

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS, METALÚRGICA
E MATERIAIS – PPGE3M

STÉPHANIE OLIVEIRA MOURA E SÁ

A INFLUÊNCIA DE ÍONS DISSOLVIDOS NA FLOTAÇÃO DE SILICATOS DE UM
CIRCUITO PARA REAPROVEITAMENTO DE REJEITO DE PIROCLORO

PORTO ALEGRE

2023

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS, METALÚRGICA
E MATERIAIS – PPGE3M

STÉPHANIE OLIVEIRA MOURA E SÁ

A INFLUÊNCIA DE ÍONS DISSOLVIDOS NA FLOTAÇÃO DE SILICATOS DE UM
CIRCUITO PARA REAPROVEITAMENTO DE REJEITO DE PIROCLORO

Dissertação submetida ao Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e
Materiais, como requisito parcial à obtenção do título
de Mestre em Engenharia, modalidade Acadêmica

Orientador: Prof. Dr. Rafael Teixeira Rodrigues (UFRGS)

Coorientador: Dr. Elves Matiolo (CETEM/MCTI)

PORTO ALEGRE

2023

Dedico este trabalho a minha
família pelo apoio constante.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. Rafael Teixeira Rodrigues pela orientação, confiança e empenho para me ajudar sempre que foi necessário;

Ao meu coorientador Dr. Elves Matiolo pelo incentivo a realização deste mestrado, pelo apoio técnico e paciência, fundamentais para o meu crescimento pessoal e profissional;

Ao Dr. Hudson Couto pela constante disposição de me ajudar, seu apoio foi fundamental para realização deste trabalho;

A Amanda Soares pela amizade, compreensão, paciência e apoio. Seus incentivos e sábios conselhos foram essenciais nesta jornada.

Aos alunos de iniciação científica que colaboraram nos ensaios experimentais realizados, Gabriel Dutra e Daniel Relva.

Ao Andrey Linhares pela paciência e sua inquestionável disposição e cooperação durante todo o mestrado;

Ao Dr. Paulo Braga e o Dr. Ysrael Marrero pelo auxílio e permissão para uso dos equipamentos de seus respectivos laboratórios;

A todos do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – PPG3M (UFRGS). Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de mestrado;

A empresa CMOB Brasil pelo fornecimento da amostra e apoio para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI) pelo apoio e infraestrutura concedida. A todos da Coordenação de Processamento e Tecnologia Minerais. A todos da Coordenação de Análises Minerais e Coordenação de Processos Metalúrgicos e Ambientais que auxiliaram na execução do trabalho experimental, em especial a Kátia, Gabriel e Ana Lúcia;

Aos demais colegas e amigos que conviveram comigo e me apoiaram: Caio, Thalia, Thaís, Suellen, Daniele, Iasnaya, Matheus, Raisia, Júlia, Caroline, Diego, Filipe, Beatriz;

A toda minha família pela compreensão e estímulo aos estudos dedicados durante toda a minha vida, em especial meus pais Joaquim e Jandira e minhas irmãs Izadora e Ingrid. Ao Bruno pelo apoio, carinho e palavras de incentivo.

RESUMO

A recirculação de água no processamento mineral pode ocasionar efeitos adversos na flotação, devido à presença de íons dissolvidos na água. O presente estudo avaliou a influência da qualidade da água de processo na etapa de flotação de silicatos de um circuito de processamento mineral de pirocloro. A água proveniente da recirculação foi caracterizada quanto aos íons presentes e apresentou as seguintes concentrações máximas: 13 mg/L de Ca^{2+} e Mg^{2+} , 200 mg/L de K^+ , 862 mg/L de Na^+ , 1323 mg/L de Cl^- , 84 mg/L de F^- e 112 mg/L de SO_4^{2-} . Os ensaios de concentração por flotação foram realizados em célula mecânica, comparando o uso de água de abastecimento da rede pública com a água de processo, e utilizando água preparada com concentração conhecida de íons, para determinar o efeito individual de cada íon na flotação. A amostra de minério é proveniente da barragem de rejeitos, e passou por etapas de classificação em peneiras e hidrociclone, gerando três alíquotas com diferentes distribuições granulométricas, nomeadas A (P_{90} de 106 μm e 16% passante em 20 μm), B (P_{90} de 125 μm e 11% passante em 20 μm) e C (P_{90} de 125 μm e 17% passante em 20 μm). Nos resultados dos ensaios com a amostra A, utilizando água de processo, não foi observado diferenças significativas nas recuperações de SiO_2 , para as mesmas dosagens de coletor, em comparação aos ensaios realizados com água da rede de abastecimento público. No entanto, a perda de Nb_2O_5 foi maior, bem como houve maior recuperação de P_2O_5 e CaO para o concentrado da flotação. Com a amostra B foram testados dois níveis de depressor (350g/t e 550g/t). Na dosagem mais baixa, a seletividade da flotação foi mantida, e obteve-se menores perdas de Nb_2O_5 nos ensaios com água da rede de abastecimento. Na dosagem mais alta, os ensaios com água da rede apresentaram teores semelhantes ao com uso da água de processo, porém com maiores recuperações de SiO_2 . A amostra C, apresentou recuperações similares, e menores teores de SiO_2 no concentrado para qualquer água utilizada. Nos ensaios realizados para avaliar o efeito de íons individualmente, a presença de NaCl resultou em maiores recuperações de ganga, e maior perda de Nb_2O_5 . A recuperação de SiO_2 diminuiu na presença de Ca^{2+} e aumentou com F^- e SO_4^{2-} . As perdas de Nb_2O_5 aumentaram na presença de F^- e Ca^{2+} . Os outros óxidos apresentaram recuperações para o concentrado da flotação maiores nos ensaios com dosagem conhecida de íons.

Palavras-chave: Pirocloro, Silicatos, Íons dissolvidos, Amina, Água de processo

ABSTRACT

Water recirculation in mineral processing can cause adverse effects on flotation due to the presence of contaminants such as dissolved ions in the water. This study evaluated the influence of process water quality on the stage of silicates flotation from a mineral processing circuit of pyrochlore. Water from mineral processing recirculation was characterized for its ion content and showed the following maximum concentrations: 13 mg/L of Ca^{2+} and Mg^{2+} , 200 mg/L of K^+ , 862 mg/L of Na^+ , 1323 mg/L of Cl^- , 84 mg/L of F^- , and 112 mg/L of SO_4^{2-} . The tests were carried out in a mechanical cell, comparing the use of supply water from the network, the use of process water, and the use of water with a known concentration of ions to determine the individual effect of each ion on flotation. The sample comes from a tailings dam and went through classification stages in sieves and hydrocyclones, generating three aliquots with different size distributions, named A (P_{90} of 106 μm and 16% passing 20 μm), B (P_{90} of 125 μm and 11% passing 20 μm) e C (P_{90} of 125 μm and 17% passing 20 μm). In the tests with sample A, using process water, there were no significant differences in SiO_2 recoveries for the same collector dosages compared to tests carried out with tap water. However, the loss of Nb_2O_5 was higher, and there was a higher recovery of P_2O_5 and CaO for the flotation concentrate. With sample B, two depressant levels (350g/t and 550g/t) were tested. At the lower dosage, flotation selectivity was not compromised, with lower losses of Nb_2O_5 in tests with tap water. At the higher dosage, tests with tap water showed similar levels to those using process water, but with higher SiO_2 recoveries. Sample C showed similar recoveries and lower SiO_2 content in the concentrate product for any water used. In tests carried out to evaluate the effect of individual ions, the presence of NaCl resulted in higher gangue recoveries and greater loss of Nb_2O_5 . SiO_2 recovery decreased in the presence of Ca^{2+} and increased with F^- and SO_4^{2-} . Nb_2O_5 losses increased in the presence of F^- and Ca^{2+} . The other oxides showed higher flotation concentrate recoveries in tests with a known ion dosage.

Keywords: Pyrochlore; Silicates; Dissolved ions; Amine; Process Water

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Circuito de beneficiamento de pirocloro das operações de Catalão	10
Figura 2 - Representação da dupla camada elétrica ao redor de uma partícula em meio aquoso.	12
Figura 3 - Potencial zeta do quartzo em meio aquoso na presença de $1,5 \times 10^{-3}$ mol/L de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} e Al^{3+}	14
Figura 4 - Representação da adsorção de coletor catiônico na superfície de um mineral carregada negativamente.	16
Figura 5 - Curvas de potencial zeta em função do pH na presença de $30 \text{mg}/\text{dm}^3$ do coletor Flotigam EDA. a) Biotita b) Flogopita c) Quartzo d) Curvas de potencial zeta em pH 10 em função da concentração do coletor.....	17
Figura 6 - Adsorção de amina na superfície do quartzo em função de sua concentração na solução, em pH 10, na ausência e presença de $50 \text{mg}/\text{L}$ de CaCl_2	18
Figura 7 - Flotabilidade dos minerais: quartzo, flogopita e biotita em função da concentração do coletor catiônico Flotigam EDA em pH 10.....	19
Figura 8 - Potencial zeta do quartzo em pH natural na presença de dodecilamina e NaCl	23
Figura 9 - Recuperação de quartzo em ensaios de microflotação em função do pH. a) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M sem adição de NaCl . b) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M com adição de $0,6$ M NaCl . c) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M com adição de $0,6$ M NaCl . d) Concentração de coletor: 1×10^{-4} M com adição de $0,6$ M NaCl	23
Figura 10 – Recuperação de albita e microclínio <i>versus</i> concentração de amina na flotação. a) Flotação padrão. b) Flotação na presença de NaCl e KCl 5×10^{-2} M.....	25
Figura 11 - Flotação de minério de ferro em relação a concentração de íons presentes na água. a) Recuperação de Fe. b) Teor de Fe no concentrado. c) Teor de SiO_2 no concentrado. d) Recuperação de quartzo em ensaios de microflotação em relação ao pH.	26
Figura 12 - Imagem da espuma e bolhas na flotação utilizando NaCl e MIBC.	27
Figura 13 - Recuperação de caulinita em pH 10 por dosagem do coletor eter-amina na ausência e presença de NaCl e espumante MIBC.....	28
Figura 14 - Desenho esquemáticos das interações caulinita-amina proposto pelos autores. a) Na presença de água destilada. b) Na presença de NaCl	29
Figura 15 - Influência de íons na flotação de barita: recuperação relativa em relação a recuperação do teste padrão <i>versus</i> concentração de íons.....	30
Figura 16 - Influência de íons na flotação de apatita: recuperação relativa em relação a recuperação do teste padrão <i>versus</i> concentração de íons.....	31
Figura 17 – Recuperação de feldspato <i>versus</i> concentração de cátions Ca^{2+} e K^+ na flotação com amina ($400 \text{g}/\text{t}$), pH 8.....	32
Figura 18 - Recuperação de albita e microclínio na presença de 10^{-2} M CaCl_2 e BaCl_2 <i>versus</i> concentração de amina	33
Figura 19 - Recuperação de apatita <i>versus</i> concentração iônica	34
Figura 20 - Recuperação de SiO_2 <i>versus</i> concentração do coletor na flotação. a) Efeito de 20 - 60 mg/L de Ca^{2+} . b) Efeito de 1 a $2 \text{g}/\text{l}$ de Ca^{2+}	35
Figura 21 – Recuperação do mineral em função da dosagem de CaCl_2 e amido, em pH $10,5$. a) Recuperação de quartzo (amina = $2,5$ mg/L). b) Recuperação de hematita (amina = $50 \text{mg}/\text{L}$).....	36
Figura 22 - Recuperação <i>versus</i> teor de Fe na presença de íons Mg^{2+} e Ca^{2+}	38
Figura 23 - Recuperação de quartzo e hematita em relação a dosagem de amido e MgCl_2 . Dosagem de amina = $2,5$ mg/L para quartzo e $50 \text{mg}/\text{L}$ para hematita em pH $10,5$	38
Figura 24 - Recuperação de fluorita e calcita em função do pH. a) Ausência de NaF b) 250 mg/L NaF	41
Figura 25 - Recuperação de P_2O_5 <i>versus</i> concentração de íons na água.	42
Figura 26 - Recuperação de Fe <i>versus</i> teor de Fe no concentrado. Pré-tratamento com CaCl_2 e MgCl_2 - $200 \text{mg}/\text{L}$	43
Figura 27 - Recuperação/teor de Fe e teor de SiO_2 em função da concentração de NaCl e Na_2SO_4	44
Figura 28 - Flotação de pirocloro e microclínio utilizando água potável e água de processo.....	45
Figura 29 - Flotação catiônica de silicatos em pH 6 . a) Flotação em água destilada e da rede de abastecimento. b) Flotação em água de processo.....	46

Figura 30 - Potencial zeta em função do pH. a) Pirocloro, microclinio e quartzo em eletrólito de background KCl ($1 \times 10^{-3} \text{M}$). b) Pirocloro em diferentes concentrações de CaCl_2	47
Figura 31 - Fluxograma de processo utilizado para a preparação de amostras.	48
Figura 32 - Etapas de homogeneização: pilha cônica e alongada para caracterização.....	49
Figura 33 - Preparação de amostras para flotação. a) Solução padrão de sais, para ajuste da concentração iônica dos ensaios. b) Amostra da polpa de alimentação após filtragem. c) Diluição da amostra com água de interesse (solução salina/água da rede ou processo). d) Volume final da amostra com porcentagem de sólidos de 50%.	53
Figura 34 - Flotação de silicatos após a exaustão da espuma. a) Etapa <i>rougher</i> . b) Etapa <i>cleaner</i>	54
Figura 35 - Distribuição granulométrica da amostra.....	56
Figura 36 - Distribuição granulométrica antes e após a deslamagem – Amostra A.....	59
Figura 37 - Distribuição granulométrica da amostra antes e após a deslamagem – Amostras B e C.....	60
Figura 38 - Recuperação de SiO_2 versus teor de SiO_2 para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t. Coletor 270 a 560g/t - Amostra A	62
Figura 39 - Recuperação de SiO_2 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A	63
Figura 40 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A	63
Figura 41 - Recuperação de CaO versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A	64
Figura 42 - Recuperação de P_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A	65
Figura 43 - Recuperação de SiO_2 versus teor de SiO_2 para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede – Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	67
Figura 44 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede – Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	68
Figura 45 - Recuperação versus teor de SiO_2 para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C.....	69
Figura 46 - Recuperação de SiO_2 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B	70
Figura 47 - Recuperação de SiO_2 em função da dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C	71
Figura 48 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	72
Figura 49 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C	73
Figura 50 - Recuperação de CaO versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B.....	74
Figura 51 - Recuperação de CaO versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C.....	75
Figura 52 - Recuperação de P_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C.....	76
Figura 53 - Recuperação de Fe_2O_3 versus dosagem de coletor para o concentrado <i>cleaner</i> - Ensaios água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C.....	76
Figura 54 - Diagrama de especiação química de espécies presentes na água da rede de abastecimento	77
Figura 55 - Diagrama de especiação química de espécies presentes na água de processo.....	78
Figura 56 - Quantidade de amina residual na água filtrada dos produtos da flotação. Ensaios com água da rede e de processo. Depressor: 350g/t. Coletor: 300 a 500g/t – Amostra B.....	79
Figura 57 - Recuperação de SiO_2 para o concentrado <i>cleaner</i> versus dosagem de coletor. Ensaios água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	81
Figura 58 - Perda de Nb_2O_5 para o concentrado <i>cleaner</i> em função da variação da dosagem de coletor em ensaios com solução de NaCl . versus dosagem de coletor. Ensaios água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	82
Figura 59 - Recuperação de CaO para o concentrado versus dosagem de coletor. Ensaios água sintética:	

Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	83
Figura 60 - Recuperação de P ₂ O ₅ para o concentrado <i>versus</i> dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	83
Figura 61 - Recuperação de Fe ₂ O ₃ para o concentrado <i>versus</i> dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.....	84
Figura 62 - Recuperação de SiO ₂ para o concentrado <i>cleaner</i> . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	85
Figura 63 - Perda de Nb ₂ O ₅ para o concentrado <i>cleaner</i> . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	85
Figura 64 - Recuperação de CaO para o concentrado <i>cleaner</i> . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	86
Figura 65 – Teor de SiO ₂ para o concentrado <i>cleaner</i> . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl – Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	86
Figura 66 - Quantidade de amina residual na água filtrada da flotação. Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl – Depressor: 350g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	88
Figura 67 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaCl.....	89
Figura 68 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de CaCl ₂	91
Figura 69 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de MgCl ₂ – 10mg/L de Mg.....	92
Figura 70 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de MgCl ₂ – 100mg/L de Mg.....	92
Figura 71 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de KCl.....	93
Figura 72 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaF.....	93
Figura 73 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaSO ₄	94
Figura 74 - Recuperação de SiO ₂ para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	95
Figura 75 - Perda de Nb ₂ O ₅ para o concentrado <i>cleaner versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	96
Figura 76 - Recuperação de CaO para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	97
Figura 77 - Recuperação de Fe ₂ O ₃ para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	98
Figura 78 - Recuperação de P ₂ O ₅ para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	99
Figura 79 - Recuperação de Al ₂ O ₃ para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.....	99
Figura 80 - Teor de SiO ₂ para o concentrado <i>cleaner versus versus</i> concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B i.....	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Efeitos da presença de íons determinantes de potencial, indiferentes e de adsorção específica em suspensão de material com dupla camada reversível	14
Tabela 2 - Resumo de técnicas utilizadas para determinação quantitativa dos íons dissolvidos	50
Tabela 3 - Lista de reagentes, fabricante, função e modo de aplicação utilizado nos estudos de flotação.	51
Tabela 4 - Resumo de ensaios realizados com água de processo e água da rede de abastecimento	54
Tabela 5 - Resumo de ensaios realizados com água contendo íons com concentrações conhecidas produzidas em laboratório - amostra B	55
Tabela 6 - Análise granulométrica da amostra cabeça	57
Tabela 7 - Caracterização química das águas utilizadas para os ensaios de flotação	57
Tabela 8 - Composição mineralógica da amostra cabeça.....	58
Tabela 9 - Análise química da amostra "A".....	60
Tabela 10 - Análise química das amostras B e C	61
Tabela 11 - Tabela resumo dos ensaios de flotação com a amostra A	66
Tabela 12 - Tabela resumo dos ensaios de flotação com a amostra B e C.....	80
Tabela 13 - Tabela resumo com ensaios utilizando NaCl	90
Tabela 14 - Tabela resumo de ensaios com concentração conhecida de íons	102

LISTA DE SIGLAS

CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
CHMC	Concentração Hemi-Micelar Crítica
CMC	Concentração Micelar Crítica
IDP	Íons determinantes de potencial.
PCZ	Ponto de Carga Zero
PEH	Plano Externo de Helmholtz
PIE	Ponto Isoelétrico
PIH	Plano Interno de Helmholtz
P ₉₀	Tamanho de partícula correspondente a 90 % passante da massa
P ₅₀	Tamanho de partícula correspondente a 50 % passante da massa
USP	Universidade de São Paulo

LISTA DE SÍMBOLOS

E	Distância dos contra-íons da superfície da partícula
ζ	Distância até o Plano de Cisalhamento
φ	Potencial elétrico da superfície da partícula

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	6
2	JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS	8
2.1	OBJETIVO GERAL	8
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	8
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3.1	BENEFICIAMENTO DE PIROCLORO	9
3.2	FLOTAÇÃO DE SILICATOS	10
3.3	PRINCÍPIOS DA FLOTAÇÃO: INTERFACE SÓLIDO-LÍQUIDO	11
3.3.1	MECANISMOS DE ADSORÇÃO DE AMINA	15
3.4	RECIRCULAÇÃO DE ÁGUA DE PROCESSO	20
3.4.1	HISTÓRICO E TENDÊNCIAS ATUAIS	20
3.4.2	EFEITO DE ÍONS DISSOLVIDOS NA FLOTAÇÃO	22
3.4.3	ÍONS Na⁺e Cl⁻	22
3.4.4	ÍONS Ca²⁺	29
3.4.5	ÍONS Mg²⁺	36
3.4.6	IONS K⁺	39
3.4.7	ÍONS F⁻	39
3.4.8	IONS SO₄²⁻	41
3.4.9	EFEITO DA ÁGUA DE PROCESSO NO CIRCUITO DE FLOTAÇÃO DE PIROCLORO	44
4	MATERIAIS E MÉTODOS	48
4.1	AMOSTRAS DE MINÉRIO	48
4.1.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE MINÉRIO PARA OS ESTUDOS DE FLOTAÇÃO	48
4.2	CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA	49
4.2.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA	49
4.2.2	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	49
<i>4.2.2.1</i>	<i>AMOSTRAS DE MINÉRIO</i>	<i>50</i>
<i>4.2.2.2</i>	<i>AMOSTRAS DE ÁGUA DE PROCESSO</i>	<i>50</i>
4.2.3	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA (DRX)	50
4.3	ESTUDOS DE FLOTAÇÃO	51
4.3.1	REAGENTES	51
4.3.2	PROCEDIMENTOS DO CONDICIONAMENTO DE MINÉRIO	51
4.3.3	ESTUDOS DE FLOTAÇÃO EM CÉLULA MECÂNICA DE BANCADA	53
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
5.1	CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA	56

5.1.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA – DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DA AMOSTRA DE MINÉRIO.....	56
5.1.2	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	56
5.1.2.1	<i>AMOSTRAS DE MINÉRIO</i>	56
5.1.2.2	<i>AMOSTRAS DE ÁGUA</i>	57
5.1.3	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA	57
5.2	AMOSTRAS DE MINÉRIO CLASSIFICADAS.....	59
5.3	ESTUDOS DE FLOTAÇÃO EM CÉLULA MECÂNICA DE BANCADA	61
5.3.1.1	<i>AVALIAÇÃO DA DOSAGEM DE REAGENTES</i>	67
5.3.1.2	<i>ESTUDOS COMPARATIVOS ENTRE ÁGUA DE PROCESSO E ÁGUA DA REDE.....</i>	68
5.3.1.3	<i>ENSAIOS COM ÁGUA SINTÉTICA - ADIÇÃO DE NaCl.....</i>	81
5.3.1.4	<i>ENSAIOS COM ÁGUA SINTÉTICA - ADIÇÃO DE ÍONS</i>	91
6	CONCLUSÕES.....	104
7	SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS	107
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	108
9	ANEXOS	114
9.1	BALANÇO DE MASSA - ENSAIOS DE DESLAMAGEM.....	114
9.2	RESUMO DOS ENSAIOS DE FLOTAÇÃO	115
9.2.1	Amostra A.....	115
9.2.2	Amostra B.....	116
9.2.3	Amostra C.....	118

1 INTRODUÇÃO

Devido ao alto custo da captação de água nova e à necessidade redução de efluentes descartados, o reuso da água nas operações de processamento mineral é uma realidade no país e no mundo (LI *et al.*, 2019; LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010). A água recirculada utilizada pode provir de diversas fontes das operações industriais, como o retorno de espessadores ou barragens de rejeito, e apresenta variações em suas características, como composição química e concentração iônica, que podem impactar negativamente as etapas do processamento mineral (LIU; MORAN; VINK, 2013; LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010). Para as tecnologias baseadas em propriedades físico-químicas dos minerais, como a flotação, o uso de água de processo contendo sólidos suspensos, resíduos de reagentes e íons dissolvidos, podem representar um desafio, causando efeitos adversos, como a diminuição na seletividade da flotação e aumento no consumo de reagentes (RAO; FINCH, 1989).

O pirocloro é o principal mineral de nióbio, com sua produção mundial (97%) se concentrando em apenas 3 minas, localizadas no Brasil e Canadá (USGS, 2023). Os depósitos minerais dessas localidades são do tipo carbonatítico primário, e apresentam teor de Nb_2O_5 de cerca de 0,6% ou os do tipo pegmatítico enriquecido, apresentando teor de 1 a 7% no *Run of Mine* (ROM). No circuito de beneficiamento de pirocloro, são consideradas etapas de flotação para a retirada de carbonatos, sulfetos ou silicatos, de acordo com a ganga associada ao minério (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015).

A flotação de pirocloro é feita utilizando coletor catiônico do tipo amina, em meio ácido. A presença de altas quantidades de minerais de carbonato na flotação implica num elevado consumo de regulador de pH da flotação, o qual reage com os minerais e promove a dissolução destes. Já os silicatos apresentam similaridades com a superfície do pirocloro, tornando difícil a flotação seletiva entre esses minerais, o que dificulta atingir o teor de especificação de SiO_2 para o concentrado de pirocloro, que é de cerca de 3,5%. Assim como na flotação de pirocloro, a flotação de silicatos é feita com uso de coletores catiônicos do tipo amina, porém em pH básico (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2021).

O mecanismo de adsorção da amina nas partículas minerais ocorre a partir da atração eletrostática entre o coletor na sua forma iônica e a superfície negativamente carregada da partícula. A presença de íons dissolvidos pode promover mudanças na carga superficial das partículas, modificando a interação destas partículas com coletores iônicos, e podendo resultar em

um efeito ativador ou depressor na flotação (FILIPPOV; SEVEROV; FILIPPOVA, 2014). A presença destes íons pode ser resultado da dissolução de outros minerais presentes no sistema, adição a partir de algum reagente, como no caso dos reguladores de pH, ou ainda provenientes da água recirculada nas diversas etapas do beneficiamento mineral. Há ainda o caso de materiais reprocessados provenientes de barragens de rejeito, que durante o período de disposição neste meio, podem sofrer adsorção de íons e matéria orgânica presente no meio aquoso da barragem (SLATTER *et al.*, 2009).

Estudos sobre a influência do reuso da água de processo sobre os circuitos de flotação nas plantas de beneficiamento de pirocloro, indicam que a presença de íons pode diminuir a seletividade da flotação de pirocloro, além de aumentar perdas de Nb₂O₅ nos circuitos de flotação em etapas anteriores (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b; MAROIS *et al.*, 2018; RAO *et al.*, 1988).

O minério utilizado neste estudo faz parte de um projeto de reprocessamento de barragens de rejeito, e que previamente foi verificado a viabilidade do material reprocessado de atingir as especificações industriais para o concentrado de pirocloro, sem o uso da água de processo.

Considerando que o uso da água de processo pode impactar todas as etapas do circuito da flotação de um minério de nióbio, foi proposto avaliar a influência de espécies iônicas presentes na água utilizada no processo de flotação, em especial a etapa de flotação de silicatos. Ainda que diversos estudos tenham sido produzidos sobre a interação de íons e a superfície do quartzo, os efeitos da presença destes íons na flotação com outros minerais ainda não são totalmente elucidados. Outro ponto ainda pouco explorado são os efeitos das espécies iônicas no reprocessamento de material provenientes de barragens de rejeito. Desta forma o estudo buscou contribuir na compreensão dessas interações, bem como contribuir também para o diagnóstico de ineficiências relativo ao uso da água recirculada nas operações industriais de concentração de pirocloro.

2 JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Com o aumento do uso de água recirculada no processamento mineral, a compreensão dos efeitos das espécies iônicas na flotação de minerais é importante para o diagnóstico de ineficiências do processo. No entanto, devido ao restrito número de unidades que fazem o beneficiamento do minério de nióbio, há poucos casos de estudo sobre os efeitos da qualidade de água sobre as etapas do circuito de flotação de pirocloro.

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de íons dissolvidos presentes na água utilizada no processo de flotação de silicatos, de um circuito de flotação de pirocloro.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- i. Realizar a caracterização física, química e mineralógica da amostra proveniente de barragem de rejeito;
- ii. Realizar caracterização da água que recircula no processo em relação a concentração de íons dissolvidos;
- iii. Avaliar o impacto da qualidade da água de processo sobre a etapa de flotação de silicatos, em amostras com granulometrias distintas;
- iv. Identificar a influência individual de espécies iônicas, em diversas concentrações;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 BENEFICIAMENTO DE PIROCLORO

O Brasil é o maior produtor de concentrado de nióbio do mundo, totalizando cerca de 89% da produção mundial, a partir de suas minas localizadas em Catalão (GO) e Araxá (MG), seguido pela mina St. Honoré (Niobec), no Canadá, responsável por 8% da produção mundial, Congo, Rússia, Ruanda, entre outros são responsáveis pelo resto da produção (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015; USGS, 2023). Segundo Gibson, Kelebek e Aghamirian (2015) há dois tipos de depósitos considerados economicamente viáveis para a extração de pirocloro, os depósitos carbonatíticos primários e os depósitos pegmatítico enriquecidos.

O depósito da Niobec é do tipo carbonatítico primário, caracterizado por apresentar mais de 50% de minerais carbonáticos, com teores médios de 0,5% a 0,7% de Nb_2O_5 . Já os depósitos brasileiros são do tipo pegmatítico enriquecido, formados a partir do processo de lixiviação dos minerais de carbonatos do primeiro tipo de depósito. Esses depósitos apresentam teor médio variando de 1 a 7% de Nb_2O_5 (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015). Em Catalão, os depósitos são associados a complexos carbonatíticos alcalinos, constituídos de uma parte intemperizada e o horizonte da rocha fresca, constituídos pelos minerais de silicatos, apatita, óxidos e hidróxidos de ferro, barita, carbonatos (principalmente calcita e dolomita), minerais de titânio, monazita e pirocloro (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015; MATIOLO *et al.*, 2019; MATIOLO *et al.*, 2020; SILVA *et al.*, 2017).

O processo de beneficiamento de minerais de nióbio envolve, de modo geral, as operações unitárias de cominuição, classificação, separação magnética e flotação (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b; GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015). Se houver presença de baixas quantidades de minerais carbonáticos, é realizada a flotação direta, em meio ácido, com pH da flotação podendo chegar a 2,5-2,7 nas etapas *cleaner*. Usualmente aminas são utilizadas como coletores de pirocloro. Quando o minério ocorre associado a presença de minerais de carbonatos (em especial calcita e dolomita), silicatos e sulfetados em alta quantidade, o processo de concentração considera as etapas de flotação na configuração reversa de minerais de carbonatos e silicatos, e posterior flotação de pirocloro. A flotação dos minerais sulfetados pode ser realizada antes da flotação de carbonatos, ou depois da flotação de pirocloro. Nas operações da Niobec, são realizadas as etapas de flotação de carbonatos, sulfetos e flotação de pirocloro, e em Catalão (GO) há ainda a etapa adicional de flotação de silicatos (Figura 1). (DUFRESNE; GOYETTE, 2004;

menores que 4 (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2015). Mesmo assim, a especificação do teor máximo de SiO₂ no concentrado final de pirocloro, de cerca de 3,5%, muitas vezes não é alcançada (GIBSON; KELEBEK; AGHAMIRIAN, 2021). O minério processado em Catalão apresenta em sua composição minerais de ganga silicatados, os chamados filosilicatos, que também apresentam diversas dificuldades em seu processamento, devido a sua elevada área superficial específica, o que resulta em alto consumo de reagentes, baixa seletividade, arraste ao concentrado, alterações na estabilidade da camada de espuma, o recobrimento por partículas minerais (*slime coating*) ou até bolhas por partículas coloidais, e mudanças na viscosidade da polpa, que causam menor dispersão de gás na flotação, e maior coalescência de bolhas (NDLOVU; FARROKHPAY; BRADSHAW, 2013).

