

# **Avaliação do efeito da granulometria na flotação de carbonatos de um minério de pirocloro**

## **Evaluating of effect of particle size on carbonate flotation of a pyrochlore ore**

**Carlos Henrique Bezerra Joaquim**  
Bolsista PCI, Téc. em Petróleo e Gás.

**Hudson Couto**  
Supervisor, Eng. Químico, D.Sc.

### **Resumo**

O circuito de concentração de pirocloro da planta Boa Vista Fresh Rock (BVFR) da Niobras (Catalão-GO) aplica operações de britagem, moagem, deslamagem, flotação de carbonatos, flotação de silicatos e por fim flotação de pirocloro. O  $P_{80}$  da moagem é em torno de 90  $\mu\text{m}$ . As perdas de pirocloro na etapa de flotação de carbonatos correspondem entre 8-10% das perdas totais do mineral. Estudos de caracterização mineralógica indicam que as principais perdas são observadas na fração abaixo de 45  $\mu\text{m}$ . Este trabalho teve por objetivo avaliar o desempenho da flotação de carbonatos considerando a flotação da fração > 75  $\mu\text{m}$  em células mecânicas convencionais (Mini planta piloto – MPP) e a fração < 75  $\mu\text{m}$  em colunas de flotação, ambos com configuração do circuito do tipo rougher/cleaner. Nos concentrados finais da flotação da fração fina de carbonatos foram obtidos teores médios de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  da ordem de 0,3%, com baixas perdas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  da ordem de 5,5%. Finalmente, a fração fina apresenta melhores resultados de processo quando comparados com a fração grossa e tem grande potencial para aplicação na planta industrial.

**Palavras chave:** flotação, pirocloro, colunas de flotação, células mecânicas.

### **Abstract**

The pyrochlore concentration circuit from Boa Vista Fresh Rock (BVFR) industrial plant of Niobras, located Catalão (Goiás state, Brazil), applies crushing, milling, conditioning, flotation of carbonates, flotation of silicates and finally flotation of pyrochlore. The  $P_{80}$  from milling is around 90  $\mu\text{m}$ . The pyrochlore losses in the carbonate flotation process represent 8-10% of overall pyrochlore losses of the industrial plant. The aim of this work was to evaluate the carbonate flotation performance considering flotation of the fraction > 75  $\mu\text{m}$  in conventional mechanical cells (Mini pilot plant - MPP) and the fraction < 75  $\mu\text{m}$  in flotation columns, both flotation circuit with rougher/cleaner configuration. In the final flotation concentrates of the fine carbonate fraction, average  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  contents of 0.3% were obtained, with low losses of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  about 5.5%. Finally, the fine fraction presents better process results when compared to the coarse fraction and has great potential for application in the industrial plant.

**Key words:** flotation, pyrochlore, flotation columns, mechanical cells.

## 1. Introdução

Em geral, as operações unitárias empregadas na concentração de pirocloro incluem britagem, moagem, deslamagem, separação magnética de baixa intensidade, condicionamento, flotação de carbonatos, flotação de silicatos e flotação de pirocloro (GUIMARÃES e WEISS, 2003). A CMOB Brasil opera um complexo minero-químico-metalúrgico nos municípios de Ouvidor e Catalão, ambos no estado de Goiás, onde produz fertilizantes fosfatados e liga ferro-nióbio. Basicamente, os concentrados de pirocloro produzidos nas plantas de beneficiamento mineral da Niobras incluem o tratamento dos rejeitos de flotação gerados na concentração de apatita (Planta Tailings) e o beneficiamento da rocha fresca na planta denominada de Boa Vista Fresh Rock (BVFR). A recuperação global de  $Nb_2O_5$  na Planta Tailings é da ordem de 30% e na BVFR varia entre 50%-60%, dependendo do minério tratado, continuidade operacional e parâmetros de processo empregados. O circuito de concentração de pirocloro da planta BVFR aplica operações de britagem, moagem, deslamagem, condicionamento, flotação de carbonatos, flotação de silicatos e por fim flotação de pirocloro (BULATOVIC, 2010; DUFRESNE and GOYETTE, 2004; ESPINOSA GOMEZ, 1987; CHELGANI et al., 2012; GIBSON et al., 2015). O  $P_{80}$  da moagem é em torno de 90  $\mu m$  e todo o circuito de flotação é composto por células mecânicas convencionais.

