

#### DOI: 10.53660/CONJ-1791-2N11

# Estudo da cinética de flotação do nióbio a partir dos rejeitos gerados através do processamento dos minérios apatíticos

# Study of the kinetics of niobium flotation from waste generated through the processing of apatitic ores

Lívia Mara Cândido<sup>1</sup>\*, Juan Canellas Bosch Neto<sup>1</sup>, Edson Romano Nucci<sup>1</sup>, Carla Cristina Araújo Parreira<sup>1</sup>, Flávio Marcelo Correia<sup>1</sup>, Glaucio Ferreira de Castro<sup>1</sup> e Bruno Rafael Lobo Alves<sup>1</sup>

#### RESUMO

O Brasil possui uma das maiores reservas mundiais de nióbio. Nos processos de beneficiamento da apatita os minerais de nióbio são frequentemente encontrados e possuem uma granulometria extremamente fina e comumente são dispostos em uma barragem. Neste trabalho foi realizado um estudo cinético da flotação do minério de nióbio, com o objetivo de avaliar os índices de recuperação metalúrgica para diferentes frações granulométricas. Para isto, foram coletadas amostras em fluxos de rejeitos e incorporados à alimentação da flotação de nióbio e executados os experimentos de flotação em bancada. O ajuste cinético realizado a partir dos dados da recuperação metalúrgica acumulada, mostra que o maior valor para a constante cinética encontrado foi de 0.0195 s<sup>-1</sup> correspondente a granulometria abaixo de 37 micrômetros. Conclui-se que para a otimização do processo de flotação do nióbio, deve-se manter a granulometria, abaixo de 37µm e acima de 5µm, para que não aconteça perdas significativas no processo. Neste contexto, o sistema de moagem deve garantir um controle granulométrico o que pode gerar um alto custo energético o que pode ser compensado pelo valor agregado do minério de nióbio.

Palavras-chave: Nióbio; Recuperação Metalúrgica; Cinética; Flotação; Rejeitos.

#### ABSTRACT

Brazil has one of the world's largest reserves of niobium. In apatite beneficiation processes, niobium minerals are often found and have an extremely fine granulometry and are commonly disposed in a dam. In this work, a kinetic study of the flotation of niobium ore was carried out, with the objective of evaluating the metallurgical recovery rates for different granulometric fractions. For this, samples were collected in tailings streams and incorporated into the niobium flotation feed and bench flotation experiments were performed. The kinetic adjustment performed from the accumulated metallurgical recovery data shows that the highest value for the kinetic constant found was 0.0195 s-1 corresponding to granulometry below 37 micrometers. It is concluded that for the optimization of the niobium flotation process, the granulometry must be maintained, below  $37\mu m$  and above  $5\mu m$ , so that significant losses do not occur in the process. In this context, the grinding system must guarantee granulometric control, which can generate a high energy cost, which can be offset by the added value of the niobium ore.

Keywords: Niobium, Metallurgical Recovery, Kinetics, Flotation, Tailings.

<sup>&</sup>lt;sup>1.</sup> Universidade Federal de São João Del - \*liviacandido.ax@gmail.com

# INTRODUÇÃO

As jazidas e depósitos mineral de nióbio do Brasil, geralmente estão associados aos minérios carbonáticos. Os depósitos foram formados por intrusão magmática. O minério primário que é a rocha sã, contém carbonatos, flogopita, magnetita e apatita, usualmente rico em pirocloro (CARVALHO 1987, *apud* RIBEIRO, 2007).

No Brasil, os rejeitos oriundos dos processos de concentração do minério de apatita geralmente apresentam uma série de contaminantes que não apresentam valor econômico associado, entretanto para mina atualmente em extração o elevado teor de nióbio é um componente muito presente nas composições minerais de apatita.

Os minérios nióbio são frequentemente concentrados por meio de técnicas de classificação, separação magnética e flotação (SHIKIKA, *et al.*, 2020).

A deslamagem nas etapas de processamento mineral tem grande importância, pois antecede a flotação. A flotação é um processo muito sensível a presença de lama, principalmente em frações inferiores a 5µm. De um modo geral nos processos de Nb2O5, nota-se grande fração granulométrica inferior a 37µm, portanto a retirada deve ser muito eficiente, eliminando apenas partículas menores a 5µm para que não aconteça perdas significativas nos processos (HOLLZMANN E DALLAMUTA 1981 *apud* SOUZA, 2021). De um modo geral a concentração dos minerais de nióbio (Nb) é realizada principalmente por flotação. Os minérios de pirocloro ocorrem frequentemente com quantidades consideráveis de minerais carbonáticos e sulfetos, que são comumente concentrados por flotação reversa de minerais carbonáticos, seguidos por flotação de pirocloro, a partir dos rejeitos do circuito carbonático (BULATOVIC, 2010; CHELGANI, 2013; NI *et al.*, 2012 *apud* GIBSON, 2015)

A flotação é uma técnica de concentração que se baseia na separação de minerais por características superficiais. As partículas minerais hidrofóbicas que apresentam uma superfície apolar são arrastadas para o topo da coluna de flotação por bolhas de ar. Já as partículas hidrofílicas, apresentam uma superfície polar, possuindo interação com as moléculas da água (BALTAR, 2021).