Segundo Rao (1969), a estrutura básica dos minerais da classe de silicatos é composta por um átomo de silício localizado no centro de quatro átomos de oxigênio, e as diferentes formas de ligação feita pela sílica tetraédrica determina as propriedades desses minerais. Quartzos e feldspatos quando clivam sofrem quebras de ligação Si-O, formando sítios ativos >SiOH e >Si-O⁻. Esses sítios ativos permitem a adsorção de coletores iônicos, além de íons que agem como ativadores ou depressores, como Ca²⁺ e F⁻. Os filosilicatos possuem carga superficial negativa em extensa faixa de pH, devido a substituição de Si⁴⁺ por Al³⁺ nas camadas formadas por tetraedros de sílica e Al³⁺ por Mg²⁺ nas camadas formadas por octaedros (FUERSTENAU; PRADIP, 2005). Devido aos sítios negativos presentes na superfície deste grupo de minerais, coletores catiônicos como as aminas são utilizados em sua flotação. Os princípios de adsorção das espécies iônicas nas superfícies dos minerais serão explicados nas próximas seções.

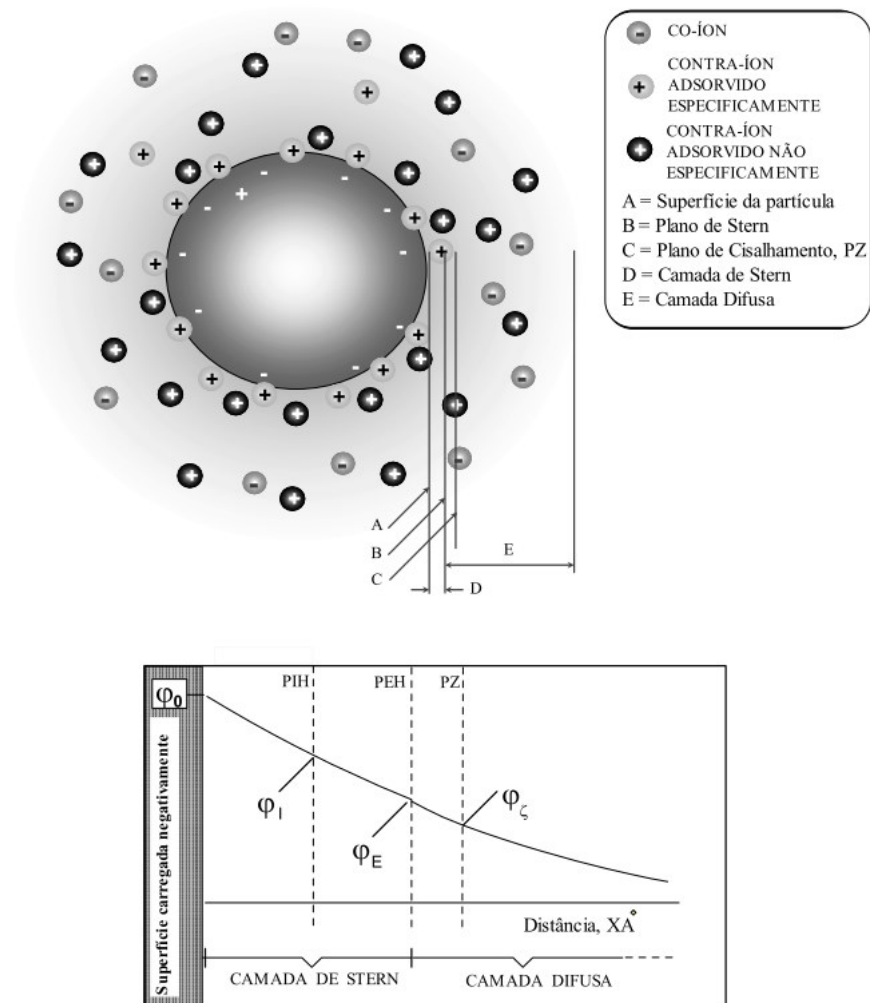
3.3 PRINCÍPIOS DA FLOTAÇÃO: INTERFACE SÓLIDO-LÍQUIDO

As partículas minerais adquirem carga elétrica superficial a partir das quebras de ligações covalentes e iônicas resultantes do processo de cominuição e, após entrarem em contato com a água, devido aos mecanismos de dissolução de sólidos iônicos (como minerais solúveis como barita - BaSO₄ e fluorita - CaF₂), adsorção de íons (como H⁺ ou OH⁻, ou íons diversos presentes em meio aquoso), ou ainda por falhas na estrutura cristalina do mineral (RAO; RAMACHANDRA, 2004).

A superfície eletricamente carregada das partículas minerais na presença de um meio aquoso contendo íons interage com as forças do campo elétrico gerado neste meio, ao mesmo tempo que o movimento dessa superfície induz a formação de um campo. Essas interações

provocam a distribuição dos íons presentes na fase aquosa próxima a superfície, formando uma dupla camada elétrica (ADAMSON, 1990). A dupla camada elétrica (Figura 2), é constituída por uma camada mais ordenada onde se encontram os íon adsorvidos à superfície mineral e uma camada difusa, na qual os íons são suscetíveis ao movimento térmico (FUERSTENAU; PRADIP, 2019). Na superfície da partícula seu potencial elétrico é dado como ϕ_0 , e a ϕ_E o potencial no plano de Stern (delimitado pela menor distância onde se encontram os contra-íons da superfície da partícula). Pelo modelo de Grahame, a camada de Stern pode ser dividida entre o plano interno e externo de Helmholtz. O plano de cisalhamento de íons em um líquido em movimento tangencial à superfície da partícula possui ϕ_ζ e é o plano mais próximo possível do PEH. O potencial elétrico medido no plano de cisalhamento é nomeado como potencial zeta. No seio da solução (*bulk*), o potencial diminui até chegar a zero (RAO; RAMACHANDRA, 2004).

Figura 2 - Representação da dupla camada elétrica ao redor de uma partícula em meio aquoso.



Fonte: Rodrigues (1999)

O equilíbrio é atingido pelos íons comuns às duas fases (sólido e líquido), denominados de

íons determinantes de potencial (IDP), e sua concentração em solução determina a magnitude e sinal do potencial zeta. No ponto de carga zero (PCZ), a concentração das espécies de IDP neutraliza o potencial superficial da partícula, geralmente expresso numa escala de pH. Em relação aos óxidos metálicos, os principais íons determinantes de potencial são o H^+ e o OH^- . Também há íons específicos que compõem os minerais, no caso de minerais semi-solúveis ou sólidos iônicos (iodeto de prata, barita, calcita) (BALTAR, 2008; FUERSTENAU; PRADIP, 2019; RAO, 2004).

Íons adsorvidos por atração eletrostática, que atuam como contra-íons na camada difusa, são denominados íons indiferentes, e se limitam a modificar apenas a magnitude do potencial zeta. Em altas concentrações, promovem a compressão da dupla camada elétrica, resultando em diminuição do potencial zeta mesmo com a superfície do mineral eletricamente carregada. Quanto maior a valência do íon indiferente, maior o efeito sobre o potencial zeta de um sólido de carga oposta. Na presença de íons determinantes de potencial e indiferentes, o ponto isoelétrico (PIE), ou o ponto da escala de pH onde o potencial zeta é zero, é coincidente com o PCZ (RAO, 2004).

Além da adsorção por forças eletrostáticas, há também os chamados íons de adsorção específica, que formam ligações químicas com os sítios ativos da superfície da partícula, localizando-se no PEH, podendo inclusive reverter a carga da partícula devido à carga destes contra-íons ser superior a carga da superfície. Além da atração eletrostática, estes íons apresentam atividade superficial e, devido a formação de ligações covalentes, interações hidrofóbicas ou hidrofílicas, além de efeitos de solvatação, resultam em uma forte adsorção na camada de Stern. Um exemplo destes íons são as espécies de coletores utilizados na flotação, como oleato de sódio (ácido graxo) ou hidroxamato na flotação de hematita. (FUERSTENAU, 1982; FUERSTENAU; PRADIP, 2019; RAO; RAMACHANDRA, 2004). A Tabela 1 resume os diferentes efeitos causados na presença dos diferentes íons presentes no meio.

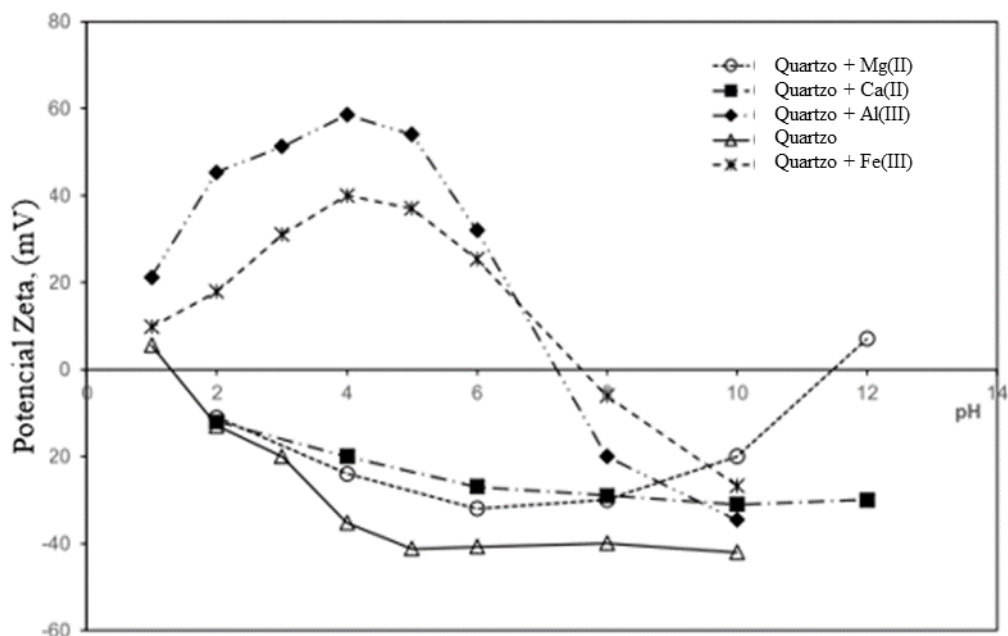
Tabela 1 - Efeitos da presença de íons determinantes de potencial, indiferentes e de adsorção específica em suspensão de partículas com dupla camada elétrica.

Parâmetro	Íons Determinantes de Potencial (IDP)	Íons indiferentes	Íons de adsorção específica
Potencial da superfície	Aumenta ou diminui	Mantém constante	Mantém constante, assumindo mudanças muito pequenas no PCZ
Espessura da dupla camada	Reduz	Reduz	Reduz
Carga superficial	Aumenta ou diminui	Aumenta	Aumenta
Potencial Zeta	Aumenta, diminui ou reverte o sinal	Apenas tende a zero	Pode reverter o sinal

Fonte: Modificado de Fuerstenau e Pradip (2005)

A presença de íons dissolvidos derivados de outros minerais pode modificar as características da superfície dos minerais de interesse (RAO, 2004). A Figura 3 apresenta a mudança do potencial zeta do quartzo na presença de íons dissolvidos em meio aquoso. A presença de cátions trivalentes reverteu o potencial na faixa de pH ácida, devido à formação de espécies hidrolisadas dos íons metálicos, e em pH alcalino, a presença destes íons diminuiu a magnitude do potencial (TANG; WEN, 2019).

Figura 3 - Potencial zeta do quartzo em meio aquoso na presença de $1,5 \times 10^{-3}$ mol/L de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} e Al^{3+} .



Fonte: Traduzido de Tang e Wen (2019)

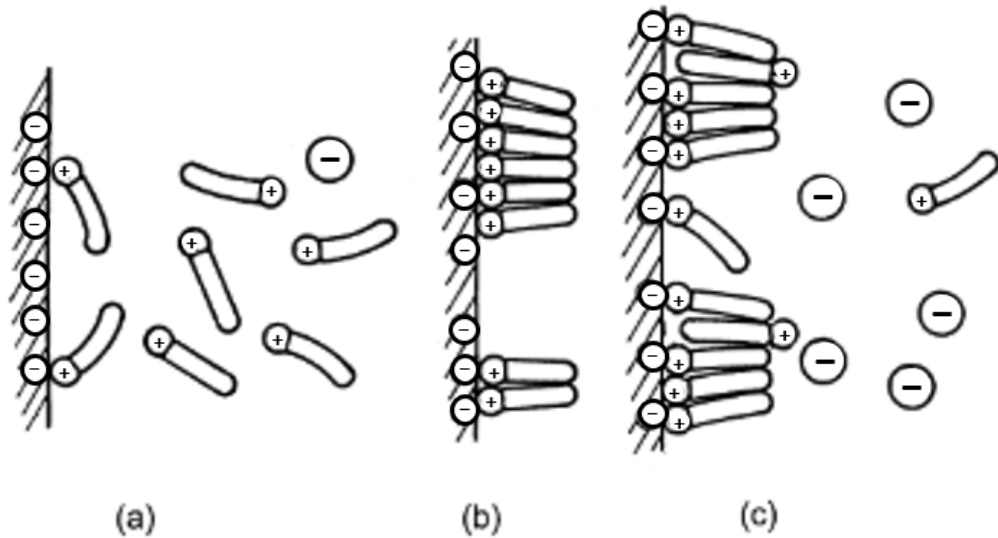
3.3.1 MECANISMOS DE ADSORÇÃO DE AMINA

No circuito de flotação de pirocloro com alto teor de silicatos como gangas, uma etapa de flotação de silicatos é feita anteriormente à flotação de pirocloro. As aminas são coletores catiônicos utilizados na flotação de silicatos, em diferentes sistemas minerais, como nos circuitos de concentração de minério de ferro (FILIPPOV; SEVEROV; FILIPPOVA, 2014). Segundo Cassola; Silva; Bartalini (2011) as aminas agem como coletor e espumante no processo de flotação.

De acordo com Baltar (2008), quando a concentração de uma espécie química (iônica ou molecular), como coletores, em solução é menor que a concentração desta espécie na superfície da partícula, considera-se que a espécie está adsorvida ao mineral. No caso da adsorção de um reagente em uma superfície mineral, ocorre a redução na concentração desse reagente na solução aquosa. Em sistema bifásico (sem a presença de partículas minerais), o coletor provoca a redução da tensão superficial da interface gás-líquido, o que colabora na formação de espuma. Com o aumento da concentração de coletor, a tensão superficial diminui até estabilizar ao atingir a concentração micelar crítica (CMC) – concentração a partir da qual há a formação de micelas do surfactante no seio da solução. Micelas são agregados coloidais de moléculas ou íons que se associam por interações hidrofóbicas no seio da solução.

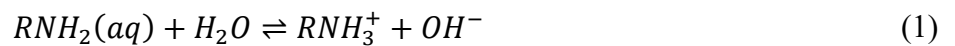
Segundo a teoria de Gaudin-Fuerstenau-Somasundaran, em soluções com baixa concentração de amina, o coletor se adsorve como íons nas superfícies dos minerais que apresentam cargas negativas, a partir da atração eletrostática, se estabelecendo como contra íons na dupla camada elétrica. A Figura 4 (a) apresenta um desenho esquemático sobre a adsorção dos contra-íons do coletor na camada de *Stern* e na camada difusa em baixas concentrações. A partir de uma determinada concentração, chamada concentração hemi-micelar crítica (CHMC), os íons se agregam, em camadas 2D, por forças de *van der Waals* entre as cadeias carbônicas da amina, formando hemi-micelas na superfície do sólido. Durante a agregação dos contra íons em hemi-micelas na camada de *Stern*, a partícula mineral se encontra em seu PIE, teoricamente o ponto de maior flotabilidade da partícula (Figura 4-b). Com a formação de uma terceira camada, com o coletor sendo adsorvido em orientação reversa, a carga da camada de *Stern* excede a da superfície do mineral, causando a reversão do potencial zeta (Figura 4-c). Com a formação desta terceira camada, a partícula volta a apresentar sua hidroflicidade, o que impede a flotação (BALTAR, 2008; FILIPPOV; SEVEROV; FILIPPOVA, 2014; FUERSTENAU, 1956). Segundo Fuerstenau e Pradip (2005), a CHMC varia de acordo com a presença de IDP no meio, e possui valores superiores ao da CMC.

