DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS

Escola de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Monografia

Caracterização e Enriquecimento de Titânio por Separação Magnética do Concentrado da Flotação do Minério de Nióbio de Catalão/GO

Aluno: Alexandre Bretas de Assis Hallack

Orientadora: Prof. Andreia Bicalho Henriques

Coorientadora: Rafaella Bicalho da Rocha

AGRADECIMENTOS

Dedico esse trabalho aos meus pais, irmãos e Florence. Agradeço pelo apoio incondicional durante minha jornada.

À professora Andreia Bicalho Henriques e à Rafaella Bicalho da Rocha, obrigado pelo suporte durante a realização do trabalho. E ao amigo Dárcio, pelo suporte durante os testes.

À Gaustec por permitir a realização dos testes em sua área de desenvolvimento tecnológico, por fornecer as amostras e pela oportunidade de estágio.

E à equipe do Departamento de Engenharia de Minas pelo suporte nos laboratórios.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 5

2. OBJETIVOS E RELEVÂNCIA 6

3. DESENVOLVIMENTO 7

3.1 GEOLOGIA 7

3.2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA 8

4. METODOLOGIA 16

5. TESTES E ANALISE DE RESULTADOS 21

5.1. ANALISES DO MATERIAL 21

5.2. SEPARAÇÃO MAGNÉTICA 23

5.3. ANÁLISE QUÍMICA 26

6. CONCLUSÕES 28

8. ANEXOS 31

RESUMO

O nióbio vem do mineral pirocloro com origem em Catalão, no estado de Goiás, e já apresenta um alto teor por se tratar de um concentrado de flotação, 61,66% de Nb_2O_5, porém, esse se encontra em uma fração muito fina e contém um certo teor de 6,04% de TiO_2. O presente trabalho tem como proposta inicial tratar, por separação magnética, o concentrado de flotação de minério de nióbio para que, em uma primeira etapa, tenha um material livre de ilmenita que possa ser comercializado e em uma segunda etapa concentrar a outra fração para atingir um teor onde a ilmenita possa ser também comercializada. De acordo com a proposta do trabalho, foi realizado um estudo de análise granulométrica e grau de liberação, além de análise de DRX e FRX para se conhecer melhor o minério. Posteriormente foram feitos 10 testes de separação magnética na etapa *rougher* e mais dois na etapa *cleaner*, afim de se definir a melhor rota. Ao final do trabalho ficou evidente que a separação magnética se mostrou efetiva na separação de partículas finas e as variáveis operacionais de maior influência no resultado final foram o campo magnético, o *gap* da matriz e principalmente a pressão na água de lavagem para o concentrado final.

Palavras-chave: Separação magnética, Flotação, Pirocloro, Ilmenita, Variáveis operacionais.

ABSTRACT

The niobium comes from a pyrochloric ore originating in Catalão, in the state of Goiás, and already has a high grade because it is a flotation concentrate; however, it is in a very fine fraction and with a certain TiO_2 content, 61,66% of Nb_2O_5 and 6,04% ofTiO_2. The present work has as an initial proposal to treat, by magnetic separation, the flotation concentrate of niobium ore, so in a first step it has a material without ilmenite that can be commercialized and in a second stage to concentrate the other fraction to reach a content where the ilmenite can also be commercialized. According to the work proposal, a study of granulometric analysis and degree of liberation was performed, as well as analyzes in the XRD and FRX to better know the material worked. Subsequently 10 magnetic separation tests were done on the rougher stage and two more on the cleaner step, in order to define the best concentration route. At the end of the work, it was evident that the magnetic separation was effective in the separation of fine particles and the variables with the greatest influence on the result were the magnetic field, the gap of the matrix and mainly the pressure in the wash water for the final concentrate.

Keywords: Magnetic separation, Flotation, Pyrochlore, Ilmenite, Operational variables.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil responde por mais de 90% da comercialização mundial de nióbio e a 98% das reservas mundiais, sendo este o 3º mineral mais exportado pelo país. O minério que se estudou vem do estado de Goiás, e se trata de um concentrado de flotação de nióbio. Ele é composto basicamente por pirocloro e ilmenita. A ideia principal é concentrar a ilmenita por separação magnética.

Serão apresentados dados sobre a caracterização do material, como difração de raios-x, fluorescência de raios-x, análise granulométrica. Assim, conhecendo melhor o material, será estudada a melhor maneira de se tratá-lo, qual será o melhor método empregado para uma nova separação e enriquecimento do minério, e obter novos produtos.

O material apresenta uma certa concentração de ilmenita, que dificulta os processos metalúrgicos. Este tipo de estudo se mostra cada dia mais relevante em um mundo que busca a sustentabilidade, e procura meios de se aproveitar todo o minério, tendo assim o mínimo de rejeito ou até mesmo nenhum rejeito.

Durante o trabalho serão apresentados meios de se tratar um concentrado de flotação de nióbio, testando diferentes formas de concentrá-lo, via separação magnética, e encontrar mercados possíveis para o rejeito obtido, por apresentar certa concentração de ilmenita, se em boa concentração poderá ser comercializada.

2. OBJETIVOS E RELEVÂNCIA

Este trabalho tem como foco principal propor finalidades para os produtos da concentração de nióbio (concentrado e rejeito). No mundo atual deve-se se preocupar mais com a sustentabilidade, e de forma ideal, encontrar um fim para o rejeito, assim, haverá a diminuição de uso de barragem de rejeitos e melhor aproveitamento dos bens minerais. Além de ser melhor ambientalmente, pode se tornar economicamente viável.

O trabalho não busca apenas encontrar formas de se obter lucro com materiais considerados rejeitos, mas também, retirar do meio ambiente materiais que se acumulam cada vez mais e que atualmente tem acarretado em acidentes.

O objetivo é caracterizar por granulometria, difração de raios X, análise química e realizar concentração da ilmenita no concentrado de flotação, por separação magnética, buscando dois produtos, um concentrado final de alto teor de nióbio e um concentrado de ilmenita que poderá ser comercializado.

3. DESENVOLVIMENTO

3.1 GEOLOGIA

De acordo com estudos mineralógicos de Valarelli (1971) Catalão I, localizada a aproximadamente 15Km do município, podendo ser visto na figura 1, possui em sua cobertura, um solo de um complexo intrusivo básico-alcalino com núcleo de carbonatito. Valarelli (1971) mostra que

> A paragênese consta dos seguintes minerais: Titano-Magnetita com exsolução de ilmenita que se alteram em titano-maghemita, ilmeno-hematita, goethita (limonita) e leucoxênio; erovskita que se transforma quase totalmente em leucoxênio; anatásio pseudomórfico e secundário autígeno; barita primaria residual e supérgena; apatita e monazita parcial ou totalmente alteradas em fosfatos secundários do tipo florencita, goyazita, rabdofanita, vivianita, etc.; quartzo de origem secundária; micas (biotitas) residuais e hidratadas; cloritas; e, argila do tipo caulinita. São descritas algumas rochas como o carbonatito, um sienito alcalino, peridotito alterado, biotitos e silexitos. (Valarelli, 1971, p. 1).

Do ponto de vista econômico, essa região de carbonatitos e rochas associadas, apresenta uma boa quantidade de fosfato e minerais de nióbio, vanádio, estrôncio, titânio, elementos de terras raras e entre outros. Esses minerais se encontram em teores possíveis de serem extraídos economicamente, com os tratamentos adequados. (Valarelli, 1971).



Figura 1 – Município de Catalão – Goiás. Fonte: VALARELLI (1971)

3.2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

Durante os últimos anos a separação magnética tem atraído bastante atenção, principalmente a de alto gradiente (HGMS), e vem se tornando uma boa ferramenta na manipulação de partículas magnéticas fracas, embora não se tenha conhecimento de muitas aplicações em escala industrial. (ZENG et al., 2017)

Svoboda e Fujita (2003) explicam os princípios de separação por força magnética, mostrando que quando uma partícula magnetizável é colocada em um campo magnético não uniforme, esta partícula será influenciada pela força magnética, dada pela equação:

$$\vec{F}_{\mathrm{m}} = \frac{\kappa}{\mu_0} VB\vec{\nabla}B \tag{1}$$

onde κ é a susceptibilidade magnética volumétrica da partícula, μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo, V é o volume da partícula em m^3, B é o campo magnético externo, dado em G, e indução e $\nabla\vec{B}$ é o gradiente da indução magnética. Dessa forma, a força magnética é proporcional ao produto do campo magnético externo e do campo gradiente e tem a direção do gradiente.

Em um separador magnético, existem várias forças concorrentes agindo nas partículas. Estas são, entre outras, a força de gravidade, a força inercial, a de arraste hidrodinâmico, forças de superfície e entre partículas. Essa situação mostrada esquematicamente na Figura 2.

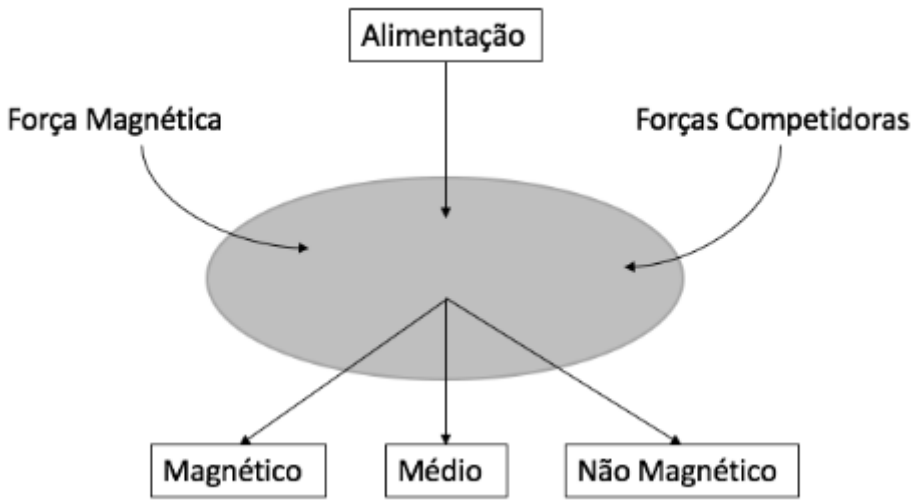


Figura 2 – Diagrama esquemático do processo de separação magnética. (Adaptado de SVOBODA e FUJITA, 2003).

A força de gravidade pode ser escrita por:

$$\vec{F}_{\mathrm{g}} = \rho V \vec{g} \tag{2}$$

onde ρ é a densidade da partícula em Kg/m^3 enquanto g é a aceleração da gravidade em m/s^2 . O arraste hidrodinâmico é dado por:

$$\vec{F}_{\mathrm{d}} = 6\pi\eta b\vec{v}_{\mathrm{p}} \tag{3}$$

onde η é a viscosidade dinâmica do fluido, b é a raio de partícula e v_p é a velocidade relativa da partícula em relação ao fluido.

Com isso, terá que a separação de partículas não magnéticas serão separadas de partículas magnéticas, partículas menos magnéticas serão separadas de partículas magnéticas, se as seguintes condições forem encontradas:

$$F_m{}^{mag} > \sum F_c{}^{mag} \text{ e } F_m{}^{non\text{-}mag} < \sum F_c{}^{non\text{-}mag} \tag{4}$$

Onde F_c é a força concorrente e F^{mag} e $F^{non\text{-}mag}$ são forças atuantes em partículas magnéticas e não magnéticas, respectivamente em N. A fim de obter uma melhor recuperação de partículas magnéticas, as forças magnéticas têm que ser maior que as forças concorrentes.

A seletividade do processo será determinada criticamente pelos valores relativos da força magnética e concorrente. E estes são afetados por uma escolha correta de um separador e as suas condições de funcionamento(Svoboda e Fujita, 2003).

Embora as condições de separação eficiente sejam claramente definida, surge uma complicação porque a significância relativa das forças é determinada principalmente pelo tamanho das partículas (Svoboda e Fujita, 2003).

Na separação magnética a úmido, a força de arraste hidrodinâmico pode ser importante, sendo a seletividade da separação influenciada pela distribuição de tamanho das partículas. Com a diminuição do tamanho das partículas a importância do arraste hidrodinâmico aumenta em comparação com a força magnética.

Vários esquemas de classificação de separadores magnéticos foram introduzidos e, provavelmente, o mais prático e lógico é o que classifica os separadores como seco ou úmido. Ao mesmo tempo, esses separadores podem operar com um campo magnético de baixa intensidade ou alta intensidade de campo (Ssvoboda, 1987). Este esquema não leva em consideração o gradiente do campo magnético, um parâmetro igualmente importante na separação magnética. Pode-se, no entanto, assumir com segurança que a separadores de baixa intensidade de campo nos separadores geralmente geram um baixo gradiente de campo magnético enquanto os separadores de alta intensidade podem ser, em geral, classificados como máquinas de alto gradiente. Existem, no entanto, exceções a esta regra (Svoboda e Fujita, 2003).

A escolha da classe de um separador é ditada por inúmeras considerações, sendo as mais importantes a distribuição do tamanho de partícula, distribuição de propriedades das partículas a separar umas das outras, e pelo rendimento necessário da máquina (Svoboda e Fujita, 2003).

