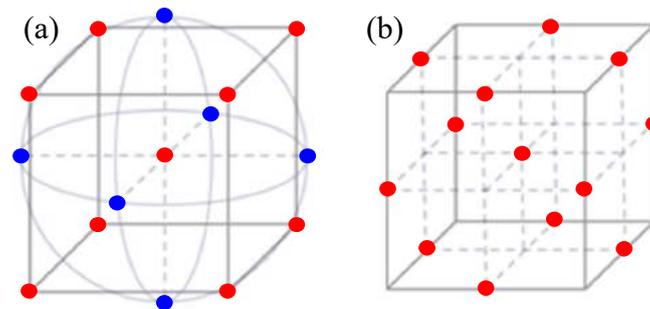
$$\hat{\beta} = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (2.3)$$

Onde:  $\beta$  é o coeficiente polinomial,  $X$  é a matriz de fatores codificados e  $Y$  é a resposta de interesse.

Observa-se que para um ponto localizado no espaço experimental distante do ótimo, a curvatura tende a ser pequena, evidenciando que o modelo de primeira ordem pode ser utilizado para representar o sistema. Neste caso, o objetivo experimental é caminhar em direção à região do ponto de ótimo, empregando-se um modelo polinomial quadrático. Para validar a presença da curvatura no modelo, baseia-se na análise dos pontos centrais para os fatores codificados.

Para a modelagem das funções de superfície de resposta, o arranjo experimental mais utilizado para a coleta dos dados é o Arranjo Composto Central (CCD), quando comparado ao arranjo Box-Behnken, ilustrados conforme Figura 2.6 (NILO JÚNIOR, 2003; PAIVA *et al.*, 2012; BRITO, 2015; JACYNA *et al.*, 2019).

Figura 2.6 – Arranjos experimentais de superfície de resposta (a) CCD; (b) Box-Behnken.



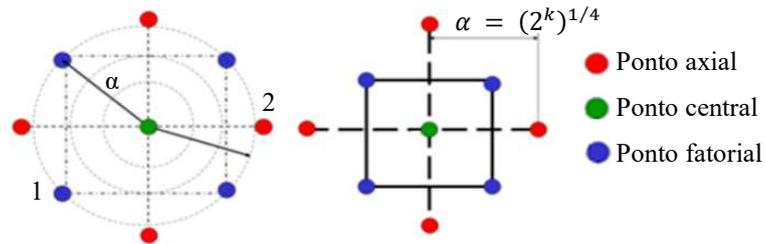
Fonte: Adaptado de Jacyna *et al.* (2019).

### 2.3.1 Arranjo Composto Central (CCD)

O arranjo composto central, denominado arranjo CCD (*Central Composite Design*), proposto por Box e Wilson (1951), é a classe de ajuste de modelos de segunda ordem mais utilizada na Metodologia de Superfície de Resposta devido à eficiência com respeito ao número de experimentos necessários (MONTGOMERY, 2005).

Um arranjo CCD é composto por uma matriz formada com três grupos distintos de elementos experimentais: um fatorial completo ( $2^k$ ) ou fracionado ( $2^{k-p}$ ,  $p$  a fração desejada do experimento), um conjunto de pontos centrais (*center points*) e um grupo de níveis extremos denominados pontos axiais. Se a distância entre o centro do arranjo e o ponto fatorial (+1; -1) for aproximadamente 1 (em módulo), a distância do centro ao ponto axial será maior que a unidade. Esta distância confere ao arranjo experimental a propriedade de rotacionalidade, representada comumente por  $\alpha$ , conforme Figura 2.7.

Figura 2.7 – Rotacionalidade do arranjo CCD para dois fatores.



Fonte: Adaptado de Paiva (2006).

A rotacionalidade é caracterizada pela capacidade que os arranjos de superfície de resposta têm de apresentar a mesma variância para a resposta prevista  $\{Var[y(x)]\}$  para todos os pontos presentes em uma circunferência de raio  $\alpha$ . Quanto mais distante da região central do arranjo um determinado ponto estiver, maior será o erro da previsão do modelo que estiver associado a ele (MONTGOMERY, 2005). A variância  $V[\hat{y}(x)]$  de qualquer ponto  $x$  é dada na forma matricial conforme Equação 2.4.

$$V[\hat{y}(x)] = \sigma^2 x^T (X^T X)^{-1} x \quad (2.4)$$

Segundo Khuri e Cornell (1996), considerando-se uma abordagem sequencial, o arranjo CCD deve ser empregado depois de aplicado o fatorial com pontos centrais, que formam o segundo tipo de pontos a ser incluído no arranjo, uma vez que permitem a análise da curvatura na região investigada. Três a cinco pontos centrais são recomendados na literatura (MONTGOMERY, 2009). Para que este modelo seja adequado, muitos processos podem ser aproximados por uma expansão em série de Taylor, truncada em um termo quadrático (PAIVA, 2006; BOX e DRAPER, 1987; PAIVA, 2012). Quando constatada a curvatura, os pontos axiais são finalmente adicionados e pode-se estimar os termos quadráticos a serem inseridos no modelo de segunda ordem. O número total de experimentos em um CCD é representado conforme Equação 2.5.

$$N = 2^k + 2k + n_c \quad (2.5)$$

Onde:  $N$  é o número total de experimentos,  $k$  é o número de fatores ou variáveis de entrada,  $2^k$  é o número de pontos fatoriais,  $2k$  é o número de pontos axiais e  $n_c$  é o número de pontos centrais. Um arranjo CCD genérico é representado conforme Tabela 2.1.

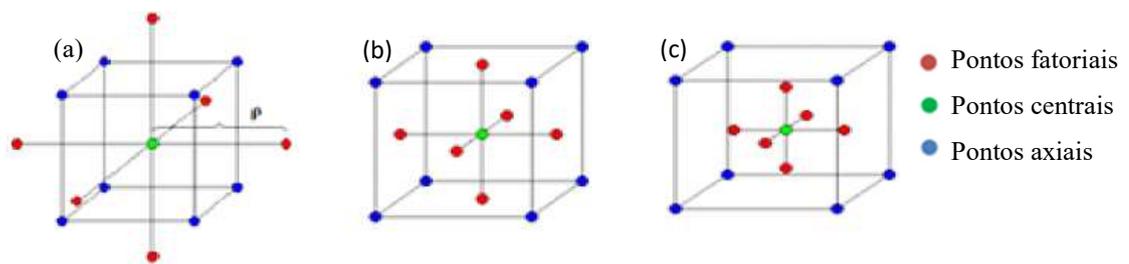
Tabela 2.1 – Arranjo CCD genérico

Ordem padrão	$x_1$	$x_2$	...	$x_k$
1	-1	-1	...	-1
$\vdots$	1	-1	...	-1
$\vdots$	-1	1	...	-1
$\vdots$	1	1	...	-1
$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	...	$\vdots$
$n_f = 2^k$	1	1	...	1
1	$-\alpha$	0	...	0
$\vdots$	$\alpha$	0	...	0
$\vdots$	0	$-\alpha$	...	0
$\vdots$	0	$\alpha$	...	0
$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	...	$\vdots$
$\vdots$	0	0	...	$-\alpha$
$n_a = 2k$	0	0	...	$\alpha$
1	0	0	...	0
$\vdots$	0	0	...	$\vdots$
$n_c$	0	0	...	0

Fonte: Adaptado de Pereira (2017).

Os arranjos CCD podem ser classificados em função da localização dos seus pontos axiais, que podem ser circunscritos, de face centrada ou inscritos, conforme Figura 2.8.

Figura 2.8 – Tipos de CCD (a) Circunscrito; (b) Face centrada; (c) Inscrito.



Fonte: Adaptado de Brito (2015).

No Arranjo Circunscrito (CCC), os pontos axiais estão a uma distância  $\alpha$  do centro, baseado nas propriedades desejadas do projeto. Esse arranjo requer 5 níveis para cada fator, sendo o mais utilizado.

O Arranjo de Face Centrada (CCF) caracteriza-se por apresentar os pontos axiais sobre o centro de todas as faces do espaço fatorial, ou seja,  $\alpha = +1$  ou  $-1$ . Este arranjo requer três níveis para cada fator.

Já o Arranjo Inscrito (CCI) é recomendado para situações em que os limites especificados não podem ser extrapolados por limitação física ou questões de segurança. O CCI utiliza os níveis dos fatores como pontos axiais e cria um fatorial completo ou fracionado dentro desses limites, um CCI requer cinco níveis.

O arranjo CCC explora o maior espaço fatorial possível, enquanto que um CCI explora o menor, sendo que ambos são rotacionáveis, o que não se aplica ao CCF (BRITO, 2015). Segundo Box e Drapper (1987), para manter a rotacionalidade de um arranjo, o valor de  $\alpha$  depende do número de experimentos ( $k$ ) da porção fatorial do CCD, conforme Equação 2.6.

$$\alpha = (\text{número de experimentos})^{1/4} = (2^k)^{1/4} \quad (2.6)$$

Além de gerar o modelo de regressão e estimar os coeficientes pelo Método dos Mínimos Quadrados Ordinários, faz-se necessário realizar algumas análises do modelo para melhor compreensão. Dentre estas, destacam-se: Análise de Variância, ajuste dos modelos, teste de normalidade, convexidade e gráficos de contorno.

### 2.3.2 Análise de Variância (ANOVA)

Após a construção do modelo no planejamento de experimento, a significância é verificada pelo procedimento de ANOVA (Análise de Variância). Este teste de significância analisa a variação média das respostas e é importante para avaliar se o modelo é estatisticamente significativo (MONTGOMERY, 2009). A ANOVA também permite verificar quais entre os termos do modelo são significativos e quais podem ser removidos (KARIMIFARD e MOGHADDAM, 2018).

De acordo com Montgomery e Runger (2009), a ANOVA utiliza como estatística de teste para verificar a igualdade entre as médias a relação existente entre a variação *dentro* de um tratamento e a variação *entre* tratamentos. A variação dentro provém dos repetidos ensaios executados com cada tratamento. Calculando-se a média das réplicas, obtém-se a média dentro do tratamento. Quanto mais as réplicas diferirem desta média, maior será a variação dentro deste tratamento. Obtém-se a estatística de teste  $F$  ao dividir-se a variação *entre* pela variação *dentro* que, quando comparada com um valor de  $F$  crítico, definido segundo o nível de significância e o número de graus de liberdade da variação dentro, possibilita aceitar ou rejeitar a hipótese nula de igualdade entre as médias dos níveis dos fatores.

Para toda inferência realizada sobre uma população a partir de dados amostrais, corre-se o risco de se cometer algum tipo de erro. Hipótese é tão somente uma afirmação que se deseja testar, tendo como fonte de provas os dados provenientes da amostra. Segundo Montgomery e Runger (2009) existem dois tipos de erro, mutuamente exclusivos, que podem ser cometidos em um teste de hipóteses. O primeiro, consiste em se rejeitar a hipótese nula quando ela é verdadeira, em que a probabilidade de ocorrência deste tipo de erro é  $\alpha$ , denominado nível de significância do teste. O segundo, consiste em se aceitar a hipótese nula quando ela for falsa. A probabilidade de se cometer este tipo de erro é  $\beta$ . A probabilidade de se aceitar a hipótese nula quando ela é verdadeira é  $1-\alpha$ , e é denominada nível de confiança do teste. É denominado Poder do Teste a probabilidade de se rejeitar a hipótese nula quando ela for falsa é  $1-\beta$  (MONTGOMERY, 2009).

Assim, na ANOVA, avalia-se o modelo construído pelo *P-value* dos fatores, que define o nível de significância marginal dentro de um teste de hipótese estatística, representando a probabilidade de ocorrência de um dado evento. Caso o *P-value* de um fator seja inferior ao nível de significância  $\alpha$  estabelecido, ele será considerado como um fator significativo (KARIMIFARD e MOGHADDAM, 2018). Para experimentos com pontos centrais, pode-se avaliar também o *P-value* da curvatura para checar a existência do seu efeito (JUNG *et al.*, 2016). Neste caso, *P-value* menor que o nível de significância, indica que a medida da curvatura do modelo é significativa (VAZIFEH *et al.*, 2010).

O ajuste dos modelos é representado pelo coeficiente de determinação ( $R^2$ ), que representa o percentual de variação na resposta que é explicada pelo modelo construído. Associado a este coeficiente, encontra-se o  $R^2$  ajustado ( $R^2(adj.)$ ), que considera o fato de que  $R^2$  tende a superestimar a quantidade atual de variação contabilizada para a população. Quando os valores de  $R^2$  estão próximos de 1, o modelo explica apropriadamente a variabilidade dos valores observados no experimento para os valores previstos (MONTGOMERY, 2009).

### **2.3.3 Falta de ajuste**

Um modelo de regressão apresenta falta de ajuste quando não descreve adequadamente a relação entre os fatores e a variável de resposta. Esta falta de ajuste pode ocorrer em função da falta de termos importantes do modelo, como interações, termos quadráticos e devido à ocorrência de diversos resíduos com valores grandes. De acordo com Montgomery (2005), os

pontos centrais também proporcionam a obtenção de uma estimativa do erro experimental, fazendo com que a soma de quadrados residual ( $SS_e$ ) seja discriminada em dois componentes, conforme Equação 2.7:

$$SS_e = SS_{pe} + SS_{lof} \quad (2.7)$$

Onde:  $SS_e$  é a soma dos quadrados devido ao erro puro,  $SS_{pe}$  é a soma de quadrados devido à falta de ajuste do modelo escolhido e  $SS_{lof}$  é uma soma quadrática ponderada dos desvios encontrados entre a resposta média em um dado nível da variável independente e o valor correspondente ajustado.

O valor ajustado é a estimativa fornecida pelo modelo de regressão escolhido para os valores das variáveis independentes em uma dada observação. Se o valor ajustado possuir um valor numérico muito próximo ao valor das médias das respostas, então, há um forte indício que o modelo de regressão escolhido é o mais correto (RODRIGUES, 2015). A estatística de teste para a falta de ajuste pode, então, ser escrita conforme Equação 2.8:

$$F_0 = \frac{SS_{lof} / (m - p)}{SS_{pe} / (n - m)} \quad (2.8)$$

Onde:  $m$  é o número de níveis das variáveis de entrada,  $n$  é o número de observações de uma dada resposta e  $p$  é o número de parâmetros que devem ser estimados pelo modelo.

Quando a estatística de  $F_0$  assumir valores menores que o nível de significância escolhido, então, haverá evidência suficiente para se aceitar a hipótese nula de que a diferença entre o valor ajustado e a média observada é nula. Logo, não haverá falta de ajuste na estimativa proporcionada pelo modelo escolhido.

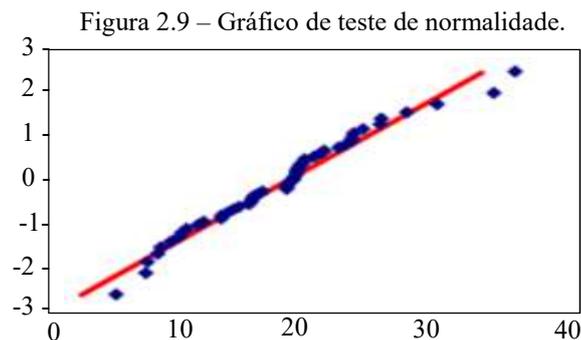
### 2.3.4 Análise de resíduos e Teste de normalidade

A análise de resíduos é importante para garantir que modelos matemáticos desenvolvidos representem adequadamente as respostas de interesse. Segundo Montgomery (2009), os resíduos são a diferença entre o valor previsto do modelo e o valor experimental observado para uma certa condição, conforme Equação 2.9. Estes resíduos devem ser normais, aleatórios e não correlacionados.

$$e_i = y_i - \hat{y}_i \quad (2.9)$$

Onde:  $e_i$  é o erro ou resíduo,  $y_i$  é o valor observado experimental e  $\hat{y}_i$  é o valor previsto do modelo.

De acordo com Montgomery e Runger (2009), testes de hipóteses e estimação do intervalo requerem que os erros sejam normalmente distribuídos, esta normalidade é verificada pelo gráfico de probabilidade normal dos resíduos e um histograma de resíduos que deve representar uma distribuição normal, apesar de pequenas distorções na normalidade serem esperadas no caso de quantitativo de amostras reduzido. De acordo com Severino (2011), esses efeitos tendem a se concentrar ao longo de uma reta normal ao se plotarem os resíduos normais, conforme ilustrado na Figura 2.9, caso algum ponto apresente um afastamento anormal em relação aos demais, será denominado de *outlier*.



Utilizam-se esses gráficos de probabilidade normal em situações que é importante obter uma estimativa independente do erro experimental para julgar a importância dos efeitos principais e de interação, mas não é possível repetir um experimento fatorial  $2^k$ . Esse tipo de erro é proveniente de fatores incontroláveis que produzem uma variação nas respostas ao realizar os ensaios sob condições preestabelecidas. Esses erros podem ser classificados sistemáticos e aleatórios: o primeiro é causado por fontes identificáveis, com resultados experimentais estejam acima ou abaixo do valor real, influenciado a exatidão da medida, podendo ser causada pelo instrumento utilizado para controlar o experimento, método de observação, efeitos ambientais ou pelas simplificações do modelo teórico, já no aleatório, as flutuações ocorrem de uma repetição para outra, porém, todos os possíveis resultados estão dentro de um intervalo de valores. Esse tipo de erro afeta a precisão das medidas (GALDÁMEZ, 2002).

Utiliza-se o teste de normalidade de Anderson-Darling (AD) para medir o quão bem os dados seguem uma distribuição em particular. Para um conjunto de dados e distribuição especificados, quanto melhor a distribuição se ajusta aos dados, menor será o valor de AD.

O *software* de mercado *Minitab*® 17 calcula o teste de normalidade de Anderson-Darling utilizando-se a distância ao quadrado, ponderada entre a linha ajustada do gráfico de probabilidade (com base na distribuição escolhida ou estimativas de mínimos quadrados) e a função de etapa não-paramétrica. O cálculo é ponderado mais fortemente nas caudas da distribuição. O teste de normalidade gera algumas estimativas numéricas para os parâmetros da população: média, desvio padrão, valor do teste de normalidade e o *P-value* associado a um teste de hipótese. Caso o *P-value* seja maior que o nível de significância estabelecido (geralmente 0,05 ou 0,10), aceita-se a hipótese que os dados que vêm de distribuição normal.

O teste de normalidade que apresenta coeficientes de Anderson-Darling menores que um e *P-value* maiores que 0,05 de significância, indica que os resíduos são normais para todas as respostas.

### 2.3.5 Convexidade e Gráficos de Contorno

Os arranjos experimentais promovem uma coleta orientada de dados objetivando-se modelar uma determinada região de interesse, que geralmente define um local de curvatura significativa (BOX e DRAPER, 2007; KHURI e CORNELL, 1996; OLIVEIRA, 2018).

Consideram-se diversas abordagens entre as etapas de modelagem e otimização da Metodologia de Superfície de Resposta, sendo uma relacionada ao formato da função obtida, também conhecida pelo termo “convexidade” (BOX e DRAPER, 2007), e outra pelo sentido da otimização (ZAVADSKAS e TURSKIS, 2010). Enquanto a primeira refere-se a uma característica intrínseca da modelagem matemática, a segunda demonstra um atributo extrínseco, que é definido na etapa de obtenção dos valores ótimos e considera algumas restrições na maioria das aplicações.

Para função que apresenta curvatura, haverá um ponto de máximo ou de mínimo, no qual a derivada primeira dessa função é igual a zero. Caso seja composta por um conjunto de variáveis independentes, as derivadas parciais da função em relação a cada uma das variáveis independentes, também devem ser zero, determinando-se, assim, um ponto de máximo ou de mínimo, denominado Ponto Estacionário. Pode-se escrever a notação matemática deste ponto conforme Equação 2.10.

$$\frac{\partial \hat{y}}{\partial x_1} = \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_2} = \dots = \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_k} = 0 \quad (2.10)$$

Segundo Box e Draper (1987), escrevendo-se um modelo de segunda ordem conforme Equação 2.11 tem-se:

$$\hat{y} = \hat{\beta}_0 + x'b + x' Bx \quad (2.11)$$

Onde:  $b$  representa o vetor dos coeficientes de regressão de primeira ordem,  $B$  é uma matriz simétrica, com a diagonal principal formada pelos coeficientes dos termos quadráticos puros, e demais coeficientes de  $B$  são representados pela metade do valor dos coeficientes mistos (interações).

Igualando-se a zero, a derivada de  $y$  em relação aos elementos do vetor  $x$  conforme Equação 2.12, tem-se que:

$$\frac{\partial \hat{y}}{\partial x_1} = b + 2Bx = 0 \quad (2.12)$$

Desta forma, tem-se que o ponto estacionário  $x_s$  é calculado conforme Equação 2.13:

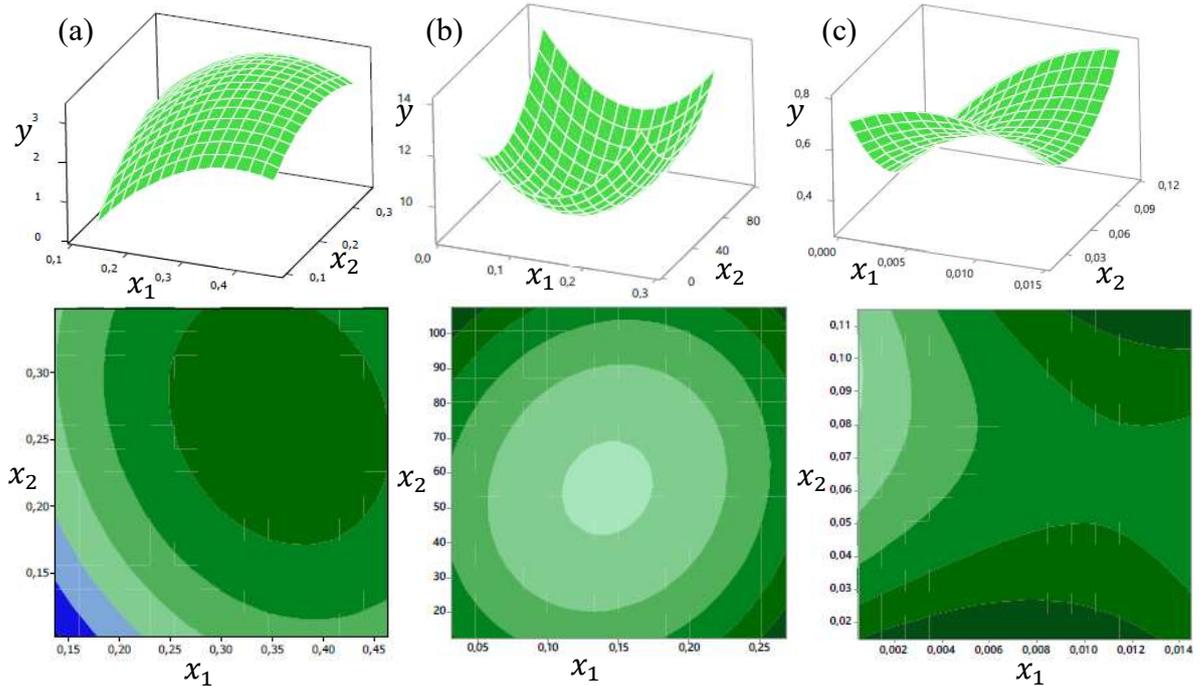
$$x_s = -\frac{1}{2}B^{-1}b \quad (2.13)$$

Para identificar a natureza da superfície de resposta, deve-se verificar o sinal e a magnitude dos autovalores da matriz característica  $[B]$ . Segundo Montgomery (2005), se todos os autovalores de  $[B]$  forem positivos, então,  $x_s$  é ponto de mínimo; se todos forem negativos,  $x_s$  é ponto de máximo; se os autovalores tiverem sinais opostos,  $x_s$  é um ponto de inflexão (*saddle point*).

Quanto à convexidade das funções, há apenas três tipos de formatos para superfícies provenientes de funções quadráticas: côncavas, convexas e sela (BEZERRA *et al.*, 2008). Funções côncavas caracterizam-se por superfícies semelhantes a cúpulas, já as convexas apresentam contornos próximos de jarros achatados ou bacias (EDWARDS, 2007). As funções tipo sela apresentam na própria nomenclatura a descrição de seu formato geométrico (BOX e DRAPER, 2007). Pode-se utilizar gráficos de contorno para representar superfícies

de resposta no plano, explorando-se a relação entre 3 variáveis, sendo duas nas escalas dos eixos  $x$  e  $y$  do gráfico e outra por valores das respostas representados por contornos. O contorno possibilita representar no plano os valores das variáveis de entrada que atingirão o ponto ótimo. As superfícies dessas funções, em conjunto com os gráficos de contorno associados, são ilustradas conforme Figura 2.10.

Figura 2.10 – Formato de superfícies e gráficos de contornos (a) Concava; (b) convexa; (c) formato de sela.



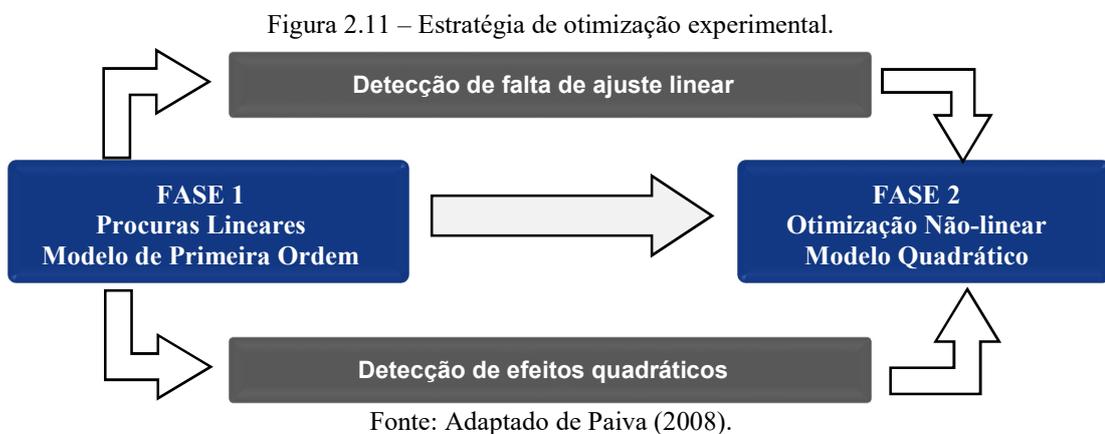
Fonte: Adaptado de Pereira (2011).

## 2.4 Otimização de múltiplas respostas

Estabelecer uma condição ótima para operação de um processo que o viabilize ou produza resultados com melhorias significativas, é o objetivo fundamental da metodologia de superfície de resposta. Para atingir tais resultados, diversos algoritmos de modelagem são empregados para estabelecer funções de transferência entre os dados e as variáveis de controle experimentais, viabilizando a determinação do ponto de ótimo (PAIVA, 2008).

O objetivo principal da otimização de um processo é encontrar condições de operação para maximizar (ou minimizar) a resposta de interesse. Segundo Montgomery (2005), em um experimento de caracterização pretende-se definir quais variáveis do processo apresentam efeito sobre a resposta, objetivando-se determinar as regiões dos fatores selecionados que levam à melhor resposta possível.

Segundo Box e Wilson (1951), otimização experimental de sistemas com uma única variável de resposta deve ser conduzida em duas fases. A primeira deve consistir de uma sequência de procura linear na direção da máxima otimização. Esta procura continua até que haja evidência de que a direção escolhida não resulta em melhorias adicionais para o modelo, ou, enquanto não houver evidências de falta de ajuste para o modelo de primeira ordem. Caso seja identificada falta de ajuste no modelo de primeira ordem, inicia-se a segunda fase (PAIVA, 2008; SEVERINO, 2011). Esta estratégia experimental de otimização é apresentada na Figura 2.11.



Quando um experimento é planejado para um processo com pouco conhecimento a respeito, tem-se a possibilidade de que as condições iniciais estejam muito distantes da real região de ótimo.

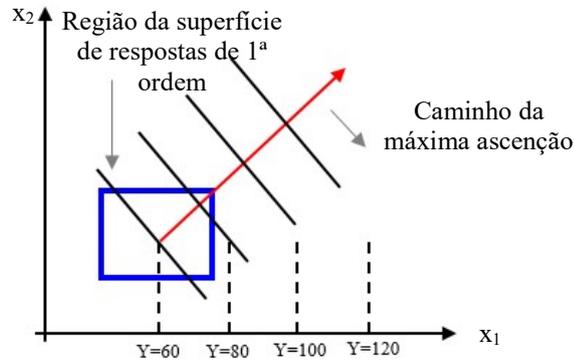
O objetivo da experimentação é manter-se ao longo da direção de máxima ascensão (*Path of Steepest Ascent*) até que a resposta do experimento não obtenha melhorias adicionais. Neste ponto, um novo experimento fatorial com pontos centrais deve ser aplicado para se determinar a nova direção.

