

USO DE PLANEJAMENTO ESTATÍSTICO NA ANÁLISE DO GRAU DE DISPERSÃO DE QUARTZO PURO EM MEIO AQUOSO¹

Maíra dos Santos Reis²
Michael Juno Pereira²
Carlos Alberto Pereira³

Resumo

Este trabalho tem por objetivo descrever um método de planejamento estatístico de experimentos, para avaliar o grau de dispersão do quartzo puro e o efeito de baixas concentrações de reagentes em diferentes valores de pH. O sulfato de alumínio mostrou-se mais efetivo como depressor do quartzo, comparativamente ao metassilicato de sódio, para a menor faixa granulométrica avaliada. Para a maior granulometria verificou-se que o metassilicato de sódio teve melhor efeito. Pode-se ainda verificar que a granulometria foi a variável de efeito mais significativo isoladamente. As análises de resultados, baseados no algoritmo Yates, também sugerem ser possível prever a influência de variáveis de processo com número reduzido de ensaios, assim como a importância do planejamento experimental na otimização do tempo gasto nos testes.

Palavras-chave: Dispersão; Quatzo; Planejamento; Yates.

USE OF STATISTICAL DESIGN IN THE ANALYSIS OF DISPERSION DEGREE OF PURE QUARTZ IN AQUEOUS MEDIUM

Abstract

This paper aims to describe a method of statistical design of experiments to assess the degree of dispersion of pure quartz and the effect of low concentrations of reagents in different pH values. The aluminum sulphate was more effective as a depressor for quartz, compared to sodium metasilicate, to lower particle size range evaluated. For the largest particles, was verified that, sodium metasilicate had better effect. Besides particle size was the most significant variable effect alone. The analysis results, based on the Yates's algorithm, also suggest that it is possible to predict the influence of process variables with a small number of trials, as well as the importance of experimental design to optimize the time spent in testing.

Key words: Dispersion; Quartz; Statistical design; Yates.

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

² Mestrando(a) em Engenharia Mineral, Universidade Federal de Ouro Preto, Brasil.

³ Prof. Dr., Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O mineral quartzo encontra-se associado à maioria dos minérios da região do quadrilátero ferrífero. Quando em granulometrias muito finas, abaixo de 0,104 mm, juntamente com outros minerais, leva a formação de lamas e se torna um agravante nos processos de separação.

Neste cenário, passa a ser considerado um mineral de ganga e sua separação através dos processos de deslamagem e flotação, com o uso de reagentes adequados, que aumenta a eficiência do processo, é objeto de estudos para o tratamento de vários minérios.

Através desse estudo, buscou-se uma forma de avaliar o grau de significância e a correlação das variáveis de processo com equipamentos e experimentos simples e de fácil reprodução.

O metassilicato de sódio (Na_2SiO_3) já é utilizado como depressor para o quartzo em diversas plantas de tratamento de minérios itabiríticos. Silva, Baltar e Leite⁽¹⁾ observaram que este reagente tem maior eficiência para dosagens acima de 2.000 g/ton e ainda nestas mesmas condições a flotabilidade do quartzo é reduzida a níveis de 95%. Totou et al.,⁽²⁾ estudando o grau de dispersão em minérios itabiríticos, observaram também que o Na_2SiO_3 age como depressor do quartzo auxiliando no processo de flotação direta.

Avaliou-se ainda a atuação do sulfato de alumínio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) conhecido pela eficiência na floculação de partículas suspensas em meio aquoso e largamente utilizado em tratamento de água para consumo humano.

Por questões de viabilidade econômica avaliou-se a eficiência dos reagentes metassilicato de sódio e sulfato de alumínio em pequenas dosagens de 1.000 g/ton e 2.000 g/ton.

Este trabalho objetiva portanto:

- verificar a eficiência e a necessidade de realização de um planejamento estatístico de experimentos, anterior aos trabalhos de laboratório; e
- estudar o grau de dispersão do quartzo puro, utilizando metassilicato de sódio e sulfato de alumínio como agentes depressores/dispersantes, apontando os melhores resultados com vistas a utilização em beneficiamento de minérios itabiríticos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Utilizou-se como amostra quartzo puro pulverizado em aparelho Fritsch modelo Pulverisette 9 por um minuto e meio, posteriormente o material obtido foi classificado em duas peneiras da série *taylor* onde separou-se, para análise, duas porções de granulometrias +150 # (partículas maiores que 0,106 mm) e -150 + 325 # (partículas com diâmetro entre 0,045 mm e 0,106 mm).

