

APLICAÇÃO DE EXPERIMENTOS FATORIAIS E DE MISTURAS NA OTIMIZAÇÃO DE COLETORES⁽⁰¹⁾

Ari Dias Turrer⁽⁰²⁾
Paulo José de Barros Rabelo⁽⁰³⁾

RESUMO

A maior exigência do mercado consumidor e a abertura de novas frentes de lavra, fizeram com que a Samarco Mineração S.A. desenvolvesse uma estrutura de planejamento e análise de testes de flotação, que fosse rápida e de baixo custo.

A gradual queda de seletividade da flotação do quartzo, de alguns itabiritos lavrados atualmente, apontou para o desenvolvimento de reagentes e novos fornecedores, de forma a atingir os níveis de qualidade, atendimento e custos exigidos pelos clientes.

O método consiste de ensaios exploratórios, em bancada, para comparação de classes de reagentes, utilizando-se amostras de fornecedores já cadastrados ou em potencial e, com os reagentes mais promissores, são realizados outros testes, objetivando determinar o melhor reagente e a menor dosagem. Esse reagente, com essa dosagem minimizada, é o ponto de partida para se montar experimentos de mistura. Obtida a melhor condição de sinergia, para o menor teor de SiO_2 no concentrado, passa-se para a fase de testes industriais.

Desta maneira, atualmente, temos disponível um leque de opções misturas de coletores, de tal forma que são atendidos os valores de recuperação, seletividade e custos orçados.

Palavras-chave: flotação, mistura, coletor.

(01) Trabalho a ser apresentado no XVII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa e I Seminário de Química de Colóides Aplicada à Tec. Mineral, 23 a 26 de agosto de 1998 — Águas de São Pedro — SP.

(02) Engenheiro de Minas, CQE/ASQ, Coordenador de Engenharia de Processo da Samarco Mineração S.A.

(03) Engenheiro de Minas, M.Sc., CQE/ASQ, Gerente de Beneficiamento da Samarco Mineração S.A.

1 -INTRODUÇÃO

A tecnologia mineral avança no sentido da busca de resultados, que viabilizem o aproveitamento de concentrados minerais provenientes de minérios cada vez mais complexos, tanto no aspecto da lavra quanto ao método de concentração. Na concentração, objetiva-se a retirada de valores úteis, em quantidades sempre crescentes e com graus de pureza maximizados. A ferramenta mais adequada para a previsibilidade do comportamento de qualquer minério, em uma planta industrial, é o ensaio em laboratório.

Na Samarco, os ensaios têm como rotina a aplicação de técnicas estatísticas, objetivando minimizar a quantidade de testes (custo e tempo) e maximizar a confiança nas estimativas dos resultados previstos para a Usina industrial. A Flotação — desenvolvimento de reagentes — é a seção onde essas técnicas são mais largamente aplicadas. Além da natural complexidade desse método de concentração, houve queda de seletividade da flotação do quartzo dos itabiritos lavrados nos últimos anos, o que direcionou para o uso regular destas técnicas.

Nesse estudo, utilizou-se o software STATGRAPHICS Plus, versão 3, para os experimentos fatoriais e de misturas.

2 -DESENVOLVIMENTO DA ROTINA

O método de rotina compreende 4 etapas, a saber: testes exploratórios; experimentação segundo algum modelo — fatorial completo, bloqueado, fracionado, Box-Behnken, Superfície de Resposta, Misturas, etc.—; otimização da 2ª etapa; teste industrial.

A seguir o exemplo de um caso estudado pela Samarco. Por razões óbvias, os reagentes terão designação alfanumérica.

2.1 -Testes Exploratórios

O método tem como ponto de partida a realização de testes de flotação em laboratório, em duplicata, com um conjunto de, no mínimo, 3 classes de reagentes e/ou fornecedores, podendo ser já cadastrados ou em potencial.

Nesse trabalho, entende-se como classe de reagente um conjunto de dados característicos do reagente, como número predominante de C da cadeia carbônica, presença de ramificações, mono ou diamina, % de neutralização, etc.

Os ensaios são realizados em alíquotas de uma mesma amostra (amostra padrão) de minério e em iguais condições de dosagens, pH, % sólidos, etc.