Este processo deve ser repetido até que alguma curvatura seja detectada. A curvatura ou falta de ajuste considerável do modelo linear indica que os parâmetros do experimento estão próximos da região de máximo (PAIVA, 2006). Segundo Lin e Chou (2002), deve-se observar dois itens importantes na Fase 1: determinar a direção de busca e qual o tamanho do passo para conduzir o experimento para região de ótimo.

De acordo com Forster e Barthe (1990), o método do vetor gradiente indica em qual direção, a resposta cresce mais rapidamente, conforme Figura 2.12. A direção deste vetor é paralela a uma reta normal traçada sobre as superfícies de respostas ajustadas, passando na parte central da região de interesse, a partir do modelo ajustado de primeira ordem. Assim, o

comprimento dos passos ao longo desse caminho de melhoria do vetor é proporcional aos coeficientes de regressão.

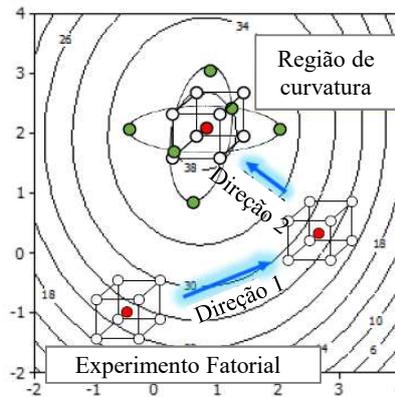
Figura 2.12 – Método do vetor gradiente.



Fonte: Adaptado de Severino (2011).

A Figura 2.13 ilustra um ponto estacionário genérico obtido por múltiplas interações em direção ao ponto de ótimo.

Figura 2.13 – Visão esquemática do processo de identificação de curvatura.



Fonte: Adaptado de Oliveira (2018).

De acordo com MYERS *et al.* (2016), em grande parte dos produtos e processos, a qualidade não pode ser avaliada utilizando-se apenas uma característica funcional do produto. A análise individual de um experimento com múltiplas respostas pode conduzir a análises univariadas a conclusões sem sentido para um processo (KHURI e CORNELL, 1996).

Segundo Paiva (2008), a maioria das pesquisas em otimização que utilizam alguma metodologia experimental para múltiplas respostas, trata as respostas de forma isolada na fase de elaboração dos modelos de regressão. Este processo pode não ser eficiente, especialmente se as respostas tiverem forte correlação.

## 2.5 Gradiente Reduzido Generalizado (GRG)

A discussão até esta seção abordou os aspectos para gerar as funções objetivo e do sistema de otimização. Para se encontrar uma solução viável ao resolver problemas de otimização não-lineares (*Nonlinear Problem – NLP*), diferentes métodos conhecidos podem ser utilizados, sendo o algoritmo Gradiente Reduzido Generalizado (*Generalized Reduced Gradient - GRG*) o mais aplicado. De acordo com Köksoy (2008), um problema de múltiplas respostas frequentemente é formulado como sendo um problema de otimização com restrições. De modo geral, uma resposta é definida como a “resposta primária”, que será otimizada, sujeita às demais respostas, denominadas “respostas secundárias”, como restrições.

Segundo Köksoy e Doganaksoy (2003), o GRG é um método robusto para otimização não-linear restrita, sendo apropriado para resolução de variados problemas na engenharia. Este algoritmo é amplamente utilizado por estar disponível na ferramenta *Solver*, que é um suplemento do *software* Microsoft Excel®.

O GRG é conhecido como um método da direção viável, de acordo com Luenberger e Ye (2008), apresenta três vantagens significantes: se o processo termina antes da confirmação do ótimo, a última resposta encontrada é viável e provavelmente próximo do ótimo; se o método gera uma sequência de respostas convergente, o ponto limite garante, pelo menos, um mínimo local; não depende de convexidade.

O método apresenta como característica essencial proporcionar uma adequada convergência global, principalmente quando inicializado suficientemente próximo da solução (LASDON *et al.*, 1978). A expressão “gradiente reduzido” vem da substituição das restrições na função objetivo, o que reduz o número de variáveis e acarreta na redução de gradientes (NASH e SOFER, 1996; PAIVA *et al.*, 2007). De acordo com Lasdon *et al.* (1978), uma representação geral para a programação não-linear pode ser descrita conforme Equação 2.14.

$$\begin{aligned}
 & \text{Minimizar} && f(x) \\
 & \text{Sujeito a:} && g_i(x) = 0, \quad i = 1, \dots, m \\
 & && l_j \leq x_j \leq u_j, \quad j = 1, \dots, n
 \end{aligned}
 \tag{2.14}$$

Onde:  $f$  a função objetivo,  $g_i$  as restrições,  $x$  é um vetor com  $n$  variáveis de processo ( $x_1, x_2, \dots, x_n$ ) com limite inferior  $l_j$  e limite superior  $u_j$ . Caso as formulações apresentem

inequações de restrição, o algoritmo deverá convertê-las em equações de restrição pela adição de variáveis de folga.

O modelo geral para o GRG é baseado na conversão das restrições do problema para uma irrestrrição, utilizando substituição direta. Dessa forma, segundo Lasdon *et al.* (1978), Chen e Fan (2002), os vetores das variáveis de processo  $x$  pode ser dividido em dois subvetores  $x^B$  e  $x^N$ , para reescrever o problema NLP de maneira reduzida conforme Equação 2.15.

$$\begin{aligned} \text{Minimizar } F(x) &= f[x^B(x^N), x^N] \\ \text{Sujeito a: } & l_N \leq x^N \leq u_N \end{aligned} \quad (2.15)$$

Onde:  $x^B$  é o vetor de variáveis básicas  $m$ ,  $x^N$  é o vetor de variáveis não-básicas  $n - m$ , o vetor  $x^N$  apresenta limite inferior  $l_N$  e limite superior  $u_N$ .

O algoritmo GRG define uma direção de movimento para otimização da função objetivo após inicializar-se com um ponto viável  $x^k$ . Esta direção de movimento é obtida pelo gradiente reduzido conforme Equação 2.16.

$$r^k(x_N) = \left[ \frac{\partial f^k}{\partial x_N^k} \right]^T - \left[ \frac{\partial f^k}{\partial x_B^k} \right]^T \left[ \frac{\partial g^k}{\partial x_B^k} \right]^{-1} \left[ \frac{\partial g^k}{\partial x_N^k} \right] \quad (2.16)$$

A busca do ponto ótimo do algoritmo é interrompida quando a magnitude do gradiente reduzido atinge o valor do erro desejado. Caso contrário, uma nova busca é realizada para localizar um novo ponto na direção do gradiente reduzido. Este procedimento é executado até que a melhor solução viável seja encontrada (LASDON *et al.*, 1978).

## 2.6 Minério de Ferro

O ferro (Fe) é o quarto elemento químico mais abundante na crosta terrestre, precedido por oxigênio, silício e alumínio, sendo o segundo metal mais presente, depois do alumínio (SALES, 2012). De acordo com Cristie e Brathwaite *et al.* (1997), o ferro tem densidade específica de  $7,87 \text{ g/cm}^3$ , sob a forma metálica é dúctil e maleável, apresenta condutividade elétrica fraca, ocupa cerca de 5% da crosta terrestre, ocorrendo em diversas classes minerais.

Grande parte das rochas e solos contêm, pelo menos, traços do elemento ferro, sendo a maioria presente na forma de  $\text{Fe}^{2+}$ , que é rapidamente oxidada na superfície para  $\text{Fe}^{3+}$  (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

Dentre as diversas variações, poucas classes minerais constituem o minério de ferro, ocorrendo na forma de óxidos, hidróxidos, carbonatos, sulfetos e em associação com outros minerais. Segundo Wolff (2009), a designação óxidos de ferro engloba os óxidos, hidróxidos e oxihidróxidos de ferro.

As estimativas dos recursos mundiais de minério de ferro são superiores a 800 bilhões de toneladas, apresentando acima de 230 bilhões de toneladas de ferro contido (TUCK, 2015). O Brasil ocupa uma posição mundial de destaque como detentor de reservas que apresentam teor de ferro médio de 56,1%, grande parte localizadas nos estados de Minas Gerais (Quadrilátero Ferrífero), Pará (Carajás) e Mato Grosso do Sul (LIMA, 2010). Com relação ao minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero, segundo Takehara (2004), tem-se dois principais grupos de rochas explorados: um, formado por minérios itabiríticos, caracterizados pelo baixo teor de ferro (entre 25 e 60% de ferro); e outro, por minérios de hematita com alto teor.

Quanto ao valor econômico, são considerados minério de ferro diversas rochas que contêm minerais tecnicamente exploráveis, ou seja, explorável economicamente em função do recurso natural referente ao teor de ferro contido (MAPA, 2006). O minério de ferro apresenta grande importância na economia mundial, pois é o principal insumo na indústria siderúrgica para a fabricação de aço, cerca de 99% do minério de ferro explorado é utilizado para este fim (QUARESMA, 2001).

De acordo com Matos (2017), a produção do aço utiliza diferentes fontes de cargas metálicas, podendo ser naturais (minérios granulados), processadas (sinter e pelotas) ou recicladas (sucatas). Segundo Silva (2011), o desenvolvimento de processos de aglomeração possibilitou agregar valor econômico aos finos de minério de ferro, quando processados sob a forma de sinter (*sinter feed*) e pelota (*pellet feed*) para uso em altos fornos ou fornos elétricos de redução direta. Antes, este minério fino era considerado rejeito sem aplicação direta na indústria siderúrgica.

Os minerais de ferro mais utilizados na produção de aço são: hematita, magnetita, goethita, siderita, ilmenita e pirita (SILVA, 2016b). Destes, os três principais junto ao contaminante com maior ocorrência, o quartzo, são ilustrados conforme Figura 2.14.

Figura 2.14 – Hematita, goethita, magnetita e quartzo.



Fonte: Adaptado de Ferreira (2013).

A hematita é o mineral de ferro mais abundante, sendo distribuída em rochas de todas as idades e formas, ocorrendo como mineral primário associado a depósitos de veios, rochas ígneas, metamórficas e sedimentares (AGUIAR, 2014). Em termos químicos, segundo Dana (1974), é considerada como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  puro, com 69,94% de ferro e 30,06% de oxigênio, embora possam existir pequenas quantidades de *Mn* (Manganês) e *Ti* (titânio).

O quartzo é o principal mineral de ganga presente nos minérios ricos, com teor de Fe acima de 60%, sendo encontrado em uma grande variedade de ambientes geológicos. Em termos químicos, o quartzo é considerado como  $\text{SiO}_2$  puro com 46,7% de silício e 53,3% de oxigênio (DANA, 1974).

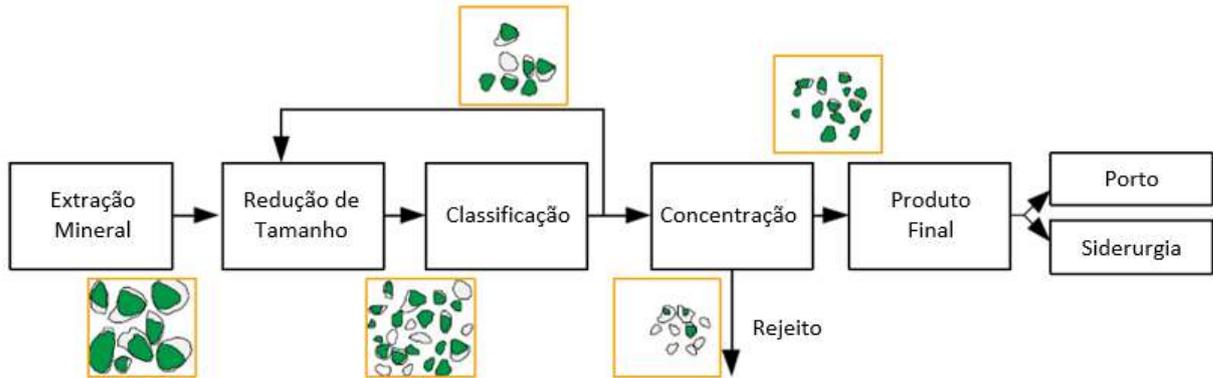
Além do quartzo, a análise das impurezas mais comuns, como alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ), óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ), fósforo (P), manganês (Mn) e óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ), junto à perda por calcinação (PPC), fornecem informações qualitativas de grande relevância, pois a presença de óxidos metálicos em meio aquoso gera a formação de hidroxicomplexos, cuja carga iônica prejudica o processo de flotação. A influência da PPC se dá no estado de agregação e dispersão das partículas na polpa durante a concentração e nos processos de separação sólido-líquido.

## 2.7 Tratamento de Minérios

O tratamento de minérios é o conjunto de operações e técnicas necessárias para selecionar as partículas de acordo com suas propriedades físicas ou químicas, capazes de adequar a granulometria do mineral-minério de interesse e/ou concentrá-lo, aumentando-se o teor do mineral útil para obter um produto comercializável e reduzindo o teor dos minerais contaminantes (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006). Dentre estas operações incluem-se extração mineral, fragmentação, separação por tamanho, concentração, separação sólido/líquido e operações auxiliares.

De acordo com Sbárbaro e Villar (2010), a sequência das principais macro etapas para o beneficiamento mineral associado à evolução da granulometria e a liberação do mineral-minério é ilustrado conforme Figura 2.15.

Figura 2.15 – Principais operações de uma planta de concentração mineral.



Fonte: Adaptado de Sbárbaro e Villar (2009).

De forma sintetizada, essas etapas são descritas como:

- **Extração mineral:** processo de extrair dos fragmentos rochosos em minas a céu aberto ou subterrânea, após as etapas de perfuração e desmonte da rocha. Este minério bruto que alimenta a primeira etapa da cominuição no tratamento de minério é denominado ROM (*Run-of-mine*);
- **Redução de tamanho:** processo de fragmentação da rocha, ou cominuição, por britagem ou moagem, resultando em rochas de menor granulometria, com maior superfície específica e maior grau de liberação do mineral-minério;
- **Classificação:** processo de separação por tamanho realizado por peneiras e ciclones, onde as partículas de maior granulometria normalmente retornam à etapa de cominuição para serem britadas novamente ou remoídas até atingirem a granulometria adequada à etapa de concentração;
- **Concentração:** processo de enriquecimento mineral com o objetivo de aumentar o teor do mineral-minério e reduzir contaminantes. Dessa etapa, duas classes são geradas: o mineral-minério concentrado e o rejeito. A definição do tipo de concentração é realizada baseando-se nas diferentes características dos minerais, tais como peso específico, grau de hidrofobicidade e suscetibilidade magnética;

- **Manuseio do produto concentrado:** após a concentração, normalmente realizada por via úmida, caracterizada pela adição de água ao minério, o produto é direcionado a processos de separação sólido-líquido antes do fluxo para o produto final, com o objetivo de retirar a água para sua reutilização no processo, utilizando-se equipamentos como: filtros prensa, filtros horizontais, filtros verticais e espessadores. Outra alternativa é empilhar e aguardar a secagem natural por evaporação e escoamento.

### 2.7.1 Concentração de Minérios por Flotação

A concentração é a etapa do tratamento de minérios onde ocorre a separação da espécie útil, com alto valor econômico de interesse a ser concentrada (mineral-minério), da espécie não útil, de menor valor, que compõe o mineral de ganga a ser rejeitado (LUZ *et al.*, 2010).

Para minério bruto, que apresenta alto teor do mineral de interesse, não se necessita de processo de concentração, realizando-se, apenas a cominuição para adequar a granulometria. Já para a maior parte do minério explotado, o beneficiamento se faz necessário, utilizando-se processos de concentração como gravítica, magnética, eletrostática e por flotação.

Dentre estes processos, a flotação é utilizada industrialmente há mais de 100 anos para a concentração de diferentes classes de minerais (óxidos, sulfetos, carvão, ouro, diamante, platina, sais, entre outros). Trata-se do método mais seletivo para concentrar partículas com granulometria entre 0,250 e 0,010mm (HALL, 1996; LIMA, 2010).

A flotação é um processo de concentração aplicado a partículas sólidas que explora diferenças nas características de superfície das espécies minerais, tratando misturas heterogêneas de partículas suspensas em fase aquosa (polpa), nas quais se introduz uma fase gasosa (PERES *et al.*, 1980).

A concentração de minerais requer três requisitos fundamentais para a flotação de uma partícula (PERES e ARAÚJO, 2009; PERES *et al.*, 2012):

- 1) Liberabilidade: liberação dos grãos dos diferentes minerais constituintes do minério, ou seja, a exposição dos grãos do mineral de interesse, obtido nas operações de cominuição (britagem e moagem);
- 2) Diferenciabilidade: existência de propriedade diferenciadora entre os minerais, que é a base da seletividade do método de concentração a ser empregado;
- 3) Separabilidade dinâmica: relacionada aos equipamentos empregados no processo de concentração.

Segundo Wills e Napier-Munn (2006), a flotação é um processo complexo que engloba as fases sólida, líquida e gasosa, resultando em diversos subprocessos e interações.

Os fatores físicos e químicos regem a flotação. O arranjo da célula, hidrodinâmica, configuração dos bancos de flotação e componentes operacionais, tais como, taxa de alimentação, mineralogia, distribuição granulométrica e densidade de polpa, são fatores físicos. Já os químicos incluem a química de interface, a tensão interfacial e as cargas da superfície, que ocorrem nas três fases. A química da interface é conduzida pelos reagentes de flotação: coletores, depressores, espumantes, ativadores e modificadores de pH (BROD 2012; PERES *et al.*, 2002).

A interface é uma região espacial que apresenta uma de suas dimensões um pouco acima do tamanho das moléculas das espécies presentes, na ordem de alguns nanômetros. Esta região é importante pois ocorre a transição das propriedades entre duas fases. Cada fase apresenta composição química uniforme e propriedades físicas idênticas dentro de sua região. Após mudar de fase na interface, tem-se uma mudança gradual de propriedades (SALES, 2012). Tipos conhecidos de interfaces na flotação:

1. Sólido - Sólido: partícula mineral recoberta por lamas (*slimes coating*);
2. Sólido - Líquido: partícula mineral imersa em meio aquoso;
3. Sólido - Gás: partícula mineral envolvida por uma bolha de ar;
4. Líquido - Líquido: reagentes imiscíveis em água;
5. Líquido - Gás: película líquida que envolve a bolha de ar.

A flotação é um processo dependente das características químicas da polpa, grau de hidrofobicidade das partículas, hidrodinâmica do sistema e dispersão do gás (FLINT, 1973; LIMA, 2010). Para Li *et al.* (1993), os princípios básicos da flotação são divididos em:

1. Química de superfície
  - a) Interações;
  - b) Energia;
  - c) Adsorção em interfaces;
  - d) Molhabilidade natural de minerais;
  - e) Hidrofobização das superfícies minerais utilizando reagentes surfatantes.
2. Hidrodinâmica
  - a) Dispersão das bolhas de ar;
  - b) Suspensão de sólidos;
  - c) Colisão e adesão entre partículas minerais e bolhas de ar;

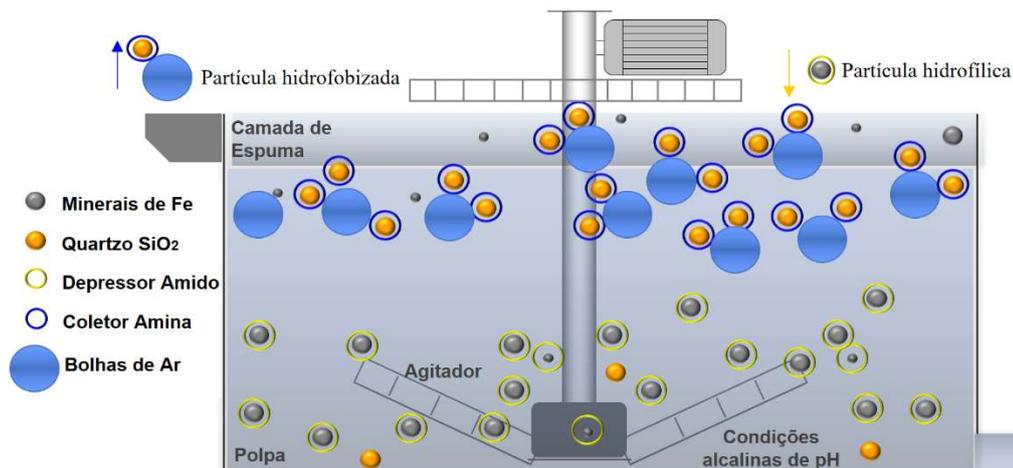
d) Estabilidade do agregado partícula-bolha.

Quanto à interação das moléculas contidas na polpa da flotação, os minerais representam a fase sólida e podem ser classificados como polares ou apolares, de acordo com suas características de superfície (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006). A água constitui a fase líquida, que apresenta moléculas com dipolo permanente de natureza polar. A fase gasosa é composta pelo ar, que apresenta moléculas apolares. A importância da polaridade relaciona-se à afinidade entre substâncias, ambas polares ou apolares, não havendo, geralmente, afinidade entre uma substância polar e outra apolar (PERES *et al.*, 1980).

A forças de atração entre as moléculas de um estado líquido podem ser utilizadas para explicar os fenômenos da tensão superficial e tensão interfacial. Mecanicamente, pode-se definir a tensão superficial como o trabalho necessário para aumentar a superfície em uma unidade de área por um processo isotérmico e reversível. Já quimicamente, a resistência à interação entre fases distintas é denominada tensão interfacial (SALES, 2012).

Minerais que apresentam superfície apolar são denominados hidrofóbicos (afinidade pelo ar), enquanto as partículas hidrofílicas (afinidade por água) apresentam superfície polar (BALTAR, 2008). As bolhas de ar introduzidas na polpa no processo de flotação promovem o carregamento das partículas hidrofóbicas até a camada de espuma, enquanto as hidrofílicas continuam em suspensão e direcionam-se para o afundando, conforme Figura 2.16.

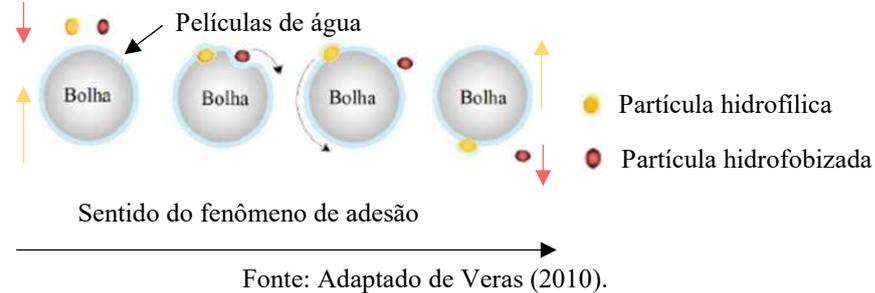
Figura 2.16 – Fenômeno de adesão bolha-partícula hidrofílica e hidrofobizada.



Fonte: Adaptado de Lima e Marques (2019).

Durante o processo de flotação, as partículas hidrofílicas colidem com as bolhas, mas não se fixam na interface, enquanto as partículas hidrofobizadas colidem e aderem espontaneamente (VERAS, 2010, FERNANDES 2017), conforme ilustrado na Figura 2.17.

Figura 2.17 – Fenômeno de adesão bolha-partícula hidrofílica e hidrofobizada.



De acordo com Rocha (2017), poucos minerais apresentam superfície naturalmente hidrofóbica. Essa condição poderia limitar o uso da flotação, entretanto, minerais naturalmente hidrofílicos podem tornar-se hidrofóbicos, ou vice-versa, em função da adsorção de reagentes que alteram a condição superficial e propiciam a seletividade no processo de flotação. Esta propriedade diferenciadora da flotação é denominada grau de hidrofobicidade das partículas, que pode ser natural ou induzida. A seletividade do processo de flotação se baseia na diferença de hidrofobicidade das diferentes espécies minerais (ARAÚJO *et al.*, 2005).

O grau de hidrofobicidade nos sólidos é identificado pelo ângulo de contato ( $\theta$ ) ou molhabilidade. Este ângulo depende da tensão superficial nas interfaces sólido/gás, líquido/gás e sólido/líquido, e é formado quando a contração ou espalhamento de uma gota de água, na superfície do sólido, é exposto ao ar.

A adsorção é o processo de concentração em uma interface, geralmente sólido/líquido, que ocorre utilizando-se reagentes surfatantes para adsorverem na superfície destes minerais. Surfatantes são compostos orgânicos que contêm um grupo polar hidrofílico e um grupo apolar hidrofóbico. Após a adsorção dos reagentes nas interfaces envolvidas ocorre a fixação seletiva de partículas à bolha de ar e subsequente transporte do agregado partícula-bolha da polpa até a espuma (LASKOWSKI, 1974).

Na flotação, definem-se como reagentes quaisquer substâncias orgânicas ou inorgânicas que apresentem a função de controlar as características das interfaces envolvidas no processo.

Segundo Bulatovic (2007), os reagentes são muito importantes no processo de flotação, sendo classificados, conforme função específica que exercem, em coletores, espumantes e modificadores ou reguladores. Necessita-se dispor de estudos para sua seleção e ajustes, pois apresentam alto custo operacional e são imprescindíveis para a seletividade do processo. O

aumento de produtividade na flotação gera demanda por reagentes de alto desempenho, custo atrativo, baixo consumo, fácil manipulação e alta disponibilidade no mercado.

Os coletores têm estrutura molecular característica que apresenta uma porção de natureza polar (iônica) e outra de natureza molecular (covalente). Os coletores formam uma camada hidrofóbica sobre a superfície de um determinado mineral, para então, permitir a fixação de bolhas de ar e sua recuperação na espuma. Na flotação é necessário aumentar as forças atrativas ou diminuir as forças de ruptura para aumentar a estabilidade do agregado partícula-bolha, utilizando-se coletores seletivos com uma dosagem adequada.

Os espumantes são compostos que reduzem a tensão superficial da água e têm capacidade de se adsorver na interface ar-água, aumentando a resistência da película da bolha, garantindo a formação de uma espuma estável e melhor fixação de partículas hidrofóbicas. Os espumantes contribuem para manter as bolhas de ar dispersas e evitam a coalescência, fenômeno que ocorre no contato entre duas bolhas de tamanhos diferentes, ocasionando a passagem de ar da bolha menor para maior, gerando bolhas maiores, reduzindo-se a tensão superficial, conseqüentemente, diminuindo a probabilidade de colisão bolha-partícula. Leja e He (1984) destacaram a atuação dos espumantes na redução da repulsão eletrostática entre bolhas e partículas carregadas com mesma carga, resultado da ação de polarização do surfatante. Dessa forma, estes reagentes, utilizados para garantir a estabilização da espuma, podem ter função de coletores.

Os modificadores ou reguladores apresentam funções distintas quando comparados aos coletores e espumantes, as quais são bem definidas. Dentre estas funções têm-se: modulador do pH, regulando-se a composição iônica da polpa para aumentar a interação dos demais reagentes com a partícula desejada; ativador, que atua na superfície da partícula mineral propiciando-se condições para a interação deste mineral com o coletor; depressor, reduzindo-se a condição de hidrofobização ou tornando-se as partículas hidrofílicas, impedindo a ação do coletor nas partículas que não devem ser flotadas; e controlador do estado de agregação da polpa, como os dispersantes, coagulantes e floculantes (PERES e ARAÚJO, 2009; ROCHA, 2017).

Quanto aos depressores, são utilizados para aumentar a seletividade do processo de flotação. Apresentam a função de bloquear ou blindar a superfície mineral, evitando a adsorção dos coletores e tornam hidrofílicos minerais naturalmente hidrofóbicos (BALTAR, 2008).

Com relação ao tamanho máximo da partícula de minério para alimentar um sistema de flotação pode ser fixado pelo tamanho de liberação dos grãos do mineral que se deseja flotar. A liberação é a relação dos minerais que se encontram livres de associação com outros minerais em relação ao total de minerais. É importante avaliar se há superfície exposta suficiente do mineral a ser coletado que consiga interagir com a partícula. Caso a granulometria de liberação seja maior que aquela que possibilite o transporte das partículas pelas bolhas de ar, esse fator passa a governar o tamanho máximo na alimentação (LEJA, 1982; PERES e ARAÚJO, 2009).