Para o teste de dispersão utilizou-se um tubo de Hallimond aferido para volume de 200 mL, agitador mecânico e pHmetro (Figura 1).

¹ # = *mesh*: Símbolo de medida utilizada em peneiras de teste.

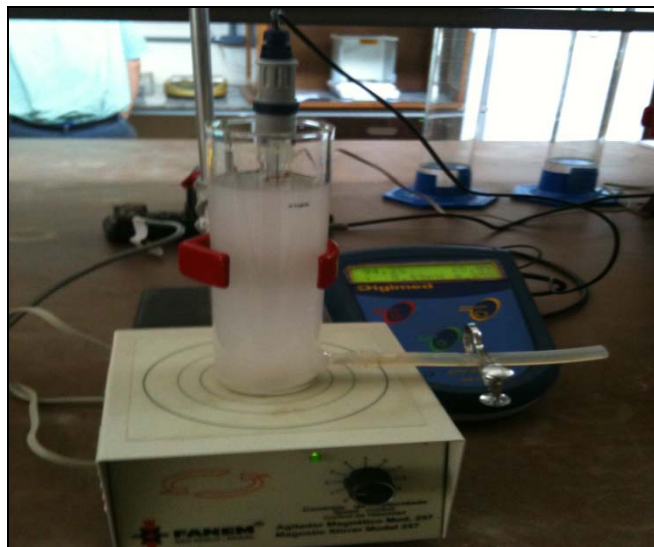


Figura 1. Montagem do equipamento para teste de dispersão.

Utilizou-se 40 amostras de dois gramas cada e fixou-se os parâmetros tempo de agitação e tempo de decantação em cinco e dois minutos respectivamente para todas as amostras.

Os experimentos foram executados de acordo com o planejamento fatorial 2^n . Para a etapa de experimentos realizados sem a adição de um reagente, apenas duas variáveis foram consideradas (granulometria e pH). Sendo assim, o método fatorial assume dois níveis, o que origina 4 testes distintos (Equação 1).

$$2^n = 2^2 = 4 \quad (1)$$

A Tabela 1 traz o planejamento para esta parte do estudo.

Tabela 1. Planejamento do experimento

Variáveis		A	B
		Experimentos	
1	(1)	-	-
2	a	+	-
3	b	-	+
4	ab	+	+

Considerou-se que a variável A é o pH, que foi empregado em dois níveis distintos: o menor, 7 e o maior, 10. A variável B é a granulometria do quartzo, que, como já informado, foi empregada também em dois níveis: de 0,045 mm a 0,106 mm e superior a 0,106 mm.

Como todos os testes foram realizados em duplicata, tem-se que no total foram oito experimentos. Para garantir a aleatorização na realização dos mesmos e, conseqüentemente, obter-se resultados mais confiáveis, utilizou-se o *Software Minitab 15*. Este programa dispõe de uma ferramenta específica para o planejamento fatorial, chamada *Create Factorial Design*. A Tabela 2 apresenta as diretrizes fornecidas pelo Minitab para ordenação dos experimentos.

Tabela 2. Ordenação sugerida pelo Minitab 15

Ordem Padrão	Ordem Executada	pH	Granulometria (#)
1	1	7	-150 +325
3	2	7	+150
6	3	10	-150 +325
8	4	10	+150
4	5	10	+150
2	6	10	-150 +325
7	7	7	+150
5	8	7	-150 +325

Nos casos em que foram utilizados reagentes, além das duas variáveis já informadas, tem-se uma terceira, a concentração dos mesmos. Dessa forma, o método fatorial assume três níveis (Equação 2).

$$2^n = 2^3 = 8 \quad (2)$$

A Tabela 3 traz o planejamento para os experimentos citados, considerando-se a existência de dois momentos na leitura da coluna concentração de reagente: em um primeiro, trata-se de níveis distintos de concentração de metassilicato de sódio; e em um segundo momento, avalia-se a concentração de sulfato de alumínio. Ressalta-se ainda que, como no primeiro caso, aquele em que não se utilizou um reagente, foram feitas réplicas para todos os testes, de forma que para cada uma das etapas tem-se 16 experimentos no total.