Na figura 1 estão apresentados os resultados de um conjunto de testes exploratórios de flotação que foram realizados com os reagentes das classes A1, A2, A3 e A4, cujos resultados são comparados com os resultados restantes que podem ser de vários fornecedores e/ou classes de reagentes. Os reagentes A1, A2 e A3 mostraram-se mais promissores para a continuidade do estudo, sobretudo, A1 e A2.

Deve-se observar que a área de interesse tem o limite máximo para o teor de SiO_2 nas vizinhanças de 1.0% e recuperação metálica nas imediações de um mínimo de 90%.

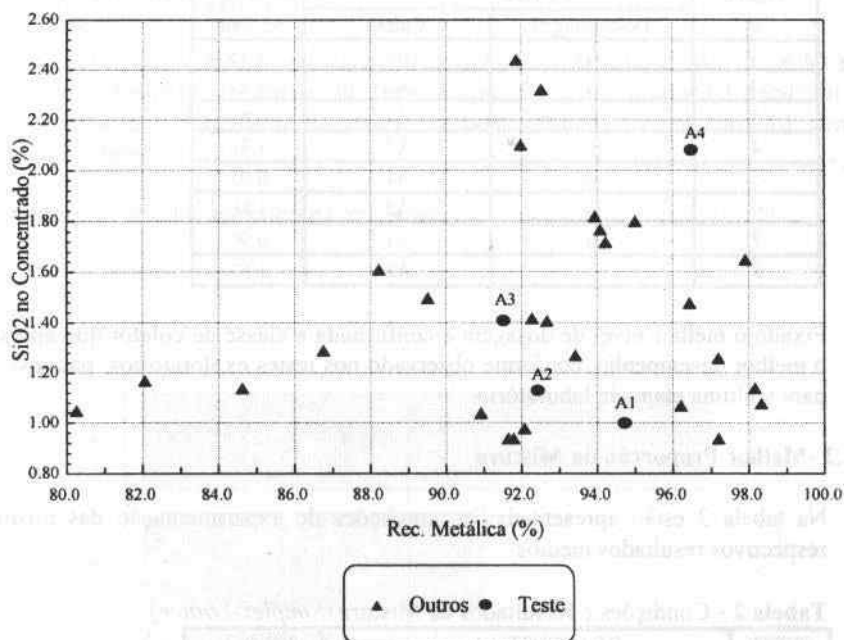


Figura 1 - Testes Exploratórios - gráfico de dispersão

2.2 - Melhor Coletor e Menor Dosagem

Como os resultados de A1 e A2 foram os mais próximos entre si e situaram-se dentro da área de interesse, passa-se para a segunda parte do procedimento.

Sendo A1 o reagente que apresentou melhor resultado, quanto ao teor de sílica e recuperação metálica, montou-se uma matriz de um fatorial 2^2 centrado, conforme tabela 1.

Como os efeitos dos fatores testados, nesses experimentos, tiveram significância marginal (nível de $\alpha = 5\%$) para a resposta % recuperação metálica e, pelo conhecimento do processo, sabe-se que o depressor dos minerais de Fe é que tem efeito altamente significativo nessa resposta, decidiu-se não abordar estes resultados. Todos as respostas de recuperação metálica foram próximas de 92%.

Adicionalmente, deve-se observar que, por motivos de espaço e foco do estudo, não serão mostradas as checagens (gráficos, tabelas, etc.) que atestam a veracidade das premissas básicas (aleatorização dos erros, independência de populações, igualdade de variâncias, etc.) para uma aceitação confiável dos modelos utilizados.

Tabela 1 - Condições e resultados do fatorial 2^2 centrado

TESTE nº	FATOR		%SiO ₂ no conc.
	Dosagem(g/t)	Classe	
1	-1	A1	1.15
2	-1	A2	2.37
3	1	A1	0.89
4	1	A2	1.30
5	0	A1	0.95
6	0	A2	1.80
7	0	A1	0.90
8	0	A2	1.57

Fixado o melhor nível de dosagem e confirmada a classe de coletor que apresentou o melhor desempenho, conforme observado nos testes exploratórios, passa-se então para a última etapa de laboratório.