A flotação de minerais que não estejam totalmente liberados dos demais que compõem a polpa pode ocorrer desde que uma porcentagem da fase de interesse esteja na superfície da partícula determinada como mista. Nesse caso, o processo não será completamente seletivo e, pode ser necessário um novo estágio de flotação e/ou nova etapa de cominuição. No entanto, para partículas a serem flotadas totalmente liberadas, utilizando-se equipamento de flotação com capacidade para garantir a suspensão das partículas e boa aeração da polpa, necessita-se promover diferentes características de superfícies entre as partículas de minerais úteis e ganga (REIS, 2015).

Segundo Ahmed e Jameson (1989), a eficiência da coleta e transporte de partículas é influenciada pelo tamanho de bolha e sua distribuição: quanto menor o tamanho da bolha, maior será sua eficiência na coleta. Já a eficiência de partículas grossas na flotação é influenciada pela dificuldade de permanecer aderida à bolha ao longo da zona de coleta, apesar de apresentar capacidade de aderi-la (LIMA, 2010).

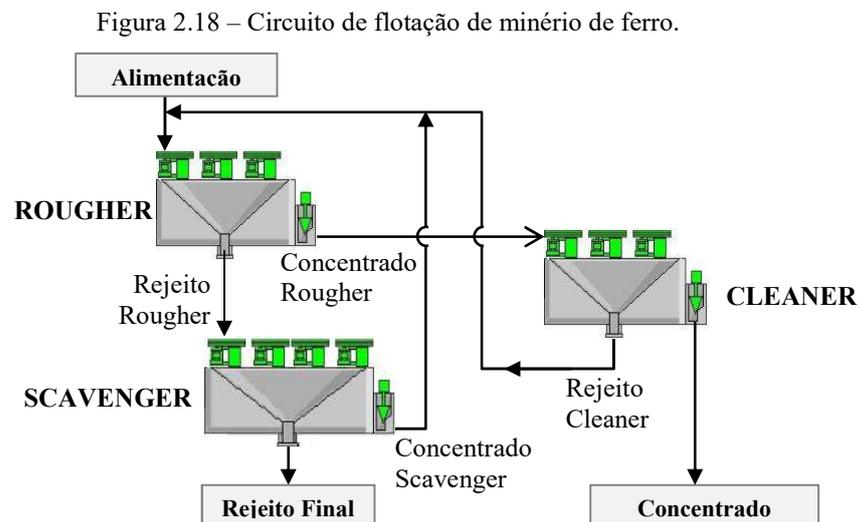
Quanto à estabilidade do agregado bolha-partícula, para a colisão da partícula com uma bolha, essa deve ter inércia suficiente para resistir à tendência de seguir as linhas de corrente ao redor da bolha e alcançar sua superfície (LIMA, 2010).

Segundo Wills e Napier-Munn (2006), a flotação pode ser classificada quanto à rota em dois tipos: o primeiro, flotação direta: mineral-minério é transferido à espuma e corresponde à fração que flota, enquanto a ganga deposita na polpa ou rejeito, como por exemplo: flotação de minérios de zinco, cobre e chumbo; o segundo, flotação reversa: na qual a ganga é separada na fração que é flotada, sendo retirada na fase de espuma, como por exemplo, a flotação de minério de ferro na maioria das unidades de concentração no Brasil.

A flotação é realizada em grande parte das usinas em células mecânicas de flotação (flotação convencional), que são equipamentos onde, em consequência do movimento rotacional de um rotor suspenso, geram uma pressão negativa, ocasionando-se um fluxo

ascendente de polpa para promover a ocorrência do contato da suspensão de sólidos, dispersão de gás e contato de bolhas de partículas na polpa (BALTAR, 2008).

Quanto ao arranjo físico dos circuitos de flotação, estes são divididos em etapas devido à dificuldade de se obter a eficiência esperada em apenas uma. A Figura 2.18 ilustra um arranjo de circuito com as etapas da flotação: *rougher*, que é caracterizada por altas recuperações e baixos teores; *cleaner*, denominada etapa de limpeza, por adequar o teor de ganga ao especificado para o produto ou concentrado final; e, *scavenger*: que possibilita a recuperação adicional do mineral de interesse proveniente da etapa anterior e apresenta o fluxo do rejeito final. Este circuito com 3 etapas é opcional, entretanto, utilizam-se mais estágios conforme necessidade (LUZ *et al.*, 2010).



Fonte: Adaptado de Luz *et al.* (2010).

## 2.8 Flotação Catiônica Reversa de Quartzo

O processo de concentração de minério de ferro por flotação pode ser realizado por diferentes rotas de flotação: catiônica reversa do quartzo, aniônica direta de minerais de ferro e aniônica reversa de quartzo ativado (ARAÚJO *et al.*, 2005; FILIPPOV *et al.*, 2014; MATOS, 2017).

A seleção do método mais adequado para concentração de minério de ferro é estabelecida pelo estudo de diversos parâmetros, sendo importante avaliar a mineralogia dos minerais de ferro e de ganga (ARAÚJO *et al.*, 2003). A principal ocorrência de concentração de óxidos de ferro é por flotação de quartzo, que tem sido amplamente utilizado nas últimas

décadas devido à redução das jazidas com elevados teores de ferro e necessidade de concentração de minérios finos, em contrapartida da demanda de teores metálicos elevados de ferro (Fe) associado à presença reduzida de contaminantes, principalmente sílica ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e fósforo (ARAÚJO *et al.*, 2003). A presença de íons dissolvidos de contaminantes na polpa pode influenciar no sistema de flotação, ocasionando efeitos indesejáveis, como redução da recuperação do mineral útil e perda de qualidade do produto (ROCHA, 2017).

Esta pesquisa restringe-se a utilizar a flotação catiônica reversa de quartzo, que é a etapa mais comum do processo de concentração de minério de ferro no Brasil, indicada para ganga que apresenta o quartzo liberado para um fluxo de partículas inferiores a 0,150mm. Os teores e granulometrias destas partículas devem atender a curvas específicas e padronizadas do processo de pelotização com o propósito de produzir um concentrado final denominado industrialmente de *pellet feed* (ARAÚJO *et al.*, 2003).

Durante o processo de flotação, partículas de rejeito incluindo  $\text{SiO}_2$ , são tornadas hidrofóbicas e flotadas, sendo recuperadas por espuma para o fluxo de *overflow* pela adição do coletor amina em condições alcalinas, enquanto o minério portador de ferro permanece na fase de polpa e é deprimido para a parte inferior por injeção do depressor amido para o fluxo do concentrado (LIMA *et al.*, 2016).

Na flotação de quartzo, a seletividade do processo requer a utilização de modificadores para manter o pH da flotação entre 9,00 e 10,50 (MAMEDE, 2016). Desta forma, torna-se indispensável o conhecimento de características das espécies minerais, dentre elas as propriedades de superfície, que afetam a dinâmica e a seletividade dos reagentes de flotação. Superfícies de diferentes espécies minerais podem apresentar distintos graus de hidrofobicidade.

Quanto à eficiência da flotação catiônica reversa de quartzo, avalia-se o teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado e a recuperação metálica de ferro.

A maior ocorrência de flotação de minério de ferro é em circuitos de células mecânicas, colunas ou combinação das duas. A maior parte das células mecânicas empregadas são sub-aeradas, com ou sem injeção de ar, incluindo as células tipo *tank cell* (SAFARI *et al.*, 2017).

Com relação ao aspecto da cor da espuma nos estágios da flotação de minério de ferro é apresentado conforme Figura 2.19. Observa-se uma cor na tonalidade cinza escura na etapa *cleaner*, em função da maior concentração de teor de Fe, enquanto no estágio *scavenger* apresenta uma tonalidade marrom, devido ao alto teor de  $\text{SiO}_2$  e baixo de Fe.

Figura 2.19 – Aspectos da espuma na flotação de minério de ferro nas etapas (a) *rougher*, (b) *cleaner*; (c) *scavenger*.



Fonte: Autoria própria (2019).

### 2.8.1 Reagentes da Flotação de Minério de Ferro

Na flotação de minério de ferro, a qualidade do concentrado está associada a dosagens controladas e otimizadas dos reagentes empregados. São comumente manipulados nas aplicações três parâmetros de controle de processo: dosagem do modificador depressor amido, dosagem do coletor amina e modificador do pH da flotação (ARAÚJO *et al.*, 2006).

A flotação seletiva de quartzo é possível com o emprego de amido e amina em concentrações adequadas. O pH é controlado pela adição de soluções básicas para aumentar o pH e/ou de substâncias que geram soluções ácidas para reduzi-lo.

Na flotação do quartzo, as aminas tendem a ser induzidas eletrostaticamente, inclusive, às superfícies dos minerais de ferro, devido ao seu mecanismo de adsorção. Assim, o depressor amido deve ser adicionado antes da amina para inibir a ação do coletor de tornar hidrofóbicas as superfícies dos minerais que não devem ser flotados. Desta forma, as superfícies dos óxidos de ferro permanecem hidrofílicas e o processo se torna mais seletivo.

De acordo com Sales (2012), a densidade de adsorção da amina sobre a superfície do quartzo é maior que a densidade sobre a superfície da hematita para pH de 10,5. A quantidade de amina que se adsorve na superfície da hematita anteriormente adsorvida de amido, não é suficiente para torná-la hidrofóbica. O raciocínio é análogo quando ocorrer a adsorção de amido sobre a superfície do quartzo, ou seja, após sofrer adsorção prévia de amina, o quartzo não apresentará caráter hidrofílico. Dessa forma, a relação entre a dosagem de amido e amina é importante, pois o amido atua como depressor ao adsorver-se nas partículas de hematita e, em menor grau, no quartzo. Na prática industrial utilizam-se relações amido/amina entre 3:1 e 8:1 (AGUIAR, 2014).

O amido é um polímero natural formado por moléculas de glicose com função de modificador para inibir a ação do coletor amina e hidrofilar a superfície dos minerais das

partículas de ferro que se destinam ao fluxo do afundado (PERES e ARAÚJO, 2009). Utiliza-se, no Brasil, predominantemente, o amido de milho como depressor de hematitas na flotação catiônica reversa de quartzo. Este é gelatinizado pela adição da solução de soda cáustica (NaOH) antes de ser dosado no processo de flotação.

A seletividade e eficiência do amido como depressor variam conforme a fonte vegetal, tamanho da cadeia, presença de eletrólitos, pH da polpa, grau de ramificação e modo de preparação (LIU e LASKOWSKI, 1989). O cálculo da dosagem de amido é realizado considerando-se a massa de minério que alimenta o processo em questão. A dosagem ocorre comumente em etapa única, podendo ocorrer de forma estagiada.

A amina é o coletor mais utilizado no processo de flotação de minério de ferro e tem a função de modificar a superfície do mineral de quartzo, de hidrofílico para hidrofóbico, tornando-a com afinidade pelo ar. O tipo de amina mais utilizada industrialmente são as eteraminas, que apresentam um grupo hidrofílico extra que confere ao reagente maior solubilidade, facilita o acesso à interface sólido-líquido e líquido-gás, aumenta a elasticidade do filme líquido em volta da bolha e afeta o momento de dipolo da cabeça polar, reduzindo o tempo de reorientação dos dipolos (TURRER, 2007).

O caráter de espumante da amina na flotação de minério de ferro é atribuído à sua espécie molecular, que confere elasticidade à película interlamelar na espuma, aumentando a seletividade da separação. No momento da adesão partícula-bolha ocorre a interpenetração entre as espécies coletor e espumante, fazendo com que, também as espécies com papel espumante, permaneçam adsorvidas ao quartzo (RAO, 2004; BALTAR, 2008; ROCHA, 2017). O processo de dosagem de amina ocorre em função do teor de SiO<sub>2</sub> do minério a ser flotado, quantidade de lamelas e características mineralógicas do minério na alimentação.

O pH mede a acidez ou alcalinidade do meio, mensurando-se a relação entre os íons H<sup>+</sup> e OH<sup>-</sup> contidos nas soluções aquosas. O controle do pH interfere, tanto na carga elétrica na superfície do minério, quanto no desempenho dos reagentes. Ele pode ser controlado pela adição de soluções básicas, como soda cáustica (NaOH) e/ou substâncias que geram soluções ácidas, como o CO<sub>2</sub> líquido (SALES, 2012). O NaOH é o principal regulador de pH utilizado industrialmente para minério de ferro e tem a função de elevar o pH para os patamares adequados.

Na flotação do quartzo o pH tem a função de governar a dissociação e hidrólise dos reagentes coletores, pois, é neste intervalo que a amina se encontra 50,0% dissociada,

apresentando-se com a função coletora e espumante, simultaneamente. O valor ótimo de pH para a melhor eficiência da flotação varia de acordo com o tipo do minério.

### **2.8.2 Influência da Granulometria na Flotação de Minério de Ferro**

Com relação ao tamanho das partículas, é fundamental que nas etapas anteriores à flotação, o minério seja fragmentado e separado para adequar à granulometria do fluxo, dado que a flotação de minério de ferro é uma técnica consolidada e eficiente para partículas minerais na faixa entre 0,150 a 0,010 mm (LIMA *et al.*, 2013).

O bom desempenho da classificação do minério na etapa de deslamagem, que antecede a flotação, possibilita obter melhor eficiência da separação, apesar de ocorrer, na deslamagem, perdas significativas de partículas de minério de ferro, junto às frações finas removidas (MAPA, 2006).

A fração < 0,010 mm é removida nos hidrociclones para reduzir a presença de finos e lamas; já o tamanho máximo é limitado em cerca de 5 a 10% da fração retida > 0,150 mm. O tamanho de partículas nestas frações prejudica a seletividade do processo devido a possíveis diferenças de comportamento em relação às propriedades, como hidrofobicidade, área superficial específica e peso (LIMA *et al.*, 2013).

Caso a granulometria do minério de ferro que alimenta um circuito de flotação esteja com percentuais significativos nas frações superiores ou inferiores do estabelecido para um circuito, pode resultar em problema de recuperação e/ou qualidade. Possíveis alternativas para evitar tais condições são apresentadas a seguir.

De acordo com Trahar (1981) e Schulze (1977), resultados de estudos para flotação de partículas grossas indicam que as mesmas forças responsáveis pela colisão e agregação entre partículas e bolhas podem romper a estabilidade do agregado. Segundo Lima (2010), para o minério de ferro, a eficiência de colisão e coleta cai drasticamente para partículas acima de 0,300mm.

A eficiência de flotação de partículas inferiores a 0,045mm foi objeto de estudos de Trahar (1981), Schulze (1984) e Lima (2010), os quais demonstraram que a dificuldade de recuperação destas partículas pode ser atribuída a fatores hidrodinâmicos e ao efeito da carga elétrica das partículas e das bolhas. O limite inferior da granulometria especificada para um circuito de flotação é definido em função do tamanho em que começam a ocorrer efeitos prejudiciais.

As perdas de seletividade e recuperação em massa na flotação resultam-se do efeito prejudicial provocado pela presença de lamas, que pode gerar um fenômeno comum conhecido como “*slimes coating*”, que é o recobrimento da superfície de um mineral por lamas de outras espécies, alterando suas características superficiais. Segundo Peres (2010), esta condição pode alterar a rigidez da espuma, interferir no contato bolha-mineral, tornando-se pouco efetiva a atuação dos reagentes, por suas interações com as lamas, que possuem áreas superficiais enormes, quando comparadas às das partículas do minério.

As plantas de flotação para minério de ferro têm empregado a segregação em 2 circuitos de flotação: finos e grossos. Esta estratégia possibilita melhor adequação das condições da polpa para dosagem de reagentes e percentual de sólidos, resultando em melhor eficiência (MARQUES, 2013).

### 2.8.3 Eficiência da Flotação

A eficiência da flotação é mensurada pela qualidade do teor do concentrado e recuperação da substância útil (MATOS, 2017). Como ambos são fatores metalúrgicos, a eficiência metalúrgica de qualquer operação de concentração pode ser expressa pela curva de recuperação que apresenta a relação inversa característica entre recuperação atingível e teor do mineral útil do concentrado (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006), conforme Figura 2.20.

Figura 2.20 – Curva típica de recuperação e teor.



Fonte: Adaptado de Wills e Napier-Munn (2006).

A melhor condição para otimizar um processo é mover toda a curva de recuperação e teor para um ponto mais alto, que acarreta em maximizar tanto teor quanto a recuperação, proporcionando-se melhor aproveitamento dos recursos, aumento da capacidade produtiva, redução na produção de rejeitos e maior flexibilidade operacional.

De acordo com Chaves (2002), para medir a eficiência da flotação, utilizam-se as principais relações conhecidas das variáveis de processo, em função de massas e teores para

calcular a Recuperação em massa ( $R_{mas}$ ), que representa a relação da massa do concentrado ou produto, em função da alimentada, e recuperação metálica ( $R_m$ ), conforme conjunto de Equações 2.17 a 2.20.

$$A = C + R \quad (2.17)$$

$$A \times a = C \times c + R \times r \quad (2.18)$$

$$R_{mas} = \frac{C}{A} 100 \quad (2.19)$$

$$R_m = \left( \frac{a - r}{c - r} \right) \times \left( \frac{c}{a} \right) 100 \quad (2.20)$$

Onde:  $A$  = massa da alimentação,  $C$  = massa do concentrado,  $R$  = massa do rejeito,  $a$  = teor da espécie útil na alimentação,  $c$  = teor da espécie útil no concentrado,  $r$  = teor da espécie útil no rejeito,  $R_{mas}$  = recuperação em massa e  $R_m$  = recuperação metálica da espécie útil.

Outra alternativa para cálculo da eficiência na flotação é avaliar a qualidade e produtividade, utilizando-se o Índice de Seletividade (IS), proposto por Gaudin (1939), conforme Equação 2.21 (SANTANA, 2012). Obtém-se comumente valores entre 4 e 40, onde, quanto maior o valor, melhor a produtividade.

$$IS = \sqrt{\frac{\%Fe_{concentrado} \times \%SiO_2_{rejeito}}{\%Fe_{rejeito} \times \%SiO_2_{concentrado}}} \quad (2.21)$$

Quanto aos fatores físicos, a alteração na disposição física das etapas, capacidade e quantidade de células de flotação do circuito, podem maximizar a eficiência do processo.

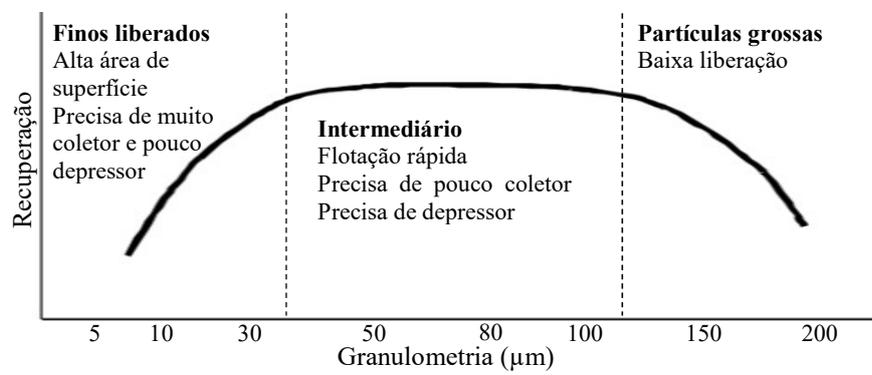
Com relação ao fator tamanho das partículas minerais, denominado granulometria, para representá-las em pesquisas no tratamento de minério, utilizam-se comumente a terminologia: (-0,150) ou <0,150mm: granulometria inferior a 0,150mm; (+0,044mm): granulometria superior a 0,044mm; (-0,150 + 0,044mm): granulometria entre 0,150mm e 0,044mm.

Há uma discordância entre autores quanto à terminologia da classificação do tamanho de partículas em meio aquoso, segundo Somasundaran (1980), ocorre da seguinte forma: partículas difíceis de separar por processos físicos de concentração, e cujo tamanho médio está compreendido entre 10 $\mu$ m e 100 $\mu$ m, são designadas como finos; são denominadas de

ultrafinos as partículas de difícil separação por processos convencionais de concentração, inclusive a flotação, e cujo tamanho médio está compreendido entre  $1\mu\text{m}$  e  $10\mu\text{m}$ ; abaixo de  $1\mu\text{m}$  colóides; a mistura de colóides e ultrafinos naturais é designada de lamas, que é caracterizada por apresentar sedimentação lenta.

Segundo Pease *et al.* (2005), a eficiência da recuperação na flotação também varia em função da granulometria dos minerais, observando-se uma redução de recuperação tanto para partículas ultrafinas, quanto para grossas, conforme Figura 2.21.

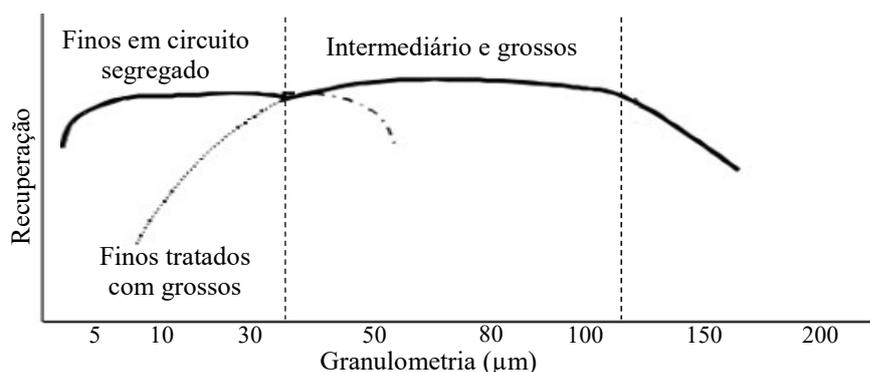
Figura 2.21 – Flotação convencional com baixa recuperação de fino.



Fonte: Adaptado de Pease (2005).

De acordo com Rao (2004), a etapa de transporte na flotação de partículas grossas é comprometida em função da ruptura do agregado partícula-bolha, devido ao tamanho, ao peso e à insuficiência de cobertura hidrofóbica das superfícies das partículas. Segundo Pease (2005), pesquisas concluíram que ao se concentrar frações granulométricas separadamente em circuitos de flotação de finos e grossos, possibilita-se aumentar a recuperação, quando comparado a um único circuito, conforme Figura 2.22.

Figura 2.22 – Recuperação de finos e grosso com segregação de circuitos.



Fonte: Adaptado de Pease (2005).

Com relação ao consumo de reagentes, como partículas finas apresentam maior área superficial específica ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ) que as partículas grossas, o consumo de coletor é muito maior por unidade de massa, para partículas finas (BAZIN *et al.*, 2001).

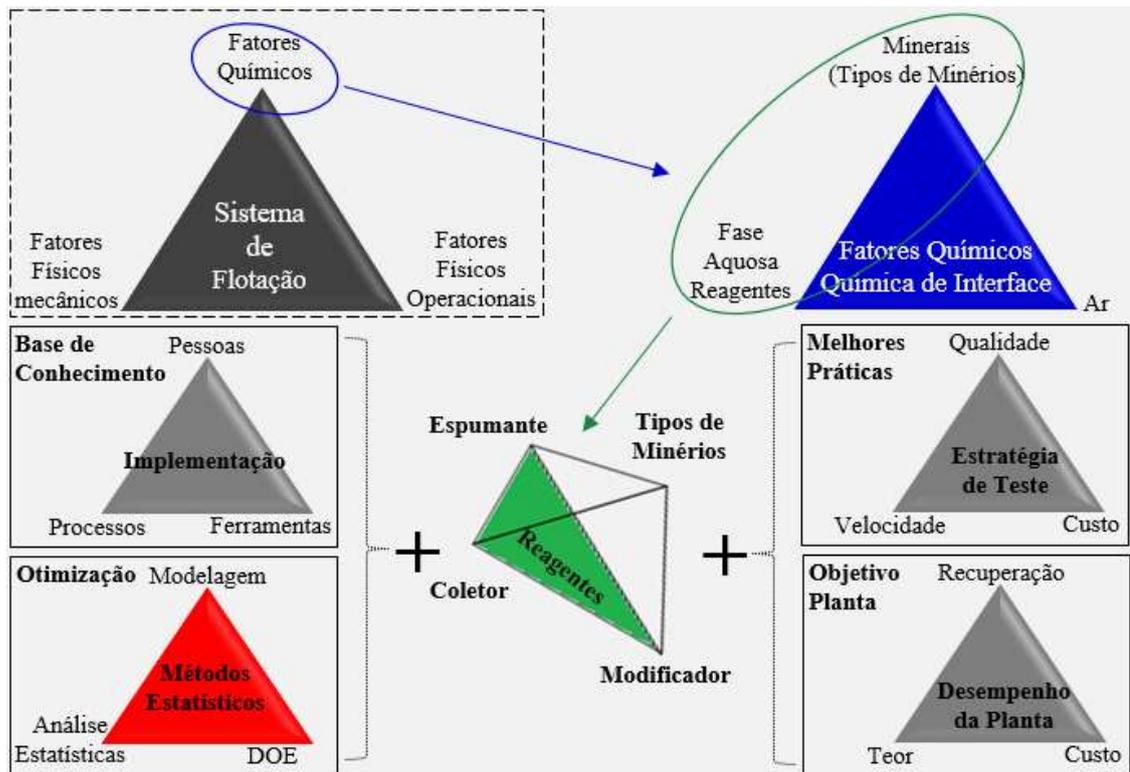
Outro fator importante a ser considerado para avaliar influência na eficiência da flotação, é a caracterização da amostra que alimenta a flotação. As características físicas, químicas e mineralógicas dos minerais, propiciam diferentes condições de ajustes de dosagem dos reagentes e valores de pH.

#### **2.8.4 Sistema de Flotação, Seleção de Reagentes e Otimização**

Um sistema de flotação tem sido representado sob a forma de um triângulo identificado por três importantes fatores do processo: químicos, físicos-mecânicos e físicos operacionais, que interagem influenciando o desempenho da flotação (NAGARAJ, 2005; KAWATRA, 2009; MATOS, 2017). Os fatores químicos incluem a química de interface entre as três fases do sistema de flotação: sólido, líquido e gasoso, influenciada pelos reagentes: coletores, espumantes e modificadores. Já os físicos incluem componentes físicos-mecânicos (como projeto da célula, hidrodinâmica, configuração do banco, controle da célula) e operacionais (taxa de alimentação, mineralogia, distribuição granulométrica, densidade da polpa).

Comparado aos fatores físico-mecânicos, modificações em químicos podem ser implementadas para resolução de problemas no processo com facilidade. Caso todos os fatores físicos estejam controlados, a variação de um parâmetro químico deve refletir em mudança na eficiência da flotação. Devido às restrições físico-mecânicas e operacionais, o *setup* dos reagentes para otimizar o desempenho da flotação depende de decisões operacionais, que podem variar em função do processamento de diferentes tipos de minério. Para representar os fatores químicos, considera-se como constante a composição da fase gasosa do ar no triângulo de fatores químicos e química de interface, revelando a interação dos reagentes: espumante, coletor e modificador com os tipos de minérios, representada por um tetraedro. Os tipos de minério apresentam constante variação devido à heterogeneidade dos teores nas frentes de lavras. Estas variáveis compõe a base para a seleção e avaliação dos reagentes da flotação e estão relacionadas às variáveis dos triângulos representados por melhores práticas, base de conhecimento e objetivos da planta. Esta abordagem do sistema de flotação representando o desdobramento dos fatores químicos devido à sua importância (NAGARAJ 2005; NAGARAJ e FARINATO, 2016), é ilustrada conforme Figura 2.23.

Figura 2.23 – Representação do sistema de flotação e otimização de reagentes.



Fonte: Adaptado de Nagaraj (2005).

O processo de seleção e otimização de reagentes ocorre em sua maioria em escala laboratorial, considerando-se a dificuldade de replicar fatores físicos das plantas. Utilizar projetos eficientes com foco nos aspectos químicos (reagentes e química da polpa) contribuem para identificar as melhores condições de processamento para cada tipo de minério. Incluem, também, a otimização com métodos estatísticos para lidar com a complexidade e a variabilidade dos dados experimentais (NAGARAJ e FARINATO, 2016).

## **3. Metodologia da Pesquisa**

### **3.1 Considerações iniciais**

Este capítulo contextualiza a metodologia de pesquisa abordada e etapas utilizadas para sua execução. De acordo com Barros e Lehfeld (2007), a metodologia é composta por procedimentos que envolvem a aplicação do método utilizado para atingir as soluções de um determinado problema, possibilitando a obtenção de informações objetivas e de relevância em uma área de estudo.