Tabela 3. Planejamento de experimentos

Variáveis Experimentos		A	B	C
		1	(1)	-
2	a	+	-	-
3	b	-	+	-
4	ab	+	+	-
5	c	-	-	+
6	ac	+	-	+
7	bc	-	+	+
8	abc	+	+	+

Para estes testes, considerou-se que A é a concentração de reagente, B o pH e C a granulometria do quartzo. Para as duas variáveis que se repetem (pH e granulometria do quartzo) os níveis admitidos para o ensaio foram aqueles já mencionados. No caso da concentração de reagentes considerou-se como nível mínimo 1.000 g/ton e máximo 2.000 g/ton.

Ao utilizar o *software* Minitab 15, obteve-se a ordem de execução dos experimentos (Tabela 4).

Tabela 4. Ordenação sugerida pelo Minitab 15

Ordem Padrão	Ordem Executada	Concentração de reagente (g/ton)	pH	Granulometria
1	10	1.000	7	-150 +325
2	13	2.000	7	-150 +325
3	7	1.000	10	-150 +325
4	4	2.000	10	-150 +325
5	14	1.000	7	+150
6	1	2.000	7	+150
7	2	1.000	10	+150
8	16	2.000	10	+150
9	6	1.000	7	-150 +325
10	9	2.000	7	-150 +325
11	12	1.000	10	-150 +325
12	15	2.000	10	-150 +325
13	11	1.000	7	+150
14	8	2.000	7	+150
15	5	1.000	10	+150
16	3	2.000	10	+150
1	10	1.000	7	-150 +325
2	13	2.000	7	-150 +325
3	7	1.000	10	-150 +325

3 RESULTADOS

Como já informado, a análise dos experimentos foi feita através do Método Fatorial e do Algoritmo de Yates, assim como através do uso do *software* Minitab 15. As Tabelas 5 e 6 apresentam o que se obteve através do primeiro método de análise mencionado, considerando-se a realização do experimento sem uso de reagentes.

Tabela 5. Resultados obtidos para a realização do experimento sem a adição de um reagente

Experimentos	Variáveis	A	B	Respostas		R1 + R2
				R1	R2	
1	(1)	7	-150 +325	40,52	39,01	79,53
2	a	10	-150 +325	43,87	42,40	86,27
3	b	7	+150	13,40	15,47	28,87
4	ab	10	+150	19,27	18,47	37,74

Convém ressaltar que a variável A corresponde ao pH do meio e a variável B é a granulometria do quartzo.

Tabela 6. Algoritmo de Yates para o experimento sem a adição de reagente

N° exp.	R1+R2	Y-1	Y-2	DM	Efeito	(R1-R2)	(R1-R2) ²	Tcal	Significância
1	79,53	165,80	232,41	58,10	-1	1,51	2,27	-	-
2	86,27	66,61	15,62	3,90	a	1,48	2,18	7,21	S
3	28,87	6,75	-99,19	-24,80	b	-2,07	4,28	-45,82	S
4	37,74	8,87	2,12	0,53	ab	0,81	0,65	0,98	N

Onde, para um n (número de variáveis) igual a 2, chega-se a 4 graus de liberdade. Considerando-se ainda um intervalo de confiança (α) de 5%, a partir da Tabela t-Student, obtem-se um t_{tab} de 2,78.

As Figuras 2 e 3, apresentam os resultados para esta etapa do experimento, ou seja, sem a adição de um reagente, obtidos através do *software* Minitab 15.