A figura 3 mostra a força magnética para diferentes diâmetros de partículas em separadores magnéticos diferentes.

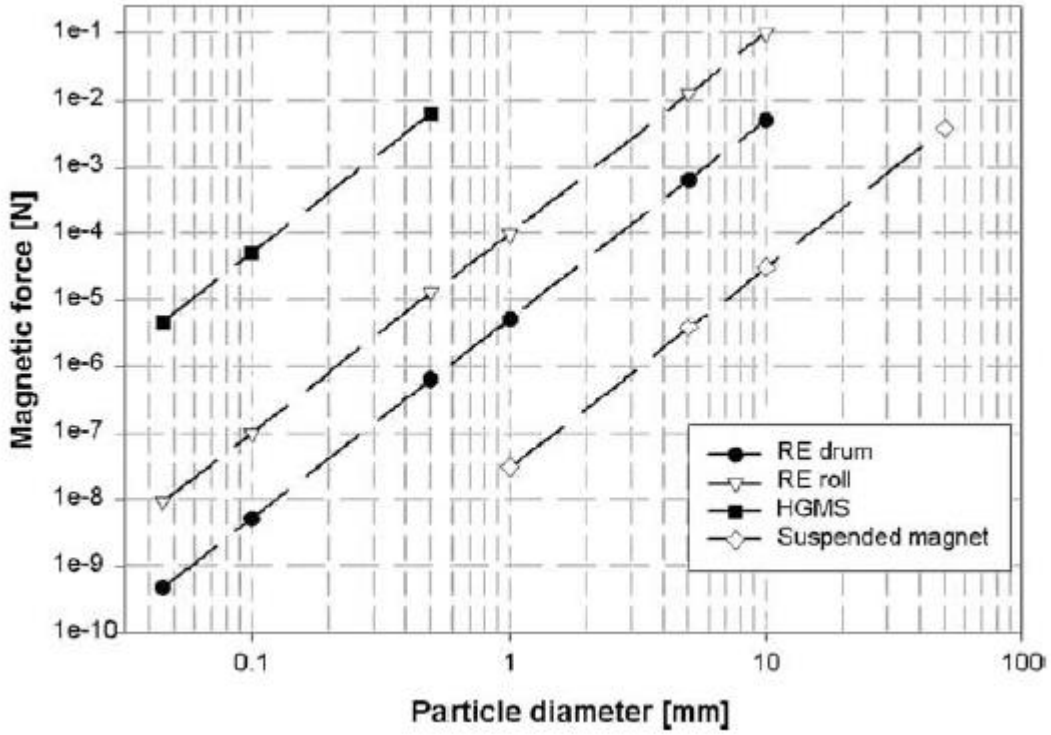


Figura 3 – Força magnética gerada por diferentes separadores magnéticos, em uma partícula de hematita, em função do tamanho da partícula. Fonte: Svoboda e Fujita, 2003.

Revisando os separadores magnéticos a úmido, o mais frequentemente usado é o tambor de baixa intensidade. Podendo ser de forma axial ou radial. Estes separadores são usados

principalmente para a recuperação de materiais fortemente atraídos que são ferromagnéticos como magnetita, usado na separação do meio denso (Svoboda e Fujita, 2003)

A disponibilidade de ímãs permanentes de terras raras e sua melhor acessibilidade estende ainda mais a aplicabilidade do tambor à paramagnéticas, que não são fortemente atraídos, ou mesmo materiais diamagnéticos que são fracamente atraídos. Em uma configuração radial, a polaridade dos ímãs permanentes alterna entre os largura do tambor, sendo normalmente utilizado em aplicações que a recuperação do material fortemente magnético é importante. Já em um arranjo axial, os polos alternam ao longo da circunferência e favorece um produto magnético de melhor qualidade. O movimento de rotação das partículas sobre as filas do ímã com polaridade alternada facilita a liberação de partículas não magnéticas arrastadas e, assim, melhora a grau do concentrado magnético (Svoboda e Fujita, 2003). Na figura 4 pode ser visto o esquema de polos radiais e polos axiais.

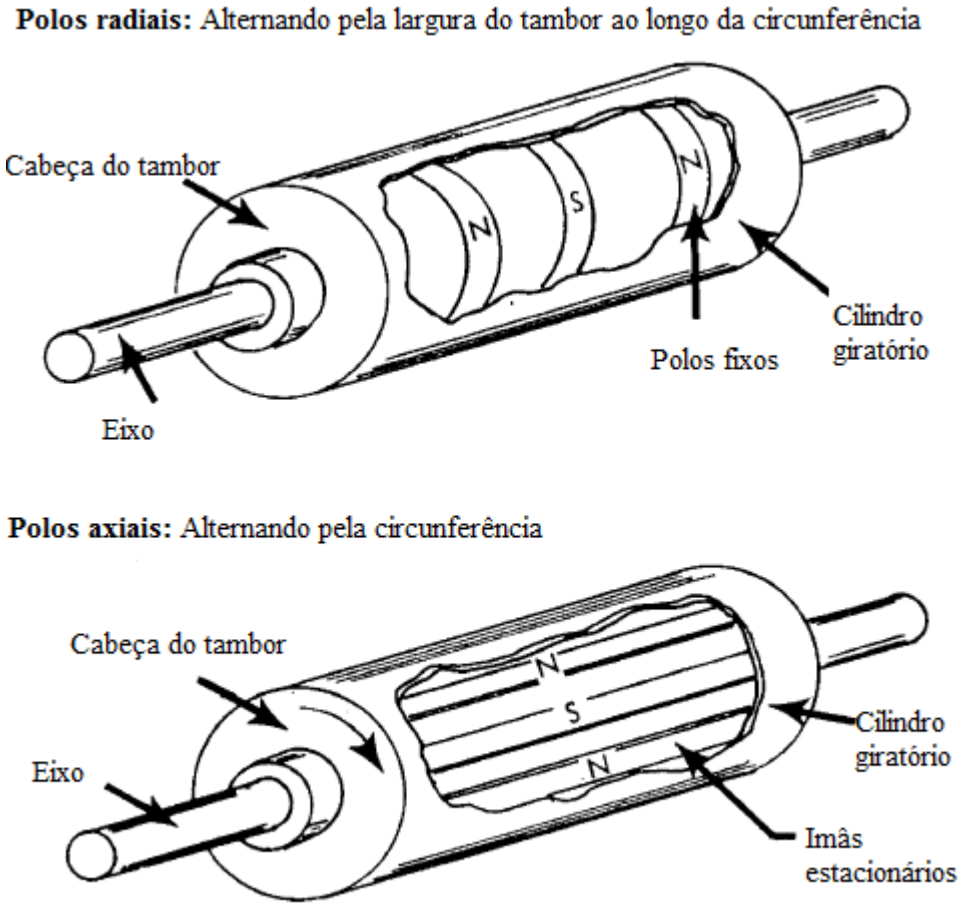


Figura 4 – Conviguraçõe de polo no separador magnético de tambor. Fonte: SVOBODA e FUJITA, 2003.

Outro tipo de separador magnético usado é o de alto gradiente magnético, cuja a operação é a

úmido. A introdução de uma matriz em um circuito de separadores magnéticos resultou em uma extensão dramática da aplicabilidade da separação magnética a materiais que foram anteriormente considerados muito finos e muito fracamente magnéticas. Este desenvolvimento foi alcançado por Jones (1960) que combinou a ideia de Frantz, de uma matriz magnetizada com um campo magnético elevado. Um dos projetos mais avançados baseados no conceito do Jones foi, por exemplo, o HGMS da SALA. Embora numerosos separadores magnéticos cíclicos e contínuos de alta intensidade e de alto gradiente, *Wet High Intensity Magnetic Separator* (HIMS) ou *High Intensity Magnetic Separator* (HGMS) foram projetados e construídos, apenas alguns atendem aos requisitos da indústria de mineração, um outro bom exemplo é o GHX 1400. Na figura 5 temos a foto do GHX 1400. (SVOBODA, FUJITA, 2003).



Figura 5 – Concentrador magnético hexapolar da GAUSTEC, GHX 1400. Fonte: http://gaustec.com.br/produtos/ghx1400/.

A separação magnética é uma parte inerente de inúmeros processos de tratamento de material. Esta técnica tem à sua disposição a força magnética, que pode ser seletivamente controlada em uma ampla gama de valores. Esforços enormes têm sido gastos ao longo dos anos, a fim de converter esse recurso, e uma riqueza de novos projetos e ideias, em técnicas viáveis e introduzi-las nas operações de tratamento. Espera-se que no futuro menor dependência de uma abordagem empírica ou heurística e um melhor ambiente para a inovação, facilitará a pesquisa e o

desenvolvimento de novos sistemas baseados em tecnologias de magnetismo em várias áreas do esforço humano. (Svoboda e Fujita, 2003).

Svoboda (2001) estudou as formas como cada parâmetro estudado influenciam na separação magnética, tentando mostrar de forma realística sua parte teórica e outras já existentes.

Demonstrou-se teorica, e experimentalmente, que o comportamento de partículas em HGMS e a eficiência metalúrgica da separação são determinadas, principalmente, por parâmetros geralmente encontrados em filtração de cama. A ênfase indevida na força do campo magnético geralmente resulta em redução da recuperação e seletividade de separação. Custos operacionais e de capital excessivamente altos são uma consequência adicional uma abordagem simplificada. Na maioria das aplicações, apenas um campo magnético moderado é necessário para os melhores resultados. Assim, fica claro que há um incentivo limitado para operar o HGMS em campos com mais de 2T. Embora a aplicação de supercondutividade ao HGMS tenha recebido considerável atenção durante as duas últimas décadas, a industrialização dessa tecnologia permaneceu restrita ao beneficiamento de caulim. Mesmo aqui, o campo magnético máximo disponível é restrito a 2,5T, que ainda está dentro da faixa de ímãs resistivos. Por outro lado, parece que a supercondutividade de alta temperatura (Watson e Bolt, 2000) pode mudar as fortunas da supercondutividade aplicadas no processamento mineral. (Svoboda, 2001).

O funcionamento do separador magnético se dá com a magnetização da matiz ranhurada, gerando uma força de atração entre a matriz e as partículas magnéticas ou paramagnéticas, enquanto as partículas não magnéticas não sofrem atração e são levadas por gravidade. Quando a matriz com as partículas atraídas atinge a zona neutra do equipamento, onde não há influência magnética, utiliza-se água para lavagem nas aberturas (*gaps*) da matriz e, por gravidade, a parcela magnética é carreada para caixa de coleta (Silva, 2012). Na figura 6 pode-se ver um corte em planta de uma matriz magnética.

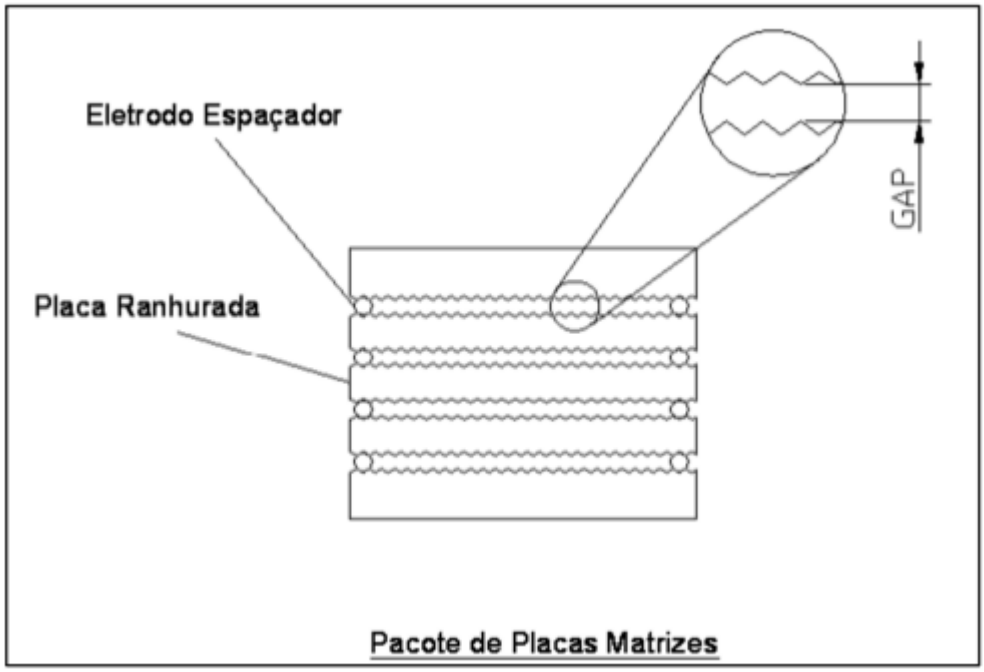


Figura 6 - Desenho esquemático de Matrizes de um separador tipo Carrossel. ([1]GAUSTEC, 2011).

A matriz BigFLUX busca manter os recursos da matriz convencional, mas aumentando a distância entre as cristas, consegue-se uma maior área de passagem de polpa, sendo até 36% maior para um *gap* de 1,5mm. Na figura 7 pode-se observar esse ganho na matriz BigFLUX (Ribeiro *et al*., 2017).