Para contemplar os aspectos citados, este capítulo é organizado em três partes. Nesta primeira, considerações sobre metodologia; a segunda é referente a uma contextualização quanto à classificação e às etapas do método de pesquisa utilizado; na terceira, são definidas as fases e técnicas utilizadas para aplicação da metodologia.

### **3.2 Método de pesquisa**

A pesquisa científica é classificada segundo alguns critérios, como: forma de abordar o problema, métodos utilizados, natureza e objetivos (TURRIONI e MELLO, 2012).

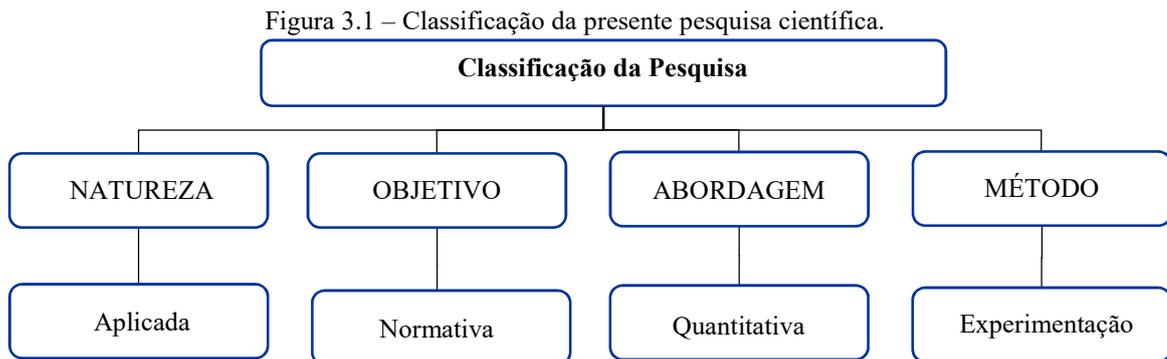
Para cumprir o objetivo geral desta pesquisa, a metodologia de pesquisa empregada segue uma abordagem “Quantitativa”, por considerar que o pesquisador pode obter as evidências de pesquisa ao mensurar as variáveis, classificando-as e analisando-as para testar as hipóteses deduzidas a partir de uma teoria existente (CRESWELL e CLARK, 2007). Esta pesquisa utiliza métodos estatísticos para a resolução do problema, ou seja, analisa dados de maneira quantitativa, utilizando-se as respostas dos diferentes cenários, gerando-se, na etapa final, uma condição ótima das variáveis de entrada para maximizar a resposta “recuperação metálica”.

Após definida a abordagem, adotou-se dentre os métodos de pesquisa existentes a “Experimentação”, o qual possibilita controlar mudanças realizadas nas variáveis quantitativas, objetivando-se avaliar os efeitos produzidos pelos modelos propostos (BERTRAND e FRANSOO, 2002; BRITO, 2015). Este método se adequa ao propósito da pesquisa para a otimização dos parâmetros de flotação.

Uma pesquisa é de natureza “Aplicada” quando o pesquisador gera conhecimento com a finalidade de aplicar o estudo para solucionar problemas específicos e obter resultados

imediatos (BARROS e LEHFELD, 2007). O objetivo desta pesquisa é aplicar o método adotado na flotação de minério de ferro para maximizar a recuperação do ferro.

Em relação ao objetivo, classifica-se como “Normativa”, pois seus resultados proporcionam estabelecer um procedimento que possa ser adotado em cenários semelhantes (GIL, 2002). Considerando-se estes critérios, esta pesquisa é classificada conforme Figura 3.1.



Fonte: Autoria própria (2019).

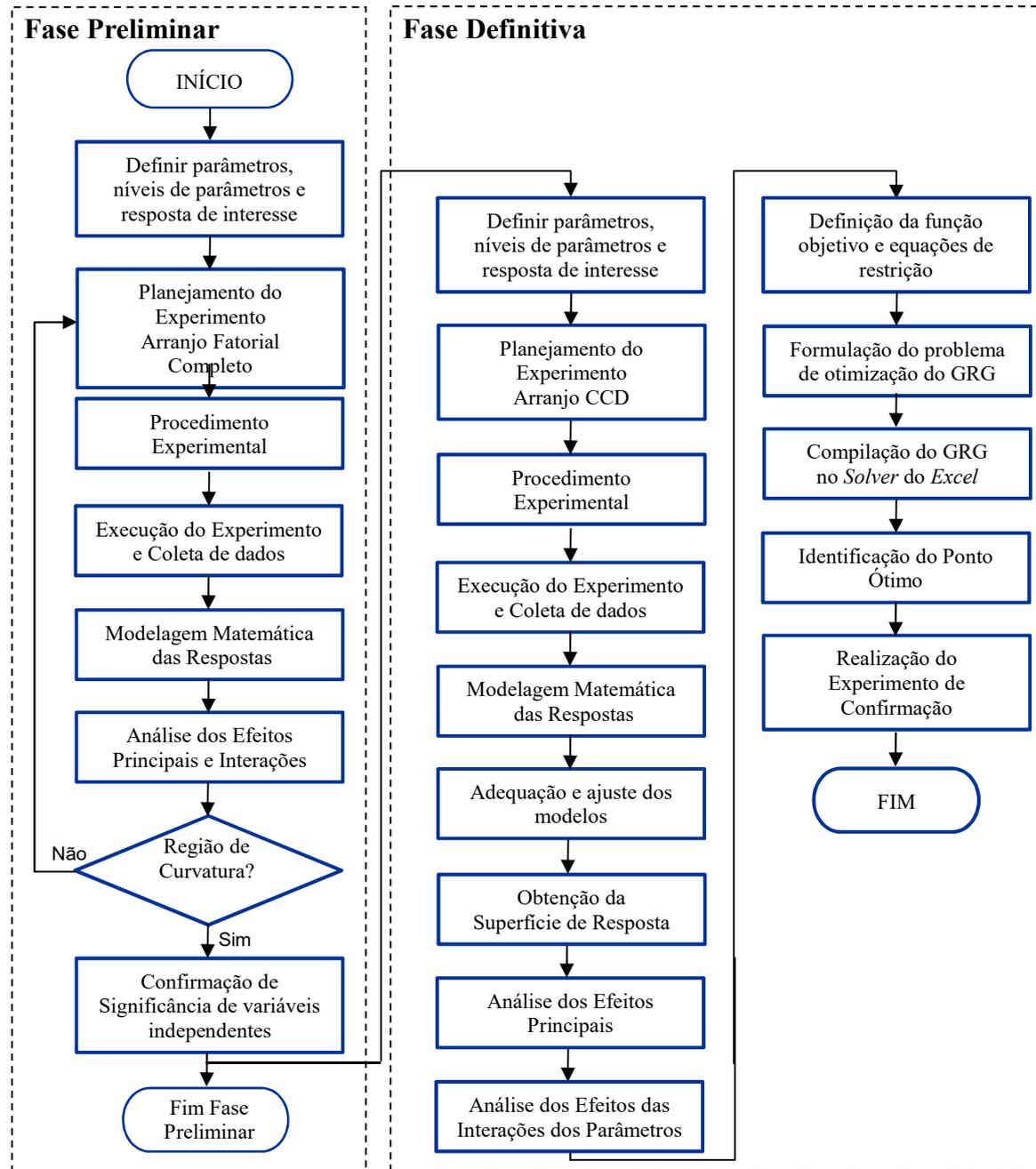
### 3.3 Etapas da pesquisa

Esta pesquisa foi estruturada em 2 fases para seu desenvolvimento:

**Fase Preliminar** – Utilizou-se um Experimento Fatorial Completo com três pontos centrais, coleta dos resultados da execução, modelagem matemática das respostas, análise do modelo linear e avaliação da região de curvatura. Amostras da condição atual do processo foram extraídas do fluxo da alimentação do circuito de grossos de uma usina de concentração para realizar os ensaios de flotação.

**Fase Definitiva** – Utilizou-se a Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) empregando o Arranjo Composto Central (CCD), coleta de dados do experimento, modelagem matemática das respostas e análise do modelo. Ensaios de flotação para estudar uma condição futura utilizaram-se de material coletado, proveniente da mistura composta com 22 amostras de furos de sondagem realizadas. Para a otimização do processo empregou-se o algoritmo GRG para estabelecer a busca da condição ótima do modelo, de modo a maximizar a recuperação metálica, mantendo o teor de  $\text{SiO}_2$  do concentrado abaixo do limite superior especificado. Por fim, realizaram-se experimentos de confirmação para avaliar a eficiência da solução ótima. As etapas para desenvolvimento desta pesquisa são apresentadas conforme Figura 3.2.

Figura 3.2 – Etapas para desenvolvimento da pesquisa.



Fonte: Adaptado de Barros (2018) e Rodrigues (2015).

## 4. Procedimento Experimental

Neste capítulo, são apresentados, respectivamente, o objeto de estudo, o problema de pesquisa, e a descrição do procedimento experimental utilizado para conduzir a aplicação prática, que se resume em estabelecer as ferramentas a serem utilizadas na fundamentação teórica, realizar a preparação e caracterização das amostras do minério de ferro para os ensaios de flotação com células mecânicas em escala de bancada, definir os parâmetros, listar as variáveis de processo para as respostas desejadas, estabelecer o método experimental planejado, gerar a matriz experimental, listar os equipamentos e reagentes utilizados nos ensaios, e descrever a execução dos experimentos, para coleta dos dados a serem utilizados na posterior análise e discussão.

A abordagem no desenvolvimento deste procedimento experimental considera tanto a fase preliminar quanto a definitiva.

### 4.1 Objeto do estudo e Problema de pesquisa

Esta pesquisa tem como objeto de estudo amostras de minério de ferro predominante de itabirito, com baixo teor de ferro, que caracteriza a etapa de alimentação da flotação catiônica reversa de quartzo. O problema da pesquisa se constitui pela busca da combinação ótima dos parâmetros de dosagem do depressor amido ( $Amd$ ), coletor amina ( $Amn$ ) e pH da flotação, para maximizar a recuperação metálica ( $R_m$ ), mantendo-se o teor de  $SiO_2$  do concentrado ( $\%SiO_2$ ) abaixo do limite superior especificado. Definiu-se também analisar os resultados para teor de  $SiO_2$  no concentrado ( $\%SiO_2$ ), teor de Fe no rejeito ( $\%Fe$ ) e recuperação em massa ( $R_{mas}$ ).

Essas variáveis são reconhecidamente importantes, uma vez que influenciam no desempenho do processo de flotação para o minério de ferro (ARAÚJO *et al.*, 2005; KUMAR e MANDRE, 2015; LIMA, 2010; LIMA *et al.*, 2013; LUBISI *et al.*, 2018; MATOS, 2017; PATTANAIK e RAYASAM, 2018; RATH *et al.*, 2013; SANTANA, 2012; REIS, 2015).

Dessa forma, as três variáveis de entrada e quatro de respostas indicadas, caracterizam o objeto de estudo desta pesquisa, conforme Figura 4.1.

Figura 4.1 – Esquematização do objeto de estudo.



Fonte: Autoria própria (2019).

#### 4.1.1 Amostras

As amostras são provenientes de uma unidade mineradora na região do Quadrilátero Ferrífero, localizada no sudeste do estado de Minas Gerais, no Brasil, que apresenta capacidade anual na ordem de 30 milhões de toneladas por ano (MTPA), sendo que, grande parte da produção, é proveniente de *pellet feed* do circuito de flotação. Nesta unidade, a flotação é dividida em dois circuitos conforme faixas de granulometrias da alimentação: grossos, com partículas entre 0,150 e 0,044mm, e finos, para inferiores a 0,044mm, em sua maioria.

Para o desenvolvimento desta pesquisa foram utilizadas amostras representativas da alimentação do circuito da flotação de grossos, caracterizada por apresentar teores variando entre 42% a 55% para Fe e 20% a 35% para  $SiO_2$ . Este circuito é constituído por células de flotação convencionais auto aspiradas que recebem polpa na alimentação (minério e água) das etapas preparatórias: cominuição, classificação, deslamagem, adição de reagentes amido e amina, tanque de alimentação de flotação com controle de pH, vazão, densidade e nível com adição de água. Concentra cerca de 70% da massa alimentada na usina proveniente da deslamagem e moagem em dois circuitos, A e B, sendo independentes e contendo, nos estágios, um total 32 células *rougher*, 24 *cleaner*, 24 *re cleaner* e 40 *scavenger*.

O concentrado do estágio *re cleaner*, produto final da flotação de grossos, apresenta cerca de 68,00% de teor de Fe, com limite superior especificado de 1,00% de teor de  $SiO_2$  para produzir o *pellet feed* especial, com recuperação metálica média em cerca de 89,0%.

#### 4.1.2 Preparação e caracterização

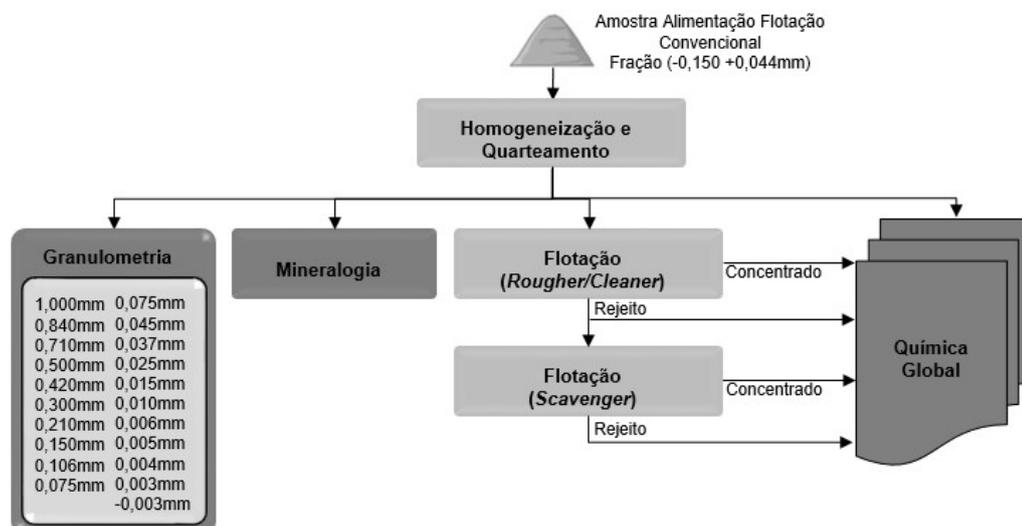
No desenvolvimento da pesquisa, a preparação para o levantamento dos dados é uma atividade importante, podendo conduzi-la a resultados satisfatórios quando bem elaborada. O material, objeto de estudo desta pesquisa, é constituído por amostras de minério de ferro para as fases preliminar e definitiva, que serão submetidas às etapas de preparação e caracterização física, química e mineralógica, antes dos ensaios de flotação. As informações destas características são importantes para cálculos das respostas recuperação metálica e recuperação em massa para posterior análise de resultados e discussão.

Quanto à granulometria das amostras, foram definidas partículas inferiores a 0,150mm, em função de representar o fluxo da alimentação da flotação. Enquanto para a fase **preliminar** utilizou-se um minério representando a condição **atual** que alimenta a usina, para fase **definitiva**, consideraram-se amostras para retratar uma condição **futura**.

Na **fase preliminar**, a amostra preparada foi composta com material proveniente de quatro amostragens, realizadas em períodos distintos no fluxo da alimentação da flotação e caracterizada por partículas com fração (-0,150 + 0,044mm), objetivando-se representar e absorver variações das características da polpa de minério. A massa total de minério coletada foi de aproximadamente 50 kg de peso seco.

As amostras foram submetidas às etapas de decantação de sólidos suspensos para retirar o excesso de água e encaminhadas ao laboratório de processo para preparação, caracterização e ensaios de flotação em bancada, conforme fluxograma da Figura 4.2.

Figura 4.2 – Fluxograma de preparação da amostra para ensaio e análises – Fase preliminar.



Fonte: Autoria própria (2019).

Para a **fase definitiva**, a amostra é proveniente da fração global inferior a 0,150mm da mistura composta com 22 amostras de furos de sondagem, realizadas em 9 regiões na área de mina, conforme Tabela B.1 no Anexo B. A massa inicial, de cerca de 1200 kg, foi preparada para obter-se uma amostra de 100kg com representatividade do processo, referente ao minério que alimenta o circuito de flotação, para realizar os ensaios de bancada. Esta amostra apresenta variações das características químicas, físicas e mineralógicas condizentes com uma situação futura do ROM (*Run-of-mine*), caracterizado por constante variação devido à heterogeneidade dos teores nas frentes de lavras. As regiões da mina onde foram realizadas as amostragens são representadas conforme Figura 4.3.

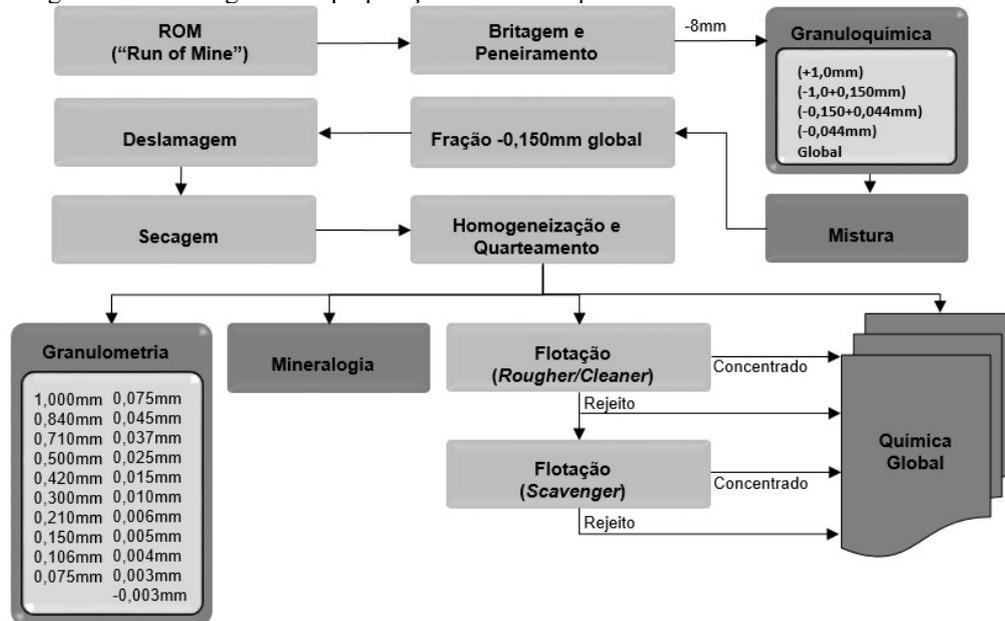
Figura 4.3 – Regiões das amostras selecionadas na lavra – Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

As 22 amostras extraídas foram encaminhadas ao laboratório de processo para a etapa de preparação estabelecida: britagem até obter toda a massa inferior à granulometria de 8mm, peneiramento, mistura da fração global das 22 amostras inferior a 0,150mm, deslamagem, secagem, homogeneização e quarteamento para separar e retirar as alíquotas representativas em um divisor rotativo, tipo carrossel. Em seguida, foram realizadas a caracterização e os ensaios de flotação em bancada. O fluxograma de preparação é ilustrado conforme Figura 4.4.

Figura 4.4 – Fluxograma de preparação da amostra para ensaio e análises – Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Quanto à caracterização das amostras, análises químicas foram realizadas por fluorescência de raios X, para análise dos principais elementos que compõem o minério de ferro: Fe (ferro), SiO<sub>2</sub> (sílica), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumina), CaO (óxido de cálcio), MgO (óxido de magnésio), P (fósforo), Mn (manganês) e TiO<sub>2</sub> (óxido de titânio). Com relação ao PPC (perda por calcinação), este foi analisado pelo método gravimétrico tradicional.

Para a análise granulométrica utilizaram-se peneiras da série Tyler, para malhas acima de 0,045mm. Já na fração passante em 0,045mm, a análise foi realizada via granulômetro a laser "Cilas". Na análise mineralógica, utilizou-se a microscopia ótica de luz refletida, para quantificar os minerais de ferro e ganga, além de análises de grau de liberação entre os minerais de ferro e quartzo.

## 4.2 Definição das Variáveis de Controle

Para estimativa da população, as duas fases desta pesquisa foram configuradas para um arranjo contendo 3 variáveis de controle (parâmetros): dosagem do reagente depressor amido (g/t<sub>Alimentada</sub>), dosagem do reagente coletor amina (g/tSiO<sub>2</sub>) e o pH da flotação.

Ensaio da **fase preliminar**, para estabelecer os níveis dos parâmetros, considerou-se a média referente aos 60 dias de operação anteriores ao período de amostragem no fluxo de alimentação da flotação, conforme Tabela 4.1. Essa definição foi importante para viabilizar a execução dos ensaios, evitando-se valores não condizentes com o realizado no processo.

Tabela 4.1 – Parâmetros de controle e níveis para o experimento - Fase preliminar

Variáveis de Controle	Símbolo	Unidade	Níveis		
			-1	0	1
Amido ( <i>Amd</i> )	$x_1$	(g/t <sub>Alim.</sub> )	400	500	600
Amina ( <i>Amn</i> )	$x_2$	(g/tSiO <sub>2</sub> )	100	175	250
pH	$x_3$	-	9,80	10,15	10,50

Fonte: Autoria própria (2019).

Nos ensaios da **fase definitiva**, os pontos centrais foram definidos utilizando valores médios dos parâmetros obtidos referentes a 3 meses de operação que antecederam a amostragem dos furos de sondagem. Os limites dos níveis dos parâmetros foram estabelecidos em função do histórico dos 12 meses anteriores à amostragem. Essa definição possibilitou avaliar um range maior para execução dos ensaios que representa uma condição futura do processo. Os parâmetros e níveis da fase definitiva são apresentados conforme Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Parâmetros de controle e níveis para o experimento - Fase definitiva

Variáveis de Controle	Símbolo	Unidade	Níveis				
			$-\alpha$	-1	0	1	$\alpha$
Amido ( <i>Amd</i> )	$x_1$	(g/t <sub>Alim.</sub> )	299	350	425	500	551
Amina ( <i>Amn</i> )	$x_2$	(g/tSiO <sub>2</sub> )	32	75	138	200	243
pH	$x_3$	-	9,60	9,80	10,15	10,50	10,70

Fonte: Autoria própria (2019).

### 4.3 Variáveis do processo

Na otimização do processo de flotação, busca-se identificar a combinação ótima dos parâmetros de controle de processo que possibilitam aumentar a recuperação metálica, mantendo-se o teor SiO<sub>2</sub> no concentrado abaixo do limite superior especificado, para melhor aproveitamento dos recursos. Para a fase preliminar, que representa a condição atual, adotou-se o limite de 1,00%, mesmo praticado pela unidade. Já para a fase definitiva considerou-se 0,50%, em função das características do minério. Foram adotadas quatro respostas de interesse, considerando-se a fundamentação teórica para embasamento desta pesquisa:

- Teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado (%SiO<sub>2</sub>);
- Teor de Fe no rejeito (%Fe);
- Recuperação metálica ( $R_m$ );
- Recuperação em massa ( $R_{mas}$ ).

As respostas selecionadas foram medidas após realizadas as corridas experimentais da próxima seção.

## 4.4 Matriz Experimental

Nesta pesquisa foram utilizados dois arranjos experimentais que geraram conjuntos de corridas experimentais influenciados por 3 parâmetros de controle. Foi adotado o *software* estatístico *Minitab*® 17 para a construção destes arranjos.

A matriz experimental da **fase preliminar** utilizou um Arranjo Fatorial Completo composto por 11 experimentos para ensaios de flotação, sendo 8 do experimento fatorial e com 3 pontos centrais. Os parâmetros dos fatores para cada experimento estão dispostos conforme Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Matriz Experimental – Arranjo Fatorial Completo – Fase preliminar

Nº <i>Ensaio</i>	<i>Parâmetros</i>		
	<i>Amido</i>	<i>Amina</i>	<i>pH</i>
1	400	100	9,80
2	600	100	9,80
3	400	250	9,80
4	600	250	9,80
5	400	100	10,50
6	600	100	10,50
7	400	250	10,50
8	600	250	10,50
9	500	175	10,15
10	500	175	10,15
11	500	175	10,15

Fonte: Autoria própria (2019).

Na **fase definitiva**, a matriz experimental foi elaborada adotando-se um Arranjo Composto Central (CCD), composta por 17 ensaios de flotação, formados por três grupos distintos de elementos experimentais: um fatorial completo ( $2^k = 2^3 = 8$  experimentos), um grupo de pontos axiais ( $2 \times k = 2 \times 3 = 6$  experimentos), e um conjunto de pontos centrais (3 experimentos). O valor para a distância axial  $\alpha$  ( $(2^k)^{1/4} = (2^3)^{1/4}$ ) relativo ao raio da região experimental foi 1,68. A matriz para este arranjo é apresentada conforme Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Matriz Experimental – Arranjo Composto Central – Fase definitiva

<i>Nº</i> <i>Ensaio</i>	<i>Parâmetros</i>		
	<i>Amido</i>	<i>Amina</i>	<i>pH</i>
1	350	75	9,80
2	500	75	9,80
3	350	200	9,80
4	500	200	9,80
5	350	75	10,50
6	500	75	10,50
7	350	200	10,50
8	500	200	10,50
9	299	138	10,15
10	551	138	10 15
11	425	32	10 15
12	425	243	10 15
13	425	138	9,60
14	425	138	10,70
15	425	138	10,15
16	425	138	10,15
17	425	138	10,15

Fonte: Autoria própria (2019).

## 4.5 Equipamentos e reagentes utilizados na pesquisa

Para a preparação e ensaios de flotação realizados em escala de bancada no laboratório, utilizaram-se os seguintes equipamentos:

- Análise Granulométrica:
  - Peneiras da série Tyler: apresentando aberturas das malhas entre 1,000mm a 0,045mm, com 200mm de diâmetro e 70mm de altura;
  - Granulômetro a laser (marca Cilas): para microanálise granulométrica da fração passante nas malhas com malhas entre 0,037mm e 0,0032mm;
- Análise Química:
  - Espectrometria de fluorescência de raios X, utilizando o método de pastilha fundida;
- Mineralogia:
  - Microscópio ótico da marca Leica, modelo DMLP, com dispositivo de fotomicrografia acoplado e aumento de até 500 vezes;

- Ensaio de Flotação:
  - Célula mecânica Darma com cuba de 2600 ml.

Para os ensaios de flotação em laboratório das alíquotas das amostras para ambas as fases, utilizaram-se os **reagentes**:

- Coletor:
  - Amina: fabricado pela AkzoNobel, preparada a 2% de concentração em massa;
- Depressor:
  - Amido (*gritz* de milho): fabricado pela Kowalski e gelatinizado com solução de soda cáustica (NaOH) com concentração da solução a 1% e relação da massa depressor/soda de 5:1;
- Moduladores de pH:
  - Soluções de NaOH e CO<sub>2</sub>: utilizados na correção do pH da flotação, respectivamente, para aumentar e reduzir. A solução de NaOH foi preparada a 5% de concentração em massa.

## 4.6 Execução dos Experimentos

Os ensaios de flotação foram realizados no laboratório, utilizando-se a célula mecânica Darma, com uma cuba de 2600 ml, para duas etapas de flotação: *rougher/cleaner* e *scavenger*.

A amostra foi misturada com água para ajustar a concentração de sólido a 50% e condicionada na cuba durante 3 min. O valor do pH foi ajustado para 9,80, utilizando-se soda antes de adicionar o reagente. Em seguida, os reagentes foram selecionados, conforme matriz experimental, em quantidades predeterminadas.

A amostra foi, ainda, condicionada após a adição de cada reagente, sendo 3 min para o amido e 1 min para a amina. Uma velocidade de rotor de 1200 RPM para o estágio *rougher/cleaner* foi aplicado para todos os experimentos. Com a massa do rejeito do ensaio da etapa *rougher/cleaner*, foram realizados novos ensaios de laboratório alimentando a etapa *scavenger*.

Os ensaios de flotação foram realizados para ambas as etapas até a exaustão, ou seja, durante o ensaio da polpa de minério condicionada com os reagentes e ajuste de pH, a flotação foi submetida à coleta da espuma até verificar a completa ausência de massa. Este tipo de ensaio visa minimizar o teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado.

As massas do concentrado da etapa *rougher/cleaner* e *scavenger* flotados foram coletados separadamente e filtrados para análise de teor e cálculo da recuperação metálica e em massa. O ensaio de flotação em bancada de laboratório desta pesquisa é ilustrado conforme Figura 4.5.