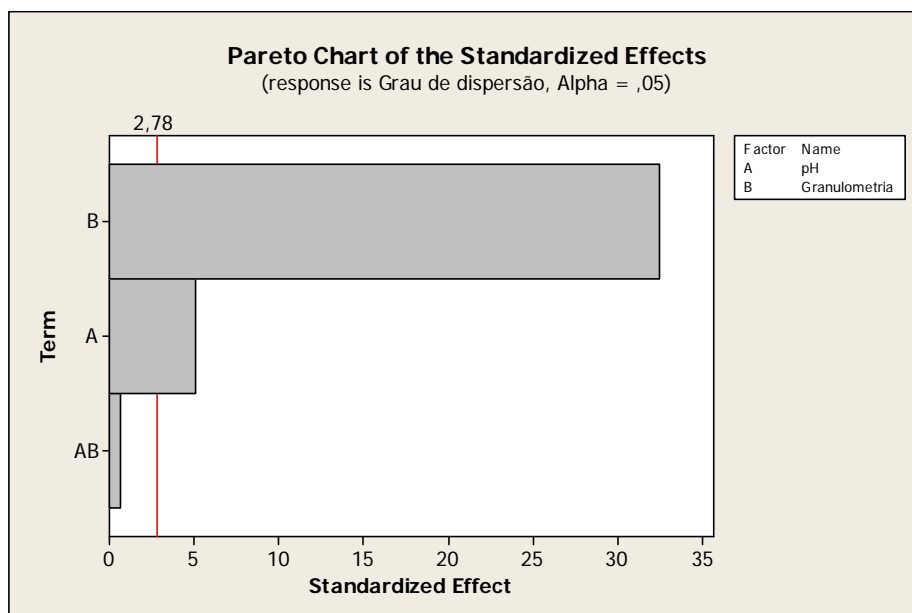


Figura 2. Diagrama de Pareto para o efeito das variáveis sobre o grau de dispersão do quartzo, para um nível de confiança de 5%, considerando o experimento sem adição de um reagente.

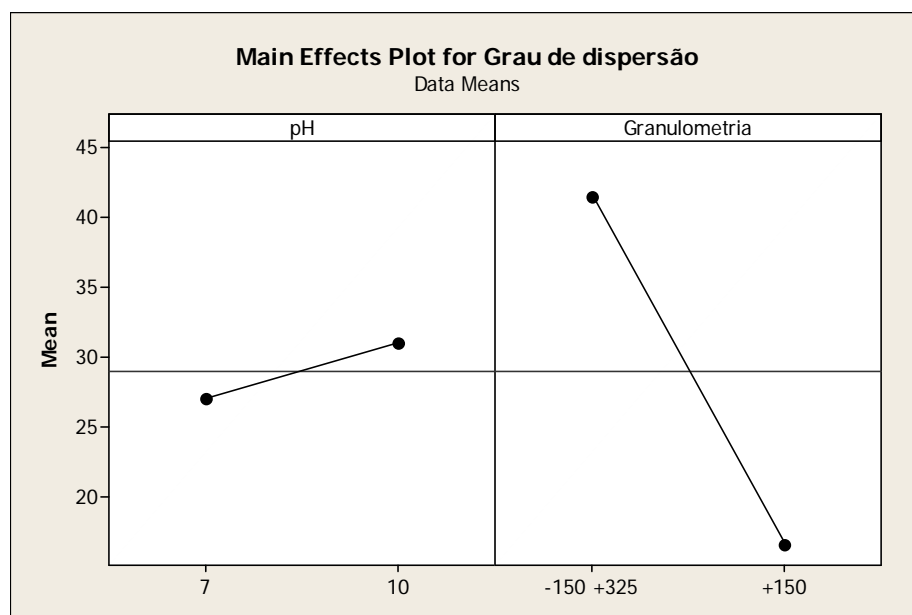


Figura 3. Efeitos das variáveis sobre o grau de dispersão para o experimento sem adição de reagente.

Após a realização dos experimentos sem a adição de um reagente passou-se a considerar a existência isolada do sulfato de alumínio e do metassilicato de sódio anidro. Os resultados obtidos através dos experimentos realizados com a utilização do primeiro reagente mencionado são apresentados na Tabela 7. Na Tabela 8, é apresentada a análise destes resultados através do algoritmo de Yates.

Tabela 2. Resultados obtidos de graus de dispersão para o quartzo quando da utilização de sulfato de alumínio como reagente

Experimentos	Variáveis	A	B	C	Respostas		R1 + R2
					R1	R2	
1	(1)	1.000	7	-150 +325	25,32	25,65	50,97
2	a	2.000	7	-150 +325	12,14	13,29	25,42
3	b	1.000	10	-150 +325	13,81	16,61	30,42
4	ab	2.000	10	-150 +325	8,15	11,30	19,44
5	c	1.000	7	+150	39,24	37,13	76,36
6	ac	2.000	7	+150	13,06	11,44	24,50
7	bc	1.000	10	+150	26,61	30,00	56,61
8	abc	2.000	10	+150	39,13	35,87	75,00

Neste caso, a variável A corresponde a concentração de sulfato de alumínio, B é o pH e C é a granulometria do quartzo.

