

DETERMINAÇÃO DE VARIÁVEIS PELO MÉTODO ESTATÍSTICO PLACKETT - BURMAN APLICADA À DISPERSÃO DO MINÉRIO DE NÍQUEL¹

Esther de Magalhães Correia Brito²

Marina de Menezes Lopes³

Carlos Alberto Pereira⁴

Otávia Martins Silva Rodrigues⁵

Resumo

Avaliou-se a influência das variáveis hexa-metafosfato de sódio, silicato de sódio, dispersol, carbonato de sódio, sulfato de cobre, carboximetilcelulose, 3 M e pH na dispersão de um minério de níquel, fornecido pela Votorantim. A massa inicial de minério (1,5 kg) foi homogeneizada e quarteada até se obter a quantidade necessária para realização dos ensaios. O material foi caracterizado por experimentos de difração de raios X, densidade por picnometria e análise granulométrica. Notou-se a presença de pirrotita, talco, calcopirita, pentlandita, actinolita e ferroglaucofano, além de se encontrar um valor de densidade de 2,64 g/cm³ e d₈₀ aproximadamente igual a 180 µm. Realizaram-se os ensaios de dispersão com auxílio do planejamento experimental Plackett-Burman e concluiu-se que nenhuma variável foi significativa a um grau de confiança seguro. Apesar disso, dispersol, carbonato de sódio, 3 M e o pH foram as variáveis mais influentes. Houve certa significância por parte de uma das variáveis fictícias utilizadas, o que pode ter sido causado pelo estado oxidado do material. Concluiu-se, por fim, que não foi possível aplicar de modo eficaz o método de Plackett-Burman neste trabalho.

Palavras-chave: Planejamento estatístico; Dispersão; Níquel.

DETERMINATION OF THE STATISTICAL VARIABLES PLACKETT-BURMAN APPLIED DISPERSION TO ORE NICKEL

Abstract

We evaluate the effect of varying sodium hexa-metaphosphate, sodium silicate, dispersol, sodium carbonate, copper sulfate, carboxymethylcellulose, 3 M and pH in the dispersion of nickel ore supplied by Votorantim. The initial mass of ore (1.5 kg) was homogenized and divided to obtain the quantity required for the tests. The material was characterized by experiments X-ray diffraction, by pycnometer density and particle size analysis. It was observed the presence of pyrrhotite, talc, chalcopyrite, pentlandite, actinolite and ferroglaucofano, and to find a value of density 2.64 g/cm³ and d₈₀ approximately equal to 180 µm. There were tests of dispersion with the aid of Plackett-Burman experimental design and found that no variable was significant at a confidence level of insurance. Nevertheless, dispersol, sodium carbonate, 3 M and pH were the most important factors. There was some significance by one of the dummy used, which may be caused by the oxidation state of the material. It is conclude, finally, that could not be applied effectively method Plackett-Burman this work.

Key words: Statical design; Dispersion; Nickel.

¹ *Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

² *Engenheira Metalúrgica, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Brasil.*

³ *Graduanda Engenharia de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Brasil.*

⁴ *Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Minas, professor, Departamento de Engenharia de Minas, UFOP, Brasil.*

⁵ *Doutora em Engenharia Metalúrgica e de Minas, professora, Departamento de Engenharia de Minas, UFOP, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

O níquel pode ser obtido a partir de dois tipos principais de minérios: os sulfetados (que também possuem em sua composição cobre, cobalto, ferro e alguns metais valiosos como platina, prata e ouro) e os lateríticos ou oxidados.⁽¹⁾ Devido à grande aplicabilidade deste elemento, torna-se necessário desenvolver metodologias que aumentem a vida útil de suas reservas. O tratamento de minérios é desta forma, um modo de se trabalhar essa questão. Por sua vez, o estudo da dispersão do minério pode contribuir para se aprimorarem as etapas posteriores de tratamento.