Figura 4 - Representação da adsorção de coletor catiônico na superfície de um mineral carregada negativamente.



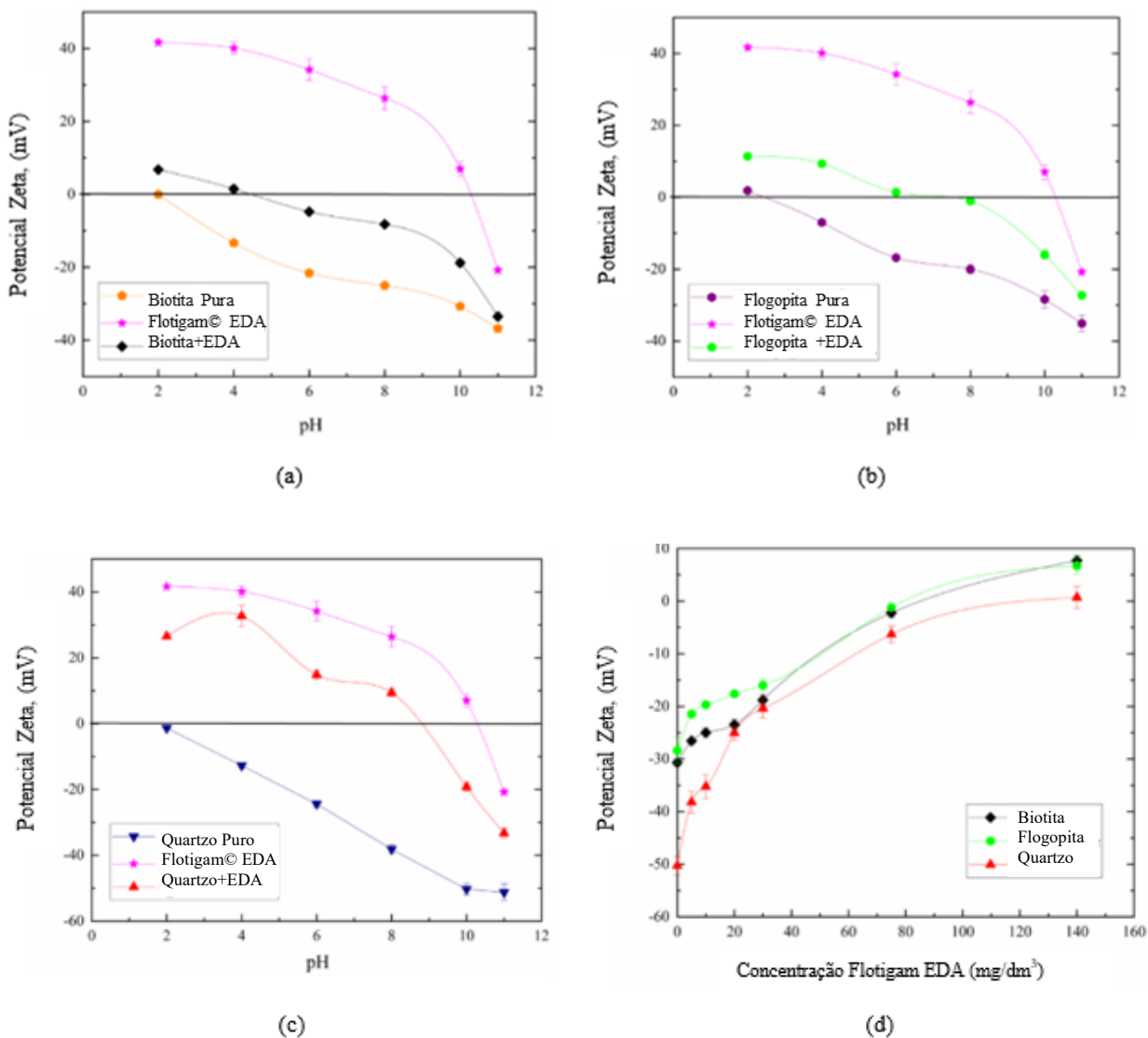
Fonte: Modificado Fuerstenau e Pradip (2005)

Quanto maior o excesso de carga negativa das partículas minerais, maior a densidade de adsorção da amina, visto que a amina (catiônica) tente a neutralizar o potencial elétrico da partícula devido ao seu mecanismo de adsorção física ocorrer por ação de forças eletrostáticas. A Equação (1) apresenta a protonação em solução aquosa de uma amina primária, derivada da amônia devido à substituição de um dos átomos de hidrogênio por uma cadeia hidrocarbônica (BALTAR; CUNHA, 2002).



A Figura 5 apresenta as curvas de potencial zeta de minerais silicatados: quartzo, biotita e flogopita na presença de um coletor catiônico, uma etermonoamina, em diferentes concentrações. A mudança no PIE dos três minerais é resultante da adsorção do coletor na superfície destas partículas. Devido a formação de camadas 2D de hemimicelas, a parte polar do coletor é exposta (Figura 4.c), resultando em excesso de cargas na camada de Stern e conseqüentemente, revertendo o potencial zeta. Embora a adsorção da amina seja considerada como adsorção eletrostática não específica, forças hidrofóbicas, que atuam na formação de micelas no seio da solução e hemimicelas na camada de Stern, deslocam a água ao redor da partícula, podendo assim causar a adsorção específica das hemi-micelas na partícula, caracterizado pela mudança no PIE (e não o PCZ) (FUERSTENAU; PRADIP, 2019).

Figura 5 - Curvas de potencial zeta em função do pH na presença de 30mg/ dm³ do coletor Flotigam EDA. a) Biotita b) Flogopita c) Quartzo d) Curvas de potencial zeta em pH 10 em função da concentração do coletor



Fonte: Traduzido de Tohry *et al.* (2021)

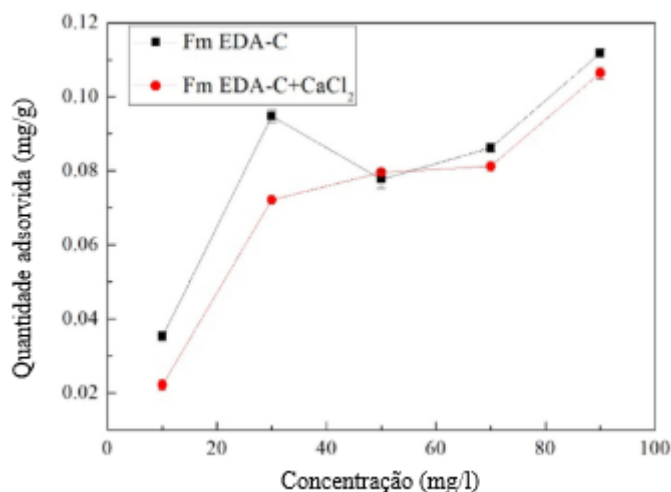
A presença de cátions em solução também pode afetar a adsorção do coletor, pois estes também podem se adsorver nos sítios superficiais negativamente carregados das partículas, ou seja, competindo com as aminas protonadas e, portanto, evitando que o coletor seja adsorvido de forma satisfatória. Espécies iônicas capazes de hidrolisar em função do pH no meio da flotação, como hidróxido de alumínio, na flotação de silicatos, possuem elevadas cargas e energia de adsorção específica, e, portanto, podem agir como modificadores da carga elétrica superficial. A competição pelos sítios negativos ou até mesmo a mudança do potencial superficial de negativo para positivo, resulta em um efeito depressor na flotação catiônica de partículas minerais. Os íons

de maior valência terão efeitos maiores de compressão na dupla camada elétrica maiores, e podem afetar a densidade de adsorção das moléculas de coletor tipo amina na superfície mineral, implicando na diminuição da probabilidade de adesão da partícula às bolhas, resultando em mudanças na cinética de flotação (*i.e.* processo ocorre mais lentamente) (BALTAR; CUNHA, 2002). Outro fator que pode impactar negativamente a flotação é a presença de partículas com granulometria menor. As partículas finas possuem alta área superficial e maior energia livre em comparação as de granulometria grosseira, e quando ambas estão presentes no mesmo sistema, as de menor granulometria consomem proporcionalmente mais coletor, já que a adsorção deste tipo de coletor é eletrostática, resultando em diminuição da flotação de partículas mais grossas (BALTAR, 2018; VIEIRA; PERES, 2007).

Nos estudos de REN *et al.* (2018), a adsorção de amina FM EDA-C diminuiu na presença de CaCl_2 , devido à competição dos cátions Ca^{2+} pelos sítios negativos da superfície do quartzo. Os autores dividem a adsorção de amina em três estágios de acordo com o gráfico da Figura 6:

- 0-30 mg/L: intervalo de adsorção de FM EDA-C por forças de *van der Waals*;
 - 30-70mg/L: intervalo de adsorção na monocamada de íons de coletor até a CHMC;
 - Acima de 70mg/L: intervalo de adsorção após a formação de hemi-micelas até a CMC;
- Mesmo na presença de íons Ca^{2+} esta tendência é observada.

Figura 6 - Adsorção de amina na superfície do quartzo em função de sua concentração na solução, em pH 10, na ausência e presença de 50mg/L de CaCl_2 .



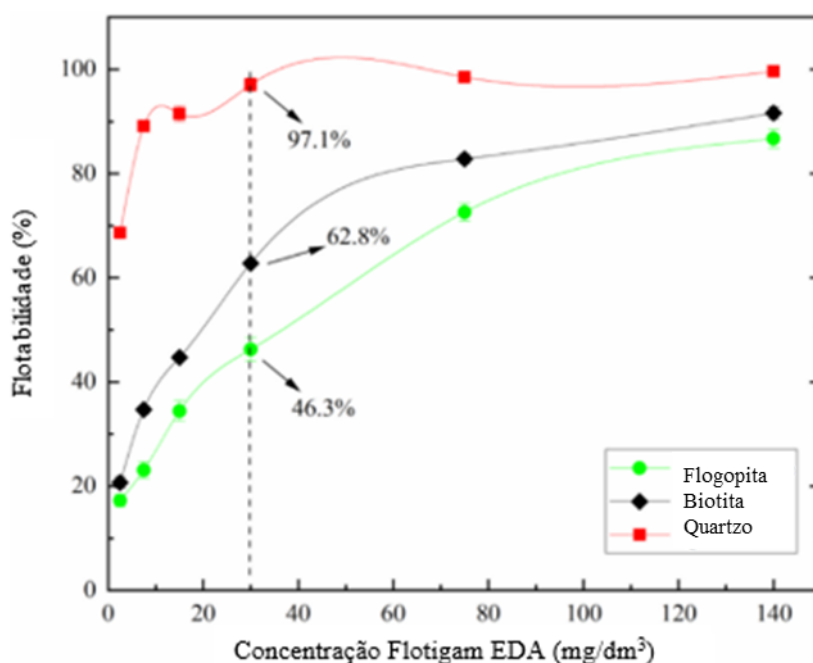
Fonte: Ren *et al.* (2018)

O reagente usado para o presente estudo (Flotigam EDA) é uma etermonoamina de cadeia

média, com grau de neutralização com ácidos de 50%, tipicamente utilizada como coletor de silicatos como quartzo, micas e feldspatos (CASSOLA; SILVA; BARTALINI, 2011).

A Figura 7 apresenta a flotabilidade da flogopita, biotita e quartzo, em ensaios de microflotação em pH 10, de acordo com a variação da concentração da amina Flotigam EDA utilizada como coletor. Devido à alta área superficial dos filosilicatos em relação ao quartzo, e a presença de íons metálicos da estrutura destes minerais (Mg^{2+} , Fe^{3+} e Al^{3+}), maiores dosagens de coletor são necessárias para garantir a flotabilidade dos filosilicatos (TOHRY *et al.*, 2021).

Figura 7 - Flotabilidade dos minerais: quartzo, flogopita e biotita em função da concentração do coletor catiônico Flotigam EDA em pH 10.



Fonte: Traduzido de Tohry *et al.* (2021)

A depender da faixa de pH utilizada, a flotação será impactada pela forma em que a amina está presente. Em pH 10,4, a dodecilamina em solução se apresenta 50% na forma iônica e 50% em sua forma molecular, resultando em máxima flotação devido à co-adsorção de aminas ionizadas e moleculares. Em pH 12,6 não há amina iônica suficiente para que ocorra a adsorção na superfície da partícula, e portanto, não ocorre flotação (FUERSTENAU; PRADIP, 2005). A presença da forma molecular da amina diminui conforme o pH do meio se torna mais ácido, no entanto a flotabilidade da partícula é afetada devido a carga da superfície da partícula, que diminui até atingir o PIE, onde não há adsorção do coletor. Em pH 10,5 há a mesma quantidade de espécies neutras e iônicas da etermonoamina Flotigam EDA. A forma molecular da amina atua como um

tipo de “reforçador” de hidrofobicidade da superfície da partícula e, portanto, a presença das duas espécies favorece a flotação (BALTAR, 2008; CASSOLA; SILVA; BARTALINI, 2011).

3.4 RECIRCULAÇÃO DE ÁGUA DE PROCESSO

3.4.1 HISTÓRICO E TENDÊNCIAS ATUAIS

A recirculação de água de processo no beneficiamento de minérios tem se tornando cada vez mais comum. As operações unitárias como a flotação chegam a consumir cerca de 3 a 7 t de água para cada tonelada de minério processada (LI *et al.*, 2019). Leis ambientais cada vez mais restritivas para captação de água nova, ou disposição de efluentes industriais são alguns dos motivos pelo qual o setor mineral tem aumentado a recirculação de água (MICHAUX; RUDOLPH; REUTER, 2018; LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

Água de processo pode ser entendida como toda água que passa pelas etapas de processamento mineral. Rao; Finch (1989) definem como água de reuso interno, o efluente recuperado das operações de desaguamento da planta de beneficiamento, quanto a água de reuso externo, é proveniente das barragens de rejeito. Muitas vezes, devido a infraestrutura da empresa, efluentes de outras áreas, como bombeamento no piso da mina, etapas metalúrgicas ou químicas, e até água usada no dia a dia para abatimento de poeiras nas vias da mineradora e lavagem da frota, podem ser incorporados à água que retorna ao processo. Por isso, a composição da água pode variar consideravelmente de acordo com a separação de efluentes feita pela unidade mineradora. Outro fator que influencia a composição química da água é a fonte de captação. Empreendimentos que captam água próximo a municípios por exemplo, podem encontrar grande quantidade de matéria orgânica na água devido à falta de saneamento básico e disposição de esgoto em leitos de rios. Em alguns países, a captação é feita com água de esgoto pós tratamento. Alguns autores destacam o uso de água com altas concentrações de matéria orgânica, e sua influência nas etapas de flotação. Slatter *et al.* (2009) cita problemas na espuma de um banco de células de flotação, Lai, Stone e Rimmasch (1984) cita a presença de ácido húmico em águas de processo, e seu efeito negativo sobre a flotabilidade e hidrofobicidade da molibdenita. Outra ação para minimizar a captação de água nova é utilizar água salina. Diversas minas fazem uso desta estratégia, como em Mt Keith, planta de flotação de minério de níquel da BHP Billiton na Austrália, que chega a ter a concentração de sais maior que a em água do mar. Outras plantas de flotação de minerais sulfetados como Batu Hijau (Amman Mineral Internacional) na Indonésia, Las Luces (Minera Las Cenizas) e Michilla (Minera Michilla), no Chile e Raglan (Glencore) no Canadá, também utilizam água

salina em seu processo (WANG; PENG, 2014). Segundo Slatter *et al.* (2009) água com altos níveis de salinidade não favorece a dissolução mineral, mas a presença de íons Cl^- por exemplo podem representar custos mais altos no CAPEX das empresas, devido ao seu efeito corrosivo, o que exige que equipamentos como moinhos (quando usados a úmido) e células de flotação sejam resistentes a corrosão provocada pelo cloro (SLATTER *et al.*, 2009).