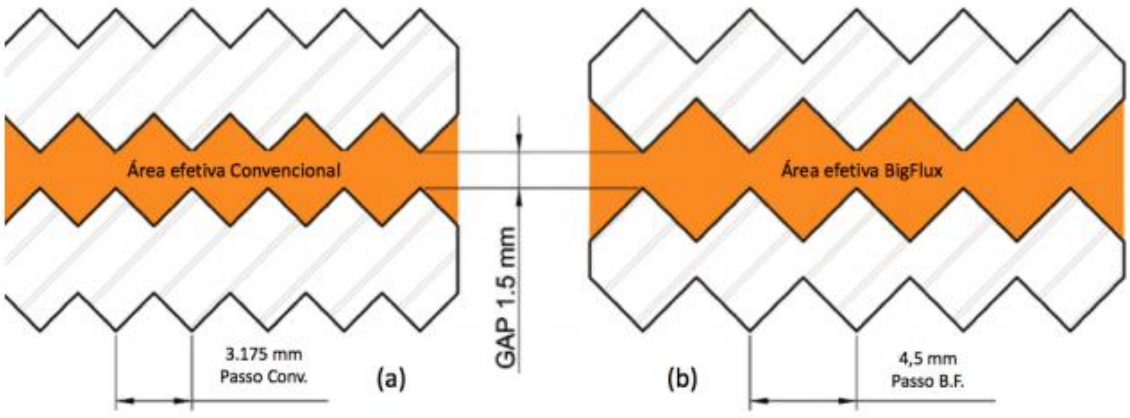


Figura 7 - Representação da matriz convencional em comparação com a matriz BigFLUX (b). (Adaptado de RIBEIRO, et al., 2017).

Em pesquisas feitas sobre separação de partículas finas de ilmenita, a separação magnética de alto campo se mostrou bastante eficiente. Zeng *et al*. (2017) mostram que as partículas de

ilmenita estão todas abaixo de 250μm e 61,76% está abaixo de 150μm, com um teor de TiO2 de 9,17%.

Como pode ser visto nas figuras 8 e 9, foram observados que o alto campo magnético foi eficiente, porém houve grande arraste mecânico de partículas não magnéticas. Ao introduzirem um campo centrífugo, houve uma melhora na captura de partículas magnéticas. Menos arraste e um menor campo magnético foi necessário, e quanto maior essa aceleração centrífuga, menor o campo necessário e maior a seletividade, porém com esse aumento menor foi a capacidade mássica da alimentação. (ZENG et al., 2017)

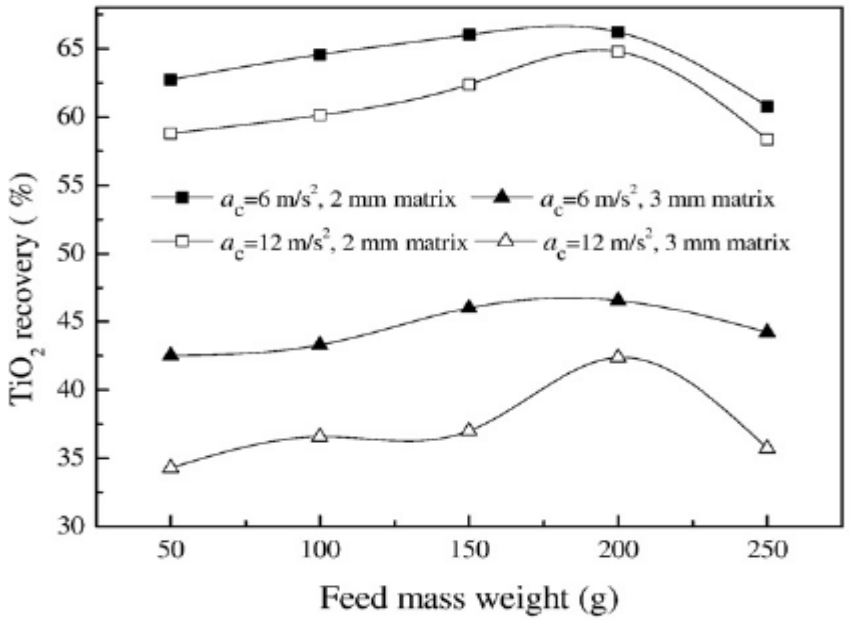


Figura 8 - Desempenho da massa de alimentação com um volume de alimentação de 6,4 L/min. Fonte: ZENG et al. (2017)

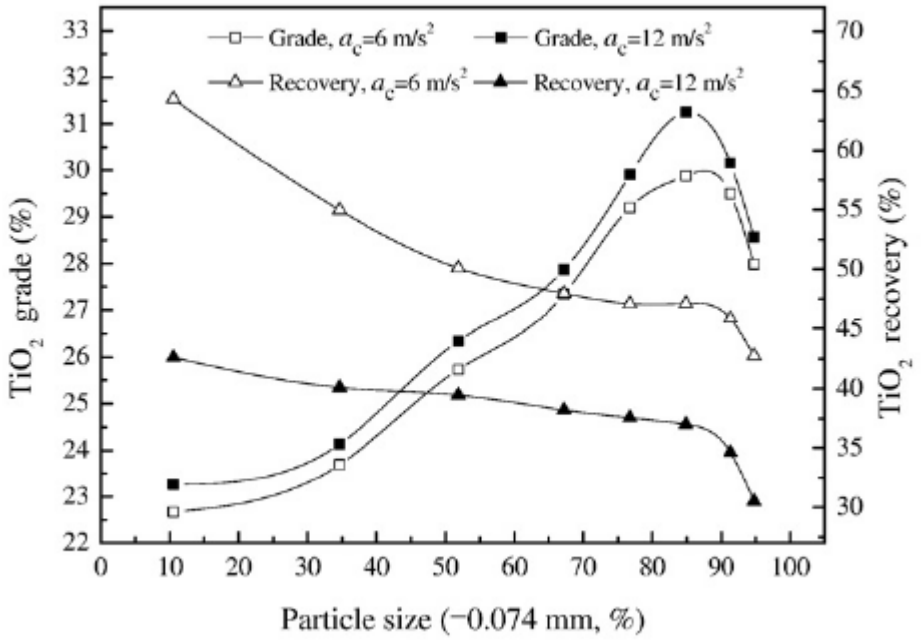


Figura 9 - Desempenho via tamanho de partícula de alimentação em duas acelerações centrífugas diferentes (6 e 12m / s2). (1) diâmetro do fio magnético, 2 mm; (2) feedmassweight, 200 g; (3) vazão volumétrica de 6,4 l / min. Fonte: ZENG, et al. (2017)

No estudo mostraram a eficiência da separação magnética de alto campo. Neste estudo o material apresentava $FeTiO_3$, Fe_2O_3 e $FeCr_2O_4$, onde foi realizado um processo de mudança das propriedades magnéticas do material antes de se realizar a separação magnética, o *roasting*, ou ustulação redutora. Este processo envolve na oxidação e aumento de temperatura do material, antes de ser realizada a separação magnética. O estudo mostrou que o cromo apresentou uma pior seletividade após o *roasting*, quando comparado com o ferro e titânio presentes na ilmenita, mas todos obtiveram bons resultados e se mostraram bem promissores. O produto final alcançado apresentava 47,94% de TiO_2 e uma recuperação de 78,52% e em relação ao Cr, tiveram um produto com 28,65% de Cr_2O_3 e uma recuperação de 84,18%. (Jin-Fang Lv *et al*.,2017)

4. METODOLOGIA

Para melhor conhecimento do material a ser trabalhado, o projeto foi iniciado realizando uma amostragem do concentrado de flotação, homogeneizando e quarteando para retirada de uma fração para testes de Difração de Raios-x e Analise química, análise granulométrica e ensaios de concentração magnética.

Para homogeneizar o material foi primeiramente realizado uma pilha cônica da amostra de 20Kg de concentrado de flotação de minério de nióbio, após separar um fração de aproximadamente 5Kg, foi realizado um quarteamento no quarteador Jones, separando inicialmente uma amostra de aproximadamente 1,3Kg. Dessa alíquota foi retirado uma fração para os testes de Difração de raios X e análise química, ambos resultados podem ser vistos no anexo, e a outra fração foi utilizada para uma análise granulométrica.

Está analise granulométrica foi realizada primeiramente com um corte a úmido em 38μm, para deslamagem, com uma duração de 10 minutos e uma vazão de 1 litro por minuto, como pode ser observado na figura 10. Em uma segunda etapa, foi realizado um peneiramento a seco com a fração retida na etapa anterior com a seguinte série de peneiras: 300μm, 212μm, 150μm, 106μm, 75μm, 53μm, 45μm, 38μm.



Figura 10 – Equipamento utilizado para o peneiramento a úmido e a seco. Na figura ele está configurado para o peneiramento a úmido.

Com o resultado da análise granulométrica, vendo o grau de liberação do material, viu-se a não necessidade de uma etapa de moagem.

A separação magnética terá uma etapa *rougher* e uma *cleaner*, ambas com variações nos parâmetros. Primeiramente será feita a etapa *rougher* e escolhendo os parâmetros que obtiverem

melhor resultado foi realizada uma etapa *cleaner*, onde também serão alteradas algumas variáveis a fim de obter melhores resultados.

Após análise granulométrica, seguiu a etapa de concentração magnética. O equipamento utilizado foi um separador magnético de alta intensidade do tipo bipolar, Minimag Dual G340 da fabricante GAUSTEC, configurado na etapa *rougher* para uma vazão de 0,338 m³/h, rotação de 6 RPM e pressão de água de lavagem no concentrado e no médio com pressão de 4PSI. A vazão é determinada pela abertura da matriz escolhida e rotação foi escolhida a partir de valores utilizados em outros trabalhos consultados. Os parâmetros campo magnético, densidade da polpa e abertura da matriz foram variados para avaliar e atingir o melhor resultado.

Na etapa *cleaner*, o equipamento foi alimentado com o médio e o concentrado magnético do material do ensaio que obteve melhor resultado para etapa *rougher*. Os parâmetros variados foram: o campo magnético, um teste com 10.000G e outro com 5.000G, e a pressão da água de lavagem, variando de 4PSI para 6PSI. A densidade de polpa usada foi a obtida do rejeito e do médio que saíram da etapa *rougher* selecionada. A matriz usada nos dois testes foi a de 1.5 bigFLUX.

Os testes foram realizados no separador magnético das figuras 11 e 12, onde foi definido a rota de beneficiamento com uma etapa *rougher* e uma *cleaner*, seguindo o fluxograma abaixo:





Figura 11 e 12 - Na foto da esquerda está o separador magnético de alto campo usado e na foto da direita pode ser visto a configuração de entrada da alimentação e as mangueiras de lavagem do concentrado e do médio.

Na figura 13 está apresentado o fluxograma esquemático da rota de concentração proposta para o concentrado de flotação de nióbio.

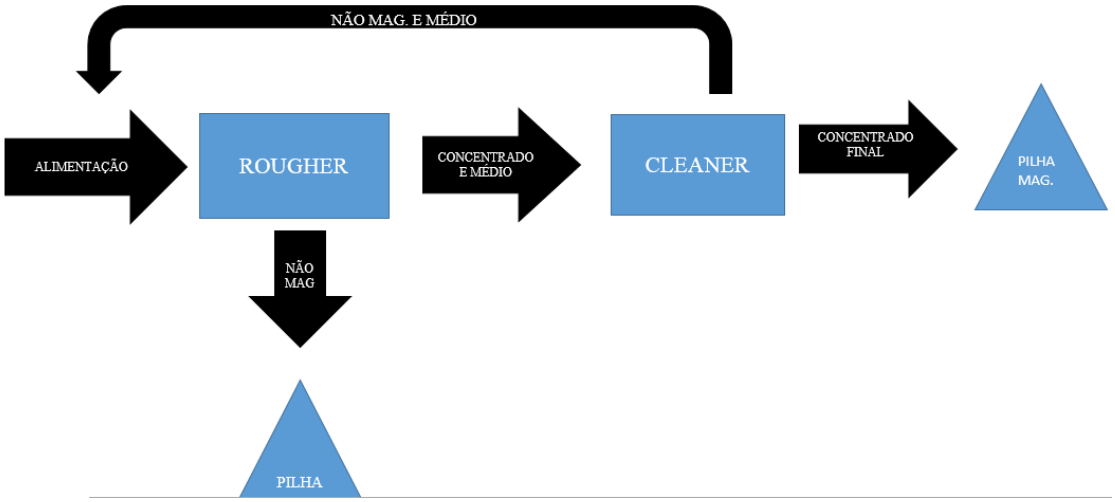


Figura 13 - Rota de separação magnética

Para a etapa *rougher* foi usado uma alíquota de mesma origem do material amostrado na análise granulométrica e homogeneizado no tanque da figura 14, o equipamento está configurado em

bipolar, as pressões nas águas de lavagem do concentrado e do não magnético são de 4PSI, a rotação foi de 6RPM e a vazão de 0,338 m^3/h. Os parâmetros variáveis no teste são a abertura da matriz, sendo 1.1 BigFLUX (figura 15) e 1.5 BigFLUX (figura 16), os porcentuais de sólidos das polpas usadas foram de 30% e 40% e os campos testados de 17.000G, 14.000G e 10.000G para a matriz de 1.1mm e de 14.000G e 10.000G para a de 1.5mm, pois na matriz de 1.5 não foi possível alcançar o campo de 17.000G.

