



ESTUDO DE CASO DE OTIMIZAÇÃO DE ROTA DE FLOTAÇÃO DE APATITA PARA OBTENÇÃO DE MELHOR SELETIVIDADE ENTRE NIOBIO E FOSFATO

TEIXEIRA, M.F.L.¹, SILVA, L.M.², SILVA, A.A.M.³, GOMES, L.C.M.⁴, FILHO, J.C.⁵

¹Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Departamento de Engenharia de Minas. e-mail: miflteixeira@gmail.com

²Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Departamento de Engenharia de Minas. email:silvamartinslucas@hotmail.com

³Universidade Federal de Goiás (UFG), Programa de Pós-Graduação em Ciências Exatas e Tecnológicas. e-mail: alessandraachcar@discente.ufg.br

⁴CMOC International Brasil, Engenharia de Processos. e-mail: lorenacmg@gmail.com

⁵CMOC International Brasil, Engenharia de Processos. e-mail:jose.filho3@br.cmoc.com

RESUMO

O fósforo tem sua principal aplicação na produção de ácido fosfórico, que é matéria prima intermediária essencial para produção de fertilizantes e ração animal, sendo a apatita o principal minério contribuinte. Este trabalho foi motivado por duas oportunidades na etapa de flotação de apatita: 1) Incrementar a recuperação de pirocloro, referenciado pelo teor de Nb_2O_5 disponibilizado pelo rejeito da flotação de apatita que é destinado à Unidade de Concentração de Pirocloro, através da redução do arraste do Nb_2O_5 para o concentrado de apatita durante a flotação. 2) Aumentar a recuperação P_2O_5 para o concentrado de apatita através da remoagem da carga circulante da flotação de apatita, proporcionando maior liberação do minério para este fluxo. A rota proposta consta da implementação de uma etapa de classificação por peneiramento para a classificação do rejeito rougher e da abertura do circuito com a implementação da rota de remoagem da carga circulante da flotação atual (concentrado scavenger e rejeito cleaner) seguida de estágio de flotação em coluna independente. O minério estudado apresentou possibilidade de incremento de 12,8% em produção de concentrado de apatita e o enriquecimento de Nb_2O_5 dentro do processo de fosfato passou de 1,31 para 1,53.

PALAVRAS-CHAVE: Classificação, Flotação, Remoagem, Apatita, Pirocloro.

ABSTRACT

Phosphorus has its main application in the production of phosphoric acid, which is essential intermediate raw material for the production of fertilizers and animal feed, with apatite being the main contributing mineral. This work was motivated by two opportunities in the apatite flotation stage: 1) To increase the recovery of pyrochlore, referenced by the content of Nb_2O_5 available by the tail of the apatite flotation that is destined to the Pirochlore Concentration Unit, by reducing the drag of the Nb_2O_5 for the apatite concentrate during flotation. 2) Increase the P_2O_5 recovery to the apatite concentrate by regridding the circulating load from the apatite flotation, providing greater liberation of the ore to this flow. The proposed route consists of the implementation of a screening step for the classification of the rougher tail and the opening of the circuit with the implementation of the route of regridding of the circulating load of the current flotation (scavenger concentrate and tail cleaner) followed by flotation stage in independent column. The ore studied showed a 12,8% increase in the production of apatite concentrate and the enrichment of Nb_2O_5 in the phosphate process increased from 1,31 to 1,53.

KEYWORDS: Classification, Flotation, Regridding, Apatite, Pyrochlore

1. INTRODUÇÃO

Há anos a dependência brasileira de fertilizantes tem sido debatida. A maior parte do fósforo dos minerais pertence aos fosfatos de apatita, um fosfato de cálcio cristalino, com teor de P_2O_5 entre 4% e 15%. Nos depósitos ígneos brasileiros de fosfato ocorrem simultaneamente vários minerais de ganga, os mais frequentes são os óxidos de ferro, micas, vermiculita, minerais portadores de titânio e carbonatos. A mineralogia complexa desses depósitos, levou à definição de reagentes específicos para a flotação de rocha fosfática nos anos 70. A adoção de ácidos carboxílicos como coletores e amido de milho como depressor em processos de flotação permitiram a exploração econômica das minas de fosfato brasileira, como Cajati (SP), Araxá (MG) e Catalão (GO) (Silva et al., 2017).