Tabela 8. Algoritmo de Yates para o experimento com adição de sulfato de alumínio

N° exp.	R1+R2	Y-1	Y-2	Y-3	DM	Efeito	(R1-R2)	(R1-R2) ²	Tcal	Significância
1	25,32	25,65	50,97	76,39	126,25	-1	-0,33	0,1089	-	-
2	12,14	13,29	25,42	49,86	232,47	a	-1,15	1,3225	-14,23	S
3	13,81	16,61	30,42	100,86	-36,53	b	-2,8	7,84	0,86	N
4	8,15	11,30	19,44	131,61	-33,47	ab	-3,15	9,9225	17,24	S
5	39,24	37,13	76,36	-25,55	-26,53	c	2,11	4,4521	21,59	S
6	13,06	11,44	24,50	-10,98	30,75	ac	1,62	2,6244	0,62	N
7	26,61	30,00	56,61	-51,86	14,57	bc	-3,39	11,4921	11,65	S
8	39,13	35,87	75,00	18,39	70,25	abc	3,26	10,6276	11,32	S

Tendo-se n igual a 3, chega-se a 8 graus de liberdade. Quando admite-se um intervalo de confiança de 5%, obtém-se da tabela t-Student, um τ_{tab} de 2,31. As Figuras 4 e 5, apresentam a análise dos resultados de grau de dispersão feitas através do Minitab 15.

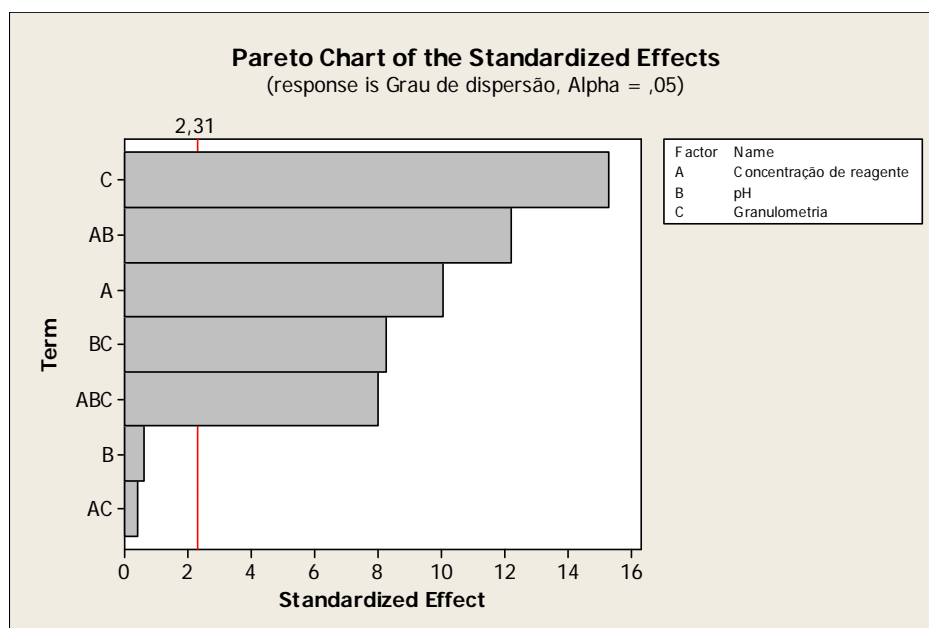


Figura 4. Diagrama de Pareto para o efeito das variáveis sobre o grau de dispersão do quartzo, para um nível de confiança de 5%, considerando o experimento com adição de sulfato de alumínio.

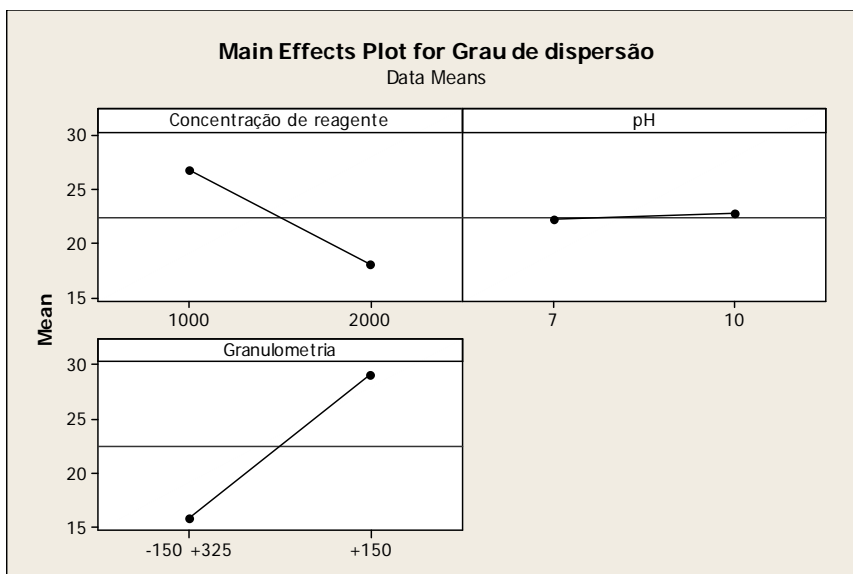


Figura 5. Efeitos das variáveis sobre o grau de dispersão para o experimento com adição de sulfato de alumínio.