Nos 10 testes realizados foram feitas amostragens de 20 segundos, coletando os três produtos gerados: não magnético (rejeito), médio e magnético (concentrado).



Figura 14 – Tanque de homogeneização



Figura 15 e 16 – Matrix de 1.1 BigFLUX e 1.5 Big FLUX, respectivamente.

5. TESTES E ANALISE DE RESULTADOS

5.1. ANALISES DO MATERIAL

Após os 10 minutos, a massa retida em 38μm foi de 213g e passante de 78g (26,8% passante). Podemos ver a baixo o resultado do peneiramento a seco, que foi realizado por 30 minutos:

Tabela 1 - Relação de peneiras do corte a seco e a úmido e suas respectivas massas retidas e acumuladas, além da porcentagem acumulada. Na fração de -38 µm estão somadas as massas dos dois peneiramentos.

CORTE A SECO - PENEIRAS	MASSA RETIDA (g)	MASSA ACUMULADA (g)	% ACUMULADA
300µm	0.1	0.1	0.0
212µm	0.2	0.3	0.1
150µm	2.5	2.8	1.0
106µm	22.5	25.3	8.7
75µm	46.0	71.3	24.5
53µm	85.0	156.3	53.7
45µm	34.5	190.8	65.5
38µm	14.1	204.9	70.4
-38µm	86.2	291.1	100.0
TOTAL	291.1		

Com os dados acima obtidos, foi possível confeccionar um gráfico com a Curva granulométrica desse material que está apresentada na figura 17.

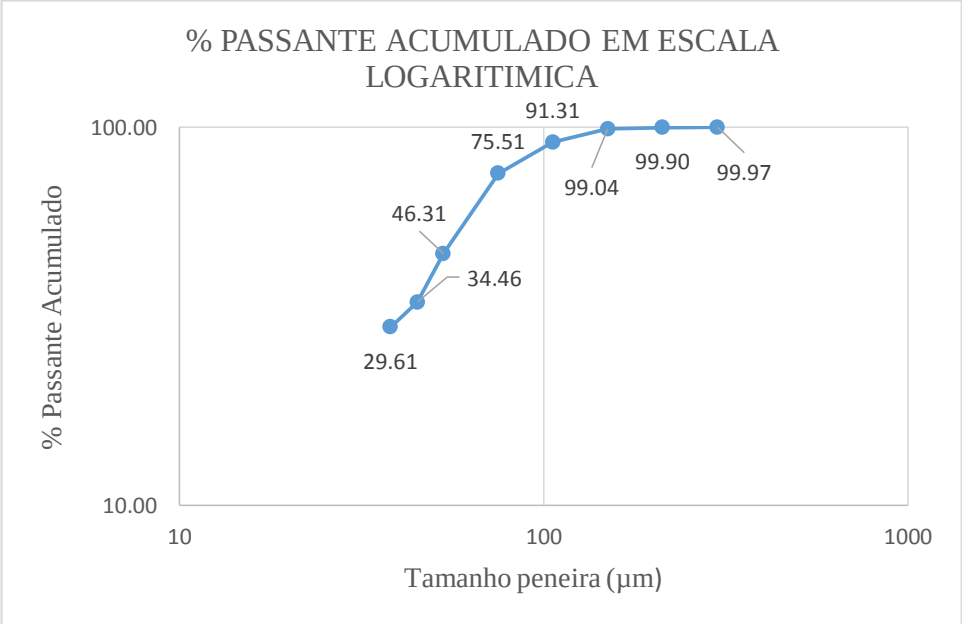


Figura 17 – Gráfico da curva granulométrica do concentrado de flotação de nióbio

Como pode ser visto na tabela, o material se apresenta 100% abaixo de 212µm. O d_{80} desse material é 82 µm e o d_{50} é 53µm, se caracterizando como um material muito fino. Fazendo uma

análise visual das massas retidas nas peneiras, como na figura 18, nota-se que o material já apresenta um excelente grau de liberação em todas as frações, não necessitando assim de uma etapa de moagem.

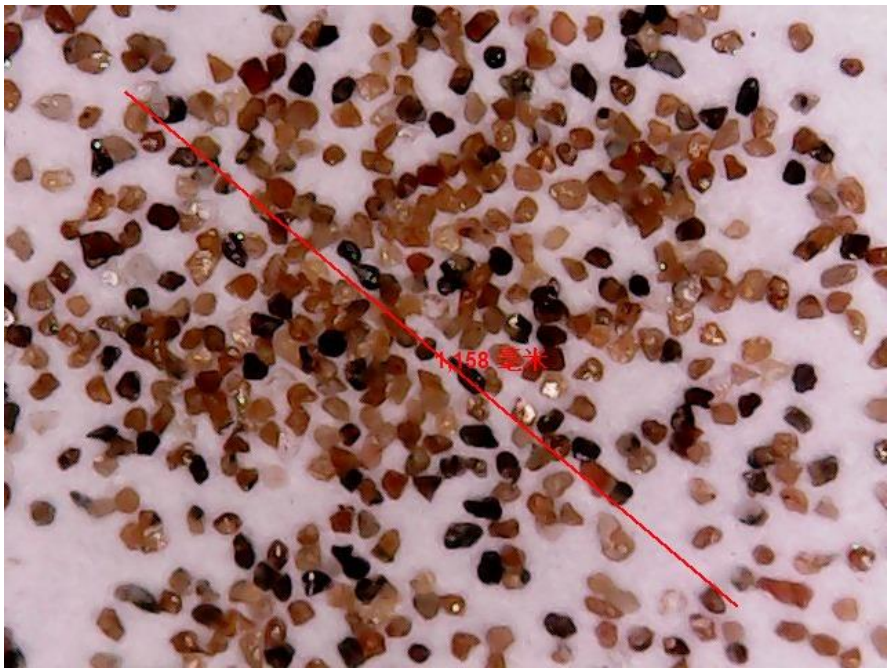


Figura 18 – Fotografia de uma parte da fração retida na peneira de 75µm.

5.2. SEPARAÇÃO MAGNÉTICA

Os números dos ensaios realizados para o estágio *rougher* e seus parâmetros estão dispostos na tabela 2.

Tabela 2 – Parâmetros dos testes:

TESTE 1	TESTE 2	TESTE 3	TESTE 4	TESTE 5
1.1 BF	1.1 BF	1.1 BF	1.1 BF	1.1 BF
40%	30%	40%	30%	40%
17000G	17000G	14000G	14000G	10000G
TESTE 6	TESTE 7	TESTE 8	TESTE 9	TESTE 10
1.1 BF	1.5 BF	1.5 BF	1.5 BF	1.5 BF
30%	40%	30%	40%	30%
10000G	14000G	14000G	10000G	10000G

Os resultados de DRX, para a fração não magnética e a tabela com os resultados de cada teste estão no anexo.

Nos gráficos a seguir tem-se algumas análises dos resultados obtidos nos testes da etapa *rougher*. Figura 19 representa a recuperação em massa para os teste com matriz de 1.1 BigFLUX e 40% de sólidos e a figura 20 os testes com a mesma matriz e 30% de sólidos:

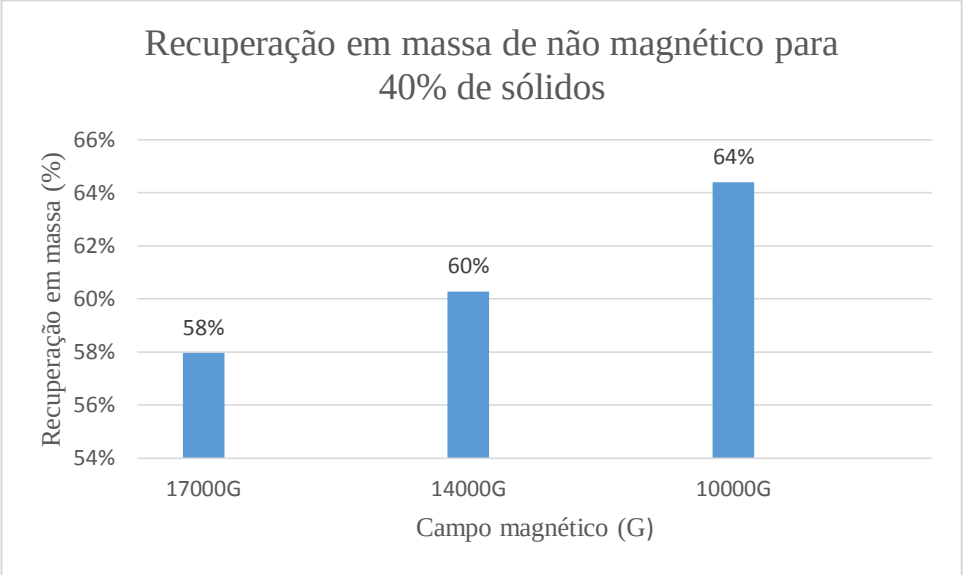


Figura 19 – Gráfico de recuperação em massa de não magnético para 40% de sólidos para a matriz de 1.1 BigFLUX.

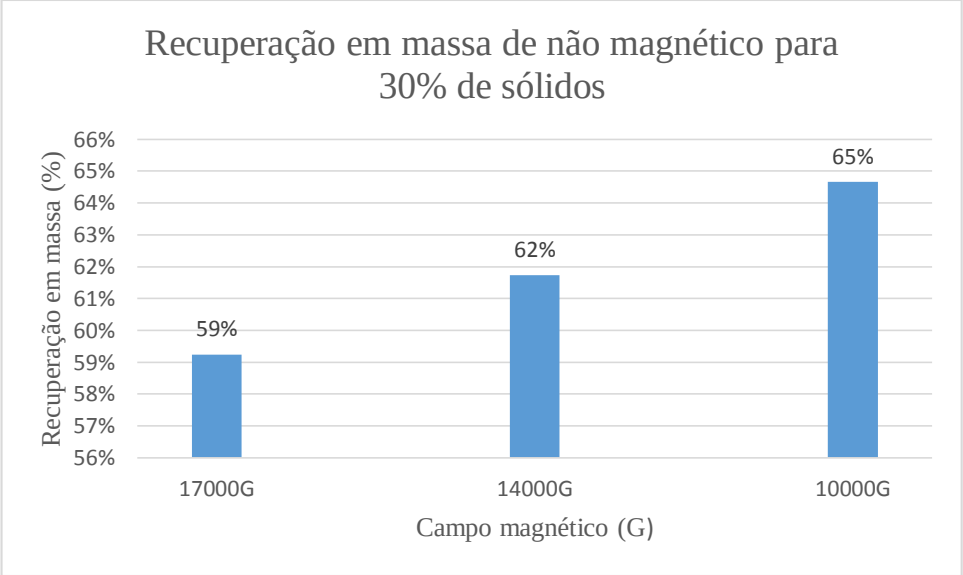


Figura 20 – Gráfico de recuperação em massa de não magnético para 30% de sólidos para a matriz de 1.1 BigFLUX.

Com a análise feita pelo DRX, notou-se a ausência de ilmenita nos rejeitos dos 10 ensaios, escolheu-se então o ensaio de menor recuperação em massa, pois não haveria grande contaminação no produto de nióbio (não magnético) e haveria menos arraste de pirocloro para o concentrado de ilmenita, favorecendo assim o estágio *cleaner* para ilmenita. Os resultados,

ambos sinalizados na tabela (teste 6 e teste 9), deu o mesmo em relação à recuperação em massa. A opção pelo teste 9 e não o 6 é que a capacidade do equipamento aumenta, com o aumento do *gap*, e com o percentual de sólidos maior, a taxa de alimentação do equipamento industrial também se torna maior. Dessa forma, escolheu-se esse ensaio para realização de um estágio *cleaner* no concentrado magnético, a fim de se obter um produto rico em ilmenita, sem perder nióbio retornando o não magnético e o médio para a alimentação *rougher*, como pode ser visto no fluxograma na figura 14.

Para a etapa *cleaner*, reproduziu novamente a etapa *rougher* com os parâmetros do teste 9 para poder gerar massa suficiente para a etapa seguinte, os resultados do novo teste estão na tabela 4, e foi adotado inicialmente para o *cleaner* a matriz de 1.5 BigFLUX, água de lavagem com pressão de 4PSI, vazão de 0,338 m³/h, rotação de 6RPM e densidade de polpa próxima a de saída do *rougher*, um campo de 10.000G e amostragem de 20 segundos.

Durante realização do teste foi feita a amostragem e por análise visual decidiu-se realizar mais uma amostragem com campo de 5.000G e uma água de lavagem do concentrado em 6PSI, visando uma melhor seletividade das partículas e diminuindo a recuperação, pois visualmente notava-se a presença de pirocloro no concentrado final. Os parâmetros do *cleaner* podem ser vistos na tabela 3 e o resultado dos testes na tabela 5.