Figura 4.5 – Ensaio de flotação da etapa *rougher/cleaner* no laboratório.



Fonte: Autoria própria (2019).

## 5. Resultados e Discussão

Partindo-se da caracterização das amostras e resultados dos ensaios de flotação em bancada, organizados conforme procedimentos experimentais das **fases preliminar e definitiva**, este capítulo tem o propósito de demonstrar a aplicabilidade do método adotado nesta pesquisa. Nesse sentido, determinam-se as funções objetivo e a análise de variância para cada uma das respostas consideradas para o objeto de estudo.

Prosegue-se nos resultados e discussão somente para o arranjo CCD da Metodologia de Superfície de Resposta da **fase definitiva**. Realizou-se a modelagem matemática, ANOVA, análise dos efeitos principais dos parâmetros, análise dos efeitos das interações entre os parâmetros, empregou-se o algoritmo GRG para busca da condição ótima dos parâmetros propostos, para maximizar a recuperação metálica, mantendo-se o teor de SiO<sub>2</sub> do concentrado abaixo do limite superior especificado de 0,50%. Por fim, realizaram-se ensaios de flotação com alíquotas das amostras de minério de ferro, utilizando-se os parâmetros da condição otimizada, para confirmação dos resultados.

### 5.1 Caracterização das Amostras

Na etapa de caracterização da amostra da **fase preliminar**, obteve-se a distribuição granulométrica conforme dados da Tabela 5.1 e curva referente ao percentual do passante acumulado em função da abertura da fração -0,150mm global que alimenta a flotação, conforme Figura 5.1. Verifica-se que as partículas estão concentradas entre -0,150mm e +0,045mm, com cerca de 61,7% da massa, sendo maior a presença na fração +0,045mm, com 23,4%. Observa-se significativa presença de material grosseiro, com 6,1% na fração acima de 0,210mm. O passante em 0,045mm é de 20%, contendo 3,19% de materiais ultrafinos, inferiores a 0,010mm.

Tabela 5.1 – Distribuição granulométrica da amostra deslamada – Fase preliminar

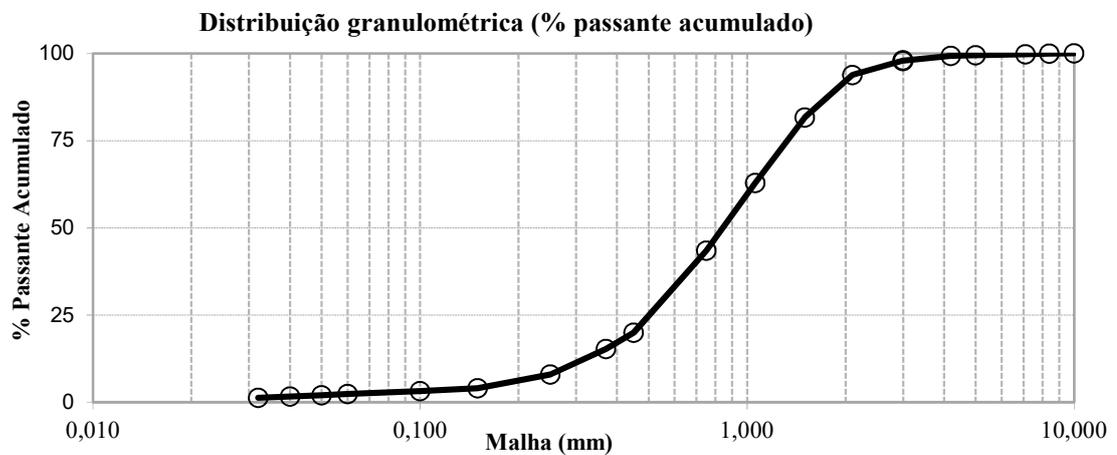
Malha (mm)	Distribuição Granulométrica (%)		
	Retido Simples	Retido Acumulado	Passante Acumulado
1,000	0,00	0,00	100,00
0,840	0,09	0,09	99,91
0,710	0,09	0,19	99,81
0,500	0,28	0,47	99,53
0,420	0,19	0,66	99,34

Continuação da Tabela 5.1 – Distribuição granulométrica da amostra deslamada – Fase preliminar

Malha (mm)	Distribuição Granulométrica (%)		
	Retido Simples	Retido Acumulado	Passante Acumulado
0,300	1,42	2,08	97,92
0,210	4,07	6,15	93,85
0,150	12,20	18,35	81,65
0,106	18,73	37,09	62,91
0,075	19,49	56,58	43,42
0,045	23,46	80,04	19,96
0,037	4,67	84,71	15,29
0,025	7,30	92,01	7,99
0,015	3,97	95,98	4,02
0,010	0,83	96,81	3,19
0,006	0,85	97,66	2,34
0,005	0,34	97,99	2,01
0,004	0,39	98,38	1,62
0,0032	0,33	98,71	1,29
-0,0032	1,29	100,00	0,00
Total	100,00	--	--

Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 5.1 – Porcentagem passante acumulado em função da abertura da fração – Fase preliminar.



Fonte: Autoria própria (2019).

A análise química referente à amostra da fase preliminar é apresentada conforme Tabela 5.2. Verifica-se que os contaminantes  $Al_2O_3$ , PPC, P e Mn apresentaram baixos teores.

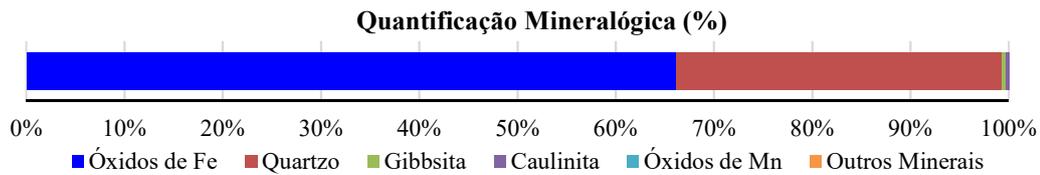
Tabela 5.2 – Distribuição dos principais elementos químicos das amostras globais que compõem a alimentação da flotação – Fase preliminar

Química Global								
Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	PPC
46,92	32,75	0,018	0,31	0,022	0,042	0,009	0,032	0,48

Fonte: Autoria própria (2019).

A quantificação da análise mineralógica para a amostra da fase preliminar foi realizada em um microscópio ótico. Os resultados indicam que a alimentação da flotação é composta por óxido de ferro (66,21%) e quartzo (33,16%), conforme Figura 5.2. Foi obtido um grau de liberação do quartzo de 99,86%. Dados detalhados desta análise são apresentados conforme Tabela B.2 no Anexo B.

Figura 5.2 – Quantificação mineralógica da fração -0,150mm que alimenta a flotação – Fase preliminar.



Fonte: Autoria própria (2019).

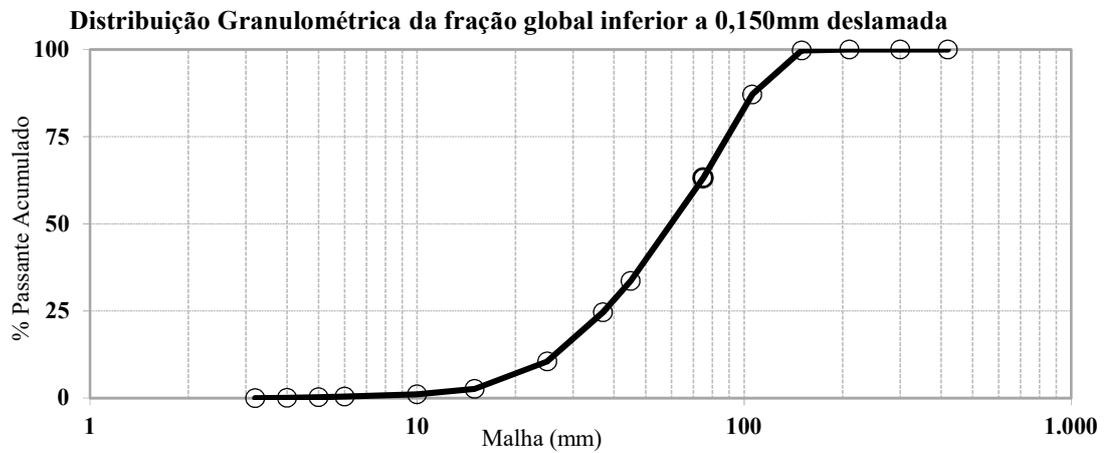
Na caracterização da amostra para a **fase definitiva**, foi obtida a distribuição granulométrica conforme Tabela 5.3 e curva do percentual passante acumulado em função da abertura da fração -0,150mm global que alimenta a flotação, conforme Figura 5.3. Os resultados da análise granulométrica da amostra indicam que 66,2% da massa está concentrada entre -0,150mm e +0,045mm, com maior presença na fração +0,045mm, com 29,6%. Não foi observada presença de material grosseiro na fração acima de 0,210mm. O passante em 0,045mm é de 33,6%, contendo 1,1% de materiais ultrafinos (-0,010mm).

Tabela 5.3 – Distribuição granulométrica da amostra deslamada – Fase definitiva

Malha (mm)	Distribuição Granulométrica (%)		
	Retido Simples	Retido Acumulado	Passante Acumulado
0,210	0,00	0,00	100,00
0,150	0,25	0,25	99,75
0,106	12,67	12,92	87,08
0,075	23,92	36,83	63,17
0,045	29,58	66,42	33,58
0,037	8,94	75,35	24,65
0,025	14,09	89,44	10,56
0,015	7,94	97,38	2,62
0,010	1,52	98,90	1,10
0,006	0,66	99,56	0,44
0,005	0,16	99,73	0,27
0,004	0,15	99,88	0,12
0,0032	0,10	99,98	0,02
-0,0032	0,02	100,00	0,00
Total	100,00	--	--

Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 5.3 – Porcentagem passante acumulado em função da abertura da fração -0,150mm global que alimenta a flotação – Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Observou-se baixos teores dos contaminantes  $Al_2O_3$ , PPC, P e Mn na análise química para a amostra da fase definitiva, conforme Tabela 5.4.

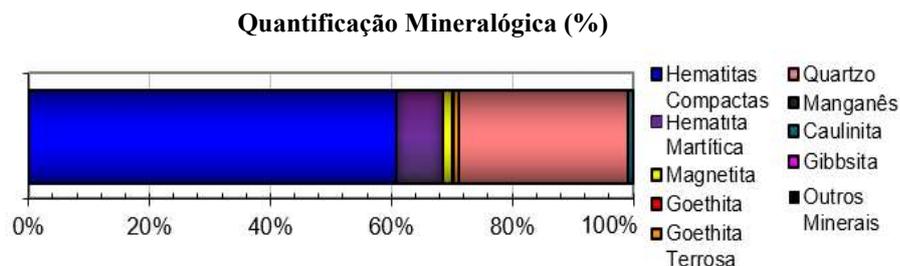
Tabela 5.4 – Distribuição dos principais elementos químicos das amostras globais que compõem a alimentação da flotação – Fase definitiva

Química Global								
Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	PPC
49,24	28,36	0,016	0,33	0,022	0,039	0,008	0,001	0,38

Fonte: Autoria própria (2019).

Após realizar microscopia ótica para quantificação mineralógica global da amostra para a fase definitiva, verificou-se que esta é composta predominantemente por hematitas e quartzo livre, conforme Figura 5.4. A amostra apresentou o grau de liberação global de 98,23%.

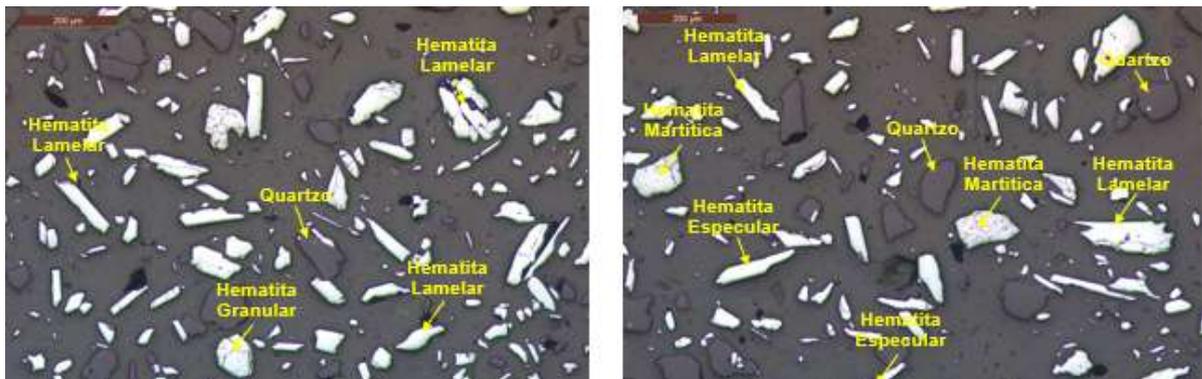
Figura 5.4 – Quantificação mineralógica da fração 0,150mm que alimenta a flotação – Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Os principais minerais presentes nas amostras da fase definitiva da alimentação do estágio *rougher/cleaner* são ilustrados nas fotomicrografias conforme Figura 5.5. O quartzo apresenta variações em relação à morfologia e é identificado no microscópio ótico em tonalidade cinza escuro. Este mineral possui bordas identificáveis, são compactos, geralmente encontram-se livres de associações e raramente associado às hematitas compactas.

Figura 5.5 – Fotomicrografias com principais minerais identificados na amostra.



Fonte: Autoria própria (2019).

Após obter dados das caracterizações das amostras, foram executados os ensaios de flotação de acordo com condições dos níveis dos parâmetros estabelecidos nas matrizes experimentais.

## 5.2 Respostas dos Ensaios de Flotação em Bancada

As respostas dos ensaios da flotação para a **fase preliminar** estão dispostas na Tabela 5.5. A análise simultânea das respostas de interesse dessa pesquisa considera como limite superior para o teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado de 1,00% para a fase preliminar, associado à maior recuperação metálica.

Observa-se que em 5 dos 11 ensaios do experimento obtiveram-se resultados dentro do especificado para teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado. Destes, 4 apresentaram recuperação acima da média de 89,0%. Dentre os experimentos, o melhor resultado foi obtido para o experimento 9, cujo teor de SiO<sub>2</sub> foi de 0,99% com recuperação metálica de 93,44%. Demais respostas da execução deste experimento da fase preliminar são apresentados conforme Tabela B.3 no Anexo B.

Tabela 5.5 – Respostas dos ensaios de flotação – Fase preliminar

Nº Ensaio	Parâmetros Codificados			Parâmetros Atuais			Respostas			
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	<i>Amido</i>	<i>Amina</i>	<i>pH</i>	<i>%SiO<sub>2</sub></i>	<i>%Fe</i>	<i>R<sub>m</sub></i>	<i>R<sub>mas</sub></i>
1	-1	-1	-1	400	100	9,80	1,45	6,93	94,87	65,27
2	1	-1	-1	600	100	9,80	1,31	5,63	95,85	65,45
3	-1	1	-1	400	250	9,80	0,57	15,20	86,70	58,96
4	1	1	-1	600	250	9,80	0,73	10,63	91,43	62,17
5	-1	-1	1	400	100	10,50	1,74	6,05	95,56	65,53
6	1	-1	1	600	100	10,50	2,85	5,69	95,93	66,48
7	-1	1	1	400	250	10,50	0,65	12,83	89,47	61,50
8	1	1	1	600	250	10,50	0,64	11,23	90,80	61,58
9	0	0	0	500	175	10,15	0,99	8,41	93,44	63,38
10	0	0	0	500	175	10,15	1,02	8,45	93,40	63,37
11	0	0	0	500	175	10,15	1,06	7,98	93,93	64,31

Fonte: Autoria própria (2019).

As respostas da execução dos ensaios para a **fase definitiva** são apresentadas conforme Tabela 5.6. Observa-se que excluindo um *outlier*, do experimento 11, para teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado, todos os demais foram inferiores a 1,00%. Adotou-se como critério na análise simultânea das respostas de interesse dessa pesquisa um limite superior de 0,50% para teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado para a fase definitiva, associada à melhor recuperação metálica. Nota-se que 11 dos 17 experimentos tiveram teor de SiO<sub>2</sub> inferior a 0,50%, 3 apresentaram recuperação metálica superior à média de 89,0%. Dentre os experimentos, o melhor resultado foi obtido para o experimento 2, cujo teor de SiO<sub>2</sub> foi de 0,43% e recuperação metálica de 93,50%. Demais respostas da execução dos ensaios para a fase definitiva são representados conforme Tabela B.4 e Tabela B.5, no Anexo B.

Tabela 5.6 – Respostas dos ensaios de flotação – Fase definitiva

Nº Ensaio	Parâmetros Codificados			Parâmetros Atuais			Respostas			
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	<i>Amido</i>	<i>Amina</i>	<i>pH</i>	<i>%SiO<sub>2</sub></i>	<i>%Fe</i>	<i>R<sub>m</sub></i>	<i>R<sub>mas</sub></i>
1	-1	-1	-1	350	75	9,80	0,65	13,61	90,02	63,88
2	1	-1	-1	500	75	9,80	0,43	9,51	93,50	66,36
3	-1	1	-1	350	200	9,80	0,37	23,08	79,75	56,81
4	1	1	-1	500	200	9,80	0,37	17,38	86,39	61,43
5	-1	-1	1	350	75	10,50	0,51	13,15	90,70	65,19
6	1	-1	1	500	75	10,50	0,56	7,50	95,11	67,91
7	-1	1	1	350	200	10,50	0,46	22,95	79,88	56,83

Continuação da Tabela 5.6 – Respostas dos ensaios de flotação – Fase definitiva

Nº Ensaio	Parâmetros Codificados			Parâmetros Atuais			Respostas			
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	<i>Amido</i>	<i>Amina</i>	<i>pH</i>	<i>%SiO<sub>2</sub></i>	<i>%Fe</i>	<i>R<sub>m</sub></i>	<i>R<sub>mas</sub></i>
8	1	1	1	500	200	10,50	0,44	14,34	89,59	64,26
9	- $\alpha^{(1)}$	0	0	299	138	10,15	0,48	22,81	80,01	56,84
10	$\alpha$	0	0	551	138	10,15	0,74	11,24	92,19	65,80
11	0	- $\alpha$	0	425	32	10,15	10,68	4,46	98,03	62,35
12	0	$\alpha$	0	425	243	10,15	0,68	17,80	85,98	61,20
13	0	0	- $\alpha$	425	138	9,60	0,32	15,65	88,25	63,02
14	0	0	$\alpha$	425	138	10,70	0,36	14,26	89,45	63,57
15	0	0	0	425	138	10,15	0,35	16,23	87,59	62,35
16	0	0	0	425	138	10,15	0,31	16,81	87,13	62,31
17	0	0	0	425	138	10,15	0,37	15,88	87,93	62,57

(1) – O valor de  $\alpha = 1,68$ .

Fonte: Autoria própria (2019).

### 5.3 Modelagem das Funções Objetivo

Utilizando-se os resultados experimentais das respostas para as fases preliminar e definitiva, obtiveram-se modelos matemáticos com regressão linear múltipla para a **preliminar**, e modelos de superfície de resposta de segunda ordem para a **definitiva**, que representam, em ambas as fases, a relação matemática aproximada destas respostas, em função dos efeitos dos três parâmetros de entrada.

Para os modelos matemáticos, utilizou-se o *software* estatístico *Minitab*® 17. Foi considerado um intervalo de confiança de 95% para a análise de variância do efeito de todos os fatores, interações, ausência de ajuste (*lack-of-fit*) e teste de normalidade. Os coeficientes foram estimados utilizando-se o Método dos Mínimos Quadrados Ordinários (OLS).

Na **fase preliminar**, os coeficientes estimados dos modelos lineares completos para cada resposta e sua respectiva significância são indicados conforme Tabela 5.7.

Tabela 5.7 – Coeficientes estimados para os modelos lineares completos - Fase preliminar

Termo	Respostas			
	<i>%SiO<sub>2</sub></i>	<i>%Fe</i>	<i>R<sub>m</sub></i>	<i>R<sub>mas</sub></i>
Constante	<b>1,2425</b>	<b>9,2737</b>	<b>92,578</b>	<b>63,366</b>
Amd	<b>0,1400<sup>(1)</sup></b>	<b>-0,9787</b>	<b>0,927</b>	0,552
Amn	<b>-0,5950</b>	<b>3,1987</b>	<b>-2,975</b>	<b>-2,314</b>
pH	<b>0,2275</b>	-0,3237	0,363	0,405
Amd x Amn	<b>-0,1025</b>	<b>-0,5637</b>	<b>0,587</b>	0,270

Continuação da Tabela 5.7 – Coeficientes estimados para os modelos lineares completos - Fase preliminar

Termo	Respostas			
	%SiO <sub>2</sub>	%Fe	R <sub>m</sub>	R <sub>mas</sub>
Amd x pH	<b>0,1350</b>	<b>0,4888</b>	<b>-0,500</b>	-0,296
Amn x pH	<b>-0,2300</b>	-0,1187	0,172	0,082
Amd x Amn x pH	<b>-0,1775</b>	0,2537	-0,349	-0,489
Ponto central	<b>-0,2192</b>	<b>-0,9940</b>	<b>1,012</b>	0,320

(1) - Termos significativos são indicados pelos coeficientes em negrito ( $P\text{-value} < 0,05$ ).

Fonte: A autoria própria (2019).

Onde:  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$ ,  $\beta_{ij}$  são os coeficientes a serem estimados para cada resposta, considerando a matriz de entrada em unidades codificadas, *Amd* (amido), *Amn* (amina) e *pH*.

Para a **fase definitiva**, os coeficientes estimados para os modelos quadráticos completos desenvolvidos para as respostas de interesse estão listados conforme Tabela 5.8.

Tabela 5.8 – Coeficientes estimados para os modelos quadráticos completos - Fase definitiva

Coeficiente	Respostas			
	%SiO <sub>2</sub>	%Fe	R <sub>m</sub>	R <sub>mas</sub>
Constante	<b>0,3491</b>	<b>16,254</b>	<b>87,614</b>	<b>62,450</b>
Amd	0,0181	<b>-3,187</b>	<b>3,276</b>	<b>2,368</b>
Amn	-0,0426	<b>4,052</b>	<b>-3,981</b>	<b>-2,849</b>
pH	0,0159	<b>-0,584</b>	0,560	0,486
Amd x Amd	0,0745	0,437	-0,733	-0,527
Amn x Amn	<b>0,1068<sup>(1)</sup></b>	<b>-1,534</b>	<b>1,393</b>	<b>0,998</b>
pH×pH	-0,0210	-0,295	0,239	0,170
Amd x Amn	0,0187	-0,570	<b>1,056</b>	<b>0,856</b>
Amd x pH	0,0313	-0,558	0,500	0,380
Amn x pH	0,0213	-0,087	0,129	-0,002

(1) - Termos significativos ( $P\text{-value} < 0,05$ ) são indicados pelos coeficientes em negrito.

Fonte: A autoria própria (2019).

Onde:  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$ ,  $\beta_{ij}$  são os coeficientes a serem estimados para cada resposta, considerando a matriz de entrada em unidades codificadas, *Amd* (amido), *Amn* (amina) e *pH*.

## 5.4 Adequação e Ajuste dos Modelos

A adequação dos modelos foi verificada utilizando a Análise de Variância (ANOVA), realizada pelo *software Minitab*® 17.

Os resultados da ANOVA para a **fase preliminar** indicam que as quatro respostas para os modelos desenvolvidos são adequadas para representar o sistema real, pois apresentam *P-value* inferior a 5% de significância. Todos os modelos apresentaram ajustes adequados, já que os valores de ( $R^2$  (*adj*)) foram superiores a 94%. Além disso, verifica-se que três modelos apresentaram *P-value* inferior a 5% para a curvatura, indicando que esta é significativa. Os resultados dessa análise são indicados conforme Tabela 5.9.

Tabela 5.9 – Análise de variância (ANOVA) - Fase preliminar

Resposta	DF	Adj. SS	Adj. MS	F-value	P-value	Curvatura	S	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> ( <i>adj.</i> ) (%)
%SiO <sub>2</sub>	8	4,41295	0,55162	447,26	0,002	0,012	0,0351188	99,94	99,72
%Fe	8	97,5942	12,19930	179,67	0,006	0,030	0,260576	99,86	99,31
R <sub>m</sub>	8	86,9559	10,8695	124,66	0,008	0,037	0,295281	99,80	99,00
R <sub>mas</sub>	8	50,0574	6,2572	21,39	0,045	0,475	0,540915	98,84	94,22

Fonte: Autoria própria (2019).

Os modelos de regressão das funções objetivo obtidas são apresentados conforme Equações 5.1 a 5.4.

$$\begin{aligned} \%SiO_2 = & 58,20 - 0,15547Amd - 0,2553Amn - 5,662pH \\ & + 0,000673AmdAmn + 0,01569AmdpH + 0,02505AmnpH \\ & - 0,000068AmdAmnpH \end{aligned} \quad (5.1)$$

$$\begin{aligned} \%Fe = & -13,5 + 0,0333Amd + 0,617Amn + 1,34pH - 0,001056AmdAmn \\ & - 0,00295AmdpH - 0,0529AmdpH - 0,000097AmdAmnpH \end{aligned} \quad (5.2)$$

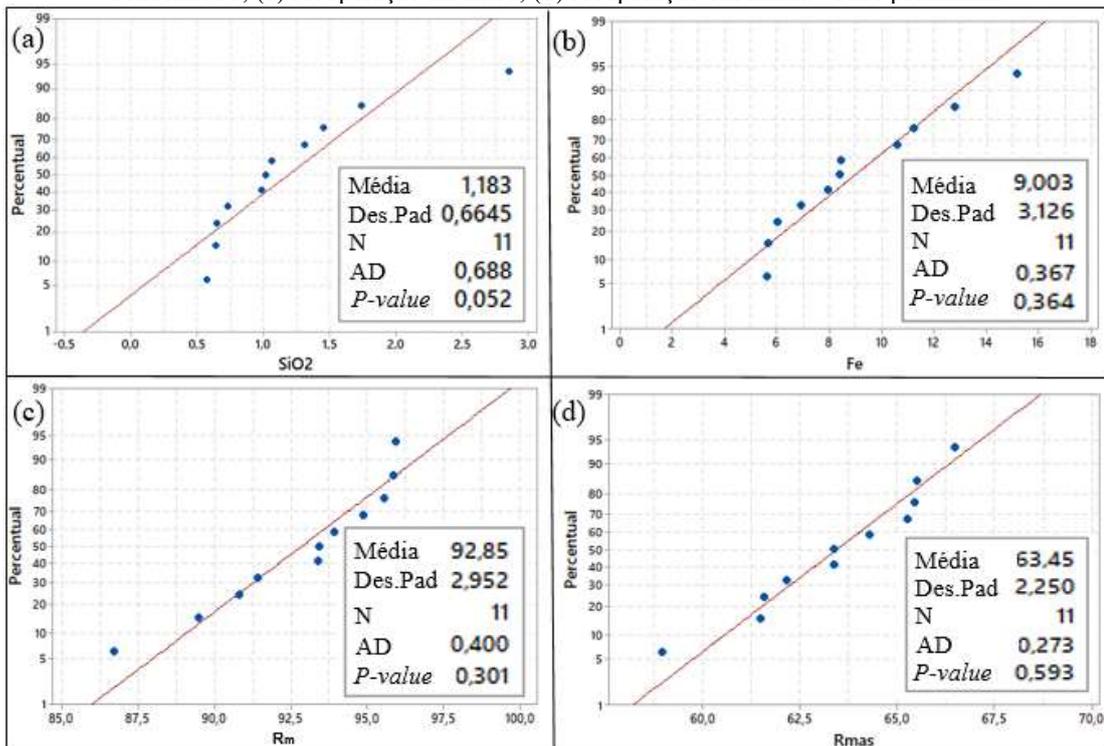
$$\begin{aligned} R_m = & 148,4 - 0,0955Amd - 0,820Amn - 4,60pH + 0,001427AmdAmn \\ & + 0,00897AmdpH + 0,0730AmdpH - 0,000133AmdAmnpH \end{aligned} \quad (5.3)$$

$$\begin{aligned} R_{mas} = & 185,4 - 0,246Amd - 1,025Amn - 11,46pH + 0,001926AmdAmn \\ & + 0,00241AmdpH + 0,0962AmdpH - 0,000186AmdAmnpH \end{aligned} \quad (5.4)$$

Os gráficos de probabilidade normal dos resíduos para as respostas foram agrupados conforme Figura 5.6, onde verifica-se que os resíduos geralmente estão próximos à uma linha reta, o que indica que os erros são distribuídos normalmente. Obteve-se como resultado *P-*

*value* maiores que 5% de significância e coeficientes de Anderson-Darling (AD) inferiores a um, o que indica que os resíduos são normais para todas as respostas. A homogeneização do minério que alimenta a usina contribui para tais resultados.