A composição química da água, e sua concentração iônica representam importantes parâmetros a serem observados em respeito ao seu uso no processo de flotação, podendo ocasionar efeitos adversos no processo, como a diminuição na seletividade da flotação e aumento no consumo de reagentes (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b; LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010; SLATTER *et al.*, 2009). A composição química da água está sujeita as características do seu local de origem, bem como suas condições de uso, como o transporte ou tratamento prévio (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b; LIU; MORAN; VINK, 2013). Levay, Smart e Skinner (2001) citam a presença de altos níveis de salinidade na água causada pela presença de sais de cálcio, magnésio e ferro, relacionados ao local de origem da água e de alto níveis de carbono orgânico total (COT), consequência do uso de água de efluentes tratados. Essas concentrações podem apresentar variação ao longo do ano dependendo dos níveis de evaporação da área (LIU; MORAN; VINK, 2013).

Além disso, a água que é recirculada no processo pode sofrer contaminações, tanto em relação aos minerais presentes na polpa que é processada, ou de reagentes adicionados. (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b; LIU; MORAN; VINK, 2013; RAO *et al.*, 1988). Água proveniente de flotação de minerais como calcita e dolomita pode ter significativas concentrações de Ca^{2+} e Mg^{2+} (GIBSON *et al.*, 2015; RAO *et al.*, 1988). Água com a presença de íons Ca^{2+} e Mg^{2+} é comumente chamada de “água dura” e pode afetar a etapa de flotação caso reagentes do tipo aniônico (oxidríficos) sejam usados (OZKAN & ACAR, 2004), além de interferir na dissolução de outros íons, ou ainda causar incrustações em equipamentos industriais (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010). A água recirculada muitas vezes chega até a barragem antes de retornar a planta de beneficiamento. De acordo com o tempo de residência da água na barragem, a presença de íons dissolvidos pode variar, devido a processos oxidativos, como as reações com a superfície de partículas minerais presentes no meio, ou não oxidativos, como a evaporação de água da barragem. Com maior tempo de residência na barragem, há também a possibilidade dos íons se adsorverem na superfície das partículas minerais presentes no rejeito (LEVAY; SMART; SKINNER, 2001; SLATTER *et al.*, 2009).

Batisteli e Peres (2008) discutiram sobre a presença de resíduos de amina na água de processo, reagente adicionado para flotação reversa de minério de ferro. Stapeifeldt (2001) estudou como o reuso dessa água juntamente com uma menor quantidade de amina nova adicionada pode economizar em até 50% a adição de coletor na etapa de flotação. Embora essa contaminação pelo processamento em si pode ser em pequena escala, o contínuo reuso da água leva ao acúmulo das espécies contaminantes (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b). Calgaroto; Azevedo; Rubio (2016) pontuam que não há legislação específica sobre níveis de contaminação por aminas, e que altos índices podem contaminar o meio ambiente.

3.4.2 EFEITO DE ÍONS DISSOLVIDOS NA FLOTAÇÃO

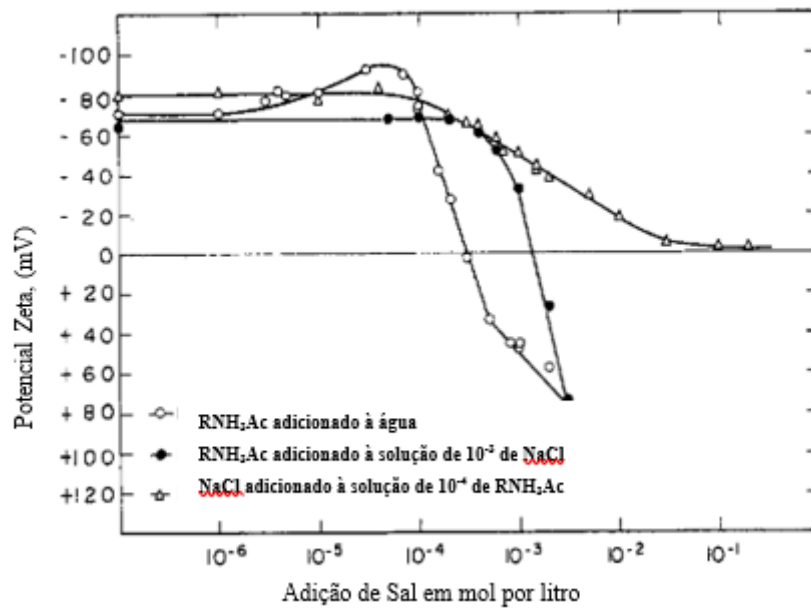
Rao e Finch (1989) destacaram os efeitos de compostos dissolvidos na seletividade da flotação. Matéria orgânica pode agir como ativadores da superfície mineral, floculantes, dispersantes, e até depressores. Já os íons dissolvidos funcionam ambos como depressores ou ativadores, como íons Cu^{2+} , ativando a esfarelita; ou sulfetos deprimindo a calcopirita. A presença de reagentes residuais também influencia no processo de flotação. Material residual de reagentes como os xantatos podem formar, após oxidação, dixantógenos que atuam como coletores de minerais sulfetados, diminuindo a seletividade da flotação. Aminas primárias tem alto potencial de adsorção na superfície de partículas finas, o que pode causar a flotação indesejada dessas partículas. Residual de ácido oleico e aminas primárias na água podem causar aumento de matéria orgânica, e como demonstraram Rao e Finch (1989), estes resíduos promovem a flotação de silicatos, junto ao pirocloro, diminuindo o teor do concentrado final. As seções a seguir trazem um compilado de estudos feitos com os íons que serão o foco principal deste estudo.

3.4.3 ÍONS Na^+ e Cl^-

O uso do sal NaCl em estudos como íons indiferentes foi reportado por Fuerstenau (1956) para determinar se espécies catiônicas competiriam com a amina, em sua forma iônica, pelos sítios negativos das partículas (Figura 8). Em pH neutro, o aumento da concentração de NaCl na solução apenas alterou a magnitude do potencial zeta do quartzo, enquanto o aumento da concentração de dodecilamina resultou em reversão do potencial zeta. Na presença do NaCl e amina, a mudança no potencial zeta do quartzo ocorreu em uma maior concentração do coletor, em relação àquela usada na ausência de NaCl . Segundo o autor, essa alteração na concentração necessária para reversão do potencial ocorre devido a competição dos cátions Na^+ com a amina. Não há adsorção preferencial da amina na superfície do quartzo, e, portanto, a competição dos cátions pelos sítios

negativos resulta em uma quantidade menor de amina presente na camada dupla. Para que as hemi-micelas sejam formadas nesta situação, a concentração de amina no seio da solução deve ser maior até que quantidade suficientes dessas espécies sejam adsorvidos e as hemi-micelas sejam formadas.

Figura 8 - Potencial zeta do quartzo em pH natural na presença de dodecilamina e NaCl

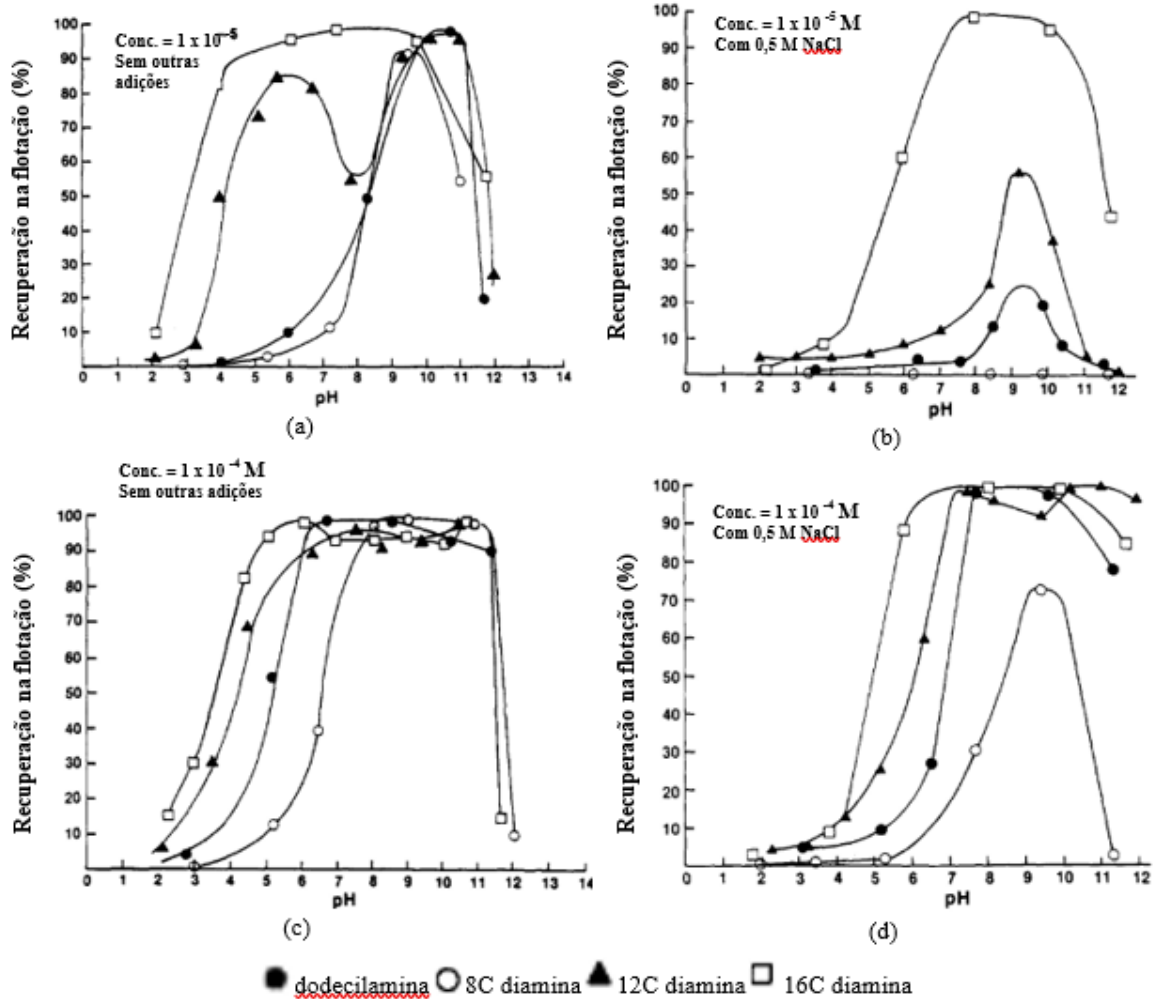


Fonte: Traduzido de Fuerstenau (1956)

Os estudos de Scott e Smith (1991) obtiveram conclusões similares. Os autores estudaram a microflotação com amostras de quartzo utilizando aminas com diferentes cadeias carbônicas e os efeitos na recuperação do mineral quando na presença de 0,6 M de NaCl (Figura 9). A flotabilidade de quartzo foi afetada pela presença de íons Na^+ , os quais foram adsorvidos na superfície mineral, causando a diminuição do potencial zeta do quartzo e, conseqüentemente, a diminuindo a adsorção dos coletores em sua superfície. Este efeito é menor quando há uma concentração maior de amina no sistema, embora restrita a uma menor faixa de pH. De acordo com os autores, a flotação de quartzo com amina é afetada em geral pelo aumento da força iônica no meio, o que pode levar a uma menor seletividade, embora o ajuste na concentração e tipo de amina utilizada diminui este efeito.

Figura 9 - Recuperação de quartzo em ensaios de microflotação em função do pH. a) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M sem adição de NaCl. b) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M com adição de

0,6 M NaCl. c) Concentração de coletor: 1×10^{-5} M com adição de 0,6 M NaCl. d) Concentração de coletor: 1×10^{-4} M com adição de 0,6 M NaCl.

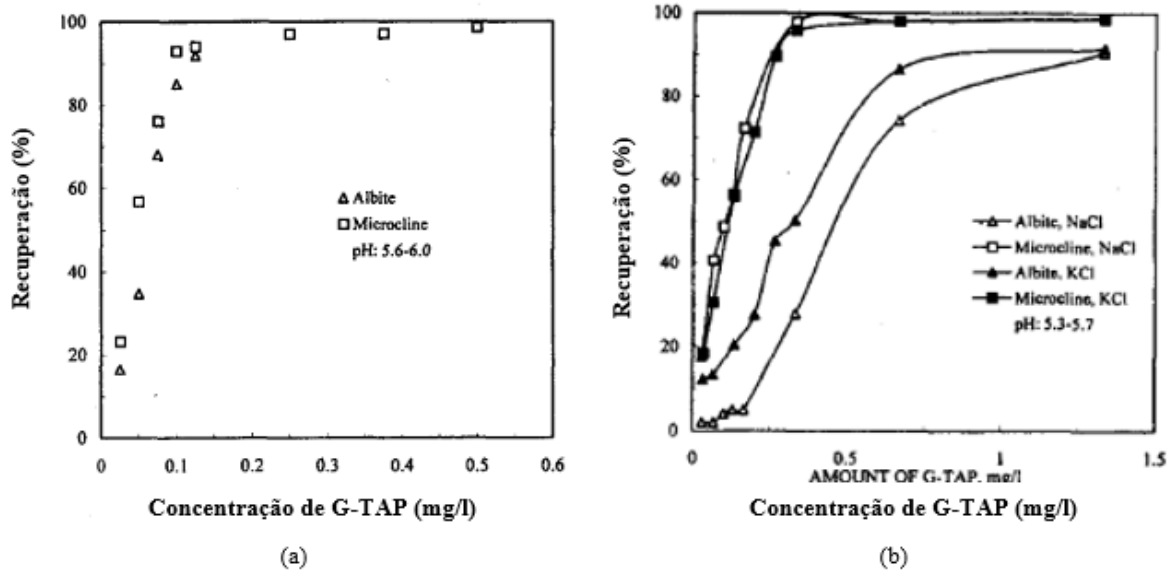


Fonte: Traduzido de Scott e Smith (1991)

Estudos de microflotação conduzidos por Demir; Abramov; Çelik, (2001) dos minerais albita e microclínio usando amina como coletor, verificaram que os íons Na^+ se adsorveram na superfície da albita, reduzindo seu potencial na superfície e, conseqüentemente, tendo impacto na adsorção de amina nas partículas. O mineral microclínio não apresentou essas interações, e, segundo os autores, a liberação de íons K^+ na solução contendo microclínio e NaCl indicam que há um efeito do íon incomum. Este efeito ocorre na presença de íons que não são determinantes de potencial da superfície mineral, no entanto possuem a mesma valência que os íons presentes na solução, e ocorre a substituição na superfície do mineral entre as duas espécies. No caso do microclínio houve a substituição de íon K^+ presentes na superfície mineral por íons de mesma valência, neste caso o Na^+ , não alterando, assim, a carga das partículas. O uso de NaCl permitiu alcançar uma diferença de 72% na flotabilidade dos minerais.

Figura 10 – Recuperação de albita e microclínio *versus* concentração de amina na flotação.