Tabela 3 – Parâmetros dos testes para o *cleaner*:

	TESTE 1	TESTE 2
MATRIZ	1.5 BF	1.5 BF
% SÓLIDOS	24%	24%
CAMPO	10.000G	5.000G

Tabela 4 – Resultados do segundo *rougher* com os parâmetros do teste 9:

Teste 1		
Médio	216.3	g
Não mag.	693.9	g
conc.	108.9	g
Total	1019.1	g
% não mag.	68%	
Rec.	32%	

Tabela 5 – Resultados do *cleaner*:

Teste 1			**Teste 2**		
Médio	84.4	G	Médio	88.9	g
Não mag.	248.7	G	Não mag.	290.5	g
Conc.	108.4	G	Conc.	69.1	g
Total	441.5	G	Total	448.5	g
% não mag.	75%		% não mag.	85%	
Rec.	25%		Rec.	15%	

A ideia era realizar o *cleaner* com mesmo tamanho de matriz do *rougher*, o mesmo campo de 10.000 G e com a densidade próxima a de saída da etapa anterior. Durante o teste *cleaner* 1 foi decidido realizar um outro teste com o campo de 5.000 G e uma pressão de 6 psi de água de lavagem para melhorar a seletividade.

Na repetição do *rougher*, com os parâmetros do teste 9, tive-se um resultado ainda melhor, com uma recuperação de 32% em massa. Analisando os resultados do *cleaner* é notado como as mudanças de parâmetros do teste 1 para o 2 influenciaram na seletividade do produto, passando a recuperação mássica de 25% para 15% e tendo essa diferença passada quase toda do magnético para o não magnético.

5.3. ANÁLISE QUÍMICA

Foram realizados testes de FRX em três amostras, a amostra cabeça (concentrado de flotação de minério de nióbio), alimentação do cleaner (do teste 9) e concentrado final (teste em campo de 5.000G). A tabela completa pode ser vista no anexo. Os resultados mais relevantes estão na tabela 6.

Tabela 6: Resultados das amostras para Nb_2O_5, TiO_2 e Fe_2O_3.

	Amostra cabeça	Alimentação do *cleaner*	Concentrado final (teste 2)
Nb_2O_5	61,66%	51,94%	25,66%
TiO_2	6,04%	10,42%	28,87%
Fe_2O_3.	2,54%	6,89%	28,19%

A escolha das amostras da alimentação do *cleaner* se deve a necessidade de se conhecer as características do material que irá para o *cleaner* e pelo fato de já sabermos que a fração não magnética da etapa *rougher* já é um produto, uma vez que no teste de DRX esse não apresentou nenhuma partícula de ilmenita.

No concentrado final o teste de FRX só foi realizado na segunda amostra pois visualmente se detectou uma menor presença de partículas de pirocloro em sua amostragem.

Com os resultados do FRX conseguimos calcular uma recuperação metalúrgica para o TiO_2 de 42,69% e de 63,04% para o Fe_2O_3, indicando que seria possível mais uma etapa para ter uma melhor recuperação de ilmenita no concentrado final.

6. CONCLUSÕES

A separação magnética vem se mostrando uma boa alternativa no que diz respeito ao processamento de partículas finas, apesar de ter que progredir em termos de recuperação mineral, apresentou uma boa captação de partículas magnéticas e paramagnéticas, além de não usar nenhum tipo de produto, químico ou não que possa gerar algum contaminante ou outro empecilho.

Comparando os resultados dos testes realizados na etapa *rougher*, percebe-se que a porcentagem de sólidos não mostrou influência na recuperação mássica, tendo melhorado em média apenas 1% quando reduzido de 40% para 30% de sólidos e sendo pior no teste 10, quando comparado com o teste 9.

Já a abertura do *gap* das matrizes e o campo magnético usado já apresentaram uma variação maior nos testes, melhorando em média 2 pontos percentuais quando analisadas separadamente. Essas duas variáveis influenciam de forma mais efetiva na possibilidade de partículas serem carregadas por arraste, além de melhorar a seletividade ao usar campos menores, pois diminui as chances de atrair partículas que podem assumir características magnéticas em campo muito alto.

Outro fator que pode ser avaliado foi a pressão da água de lavagem, passando de 4psi para 6psi e ao mesmo tempo reduzindo o campo de 10.000G para 5.000G a recuperação em massa passou de 25% para 15%. A mudança na pressão da água fez com que retirasse do concentrado aquelas partículas fracamente atraídas e também aquelas carregadas por arraste, tornando o concentrado um produto melhor teor de TiO_2.

Na análise química confirmou-se a tese de que é possível um concentrado mais rico em titânio quando temos menor campo e maior pressão de lavagem, visto que a amostra cabeça tinha um teor de 6,04% de TiO_2 e foi para 28,87% no concentrado final.

No concentrado de ilmenita, o teor médio para comercialização é de 54% de TiO_2. Apesar de o concentrado final não ter atingido o teor ideal para comercialização ele representa cerca de 5% da amostra cabeça, o que representa uma grande redução de material não produtivo. Além disso já na fração de não magnético do rougher tem um material que pode ser comercializado, que representa uma massa em torno de 66,5% da inicial.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]GAUSTEC. **Manual de Instrução – G-340 Minimag Dual**. Nova Lima: Gaustec, 2011. 30p. Jianwu Zeng, Luzheng Chen, Ruoyu Yang, Xiong Tong, Peng Ren, Yongming Zheng. Centrifugal high gradient magnetic separation of fine ilmenite. International Journal of Mineral Processing. V168, p.48-54, novembro 2017.

JIN-FANG Lv, HAN-PING Zhangd, XIONG Tonga, CHUN-LIN Fane, WEN-TAO Yangc,YONG-XING Zhenga. **Innovative methodology for recovering titanium and chromium froma raw ilmenite concentrate by magnetic separation after modifyingmagnetic properties**. Journal of Hazardous Materials. V325, p.251-260, março 2017.

J.SVOBODA. **A realistic description of the process of high-gradient magnetic separation. Minerals Engineering**, Vol. 14. No. I1, pp. 1493-1503, 2001

J.SVOBODA, T. Fujita. **Recent developments in magnetic methods of material separation. Minerals Engineering**, Vol. 16, p. 785–792, 2003.

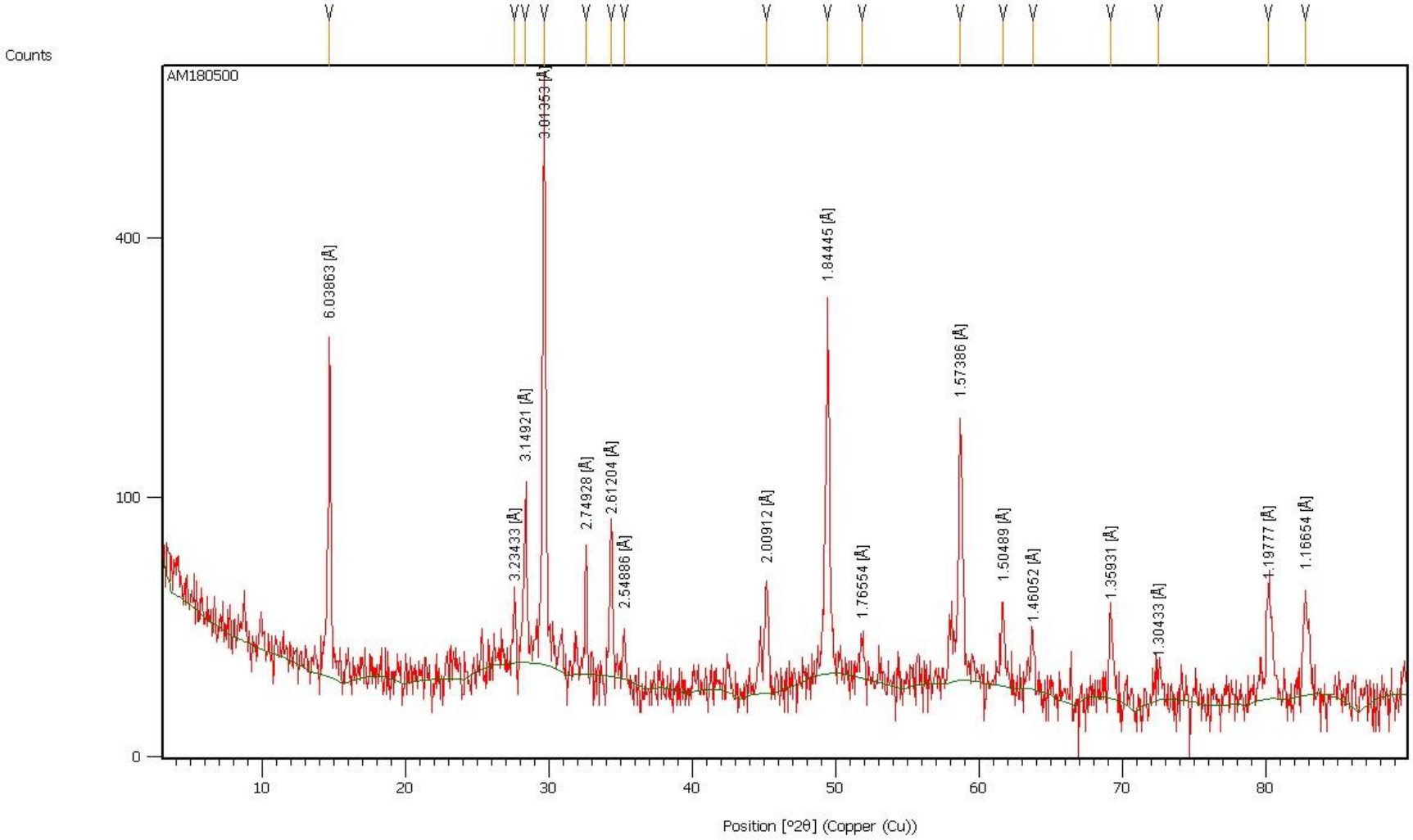
RIBEIRO, J. P.; RIBEIRO, C. H. T.; PINTO, P. F.; ROCHA, R. B. D. **The Challenge to Scavenge Iron from Tailings Produced By Flotation. A New Approach: The Super-WHIMS & the BigFLUX Magnetic Matrix**. Revista **Escola de Minas**, v. 70, n. 3, jul/set, 2017. p. 357-363.

VALARELLI, José Vicente. **O Minério de Nióbio, Titânio e Terras Raras de Catalão, GO. Tese de livre docência**, Universidade de São Paulo, Brasil. 1971.

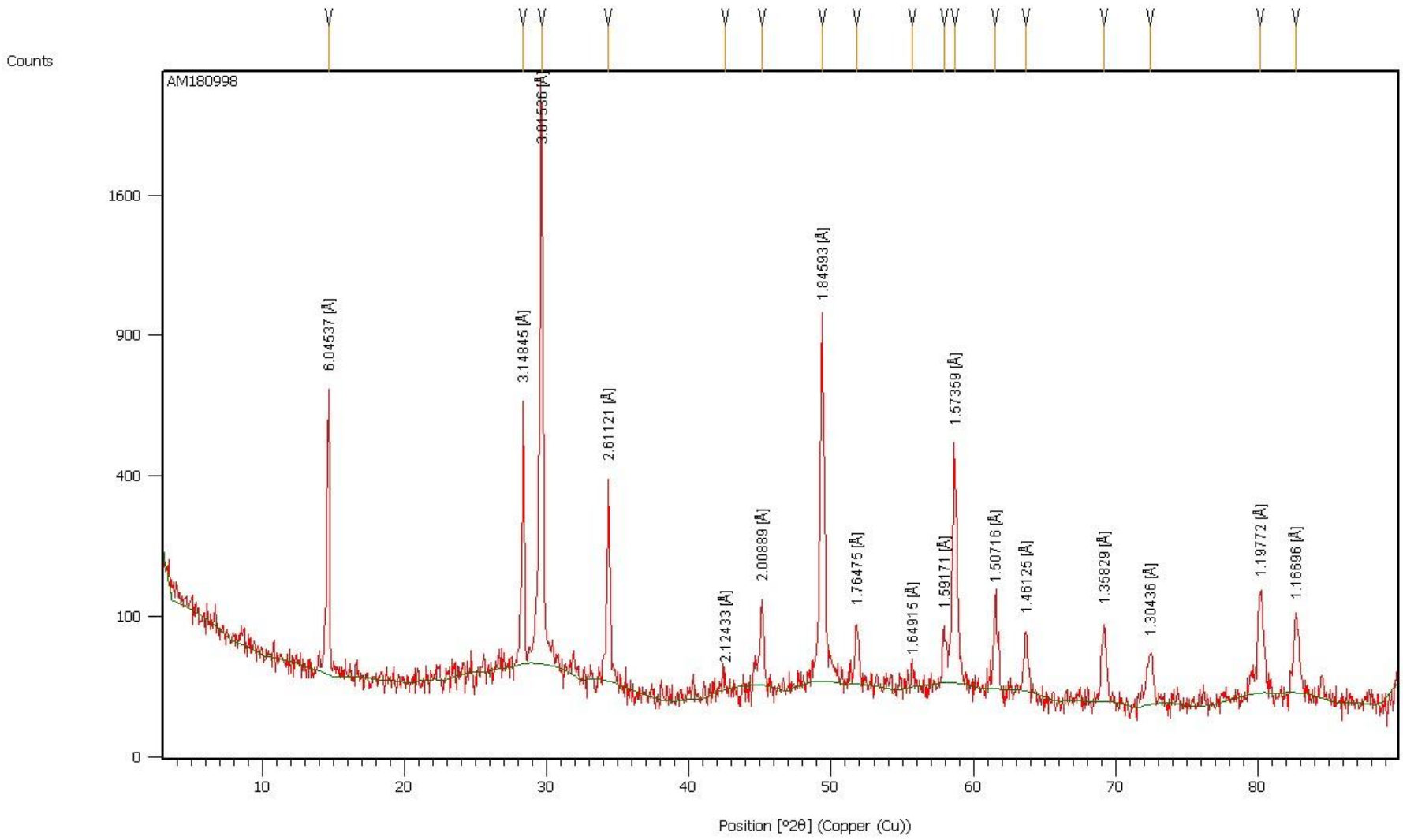
WATSON J.H.P. and BOLT L., **High temperature superconductors for magnetic separation**. In: *XXI Int. Min. process. Congress*, Roma, Italy (P. Massacci, Editor), 2000, A7-105