Na etapa posterior a realização de experimentos utilizando o sulfato de alumínio como reagente, procedeu-se experimentos utilizando como depressor/dispersante o metassilicato de sódio anidro. A Tabela 9 apresenta os resultados obtidos e a Tabela 10, a análise dos mesmos através do Algoritmo de Yates.

Tabela 9. Resultados obtidos de graus de dispersão para o quartzo quando da utilização de metassilicato de sódio como reagente

Experimentos	Variáveis	A	B	C	Respostas		R1 + R2
					R1	R2	
1	(1)	1.000	7	-150 +325	41,29	40,68	81,97
2	a	2.000	7	-150 +325	34,43	36,96	71,39
3	b	1.000	10	-150 +325	39,31	42,20	81,51
4	ab	2.000	10	-150 +325	43,10	44,25	87,35
5	c	1.000	7	+150	14,56	13,55	28,11
6	ac	2.000	7	+150	9,48	7,13	16,61
7	bc	1.000	10	+150	21,02	18,36	39,38
8	abc	2.000	10	+150	20,16	19,51	39,67

Tabela 10. Algoritmo de Yates para o experimento com adição de metassilicato de sódio

N° exp.	R1+R2	Y-1	Y-2	Y-3	DM	Efeito	(R1-R2)	(R1-R2) ²	Tcal	Significância
1	81,97	153,36	203,22	253,08	31,64	(1)	0,61	0,3721	-	-
2	71,39	49,86	49,86	49,86	6,23	a	-2,53	6,4009	-4,09	S
3	81,51	106,06	106,06	106,06	13,26	b	-2,89	8,3521	12,76	S
4	87,35	131,61	131,61	131,61	16,45	ab	-1,15	1,3225	7,23	S
5	28,11	-10,58	-103,50	-153,36	-19,17	c	1,01	1,0201	-50,83	S
6	16,61	5,84	25,55	25,55	3,19	ac	2,35	5,5225	-1,66	N
7	39,38	-11,50	16,42	129,05	16,13	bc	2,66	7,0756	4,82	S
8	39,67	0,29	11,79	-4,63	-0,58	abc	0,65	0,4225	-1,19	N

Assim como para o experimento anterior, para um n igual a 3, ou seja 8 graus de liberdade, e um intervalo de confiança (α) de 5%, obtém-se um T_{tab} de 2,31.

Como resultado do tratamento empregando-se o Minitab 15, tem-se os gráficos apresentados nas Figuras 6 e 7.

