

# ESTUDO DE REMOÇÃO DE SILICATOS VISANDO A OTIMIZAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE PIROCLORO POR FLOTAÇÃO

## SILICATES REMOVAL STUDIES AIMING AT OTIMIZATION OF THE PYROCHLORE CONCENTRATION BY FLOTATION

**João Flavio Gemignani Mattos Barboza**

Aluno de Graduação de Química – Atribuições Tecnológicas, 5º período, UFRJ

Período PIBIC/CETEM: setembro de 2022 a julho de 2023

joaoflaviogmb@gmail.com

**Amanda Soares de Freitas**

Orientadora, Engenheira de Minas, M.Sc.

asfreitas@cetem.gov.br

**Elves Matiolo**

Coorientador, Engenheiro de Minas, D.Sc.

ematiolo@cetem.gov.br

### RESUMO

No território brasileiro são encontradas as maiores reservas de nióbio do mundo, metal explorado comercialmente de forma ampla. As operações unitárias no processo de concentração de pirocloro, mineral de nióbio, incluem britagem, moagem, deslamagem, separação magnética e flotação de carbonatos, silicatos e pirocloro. Este trabalho visa melhorar o desempenho da flotação de pirocloro aumentando a sua recuperação nessa etapa, que hoje está em torno de 70%, e mantendo o teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> maior ou igual a 52%. Para isso, foi proposta a remoção de silicatos através da classificação por peneiramento em 150 µm anterior à etapa de flotação de pirocloro. Os ensaios de flotação foram realizados em células mecânicas, escala MPP, utilizando a amostra da alimentação da flotação de pirocloro de uma planta industrial, comparando o desempenho metalúrgico em teor e recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e SiO<sub>2</sub> na flotação com a amostra do *underzise* (< 150 µm) da classificação. A partir da amostra da alimentação da flotação de pirocloro, com 2,1% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 23,0% de SiO<sub>2</sub>, foi obtido um concentrado com teor de 46% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 9% de SiO<sub>2</sub> com recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 66,5%. Com a amostra *underzise*, teor de 2,4% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 22,1% de SiO<sub>2</sub>, foi obtido um concentrado com teor de 45% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 7% de SiO<sub>2</sub> com recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 73,3%. Uma possível explicação para esse melhor desempenho pode ser devido a recuperação superior na amostra *underzise* (< 150 µm) na fração granulométrica > 74 µm, que atingiu valor de 57% contra apenas 24% para amostra da alimentação da flotação. Sugere-se tomar a fração acima de 74 µm dos concentrados de flotação e proceder com uma caracterização mineralógica, mais especificamente imagens de MEV, e determinar a sua liberação mineral.

**Palavras-chaves:** flotação, pirocloro, nióbio, silicatos, classificação .

### ABSTRACT

The Brazilian territory holds the largest reserves of niobium in the world, a widely exploited metal. The unit operations in the pyrochlore, niobium mineral, concentration process include crushing, grinding, desliming, magnetic separation and carbonate, silicate and pyrochlore flotation. This work aims to improve the performance of pyrochlore flotation by increasing its recovery in this stage. For this purpose, the removal of silicates through the unit operation of sieving and classification at 150 µm was proposed. Flotation tests were carried out in mechanical cells, MPP scale, using the feed sample from the industrial plant's pyrochlore flotation, comparing the metallurgical performance in terms of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and SiO<sub>2</sub> grade and recovery with the undersize sample (< 150 µm) from the 150 µm classification. From the feed

sample of pyrochlore flotation, with 2% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 23% SiO<sub>2</sub>, a concentrate with a grade of 46% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 9% SiO<sub>2</sub> was obtained, with a Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> recovery of 66.5%. With the undersize sample, which had an initial grade of 2.4% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 21% SiO<sub>2</sub>, a concentrate with a grade of 45% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 7% SiO<sub>2</sub> was obtained, with a Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> recovery of 73.3%. In other words, the metallurgical recovery of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> was approximately 7% higher than that obtained with the feed sample from flotation. One possible explanation for this better performance could be the higher recovery in the undersize sample in the granulometric fraction > 74 µm, which reached a value of 57% compared to only 24% in the feed sample from flotation. It is suggested to take the fraction above 74 µm from the flotation concentrates and proceed with mineralogical characterization, specifically SEM images, and determine its mineral liberation.