Figura 5.6 – Teste de normalidade ( $\alpha = 0,05$ ) para (a) teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado; (b) teor de Fe no concentrado; (c) recuperação metálica; (d) recuperação em massa - Fase preliminar.



Fonte: Autoria própria (2019).

Para a **fase definitiva**, observa-se que três das quatro respostas dos modelos desenvolvidos são adequados para representar o sistema real, pois apresentou *P-values* inferiores a 5% de significância. O modelo para a resposta de  $\% \text{SiO}_2$  não apresentou um *P-value* significativo. Além disso, verifica-se que os modelos  $\% \text{SiO}_2$  e  $R_{mas}$  apresentaram falta de ajuste (*Lack-of-fit*  $< 0,05$ ), sendo o primeiro com valor de 0,046, e o segundo, com baixo ajuste e valor de 0,017. A ANOVA para os modelos  $\% \text{Fe}$  e  $R_m$  apresentaram bons ajustes, indicando que os valores preditos estão bem coerentes com os valores observados, obtendo-se valores de  $R^2(\text{adj.})$  acima de 94%. Para  $R_{mas}$ , foi obtido um valor de 71,91%, considerado também significativo, já para  $\% \text{SiO}_2$ , obteve-se um valor baixo de ajuste. Estes ajustes. Os resultados dessa análise são apresentados na Tabela 5.10.

Tabela 5.10 – Análise de variância (ANOVA) - Fase definitiva

Resposta	DF	Adj. SS	Adj. MS	F-value	P-value	Lack-of-fit	S	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> (adj.) (%)
%SiO <sub>2</sub>	9	0,185094	0,20566	1,53	0,310	0,046	0,115763	69,72	24,29
%Fe	9	302,061	33,562	44,98	0,000	0,187	0,863837	98,54	96,35
R <sub>m</sub>	9	312,047	34,672	31,27	0,000	0,094	1,052950	97,91	94,78
R <sub>mas</sub>	9	163,735	18,1928	24,35	0,000	0,017	0,864366	97,34	71,91

Fonte: Autoria própria (2019).

De maneira geral as respostas foram satisfatórias, apesar do *P-value* do teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado não ter sido significativo e com ajuste baixo, que pode estar associado às características mineralógicas do material da amostra utilizada no ensaio, em função da alta heterogeneidade da mesma, que foi composta por alíquotas provenientes da mistura composta com 22 amostras de furos de sondagem de 9 regiões da área de extração mineral.

As Equações de 5.5 a 5.8 apresentam os modelos quadráticos completos para as respostas.

$$\begin{aligned} \%SiO_2 = & -8,1 - 0,0236Amd - 0,0198Amn + 2,89pH + 0,000013Amd^2 \\ & + 0,000027Amn^2 - 0,171pH^2 + 0,000004Amd \cdot Amn \\ & + 0,00119Amd \cdot pH + 0,00097Amn \cdot pH \end{aligned} \quad (5.5)$$

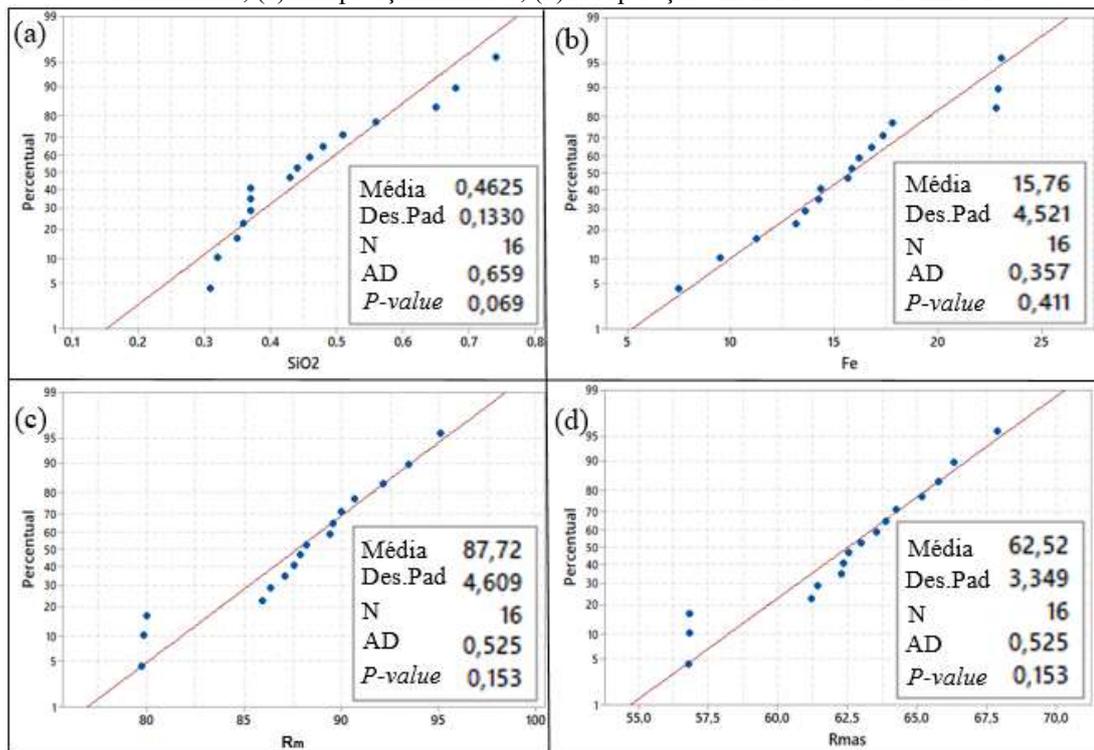
$$\begin{aligned} \%Fe = & -303 + 0,124Amd + 0,265Amn + 56,8pH + 0,000078Amd^2 \\ & - 0,000393Amn^2 - 2,41pH^2 - 0,000122AmdAmn \\ & - 0,0212AmdpH - 0,0040AmnpH \end{aligned} \quad (5.6)$$

$$\begin{aligned} R_m = & 349 - 0,070Amd - 0,317Amn - 46,9pH - 0,000130Amd^2 \\ & + 0,000357Amn^2 + 1,95pH^2 + 0,000225AmdAmn \\ & + 0,0190AmdpH + 0,0059AmnpH \end{aligned} \quad (5.7)$$

$$\begin{aligned} R_{mas} = & 245 - 0,061Amd - 0,192Amn - 33,0pH - 0,000094Amd^2 \\ & + 0,000255Amn^2 + 1,39pH^2 + 0,000183AmdAmn \\ & + 0,0145AmdpH - 0,0001AmnpH \end{aligned} \quad (5.8)$$

Os gráficos de probabilidade normal para as respostas foram agrupados conforme Figura 5.7. Para as 4 respostas foram obtidos valores de *P-value* maiores que 5% de significância e coeficientes de Anderson-Darling (AD) menores que um. Em contrapartida ao *P-value* do teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado não ter sido significativo e com ajuste baixo, o teste de normalidade para %SiO<sub>2</sub> se apresentou normal.

Figura 5.7 – Teste de normalidade ( $\alpha = 0,05$ ) para (a) teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado; (b) teor de Fe no concentrado; (c) recuperação metálica; (d) recuperação em massa - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

## 5.5 Análise dos efeitos principais dos parâmetros

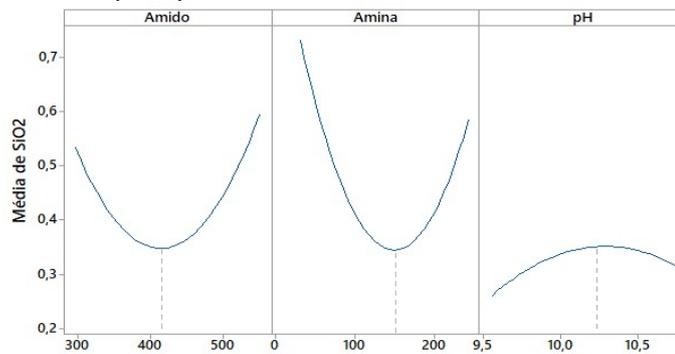
Foram provocadas variações nos parâmetros cujo efeito se deseja estudar, enquanto os demais são mantidos constantes, de modo que seus efeitos sobre as respostas passem, então, a serem conhecidos. Desta forma, foram avaliadas as influências na flotação para auxílio nas decisões de controle de processo, avaliando-se os parâmetros amido, amina e pH.

Verificou-se que a relação entre o efeito isolado de cada parâmetro e a resposta desejada pode ser linear (quando o termo principal é significativo apenas individualmente) ou apresentar curvatura em forma de parábola (termo elevado ao quadrado é significativo).

O efeito isolado de cada parâmetro sobre a resposta **teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado** é ilustrado conforme Figura 5.8. Nota-se que os efeitos principais dos três parâmetros

apresentaram um ponto de curvatura. Para a dosagem de amido, o valor mínimo de  $\%SiO_2$  foi obtido em cerca de 420g/t. Para a amina, o mínimo de  $\%SiO_2$  foi alcançado próximo à dosagem de amina de 150g/t. Já para o pH, obteve-se uma pequena variação em torno de 0,30 de  $\%SiO_2$ , com ponto de máximo de  $\%SiO_2$  levemente superior ao pH de 10,25. Com relação a amina, a redução da dosagem inferior a cerca de 70g/t promove um aumento explícito no teor de  $\%SiO_2$  no concentrado. Identifica-se também regiões com valores de  $\%SiO_2$  acima do limite superior especificado de 0,50 para alta dosagem de amina, bem como para alta e baixa dosagem de amido. Considerando os efeitos quadráticos das variáveis de controle, verifica-se a amina apresentou maior significância estatística, quando comparada ao amido e pH.

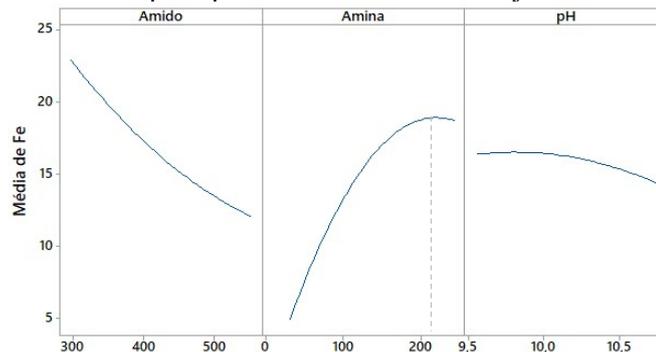
Figura 5.8 – Efeitos principais sobre o teor de  $SiO_2$  no concentrado - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Analisando-se os efeitos principais sobre o **teor de Fe no rejeito**, nota-se que a maior presença  $\%Fe$  no rejeito está associada à redução da dosagem de amido. Observando os valores de pH, tem-se maior  $\%Fe$  para um pH mais baixo, reduzindo-se ligeiramente até o valor máximo de pH. Em relação a amina, o efeito apresentou uma pequena curvatura na resposta, com valor máximo de Fe no rejeito com dosagem de amina em cerca de 200g/t, obteve-se o menor valor de Fe no rejeito para baixas dosagens de amina, conforme Figura 5.9.

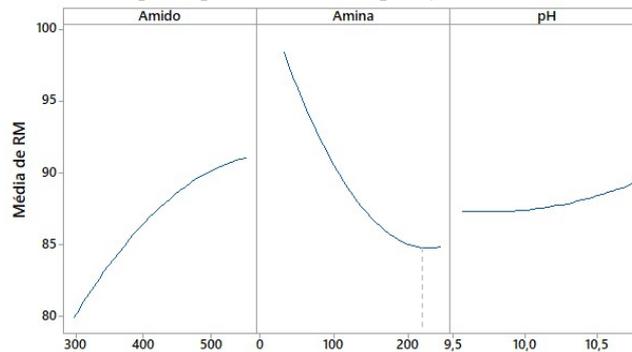
Figura 5.9 – Efeitos principais sobre o teor de Fe no rejeito - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Para os efeitos principais sobre a recuperação metálica, verifica-se na Figura 5.10 que a elevação da dosagem de amina é o fator que mais influencia na recuperação metálica, resultando em menor  $R_m$ . Para a dosagem de amido ocorre o inverso, o aumento de amido acarreta em maior  $R_m$ . Em relação ao pH, nota-se que sua elevação ocasionou um pequeno acréscimo de  $R_m$ .

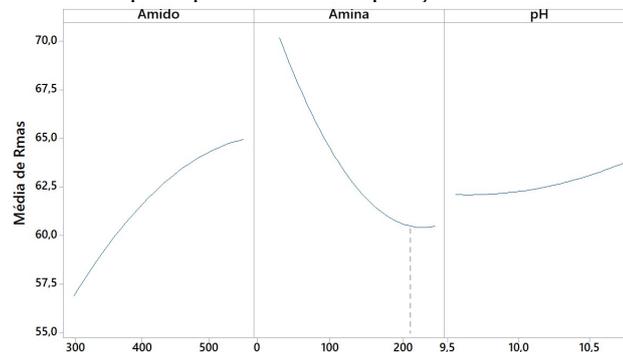
Figura 5.10 – Efeitos principais sobre a recuperação metálica - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Os resultados dos efeitos principais sobre a **recuperação em massa** indicam que a dosagem da amina é o fator que mais significativo. O maior valor da  $R_{mas}$  foi obtido para dosagem de amina inferior a 100g/t. Observa-se um aumento contínuo da  $R_{mas}$  entre cerca de 57 e 65% ao elevar-se o amido de cerca de 300 até 550g/t. A elevação do pH contribui para aumento moderado da  $R_{mas}$ . Estes efeitos principais são apresentados conforme Figura 5.11.

Figura 5.11 – Efeitos principais sobre a recuperação em massa - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

## 5.6 Análise dos efeitos das interações entre os parâmetros

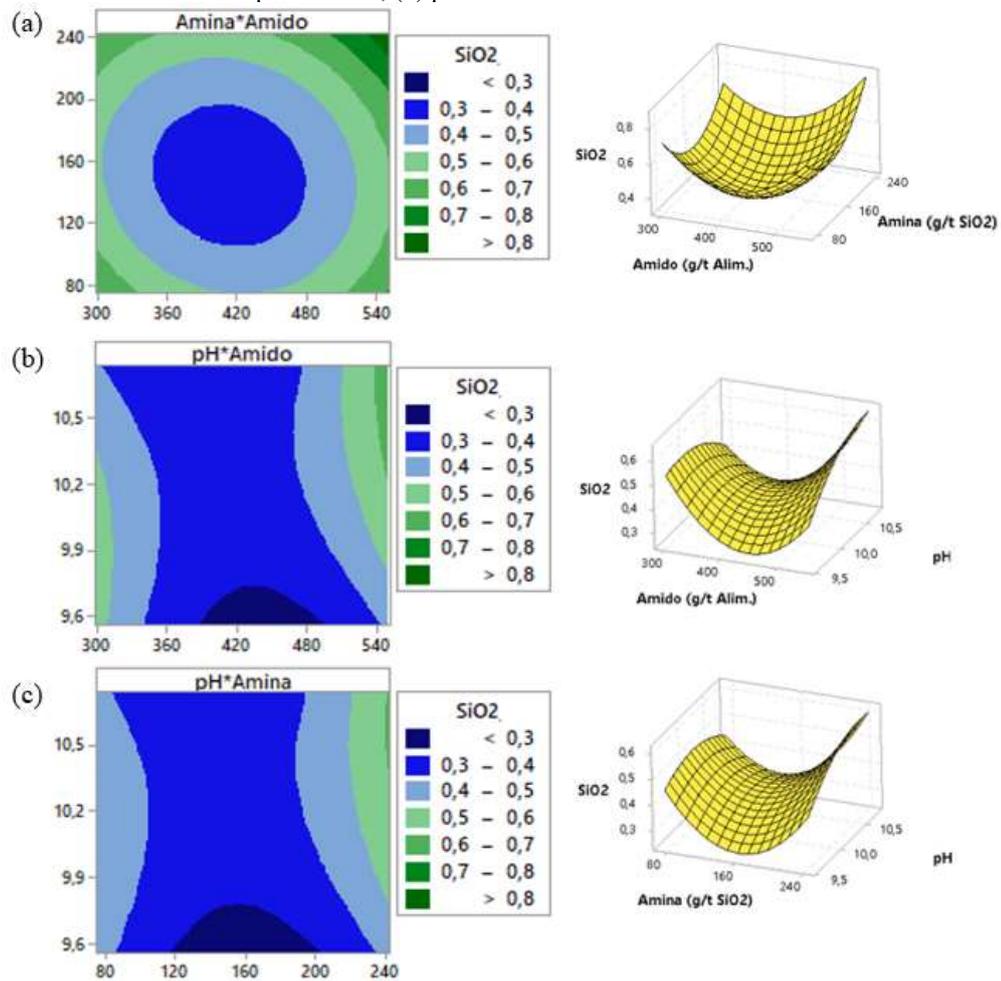
Os resultados da **fase definitiva** revelaram que algumas interações entre os parâmetros se comportaram como fatores significativos. A análise sobre tais interações dos modelos obtidos a partir das funções objetivo para as respostas foi realizada pela análise gráfica das superfícies de resposta e contornos desenvolvidas nesta seção.

Analisando-se os efeitos das interações entre os parâmetros sobre o **teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado**, verifica-se na Figura 5.12-a que o efeito da interação entre Amido e Amina apresentou curvatura com ponto de mínimo para teor de %SiO<sub>2</sub> em cerca de 0,30%, na região intermediária com amina de 150g/t e amido 420g/t. A região com maior teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado é definida para uma dosagem de amido entre 510 e 540g/t e a dosagem de amina entre 200 e 240g/t.

Para análise do efeito da interação entre pH e Amido em formato de sela conforme Figura 5.12-b, observou-se valores de %SiO<sub>2</sub> pouco acima do limite superior de 0,50 para duas configurações: reduzindo-se o amido próximo a 300g/t, com pH variando entre 9,50 e 10,00; e para dosagens de amido entre 500 e 550g/t, associado a pH acima de cerca de 9,90. Para grande parte da interação obtém %SiO<sub>2</sub> dentro do especificado, apresentando uma redução significativa de %SiO<sub>2</sub> no concentrado para amido entre 400 e 500g/t para pH menor que 9,70.

Pode ser observado na Figura 5.12-c um comportamento similar à interação Amido e pH para pH e Amina, gerando um gráfico de contorno em formato de sela. Para uma pequena região da superfície obtém-se SiO<sub>2</sub> acima de 0,50%, com dosagens de amina acima de 220g/t e valores de pH acima de 9,90. Nas demais regiões da superfície o %SiO<sub>2</sub> é inferior a 0,50, sendo menor para amina entre 120 e 200g/t associado a pH abaixo de 9,80.

Figura 5.12 – Gráficos de superfície e contorno para resposta teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

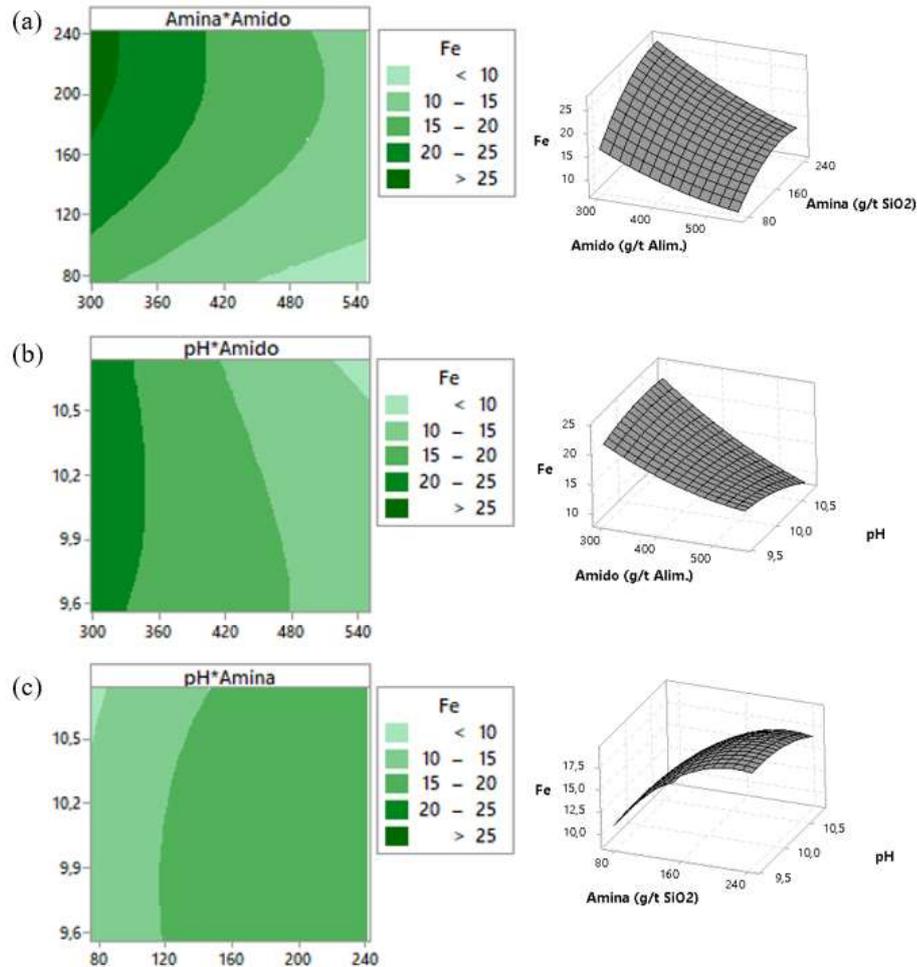
Ao analisar os efeitos das interações entre os parâmetros sobre o **teor de Fe no rejeito**, observa-se na Figura 5.13-a que para dosagem de amido entre 400 e 550g/t, é possível obter teor de Fe no rejeito inferior a 15%, sendo inferior a 10% para a condição de amina entre cerca de 75 e 100g/t associado ao amido entre 450 e 550g/t. O teor de Fe é mais acentuado para dosagens de amina entre 160 e 200g/t, com dosagens de amido inferiores a 400g/t.

Analisando-se na Figura 5.13-b a interação entre os parâmetros pH e Amido. O aumento da dosagem de amido favorece a redução do %Fe no rejeito, para qualquer valor de pH. Já para uma dosagem de amido com valores inferiores a 340g/t, tem-se um aumento do teor %Fe no rejeito, com valores acima de 20%, independente do pH.

Na interação entre pH e Amina representado pela Figura 5.13-c, ao elevar-se a amina para um valor acima de 150g/t, ocorre uma elevação do teor de Fe no rejeito acima de 15%,

para todas as faixas de pH. Embora discreta, observa-se o teor de Fe no rejeito abaixo de 10%, para pH maior que 10,50 e amina em 75g/t.

Figura 5.13 – Gráficos de superfície e contorno para resposta teor de Fe no rejeito (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva.



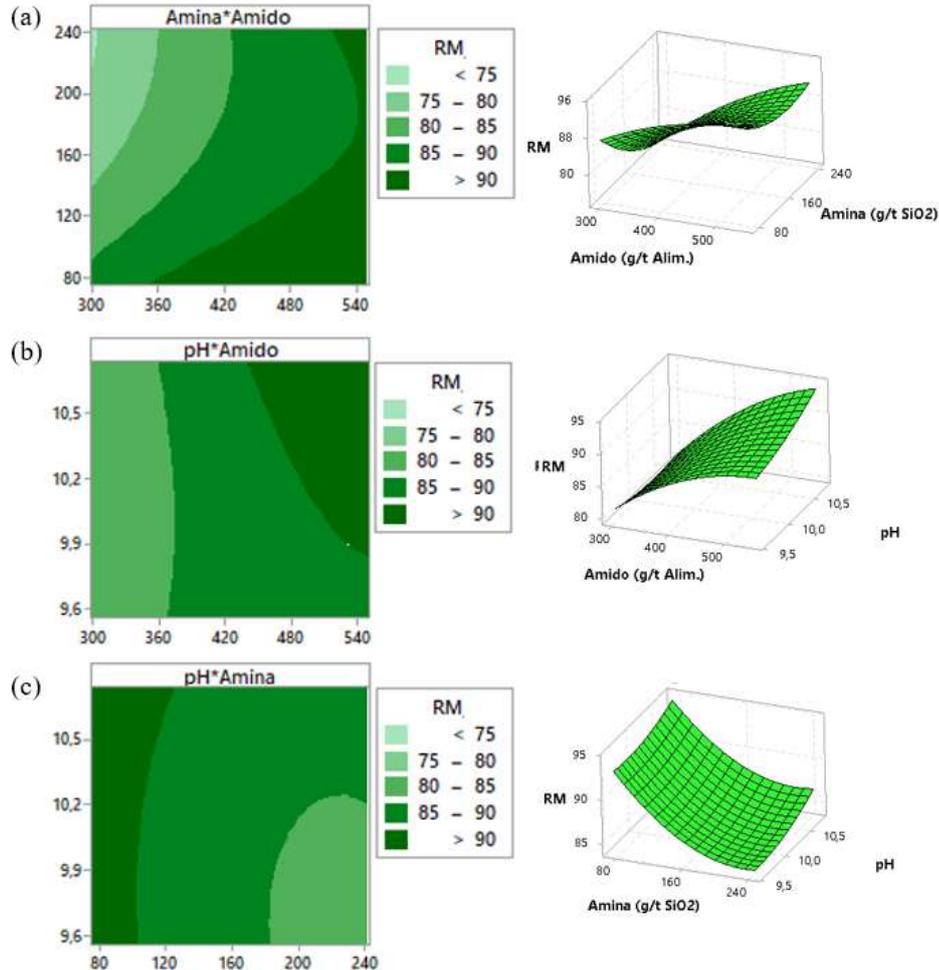
Fonte: Autoria própria (2019).

Para as interações entre os parâmetros sobre a **recuperação metálica**, observa-se a interação entre os parâmetros Amina e Amido na Figura 5.14-a, que o aumento da dosagem de amido favorece o aumento da  $R_m$  até valores acima de 90%. A recuperação metálica é menor para dosagens de amina entre 160 e 240g/t, associada ao amido inferior a 340g/t.

Pode ser observado na Figura 5.14-b a interação entre os parâmetros pH e Amido. O aumento da dosagem de amido favorece o aumento da  $R_m$ , para qualquer valor de pH. Para dosagem de amido com valores inferiores a 360g/t, tem-se a redução da  $R_m$ , com valores inferiores a 75%, independente do pH.

Para a Figura 5.14-c, observa-se que a interação entre pH e Amina é significativa, ocorre redução considerável da  $R_m$  para dosagem de amina acima de 175g/t, associada a pH inferior a 10,20. Para dosagem de amina inferior a 175g/t, nota-se um significativo acréscimo da  $R_m$ , independente do pH.