Este trabalho teve por objetivo estudar avaliar o desempenho da flotação de carbonatos considerando a flotação da fração  $> 75 \mu m$  em células mecânicas convencionais (Mini planta piloto – MPP) e a fração  $< 75 \mu m$  em colunas de flotação, ambos com configuração do circuito do tipo *rougher/cleaner*, visando diminuir as perdas de pirocloro na etapa prévia de flotação de carbonatos antes da etapa de flotação do pirocloro.

## 2. Objetivo

Objetivo é avaliar o desempenho da flotação de carbonatos considerando a flotação da fração  $> 75 \mu m$  em células mecânicas convencionais (Mini planta piloto – MPP) e a fração  $< 75 \mu m$  em colunas de flotação, ambos com configuração do circuito do tipo *rougher/cleaner*.

## 3. Material e Métodos

### 3.1. Minério

A amostra de minério estudada foi proveniente da Planta BVFR, coletada pela equipe da Niobras e enviada ao CETEM-RJ em bombonas de 200 L. Também foram recebidos containers de 1  $m^3$  com água de processo utilizada nas etapas de classificação e flotação.

### 3.2. Caracterização física, química e mineralógica

A distribuição de tamanho de partículas DTP das amostras de estudo foi determinada pela técnica de difração laser, também conhecida por espalhamento de luz, utilizando o equipamento da Malvern, modelo Mastersizer 2000 SM, capaz de analisar partículas na faixa de diâmetro entre 0,1 – 1000  $\mu m$ .

As análises químicas foram realizadas através da técnica de Fluorescência de Raios-X no laboratório da CMOC em Ouvidor - GO. Foram realizadas determinações para os seguintes óxidos: P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, TiO<sub>2</sub>, MgO; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O; Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; Th<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e K<sub>2</sub>O.

### 3.3. Reagentes

A Tabela 1 apresenta a lista de reagentes, fornecedor, função e modo de aplicação, utilizados nos estudos de flotação. Para ajuste de pH na flotação foram utilizadas soluções de soda cáustica.

Tabela 1. Lista dos reagentes, fornecedor, função e modo de aplicação utilizado nos estudos de flotação.

Reagente	Fornecedor	Função	Modo de aplicação
Lioflot® 502-A	Fornecido pela CMOC	Coletor de carbonatos	Após saponificação com NaOH (Solução entre 0,05% a 0,2%)
Amido Stargill 6172	Cargill Fornecido pela CMOC	Depressor	Após gelatinização com NaOH (Solução entre 0,2-2,0%)
NaOH	VE TEC	Gelatinização do amido, saponificação do Lioflot e regulador de pH	Solução entre 0,1% e 10%

### 3.4. Ensaio de flotação

O estudo de flotação de carbonatos foi adotado em dois estágios (etapa *rougher* e *cleaner*). Primeiramente foi realizada a etapa de peneiramento com o objetivo de separar a fração grossa, acima de 75 µm, da fração fina, abaixo de 75 µm. Após a etapa de peneiramento foi realizada a flotação em escala contínua. Para os estudos de flotação de carbonatos da fração grossa do minério (>75 µm) foi utilizada uma mini-planta piloto (MPP) de flotação. Já para os estudos de flotação de carbonatos da fração fina do minério (<75 µm) foram utilizadas duas colunas piloto de flotação com 4" e 2" de diâmetro e 6 metros de altura.

Os ensaios de flotação em coluna foram conduzidos conforme procedimento experimental presente em Mاتيolo et al. (2019). A partir do tanque pulmão, a polpa foi alimentada com controle de vazão para o tanque de condicionamento onde foram adicionados o depressor e a soda. No segundo tanque foram adicionados o coletor e a água de diluição (água de processo). O sistema de condicionamento é constituído por dois tanques cilíndricos com volume útil de 20 L cada um e que possuem um sistema de agitação dotado com dois impelidores e com controle de velocidade feito por um inversor de frequência. O tempo médio de residência em cada condicionador foi em torno de 20 minutos e após o condicionamento com os reagentes, a polpa foi alimentada através de uma bomba peristáltica para a coluna de flotação de 4" de diâmetro onde foi realizada a etapa *rougher*.

O concentrado da etapa *rougher* foi transferido para um tanque com volume útil de 20 L igual ao descrito anterior. E em seguida a polpa foi transferida através de uma bomba peristáltica para a coluna de flotação de 2" de diâmetro onde foi realizada a etapa *cleaner*. Os ensaios de flotação foram realizados em sistema aberto e

fechado. No circuito fechado, o fluxo do rejeito *cleaner* foi bombeado através de uma bomba peristáltica ao segundo tanque, como carga circulante, para alimentar a flotação *rougher* na coluna de 4”.