**Keywords:** flotation, pyrochlore, niobium, silicates, classification.

## 1. INTRODUÇÃO

O nióbio (Nb), presente no mineral de pirocloro, é um metal de transição com propriedades físico-químicas únicas, sendo amplamente utilizado em diversas indústrias, como em ligas metálicas e na produção de ímãs supercondutores (BRUZIQUESI et al., 2019). O Brasil possui as maiores reservas de nióbio do mundo, principalmente nos estados de Minas Gerais e Goiás. A abundância de reservas de pirocloro no território brasileiro confere ao país uma posição privilegiada no mercado global desse recurso estratégico, apresentando cerca de 90% dos depósitos globais (GIBSON, 2015).

A CMOC Brasil, segunda maior produtora de nióbio do mundo, opera um complexo mineralógico nos municípios de Ouvidor e Catalão (GO), nos quais possui foco na exploração de minérios de fosfatos e nióbio, para produção de fertilizantes e ligas ferro-nióbio (SILVA e CAMPOS, 2016). Após a lavra, o minério de pirocloro com 1,2% de teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> passa pelas operações unitárias de britagem, moagem, deslamagem, separação magnética e flotação de carbonatos, silicatos e pirocloro; visando à obtenção de um concentrado que atenda a especificação de teores de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> acima de 52% e SiO<sub>2</sub> abaixo de 3%. Ao contrário da mina de Catalão, que possui como principais contaminantes silicatos e carbonatos, a mina da *Niobec* (Canadá), com 0,6-0,7% de teor Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, possui como contaminante apenas os carbonatos, que representam 65%. Por esta razão o circuito de flotação é mais simples, composto pelas etapas de flotação de carbonatos e pirocloro. Já a mina da CBMM em Araxá (MG), com teor médio de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 2,5%, possui como principais contaminantes a limonita e goethita (35%), e barita. Devido a esta característica este é o único minério de pirocloro que a flotação é direta (GIBSON, 2015). De maneira geral a recuperação global de pirocloro nas operações industriais de flotação fica abaixo de 70%, com valores em torno de 60%.

## 2. OBJETIVO

Melhorar o desempenho da flotação de pirocloro, aumentando a recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> na etapa através da classificação em 150 µm com o objetivo de remover os silicatos (SiO<sub>2</sub>).

## 3. METODOLOGIA

Para o estudo foi utilizada uma amostra proveniente da alimentação da flotação de pirocloro (AFP) da planta de concentração mineral Boa Vista *Fresh Rock* (BVFR) da CMOC Brasil. O circuito de beneficiamento proposto inclui a flotação da amostra AFP utilizando células mecânicas (CM) em escala contínua na Mini Planta Piloto (MPP). A outra parte do estudo consistiu na classificação da AFP em 150 µm por peneiramento e a fração < 150 µm (*undersize*) também seguiu para flotação em CM na MPP, aplicando o mesmo circuito de processo. Foi avaliado, comparativamente na mesma escala, o desempenho metalúrgico obtido com ambas amostras em termos de teor e recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e SiO<sub>2</sub>.

### 3.1. Peneiramento

A amostra AFP foi classificada através do peneiramento em escala piloto, utilizando duas peneiras vibratórias com abertura de 150  $\mu\text{m}$ . A primeira etapa desse processo ocorreu em uma peneira circular de maior diâmetro (1,2 m) da marca *MVL*. O material retido nessa peneira (*oversize*) foi direcionado para segunda peneira, quadrada e de dimensões 50 x 50 cm, fabricada pela *Bertel*, na qual o material passante em 150  $\mu\text{m}$  (*undersize*) foi direcionado para os testes de flotação em escala MPP.

### 3.2. Estudos de Flotação

Os estudos de flotação de pirocloro foram realizados em CM em escala contínua da MPP utilizando a amostra da AFP e a fração *undersize* (< 150  $\mu\text{m}$ ). O circuito de flotação aplicado foi composto pela etapa *rougher* (RG) e quatro etapas de *cleaner* (CL1, CL2, CL3 e CL4), com e sem a etapa *scavenger* (SCV) da RG. A MPP é composta por dois tanques pulmão (50 L) com agitadores e bombas peristálticas de recirculação, doze células de flotação (1,3 L) operadas em escala contínua, medidores de vazão, medidores de pH e agitadores, sistema de reagentes com bombas dosadoras de diafragma. Para cada ensaio foram utilizados os dois tanques pulmão de 50 L para o armazenamento e recirculação da polpa com 27 a 57% de sólidos. Na Tabela 1 estão apresentados os parâmetros de cada etapa da flotação de pirocloro. Os ensaios tiveram duração de aproximadamente 2h cada um e cada campanha de ensaios foi em torno de 10h. Os produtos de cada ensaio foram filtrados, secados, pesados e enviados para a análise química.