Figura 5.14 – Gráficos de superfície e contorno para resposta recuperação metálica (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

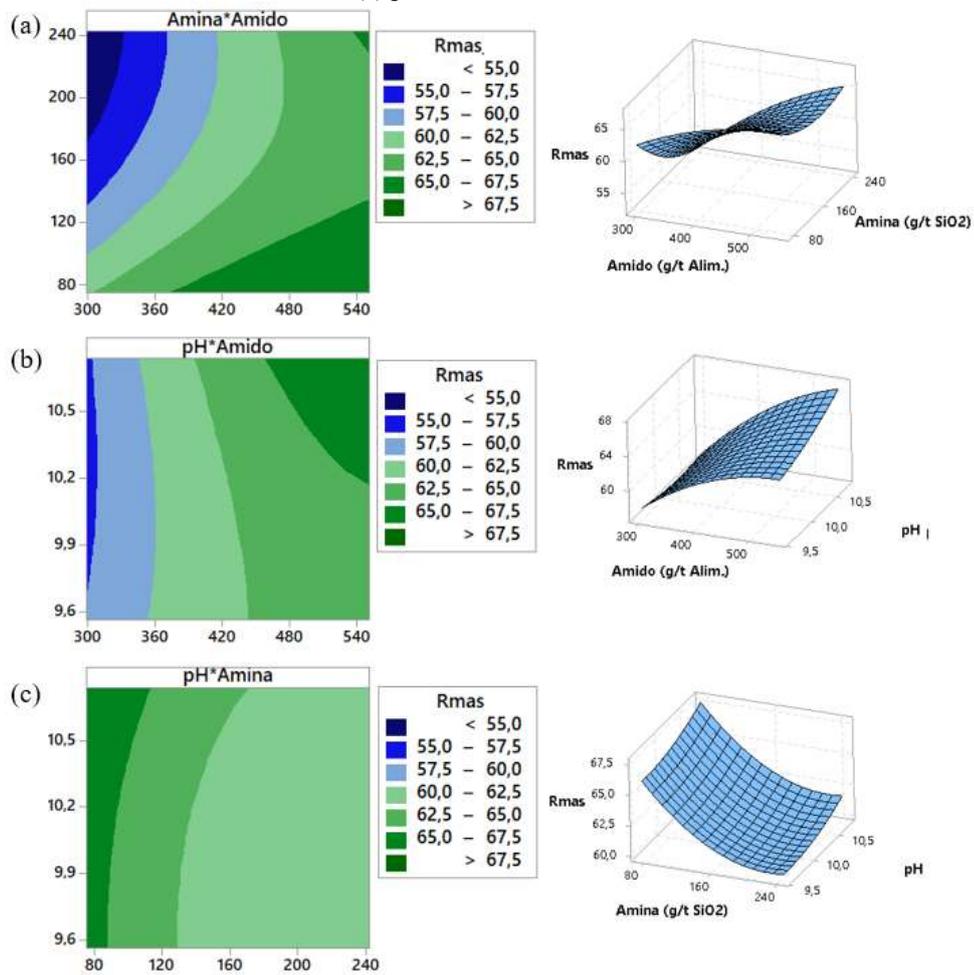
Analisando-se as interações entre os parâmetros para **recuperação em massa**, observa-se para a interação Amina e Amido conforme Figura 5.15-a, que para dosagem de amido superior a 400g/t, é possível obter  $R_{mas}$  superior a 60%. A recuperação em massa é mais acentuada na região para dosagens de amina inferiores a 120g/t associadas a dosagens de amido com valores superiores a 380g/t.

Pode ser observado na Figura 5.15-b a interação entre os parâmetros pH e Amido. O aumento da dosagem de amido favorece o aumento da  $R_{mas}$ , para qualquer valor de pH. Para

uma dosagem de amido com valores inferiores a 340g/t, tem-se a redução da  $R_{mas}$ , com valores inferiores a 60%, independente do pH.

Na Figura 5.15-c, observa-se que a interação entre pH e Amina é significativa, verificou-se uma redução considerável da  $R_{mas}$ , chegando a cerca de 60% para dosagem de amina maior que 175g/t, independente do pH. Para dosagem de amina inferior a 175g/t, nota-se um significativo acréscimo da  $R_{mas}$ , independente do pH, chegando a quase 66%.

Figura 5.15 – Gráficos de superfície e contorno para resposta recuperação em massa (a) amina e amido; (b) pH e amido; (c) pH e Amina - Fase definitiva.



Fonte: Autoria própria (2019).

Este conjunto de funções objetivo e análises das respostas de interesse obtidos a partir da modelagem matemática deste capítulo foram relevantes obter informações importantes, como conhecimento da influência dos parâmetros sobre as respostas e a identificação das variáveis significativas, que propiciam a otimização do controle adequado do processo de flotação. Nesse contexto, como o principal objetivo da metodologia proposta é maximizar a

eficiência da recuperação metálica sem restringir o limite superior do teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado, no capítulo seguinte, será utilizado o algoritmo GRG de busca da condição ótima para as variáveis de entrada.

## 5.7 Otimização das respostas

Seguindo as etapas no procedimento do método proposto da **fase definitiva**, para determinar as melhores condições dos fatores avaliados nesta pesquisa, foi utilizado o algoritmo Gradiente Reduzido Generalizado (GRG) para otimização do modelo a fim de maximizar a recuperação metálica ( $R_m$ ). Utilizaram-se dados das respostas para os teores minerais das etapas de flotação *rougher/cleaner* e *scavenger* provenientes das corridas experimentais do arranjo CCD. Em função do ensaio número 11 ser um *outlier*, o mesmo foi excluído para tratamento dos dados, que são apresentados conforme Tabela 5.11.

Tabela 5.11 – Arranjo experimental CCD – Fase definitiva

Nº Ensaio	Parâmetros codificados			Respostas (%)					
	Amido (x1)	Amina (x2)	pH (x3)	Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	PPC
1	-1	-1	-1	69,39	0,65	0,013	0,10	0,028	0,37
2	1	-1	-1	69,38	0,43	0,012	0,07	0,025	0,30
3	-1	1	-1	69,13	0,37	0,015	0,09	0,028	0,44
4	1	1	-1	69,24	0,37	0,015	0,09	0,028	0,28
5	-1	-1	1	68,51	0,51	0,014	0,11	0,031	0,41
6	1	-1	1	68,96	0,56	0,013	0,11	0,029	0,38
7	-1	1	1	69,21	0,46	0,015	0,13	0,035	0,52
8	1	1	1	68,65	0,44	0,013	0,10	0,029	0,44
9	-1,682	0	0	69,31	0,48	0,015	0,12	0,033	0,43
10	1,682	0	0	68,99	0,74	0,015	0,14	0,030	0,34
12	0	1,682	0	69,17	0,68	0,013	0,11	0,030	0,29
13	0	0	-1,682	68,95	0,32	0,013	0,10	0,024	0,30
14	0	0	1,682	69,29	0,36	0,013	0,11	0,030	0,32
15	0	0	0	69,17	0,35	0,012	0,11	0,026	0,27
16	0	0	0	68,86	0,31	0,013	0,10	0,029	0,31
17	0	0	0	69,20	0,37	0,013	0,09	0,028	0,32

Fonte: Autoria própria (2019).

Foram utilizados os coeficientes dos modelos das respostas para os quais tiveram termos significativos, com  $P\text{-value} < 0,05$ , conforme Tabela 5.12.

Tabela 5.12 – Coeficientes de regressão significativos das respostas - Fase definitiva

	Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	PPC
<b>b<sub>0</sub></b>	69,08	0,3491	0,0126	0,101	0,02767	0,30
<b>b<sub>1</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00118	0,00
<b>b<sub>2</sub></b>	0,00	0,0000	0,0007	0,000	0,00000	0,00
<b>b<sub>3</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00184	0,00
<b>b<sub>11</sub></b>	0,00	0,0000	0,0009	0,000	0,00136	0,00
<b>b<sub>22</sub></b>	0,00	0,1068	0,0000	0,000	0,00000	0,00
<b>b<sub>33</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
<b>b<sub>12</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
<b>b<sub>13</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
<b>b<sub>23</sub></b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00

Fonte: Autoria própria (2019).

Em termos analíticos, o problema da otimização não-linear para maximizar a recuperação metálica ( $R_m$ ) é representada pela função objetivo conforme Equação 5.9.

Função objetivo:

$$\begin{aligned}
 & \text{Maximizar} && R_m \\
 & \text{Sujeito a:} && \% \text{SiO}_2 \leq 0,50\% \\
 & && 67,50\% \leq \% \text{Fe} \leq 69,50\% \\
 & && 350 \leq \text{amido (g/t)} \leq 500 \\
 & && 75 \leq \text{amina (g/t de SiO}_2) \leq 200 \\
 & && 9,80 \leq \text{pH} \leq 10,50
 \end{aligned} \tag{5.9}$$

Na sequência, estes dados também foram compilados em uma planilha desenvolvida no *software* Microsoft Excel®, para execução do algoritmo de solução de busca de condição ótima Gradiente Reduzido Generalizado (GRG), utilizando-se a ferramenta *Solver*.

Nesta planilha, consolidaram-se, conforme Figura 5.16, os dados dos coeficientes de regressão para as variáveis de resposta, as restrições de limites superiores e inferiores para as

duas principais respostas: %Fe e %SiO<sub>2</sub>, as restrições de limites dos parâmetros de entrada e destacadas as regiões destinadas ao resultado da condição otimizada e resposta do GRG.

Figura 5.16 – Planilha para resolução do modelo de otimização não-linear no *solver* utilizando o GRG.

Parâmetros Experimentais e Restrições				Coeficientes						
	Amido	Amina	pH		Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	PPC
Mínimo	350	75	9,80	<b>b0</b>	69,08	0,3491	0,0126	0,101	0,02767	0,30
Máximo	500	200	10,50	<b>b1</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	-0,00118	0,00
Médio	425	137,5	10,15	<b>b2</b>	0,00	0,0000	0,0007	0,000	0,00000	0,00
Diferen.	75	62,5	0,35	<b>b3</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00184	0,00
Otimizado	500	75	9,80	<b>b11</b>	0,00	0,0000	0,0009	0,000	0,00136	0,00
				<b>b22</b>	0,00	0,1068	0,0000	0,000	0,00000	0,00
				<b>b33</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
				<b>b12</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
				<b>b13</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00
				<b>b23</b>	0,00	0,0000	0,0000	0,000	0,00000	0,00

Restrições		
	%SiO <sub>2</sub>	%Fe
Máximo	0,50	69,50
Mínimo	0,00	67,50

Objetivo: Maximizar $R_m$	
Recuperação Metálica ( $R_m$ )	

Fonte: Autoria própria (2019).

O resultado do modelo de otimização utilizando o GRG para maximizar a  $R_m$  estabeleceu como condição ótima para o *setup* dos parâmetros de amido, amina e pH, respectivamente, os valores ótimos conforme Tabela 5.13.

Tabela 5.13 – Resultados da condição ótima

Parâmetros Experimentais	Unidade	Otimizado
Amido	(g/t <sub>Alim.</sub> )	500
Amina	(g/tSiO <sub>2</sub> )	75
pH	-	9,80

Fonte: Autoria própria (2019).

Utilizando-se a solução otimizada no modelo de cada mineral, tem-se o *pellet feed* com teores no concentrado e valor calculado para a recuperação metálica de 95,21% e recuperação em massa de 67,81%, conforme Tabela 5.14.

Tabela 5.14 – Teor de minerais de *pellet feed* calculados utilizando a solução ótima do modelo

Fluxo	Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	PPC	F <sub>erejeito</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>mas</sub>
Alimentação	49,24	28,36	0,016	0,33	0,022	0,38	8,1	95,21	67,81
<i>Pellet Feed</i>	69,08	0,46	0,013	0,10	0,026	0,30			

Fonte: Autoria própria (2019).

## 5.8 Confirmação dos resultados

Para avaliar os resultados teóricos calculados da recuperação metálica pelo GRG, foi realizado um experimento de confirmação utilizando-se os parâmetros da solução ótima com a finalidade de comparar os resultados reais com os obtidos para a condição otimizada. O resumo dos resultados deste ensaio é apresentado conforme Tabela 5.15.

Tabela 5.15 – Resumo dos resultados do ensaio de confirmação

Fluxo	Fe	SiO <sub>2</sub>	Recuperação Metálica (%)	Recuperação em massa (%)
Alimentação	49,24	28,36		
Concentrado	68,89	0,51	93,86	67,09
Rejeito	9,19	85,19		

Fonte: Autoria própria (2019).

Comparando-se os resultados do otimizado com as 16 respostas observadas (excluindo-se o ensaio número 11 de *outlier*) do experimento proposto nesta pesquisa, tem-se que:

- **Teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado:** satisfatório o valor ótimo de 0,51% para o limite superior de 0,50%;
- **Teor de Fe no rejeito:** obteve-se um teor de 9,19%, sendo o segundo melhor, quando comparado aos demais, visto que, quanto menor, melhor;
- **Recuperação metálica:** realizado de 93,86% para condição ótima, que foi o segundo maior. Para a recuperação metálica, quanto maior, melhor;
- **Recuperação em massa:** o valor obtido da condição otimizada de 67,09 foi o segundo maior. Na recuperação em massa, quanto maior, melhor.

O resultado de recuperação metálica para o experimento de confirmação de 93,86% foi superior em 15 das 16 respostas observadas do experimento proposto nesta pesquisa. Considerando-se um teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado máximo de 0,50%, obteve-se a  $R_m$  maior que todas as condições do experimento. A  $R_m$  realizada de 93,86% ficou cerca de 1,35% abaixo da calculada pelo modelo de 95,21%. Verificou-se que no único experimento (6) com recuperação metálica superior a 93,86%, obteve-se teor de SiO<sub>2</sub> no concentrado maior que 0,50% especificado, o que acarreta em penalização do valor agregado do produto por violar o limite superior especificado.

## 6. Conclusões

Do ponto de vista da otimização dos parâmetros para maximizar a recuperação metálica, mantendo o teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado abaixo do limite superior de qualidade, os resultados foram satisfatórios utilizando-se na fase definitiva, o Arranjo Composto Central (CCD) com 17 ensaios de flotação em bancada laboratorial, e busca da condição ótima empregando-se o algoritmo Gradiente Reduzido Generalizado (GRG). Identificou-se a dosagem ótima de 500 g/t<sub>Alimentação</sub> de amido, 75 g/t<sub>SiO<sub>2</sub></sub> para a amina com pH de 9,80, utilizada no experimento de confirmação, obtendo-se 93,86% da recuperação metálica e 0,51% de  $\text{SiO}_2$  no concentrado

As equações de regressão dos modelos identificados na fase preliminar, utilizando-se um Experimento Fatorial Completo com três pontos centrais, caracterizaram-se como expressões de confiabilidade para as 4 respostas, já que foram obtidos altos coeficientes de determinação ajustados. Para a fase definitiva, utilizando-se o arranjo CCD, obtiveram-se coeficientes de determinação ajustados dos modelos satisfatórios para 3 das 4 respostas, exceto para % $\text{SiO}_2$ , sendo, para teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado,  $R^2 = 0,2429$ , para teor de Fe no rejeito,  $R^2 = 0,9635$ , recuperação metálica,  $R^2 = 0,9478$  e recuperação em massa,  $R^2 = 0,7191$ . Para 3 respostas, % $Fe$ ,  $R_m$  e  $R_{mas}$ , obtiveram-se alto nível de significância do modelo, com *P-value* igual a 0,000, exceto para % $SiO_2$ , em que se obteve 0,310.

Os resultados dos ensaios de flotação foram favorecidos pela grande quantidade de quartzo livre identificada na análise mineralógica, e em função da análise granulométrica se concentrar entre as frações 0,150mm e 0,045mm, com pouca presença de ultrafinos.

A análise dos efeitos principais mostrou que:

- O pH possui menor influência sobre as respostas, já o amido e a amina apresentaram-se mais influentes, sendo que o efeito da amina foi o principal;
- Superfície convexa com curvatura significativa para efeito do amido e amina sobre  $\text{SiO}_2$  no concentrado;
- O aumento de amina favorece o carregamento de partículas de Fe para o flotado, contribuindo para aumentar % $Fe$  no rejeito, reduzindo a  $R_m$  e  $R_{mas}$ ;
- O aumento do amido favorece a depressão de partículas de Fe, promovendo a redução de % $Fe$  no rejeito, aumentando a  $R_m$  e a  $R_{mas}$ .

Analisando-se os efeitos das interações entre os parâmetros para as respostas, nota-se que:

- Menores teores de  $\text{SiO}_2$  no concentrado, podem ser obtidos empregando-se valores intermediários de amina e amido, associados a baixo pH;
- Menores teores de Fe no rejeito, podem ser obtidos empregando-se altos valores de dosagens de amido, independente dos valores de amina e pH, e para baixa dosagem de amina, independente do pH;
- Maiores recuperações metálicas e em massa, podem ser obtidas empregando-se as combinações de dosagem alta de amido associada a amina baixa, para pH alto e dosagem de amido alta, e para baixas dosagens de amina, independente do pH.

No contexto geral, os resultados dessa pesquisa mostraram que é possível modelar as respostas com base na análise estatística da significância de fatores que influenciam nas respostas e ajustes de modelos, seguida da busca da condição ótima dos parâmetros do processo de flotação catiônica reversa de quartzo, utilizando-se o algoritmo GRG, sendo esta, uma contribuição acadêmica relevante. Nesta pesquisa, o resultado significativo para experimentos com amostras de minério de ferro em escala de bancada vai de encontro com as condições práticas do processo de concentração por flotação de minério de ferro, observado na unidade da amostra utilizada, caracterizada por homogeneizar o material que alimenta o processo.

## 6.1 Contribuições do Trabalho

A principal contribuição desta pesquisa, de acordo com o que foi destacado ao longo do trabalho, é que os resultados obtidos pelos experimentos investigados indicam que é possível aplicar um método para identificar a condição ótima dos parâmetros de flotação para maximizar a recuperação metálica, mantendo-se o contaminante teor de  $\text{SiO}_2$  no concentrado abaixo do limite superior. Portanto, pode-se considerar que a abordagem adotada pode ser recomendada como alternativa de otimização dos parâmetros de flotação. Apesar das limitações desta pesquisa, espera-se que as conclusões apontadas possam ser aplicáveis a outras amostras para flotação de minério de ferro.

No decorrer do desenvolvimento dessa pesquisa, os resultados discutidos da fase preliminar realizados dentro da linha de pesquisa “Otimização dos parâmetros da flotação de minério de ferro”, pôde ser convertido em submissão de artigo em periódico de caráter internacional e de relevância significativa nas respectivas áreas de atuação, além da submissão

no congresso de Pesquisa e Extensão da Universidade Federal de Itajubá. Os registros destas submissões estão relacionados no Anexo A.

## **6.2 Sugestões para Estudos Futuros**

Os questionamentos e alternativas que surgiram durante a pesquisa oferecem diversas possibilidades para a continuação deste trabalho no processo de flotação:

- Explorar reagentes alternativos, ruídos de processo e outras composições de amostras que permitam aumentar a eficiência do processo de flotação;
- Investigar a influência incluindo variável de entrada, como tamanho de bolha, velocidade de espuma, ou velocidade do rotor da célula de flotação;
- Utilizar outros algoritmos de otimização eficazes para identificar o ponto ótimo estacionário, tal como o algoritmo genético;
- Empregar outros arranjos experimentais como Box-Behnken ou Método de Taguchi;
- Utilizar modelos reduzidos e análise de resíduos.

## Referências Bibliográficas

AGUIAR, M. A. M. Clatratos na flotação catiônica reversa de minérios de ferro. 2014, 97p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

AHMED, N.; JAMESON, G. J. Flotation Kinetics. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, v. 5, p. 77–99, 1989.

ALLAEDDINI, A.; YANG, K. Adaptive sequential experiment methodology for response surface optimisation. *Int. J. Quality Engineering and Technology*, v. 1, n. 1, p. 40-61, 2009.

ARAÚJO, A. C.; ARAMANTE, S. C.; SOUZA, C. C.; SILVA, R. R. R. Ore mineralogy and its relevance for selection of concentration methods in processing of Brazilian iron ores. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, v. 112, p. C54-C64, 2003.

ARAÚJO, A.C.; VIANA, R. P. M.; PERES, A. E. C. Reagents in iron ores flotation. *Minerals Engineering*, v. 18, p. 219-224, 2005.

ARAÚJO, A. C.; PERES, A. E. C.; VIANA P. R. M.; OLIVEIRA J. F. Flotação de minérios de ferro. In: CHAVES, A. P. (Ed.) *Teoria e Prática do Tratamento de Minérios volume 4*, 1ª edição: *A Flotação no Brasil*. Signus Editora, São Paulo, p. 317-330, 2006.

ASLAN, N. Application of response surface methodology and central composite rotatable design for modeling and optimization of a multi-gravity separator for chromite concentration. *Powder Technol.* 185, 80–86, 2008.

BALTAR, C. A. M. *Flotação no tratamento de minérios*. Editora Universitária UFPE. Recife-PE, Brasil, ed. 2, 2008.

BARROS, A. J. S.; LEHFELD, N. A. S. *Fundamentos da Metodologia Científica: uma guia para a iniciação científica*. 3 ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2007.

BARROS, N. F. Otimização dos parâmetros de soldagem a ponto por resistência elétrica do aço 22MnB5 para aplicação no setor automotivo. 2018. 176 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2018.

BAZIN, C.; PROULX, M. Distribution of reagents down a flotation bank to improve the recovery of coarse particles. *International Journal of Mineral Processing*, v. 61, p. 1 -12, 2001.

BERTRAND, J. W. M.; FRANSOO, J. C. Modelling and simulation: operations management research methodologies using quantitative modeling. *International Journal of Operations & Production Management*, v. 22, n.2, p. 241-264, 2002.

BEZERRA, M. A.; SANTELLI, R. E.; OLIVEIRA, E. P.; VILLAR, L. S.; ESCALEIRA, L. A. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta*, n. 76, p. 965-977, 2008.

BLEIER, A.; GODDARD, E.D.; KULKARNI, R.D. The structural effects of amine collectors on the flotation of quartz. In: FUERSTENAU, M.C. (Ed). Flotation, A.M. Gaudin Memorial Volume. New York, v. 1, c. 6, p. 117-147, 1976.

BOX, G. E. P.; DRAPER, N. R. Empirical Model-Building and Response Surfaces. John Wiley e Sons, 1 ed., 650 p., 1987.

BOX, G. E. P.; DRAPER, N. R., Response surfaces, mixtures, and ridge analyses. 2 ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2007.

BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S. The 2k-p fractional factorial designs. Technometrics, v. 3, n. 3, p. 311-351, 1961.

BOX, G. E. P.; JONES, S. Designing products that are robust to the environment. Total Quality Management, v. 3, n. 3, p. 265-282, 1992.

BOX, G. E. P.; WILSON, K. B. On the Experimental Attainment of Optimum Conditions. Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological), v. 13, n. 1, p. 1-45, 1951.

BOYLU, F. Modelling and optimisation of ageing characteristics of soda activated Na<sup>+</sup>-bentonites. Appl. Clay Sci. 83–84, 300–307, 2013.

BRITO, T. G. Método da interseção normal à fronteira para otimização bi-objetivo do fresamento de topo do aço ABNT 1045. 121 p. Tese (Doutorado em Ciências em Engenharia de Produção) - Universidade Federal de Itajubá, Itajubá. 2015.

BRITO, T. G.; PAIVA, A. P.; FERREIRA, J. R.; GOMES, J. H. F.; BALESTRASSI, P. P. A normal boundary intersection approach to multiresponse robust optimization of the surface roughness in end milling process with combined arrays. Precision Engineering, v. 38, p. 628-638, 2014.

BROD, E. R. Circuito alternativo para flotação de minério de ferro. 122 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2012.

BULATOVIC, S. M. Handbook of Flotation Reagents; Chemistry, theory and practice: Flotation of sulfide ores. Elsevier Science e Tecknology Books, v. 1, p. 1-5, p. 5-40, p. 67-74, 2007.

CHAVES, A. P. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. 2 ed. São Paulo: Signus Editora, 26p, 2002.

CHEN, M. C., FAN, S. S. Tolerance evaluation of minimum zone straightness using nonlinear programming techniques: a spreadsheet approach. Comp. Ind. Eng. 43 (3), p. 437-453, 2002.

CHUNG, C. A. Simulation Modeling Handbook. A Practical Approach. London, New York: CRC Press, 2004.

- COULTER, T., SUBASINGHE, G. K. N. A mechanistic approach to modelling Knelson Concentrators. *Miner. Eng.* v. 18, p9–17, 2005.
- CRESWELL, J. W.; PLANO CLARK, V. L. *Designing and conducting mixed methods research*. Sage Publications, California, 2007.
- CRISTIE, T.; BRATHWAITE, B. Mineral commodity report 15 – iron. Institute of Geological and Nuclear Sciences Ltd, New Zealand, 1997.
- DANA, J. D. *Manual de Mineralogia*. 1ª Edição. Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 642p, 1974.
- DING, R.; LIN, D. K. J.; WEI, D. Dual-response Surface Optimization: A weighted MSE Approach. *Quality Engineering*, v. 16, p. 377-385, 2004.
- EDWARDS, J. R. Polynomial regression and response surface methodology. In: OSTROFF, C.; JUDGE, T. A. *Perspectives on organizational fit*. San Francisco: Jossey-Bass, pp. 361-372, 2007.
- FERNANDES, P. A. Efeito do tipo de éter amina na hidrofobicidade do quartzo no processo de flotação catiônica reversa de minério de ferro. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Belo Horizonte, 2017.
- FERREIRA, R. F. Estudo de liberação das fases minerais em minérios de ferro. 2013. 211p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2013.
- FILIPPOV, L. O.; SEVEROV, V. V; FILIPPOVA, I. V. An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation. *International Journal of Mineral Processing*, n.127, p. 62–69, 2014.
- FLINT, L. R. Factors influencing the design of flotation equipment. *Minerals Science Engineering*, v. 5, n. 3, p. 232–241, 1973.
- FORSTER, E.; BARTHE, R. V. Avoiding Possible Confusion in Usual Methods of Steepest Ascent Calculation. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, v 9, pp. 207-215, 1990.
- GALDÁMEZ, E. V. C. Aplicação das Técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos na Melhoria da Qualidade de um Processo de Fabricação de Produtos Plásticos. 2002. 133 p. (Dissertação (Mestrado na Escola de Engenharia), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.
- GAUDIN, A. M. *Principles of mineral dressing*. New Delhi: Tata McGraw-Hill, 1939.
- GIL, A. C. *Como elaborar projetos de pesquisa*. 4. ed. São Paulo: Atlas, 2002.

GOMES, J. H. F. Método dos Polinômios Canônicos e misturas para otimização multi-objetivo 148 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção). Universidade Federal de Itajubá. Itajubá, 2013.

GUPTA, A.; YAN, D. S. Mineral processing design and operations; An introduction. 1st edition. Oxford: Elsevier Science & Technology Books, p. 693, 2006.

HALL, S. Froth flotation – the importance of the froth. Mining Magazine, p. 16, e 17, 1996.

HONAKER, R.Q. High capacity fine coal cleaning using an enhanced gravity concentrator. Min. Eng. v. 11 (12) p.1191–1199, 1998.

JACYNA J.; KORDALEWSKA M.; MARKUSZEWSKI M. J. Design of Experiments in metabolomics-related studies: An overview, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, v. 164, p. 598-606, 2019.

JUNG, JOON-HYUNG K; JIN-HYUK Kim<sup>1</sup>; CHANG-HWAN P.; SANG-OOK J. and YOUNG-SEOK C. Optimum design of diffuser in a small high-speed centrifugal fan using CFD & DOE, Journal of Mechanical Science and Technology v. 30, 3, p 1171-1184, 2016.

KARIMIFARD, S.; MOGHADDAM, M. R. A. Application of response surface methodology in physicochemical removal of dyes from wastewater: A critical review, Science of the Total Environment, v. 640–641, p. 772–797, 2018.

KAWATRA, S. K. Froth Flotation – Fundamental Principles em Mining Engineering Handbook. Flotation Fundamental, Society of Mining, Metallurgy and Exploration, 2009.

KLEIJNEN, J. P. C. Experimental design for sensitivity analysis, optimization, and validation of simulation models. In: BANKS, J. (Ed.) (1998). Handbook of Simulation. New York: John Wiley & Sons. cap. 6, p. 173-223, 1998.

KÖKKILIÇ, O.; LANGLOIS, R.; WATERS. K. E. A design of experiments investigation into dry separation using a Knelson Concentrator. Minerals Engineering, v. 72, p 73-86, 2015.

KÖKSOY, O.; DOGANAKSOY, N. Joint Optimization of Mean and Standard Deviation Using Response Surface Methods. Journal of Quality Technology, v. 35, n. 3, p. 237-334, 2003.

KÖKSOY, O. A nonlinear programming solution to robust multi-response quality problem. Applied Mathematics and Computation, v. 196, p. 603-612, 2008.

KUMAR R.; MANDRE N. R. Development of a Statistical Model for Selective Flocculation of Iron Ore Slimes, Journal of Dispersion Science and Technology, v.37, p2, 2015.

KHURI, André. I.; CORNELL, John A. Response surface: design and analyses. 2 ed. New York: Marcel Dekker Inc., 1996.