O processamento da rocha de fosfato da Copebrás inclui as fases de cominuição em Moinho de Barras, seguido de separação magnética para remover magnetita e outros minerais portadores de ferro (com percentual no Run of Mine que varia de 25-35%), moagem de bolas, deslamagem de partículas <10 micrometros usando ciclones e flotação de apatita direta em pH alcalino (normalmente em torno de 9,5). (Chaves et al., 2010).

O mineral de fosfato de rocha alimenta as unidades de processamento, o diagrama do processo pode ser visto na Figura 1. O circuito de flotação é constituído por uma flotação de barita (flotação de apatita reversa, a pH 9,5) seguida por uma flotação de apatita direta a pH 9,5, incluindo os estágios rougher, cleaner e scavenger. Após a flotação, o concentrado de rocha fosfática é enviado para um separador magnético de alta intensidade úmida (Wet high Intensity Magnetic Separator -WHIMS) para reduzir o teor de ferro.

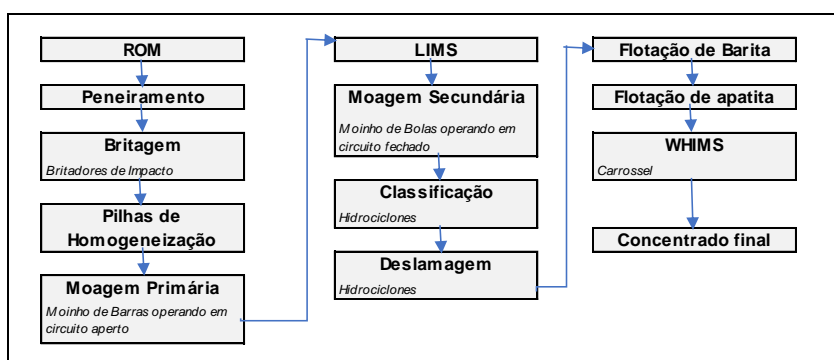


Figura 1. Diagrama de Blocos Processamento Rocha apatítica na Copebrás/ CMOC International.

Dois aspectos foram motivadores para a realização deste trabalho: O aumento de arraste de teor de Nb_2O_5 no concentrado de apatita e a necessidade de incremento na produção de concentrado de apatita dentro da especificação de qualidade (teores de $P_2O_5 > 36,5\%$, de $Fe_2O_3 < 2,9\%$, de $SiO_2 < 3\%$ e de $MgO < 0,5\%$) devido expectativa de redução de recuperação mássica a partir dos estudos dos blends futuros, mais especificadamente, blend médio do ano de 2025.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Caracterização Mineralógica

As amostras de alimentação e de flotação foram caracterizadas mineralogicamente através de análise de fluorescência de raios-X (FRX), difração de raios-X (DRX) e microscopia

eletrônica de varredura (MEV) juntamente com análise de espectrometria de raios-X (EDS). As medidas de fluorescência de raios-X (FRX) foram realizadas num espectro Bruker S8 TIGER WDXRF, equipado com tubo Rh.

As medições de difração de raios-X (DRX) foram realizadas em um difratômetro Bruker D8 Discover. A determinação da composição modal mineral foi realizada pelo método de Rietveld. As imagens foram obtidas por microscopia eletrônica de varrimento (MEV) JEOL JSM. A inspeção composicional foi realizada utilizando a técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), com um detector X-MaxN da Oxford Instruments.

2.2. Preparação de reagentes

O depressor utilizado é o amido de milho e sua gelatinização foi realizada sob agitação constante em temperatura ambiente, atingindo a concentração de 7,5% através da adição de hidróxido de sódio. O Lioflot 567, coletor de apatita, foi saponificado a 95°C sob agitação a uma concentração de 6%.

