

# **Estudos de concentração de pirocloro em amostras de carbonatitos intemperizado**

## **Pyrochlore concentration studies in weathered carbonatite samples**

**Thalia Lopes de Sousa**

Bolsista PCI, Eng. de Minas, B.Sc.

**Elves Matiolo**

Supervisor, Eng. de Minas, D. Sc.

### **Resumo**

Um fluxograma genérico para a concentração de pirocloro, os circuitos empregados utilizam dois fluxos diferentes para a etapa de flotação, denominados como “grossos” ( $P_{80} > 74 \mu\text{m}$ ) e “finos” ( $P_{80} < 74 \mu\text{m}$ ). Neste estudo, a concentração de pirocloro, por flotação em células mecânicas foi avaliada para ambos os fluxos e o melhor resultado foi obtido com a fração fina sem separação magnética, que apresentou teor de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  de 23,8%.

**Palavras-chave:** pirocloro; flotação; carbonatito.

### **Abstract**

A generic flowchart for the concentration of pyrochlore, the circuits used use two different flows for the flotation stage, called “coarse” ( $P_{80} > 74 \mu\text{m}$ ) and “fine” ( $P_{80} < 74 \mu\text{m}$ ). In this study, the concentration of pyrochlore by flotation in mechanical cells was evaluated for both flows and the best result was obtained with the fine fraction without magnetic separation, which showed a  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  content of 23.8%.

**Key words:** pyrochlore; flotation; carbonatite.

## 1. Introdução

As três maiores minas de nióbio em operação no mundo respondem por cerca de 99% da produção total de concentrados de pirocloro. Duas delas estão localizadas no Brasil - Araxá (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração-CBMM) e Catalão (CMOC Brasil), enquanto a outra está no Canadá (Saint-Honoré, Niobec) (GIBSON, KELEBEK, & AGHAMIRIAN, 2015a; GIBSON, KELEBEK, AGHAMIRIAN, & YU, 2015b). Em relação aos aspectos geológicos desses três depósitos, todos eles estão associados a rochas carbonatíticas. Em Araxá, o concentrado de pirocloro é obtido através do beneficiamento do material intemperizado que resulta do enriquecimento do carbonatito original. Os minerais da ganga são óxidos de ferro, fosfatos, ilmenita, barita, monazita e quartzo (OLIVEIRA, SARAIVA, PIMENTA, & OLIVEIRA, 2001). Na operação Niobec, no Canadá, a mineração e o beneficiamento do minério de pirocloro estão nos carbonatitos primário (GIBSON et al., 2015a) enquanto em Catalão, os concentrados de pirocloro vêm do material intemperizado e da rocha fresca (SILVA, GONÇALVES, RUFINO, MORINIGO, & SOUZA, 2017). A principal diferença em termos de composição mineralógica entre o material intemperizado e a rocha fresca é o considerável teor de minerais carbonáticos, em especial calcita, dolomita e ankerita, além de sulfetos (MITCHELL, 2015).

A prática atual de beneficiamento tanto do material intemperizado quanto da rocha primária é dominada por flotação (LIU et al., 2019). O processo de concentração envolve várias etapas de processamento, incluindo moagem, deslamagem, flotação reversa (silicatos, carbonatos e sulfetos), separação magnética e flotação de pirocloro em condições ácidas (FAUCHER & DESSUREAUX, 1960; ESPINOSA-GOMEZ, FINCH, & LAPLANTE, 1987; FILHO, RIFFEL, & SOUSA, 2001; GIBSON et al., 2015a; LIU et al., 2019).

A flotação direta de pirocloro sem pré-flotação de carbonato ou silicato é aplicada apenas na planta industrial de Araxá. Isso é possível porque a maioria dos minerais carbonáticos, especialmente calcita, são lixiviados por um processo natural de intemperismo e o teor de silicatos no minério é inferior a 4%, o que não causa diluição do concentrado de pirocloro (FILHO et al., 2001). Na unidade de Niobec, após a britagem e moagem, é realizada a flotação de carbonatos na qual 30% da massa é removida como concentrado carbonático. A fração afundada da pré-flotação de carbonato alimenta a flotação rougher de pirocloro em pH ácido (< 3) seguido por 5 estágios de limpeza. A espuma do último estágio cleaner não contém apenas pirocloro, mas também alguns minerais sulfetados, como pirita e pirrotita, que são removidos por flotação reversa usando amil xantato de potássio (PAX) como coletor (CHEHREH CHELGANI, 2013). A recuperação de nióbio em todas as três operações varia entre 50% - 60% e os concentrados finais analisam entre 44% - 65% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (BULATOVIC, 2010; GIBSON et al., 2015a; CHEHREH CHELGANI, HART, BIESINGER, MAROIS, & OURRIBAN, 2014).