O controle da altura da camada de espuma é feito através da variação da vazão da bomba de retirada do rejeito que é controlada por um sensor de pressão instalado na coluna. O critério de amostragem estabelecido foi que, após ajustado o valor desejado da variável de estudo, dava-se o intervalo de uma hora para que fosse estabelecido o estado estacionário do processo e então era tomada uma amostra simultânea do fluxo do concentrado e do rejeito. As amostras de polpa dos produtos da flotação foram pesadas, secadas em estufa a temperatura entre 80-100 °C e foram preparadas alíquotas para análises químicas.

#### 4. Resultados e Discussão

Este tópico apresenta e discute os resultados obtidos nos estudos de flotação de carbonatos fração finos (< 75  $\mu\text{m}$ ) em colunas de 4” e 2” polegadas e fração grossos (>75  $\mu\text{m}$ ) na MPP. As variáveis avaliadas foram a dosagem de coletor, de depressor e velocidade superficial de água ( $J_w$ ) e de ar ( $J_g$ ).

Na Figura 1 são apresentadas as curvas de recuperação de CaO *versus* a dosagem de coletor para a flotação de carbonatos da fração de finos em colunas (a) e de grossos na MPP (b).

É possível observar que o aumento na dosagem do coletor levou a um aumento na recuperação de CaO, ou seja, de minerais carbonatados, e que foi possível alcançar até em torno de 90% de recuperação no concentrado *cleaner* de flotação entre 250 - 300 g/t de coletor para os finos (Figura 1a) e cerca de 1200 g/t para as frações de grossos (Figura 1b).

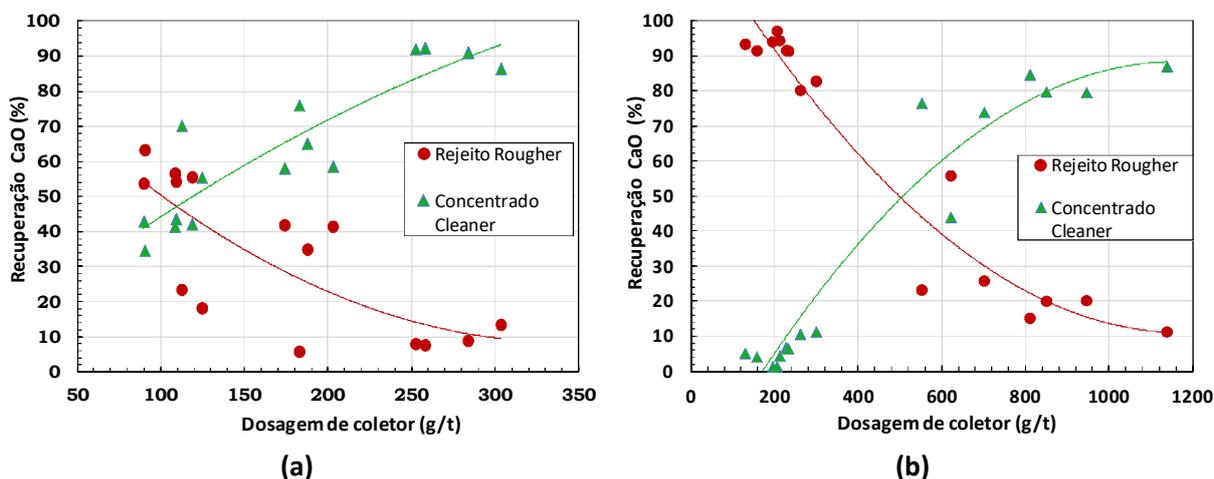


Figura 1. Curvas de recuperação de CaO *versus* dosagem de coletor. Ensaio de flotação de carbonatos *rougher/cleaner* da fração de finos em colunas (a) e fração de grossos na MPP (b).

Na Figura 2 são apresentados os resultados de recuperação de CaO *versus* teor de CaO para os fluxos de rejeito *rougher* e concentrado *cleaner* dos ensaios de flotação de carbonatos da fração de finos em colunas (a) e de grossos na MPP (b).