2.3. Testes de Flotação Padrão

As amostras foram ensaiadas em escala de bancada usando uma célula de flotação Denver de acordo com o procedimento interno PCT.13.001.050 da Copebrás/CMOC. A Figura 2 mostra o diagrama do procedimento e seus parâmetros operacionais. O concentrado final, os rejeitos e as saídas das etapas foram analisadas por FRX.

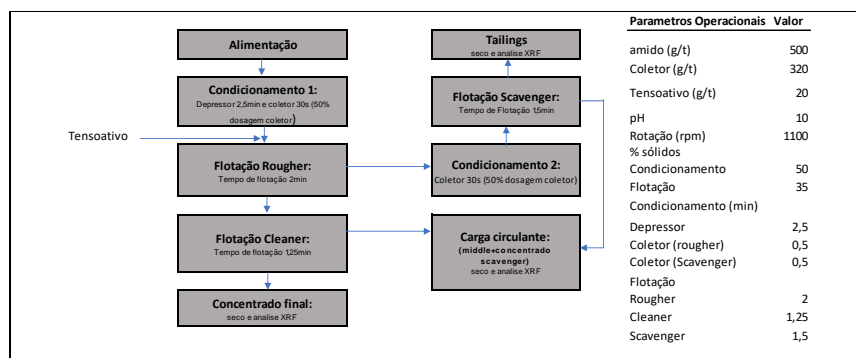


Figura 2. Procedimento PCT 13.001.05 Copebras CMOC Internationa/CMOC para testes de flotação de apatita em bancada.

2.4. Testes de flotação com classificação do rejeito rougher e remoagem da carga circulante da flotação

A rota com remoagem da carga circulante da flotação foi dimensionada baseada nas premissas de liberação das partículas de apatita que ainda não estão totalmente liberadas, ou seja, partículas mistas, também levando em consideração o arraste do nióbio fino no concentrado de apatita

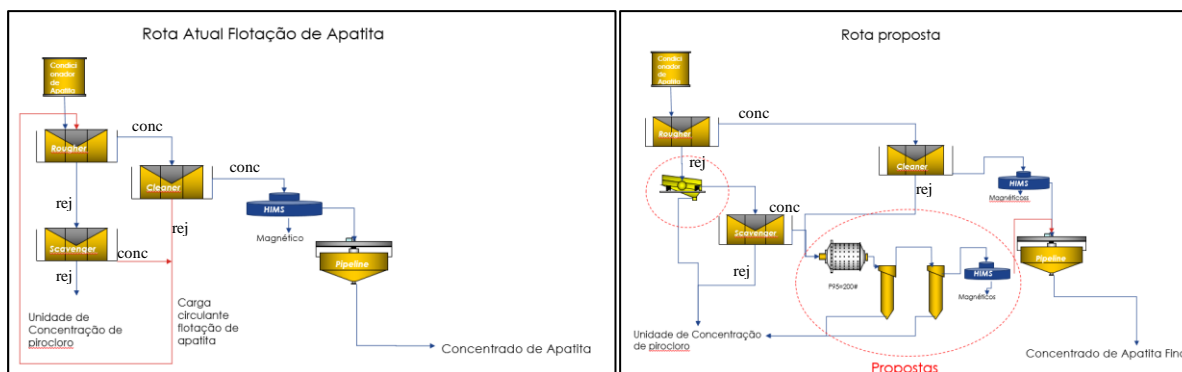


Figura 3. Rota atual (*esquerda*) e Rota proposta (*direita*) com classificação e remoagem da carga circulante da flotação de apatita.

Na Figura 3 observa-se mudança significativa do procedimento PCT 13.001.05 para os testes com remoagem, onde se faz necessário a inclusão de cinco novas etapas:

- Peneiramento em 74 μ m entre o rejeito rougher e a alimentação da flotação scavenger; para remoção de finos e reaproveitamento mais eficiente do Nb₂O₅;
- A remoagem, propriamente dita dos fluxos de recirculação (Rejeito Cleaner e Concentrado Scavenger) em P90 (90% passante) de 74 μ m;
- Etapa de flotação rougher após remoagem com condições de dosagem similares as da rougher 1 (Padrão);
- Etapa de flotação cleaner da remoagem com condições similares as da cleaner 1 (Padrão);
- Etapa de separação magnética de alto campo ao fim de cada concentrado cleaner;

Na Tabela 1 são apresentadas as dosagens dos reagentes utilizados nos testes.