2.3 -Melhor Proporção da Mistura

Na tabela 2 estão apresentadas as condições de experimentação das misturas e respectivos resultados médios.

Tabela 2 - Condições e Resultados da Mistura (Simplex-Lattice)

TESTE nº	REAGENTE (classe)			%SiO ₂ no conc.(média)
	%A1	%A2	%A3	
1	100	0	0	1.49
2	67	33	0	1.49
3	67	0	33	1.59
4	33	67	0	1.61
5	33	33	33	1.82
6	33	0	67	1.87
7	0	100	0	1.79
8	0	67	33	1.83
9	0	33	67	1.87
10	0	0	100	2.02

2.4 -Teste Industrial

As melhores condições obtidas em laboratório são recomendadas para testes na Usina, que são realizados na seguinte seqüência: primeiro, o reagente (ou mistura) é testado durante aproximadamente 15 dias de produção de sílica mais alta. Dentro deste período, aleatoriamente, tenta-se produzir sílica baixa por períodos de algumas horas no decorrer desta produção. Se não houve problema na obtenção de sílica mais baixa, quando terminar essa produção de sílica alta, o reagente (ou mistura) é testado, também durante aproximadamente 15 dias, na produção de sílica baixa. Não ocorrendo problemas quanto à seletividade (e recuperações) o produto é aprovado para inclusão no estoque regular de coletores.

3 -RESULTADOS OBTIDOS

Dos testes exploratórios selecionaram-se os reagentes das classes A1, A2 e A3 e, com A1 e A2 o resultado da análise do fatorial evidenciou que o fator CLASSE foi o que influenciou mais fortemente na variável resposta (%SiO₂ no concentrado), conforme figura 2 e tabela 3.

Na figura 2, a linha que corta os retângulos corresponde ao nível de $\alpha = 5\%$.

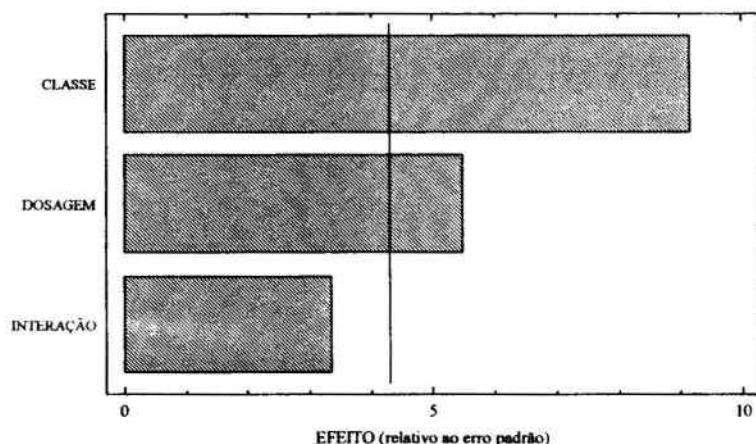


Figura 2 - Efeitos relativos sobre o teor de SiO₂ no concentrado da flotação.

Na análise de variância para o modelo adotado, tem-se que, no teste para a falta de ajuste, foi obtido o p-valor = 0.4677 (> 0.05) e os p-valores dos fatores ($P_{[\text{fator Classe}]}$) =

0.011 e $p_{[\text{fator Dosagem}]} = 0.0299$) foram menores que 0.05, logo pode-se afirmar que o ajuste do modelo é satisfatório e os efeitos são significativamente diferentes de zero. O coeficiente de explicação (R^2) ajustado foi igual a 94.6%.

Tabela 3 - Estimativa dos Efeitos e Significâncias Relativas

FATOR	EFEITO	SIGNIF. REL.
Classe	0.788	9.1
Dosagem	-0.665	5.5
Interação	-0.405	3.3

A equação de ajuste do modelo é: $y_{(\text{estimado})} = 1.366 + 0.394x_1 - 0.333x_2 - 0.202x_1x_2$
na qual:

$y = \% \text{SiO}_2$ do concentrado; $x_1 = \text{Classe do reagente}$; $x_2 = \text{Dosagem}$

O efeito mais forte (classe do reagente) pode ser melhor visualizado pela figura 3.