## 2. Objetivos

O objetivo geral foi avaliar a viabilidade técnica de concentração de pirocloro contido em uma amostra de minério intemperizado de nióbio de um depósito localizado em Minas Gerais (MG).

Os objetivos específicos são:

- Caracterização tecnológica das amostras de minério;
- Estudos de cominuição;
- Estudos de deslamagem;
- Estudos de flotação de pirocloro.

### 3. Materiais e Métodos

#### 3.1. Amostras de minério

Foi recebida uma amostra composta por seis furos de sonda, com teor médio de  $Nb_2O_5$  de 1,8% de um depósito localizado no estado de Minas Gerais.

#### 3.2. Fluxograma de processo

Como a amostra é bastante intemperizada, o teor de carbonatos é muito baixo, além disso, o teor de sílica analisado também foi baixo (1%), foi considerada a flotação direta de pirocloro. A figura 1 mostra o fluxograma adotado neste estudo, considerando as operações unitárias de britagem, moagem, separação magnética de baixo campo, deslamagem e por fim flotação de pirocloro.

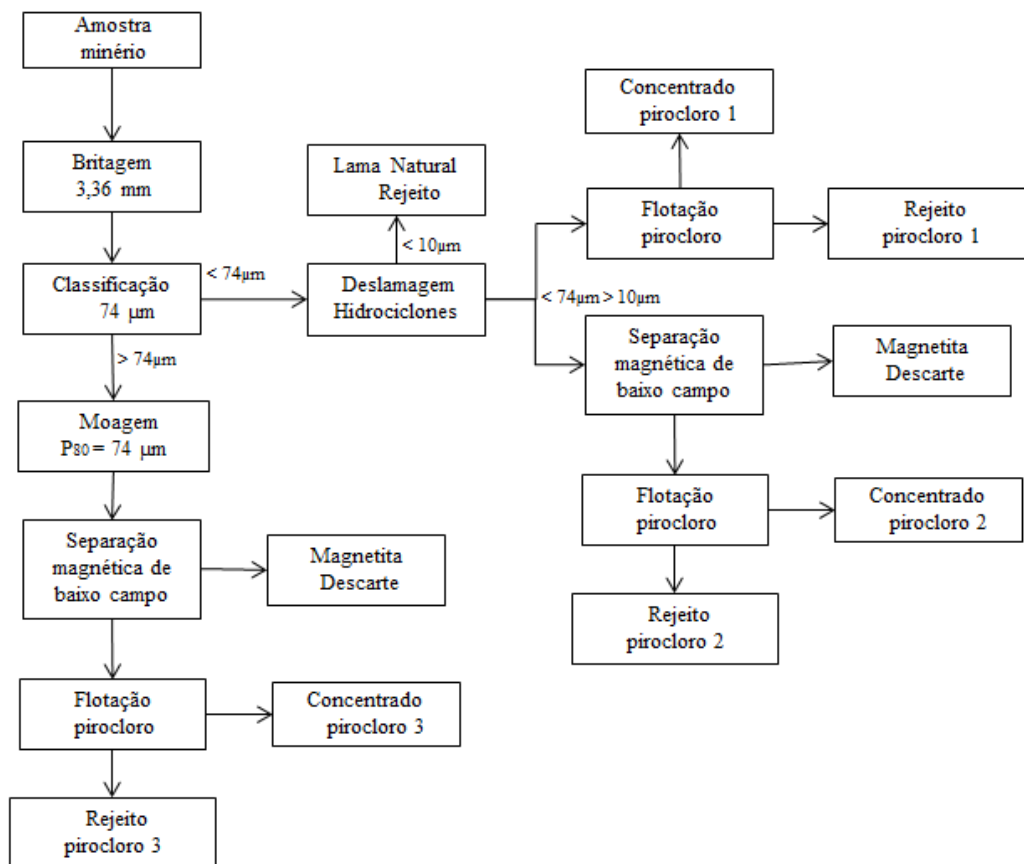


Figura 1. Fluxograma adotado no processo.