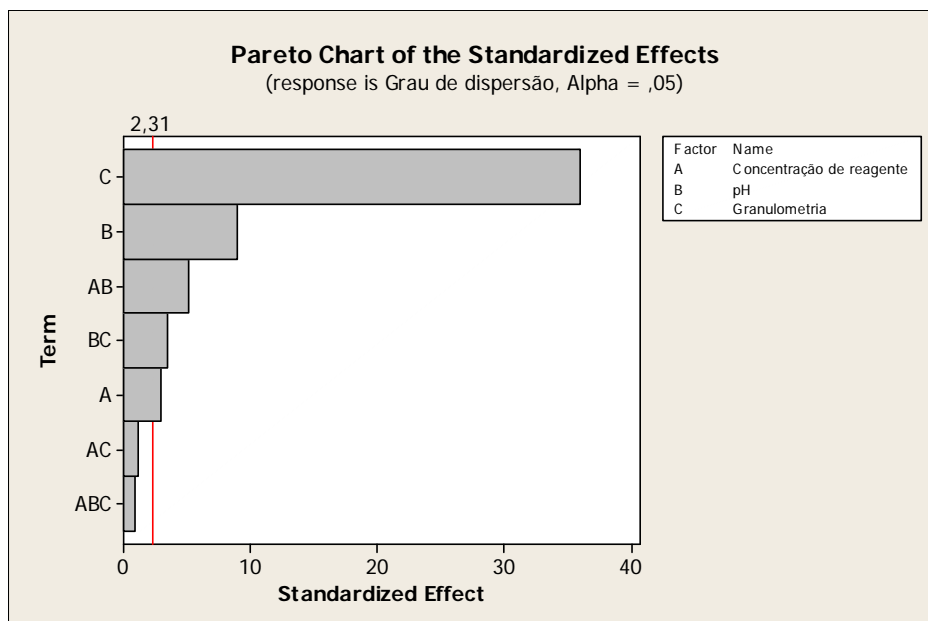


Figura 6. Diagrama de Pareto para o efeito das variáveis sobre o grau de dispersão do quartzo, para um nível de confiança de 5%, considerando o experimento com adição de metassilicato de sódio anidro.

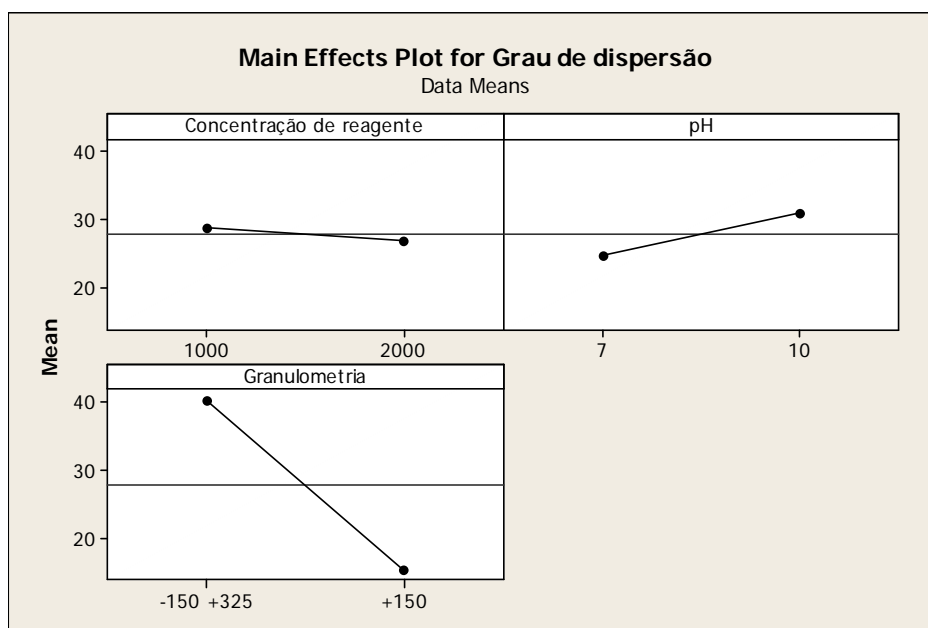


Figura 7. Efeitos das variáveis sobre o grau de dispersão para o experimento com adição de metassilicato de sódio.

4 DISCUSSÃO

Para se determinar a significância de cada uma das variáveis e de suas interações, ao nível de 5%, é necessário comparar os módulos dos valores de τ calculados, com aqueles obtidos a partir da Tabela de t-Student. Se o primeiro for maior que o último, conclui-se que a variável é significativa para o experimento.

Para a etapa do experimento realizada sem a adição de um reagente, analisando-o através do Algoritmo de Yates (Tabelas 5 e 6), apenas a interação das duas variáveis não se mostrou significativa, com um intervalo de confiança de 5%.

Ao comparar-se o τ_{tab} com o módulo daqueles valores de τ calculados, durante a análise do experimento com a adição de sulfato de alumínio, verifica-se que apenas o efeito da variável B, o pH, isoladamente não é significativo. Ao analisar a interação entre duas variáveis, observa-se que os resultados produzidos pela interação entre as variáveis A (concentração de reagente) e C (granulometria do quartzo) não são significativos para o intervalo de confiança apontado.

Como se verifica na Tabela 10, considerando a utilização de metassilicato de sódio como depressor, apenas dois dos módulos dos valores obtidos, aquele correspondente ao efeito das três variáveis conjuntamente e ao efeito das variáveis a e c simultaneamente, são menores que aquele determinado pela metodologia, de onde obtém-se que o efeito de qualquer variável investigada individualmente e analisadas em duplas, exceto para A e C, é significativo. Além disso, ao se avaliar o efeito de todas as variáveis juntas (A, B e C), verifica-se também a não significância ao nível de 5%.