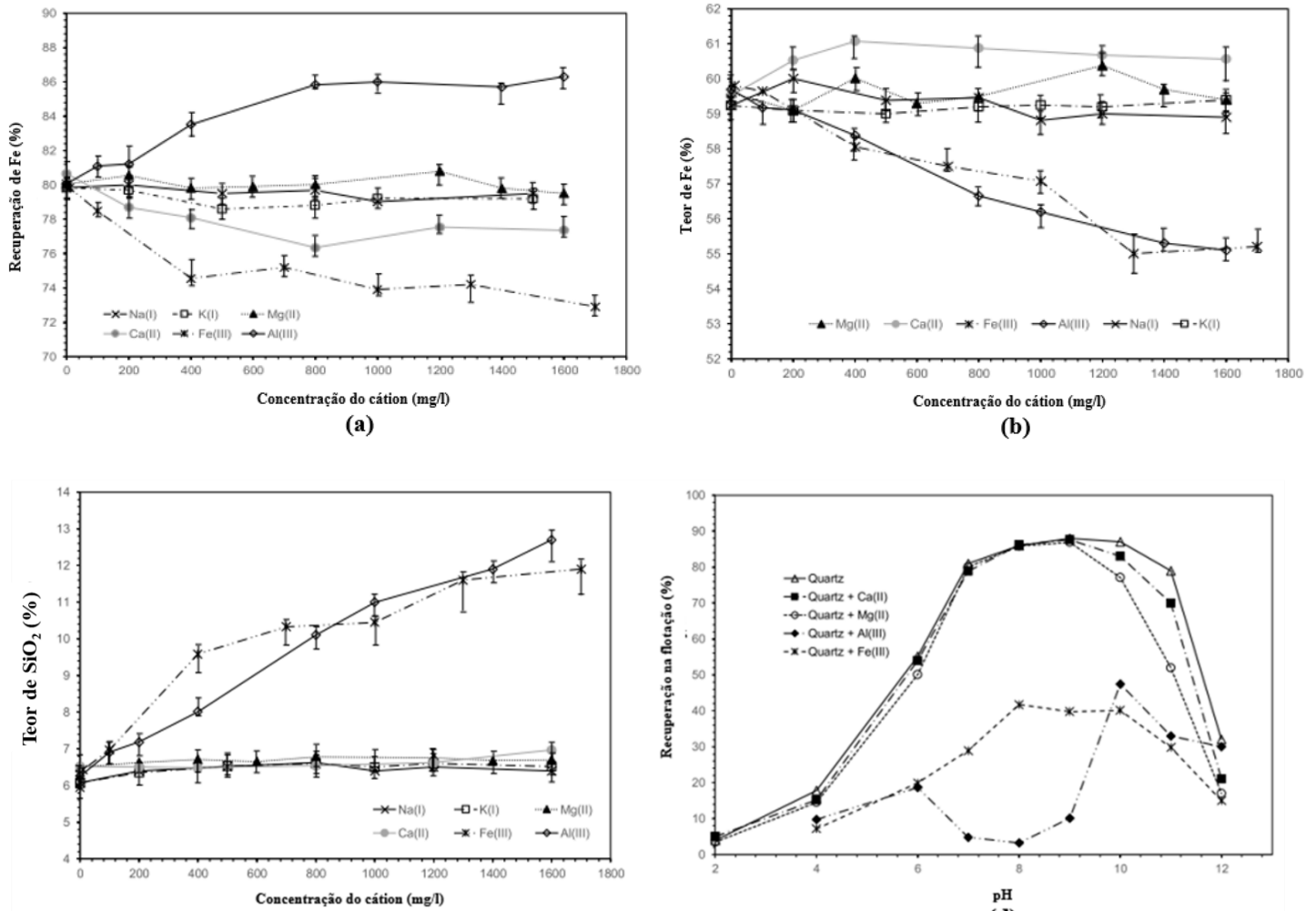
a) Flotação padrão. b) Flotação na presença de NaCl e KCl $5 \times 10^{-2}M$.



Fonte: Traduzido de Demir; Abramov; Çelik (2001)

No entanto, o efeito de íons dissolvidos proveniente do sal NaCl não é observado em todos os sistemas minerais, com diferentes reagentes. Segundo Guimarães e Peres (1999) uso de NaCl em um circuito de flotação em coluna de um minério fosfático, não apresentou efeitos significativos nas etapas de flotação de barita e posteriormente de apatita, mesmo em concentrações de 500mg/L. Já em ensaios de flotação com minério de ferro realizados por Tang e Weng (2019), não foram observadas variações significativas na presença de Na^+ e Cl^- no teor de Fe e SiO_2 no concentrado final, e na recuperação metalúrgica de Fe (Figura 11 - a;b;c)

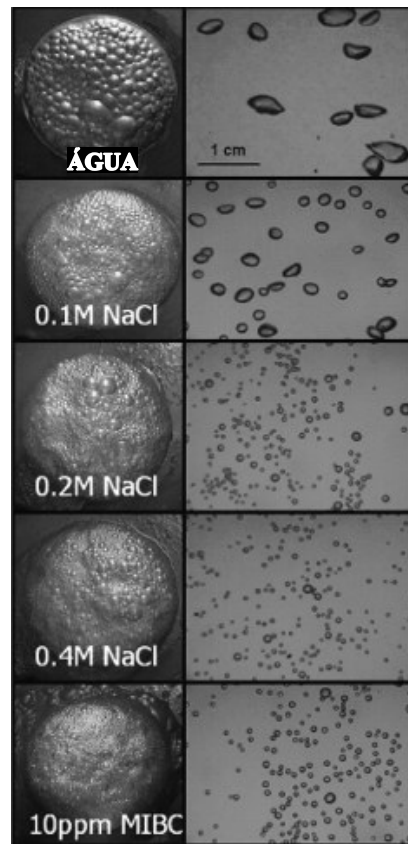
Figura 11 - Flotação de minério de ferro em relação a concentração de íons presentes na água. a) Recuperação de Fe. b) Teor de Fe no concentrado. c) Teor de SiO₂ no concentrado. d) Recuperação de quartzo em ensaios de microflotação em relação ao pH.



Fonte: Traduzido de Tang; Wen (2019)

Além da atuação desses íons como modificadores de potencial da superfície de minerais, a presença de sais na água também pode ocasionar outros efeitos na flotação, como a diminuição da coalescência entre as bolhas. Na presença de NaCl, o tamanho de bolhas diminui conforme a concentração do sal aumenta até resultar no mesmo efeito que a presença de espumante MIBC, como apresentado por Quinn *et al.* (2007).

Figura 12 - Imagem da espuma e bolhas na flotação utilizando NaCl e MIBC.



Fonte: Traduzido de Quinn *et al.* (2007)

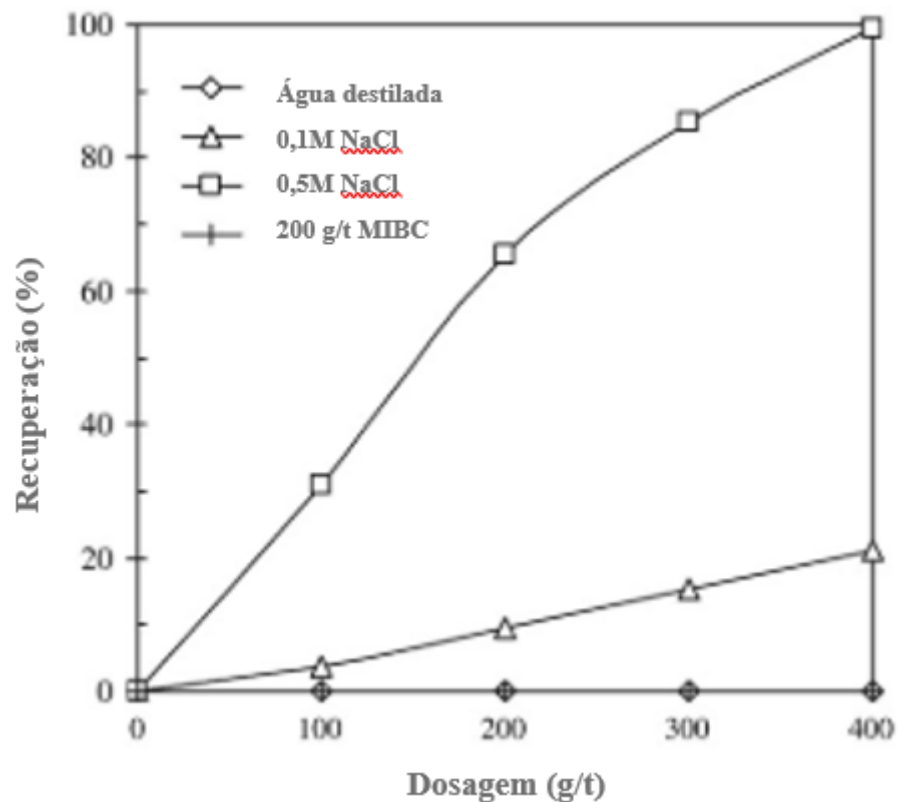
Outros estudos também demonstraram esse efeito, relacionando o aumento na concentração do sal com o aumento do *holdup* em uma coluna de flotação, com menores tamanhos de bolha devido a diminuição do fenômeno de coalescência e maior tempo de residência no equipamento (FILIPPOV *et al.*, 2018).

O NaCl, por ser considerado como eletrólito indiferente para a maioria dos minerais, foi usado em diversos estudos para analisar o aumento da força iônica e seus efeitos na flotação. Segundo Laskowski e Castro (2015) diferentes sistemas vão responder a presença de alta força iônica de formas diferentes. Na presença de sólidos hidrofóbicos por exemplo, como carvão betuminoso, a presença de NaCl permitiu sua flotação na ausência de qualquer outro reagente. A formação de bolhas com tamanhos menores e a compressão da dupla camada elétrica causada por estes eletrólitos, auxiliam os minerais hidrofóbicos a se aderir nas bolhas, aumentando assim a probabilidade de flotação.

De acordo com Ma, Bruckard e Holmes (2009), utilizando éter-monoamina e éter-diamina em sistema de flotação de caulinita, a recuperação desde mineral aumenta conforme se aumenta a

força iônica do meio, resultado oposto do que ocorre na flotação de outros óxidos como hematita e outros silicatos. Em comparação a flotação utilizando MIBC, que assim como o NaCl promove a inibição da coalescência de bolhas, a recuperação de caulinita não apresentou diferenças (Figura 13) indicando que o aumento na flotabilidade do mineral não foi causado pelo efeito que a força iônica causa na formação de espuma (diminuir tamanho de bolha e melhorar a estabilidade destas).

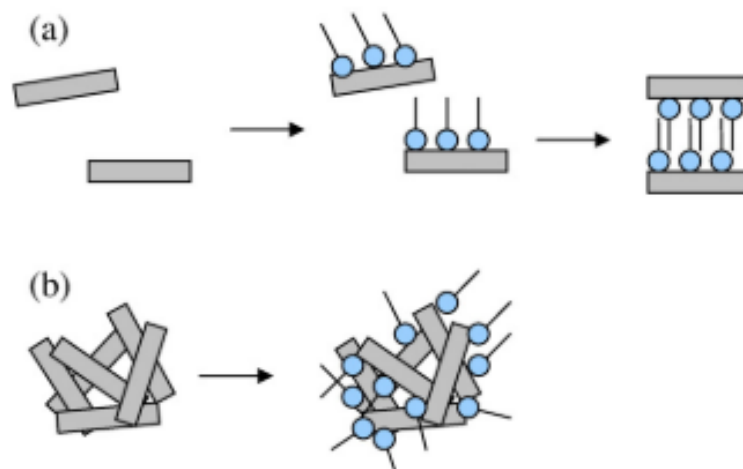
Figura 13 - Recuperação de caulinita em pH 10 por dosagem do coletor eter-amina na ausência e presença de NaCl e espumante MIBC



Fonte: Traduzido de Ma; Bruckard; Holmes (2009)

Segundo os autores, embora o mineral apresente carga negativa constante, é a agregação de partículas causadas pelo aumento da força iônica que aumenta a adsorção do coletor na superfície do mineral e promove a flotação, conforme ilustrado na Figura 14 (MA; BRUCKARD; HOLMES, 2009).

Figura 14 - Desenho esquemáticos das interações caulinita-amina proposto pelos autores. a) Na presença de água destilada. b) Na presença de NaCl



Fonte: Ma; Bruckard; Holmes (2009)

3.4.4 ÍONS Ca^{2+}

Íons cálcio e seus efeitos na flotação são documentados em diversos sistemas minerais. A presença destes íons na polpa podem ocorrer por diversas razões como o uso de cal como regulador de pH, adicionados na etapa de bombeamento de polpa (LELIS *et al.*, 2019; MAMEDE; GALERY; PERES, 2016), ou ainda na dissolução de minerais carbonatados presentes no minério (RAGHAVAN; HSU, 1984; ZHANG *et al.*, 1997).

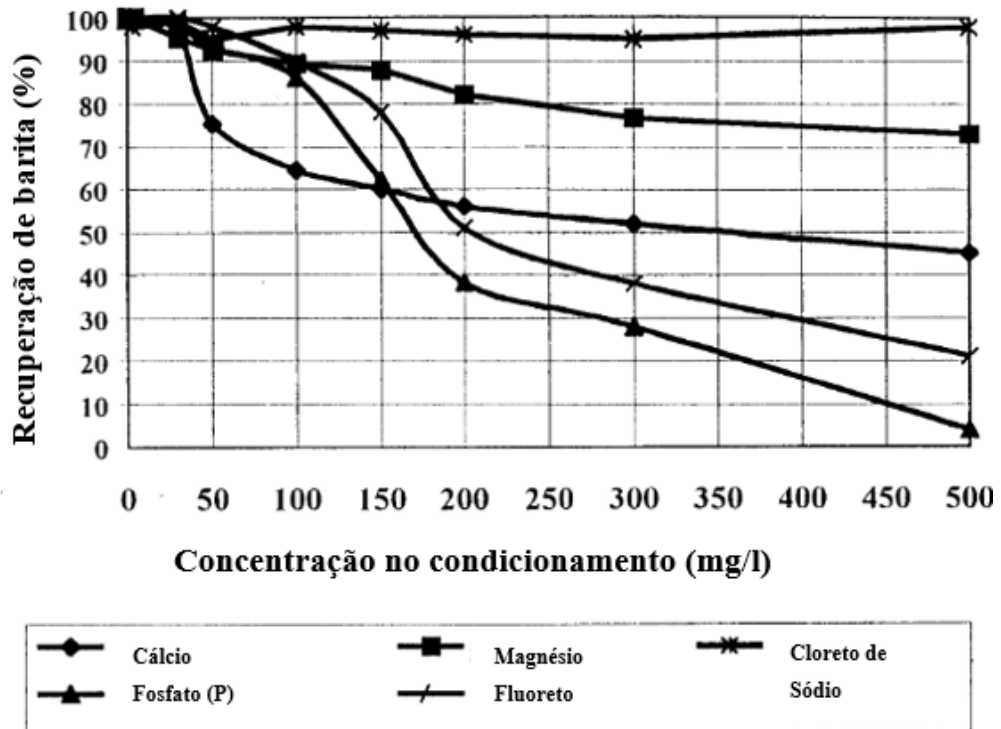
Raghavan e Hsu (1984) demonstraram por meio de medidas de potencial zeta e ensaios de flotação de um sistema mineral de molibdenita e quartzo, utilizando coletor xantato e óleo diesel, que na presença de íons Ca^{2+} ($> 10^{-3}$ M) o potencial da superfície das partículas desses minerais é menos negativo, e em pH 11, ocorre a reversão do potencial do quartzo, o que favorece a heterocoagulação das partículas minerais de quartzo e molibdenita, e conseqüente diminuição na recuperação de molibdenita.

Scotti e Smith (1993) estudaram a presença de íons Ca^{2+} na flotação de quartzo e magnetita com amina de diferentes cadeias carbônicas (8C,12C,16C), em diferentes concentrações. Além da recuperação de quartzo na presença de CaCl_2 , foram feitas medidas indiretas de adsorção do reagente no mineral (a partir da quantidade de amina residual na solução). A correlação entre a quantidade de amina adsorvida na superfície das partículas e a recuperação do mineral indica que os íons Ca^{2+} competem com as moléculas da amina ionizada. Embora a presença de Ca^{2+} tenha causado efeito negativo na flotação das partículas dos dois minerais, o uso de aminas com cadeias

longas e maiores dosagens evitam o efeito depressor do cátion em ambos minerais.