A flotação ocorre em três etapas fundamentais e sequenciadas:

I) Colisão partícula-bolha (exclusivamente hidrodinâmico – não seletivo);

 II) Adesão das partículas hidrofóbicas as bolhas de ar (depende de fatores químicos interfaciais - seletivo); III) Transporte das partículas pelas bolhas (influencia química interfacial e hidrodinâmica) depende da estabilidade do agregado bolha-partícula (BALTAR, 2021).

Os processos que governam a recuperação, ou eficiência de coleta (Ek), de partículas numa célula de flotação compreendem as consecutivas etapas colisão partícula-bolha, adesão e estabilidade do agregado, representadas respectivamente por Ec, Ea e Es de acordo com a Equação 1 (DERJAGUIN E DUKHIN 1961, *apud* RODRIGUES E FILHO, 2010).

#### $Ek = Ec \times Ea \times Es \tag{1}$

A eficiência de colisão é dominada pelas condições hidrodinâmicas dentro da célula, como a rotação do impelidor, turbulência e nível de suspensão das partículas, enquanto a adesão é controlada pelas interações físico-químicas nas interfaces de partícula e bolha, como pH, dosagem de coletor, ângulo de contato e tensão superficial. Por sua vez, a estabilidade do agregado partícula-bolha depende de ambos os eventos, hidrodinâmicos e físico-químicos (DERJAGUIN & DUKHIN, 1961; DUAN *et al.*, 2003; GRANO, 2006 *apud* RODRIGUES e FILHO, 2010).

A operação nas células mecânicas ocorre num ambiente extremamente turbulento. Em escala industrial, o número de Reynolds varia dentro do intervalo de  $1 \times 10^6$  a  $1 \times 10^7$ . Dessa forma, no interior da célula, as partículas devem ser mantidas em suspensão para propiciar a colisão com as bolhas (SCHUBERT & BISCHOFBERGER, 1978; SCHUBERT, 1999; LEAL FILHO et al., 2006, *apud* RODRIGUES e FILHO, 2010).

Entretanto, se o tamanho das partículas apresentarem granulometria coloidal ao ponto de o movimento Browniano apresentar significância, o mecanismo de captura sofre uma alteração já que o movimento destas partículas é determinado por forças de difusão. A taxa segundo a qual elas direcionam-se à bolha de ar aumenta com um decréscimo da razão do diâmetro médio das partículas pelo diâmetro médio das bolhas  $(d_p/d_b)$ , já que a difusividade de uma partícula é proporcional ao inverso do diâmetro da partícula  $(d_p)$  (RUBIO, RODRIGUES, 2011).

Em relação ao tamanho das partículas, podem ocorrer concomitantemente a flotação verdadeira e o arraste hidrodinâmico para minerais iguais. As partículas com característica hidrofóbicas normalmente são flotadas. Entretanto, os minerais hidrofóbicos que possuem menor cinética podem ser flotadas por arraste hidrodinâmico juntamente com os minerais hidrofílicos (CILEK, 2009 *apud* SILVA, 2021).

Os fatores que contribuem para o arraste hidrodinâmico são: recuperação de água no flotado, tamanho e densidade de partículas, porcentagem de sólidos na polpa, reologia e estrutura, tempo de residência e espessura da espuma (WANG *et al.*, 2015 *apud* SILVA, 2021).

Para Capponi et al. (2005), os principais desafios observados na flotação de frações finas são:

- I) Baixa probabilidade de colisão e adesão entre partículas e bolhas,
- II) Dificuldade para superar a barreira energética entre elas,
- III) Arraste mecânico,
- IV) Recobrimento por ultrafinos de ganga "slimes coating",
- V) Elevada adsorção de reagentes,

VI) Rigidez excessiva da espuma e baixa seletividade na adsorção de reagentes.

Todos esses fatores contribuem para diminuição da cinética de flotação, menor recuperação e maior consumo de reagentes. As partículas grossas por sua vez apresentam o problema contrário devido à sua elevada massa e baixo grau de liberação (baixa hidrofobicidade) (CAPPONI, 2005).