- LASDON, L. S.; JAIN, A. D. A.; RATNER, M. W., Design and testing of a Generalized Reduced Gradient Code for nonlinear programming. *ACM Trans. Math. Soft.*, 4 (1) 34-50, 1978.
- LASKOWSKI, J. Particle-bubble attachment in flotation. *Minerals Science Engineering*, v. 6, n. 4, p. 223 – 235, 1974.
- LEJA, J. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. New York: Plenum Press, 1982.
- LEJA, J.; HE, B. Q. The role of flotation frothers in the particle-bubble attachment process. *Principles of Mineral Flotation*. In: *Principles of Minerals Flotation*. Edited by M.H. Jones and J.T. Woodcock. Parckville: Aus IMM, n. 40, p.73-89, 1984.
- LI, R.; HOBERG, H.; CHNEIDER, F.U. Investigations on the influence of particle size in flotation. In: *International Mineral Processing Congress, XVIII, Sydney*. Volume 3, p. 689-697, 1993.
- LIMA, N. P. *Avaliação do processo de flotação para diferentes frações granulométricas*. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.
- LIMA, N. P.; VALADÃO, G. E. S.; PERES, A. E. C. Effect of amine and starch dosages on the reverse cationic flotation of an iron ore. *Minerals Engineering*, v. 45, p. 180-184, 2013.
- LIMA, N. P.; PINTO, T. C. S.; TAVARES, A. C.; SWEET, J. The entrainment effect on the performance of iron ore reverse flotation. *Minerals Engineering*, v. 96-97, p. 53-58, 2016.
- LIMA, N. P.; MARQUES, M. L. S., *Visão Geral de Processo*, Documento Interno Vale, 2019.
- LIN, J. F.; CHOU, C. C. The response surface method and the analysis of mild oxidational wear. *Tribology International*, v 35, pp. 771–785, 2002.
- LIU, Q.; LASKOWSKI, J. S. The role of metal hydroxides at mineral surfaces in dextrin adsorption, I. Studies on modified quartz samples. *International Journal of Mineral Processing*, p. 297-316, 1989.
- LUBISI, T. P.; NHETA W.; NTULI F. Optimization of Reverse Cationic Flotation of Low-Grade Iron Oxide from Fluorspar Tails Using Taguchi Method, *Arabian Journal for Science and Engineering*, v. 43, p. 2403-2412, 2018.
- LUENBERGER, D. G.; YE, Y. *Linear and nonlinear programming*. 3 ed. New York: Springer, 516 p. 2008.
- LUO, X.; YIN, W.; WANG, Y.; SUN C.; MA Y.; LIU J. Effect and mechanism of siderite on reverse anionic flotation of quartz from hematite, *J. Cent. South Univ.*, v. 23, p. 52-58, 2016.
- LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. *Tratamento de Minérios*. 5.ed. São Paulo: CETEM/MCT, p.485-486p, 2010.

MAMEDE, C. R. S. Mitigação dos Efeitos de Cátions  $\text{Ca}^{2+}$  na Flotação Catiônica Reversa de Minério de Ferro. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

MAPA, P. S. Rota de processo para o underflow da deslamagem de minérios de ferro do concentrador da Samarco Mineração S.A. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

MARQUES, M. L. S. Comportamento de minérios de ferro na concentração por flotação na presença de lamas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

MAKOKHA, A.; MOYS, M. H.; MUUMBO, A. M.; KIPRONO, R. J. Optimization of in-mill ball loading and slurry solids concentration in grinding. *Miner. Eng.* 39, 149–155, 2012.

MATOS, V. E. Seletividade de reagentes na flotação reversa de minério de ferro. 2017. 116 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

MOHAPATRA, S.; PRADHAN, N.; MOHANTY, S.; SUKLA, L.B. Recovery of nickel from lateritic nickel ore using *Aspergillus niger* and optimization of parameters. *Miner. Eng.* 22, 311-313, 2009.

MONTGOMERY, D. C. *Design and Analysis of Experiments*, 6<sup>a</sup> ed., John Wiley & Sons, 2005.

MONTGOMERY, D. C. *Design and Analysis of Experiments*. 7th. ed. New York: John Wiley & Sons, 2009.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. *Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros*. LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 4 ed., p. 266, 2009.

MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. M. *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. John Wiley & Sons, 2016.

NAGARAJ, R. D. Reagent selection and optimization - the case for a holistic approach. In: *Minerals Engineering*, Elsevier Science Publishers n.18. p. 151-158, 2005.

NAGARAJ, R. D.; FARINATO, R. S. Evolution of flotation chemistry and chemicals: A century of innovations and the lingering challenges. *Minerals Engineering* v. 96-97, p 2–14, 2016.

NASH, S. G.; SOFER, A. *Linear and nonlinear programming*. First ed., McGraw-Hill Companies Inc., p. 692, 1996.

NILO JÚNIOR, L. P. Otimização de um processo de solda MIG/MAG para aplicação na indústria automobilística através da utilização da técnica do projeto e análise de experimentos.

2003. 111 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Instituto de Engenharia de Produção e Gestão, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2003.

OLIVEIRA, L. G. Fundamentos da Metodologia de Superfície de Resposta e suas aplicações em Manufatura Avançada: Uma análise crítica. 2018. 98 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2018.

OLIVEIRA, L. C. A.; FABRIS, J. D.; PEREIRA, M. C. Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: Uma revisão. In: *Quim. Nova*, v. 36, n.1, p123-130, 2013.

OLIVEIRA, P. S. Rotas para recuperação de ferro fino contido no underflow do espessador de lama da usina de Conceição. 2006. 113 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

PAIVA, A. P. Metodologia de Superfície de Resposta e Análise de Componentes Principais em Otimização de Processos de Manufatura com Múltiplas Respostas Correlacionadas. 2006. 229 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2006.

PAIVA, A. P.; FERREIRA, J. R.; BALESTRASSI, P. P. A multivariate hybrid approach applied to AISI 52100 hardened steel turning optimization. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 189, p. 26-35, 2007.

PAIVA, A. P.; CAMPOS, P. H.; FERREIRA, J. R.; LOPES, L. G. D.; PAIVA, E. J. e BALESTRASSI, P. P. A multivariate robust parameter design approach for optimization of AISI 52100 hardened steel turning with wiper mixed ceramic tool. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 30, n. 1, p. 152-163, 2012.

PAIVA, E. J. Erro Quadrático Médio Multivariado na otimização do torneamento do aço ABNT 52100 endurecido. 2012. 173 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2012.

PAIVA, E. J. Otimização de processos de manufatura com múltiplas respostas baseada em índices de capacidade. 2008. 118 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2008.

PATTANAIK A.; RAYASAM V. Analysis of reverse cationic iron ore fines flotation using RSM-D-optimal design – An approach towards sustainability. *Advanced Powder Technology*, v. 29, p. 3404-3414, 2018.

PEASE, J. D.; CURRY, D. C.; YOUNG, M. F. Designing Flotation Circuits for High Fines Recovery, *Minerals Engineering*, Vol. 19, p. 831-840, 2005.

PEREIRA, R. B. D. Otimização Robusta multi-objetivo do processo de fresamento helicoidal do aço AISI H13 endurecido pelo método da restrição normal. 2017. 296 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) - Universidade Federal de Itajubá, Itajubá. 2017.

PERES, A. E. C.; ARAÚJO, 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.

PERES, A. E. C.; COELHO, E. M.; ARAÚJO, A. C. Flotação, espessamento, deslamagem e floculação seletiva. In: COELHO, E.M. Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia; In Memoriam Prof. Paulo Abib Andery. Recife: ITEP-CNPq, 1980.

PERES, A. E. C.; SALUM, M. J. G.; VALADÃO, G. E. S.; ARAÚJO, A. C. Métodos de concentração. In: VALADÃO, G. E. S; ARAÚJO, A. C. Introdução ao tratamento de minérios. 1ª Reimpressão. Belo Horizonte: Editora UFMG, c.6, p. 105-139, 2012.

QUARESMA, L. F. Balanço Mineral Brasileiro. Brasília: Departamento Nacional de Produção Mineral, 2001.

RAO, S. R., Surface chemistry of froth flotation – Reagents and mechanisms. Library of congress, Volume 2. p. 675-703, 2004.

RATH S. S.; SAHOO H.; DAS B. Optimization of flotation variables for the recovery of hematite particles from BHQ ore. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials. v. 20, p. 605, 2013.

REIS, J. M. Avaliação da Flotação de Minério de Ferro de Brucutu Considerando a Divisão em Dois Circuitos: Grossos e Finos. 2015. 274 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.

ROCHA, G. M. Avaliação de depressores na flotação de rejeito de minério de ferro, 2017. 91 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2017.

RODRIGUES, R. P. Utilização da Metodologia de Superfície de Resposta para otimização de Modelos de Simulação a Eventos Discretos, 2015. 138 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2015.

SAFARI, M.; HARRIS, M.; DEGLON, D. The effect of energy input on the flotation of a platinum ore in a pilot-scale oscillating grid flotation cell. Minerals Engineering, v. 110, p. 69-74, 2017.

SALES, C. G. Rotas de beneficiamento para recuperação de minerais portadores de ferro do underflow do espessador de lammas da usina de Brucutu. 2012. 136 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

SANTANA, P. P. Flotação direta de minério de ferro itabirítico, 2012. 163 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

SBÁRBARO, D.; VILLAR, R. D. Advanced control and supervision of mineral processing plants. Springer Science & Business Media, 2010.

SCHULZE, H. J. New theoretical and experimental investigations on stability of bubble/particle aggregates in flotation: a theory on the upper particle size of floatability. *International Journal of Mineral Processing*, v. 4, p. 241-259, 1977.

SCHULZE, H. J. Physico-chemical elementary processes in flotation. Elsevier, v. 348, 238 p., Amsterdam, 1984.

SEVERINO, G. Otimização do torneamento vertical de anéis de pistão de ferro fundido cinzento martensítico utilizando ferramenta de metal duro com geometria especial. 2011. 113p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2011.

SILVA, L. N. S. Siderurgia. Belém: IFPA/ Santa Maria: UFSM: e-Tec Brasil, 110p. 2011.

SILVA, E. R. Avaliação técnica e econômica sobre aplicação de colunas flotação para aumento da recuperação metalúrgica da flotação catiônica reversa minério ferro do sistema Minas-Rio. 2016. 107 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016a.

SILVA, A. A. Reavaliação de circuito de flotação convencional de minério de ferro. 2016. p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016b.

SOMASUNDARAN, P. Principles of Flocculation, Dispersion, and Selective Flocculation. In: Somasundaran, P. Fine particles processing, v. II, c. 48, p. 947-976, 1980.

TAKEHARA, L. Caracterização geometalúrgica dos principais minérios de ferro brasileiros – fração Sinter Feed. Tese (Doutorado em Geociências), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

TRAHAR, W. J. A rational interpretation of the role of particle size in flotation. *International Journal of Mineral Processing*, v. 8, p. 289-327, 1981.

TRIPATHY, S. K.; MURTHY, Y. R. Modeling and optimization of spiral concentrator for separation of ultrafine chromite. *Powder Technol.* 221, 387–394, 2012.

TUCK, C. A. Mineral Commodity Summaries 2015. U. S. Geological Survey (USGS), 2015. jan. Disponível em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/>>

TURRER, H. D. G. Polímeros depressores na flotação de minério de ferro. 2007. 171 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

TURRIONI, J. B.; MELLO, C. H. P. Metodologia de pesquisa em engenharia de produção. Universidade Federal de Itajubá. 2012.

VALADAO, G. E. S.; ARAÚJO, A. C. Introdução ao tratamento de minérios. Belo Horizonte: Editora UFMG, Cap. 7, p. 11-15, 2007.

VAZIFEH, Y.; JORJANI, E.; BAGHERIAN, A. Optimization of reagent dosages for copper flotation using statistical technique, Transaction of Nonferrous Metals Society of China, v. 20, p. 2371-2378, 2010.

VERAS, M. M. Influência do tipo de espumante nas características de espuma produzida na flotação. 2010. 64 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2010.

VIEIRA, A. M. Efeito da Granulometria na Flotação de Quartzo. Tese (Doutorado em Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) Universidade Federal de Minas Gerais, 2005.

VIEIRA A. M.; PERES A. E. C. The effect of amine type, pH, and size range in the flotation of quartz, Minerals Engineering, v. 20, p. 1008-1013, 2007.

WILLS, B. A.; NAPIER-MUNN, T. J. Mineral Processing Technology; An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery. 7th Edition, Brisbane: Elsevier Science & Technology Books, 444p, 2006.

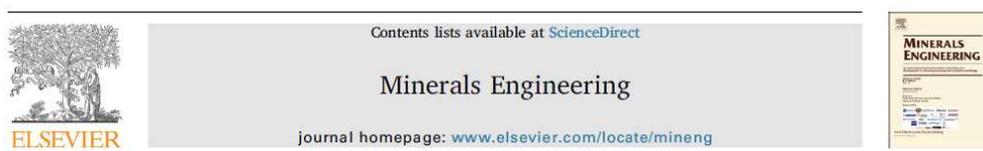
WOLFF, A. P. Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009.

ZAVADSKAS, E. K.; TURSKIS, Z. A new additive ratio assessment (ARAS) method in multicriteria decision-making. Technological and Economic Development of Economy, v. 16, n. 2, p. 159-172, 2010.

# ANEXOS

## ANEXO A – Artigo submetido em periódico e congresso

### 1. *Minerals Engineering*



#### Submission Confirmation

De: Minerals Engineering (eesserver@eesmail.elsevier.com)

Para: kaxetta@yahoo.com.br

Data: terça-feira, 16 de julho de 2019 00:10 BRT

\*\*\* Automated email sent by the system \*\*\*

Minerals Engineering

Title: Optimization of iron ore flotation parameters using statistical techniques

Authors: Tiago Caixeta Nunes, Master's Degree student; Efigenio R Costa Júnior, Master's Degree student;

Tarcísio G Brito, Doctorate; Emerson J Paiva, Doctorate; Rubén A Miranda Carrillo, Doctorate

Article Type: SI: Flotation '17

Dear Mr. Nunes,

Your paper has been received with thanks. It will now be reviewed by at least two members of the Minerals Engineering editorial board. Please allow at least four weeks for refereeing. You will be notified again when your manuscript has been assigned a reference number.

If you are not already subscribed to MEI Online's free fortnightly newsletter, you should do so by submitting your email address in the box in the right hand column of [www.min-eng.com](http://www.min-eng.com). The newsletter will alert you to the latest refereed publications, as well as all the latest mineral processing news from around the world.

Please do not hesitate to contact me if you have any queries.

Regards,

Barry Wills  
Minerals Engineering

### 2. IV Congresso de Pesquisa, Extensão e Ensino – UNIFEI Itabira



#### OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DA FLOTAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO UTILIZANDO TÉCNICAS ESTATÍSTICAS

Tiago Caixeta Nunes<sup>1</sup> (PG), Tarcísio Gonçalves de Brito (PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Itajubá

**Palavras-chave:** Flotação. Minério de ferro. Planejamento de Experimentos. Otimização. Reagentes.

## ANEXO B – Tabelas diversas

Tabela B.1 – Litologia das 22 amostras das 9 regiões, com predominância de Itabirito Friável – Fase definitiva

Região	Litologia <sup>(1)</sup>	Amostra	Massa (kg)
1	HAL	1	1,5
	HGO	2	1,8
	IF	3	5,58
2	IGO	4	1,5
	IF	5	5,58
	IF	6	5,58
	IAL	7	0,6
3	IF	8	5,58
	IF	9	5,58
	IAL	10	3
4	IF	11	5,58
5	IF	12	5,58
6	IF	13	7,2
	IF	14	3
7	IF	15	5,58
	IF	16	3
	IF	17	5,58
	IF	18	5,58
8	IF	19	7,2
	IF	20	8,4
	IF	21	5,58
9	IGO	22	1,5

(1) IF: itabirito friável, HAL: hematita aluminosa, HGO: hematita goethítica, IGO: itabirito goethítico e IAL: itabirito aluminoso.

Fonte: Autoria própria (2019).

Tabela B.2 – Quantificação mineralógica – Fase preliminar

Quantificação Mineralógica (%)					
Quartzo	Óxidos de Fe	Gibsita	Caulinita	Óxidos de Mn	Outros Minerais
33,16	66,21	0,31	0,33	0,00	0,00

Tabela B.3 – Resumo dos resultados dos ensaios de flotação – Fase preliminar

Nº Ensaio	Etapa	Fluxo	Fe	SiO <sub>2</sub>	Recuperação Metálica (%)	Recuperação em massa (%)	Seletividade Gaudin	Parâmetros		
								Amido (g/t <sub>Alim</sub> )	Amina (g/tSiO <sub>2</sub> )	pH
1	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,20 16,87	1,45 75,35	94,87	65,27	14,49	400	100	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	62,95 6,93	8,48 89,77						
2	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,72 14,39	1,31 78,62	95,85	65,45	16,93	600	100	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	58,60 5,63	13,46 91,53						
3	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,00 25,20	0,57 63,77	86,70	58,96	17,50	400	250	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	68,86 15,20	1,05 78,14						
4	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,00 22,61	0,73 67,44	91,43	62,17	16,79	600	250	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	68,37 10,63	1,54 84,69						
5	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,42 14,13	1,74 78,65	95,56	65,53	14,80	400	100	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	63,61 6,05	6,82 90,37						
6	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	67,71 13,76	2,85 80,33	95,93	66,48	11,78	600	100	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	63,18 5,69	8,01 91,48						
7	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,26 22,55	0,65 66,63	89,47	61,50	17,61	400	250	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,97 12,83	1,71 80,53						
8	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,19 20,47	0,64 69,78	90,80	61,58	19,20	600	250	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	68,11 11,23	1,46 83,02						
9	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,17 16,28	0,99 75,69	93,44	63,38	18,02	500	175	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	66,95 8,41	2,08 87,15						
10	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,16 17,17	1,02 74,41	93,40	63,37	17,14	500	175	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,14 8,45	2,36 86,97						
11	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,53 17,05	1,06 74,98	93,93	64,31	16,86	500	175	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	66,71 7,98	2,13 87,58						

Tabela B.4 – Resumo dos resultados dos ensaios de flotação – Fase definitiva

Nº Ensaio	Etapa	Fluxo	Fe	SiO <sub>2</sub>	Recupe- ração Metálica (%)	Recupe- ração em massa (%)	Seletivi- dade Gaudin	Parâmetros		
								Amido (g/t <sub>Alim</sub> )	Amina (g/tSiO <sub>2</sub> )	pH
1	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,39 26,00	0,65 61,86	90,02	63,88	15,94	350	75	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	63,52 13,61	7,99 79,64						
2	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,38 19,03	0,43 72,16	93,50	66,36	24,73	500	75	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	63,42 9,51	7,63 86,00						
3	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,13 33,40	0,37 50,75	79,75	56,81	16,85	350	200	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,45 23,08	1,83 65,58						
4	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,24 27,30	0,37 60,17	86,39	61,43	20,31	500	200	9,80
	Scavenger	Concentrado Rejeito	66,79 17,38	2,54 74,64						
5	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,51 23,41	0,51 65,17	90,70	65,19	19,34	350	75	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	65,79 13,15	4,79 79,78						
6	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,96 15,31	0,56 75,98	95,11	67,91	24,72	500	75	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	62,90 7,50	8,55 87,05						
7	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,21 32,32	0,46 52,61	79,88	56,83	15,65	350	200	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,95 22,95	1,47 66,05						
8	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,65 24,18	0,44 64,47	89,59	64,26	20,39	500	200	10,50
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,70 14,34	2,35 78,52						
9	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,31 32,90	0,48 51,64	80,01	56,84	15,05	299	138	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	66,46 22,81	3,45 66,14						
10	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	68,99 19,55	0,74 69,96	92,19	65,80	18,26	551	138	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	67,32 11,24	2,39 81,71						
11	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	61,71 11,65	10,68 81,27	98,03	62,35	10,85	425	32	10,15
	Scavenger	Concentrado Rejeito	22,31 4,46	67,06 90,86						
12	Rougher/ Cleaner	Concentrado Rejeito	69,17 28,31	0,68 58,23	85,98	61,20	14,46	425	243	10,15

	Scavenger	Concentrado	66,68	2,69							
		Rejeito	17,80	73,44							
13	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,95	0,32	88,25	63,02	21,91	425	138	9,60	
		Rejeito	26,87	59,85							
	Scavenger	Concentrado	66,59	2,79							
		Rejeito	15,65	75,97							
14	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,29	0,36	89,45	63,57	23,86	425	138	10,70	
		Rejeito	22,66	67,04							
	Scavenger	Concentrado	66,98	2,65							
		Rejeito	14,26	79,24							
15	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,17	0,35	87,59	62,35	22,14	425	138	10,15	
		Rejeito	25,49	63,21							
	Scavenger	Concentrado	67,48	2,28							
		Rejeito	16,23	76,64							
16	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,86	0,31	87,13	62,31	22,77	425	138	10,15	
		Rejeito	26,47	61,76							
	Scavenger	Concentrado	67,00	2,89							
		Rejeito	16,81	75,78							
17	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,20	0,37	87,93	62,57	21,70	425	138	10,15	
		Rejeito	25,22	63,46							
	Scavenger	Concentrado	67,19	2,61							
		Rejeito	15,88	77,00							

Fonte: Autoria própria (2019).

Tabela B.5 – Resultados dos ensaios de flotação – Fase definitiva

Nº Ensaio	Etapa	Fluxo	Análise Química (%)								
			Fe	SiO <sub>2</sub>	P	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	TiO	CaO	MgO	PPC
-	-	Alimentação	49,24	28,36	0,016	0,33	0,022	0,039	0,008	0,001	0,38
1	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,39	0,65	0,013	0,10	0,028	0,058	0,013	0,001	0,37
		Rejeito	63,52	7,99	0,020	0,44	0,035	0,073	0,010	0,003	0,48
	Scavenger	Concentrado	26,00	61,86	0,016	0,61	0,012	0,022	0,005	0,041	0,44
		Rejeito	13,61	79,64	0,015	0,67	0,004	0,005	0,004	0,054	0,43
2	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,38	0,43	0,012	0,07	0,025	0,055	0,012	0,001	0,30
		Rejeito	19,03	72,16	0,019	0,70	0,012	0,019	0,009	0,002	0,43
	Scavenger	Concentrado	63,42	7,63	0,029	0,62	0,049	0,091	0,013	0,007	0,71
		Rejeito	9,51	86,00	0,017	0,72	0,004	0,003	0,008	0,001	0,37
3	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,13	0,37	0,015	0,09	0,028	0,057	0,014	0,001	0,44
		Rejeito	33,40	50,75	0,018	0,52	0,015	0,029	0,011	0,001	0,37
	Scavenger	Concentrado	67,45	1,83	0,017	0,36	0,037	0,076	0,011	0,001	0,47
		Rejeito	23,08	65,58	0,018	0,57	0,008	0,015	0,011	0,001	0,34
4	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,24	0,37	0,015	0,09	0,028	0,057	0,014	0,001	0,28
		Rejeito	27,30	60,17	0,020	0,64	0,017	0,029	0,009	0,001	0,49
	Scavenger	Concentrado	66,79	2,54	0,022	0,48	0,047	0,087	0,010	0,002	0,61
		Rejeito	17,38	74,64	0,019	0,68	0,010	0,014	0,009	0,001	0,46
5	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,51	0,51	0,014	0,11	0,031	0,063	0,011	0,001	0,41
		Rejeito	23,41	65,17	0,019	0,69	0,009	0,019	0,015	0,069	0,47
	Scavenger	Concentrado	65,79	4,79	0,022	0,53	0,040	0,079	0,014	0,013	0,69
		Rejeito	13,15	79,78	0,018	0,73	0,001	0,005	0,015	0,082	0,42
6	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,96	0,56	0,013	0,11	0,029	0,060	0,012	0,001	0,38
		Rejeito	15,31	75,98	0,019	0,89	0,009	0,017	0,006	0,072	0,53
	Scavenger	Concentrado	62,90	8,55	0,033	0,92	0,060	0,096	0,013	0,016	0,81

		Rejeito	7,50	87,05	0,017	0,88	0,001	0,004	0,005	0,081	0,48
7	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,21	0,46	0,015	0,13	0,035	0,064	0,013	0,001	0,52
		Rejeito	32,32	52,61	0,015	0,55	0,010	0,026	0,009	0,001	0,39
	Scavenger	Concentrado	67,95	1,47	0,017	0,35	0,035	0,074	0,013	0,001	0,47
		Rejeito	22,95	66,05	0,015	0,60	0,004	0,013	0,008	0,001	0,37
8	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,65	0,44	0,013	0,10	0,029	0,055	0,011	0,001	0,44
		Rejeito	24,18	64,47	0,020	0,67	0,011	0,024	0,010	0,005	0,28
	Scavenger	Concentrado	67,70	2,35	0,024	0,59	0,049	0,089	0,014	0,023	0,61
		Rejeito	14,34	78,52	0,019	0,69	0,002	0,009	0,009	0,001	0,21
9	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,31	0,48	0,015	0,12	0,033	0,060	0,011	0,001	0,43
		Rejeito	32,90	51,64	0,016	0,55	0,012	0,026	0,012	0,006	0,42
	Scavenger	Concentrado	66,46	3,45	0,017	0,37	0,034	0,074	0,016	0,001	0,45
		Rejeito	22,81	66,14	0,016	0,60	0,005	0,012	0,011	0,007	0,41
10	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,99	0,74	0,015	0,14	0,030	0,059	0,014	0,018	0,34
		Rejeito	19,55	69,96	0,017	0,72	0,009	0,017	0,008	0,057	0,53
	Scavenger	Concentrado	67,32	2,39	0,024	0,54	0,043	0,094	0,012	0,005	0,61
		Rejeito	11,24	81,71	0,016	0,75	0,003	0,004	0,007	0,066	0,52
11	Rougher/ Cleaner	Concentrado	61,71	10,68	0,014	0,14	0,027	0,052	0,010	0,001	0,37
		Rejeito	11,65	81,27	0,023	1,00	0,008	0,012	0,008	0,088	0,50
	Scavenger	Concentrado	22,31	67,06	0,025	0,67	0,019	0,028	0,005	0,092	0,48
		Rejeito	4,46	90,86	0,022	1,23	0,001	0,001	0,010	0,086	0,52
12	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,17	0,68	0,013	0,11	0,030	0,059	0,012	0,005	0,29
		Rejeito	28,31	58,23	0,017	0,60	0,013	0,025	0,006	0,060	0,54
	Scavenger	Concentrado	66,68	2,69	0,022	0,53	0,041	0,081	0,013	0,001	0,63
		Rejeito	17,80	73,44	0,016	0,62	0,005	0,010	0,004	0,076	0,51
13	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,95	0,32	0,013	0,10	0,024	0,056	0,012	0,001	0,30
		Rejeito	26,87	59,85	0,022	0,73	0,017	0,030	0,021	0,001	0,41
	Scavenger	Concentrado	66,59	2,79	0,022	0,51	0,040	0,086	0,013	0,003	0,48
		Rejeito	15,65	75,97	0,022	0,79	0,010	0,014	0,023	0,001	0,39
14	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,29	0,36	0,013	0,11	0,030	0,060	0,013	0,001	0,32
		Rejeito	22,66	67,04	0,017	0,68	0,008	0,017	0,010	0,001	0,40
	Scavenger	Concentrado	66,98	2,65	0,023	0,59	0,045	0,087	0,013	0,001	0,59
		Rejeito	14,26	79,24	0,016	0,70	0,001	0,004	0,009	0,001	0,36
15	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,17	0,35	0,012	0,11	0,026	0,059	0,013	0,001	0,27
		Rejeito	25,49	63,21	0,019	0,65	0,010	0,022	0,015	0,001	0,40
	Scavenger	Concentrado	67,48	2,28	0,021	0,50	0,041	0,083	0,011	0,001	0,63
		Rejeito	16,23	76,64	0,018	0,68	0,003	0,008	0,016	0,001	0,35
16	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,86	0,31	0,013	0,10	0,029	0,060	0,012	0,001	0,31
		Rejeito	26,47	61,76	0,019	0,63	0,010	0,024	0,012	0,001	0,47
	Scavenger	Concentrado	67,00	2,89	0,021	0,54	0,041	0,086	0,012	0,001	0,60
		Rejeito	16,81	75,78	0,018	0,65	0,003	0,009	0,012	0,001	0,44
17	Rougher/ Cleaner	Concentrado	69,20	0,37	0,013	0,09	0,028	0,058	0,010	0,001	0,32
		Rejeito	25,22	63,46	0,022	0,70	0,010	0,023	0,026	0,008	0,41
	Scavenger	Concentrado	67,19	2,61	0,020	0,51	0,040	0,087	0,013	0,001	0,56
		Rejeito	15,88	77,00	0,022	0,74	0,003	0,009	0,029	0,009	0,38
OTM	Rougher/ Cleaner	Concentrado	68,89	0,51	0,015	0,11	0,028	0,057	0,006	0,001	0,46
		Rejeito	18,22	72,27	0,019	0,67	0,009	0,016	0,002	0,049	0,34
	Scavenger	Concentrado	62,90	8,36	0,029	0,57	0,044	0,084	0,005	0,004	0,46
		Rejeito	9,19	85,19	0,017	0,69	0,002	0,002	0,001	0,058	0,32

Fonte: Autoria própria (2019).