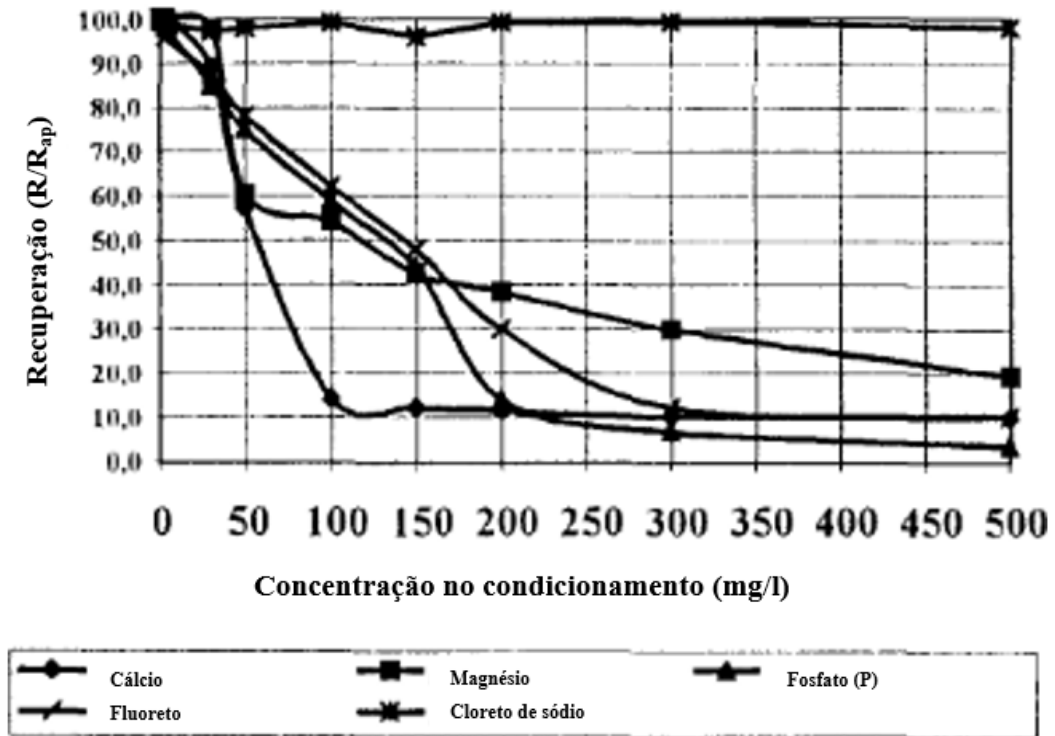
Guimarães e Peres (1999) estudaram o efeito de íons Na^+ , Cl^- , Ca^{2+} , Mg^{2+} , F^- , PO_4^{2-} , nas etapas de flotação de barita e apatita utilizando coletores aniônicos (Figura 15 e Figura 16). Os cátions bivalentes e Ca^{2+} , Mg^{2+} reagiram com o coletor de apatita, causando a formação de sabão, e reduzindo a recuperação da apatita na flotação. Na flotação de barita, o efeito na recuperação também foi observado, ambos com a recuperação metalúrgica menor quando os cátions estavam na solução em concentrações maiores que 20-30 mg/L. Em níveis ainda mais altos, a partir de 100 mg/L de Ca^{2+} , a recuperação de apatita era 10 vezes menor sem a presença de íons. Para a flotação de barita, a partir de 300 mg/L de Ca^{2+} , a recuperação era duas vezes menor que a flotação padrão.

Figura 15 - Influência de íons na flotação de barita: recuperação relativa em relação a recuperação do teste padrão *versus* concentração de íons.



Fonte: Traduzido de Guimarães; Peres (1999)

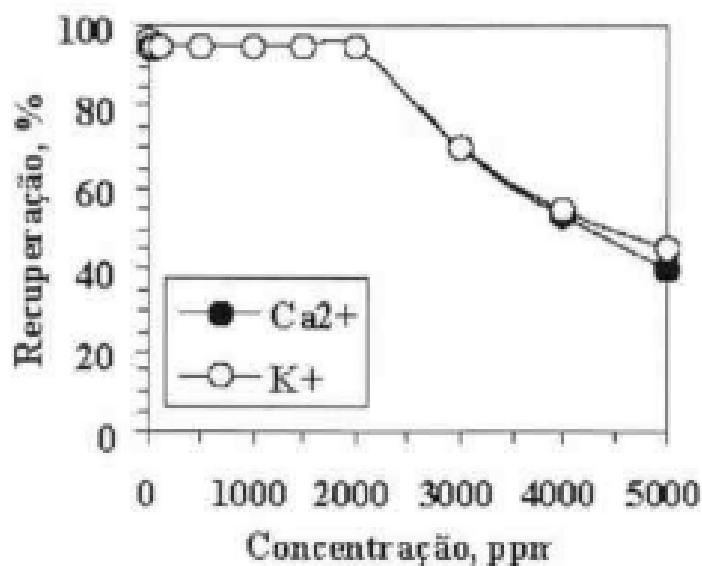
Figura 16 - Influência de íons na flotação de apatita: recuperação relativa em relação a recuperação do teste padrão *versus* concentração de íons.



Fonte: Traduzido de Guimarães; Peres (1999)

Baltar e Cunha (2002) estudaram os efeitos de Ca^{2+} e K^+ na flotação de feldspato utilizando amina como coletor, para verificar se os cátions de diferentes valências possuem eficiências diferentes como efeito depressor na flotação. A adição de íons Ca^{2+} apresentou uma diminuição na recuperação de feldspatos a partir de 3000 mg/L, chegando a diminuir cerca de 60% na recuperação em massa em dosagens mais altas (5000 mg/L), como apresentado na Figura 17.

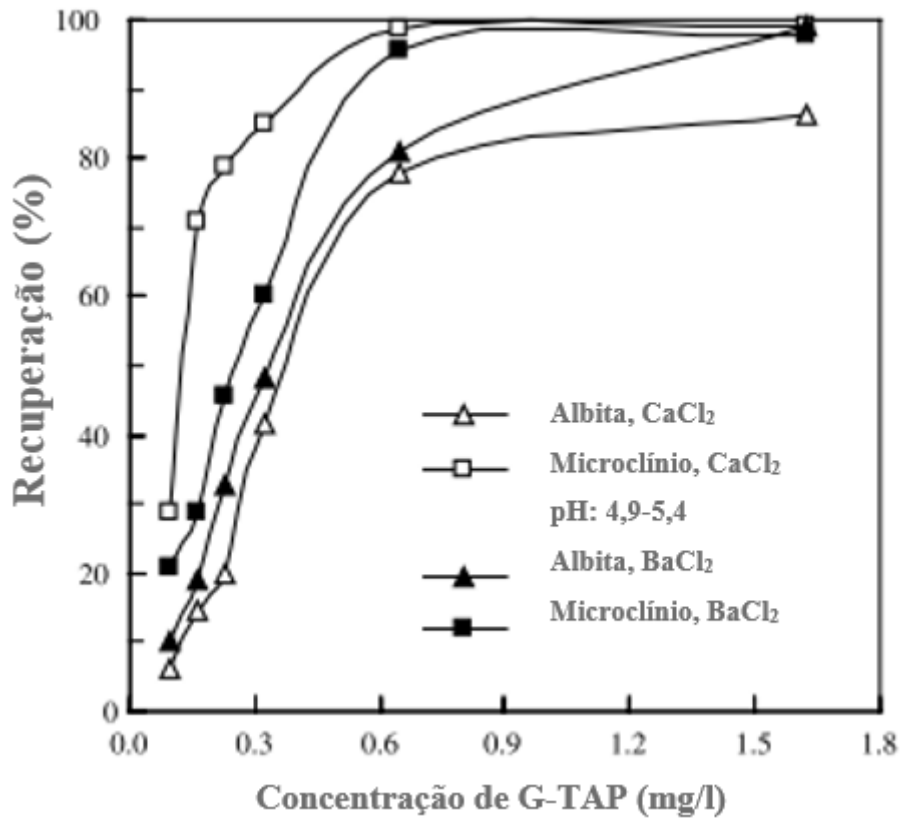
Figura 17 – Recuperação de feldspato versus concentração de cátions Ca^{2+} e K^+ na flotação com amina (400g/t), pH 8.



Fonte: (BALTAR; CUNHA, 2002)

Demir *et al.*, (2003) também demonstraram o efeito depressor de íons Ca^{2+} na flotação de feldspatos microclinio e albita, utilizando um coletor do tipo amina, de nome Genamin-TAP (G-TAP). Os dois minerais possuem similaridades na carga superficial, e a separação seletiva da albita utilizando amina só ocorre em presença de sais que consigam alterar a carga superficial do mineral resultando em um efeito depressor das partículas. Além dos cátions se adsorverem na superfície das partículas, competindo pelos sítios negativos com a amina, há ainda a possibilidade de troca iônica entre os íons Na^+ pertencentes a estrutura da albita com íons Ca^{2+} , o que também resulta em diminuição da carga superficial do mineral.

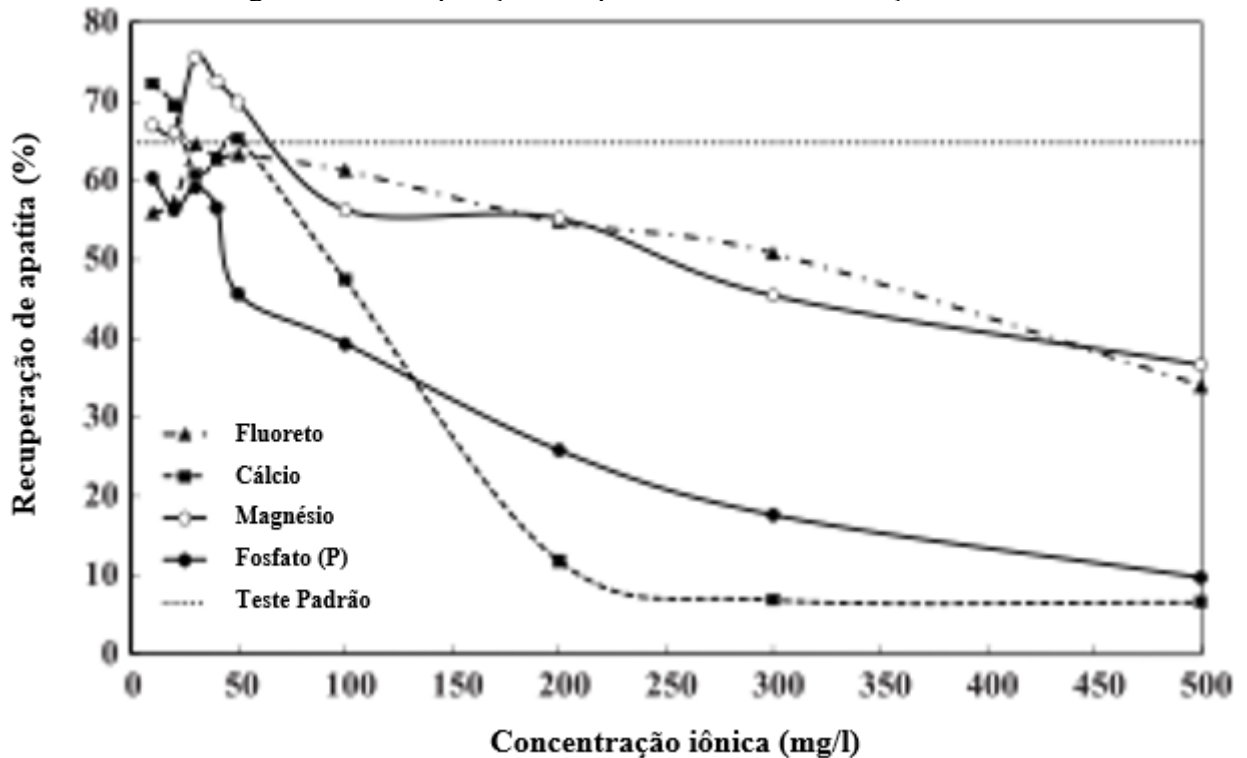
Figura 18 - Recuperação de albita e microclínio na presença de $10^{-2}M$ $CaCl_2$ e $BaCl_2$ versus concentração de amina



Fonte: Traduzido de Demir *et al.*(2003)

Santos *et al.* (2010) estudaram a influência de íons F^- , Ca^{2+} , Mg^{2+} e PO_4^{3-} na flotação de apatita. Os íons Ca^{2+} apresentaram elevado efeito deletério na recuperação de apatita, principalmente em concentrações mais altas (300 mg/L), conforme apresentado na Figura 19. Estes cátions são íons determinantes de potencial da apatita, bem como o fluoreto e o potássio. O coletor usado na flotação de apatita reage com o cálcio presente no mineral, e a adição desses íons na polpa, favorece o consumo de coletor pelo Ca^{2+} . De acordo com Laskowski e Castro (2015), Ca^{2+} e Mg^{2+} formam sais insolúveis na presença de ácidos graxos.

Figura 19 - Recuperação de apatita versus concentração iônica



Fonte: Traduzido de Santos *et al.* (2010)

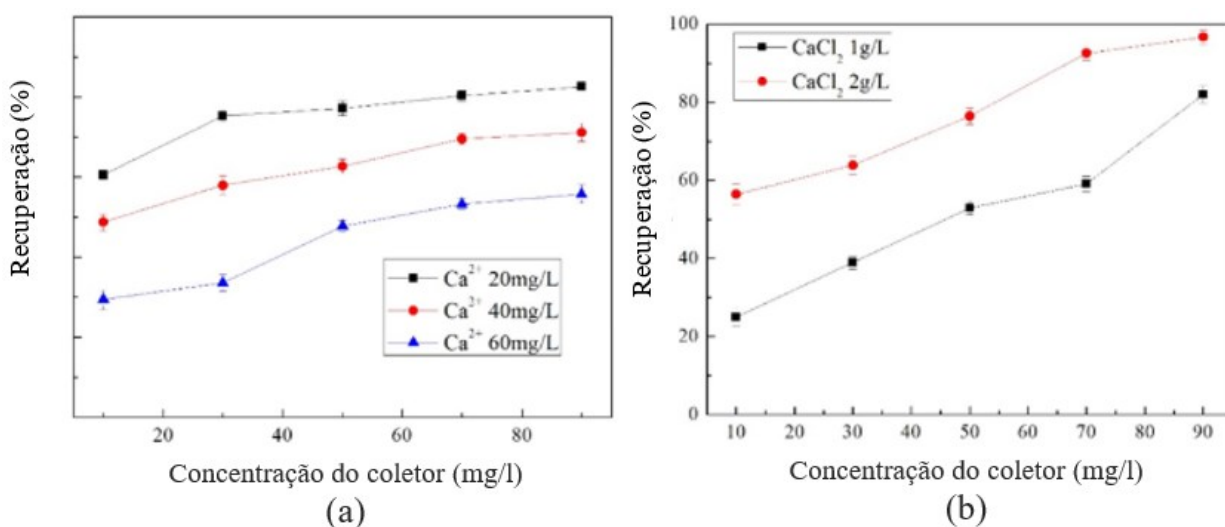
Em outro estudo, Santos *et al.* (2012) compararam a influência destes íons, no minério de apatita com distribuição granulométrica fina ($d_{\text{sauter}} = 4,96 \mu\text{m}$) e grosseira ($d_{\text{sauter}} = 41,52 \mu\text{m}$). A flotação foi avaliada segundo o índice de seletividade entre a apatita e seus principais minerais de ganga (Fe_2O_3 e SiO_2). Na amostra de minério grosseiro a presença de Ca^{2+} acima de 100 mg/L diminuiu consideravelmente o índice de seletividade em relação a SiO_2 . O mesmo efeito foi observado em relação ao minério de granulometria fina na presença Ca^{2+} a partir de 50 mg/L, em relação ao índice de seletividade de Fe_2O_3 e SiO_2 .