Conforme mostra a Figura 1, a cinética da flotação é influenciada pelo tamanho das partículas, grãos muito finos possuem elevada área superficial e baixa cinética, as frações intermediárias possuem elevada cinética de flotação e contribuem para maiores índices de rendimentos, já as partículas grosseiras apresentam baixa liberação e dificulta a separação.

Figura 1 - Influência da cinética da flotação através do tamanho das partículas



Fonte: Matiolo (2019)

Os modelos cinéticos baseados na analogia química tiveram a primeira descrição da flotação desenvolvida por García e Zuñiga (1935, *apud* Yovanovic, 2004), em ensaios em batelada. A Equação 2 revela o conceito introduzido por García e Zuñiga, onde m é a massa do mineral flotado na célula de flotação, k constante cinética de flotação e n é a ordem cinética da flotação.

$$\frac{dm}{dt} = -k \times m^n \tag{2}$$

Muitos autores recomendam a simplificação desta equação, mantendo a ordem cinética de flotação igual a um (n = 1). consideram incorreto utilizar o valor de n igual a um para o processo de flotação, devido às mudanças de condições através do tempo, onde o formato das bolhas mineralizadas vai mudando (PLASKIN *et al*, 1956 *apud* YOVANOVIC, 2004).

A recuperação metalúrgica é o quociente entre a concentração da substância do interesse no produto pela concentração na alimentação (Equação 3), em uma determinada etapa.

$$\Delta R = R2 - R1 \tag{3}$$
Onde:

ΔR é a razão obtida pela variação entre as a massas do mineral útil presente no concentrado nos tempos 1 e 2 durante a flotação e massa do mineral útil no início do ensaio e pode ser determinado conforme a Equação 4.

$$\Delta R = \frac{[C2] - [C1]}{[A0]}$$
(4)

 R1 e R2 é a recuperação metalúrgica, relação entre a massa do mineral útil obtida no concentrado e a massa de mineral útil presente no início do ensaio nos tempos 1 e 2 e são representadas pelas Equações 5 e 6.

$$R1 = \frac{[C1]}{[A0]} \tag{5}$$

$$R2 = \frac{[C2]}{[A0]}$$
(6)

- [A0] é a concentração inicial da substância alimentada (t = 0).
- [C1] e [C2] são as distribuições do mineral útil no concentrado nos tempos t1 e t2.

Existem duas maneiras de analisar os dados cinéticos experimentais provenientes da flotação batelada no laboratório: o método integral e o método diferencial (LEVENSPIEL O, 1972 *apud* SMITHJ. M. 1971).

Tomando como referência [A0] = 1 e  $\Delta \mathbf{R} = \Delta[C]$ , a velocidade de concentração da substância base no concentrado tem-se a Equação 7.

$$\frac{dR}{dt} = \frac{d[C]}{dt} \tag{7}$$

O método diferencial de análise, aplicado diretamente à equação diferencial de velocidade a ser testada, permite avaliar todos os termos da equação, inclusive a derivada dR/dt (Equação 8), e testa o ajuste da equação aos pontos experimentais. Esse método permite obter um valor médio de k.

$$\frac{d[C]}{dt} = -k[A] = \frac{dR}{dt} \tag{8}$$

Se [A] = 1 - R logo tem-se a Equação 9,

$$\frac{dR}{dt} = -k(1-R) \tag{9}$$

A recuperação, quando se trata de minérios não-metálicos, refere-se ao percentual do total de minerais contidos no minério que é recuperado no concentrado, ou seja, a recuperação é normalmente expressa em termos do fim valiosas do produto, ou seja, uma recuperação de 90% significa que, 90% do metal no minério é recuperado no concentrado, e 10% é perdido nos rejeitos (WILLS, 2015).

Os objetivos metalúrgicos de um processo são a recuperação e o teor do concentrado. Na prática, o que se produz é uma certa quantidade de massa enriquecida e esses resultados metalúrgicos são consequências disso. As Equações 10, 11 e 12

demonstram as expressões que determinam o rendimento metálico do processamento mineral (YOVANOVIC, 2004):

Recuperação Metalúrgica:

$$R = \frac{C \times c}{A \times a} \tag{10}$$

Ou seja,

$$R = \frac{(a-r)}{(c-r)} \times ER \tag{11}$$

ER é a relação de enriquecimento e é determinado pela Equação (12):

$$ER = \frac{c}{a}$$
(12)

Onde,

C = massa de concentrado (t/h ou t);

A = massa de alimentação (t/h ou t);

ER = relação de enriquecimento, quantas vezes o concentrado foi enriquecido pelo teor do mineral útil;

c = teor de elemento útil concentrado (%);

a = teor de elemento útil na alimentação (%) e

r = teor de elemento útil no rejeito (%).