Foram adotados três processos diferentes: O primeiro com a amostra abaixo de 74  $\mu\text{m}$ , sem separação magnética. O segundo fluxo utilizou a mesma amostra passante em 74  $\mu\text{m}$ , e nesta foi feita separação magnética de baixo campo. O terceiro fluxo utilizou o material passante em 74  $\mu\text{m}$  e foi feita separação magnética.

### **3.3. Análises químicas e mineralógicas**

As análises químicas das amostras, tanto para efeitos de caracterização quanto das amostras resultantes dos ensaios de processo, foram realizadas através da técnica de fluorescência de Raios X analisando os seguintes compostos:  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  e  $\text{TiO}_2$ .

Os estudos de caracterização mineralógica foram realizados nos laboratórios do CETEM.

### **3.4. Ensaios de britagem e preparação da amostra**

Foram realizados ensaios sucessivos até a obtenção de um produto 100% 3,36 mm. Os produtos foram homogeneizados e separados em alíquotas de 20 kg e utilizados para os ensaios posteriores, juntamente com as alíquotas produzidas na etapa de preparação das amostras.

### **3.5. Deslamagem**

Os ensaios de deslamagem foram realizados utilizando hidrociclones da Weir ou AKW de 40 mm de diâmetro da parte cilíndrica e diâmetro

### **3.6. Ensaios de moagem**

Os ensaios de moagem foram realizados em moinhos cilíndricos de barras. Os ensaios de moagem foram realizados com amostra do minério até obtenção de produto moído com  $P_{80}$  da ordem de 50  $\mu\text{m}$ .

### **3.7. Separação magnética de baixo campo**

A separação magnética de baixa intensidade foi realizada em um separador magnético de tambor rotativo INBRAS/Eriez modelo WDL-8. O campo magnético aplicado foi de 1000 G regulado através do ajuste da corrente elétrica.

### **3.8. Ensaios de flotação de pirocloro em escala de bancada**

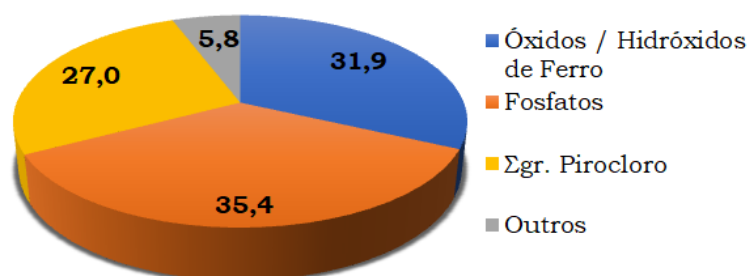
Os ensaios foram realizados em uma máquina de flotação de bancada Denver modelo D12. Após cada ensaio os produtos da flotação foram secos, filtrados e pesados. Após isso as amostras foram quarteadas e uma alíquota de cada amostra foi enviada para análise química e DRX, e o restante foi para o arquivo.

O pH foi ajustado para aproximadamente 2,5 com HCl e ácido fluossilícico, e a flotação foi realizada até o esgotamento da espuma, entre 5 e 7 minutos.

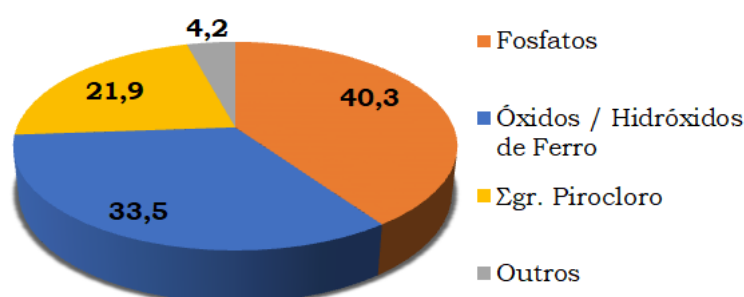


O DRX de três concentrados desta amostra mostrou porcentagem de pirocloro na amostra e teor de  $Nb_2O_5$  de, respectivamente 27% e 15,6% (Figura 4a), 21,9% e 14,2% (Figura 4b) e 33,5 com teor de 18,8% (Figura 4c).