A dispersão de partículas minerais na polpa é de fundamental importância para que se tenha uma concentração seletiva e eficiente na flotação.⁽²⁾ A mesma conclusão foi obtida por Lima,⁽³⁾ ao estudar a influência do percentual de lama na flotação de minérios de ferro. Sendo assim, a seleção dos dispersantes a serem aplicados à polpa deve ser cautelosa para que se obtenha uma maior eficiência possível no processo.⁽⁴⁾

O estudo de substâncias dispersantes pode ser otimizado utilizando-se um planejamento de experimentos. O planejamento pode ser definido como um conjunto de experimentos que utilizam critérios científicos e estatísticos para avaliar influência de variáveis em um processo. É uma ferramenta que permite determinar o número ideal de ensaios para se obter um resultado confiável e, também, a instrumentação necessária para sua execução. Algumas das vantagens de se usar essa ferramenta é a redução no número de ensaios, a determinação da confiabilidade dos mesmos, o estudo simultâneo de diversas variáveis (podendo separar seus efeitos), dentre outras.⁽⁵⁾

O planejamento experimental conhecido como Plackett-Burman é um método estatístico que permite obter um número relativamente pequeno de variáveis significativas, dentre um grande número de variáveis iniciais. O método consiste primeiramente em se estabelecer quantas variáveis (N-1) devem ser estudadas, incluindo-se as fictícias. Em segundo lugar, utiliza-se uma tabela de N experimentos, que indica quais valores (máximo ou mínimo) devem ser utilizados para cada variável, em cada experimento. Por fim, são realizados cálculos estatísticos que permitem avaliar a significância das variáveis trabalhadas.⁽⁶⁾

Sabendo-se que o estudo do processamento de minerais pode aumentar a vida útil de suas reservas e sabendo-se da escassez de pesquisas nesse sentido, ligadas ao minério de níquel, desenvolveu-se este trabalho. O objetivo foi avaliar a influência de alguns reagentes sobre a dispersão de um minério de níquel, utilizando-se o método estatístico de planejamento e análise de experimentos. A partir dos resultados, pôde-se avaliar a que nível de confiança as variáveis analisadas tem significância no processo de dispersão.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Utilizou-se uma massa inicial de 1,5 kg de minério de níquel bitolado, fornecido pela Votorantim. Para garantir a representatividade da amostra, efetuou-se a homogeneização do minério pelo método da pilha cônica e em seguida realizaram-se sucessivos quarteamentos, até se obter massa suficiente para uso nas atividades subsequentes.

A caracterização do material foi feita por difração de raios X e análises de densidade e de granulometria. Para análise de densidade, a partir do método do picnômetro (ensaios em triplicata), utilizou-se uma amostra de 60 g de minério.

Para a análise de distribuição granulométrica fez-se o peneiramento a úmido de 190 g do minério. Usaram-se, para isso, peneiras da série Tyler (48 #, 65 #, 100 #, 150 #, 200 #, 270 #, 325 #, 400 #) as quais foram agitadas por um vibrador vertical suspenso. Após o processo, as massas retidas em cada peneira e também o passante foram filtrados com um filtro cilíndrico de pressão. As massas recolhidas foram secas em estufa a uma temperatura de aproximadamente 100°C e pesadas. Foi feito um planejamento de experimentos, baseado na abordagem estatística de Plackett – Burman, para se executarem os ensaios de dispersão. A Tabela 1 mostra as variáveis estudadas, escolhidas de acordo com a bibliografia. Variáveis fictícias foram também inseridas para se analisar a variabilidade dos testes. Cada uma delas foi testada em dois níveis: máximo (+) e mínimo (-).