Em relação aos resultados relativos à cinética de flotação do nióbio presentes na literatura, podem ser citados os artigos científicos dos autores OLIVEIRA (2001), e GIBSON (2015). A Figura 2 ilustra os resultados da cinética flotação do nióbio obtida por OLIVEIRA (2001) com pH mantido em 3, coletor acetadiamina em diferentes dosagens e o depressor MC 553 (300 g/t) de depressor.



Figura 2 - Influência da cinética da flotação do nióbio

Fonte: OLIVEIRA (2001)

# METODOLOGIA

• Materiais

#### -Amostra de minério

A amostra de minério utilizada foi coletada nos fluxos dos rejeitos *recleaner* do processamento de apatita e *cleaner* do processo de barita, conforme mostra a Figura 3, representaram respectivamente teores de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0,85% e 0,90%. Ambas as amostras foram compostas com a amostra retirada no fluxo da alimentação de um processo de flotação de nióbio com teor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de aproximadamente 1%.

A preparação das amostras para os experimentos de flotação foram seguiram as etapas de secagem, homogeneização e quarteamento. Em seguida foi realizado o peneiramento para análise frações granulométricas buscando atingir distribuição granulométrica semelhante a alimentação do processo de flotação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.



## Figura 3 - Fluxograma processamento de minério apatítico

#### - Amostra dos reagentes

- **Coletor:** Acetadiamin® T50, sebo acetato diamina, mistura de aminas: N-(alquil de sebo) trimetilenodi-, acetatos (60% a 70%), aminas, N-(alquil de sebo) trimetilenodi- (30% a 40%).
- **Tensoativo:** Lupromin® FP N 315, surfactante não iônico, mistura de ácido oleico, etoxilado, em água / solvente.

**Regulador de pH**: ácido fluossilícico (H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>).

## Equipamentos e instrumentos

 Célula de flotação DENVER, Figura 4, capacidade 1 a 5 litros, com controlador de velocidade, acionamento e elevação pneumática e rotâmetro de ar para câmera interna, cubas em aço inox e coleta da espuma manual.

Figura 4. Equipamento de flotação em bancada



Fonte: Autora (2022)

 Peneirador suspenso a seco ou a úmido com acionamento pneumático para testes de granulometria, com capacidade para 9 peneiras redondas, dimensões 8" x 2"; conforme Figura 5.

Figura 5 - Peneirador Suspenso vibratório para análise granulométrica



Fonte: Dialmática (2022)

• A determinação dos óxidos presentes nas amostras da alimentação foi realizada pela técnica de fluorescência de raios X (FRX), empregando-se o espectrômetro de fluorescência de raios X foram realizadas em um espectrômetro WDS Bruker S8 Tiger, equipado com tubo de Rh. As amostras foram submetidas a uma temperatura máxima de 105°C. Conforme Santos (2010), na técnica por irradiação através do feixe primário de raios X, ocorre o processo de excitação da amostra, gerando uma radiação secundária segundo as particularidades dos elementos químicos presentes. A partir do ângulo de reflexão e das intensidades da radiação, identificam-se e quantificam-se os elementos químicos presentes na amostra.

Os demais materiais utilizados foram: béquer, balança de precisão, estufa, pHmetro, bandejas, sacos plásticos, pipeta e seringa.

## • Metodologia

O procedimento da amostragem foi realizado a partir das amostras dos rejeitos da etapa *cleaner* da flotação de barita e o rejeito *recleaner* do processo de flotação da apatita e compostas com a amostra da alimentação da flotação de nióbio.

Antecedendo os ensaios de flotação foi realizado o peneiramento da amostra nas frações  $150\mu m$ ,  $100 \mu m$ ,  $44 \mu m$ ,  $37 \mu m e - 37 \mu m$ .

Os ensaios de cinética da flotação em bancada foram realizados conforme o fluxograma representado pela Figura 6. Nestes os ensaios de flotação o pH foi mantido em 4.



#### Figura 6 - Fluxograma dos ensaios de cinética da flotação em bancada

Fonte: Autora (2022)

Os reagentes utilizados nos ensaios de flotação o coletor e tensoativo foram preparados conforme o fluxograma representado na Figura 7.

Figura 7 - Fluxograma de preparação dos reagentes coletor e tensoativo utilizados nos ensaios de flotação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>



Fonte: Autora (2022)

Os ensaios de flotação foram realizados em regime batelada em uma célula de flotação. Foram coletadas amostras da espuma gerada nos ensaios, realizando a lavagem, secagem, pesagem da massa de sólidos e posterior análise química do teor de nióbio. Com esses dados obtidos foi possível calcular a recuperação metalúrgica para cada porção de espuma retirada através da Equação 13, para as granulometrias médias de -37µm, 37µm, 44µm, 100µm 150µm, respectivamente. Os tempos de retirada das porções de espuma foram de: 30s, 60s, 90s, 120s, 150s, 180s, 210s e 240s, respectivamente.

$$R_{espuma} = \frac{C \times c}{A \times a}$$
(13)  
Onde:

C: massa da espuma

c: teor de nióbio na espuma

A: massa da alimentação

A: teor de nióbio da alimentação.