Tabela 1. Dosagem de reagentes para os testes rota proposta

Etapas	pH	Depressor (g/t)	Coletor (g/t)	Tensoativo (g/t)
Rougher 01	10.0	500	250	30
Scavenger	10.0	500	250	30
Rougher 02	10.0	500	250	30

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização mineralógica (Figura 4) da carga circulante mostra associação apatita a partículas de óxido de ferro, isto torna a produção de concentrado dentro das especificações conforme apresentado na Tabela 2 desafiadora.

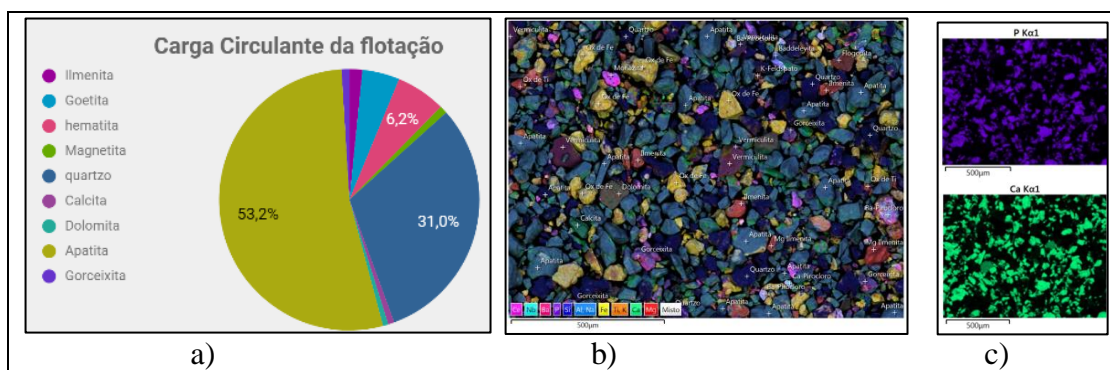


Figura 4. Caracterização Mineralógica da amostra Carga circulante da Flotação de Apatita. (a) análise quantitativa pelo método de Rietveld. Mapa composicional obtido por EDS da imagem MEV: (b) Global, (c) Fósforo (acima)/Cálcio (abaixo).

Tabela 2. Resultados de análises de FRX para a amostra de carga circulante da flotação e especificação industrial do concentrado final.

Carga Circulante	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	BaO
Teor (%)	22.85	29.30	18.81	18.62	0.95	0.83	0.58
Desvio Padrão	0.09	0.09	0.27	0.24	0.02	0.01	0.01
Especificação Conc. Final (%)	≥ 36,5	-	≤ 2.90	≤ 3,5	-	≤ 0.50	≤ 0.80

Os resultados de FRX na tabela 2 apresentam um produto (carca circulante da flotação) muito contaminado com Fe₂O₃, grande parte desse elemento está presente na forma de óxido (Figura 4) associado com a apatita, este fluxo tem considerável teor de P₂O₅, mas ao se comparar com a especificação de concentrado final (Tabela 2) possui alto teor de contaminação.

Análises de amostras de rejeito scavenger mostram que a maior parte do P₂O₅ presente na amostra está acima de 150µm, exemplo figura 5, cujo resultado de análise granulométrica indica um teor médio de 5,5%, apresenta 65% do P₂O₅ presente distribuído em frações acima de 150µm. Esta distribuição representa uma amostra de rejeito aleatória, a distribuição é considerada representativa à normalidade do fluxo apresentado.