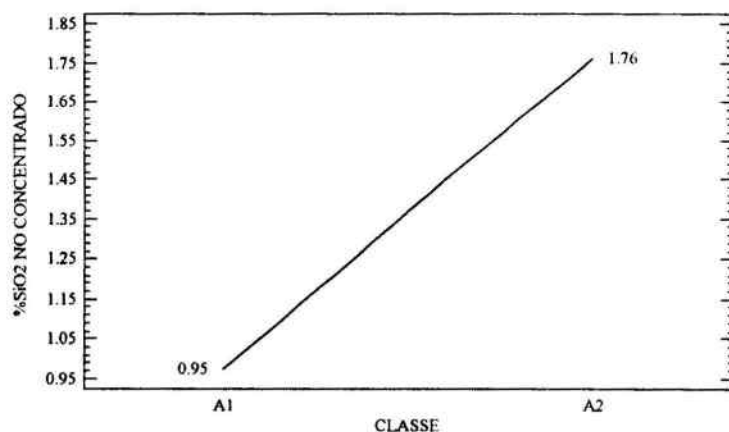


Figura 3 - Efeito da Classe de Reagente sobre o Teor de SiO₂

Substituindo, na equação do modelo, os valores dos fatores utilizados no experimento (o fator CLASSE é qualitativo, varia de -1 até 1) obtêm-se os valores previstos, conforme pode ser visto na figura 4.

Na figura 5 estão apresentadas as curvas de isoteores da %SiO₂, variando dentro dos limites do experimento. Na abscissa está o fator CLASSE, sendo o -1 igual ao nível A1 e o 1 igual ao nível A2.

Observa-se na figura 5, na área superior esquerda, a linha do % SiO₂ = 1.02% (linha mais forte) que foi obtida variando-se os níveis formados pelos pares ordenados de fatores (Classe; Dosagem) de aproximadamente (-1; -0.4) a (-0.1; 1). O balanço econômico preço X dosagem dessas duas situações limites, os objetivos dos testes e o conhecimento do processo é que orientarão a continuidade do trabalho.

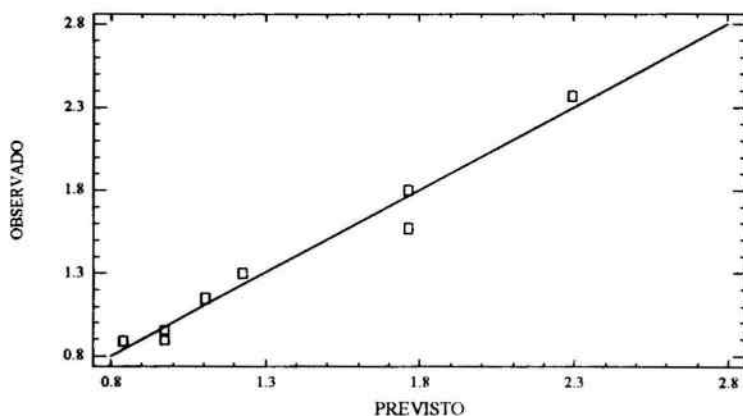


Figura 4- Observado *versus* Previsto

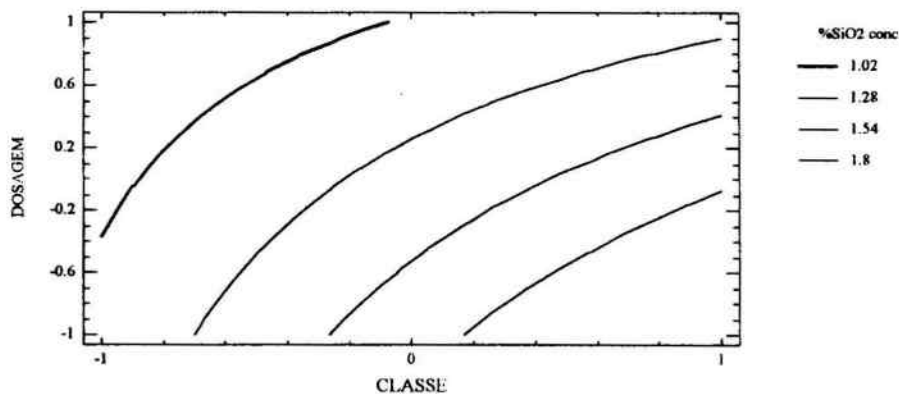


Figura 5 - Curvas de Isoteres de %SiO₂

Nesse estudo, interessa o teste de misturas com a classe A3 também, porque, além da busca de um ponto ótimo de seletividade/recuperação, é importante que os custos sejam minimizados e compatíveis com o orçamento.