A partir dos dados obtidos da recuperação metalúrgica foram realizados ajustes cinéticos a partir de programação no software livre *OCTAVE* (ANEXO 1). A Equação 14 representa o modelo do ajuste para os dados da recuperação metalúrgica da espuma. Este modelo foi considerado, pois à medida que o tempo passa a quantidade de massa retida nas porções de espuma diminui com o passar do tempo.

$$\frac{dR_{espuma}}{dt} = -k \times R_{espuma}^{N} \tag{14}$$

Onde:

k: constante cinética de flotação (s<sup>-</sup>)

N: ordem da reação

Com essa metodologia foram obtidas cinco curvas de ajustes para a recuperação metalúrgica em cinco faixas granulométricas médias: -37µm, 37µm, 44µm, 100µm e 150µm, respectivamente.

A partir dos dados recuperação metalúrgica na flotação foram obtidos os dados da recuperação metalúrgica acumulada, pelo somatório cumulativo das recuperações metalúrgica das porções de espuma para as respectivas granulometrias. Com essa metodologia foram obtidas cinco curvas de ajustes para a recuperação metalúrgica acumulada em cinco faixas granulométricas médias: -37µm, 37µm, 44µm, 100µm e 150µm, respectivamente.

A Equação 15 representa o modelo do ajuste para os dados da recuperação metalúrgica no concentrado. Este modelo foi considerado, pois à medida que o tempo passa a quantidade de massa retida nas porções de espuma é acumulada no concentrado.

$$\frac{d[C]}{dt} = -k[A] = \frac{dR}{dt} \tag{15}$$

Se  $[A] = 1 - R \log tem-se a Equação 16.$ 

$$\frac{dR}{dt} = -k(1-R) \tag{16}$$

A partir dos dados obtidos da recuperação metalúrgica foram realizados ajustes a partir de programação no software livre *OCTAVE* (ANEXO 2).

Para o ajuste cinético da recuperação metalúrgica acumulada foi utilizada a Equação 9.

$$\frac{dR}{dt} = -k(1-R) \tag{9}$$

A diferença entre as análises dos gráficos de recuperação metalúrgica e recuperação metalúrgica acumulada é que a análise cinética baseada na recuperação metalúrgica fornece as impressões sobre o comportamento temporal instantâneo da flotação de nióbio, portanto pode se observar em qual tempo haverá uma maior coleta de nióbio. Por outro a análise cinética baseada na recuperação metalúrgica acumulada revela o perfil global da flotação de recuperação do nióbio como tempo de flotação, quantidade ideal de modificadores e espumantes, dentre outras, pela análise perfil das curvas.

#### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### 1. Caracterização da amostra

Os resultados da caracterização granulométrica estão representados através da Tabela 1 e Figura 8.

granulométricas								
Abertura (µm)	<b>Teor (%)</b>				Distribuição teor (%)			
	P2O5	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	<b>P</b> <sub>2</sub> <b>O</b> <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
150	6,86	60,62	8,41	0,13	21,10	34,70	4,60	3,00
106	6,32	53,77	15,87	0,29	16,70	26,40	7,40	5,70
75	4,34	33,64	34,94	0,63	10,20	14,80	14,50	11,10
53	3,57	19,33	47,85	0,88	11,80	11,90	27,90	21,70
44	4,04	15,41	46,13	1,25	4,90	3,50	9,90	11,40
37	5,89	11,25	44,42	1,47	3,70	1,30	5,00	7,00
-37	7,76	9,77	42,69	1,32	31,60	7,40	30,70	40,20
Global	5,78	31,05	32,74	0,77	100,00	100,00	100,00	100,00

Tabela 1 - Caracterização química dos principais elementos por frações

Fonte: Autora (2022)

**Figura 8** - Distribuição granulométrica da alimentação da flotação de  $Nb_2O_5$  e composição dos rejeitos *recleaner* da flotação de apatita e *cleaner* da flotação de barita



Fonte: Autora (2022)

#### 2. Recuperação metalúrgica no concentrado

Os resultados para a recuperação metalúrgica no concentrado estão apresentados na Figura 9.



Figura 9 - Resultados para a recuperação metalúrgica no concentrado (espuma)

Fonte: Autora (2022)

Observa-se que a concentração de nióbio na espuma é reduzida com o passar do tempo nas porções de espuma. Isso pode ser explicado pelas partículas mais susceptíveis à flotação serem coletadas imediatamente e as menos susceptíveis demoram a ser flotadas, isto devido a fatores como o diâmetro médio das partículas, a ação de adsorção, reação dos contaminantes como silicatos, dentre outras.