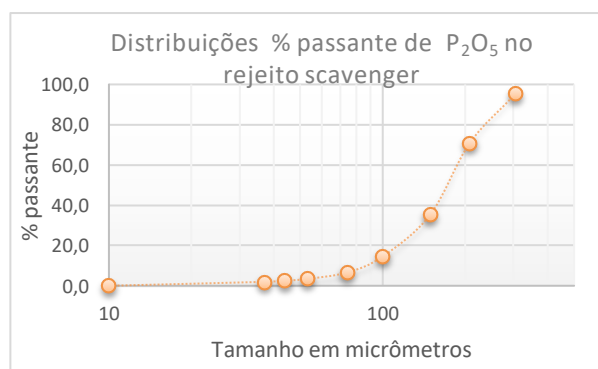


Figura 5. Distribuição de P₂O₅ amostra de rejeito de flotação Usina.

Análises granulométricas dos fluxos que alimentam a flotação rougher indicaram que o fluxo “mais grosso” é o da carga circulante da flotação de apatita, constituída pelo concentrado scavenger somado ao rejeito cleaner, cerca de 60% da massa nesse fluxo é maior que 100µm.

Quanto a classificação do rejeito rougher, análises de diferentes fontes de rejeito rougher da flotação indicam que a distribuição de P_2O_5 neste fluxo é inversa a distribuição do Nb_2O_5 . O teor da amostra de rejeito rougher para uma amostra aleatória da Usina de concentração de apatita foi de 9,15% de P_2O_5 e 0,61% de Nb_2O_5 , foi observado que na etapa de flotação scavenger ocorre um arraste considerável de nióbio para o concentrado scavenger e conseqüentemente para o concentrado final de apatita, a opção de classificação desse fluxo em 74 μ m indica possibilidade de enriquecimento de nióbio no passante e de fosfato no retido. O comportamento observado para esta pilha foi repetido em análises sistemáticas realizadas neste ponto.

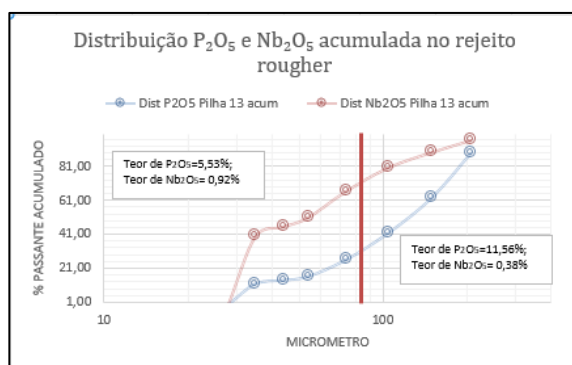


Figura 6. Distribuição de P_2O_5 e Nb_2O_5 amostra de rejeito rougher.

3.1 Resultados dos testes de flotação dos estudos de geometurgia

Por se tratar de um processo ainda não implementado em escala industrial, foram realizados testes de bancada com amostras que representam o futuro da mina visando avaliar o comportamento específico deste minério na rota proposta. Quando se trata de parâmetros produtivos e de especificação levam-se em consideração os teores de concentrado final (Tabela 2), assim como a recuperação em massa do concentrado final em torno de 20% nas caracterizações.

A rota de flotação descrita no procedimento PCT 13.001.05 apresentou os seguintes resultados:

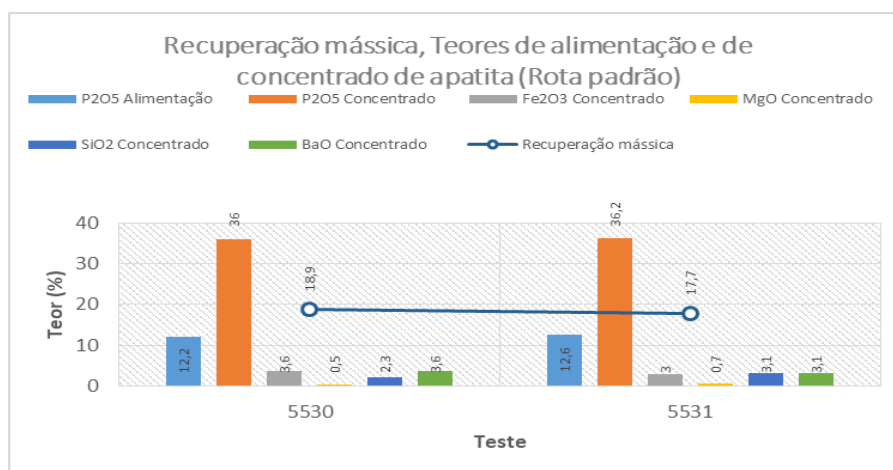


Figura 7. Resultados de Recuperação mássica, teor de P_2O_5 Alimentado e teores do concentrado final de apatita – Ensaio com a rota Padrão.

Foram realizados testes nas mesmas condições (Figura 7) onde se observou impacto negativo em recuperação mássica e não conformidade à especificação para alguns dos óxidos

presentes no concentrado final de apatita (Tabela 2): P_2O_5 , Fe_2O_3 e SiO_2 , indicando ineficiência da rota convencional em manter os parâmetros de produção e especificação de concentrado final para este minério especificadamente.

A rota proposta com classificação do rejeito rougher e remoagem da carga circulante da flotação de apatita apresentou resultados promissores, conforme apresentado na Figura 8, elevando a recuperação em massa aos parâmetros históricos, 20,65%, e atendimento à especificação do concentrado de apatita conforme Tabela 2.

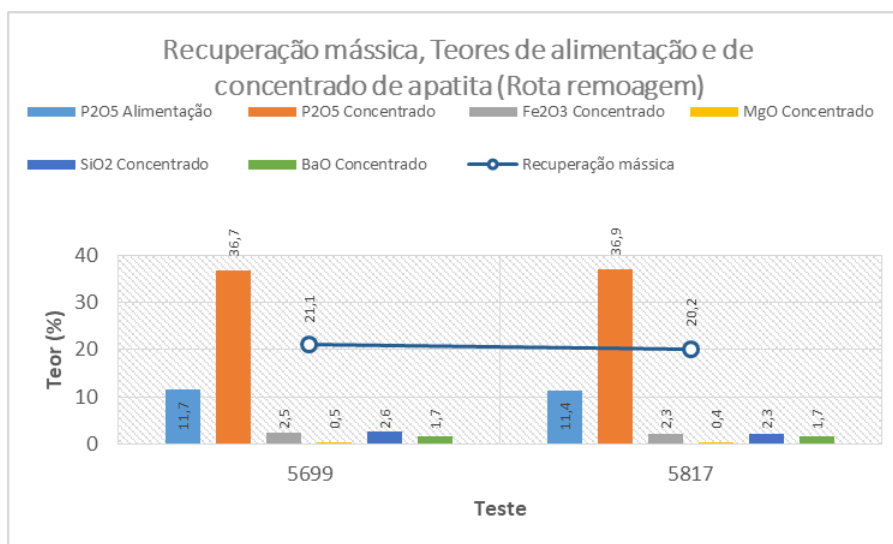


Figura 8. Resultados de Recuperação mássica, teor de P_2O_5 Alimentado e teores do concentrado final de apatita – Ensaios na rota proposta.

Os resultados obtidos com nióbio na rota com remoagem também se mostraram promissores, mostrando um aumento de massa e teor nesse rejeito (Tabela 3).

Tabela 3. Tabela dos resultados obtidos relativos ao comportamento do Nióbio.

Rota	Rota convencional		Rota Proposta	
	Alimentação	Rejeito	Alimentação	Rejeito
Teor Nb_2O_5 (%)	0,42	0,55	0,45	0,69
Massa (%)	100	20,72	100	30,42
<i>Enriquecimento</i>	<i>1,31</i>		<i>1,53</i>	

O aumento de teor se dá principalmente pela instalação da peneira no fluxo anterior a flotação scavenger, este fluxo tem grande quantidade de nióbio fino que vai para o concentrado final de apatita por arraste hidráulico, sendo assim como é removido anterior a flotação scavenger e enriquecimento do teor de Nb_2O_5 no rejeito de apatita.