Observa-se que para uma recuperação de CaO entre 55% - 90% na etapa *cleaner* de flotação de finos o teor de CaO variou entre 25% - 35%. Para o fluxo de rejeito *rougher*, considerando um teor de CaO entre 12% a 15%, valor típico na planta de concentração industrial que segue para as etapas seguintes de concentração de pirocloro, a recuperação de CaO foi da ordem de 40% (Figura 2a), o que representa, portanto, a quantidade deste óxido que segue para as etapas seguintes. Para a flotação de grossos, foi obtida uma recuperação de CaO variando desde de 2% para valores de até 87% na etapa *cleaner*, com o teor de CaO variando entre 15% até 40%. Considerando um valor de teor de CaO de 15% no fluxo de rejeito *rougher*, a recuperação de CaO foi de quase 60% (Figura 2b), valor consideravelmente maior que o obtido na flotação de finos (~40%), mostrando a maior eficiência do processo de flotação em colunas da fração de finos, uma vez que uma menor quantidade de carbonatos segue para as etapas seguintes do processo.

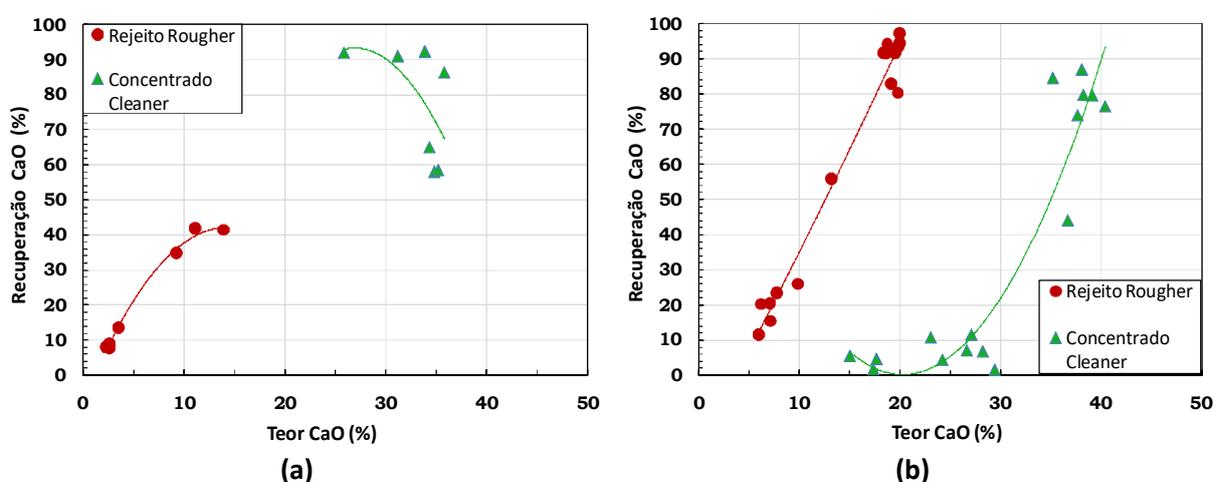


Figura 2. Curvas de recuperação de CaO versus teor de CaO. Ensaios de flotação de carbonatos da fração de finos em colunas (a) e de grossos na MPP (b).

Na Figura 3 são apresentas as curvas de recuperação de CaO no concentrado *cleaner* final e de teor de CaO no fluxo de rejeito *rougher* versus a perda de  $Nb_2O_5$  para o concentrado *cleaner*, que representa a recuperação deste óxido neste fluxo, dos ensaios de flotação de carbonatos da fração de finos em colunas (a) e de grossos na MPP (b).