**Tabela 1:** Parâmetros da flotação de pirocloro utilizando CM em escala contínua na MPP.

Parâmetros	RG	SCV	CL 1	CL 2	CL 3	CL 4
Número de células (n°)	3 a 4	1	2 a 3	1 a 2	1	1
Rotação flotação (rpm)	1230	1300	1106	1106	1160	1240
Velocidade superficial do ar - $J_{ar}$ (cm/s)	0,4	0,5	0,3	0,3	0,3	0,4
Tempo médio de residência (min)	9	9	8	7	7	24
Dosagem (g/t) de Acetadamin T50 (coletor) + Lupromin FPN315 (umectante)	1500	56	47	-	27	-
Dosagem (g/t) de RV 418 antiespumante	740	12	1000	500	150	70
pH (faixa), controlado por ácido fluossilícico	5,9 – 7,0	5,8 - 6,8	4,8 - 6,7	3,5 - 5	2,6 - 3,8	1,9 - 2,8
Altura média (mm) da camada de espuma	36	8	20	16	14	11

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

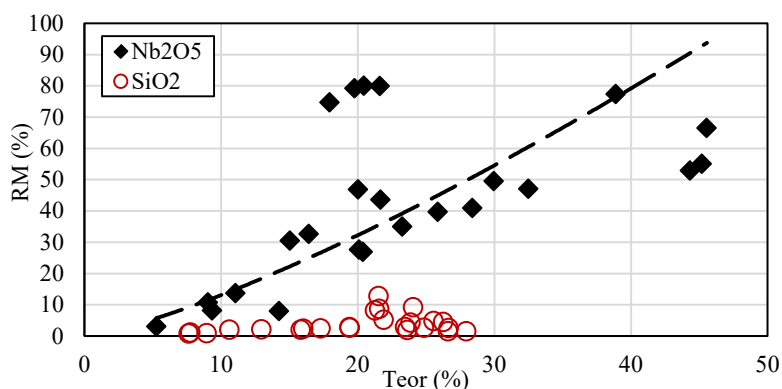
### 4.1. Classificação em 150 $\mu\text{m}$

A AFP apresentou teor de 2,1% de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , 23,0%  $\text{SiO}_2$  e 20,4%  $\text{CaO}$  e distribuição granulométrica com  $P_{90}$  191  $\mu\text{m}$  e 22% < 38  $\mu\text{m}$ . A granuloquímica indicou que os maiores teores de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  estão compreendidos na fração < 150  $\mu\text{m}$ , com valores de 1% a 3,6%, que correspondem a 95% do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . O principal contaminante se concentra na fração >150  $\mu\text{m}$ , com valor médio de  $\text{SiO}_2$  de 31% e 17% de  $\text{CaO}$ . Enquanto  $\text{CaO}$  e  $\text{SiO}_2$  apresentam valores próximos de 21% e 22% nas frações < 150  $\mu\text{m}$ . A amostra AFP classificada em 150  $\mu\text{m}$  gerou o *undersize* (<150  $\mu\text{m}$ ) que representa 81,2% da massa total,  $P_{90}$  131  $\mu\text{m}$  e 22% <38  $\mu\text{m}$  e teores de 2,4%  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , 22%  $\text{SiO}_2$  e 21%  $\text{CaO}$ . Já o *oversize* (>150  $\mu\text{m}$ ), 18,8% da massa total, apresentou  $P_{50}$  em 242  $\mu\text{m}$  e 2,5% da massa < 150  $\mu\text{m}$ , com valores de teor de 0,5%  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , 31%  $\text{SiO}_2$  e 17%  $\text{CaO}$ .