Para granulometrias menores (abaixo de 37 micrômetros) foram obtidos os melhores resultados para a recuperação metalúrgica. A qualidade dos ajustes para o modelo proposto ficou dentro do esperado com coeficientes de correlação acima de 0.9.

As partículas podem flotar com diferentes velocidades, dependendo de fatores tais como:

a) Mineralogia, grau de liberação e outros fatores que alteram a sua hidrofobia;

b) Ambiente químico, coletor e outros aspectos que maximizam a hidrofobia;

c) Aeração, espumante, agitação e outros fatores que alteram o meio de transporte (bolhas de ar);

d) Outros estímulos externos, como a diferença de pressão entre o ponto de captura e a camada superficial (que acelera a ascensão da bolha), aspectos hidrodinâmicos e outros. (YOVANOVIC, 2004).

Conforme é observado na Figura 9, a constante cinética média de flotação obtida foi de  $0.015 \text{ s}^{-1}$  e ordem média de reação 1,39.

Nota-se que a ordem da reação é reduzida conforme o tamanho da partícula é menor, nos casos extremos partículas com diâmetros de 150µm e inferior a 37µm tem ordem respectivamente de 1,7 e 1,3, isto quer dizer que a probabilidade de colisão, adesão e a preservação de adesão foi maior para as partículas inferiores a 37µm.

Vale ressaltar conforme visualizado anteriormente na Tabela 1, que a maior presença de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> estão nas frações inferiores a  $37\mu m$  neste caso representa 40% da massa do mineral útil. Já as frações 150 $\mu m$  e 106 $\mu m$  representam juntas 8,7% da massa do mineral útil.

## 3. Recuperação metalúrgica acumulada

Os resultados para a recuperação metalúrgica acumulada estão apresentados na Figura 10.



#### Figura 10 - Resultados para a recuperação metalúrgica acumulada

Fonte: Autora (2022)

Observa-se que a concentração de nióbio acumulada que flota vai aumentado com o passar do tempo.

A qualidade dos ajustes para o modelo proposto ficou dentro do esperado com coeficientes de correlação acima de 0.9. A constante cinética média de flotação no concentrado obtido foi de 0.0185.

O maior valor para a constante cinética encontrado na Figura 10 foi de 0.0195  $s^{-1}$  correspondente a granulometria abaixo de 37 micrômetros, indicando a maior velocidade de flotação dentre a faixas granulométricas dos ensaios, portanto o melhor resultado.

Pela análise do perfil da Figura 9 observa-se que o tempo de flotação de 240 segundos é suficiente para que se atinja o regime estacionário, a quantidade de modificadores e espumantes estão dentro do esperado para a operação de flotação e os resultados estão compatíveis com os descritos pela literatura (Figura 2).

Pesquisas em laboratório e plantas industriais, que visaram a correlacionar o diâmetro de partícula com o desempenho da flotação, evidenciaram o decréscimo da recuperação de partículas grosseiras e muito finas. A dificuldade na flotação de partículas finas é atribuída à baixa probabilidade de colisão entre partícula e bolha. Por sua vez, o problema com a flotação das partículas grossas é devido à ruptura do agregado formado entre a partícula e a bolha (CRAWFORD & RALSTON, 1988; RALSTON *et al.*, 1999; RODRIGUES *et al.*, 2001, *apud* RODRIGUES e FILHO, 2010).

## CONCLUSÃO

A composição dos rejeitos da flotação de apatita juntamente com a alimentação da flotação de  $Nb_2O_5$  mostram que as máximas recuperações metálicas são obtidas nas frações inferiores a 37µm e ocorrem principalmente nos primeiros tempos da flotação.

Embora as partículas maiores proporcionem uma maior probabilidade de colisão, a lenta cinética de partículas grossas, evidenciada pelo aumento da ordem de flotação, corrobora principalmente com as faixas granulométricas de 150µm e 106µm, neste caso são influenciadas, por exemplo, pelas condições hidrodinâmicas da célula de flotação e por consequência levam à ruptura do agregado formado entre a partícula e a bolha.

Conclui-se que para a otimização do processo de flotação do nióbio, nas condições experimentais dos ensaios, deve-se manter a granulometria, se possível, abaixo de 37µm e com a remoção de partículas menores a 5µm para que não aconteça perdas significativas nos processos.

O sistema de moagem deve ser avaliado para uma previsão de uma grande produção de finos gerando um alto custo energético, em contrapartida tem-se um elevado valor agregado do minério de nióbio, que pode compensar o elevado custo na moagem.