8. ANEXOS

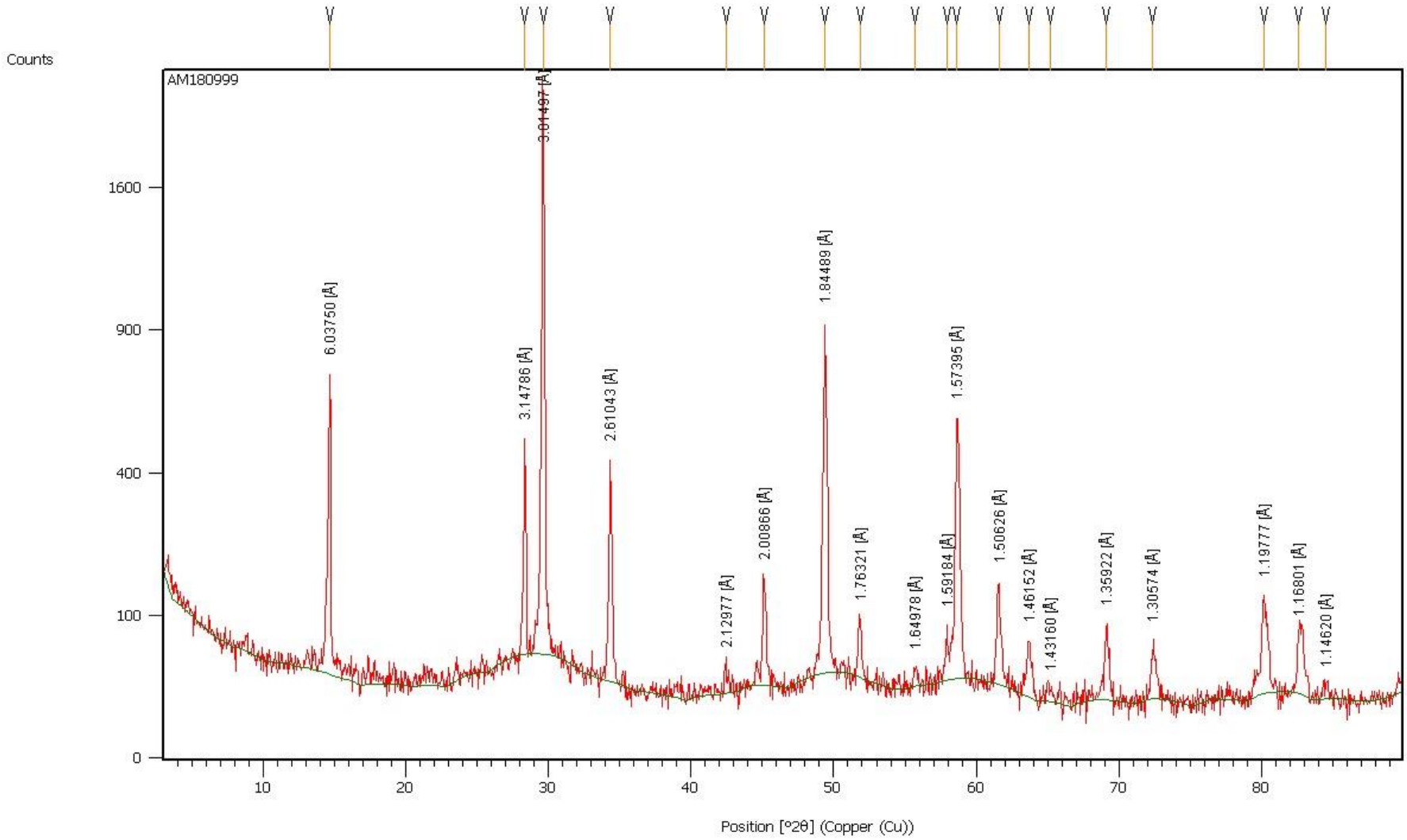
DRX da amostra cabeça:



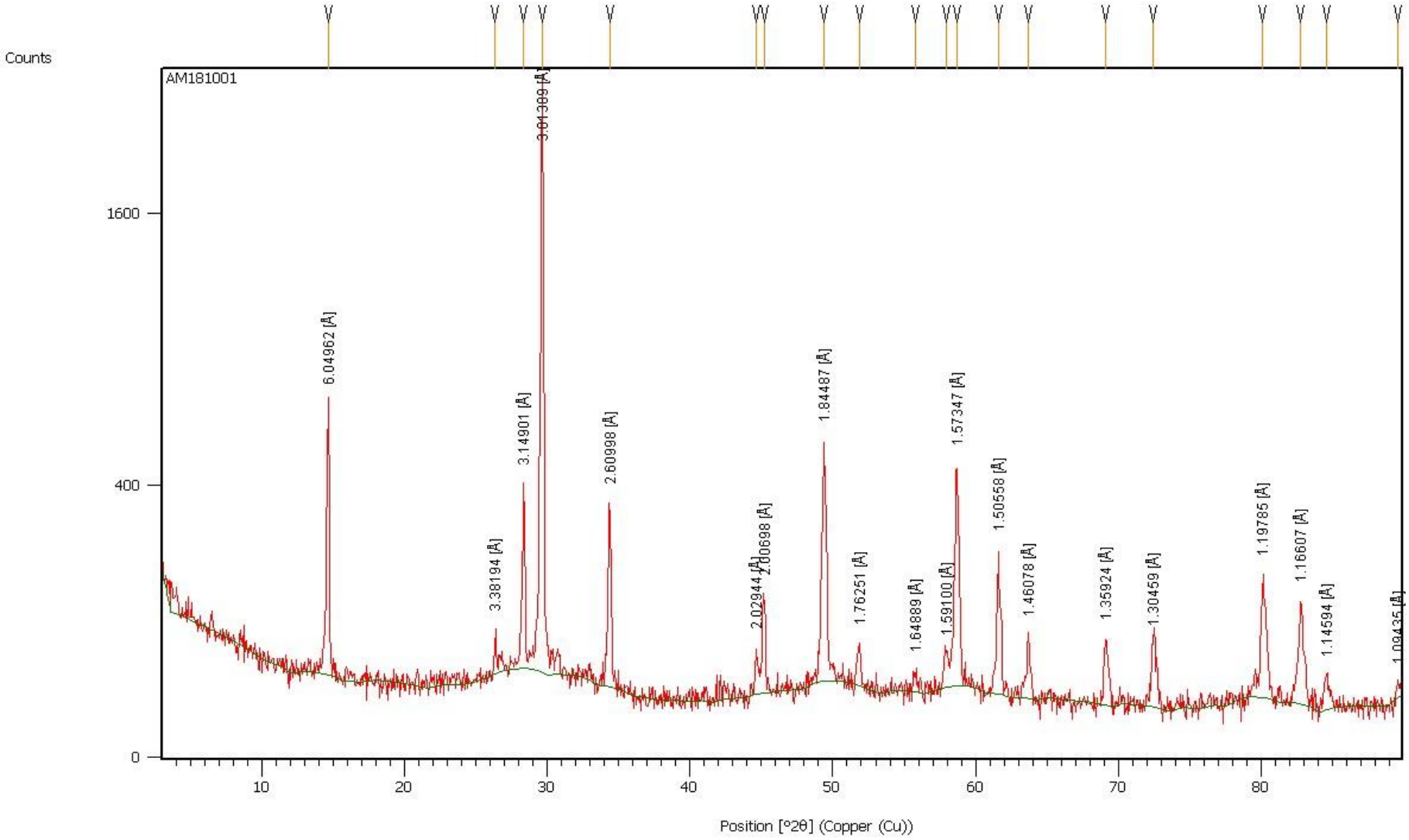
DRX do teste 1 para a fração não magnética:



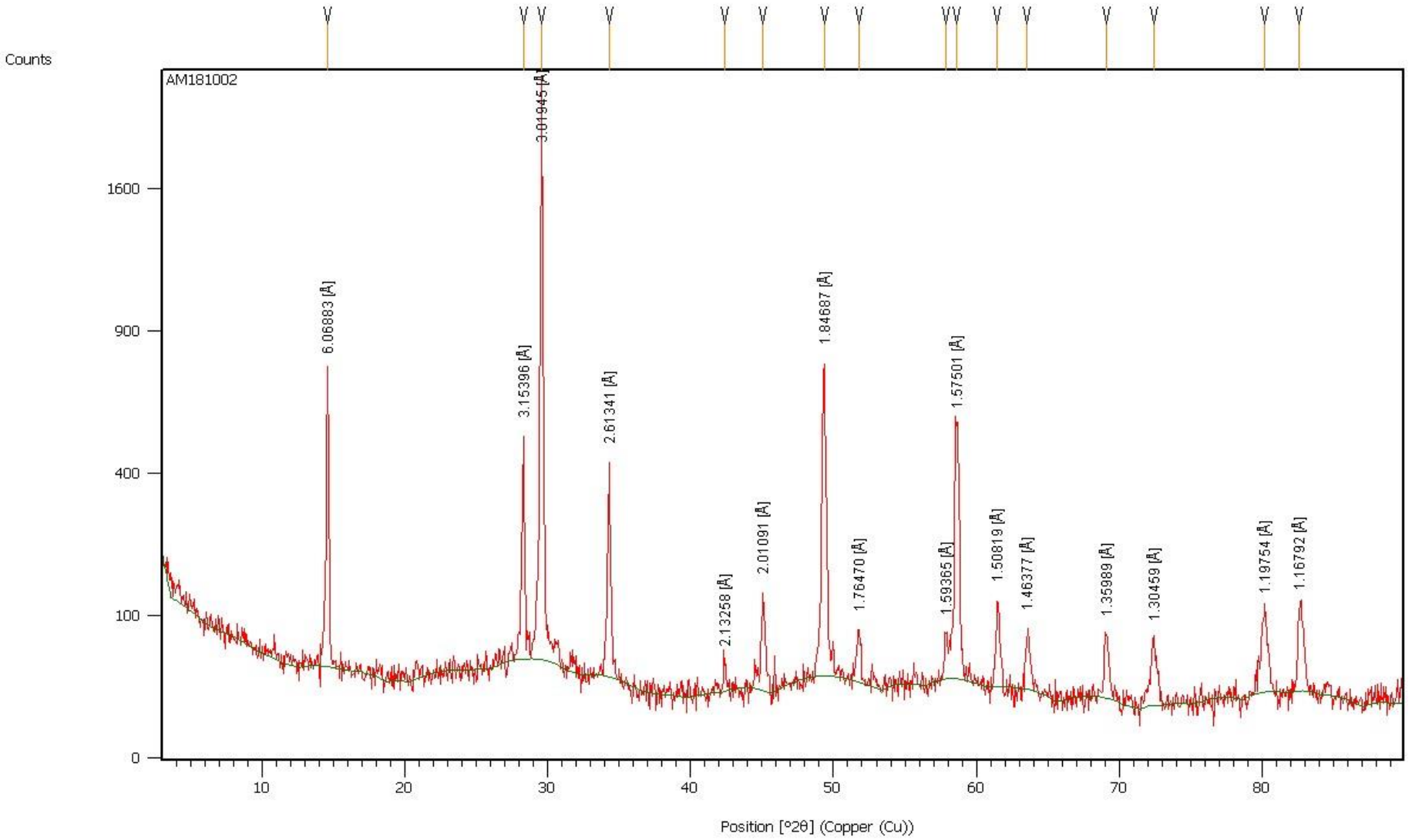
DRX do teste 2 para a fração não magnética:



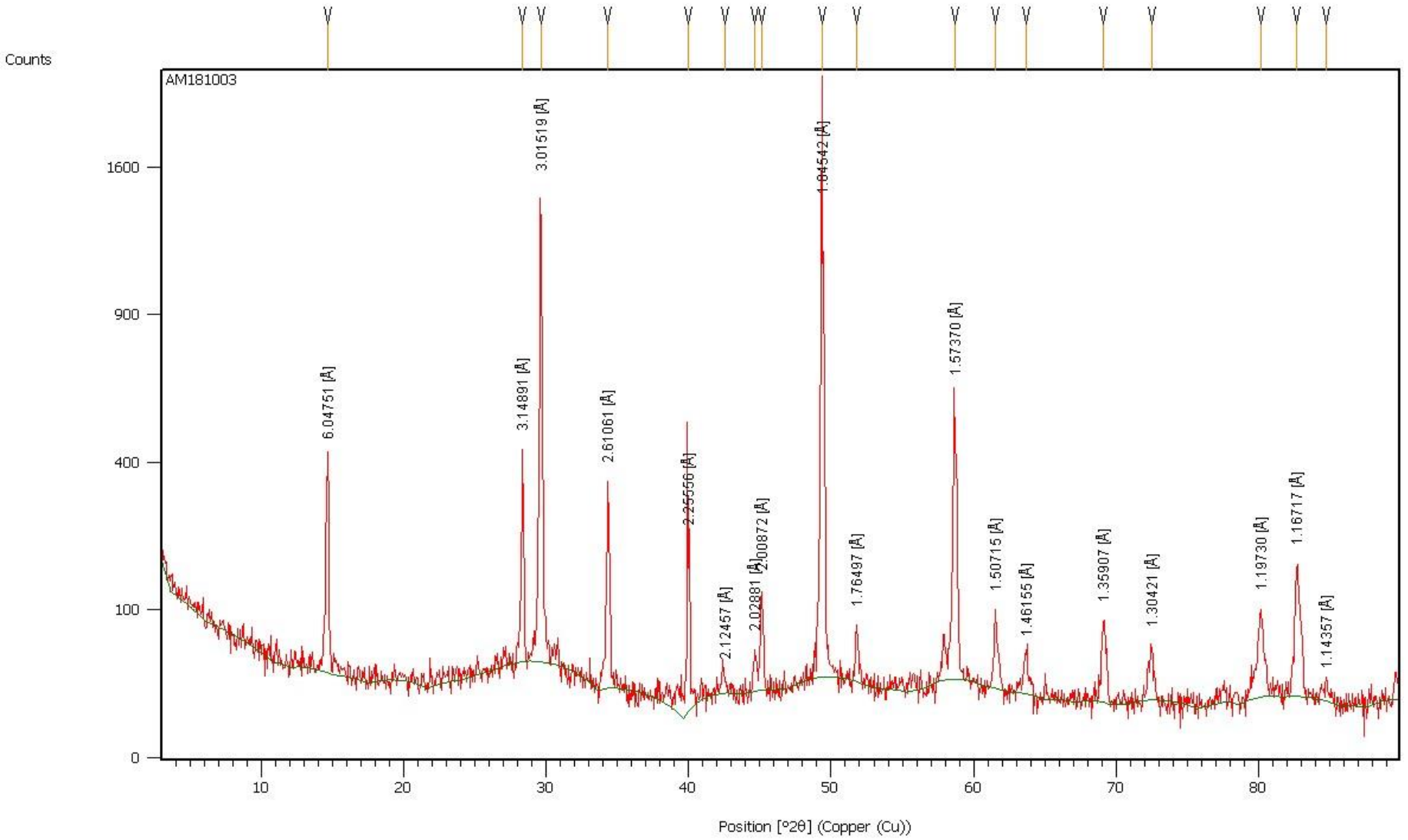
DRX do teste 3 para a fração não magnética:



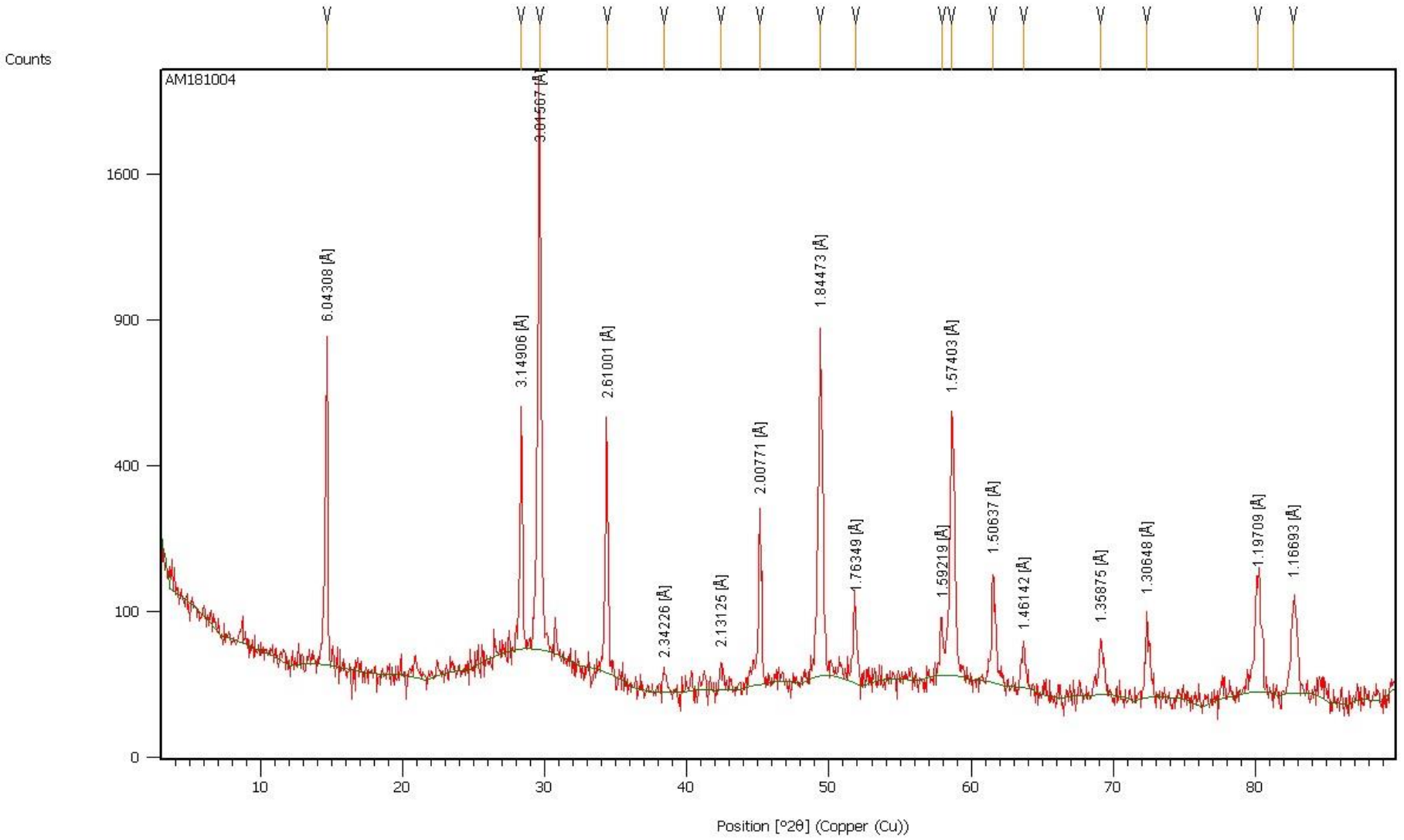
DRX do teste 4 para a fração não magnética:



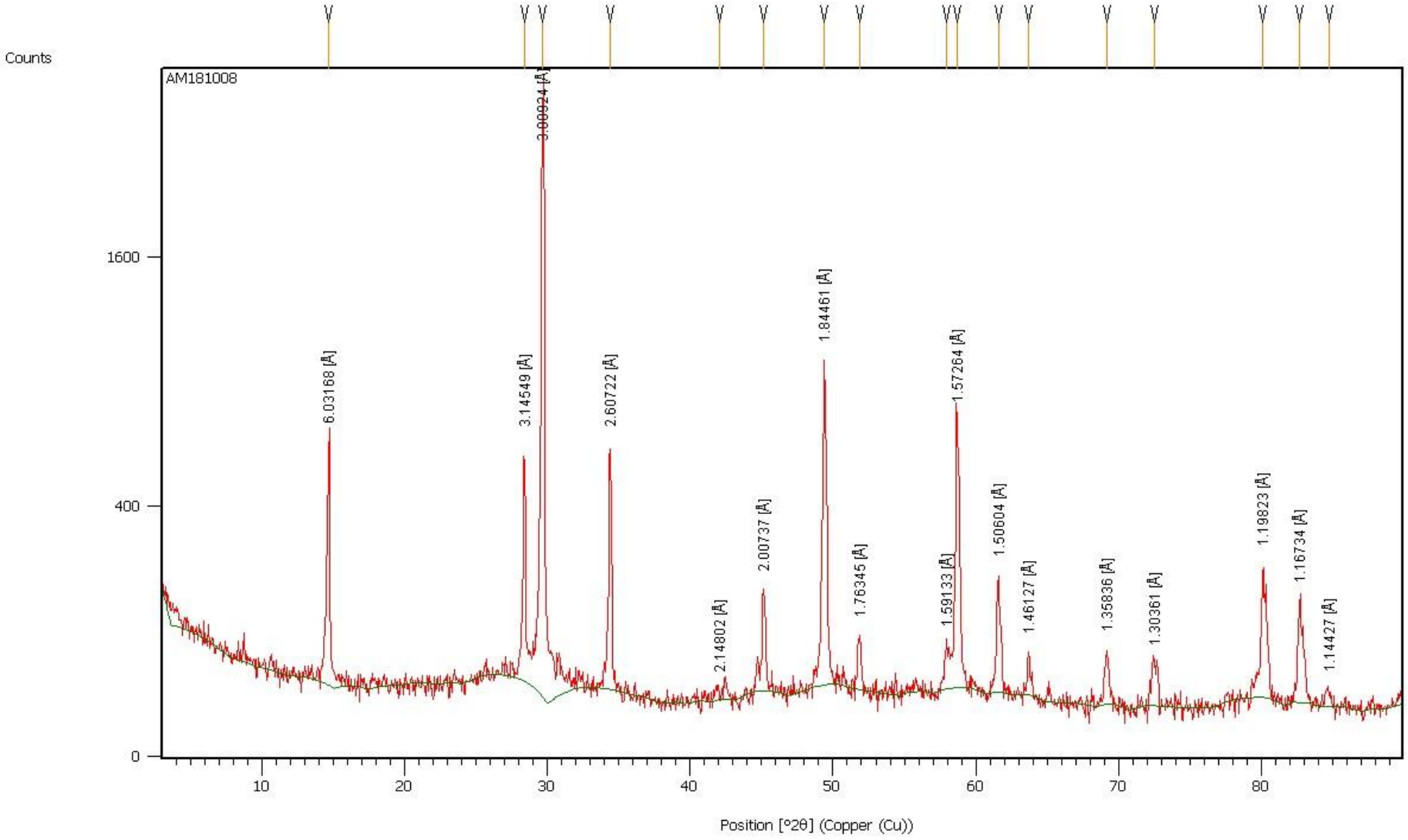
DRX do teste 5 para a fração não magnética:



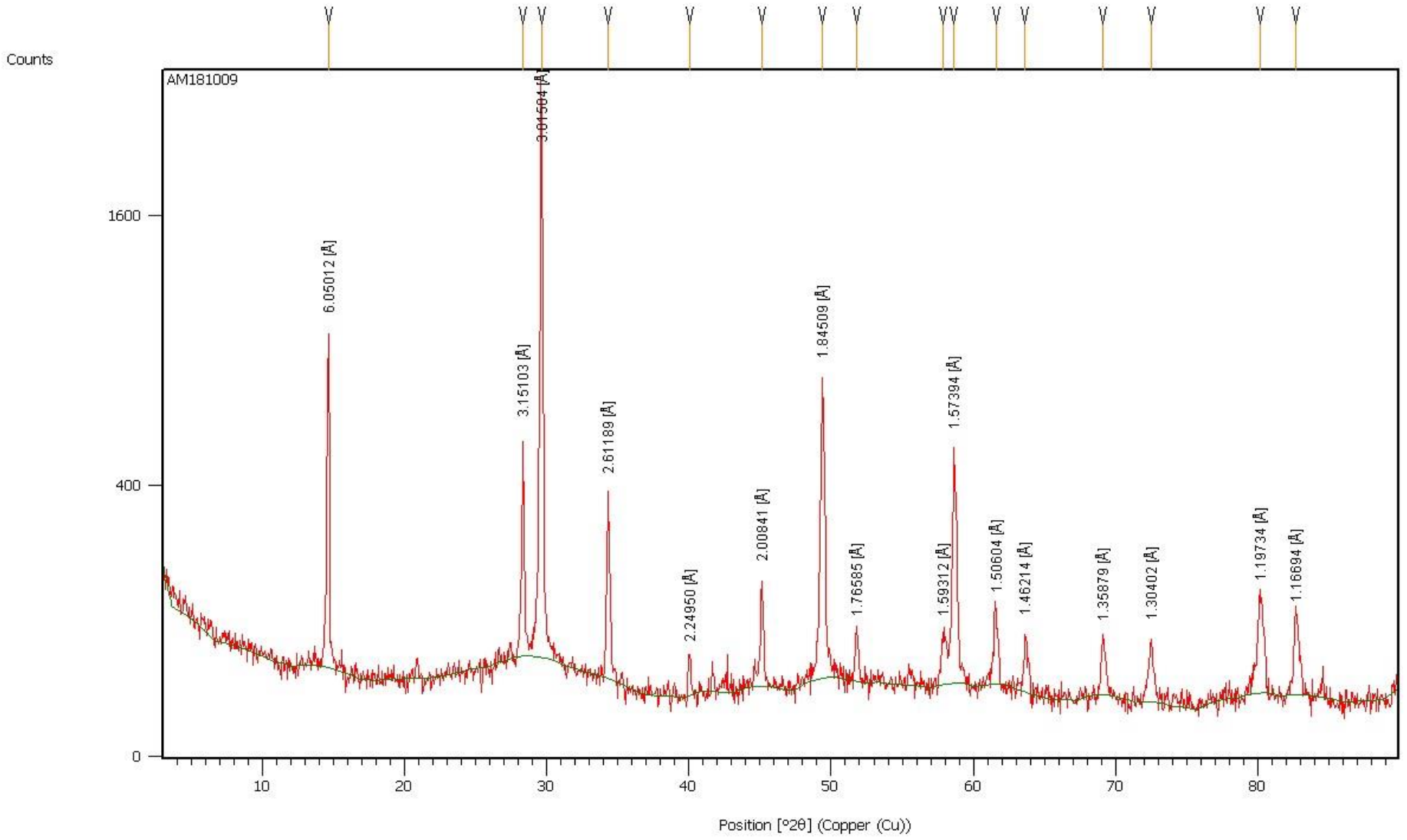
DRX do teste 6 para a fração não magnética:



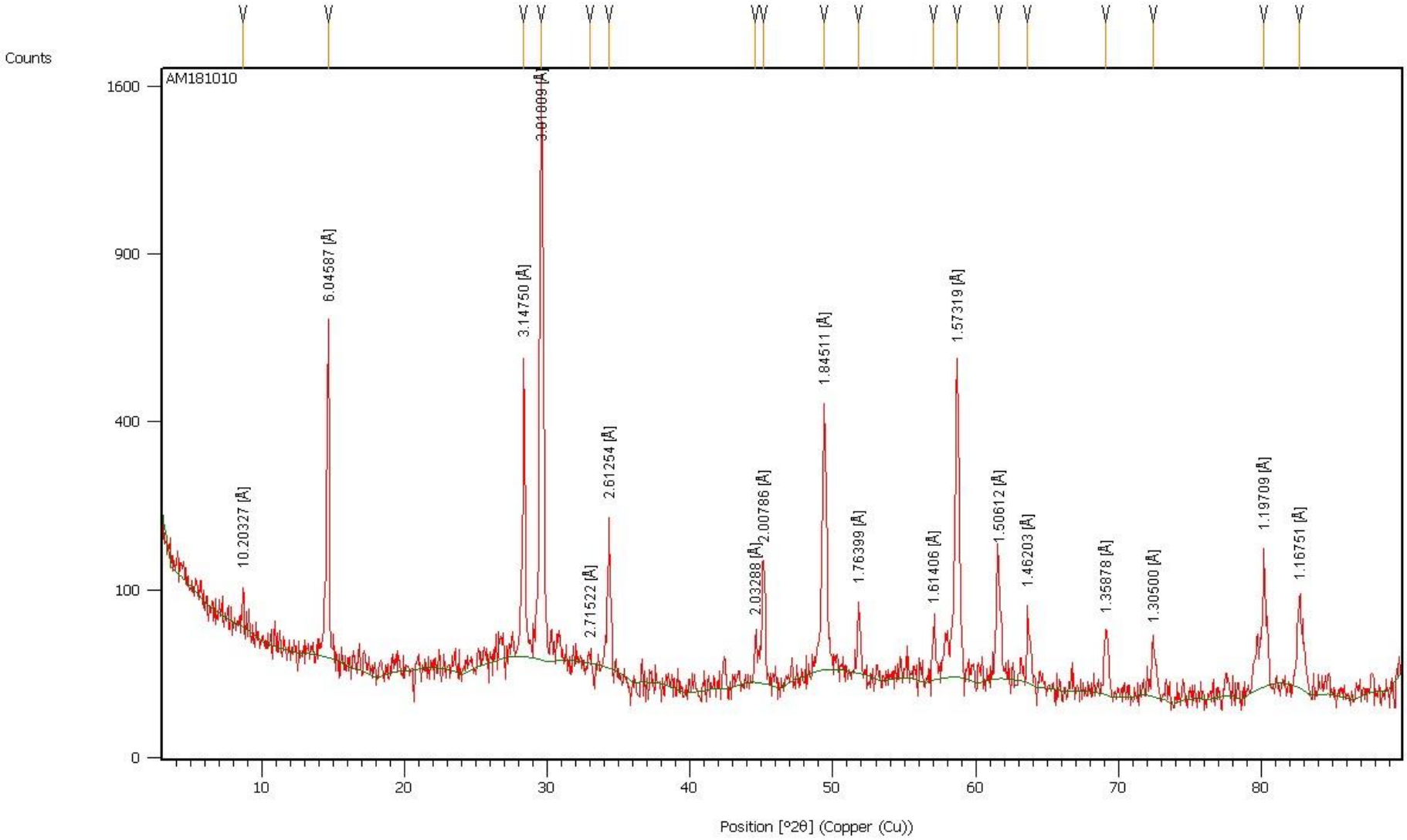
DRX do teste 7 para a fração não magnética:



DRX do teste 8 para a fração não magnética:



DRX do teste 9 para a fração não magnética:



DRX do teste 10 para a fração não magnética:

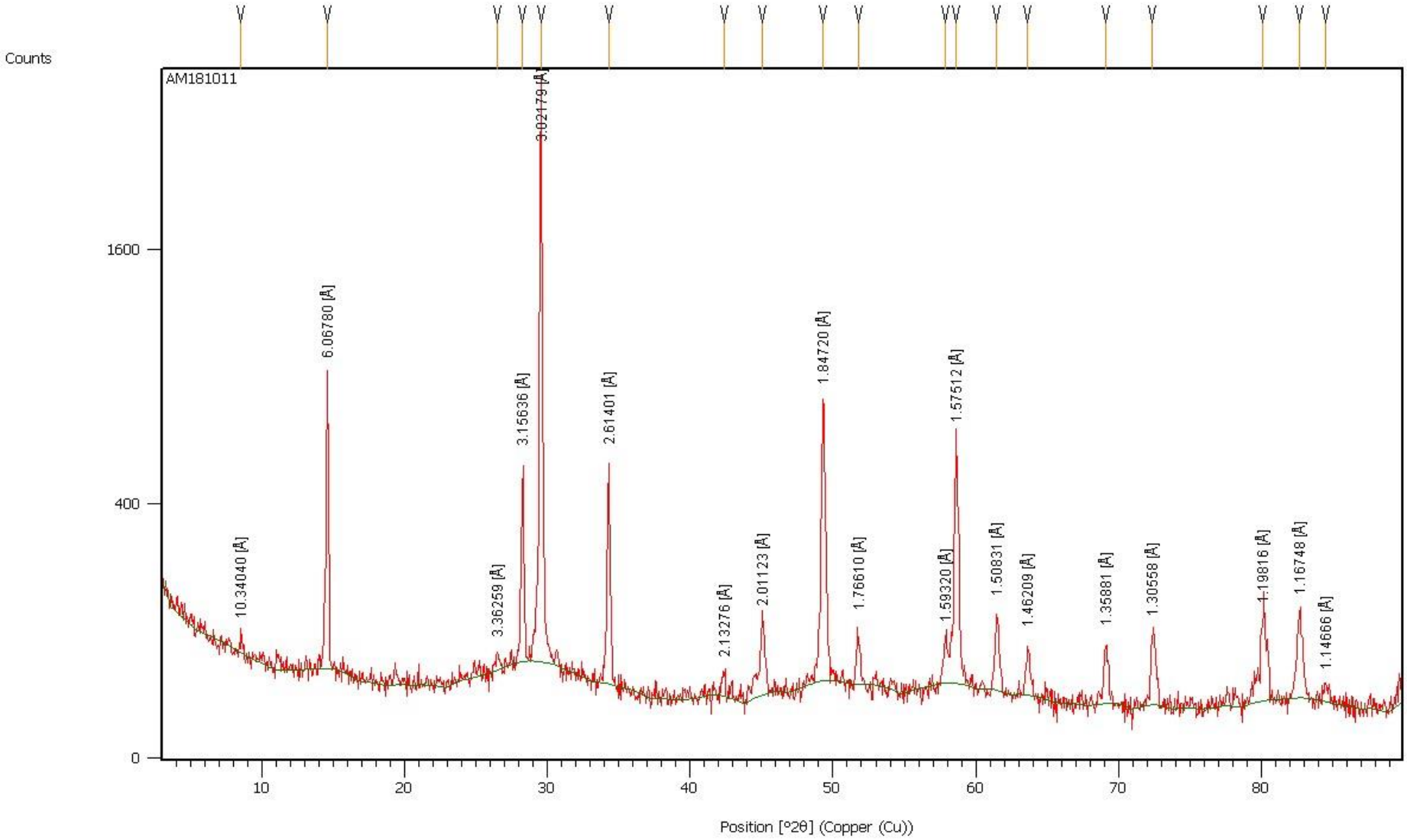


Tabela – Resultados de cada teste *rougher*:

Teste 1			**Teste 2**			**Teste 3**		
Médio	323.1	g	Médio	166.4	g	Médio	288.4	g
Não mag.	701.5	g	Não mag.	398.7	g	Não mag.	675.1	g
Conc.	185.5	g	Conc.	107.9	g	Conc.	156.4	g
Total	1210.1	g	Total	673	g	Total	1119.9	g
%não mag.	58%		%não mag.	59%		%não mag.	60%	
Rec.	42%		Rec.	41%		Rec.	40%	
Teste 4			**Teste 5**			**Teste 6**		
Médio	157.2	g	Médio	244.2	g	Médio	169	g
Não mag.	401.2	g	Não mag.	632.2	g	Não mag.	447	g
Conc.	91.5	g	Conc.	105.2	g	Conc.	75.2	g
Total	649.9	g	Total	981.6	g	Total	691.2	g
%não mag.	62%		%não mag.	64%		%não mag.	65%	
Rec.	38%		Rec.	36%		Rec.	35%	
Teste 7			**Teste 8**			**Teste 9**		
Médio	230.1	g	Médio	127.9	g	Médio	228.4	g
Não mag.	586.6	g	Não mag.	336.5	g	Não mag.	624	g
Conc.	137	g	Conc.	80.6	g	Conc.	108.9	g
Total	953.7	g	Total	545	g	Total	961.3	g
%não mag.	62%		%não mag.	62%		%não mag.	65%	
Rec.	38%		Rec.	38%		Rec.	35%	
Teste 10								
Médio	145.5	g						
Não mag.	382.7	g						
Conc.	69.9	g						
Total	598.1	g						
%não mag.	64%							
Rec.	36%							

Análise química das amostras: concentrado da flotação, alimentação do *cleaner* e concentrado final 2 (cc2):

FRX Service Ltda

Centro de Caracterização de Minerais e Materiais

Cliente: Fundação Christiano Ottoni
Solicitante: TCC ALEXANDRE HALLACK
Data: 20 de Novembro de 2018

Identificação		Ensaios (%)																		
		Gravimetria	Fluorescência de Raios X																	
FRX	Cliente	PPC 1000°C	Al2O3	CaO	Fe2O3	K2O	MgO	MnO	Na2O	Nb2O5	P2O5	SiO2	TiO2	SO3	SrO	BaO	La2O3	CeO2	Nd2O3	ThO2
40707	ALIMENTACAO CC	2,57	1,05	9,34	6,89	0,76	1,09	0,23	4,93	51,94	0,23	4,51	10,42	0,02	1,36	0,45	0,43	1,42	0,40	1,47
40708	CONCENTRADO FLOTACAO NIÓBIO	2,86	0,71	9,31	2,54	0,65	0,71	0,08	5,26	61,66	0,23	3,84	6,04	< 0,01	1,60	0,60	0,32	1,27	0,35	1,59
40709	CC2 - MAG	1,34	0,44	4,79	28,19	0,47	1,88	0,74	1,65	25,66	0,14	2,82	28,87	0,24	0,68	0,21	< 0,01	0,63	0,13	0,78

FRX Service Ltda - CNPJ :06164520/0001-16 - Insc. Estadual : Isento
Av. Beira Rio, 10245, Distrito Industrial Simão da Cunha, Santa Luzia - MG, CEP : 33040-260
Tel: (31) 9159-1841