Tabela 1. Variáveis e níveis escolhidos para 12 testes, 2011

| N° | SIGLAS | VARIÁVEIS CORRESPONDENTES | NÍVEIS (g/t) | |
|----|--------|---------------------------|--------------|-----|
| | | | + | - |
| 1 | DP | Dispersol- poliacrilato | 800 | 100 |
| 2 | HS | Hexa-metafosfato de sódio | 800 | 100 |
| 3 | SS | Silicato de sódio | 800 | 100 |
| 4 | A | Variável fictícia | 800 | 100 |
| 5 | CS | Carbonato de sódio | 800 | 100 |
| 6 | B | Variável fictícia | 800 | 100 |
| 7 | CMC | Carboxi-metil-celulose | 800 | 100 |
| 8 | pH | pH | 10 | 4 |
| 9 | 3M | 3M | 800 | 100 |
| 10 | C | Variável fictícia | 800 | 100 |
| 11 | SC | Sulfato de cobre | 800 | 100 |

Para a análise de 11 variáveis, o planejamento de Plackett-Burman sugere a realização de 12 testes e 12 réplicas (Tabela 2). Em cada teste ocorre uma combinação específica entre os níveis testados de cada variável.

Tabela 2. Distribuição de Plackett- Burman para os 12 testes, 2011

| TESTES | ORDEM | VARIÁVEIS | | | | | | | | | | |
|--------|-------|-----------|----|----|---|----|---|-----|----|----|---|----|
| | | DP | HS | SS | A | CS | B | CMC | pH | 3M | C | SC |
| 1 | 2° | + | + | - | + | + | + | - | - | - | + | - |
| 2 | 1° | + | - | + | + | + | - | - | - | + | - | + |
| 3 | 6° | - | + | + | + | - | - | - | + | - | + | + |
| 4 | 4° | + | + | + | - | - | - | + | - | + | + | - |
| 5 | 5° | + | + | - | - | - | + | - | + | + | - | + |
| 6 | 12° | + | - | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 7 | 8° | - | - | - | + | - | + | + | - | + | + | + |
| 8 | 11° | - | - | + | - | + | + | - | + | + | + | - |
| 9 | 10° | - | + | - | + | + | - | + | + | + | - | - |
| 10 | 9° | + | - | + | + | - | + | + | + | - | - | - |
| 11 | 3° | - | + | + | - | + | + | + | - | - | - | + |
| 12 | 7° | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

Preparam-se, então, 12 soluções de 500 mL contendo todos os reagentes, de acordo com os níveis identificados na Tabela 1 e na Tabela 2. O condicionamento dos reagentes e os testes de sedimentação foram realizados em um tubo de vidro

com uma saída para o sobrenadante a cerca de 1 cm de seu fundo. Esse tubo foi instalado sobre um agitador magnético responsável por misturar a polpa.

A seguir, tem-se as etapas de realização dos experimentos:

- adicionaram-se 5 g de minério pulverizado a um tubo de 200 mL;
- adicionaram-se 13,5 mL da solução de reagentes com o pH ajustado para 4 (valor mínimo) ou 10 (valor máximo) e condicionou-se por 5 minutos;
- adicionaram-se 186,5 mL de água ajustada no pH trabalhado e condicionou-se por 3 minutos;
- desligou-se o agitador, aguardou-se 3 minutos e colheram-se separadamente as frações dispersas e afundadas. Ambas foram secadas na estufa a 100°C;
- pesaram-se os produtos e calcularam-se os graus de dispersão.

O grau de dispersão (GD) foi calculado a partir da Equação 1. Esta equação e as demais foram retiradas do estudo realizado por Cassa (1976).

$$GD (\%) = \frac{m_{\text{flotado}}}{m_{\text{flotado}} + m_{\text{afundado}}} \quad (1)$$

- m_{flotado} - fração da amostra em suspensão após 3 minutos de sedimentação;
- m_{afundado} - fração da amostra afundada após 3 minutos de sedimentação.