### 4.2. Ensaio de Flotação

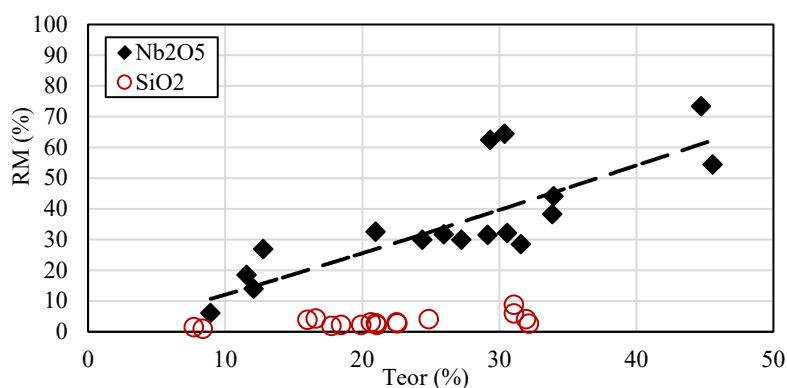
Nos 24 ensaios de flotação com amostra da AFP, sob dosagens de coletor + umectante de 620-2105 g/t e antiespumante de 69-6439 g/t, com pH decrescendo de ~ 7 a 1,9 para as etapas RG a

CL4, foram obtidos concentrados com teores entre 5,3 a 45,5% de  $Nb_2O_5$  e 7,6 a 28,0% de  $SiO_2$ . Já a recuperação metalúrgica (RM) foi de 3,1 a 80,0% de  $Nb_2O_5$  e 0,8 a 12,7% de  $SiO_2$ , conforme Figura 1. O melhor concentrado obtido foi com teor de  $Nb_2O_5$ , de 45,6% e RM 66,5%, com dosagens de total de coletor + umectante de 1806 g/t, de antiespumante de 4588 g/t e pH para cada etapa: RG = 6,6; CL1 = 4,8; CL2 = 3,6; CL3 = 2,6; CL4 = 1,9.



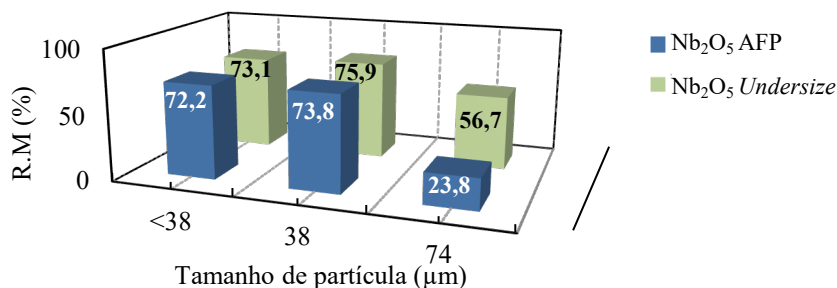
**Figura 1:** Valores de teor (%) versus recuperação (%) para  $Nb_2O_5$  e  $SiO_2$  dos testes com amostra AFP.

Nos 19 ensaios de flotação com a amostra *undersize*, sob dosagens de coletor + umectante de 1009-2102 g/t e antiespumante de 535-3691 g/t, com pH decrescendo de ~ 7 a 1,8 para as etapas RG a CL4 foram obtidos concentrados com teores entre 8,9-45,6% de  $Nb_2O_5$  e 7,7-32,2% de  $SiO_2$  com R.M entre 6,0-73,3% de  $Nb_2O_5$  e 0,9-8,7% de  $SiO_2$ , como observado na Figura 2. O melhor concentrado obtido foi com o teor de  $Nb_2O_5$  de 44,7% e RM 73,3%, com dosagens total de coletor + umectante de 2046 g/t, antiespumante de 3646 g/t e pH para cada etapa: RG = 5,9; CL1 = 5,0; CL2 = 3,5; CL3 = 2,6; CL4 = 1,9.



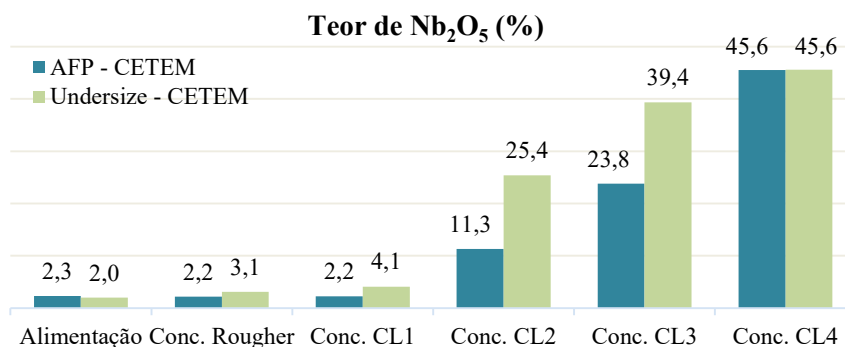
**Figura 2:** Valores de teor (%) versus recuperação (%) para  $Nb_2O_5$  e  $SiO_2$  dos testes com amostra *undersize*.