Para realização do experimento com as misturas A1+A2+A3, foi escolhido o nível de dosagem mais conveniente, a partir do experimento fatorial, e realizados os testes com 1 replicata, cujos resultados médios estão na tabela 2.

A equação do modelo é:

$$Y_{\text{(estimado)}} = 1.474A1 + 1.797A2 + 2.023A1A2 - 0.130A1A3 - 0.294A2A3 + 3.949A1A2A3$$

Os principais resultados da análise de variância foram:

p-valor (modelo cúbico especial) = 0.00

p-valor para a falta de ajuste = 0.0889

R² (ajustado) = 94,8%

Portanto, pode-se afirmar que existe relação estatisticamente significativa entre o teor de sílica no concentrado e os componentes da mistura e que o modelo tem ajuste satisfatório.

A figura 6 é um gráfico dos valores observados e previstos pelo modelo.

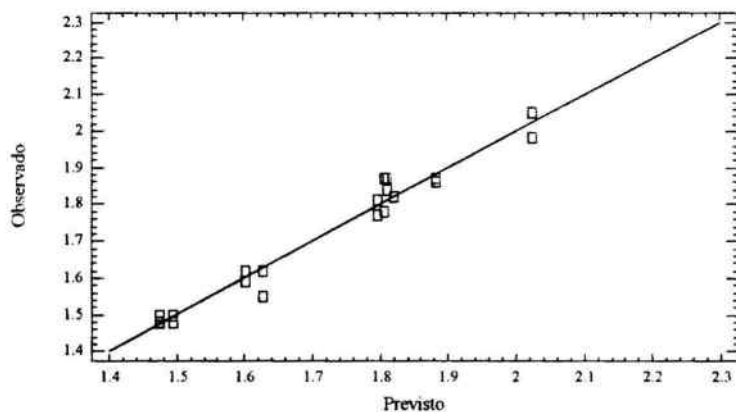


Figura 6 - Observado versus Previsto

A figura 7 é um diagrama triangular em que cada vértice está representado por uma classe de reagente. A participação de cada classe varia de 0 a 100, de tal forma que, em qualquer ponto do triângulo, a soma das proporções na mistura dos três reagentes, no ponto considerado, deve ser igual a 100%.

A interpretação detalhada da figura 7, ao longo da curva de menor teor de sílica, (a 1ª linha superior e mais espessa) resulta que as proporções recomendadas para o teste industrial, devem variar dentro dos limites aproximados de $0.7A_1 + 0.3A_2 + 0.0A_3$ até $0.95A_1 + 0.05A_2 + 0.0A_3$.

No diagrama desse trabalho, a particularização fica prejudicada pela falta de detalhamento da construção dos eixos com o devido rigor geométrico, por causa das limitações de migração de gráficos entre softwares. De qualquer forma, é possível fazer uma aproximação sobre o atual diagrama.

Por razões econômicas e técnicas — A_1 é o mais caro e a análise do fatorial — recomenda-se testar industrialmente a proporção de $0.7A_1/0.3A_2$.