O efeito (E) de cada variável foi calculado fazendo-se a diferença entre o valor médio da sua resposta (R) para os testes em nível superior (+) e o valor médio da sua resposta (R) para os testes em nível inferior (-), dividida pela metade do número de ensaios (N/2). A Equação 2 expressa o cálculo realizado.

$$E = \frac{\sum R(+)}{N/2} - \frac{\sum R(-)}{N/2} \quad (2)$$

O efeito das variáveis fictícias (E_f) também foi calculado utilizando-se a Equação 2. Quando seu valor é igual a zero, pode-se dizer que todos os níveis serão reprodutíveis. Caso contrário, admite-se a existência um erro experimental (Cassa, 1976).

A variância dos efeitos das variáveis estudadas (V_E) foi determinada a partir dos efeitos das variáveis fictícias (E_f) e do número de variáveis fictícias (n) conforme a Equação 3.

$$V_E = \frac{\sum (E_f)^2}{n} \quad (3)$$

O erro padrão dos efeitos, EP, foi calculado a partir da variância (V_E), conforme a Equação 4.

$$EP = \sqrt{V_E} \quad (4)$$

A significância de cada um dos efeitos (T) foi determinada pelo teste t de Student tal que este valor é dado pela Equação 5, em que E é o efeito da variável e EP o erro padrão. Se $T > t_{\text{Student}}$, então a variável analisada é significativa.

$$T = \frac{E}{EP} \quad (5)$$

A modificação dos níveis de uma variável poderá causar efeitos que são quantificados pelo grau de confiança (GC), expresso na Equação 6. A probabilidade devido ao acaso é obtida na tabela do *t de Student*.

$$(GC) = 100 \times (1 - \text{probabilidade devido ao acaso}) \quad (6)$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise mineralógica por difração de raios X identificou os seguintes constituintes no minério: pirrotita, talco, calcopirita, pentlandita, actinolita e ferroglaucofano. A densidade encontrada pelo método do picnômetro foi igual a 2,64 g/cm³. Já a análise granulométrica permitiu afirmar que 80% do material avaliado possui granulometria menor que 180 µm.

Os valores dos graus de dispersão (GD), as respectivas réplicas e a média dos resultados encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados dos testes – GD, 2011

| TESTES | GD (%) | RÉPLICA (%) | MÉDIA |
|--------|----------|-------------|-------|
| 1 | 63 | 63 | 63 |
| 2 | 60 | 56 | 58 |
| 3 | 63 | 62 | 62,5 |
| 4 | 57 | 59 | 58 |
| 5 | 55 | 58 | 56,5 |
| 6 | 63 | 61 | 62 |
| 7 | 60 | 59 | 59,5 |
| 8 | 63 | 63 | 63 |
| 9 | 67 | 65 | 66 |
| 10 | 66 | 64 | 65 |
| 11 | 61 | 59 | 60 |
| 12 | 61 | 61 | 61 |

A Tabela 4 apresenta os valores de efeito, significância de cada efeito (T), significância relativa (grau de confiança) e erro padrão.

Tabela 4. Análise estatística dos resultados dos ensaios de dispersão

| Variável | Efeito | T | Significância Relativa (%) |
|---------------------|---------|------|------------------------------|
| DP | 0,01583 | 1,22 | < 70% |
| HS | 0,00416 | 0,32 | - |
| SS | 0,00250 | 0,19 | - |
| A | 0,02250 | 1,73 | 80% |
| CS | 0,01583 | 1,22 | < 70% |
| B | 0,00083 | 0,06 | - |
| CMC | 0,01083 | 0,83 | - |
| PH | 0,02583 | 1,99 | 80% |
| 3M | 0,02083 | 1,60 | < 80% |
| C | 0,00250 | 0,19 | - |
| SC | 0,00291 | 0,22 | - |
| Erro Padrão = 0,013 | | | |

Notou-se que, dentre as variáveis reais, as que apresentaram maior grau de confiança foram pH, 3 M, dispersol e carbonato de sódio. Entretanto, ao se comparar os valores de T obtidos, com os valores da tabela t de *Student*, notou-se que nenhuma variável apresentou significância com grau de confiança superior a 90%. Isso indicaria que as variáveis estudadas não teriam importância no processo de dispersão.⁽⁶⁾