#### Concentrado Recleaner do Teste 13 (1 minuto)



#### Análise Mineralógica - Concentrado Recleaner 2 do Teste 14 Finos - Não Mag. - Desl. 2 est.



#### Análise Mineralógica - Concentrado Recleaner do Teste 15 Finos - Sem sep. Mag. - Desl. 2 est.

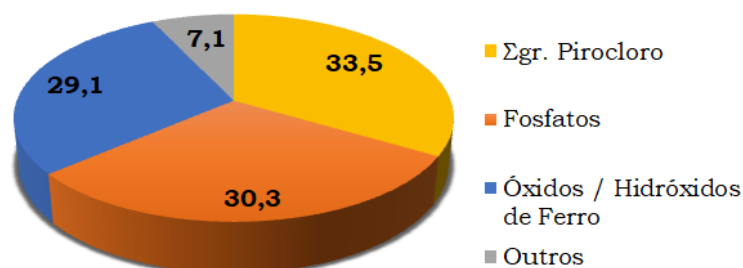


Figura 4. Gráfico do DRX dos testes 13 (a), 14 (b) e 15 (c).

## 5. Conclusões

Os testes mostraram que a melhor condição para recuperação de  $Nb_2O_5$  desta amostra se deu pela fração fina (<74  $\mu m$ ) sem realizar separação magnética, resultando em um teor máximo de 23,8% de  $Nb_2O_5$ . Os resultados também mostraram que dosagens menores de reagentes, especificamente umectante e coletor, resultaram em teores melhores de  $Nb_2O_5$  e teores menores de  $Fe_2O_3$  nos concentrados finais de flotação.

Embora se tenha chegado a teores acima de 20% de  $Nb_2O_5$  partindo de um teor inicial de 1,8, ainda é necessário que sejam feitos mais testes a fim de alcançar teores próximos de 50% no concentrado e menor que 1% no rejeito.

## 6. Agradecimentos

Os autores agradecem ao CETEM/MCTI pela estrutura e suporte para a execução deste estudo e auxílio nas análises químicas da coordenação de análises mineralógicas (COAMI). Ao CNPq pelo suporte para execução deste estudo e pela bolsa concedida.

## 7. Referências Bibliográficas

BULATOVIC, S. (2010). Handbook of flotation reagents: Chemistry. Theory and Practice. Flotation of niobium, vol. 2. 111-125. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53082-0.00022-6>.

CHEHREH CHELGANI, S. (2013). Study on the surface chemistry behavior of pyrochlore during froth flotation. Electronic Thesis and Dissertation Repository. 1675. The University of West Ontario. <https://ir.lib.uwo.ca/etd/1675>.

CHEHREH CHELGANI, S.; HART, B.; BIESINGER, M.; MAROIS, J. & OURRIBAN, M. (2014). Pyrochlore surface oxidation in relation to matrix Fe composition: A study by X-ray photoelectron spectroscopy. Minerals Engineering, vol. 55, 165-171. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.10.016>.

ESPINOSA-GOMEZ, R.; FINCH, J.A. & LAPLANTE, A.R. (1987). Effects of the type of water on the selective flotation of pyrochlore from Niobec. Colloids and Surfaces, 26, 333-350. [https://doi.org/10.1016/0166-6622\(87\)80125-7](https://doi.org/10.1016/0166-6622(87)80125-7).

FAUCHER, R.J.A. & DESSUREAUX, S. (1960). Flotation of niobium-bearing minerals. United States Patent Office, 2,959,281.

FILHO, A.I.; RIFFEL, B.F. & SOUSA, C.A.F. (2001). Some aspects of the mineralogy of CBMM niobium deposits and mining and pyrochlore ore processing. International symposium niobium. The Metallurgy Society of AIME. Orlando. FL. USA. P.13.

GIBSON, C.E.; KELEBEK, S. & AGHAMIRIAN, M. (2015a). Niobium oxide mineral flotation: A review of relevant literature and the current status of industrial operations. International Journal of Mineral Processing. 137. 82-97. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2015.02.005>.

GIBSON, C.E.; KELEBEK, S.; AGHAMIRIAN, M. & YU, B. (2015b). Flotation of pyrochlore from low grade carbonatite gravity tailings with benzohydroxamic acid. Minerals Engineering, 71, 97-104. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.11.006>.

MITCHELL, R.H. (2015). Primary and secondary niobium mineral deposits associated with carbonatites. Ore geology reviews, Volume 64, 626-641. <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2014.03.010>.

OLIVEIRA, J.F.; SARAIVA, S.M.; PIMENTA, J.S. & OLIVEIRA, A.P.A. (2001). Kinetics of pyrochlore flotation from Araxá mineral deposits. Minerals Engineering, vol. 14. Issue 1. 99-105. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(00\)00163-1](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(00)00163-1).