O principal diferencial deste trabalho em relação aos artigos encontrados na literatura foi o levantamento de uma quantidade significativa de dados para a plotagem das curvas de recuperação metalúrgica na flotação do nióbio, para diversas granulometrias e subsequente análise cinética. Dessa forma, contribui-se para o melhor entendimento da flotação do nióbio, otimização do processo e uma ampla divulgação dos resultados para a comunidade acadêmica.

## REFERÊNCIAS

(Org.), CETEM – MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA. "**Estado da Arte da tecnologia mineral do Nióbio (NB)**." n.d. <Disponível em: < http://antigo.mme.gov.br/documents/36108/411072/PAINEL+1+Elves+Matiolo\_Apresenta%C3 %A7%C3%A30+05\_09\_2019+MME+Final.pdf/81dd0cbf-35d0-23b9. Acesso em: 22.mar.2022>

BALTAR, Carlos Adolfo Magalhães. Flotação em nova abordagem. Recife: Editora UFPE, 2021

BULLATOVIC, M.S. "Handbook of flotation reagents chemistry theory and practice flotation of sulfide ores." Elsevier Science (19 Ago. 2007).

CAPPONI, F.C. "**Avanço na recuperação de finos de minério pelo processo de flotação extensora, o caso da mina Chuquicamata''** Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

HOLZMANN, A.H. and J. DALLAMUTA. Engenharia Mecânica: A influência de máquinas, ferramentas e motores no cotidiano do homem. Ed. Paraná: Editora Atena, 2021.

GIBSON, C.E Niobium oxide mineral flotation: a review of relevant literature and the current state of industrial operations, International Journal of Mineral processing 137 (2015) 82–97. Published by Elsevier Science

OLIVEIRA, J.F Technical note kinetics of pyrochlore flotation from Araxá mineral deposits kinetics of pyrochlore flotation from araxa mineral deposits, Minerals Engineering, Vol. 14, No. 1, pp. 99-105, 2001, Published by Elsevier Science

OLIVEIRA, M. L. and J.A. AQUINO. "Aspectos da flotação." Apostila: Treinamento para Engenheiros. Belo Horizonte, 2010.

RIBEIRO, C.C. "**Geologia, geometalurgia, controles e gênese dos depósitos de fósforo, terras raras e titânio do complexo carbonatítico Catalão I, GO.**" Tese de Doutorado. Instituto de Geociências - Universidade Federal de Brasília, Brasília, 2008.

RODRIGUES, W.J. and L.S.L. FILHO. " **Importância da hidrodinâmica na cinética de flotação de partículas grossas.**" Revista REM (2010).

RODRIGUES, R.T. and J. RUBIO. "**Flotação de partículas ultrafinas: estado da arte e contribuição técnica sobre o ponto de mínimo na eficiência de captura bolha-partícula**." Revista Holos (2011).

SHIKIKA, A, et al. "A review on extractive metallurgy of tantalum and niobium." Revista Elsevier (2020).

YOVANOVIC, A. P. Engenharia da Concentração de Massa por Flotação: Fundamentos da Flotação, Vol. 1. Belo Horizonte: Ciminelli e Salum (Eds.), 290 p, 2004.

WILLS, B.A. and J.A. Finch. **Mineral processing Technology**. Canadá: Butterworth-Heinemann, 2015.