Conforme apresentado acima, os melhores concentrados obtidos com ambas as amostras apresentam similaridade no teor de  $Nb_2O_5$  (~45%), porém a R.M obtido com a amostra *undersize* foi 7% maior. A Figura 3 apresenta a recuperação por tamanho de  $Nb_2O_5$  para as faixas de 38 a 74  $\mu m$  das amostras da AFP e da amostra *undersize*. No gráfico fica evidente que a baixa recuperação dos ensaios com a amostra AFP ocorre na faixa de 74  $\mu m$ , onde 24% de  $Nb_2O_5$  é recuperado frente aos 56% obtidos pela amostra *undersize* na mesma fração granulométrica. Para as faixas de < 38  $\mu m$  e > 38  $\mu m$  < 74  $\mu m$  a recuperação de  $Nb_2O_5$  é praticamente a mesma, com valores em média de 73 e 74%



**Figura 3:** Gráfico em colunas de tamanho de partícula (µm) versus R.M de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%) para amostras trabalhadas.

A Figura 4 apresenta a relação entre o teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e as etapas da flotação para ambas as amostras. Nota-se que o teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nos ensaios realizados com a amostra *undersize* é maior em todas as etapas, sobretudo nos concentrados CL2 e CL3, em que foi obtido 25,4% e 39,4% de teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, respectivamente, frente a 11,3% e 23,8% para a AFP. Para ambas as amostras, foi observado que a razão de enriquecimento de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ao longo do circuito de flotação desde o RG até a CL 1 é baixa. Nas etapas CL2, CL3 e CL4 a razão de enriquecimento é até 6 vezes maior, similar com a obtida em escala industrial.



**Figura 4:** Relação entre etapas da flotação e teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%) para ambas as amostras testadas.

Destaca-se que nos ensaios com teor final de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> acima de 40%, o pH foi de forma geral menor, para cada etapa na faixa de: RG = 5,9-6,1; CL1 = 4,7-5,0; CL2 = 3,5-3,6; CL3 = 2,5-2,9; CL4 = 1,8-1,9. Firma-se, portanto, como um parâmetro que apresenta tendência de melhora na eficiência de separação entre o pirocloro e a principal ganga, os silicatos e, assim, deve ser estudado para futuras aplicações.

## 5. CONCLUSÃO

A classificação, mesmo com uma remoção mínima de silicatos, apresentando teor de SiO<sub>2</sub> de 22% no *undersize* a partir de amostra com 23%, foi crucial para obtenção dos melhores concentrados. Foi observado um aumento na recuperação metalúrgica de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, comparando teores similares de concentrado, para a flotação da amostra *undersize* (<150 µm), sendo essa uma possível etapa a ser adicionada nas plantas industriais. Destaca-se que quando foram alcançados teores de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> acima de 40% no concentrado final, a recuperação da amostra *undersize* foi maior, acima de 70%, comparado à recuperação da amostra de alimentação da flotação, que foi no máximo 66%. Para um mesmo teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, de 45 a 47%, a recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi de 73 a 75% para a amostra *undersize* e 53 a 66% para a amostra de alimentação. Uma possível explicação para esse melhor desempenho pode ser os resultados de recuperação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> em função do tamanho de partícula conforme apresentado na Figura 3, em que a fração > 74 µm a recuperação foi muito superior na amostra *undersize*, que atingiu valor de 57% contra 24% apenas na AFP.

## **6. AGRADECIMENTOS**

Saliento meu agradecimento aos meus orientadores Amanda de Freitas e Elves Matiolo pelo aprendizado, aos técnicos e demais funcionários do CETEM pelo apoio incondicional, à minha família pela confiança e suporte, e ao CNPQ pela bolsa de Iniciação Científica.

## **7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

BRUZIQUESI, C.G.O. et al. Nióbio: um elemento químico estratégico para o Brasil. *Quím. Nova*, vol. 42, n. 10, p. 1184-1188, 2019.

SILVA Jr., A.F. da; CAMPOS, M.F. de. Relevância das terras raras para o setor energético. *HOLOS*, vol. 1, p. 350-363, 2016.

GIBSON, C.E; KELEBEK, S.; AGHAMIRIAN, M. Niobium oxide mineral flotation: a review of relevant literature and the current state of industrial operations *International Journal of Mineral Processing*, vol.137 p. 82-97, 2015.