Sabe-se, todavia, que muitos destes reagentes realmente interferem no processo. É o caso do hexa-metafosfato e do dispersol, por exemplo, que em estudos de minérios sulfetados de zinco e chumbo apresentaram alto índice de dispersão.⁽²⁾

Alguns fatores podem explicar a baixa significância encontrada para as variáveis. Em primeiro lugar, pode ser que os intervalos de concentração e pH escolhidos, talvez não tenham compreendido os valores capazes de influenciar no processo.

Outro motivo para a baixa significância poderia ser ausência de alguma outra variável significativa no experimento. Essa variável, ao interagir com as demais, poderia ter modificado as significâncias, proporcionando melhores resultados. Podem-se citar como possíveis reagentes significativos o 3223 e uma mistura de dispersol e hexa-metafosfato que, no estudo realizado por Silvestre,⁽⁶⁾ apresentaram índices de dispersão consideráveis.

É importante salientar que o minério utilizado para o estudo já se encontrava, há meses, estocado e, considerando que sua oxidação ocorre de modo relativamente rápido (cerca de 13 dias), ele já estaria oxidado no momento dos ensaios. Isso poderia ter alterado os resultados, contribuindo tanto para as baixas significâncias obtidas, como para a significância diferente de zero encontrada para a variável fictícia A.

Sendo assim, o método de Plackett-Burman não pôde ser aplicado de modo eficaz neste trabalho, pois não foi possível identificar quais variáveis são de fato significativas no processo estudado. Isso provavelmente ocorreu, como foi dito, devido à oxidação do minério e à escolha das variáveis e de seus níveis de ensaio.

4 CONCLUSÃO

Nenhuma variável real foi significativa a um grau de confiança seguro, mas dentre todas, dispersol, carbonato de sódio, 3 M e o valor do pH foram as que apresentaram maiores graus de confiança relativos. Os baixos valores de significância das variáveis reais e a significância diferente de zero da variável fictícia A devem-se, provavelmente, à escolha (não ideal) dos parâmetros e de seus níveis, e à oxidação do minério trabalhado. Para este estudo, então, o método de Plackett-Burman não pôde ser aplicado de modo eficaz.

REFERÊNCIAS

- 1 Bogdanov, O. S.; Emelyanov, M. F.; Maximov, I. I. Influence of some factors on fine particle flotation. Editor Somasundaran, P., Fine Particles Processing, 1, p. 707–719, 1980.
- 2 Button, Sérgio Tonini. Metodologia para o planejamento experimental e análise de resultados, agosto 2005. Disponível em: [http://pessoal.utfpr.edu.br/lincolngusmao/arquivos/Planejamento%20 Experimental.pdf](http://pessoal.utfpr.edu.br/lincolngusmao/arquivos/Planejamento%20Experimental.pdf)
Acesso em: 6 dez. 2010.
- 3 Cassa, J.C.S. Seleção de Variáveis de Processo e Programação de Experimentos pela abordagem estatística – Plackett-Burman, Bahia, 17 p. 1976.
- 4 Lima, N. P. Comportamento de minérios itabiríticos dos complexos Alegria e Fábrica Nova frente aos processos de deslamagem e flotação. Dissertação de Mestrado (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, 2001.
- 5 Santos, L.R.G. Biolixiviação de um concentrado sulfetado complexo de níquel e de ferro e caracterização dos produtos de oxidação. Dissertação de Mestrado (Programa de Pós - Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT). UFOP, CETEC, UEMG, Ouro Preto, 2006.
- 6 Silvestre, M.O. Estudo do estado de dispersão das partículas em polpa de minério sulfetado de chumbo-zinco. Dissertação de Mestrado (Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, 2007.