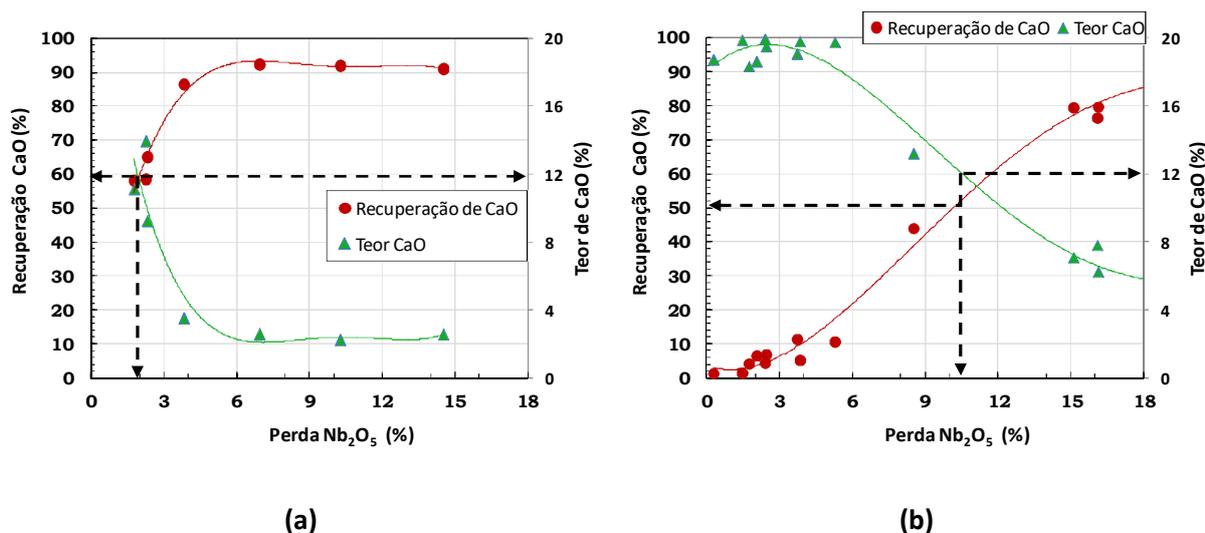


Figura 3. Curvas de recuperação de CaO no concentrado *cleaner* e de teor de CaO no fluxo de rejeito *rougher* versus a perda de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> no concentrado *cleaner* dos ensaios de flotação de carbonatos da fração de finos em colunas (a) e de grossos na MPP (b).

Na Figura 3(a) é possível verificar que a perda de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é de apenas 2%, com uma recuperação de CaO no concentrado *cleaner* de 60%. Este resultado da utilização de colunas para a fração fina pode ser considerado excepcional, uma vez que a perda de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> na planta de concentração industrial da Niobras fica em torno de 15% para a mesma condição de teor de CaO no rejeito *rougher*. Para a flotação em células mecânicas na MPP (Figura 3b), a perda de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ficou em torno de 11%, considerando o mesmo teor de CaO de 12% no rejeito *rougher*, e a recuperação de CaO no concentrado *cleaner* neste caso estimado em 50%.

## 5. Conclusão

A recuperação e o teor médio de CaO no concentrado *cleaner* final da fração fina realizada em colunas foram da ordem de 90% e 35%, enquanto que para a flotação da fração grossa realizada em células mecânicas da MPP os valores foram por volta de 85% e 40%. Considerando que os valores ponderados de partição em massa da fração fina, abaixo de 75  $\mu\text{m}$ , é de 68%, a flotação global de carbonatos em circuito com configuração do tipo *rougher/cleaner* das duas frações indicaram que os teores médios de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nos concentrados finais foram da ordem de 0,3% e as perdas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> da ordem de 5,5%, para um teor de CaO no rejeito *rougher* de 12%. Nesta condição a recuperação de CaO média foi de 78% e o teor de CaO de 33,8%. Estes valores são considerados muito bons e incentivaram a realização de novos estudos de flotação de carbonatos em colunas visando à aplicação industrial.

## 6. Agradecimento

Agradeço ao CETEM e o CNPq por todo suporte, aos pesquisadores e amigos que trabalharam juntos nessa pesquisa.

## 7. Referências Bibliográficas

BULATOVIC, S. Flotation of tantalum/niobium ores. Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice. Flotation of Gold, PGM and Oxide Minerals, Elsevier B.V. 2010, v. 2, p. 111–125.

CHELGANI, S.C.; HART, B.; MAROIS, J.; OURRIBAN, M. Study of pyrochlore surface chemistry effects on collector adsorption by TOF-SIMS. Minerals Engineering 2012; 39, 71–76.

ESPINOSA GOMEZ, R. Recovery of Pyrochlore From Slimes Discarded at Niobec by Column Flotation (MSc Thesis). McGill University, Montreal, 1987.

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 2015; 137; 82-97.

GUIMARÃES, H.N.; WEISS, R.A. The complexity of the niobium deposits in the alkaline-ultramafic intrusions Catalão I and II — Brazil. Mineração Catalão 2003, São Paulo, SP, Brasil.

MATIOLO, E.; COUTO, H.J.B.; TEIXEIRA, M.F.L.; ALMEIDA, R.N.; FREITAS, A.S. A comparative study of different columns sizes for ultrafine apatite flotation. Minerals 2019; 9(7), 391.