Como pode-se verificar nas Figuras 2, 4 e 6, que se relacionam, respectivamente, aos experimentos sem adição de reagente, com adição de sulfato de alumínio e com adição de metassilicato de sódio, a análise realizada através do Minitab 15 confirma o que já havia sido obtido através do Algoritmo de Yates com relação a significância ou não de cada uma das variáveis e de suas interações.

Através dos sinais apresentados na coluna DM (Diferença Média) no Algoritmo de Yates, pode-se avaliar se os resultados são direta ou inversamente proporcionais em relação a cada uma das variáveis, ou seja, consegue-se avaliar se a variável resposta aumenta ou diminui, com a mudança do nível inferior para o superior da variável considerada.

Para a etapa sem uso de reagentes pode-se dizer que o aumento da variável B, ou seja, a granulometria do quartzo, provoca uma diminuição de seu grau de dispersão, enquanto que para o caso da variável pH observa-se uma relação proporcional.

Ao se averiguar a proporcionalidade entre o nível das variáveis e a variável resposta, vê-se que o aumento do nível das variáveis pH e granulometria do quartzo provoca uma diminuição no grau de dispersão, enquanto que o aumento da variável A, concentração de sulfato de alumínio, acarreta um aumento na variável resposta.

Considerando-se a utilização do metassilicato de sódio como agente depressor/dispersante verifica-se que apenas para a variável C, granulometria do quartzo, ocorre uma relação inversa, ou seja, o aumento da granulometria do quartzo provoca uma diminuição no grau de dispersão.

A Figura 3, que traz o efeito das variáveis sobre o grau de dispersão, analisando o experimento sem a adição de um reagente, deixa claro que a variável pH possui um efeito pouco representativo sobre o grau de dispersão do quartzo, além de ser possível a observação de uma relação direta entre esta variável e a resposta. Ao se analisar o efeito da granulometria do quartzo sobre o grau de dispersão, verifica-se que esta variável possui significância considerável, já que tem-se uma mudança de 20% na resposta partindo-se do menor nível para o maior. Além disso, constata-se uma relação inversa.

Através da Figura 5 verifica-se que, ao utilizar-se sulfato de alumínio como agente depressor/dispersante, a maior concentração deste reagente no meio provoca um decaimento do grau de dispersão; o pH não provoca uma mudança significativa no valor da variável resposta; e tem-se um aumento do grau de dispersão com o aumento da granulometria do quartzo.

Na Figura 7, verifica-se que para o experimento considerando o metassilicato como reagente, tem-se uma ligeira queda do grau de dispersão ao se elevar a

concentração de reagente de seu nível mais baixo para o mais alto; para a variável pH, tem-se uma relação direta; e como nos outros casos, a variável que possui significância mais expressiva é a granulometria, sendo ainda que para esta etapa do experimento, observou-se uma relação inversa.

5 CONCLUSÃO

O planejamento estatístico de experimentos mostrou-se uma ferramenta muito útil e de fácil execução para experimentos em bancada, pois além de reduzir esforços, em relação a tempo e recursos, permite uma previsão do comportamento do mineral.

Para o quartzo, verificou-se que dentre as variáveis avaliadas, aquela de maior significância foi a granulometria.

O sulfato de alumínio mostrou-se mais efetivo como depressor do quartzo, comparativamente ao metassilicato de sódio, para a menor faixa granulométrica avaliada. Para a maior granulometria verificou-se que o metassilicato de sódio teve melhor efeito. Pode-se ainda verificar que a granulometria foi a variável de efeito mais significativo isoladamente.

Propõe-se, para estudos posteriores, com o mesmo mineral, a utilização de reagentes depressores não considerados neste estudo e testes com faixas granulométricas menores.

REFERÊNCIAS

- 1 SILVA, J.P.; BALTAR, C.; LEITE, J.Y.P. Análise do comportamento do Na_2SiO_3 na flotação do quartzo e calcita utilizando amina e oleato de sódio. In: V Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação, CONNEPI 2010, Maceió. Brasília: MEC, 2010.
- 2 TOTOU, A.R.; PEREIRA, C.A.; MACHADO, P.G.F.; BALTAR, C.A.M. Efeito da dispersão em polpas de minérios itabiríticos. Revista da Escola de Minas, v. 64, n. 2, abr-jun. 2011.