4. CONCLUSÕES

Para o minério do presente estudo, que representa a característica do que será processado em 2025, nota-se que através da rota padrão não será possível atingir recuperações mássicas históricas de 20%, a recuperação mássica na rota padrão foi em média de 18,3%, além

disso, os teores especificados de qualidade também não foram atingidos para concentrado de apatita.

A rota proposta com a inclusão da classificação do rejeito rougher e da remoagem da carga circulante da flotação de apatita possibilitou o aumento da recuperação mássica em média em 12,8% e atendimento à especificação do concentrado de apatita.

Para teor disponibilizado à Usina de concentração de pirocloro foi observado aumento do enriquecimento de Nb₂O₅ de 1,31 para 1,53, indicando melhor separação de Nb₂O₅ na flotação de apatita, disponibilizando mais deste para a Unidade de concentração correspondente.

5. REFERÊNCIAS

Albuquerque, R.O., 2010. Process alternatives for the flotation of the Itataia's phosphorous-uraniferous ore. Ph.D. Thesis, CPGEM/UFMG, 201 p.

ANDA, 2018. Available at <http://www.anda.org.br/index.php?mpg=03.00.00&ver=por> Chaves, A.P., Leal Filho, L.D.S. and Braga, P. F., 2010. Flotação. In: Tratamento de Minérios, 5ª Edição/Ed. Adão Benvindo da Luz, João Alves Sampaio e Sílvia Cristina Alves França - Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 963p.

Fonseca, D.S., 2016. Fosfato. In: Sumário Mineral 2015. Departamento Nacional de Produção Mineral, Brazil, pp. 70-71.

Gentry, R.P., Miller, W.J. and Pugh, D.G., Neathery, M.W., Bynum, J.B., 1978. Effects of feeding high magnesium to young dairy calves. *Journal of Dairy Science*, 61(12): 1750-1754.

Guimarães, R.C., Araújo, A.C., Peres, A.E.C., 2006. Column Flotation: a key to the production of apatite concentrates from slimes. In: *Beneficiation of phosphates Technology and Sustainability*, 1st ed. Society of Mining, Metallurgy, and Exploration Inc., Littleton, v. 1, 135-143.

Matiolo, E., Couto, H. J. B.; Teixeira, M. F. L.; Freitas, A. S.; Almeida, R. N.. Recovery of apatite from slimes of a Brazilian phosphate ore. *Journal of Wuhan Institute of Technology*, v.39, p.39-48, 2017.

Monteiro, M.F., 2008. Avaliação do ciclo de vida do fertilizante superfosfato simples. M.Sc. Thesis, Universidade Federal da Bahia, Brazil, 179 p.

Paiva, P.R., 2011. Propriedades de superfície da apatita provenientes de rochas de filiação carbonatítica e sua concentração por flotação. Ph.D. Thesis, UNB/Brasília, 163 p.

Saab, A.A., and Paula, R.A., 2008. O mercado de fertilizantes no Brasil: Diagnósticos e propostas de políticas. *Revista de Política Agrícola*, 17(2): 5-24.

Silva, A.C.; Teixeira, M. F. L. ; Milanezi, B. P. ; Melo Filho, A. H. P. ; Araújo, T. D. A. ; Borges Júnior, W. F. ; Silva, E. M. S. . Milling of the phosphate rock flotation circuit circulating load aiming production increase and iron content reduction in the final concentrate. In: *Beneficiation of Phosphates VIII*, 2018, Cape Town, South Africa. Proceedings of the Beneficiation of Phosphates VIII. New York, USA: Engineering Conferences International, 2018. v. 1. p. 1-12.

Silva, E.M.S., Peres, A.E.C., Silva, A.C, Elwert, T. and Tuchtfeld, S., 2017. Apatite flotation using sorghum as depressant. In: XVII Balkan Mineral Processing Congress Proceedings, Istanbul/Turkey, pp. 411-421.