Recebido em: 2022 Aprovado em: 2022 Publicado em: 2022

# ANEXO I

Programa e funções para cálculo da recuperação metalúrgica na espuma:

```
tempo=[30 60 90 120 150 180 210 240];
% 37 micrômetros menos
y37menos=[46.47 26.36 15.32 8.32 3.92 1.47 0.53 0.08];
% 37 micrômetros
y37=[39 23.72 13.71 7.20 3.53 1.95 0.27 0.15];
% 44 micrômetros
v44=[29.23 10.85 7.44 5.14 3.50 2.86 2.48 2.03];
% 100 micrômetros
y100=[12.55 5.46 2.87 1.97 1.57 1.5 1.02 0.83];
% 150 micrômetros
y150=[1.84 0.75 0.43 0.26 0.23 0.17 0.16 0.10];
plot(tempo,y37menos,'b*');
hold on
plot(tempo,y37,'r*');
plot(tempo,y44,'m*');
plot(tempo,y100,'y*');
plot(tempo,y150,'k*');
clear
[t37menos,solucao]=ode45('a37menos',[0 240],[100]);
hold on
plot(t37menos,solucao);
clear
hold on
[t37,solucao]=ode45('a37',[0 240],[100]);
plot(t37,solucao);
clear
hold on
[t44,solucao]=ode45('a44',[0 240],[100]);
plot(t44,solucao):
clear
hold on
[t100,solucao]=ode45('a100',[0 240],[100]);
plot(t100,solucao);
legend('Abaixo de 37 micrômetros- Ajuste EDO:dR/dt=-k.(R^n).dt, onde: n=1.04 e k=0.0195','37
micrômetros -Ajuste EDO:dR/dt=-k.(R^n).dt,onde:n=1.3 e k=0.009','44 micrômetros-Ajuste
EDO:dR/dt=-k.(R^n).dt, onde: n=1.33 e k=0.011','100 micrômetros-Ajuste EDO:dR/dt=-k.(R^n).dt, onde:
n=1.49 e k=0.011','150 micrômetros-Ajuste EDO:dR/dt=-k.(R^n).dt, onde: n=1.77e k=0.0265')
hold on
clear
hold on
[t150,solucao]=ode45('a150',[0 240],[100]);
plot(t150,solucao);
% k medio ajuste
kmedio=(0.0195+0.009+0.011+0.011+0.0265)/5
% n medio ajuste
nmedio=(1.04+1.3+1.33+1.49+1.77)/5
function f=a37menos(t,Y)
n0=1.04:
k0=0.0195;
f(1,1)=-k0*(Y(1)^n0);
function f=a37(t, Y)
n37=1.30;
k37=0.009;
f(1,1)=-k37*(Y(1)^n37);
```

function f=a44(t,Y) n44=1.33; k44=0.011; f(1,1)=-k44\*(Y(1)^n44);

function f=a100(t,Y) n100=1.49; k100=0.011; f(1,1)=-k100\*(Y(1)^n100);

function f=150(t,Y) n150=1.77; k150=0.265; f(1,1)=-k150\*(Y(1)^n150);

#### ANEXO II

Programa para cálculo da recuperação metalúrgica no concentrado:

% tempo o tempo=[30 60 90 120 150 180 210 240]; % 37 micrômetros menos y37menos=[43.47 26.36 15.32 8.32 3.92 1.47 0.53 0.08];

```
% 37 micrômetros
y37=[39 23.72 13.71 7.20 3.53 1.95 0.27 0.15];
```

```
% 44 micrômetros
y44=[29.23 10.85 7.44 5.14 3.50 2.86 2.48 2.03];
```

% 100 micrômetros y100=[12.55 5.46 2.87 1.97 1.57 1.5 1.02 0.83];

```
% 150 micrômetros
y150=[1.84 0.75 0.43 0.26 0.23 0.17 0.16 0.10];
```

```
% R cumulativo
i=1;
ya37menos(i)=0;
soma=0;
for i=1:8
  soma=soma+y37menos(i);
  ya37menos(i)=soma;
  ajusteya37menos(i)=-log(100-ya37menos(i))
end;
soma=0
for i=1:8
  soma=soma+y37(i);
  ya37(i)=soma;
end;
soma=0
for i=1:8
  soma=soma+y44(i);
  ya44(i)=soma;
end;
```

soma=0

294

for i=1:8 soma=soma+y100(i); ya100(i)=soma; end; soma=0 for i=1:8 soma=soma+y150(i); ya150(i)=soma; end; plot(tempo,ya37menos,'b\*'); hold on plot(tempo,ya37,'r\*'); plot(tempo, ya44, 'm\*'); plot(tempo, ya100, 'y\*'); plot(tempo,ya150,'k\*'); % Ajuste 37n0=101.83746; k0=0.01949139; fplot('101.83746\*(1-exp(-0.01949139\*x))',[0 240]); % Ajuste 37 n37=91.56298; k37=0.01938436 %fplot('91.56298\*(1-exp(-0.1938436\*x))',[0 240]); % Ajuste 44 n44=62.12151; k44=0.017463; %fplot('62.12151\*(1-exp(-0.017463\*x))',[0 240]); % Ajuste 100 n100=27.117386; k100=0.017675; % fplot('27.117386\*(1-exp(-0.017675\*x))',[0 240]); % Ajuste 150 n150 = 3.8406;k150 = 0.0185188; % fplot('3.8406\*(1-exp(-0.0185188\*x)),[0 240]'); % k medio ajuste kmedio=(0.01949139+0.01938436+0.017463+0.0176750+.0185188)/5 % n medio ajuste nmedio=(101.83746+91.56298+62.12151+27.117386+3.8406)/5 fplot('101.83746\*(1-exp(-0.01949139\*x))',[0 240]); fplot('91.56298\*(1-exp(-0.01938436\*x))',[0 240]); fplot('62.12151\*(1-exp(-0.017463\*x))',[0 240]); fplot('27.117386\*(1-exp(-0.017675\*x))',[0 240]);

fplot('3.840600\*(1-exp(-0.0185188\*x))',[0 240]);