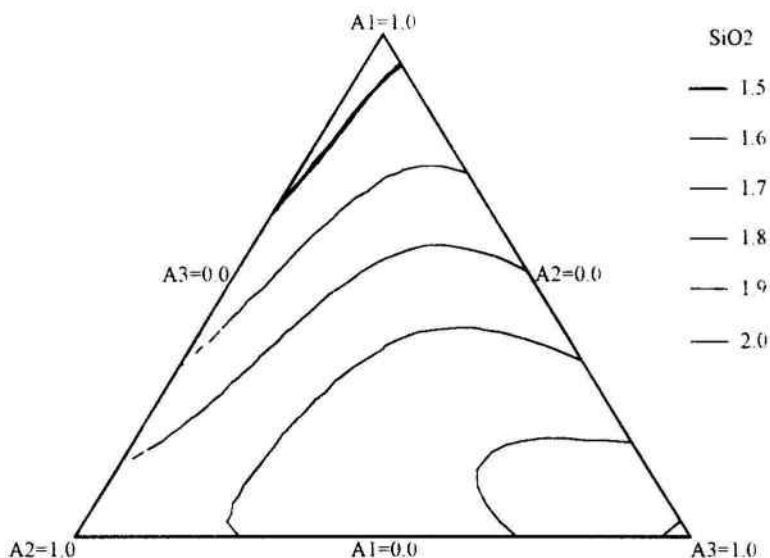


Figura 7 - Diagrama triangular com curvas de isoteores de %SiO₂

Finalmente, passa-se para a etapa de testes industriais. Os testes com a mistura recomendada duraram aproximadamente 15 dias, sendo os resultados com a proporção $0.7/0.3$ de A_1/A_2 , respectivamente, considerados satisfatórios, pois o teor final da

silica foi igual a 1.11% com os valores de recuperações, tanto no 1º estágio de flotação (células mecânicas) como no 2º estágio (coluna) dentro dos limites usuais de operação e processo.

4 - CONCLUSÕES

Esse procedimento resultou em maior rapidez e confiança nas tomadas de decisão quanto a aprovação de fornecedores e/ou aminas, além de dispormos de alternativas, no instante do preparo dos reagentes, para alterar as proporções, conforme os resultados ditados pelo momento, quanto a qualidade do mix alimentado na Usina e ocorrência de problemas de manutenção corretiva/preventiva nos estágios de flotação.

Nesse trabalho, as proporções alimentadas variaram de 1 : 1 de A1/A2 até casos esporádicos de 100% de A2.

A economia gerada com o procedimento de mistura, em proporções variáveis, segundo as necessidades sugeridas pelo instante, foi de 9% para produção de baixa sílica e de 15% para produção de sílica normal.

5 - BIBLIOGRAFIA

ANDERSON, V. L., McLEAN ROBERT, A. **Design of experiments**. New York: Marcel Dekker, Inc., 1974. 418p.

BOX, G.E.P., HUNTER, W. G., HUNTER, J. S. **Statistics for experimenters**. New York: John Wiley and Sons, Inc., 1976. 653p.

JURAN, J. M. **Juran's Quality Control Handbook**. 4th ed. New York: McGraw-Hill Book Company, 1988. 1780p.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 3rd ed. New York: John Wiley and Sons, Inc., 1991. 649p.

WADSWORTH, I., HARRISON, M. **Statistical methods for engineers and scientists**. New York: McGraw-Hill, Inc., 1976. 735p.

WERKEMA, M. C. C., AGUIAR, S. **Otimização estatística de processo**. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni/EEUFMG, 1996. 331p.

APPLICATION OF FACTORIAL AND MIXTURE DESIGNS ON COLLECTOR OPTIMIZATION

Ari Dias Turrer⁽⁰²⁾
Paulo José de Barros Rabelo⁽⁰³⁾

ABSTRACT

The largest demand of the consumer market and the mines depletion, have led Samarco Mineração S.A. to develop a planning structure to reduce the time and costs to perform laboratory flotation tests.

The gradual decrease in quartz flotation selectivity of the currently mined itabirites, pointed to search for new reagents and suppliers to reach good quality levels, attendance and costs.

The method consists of exploratory tests, in lab scale to compare reagent ranks from current suppliers and potential suppliers and, with the most promising reagents are performed factorial designs in order to know the best reagents and the indicated dosage. The best reagent and the indicated dosage are the inicial data to perform the mixture design. After analysing the silica content results and the best synergy condition of the mixture tests, the industrial tests are planned.

In this manner, nowadays we have different options available to mix the collectors in such a way that the required recoveries and selectivity values, and the budgeted costs can be reached.

key words: flotation, mixture, collector