Oliveira e Baltar (2017) compararam a flotabilidade de dolomita utilizando amina e oleato de sódio como coletores na presença dos reguladores de pH: NaOH, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Na_2CO_3 . Utilizando oleato de sódio, em pH acima de 11, houve flotabilidade do mineral maior que 40%, com qualquer regulador. Na flotação com amina, o pH com maiores recuperações foi cerca de 12, com recuperações de até 21% utilizando NaOH e 86,5% com uso de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Neste pH, medidas de potencial zeta demonstraram que a presença de NaOH deixa a superfície da partícula com carga negativa, já com $\text{Ca}(\text{OH})_2$ há uma reversão de carga, e a superfície da partícula passa a ser positiva, devido ao fato do cálcio ser íon determinante de potencial da dolomita. A amina em pH 12 encontra-se majoritariamente na forma molecular, e os autores sugeriram a possibilidade de

formações de complexos de amina molecular e cálcio ou oxigênio presentes na superfície das partículas.

Estudos desenvolvidos por Ren *et al.* (2018) utilizando a amina EDA-C na flotação de quartzo, na presença de CaCl_2 , sugerem que a adsorção do coletor em pH 10, na presença de 20-80 mg/L de Ca^{2+} diminui devido a adsorção de CaOH^+ na superfície do quartzo. No entanto, em altas dosagens de coletor (90 mg/L) e alta quantidade de Ca^{2+} (2g/l) este efeito desapareceu. A Figura 20 apresenta a variação da dosagem de cálcio e coletor em relação à recuperação de SiO_2 .

Figura 20 - Recuperação de SiO_2 versus concentração do coletor na flotação. a) Efeito de 20-60 mg/L de Ca^{2+} . b) Efeito de 1 a 2g/l de Ca^{2+} .



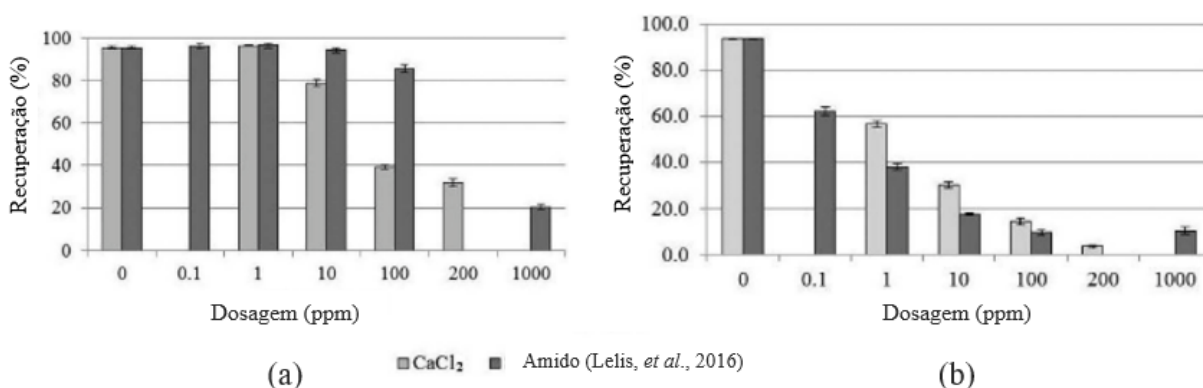
Fonte: Traduzido de Ren *et al.* (2018)

Tang e Wen (2019) apresentaram como o uso de água de processo, com concentrações altas de íons Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Na^+ , Cl^- , SO_4^{2-} , impactaram na flotação de minério de ferro, com o aumento de 6% na recuperação de Fe e 1,5% de teor de SiO_2 no concentrado. Em ensaios de microflotação de quartzo, a presença de Ca^{2+} diminuiu a recuperação do mineral a partir do pH 10 (Figura 11-d). Em ensaios de bancada (Figura 11- a;b;c), realizados em pH 9, a presença de íons Ca^{2+} aumentou o teor de Fe no concentrado final, ainda que em termos de recuperação, esta tenha sido menor, e sem impacto significativo no teor de SiO_2 do concentrado. Segundo os autores, a formação de $\text{Ca}(\text{OH})_{2(s)}$ na superfície do quartzo diminuiu a interação do coletor com a partícula mineral.

Lelis *et al.* (2019) estudaram os efeitos de Ca^{2+} e Cl^- em ensaios de microflotação de quartzo e hematita, utilizando amina como coletor e amido como depressor, em pH 10. Para

concentrações maiores que 10mg/L de CaCl₂, a recuperação de quartzo diminui, e em comparação ao efeito do depressor na mesma dosagem, os íons possuem um efeito deletério maior sobre o quartzo. A superfície das partículas de hematita forma complexos positivos com o íon Cl⁻, diminuindo os sítios negativos da superfície do mineral, e evitando o mecanismo de adsorção da amina, e, portanto, diminuindo a recuperação deste mineral.

Figura 21 – Recuperação do mineral em função da dosagem de CaCl₂ e amido, em pH 10,5. a) Recuperação de quartzo (amina = 2,5 mg/L). b) Recuperação de hematita (amina = 50mg/L)



Fonte: Traduzido de Lelis *et al.* (2019)

Jung *et al.* (2022) apresentou o efeito de íons Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺ e Na⁺ na flotação de monazita com oleato de sódio. A formação de precipitados de oleato de cálcio adsorvidos na superfície do mineral diminuiu consideravelmente a flotação da monazita.

Na flotação de quartzo com mistura de coletores catiônicos e aniônicos, a presença de íons cálcio agiu como ativador, devido a adsorção de Ca²⁺ e Ca (OH⁺) na superfície das partículas, atestado pela reversão do potencial zeta em pH 11, e sua interação com os coletores aniônicos. Em pH 10, a recuperação foi 80% maior na presença de CaCl₂ (WANG *et al.*, 2022a).

Além dos efeitos de competição por sítios negativos, Filippov *et al.* (2018) constataram que a presença de íons Ca²⁺ pode apresentar o mesmo efeito sobre a coalescência de bolhas na flotação que os íons Na⁺.

3.4.5 ÍONS Mg²⁺

Assim como os íons Ca²⁺, os efeitos causados pelas espécies iônicas Mg²⁺ na flotação, são relativamente bem documentadas na literatura, geralmente nos mesmos estudos com outros íons bivalentes, como o Ca²⁺. Guimarães e Peres (1999) estudaram o efeito de íons Mg²⁺, na flotação de barita e apatita, e assim como os cátions Ca²⁺, a flotação de barita apresentou uma diminuição

na recuperação metalúrgica a partir da concentração de 30mg/L de Mg^{2+} , chegando a atingir recuperações até 30% menores que a flotação padrão (Figura 15). Na flotação de apatita, a recuperação metalúrgica foi 80% menor que a padrão para os valores mais elevados de concentração de Mg^{2+} (500 mg/L) (Figura 16). Santos *et al.* (2010) também verificaram os efeitos dos cátions de magnésio sobre a flotação de apatita (Figura 19), e destacaram o alto consumo de reagentes, como o regulador de pH NaOH, e o coletor de apatita, que assim como o cálcio, também reage com íons Mg^{2+} . Ao comparar este minério com diferentes granulometrias, Santos *et al.* (2012) identificaram que em amostra de granulometria grosseira, a presença de Mg^{2+} a partir de 200 mg/L resultou em concentrados com menores teores de P_2O_5 e alto teor de Fe_2O_3 , com mesmo efeito sendo observado a partir de 50 mg/L para o minério fino. O índice de seletividade em relação aos teores de SiO_2 , independente da distribuição granulométrica, apresentando o mesmo efeito deletério em concentrações acima de 50 mg/L.

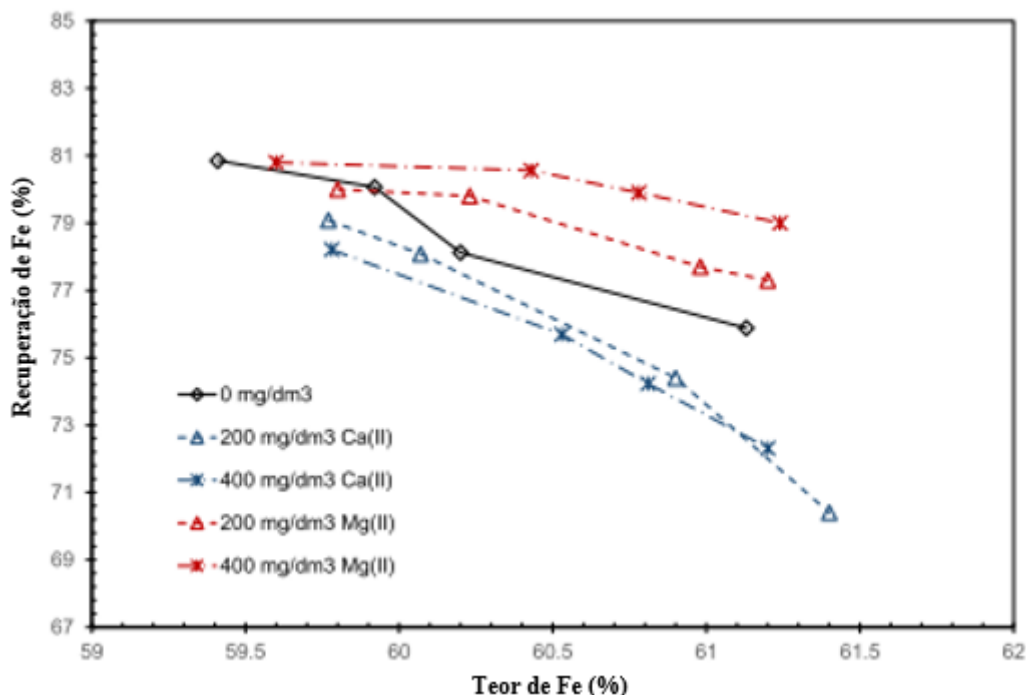
Ozkan e Acar,(2004) estudaram as interações de íons Ca^{2+} e Mg^{2+} com amostras de borato em flotação aniônica. A presença de ambos os íons resultou num impacto de até 35% na recuperação do mineral, enquanto foi observado impacto menor, até 20%, quando os íons foram utilizados individualmente na flotação.

Ruan *et al.* (2018) estudaram a influência de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} e Fe^{3+} em ensaios de microflotação de apatita, dolomita e quartzo, utilizando o coletor aniônico óleo de semente de algodão. Os íons bivalentes aumentaram a recuperação de apatita em pH neutro, em concentrações até 4×10^{-3} M, a partir de qual a recuperação de apatita e dolomita diminuíram. Já o quartzo apresentou flotabilidade a partir do pH 9, onde há predominância de espécies hidrolisadas $Ca(OH)^+$ e $Mg(OH)^+$, estas agindo como ativadores do mineral, após a adsorção destas espécies na superfície da partícula.

Tang e Wen, (2019) apresentaram ensaios de microflotação com quartzo, e em comparação a queda na recuperação causada por íons Ca^{2+} , o impacto da presença de Mg^{2+} foi maior (Figura 11 - d). No entanto, ensaios de bancada com minério de ferro não apresentaram diferenças significativas na presença de íons Mg^{2+} (Figura 11 - a;b;c).

Em outro estudo de flotação reversa de minério de ferro, a presença de Mg^{2+} resultou em maiores recuperações de Fe para o afundado da flotação, efeito contrário da presença de Ca^{2+} nas mesmas concentrações (200 mg/L e 400 mg/L) (TANG; XIAO, 2021), conforme apresentado na Figura 19.

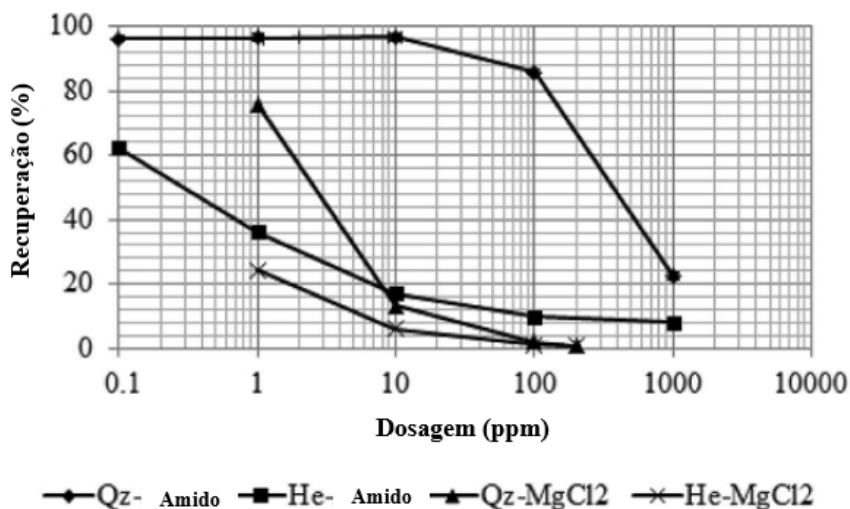
Figura 22 - Recuperação *versus* teor de Fe na presença de íons Mg^{2+} e Ca^{2+}



Fonte: Traduzido de Tang; Xiao (2021).

Em estudos de microflotação de hematita e quartzo a adição de $MgCl_2$ resultou em diminuição na recuperação de ambos minerais (Figura 23). A adsorção de íons Mg^{2+} e $MgOH^+$ na superfície do quartzo e a formação de sítios positivos na superfície da hematita pela formação de complexos com os íons Cl^- diminuem a adsorção eletrostática do coletor nestes minerais (LELIS *et al.*, 2022).

Figura 23 - Recuperação de quartzo e hematita em relação a dosagem de amido e $MgCl_2$. Dosagem de amina= 2,5 mg/L para quartzo e 50mg/L para hematita em pH 10,5.



Fonte: Traduzido de Lelis *et al.* (2020).

Na flotação de monazita, Jung *et al.* (2022) apresentaram como o íon Mg^{2+} teve efeito deletério na recuperação do mineral, devido a formação de precipitados superficiais, embora o efeito observado tenha sido menor que na presença de íons Ca^{2+} .

Assim como outros íons dissolvidos, a presença de íons Mg^{2+} também apresentou uma menor coalescência de bolhas e maior estabilidade da espuma em uma coluna de flotação (FILIPPOV *et al.*, 2018).

3.4.6 IONS K^+

Assim como os íons Na^+ , os íons K^+ foram estudados por Demir, Abramov e Çelik (2001), para a ativação de minerais albita e microclínio usando amina como coletor (Figura 10). Os íons K^+ também provocaram diminuição do potencial zeta da albita, sendo considerado cátion determinante de potencial deste mineral, e assim como íons Na^+ , mas em menor grau, reduziram sua flotabilidade, sendo 45% menor em relação à recuperação de microclínio.

Baltar e Cunha (2002) também estudaram os efeitos dos íons K^+ na flotação de feldspato utilizando amina como coletor. Nestes estudos, íons Ca^{2+} também foram usados para verificar se os cátions de diferentes valência possuem comportamento diferente com respeito ao efeito depressor na flotação. O efeito na recuperação do feldspato foi similar ao apresentado para os íons bivalentes (Figura 17) mas os autores destacaram que a adição das espécies iônicas alteraram a cinética de flotação, e que o efeito depressor desses íons pode ser suprimido com prolongamento do tempo de flotação.

Já nos estudos de Jung *et al.* (2022), o efeito dos íons monovalentes K^+ e Na^+ , na flotação de monazita com oleato de sódio, foram menores que os efeitos dos íons bivalentes. Segundo estes pesquisadores, a formação de precipitados de oleato de cálcio adsorvidos na superfície do mineral, diminuíram consideravelmente a flotação da monazita.

Em ensaios de flotação com minério de ferro realizados por Tang; Wen (2019) a presença de K^+ e Cl^- não impactou o teor de Fe e SiO_2 no concentrado final e a recuperação metalúrgica de Fe (Figura 11- a;b;c).

3.4.7 ÍONS F^-

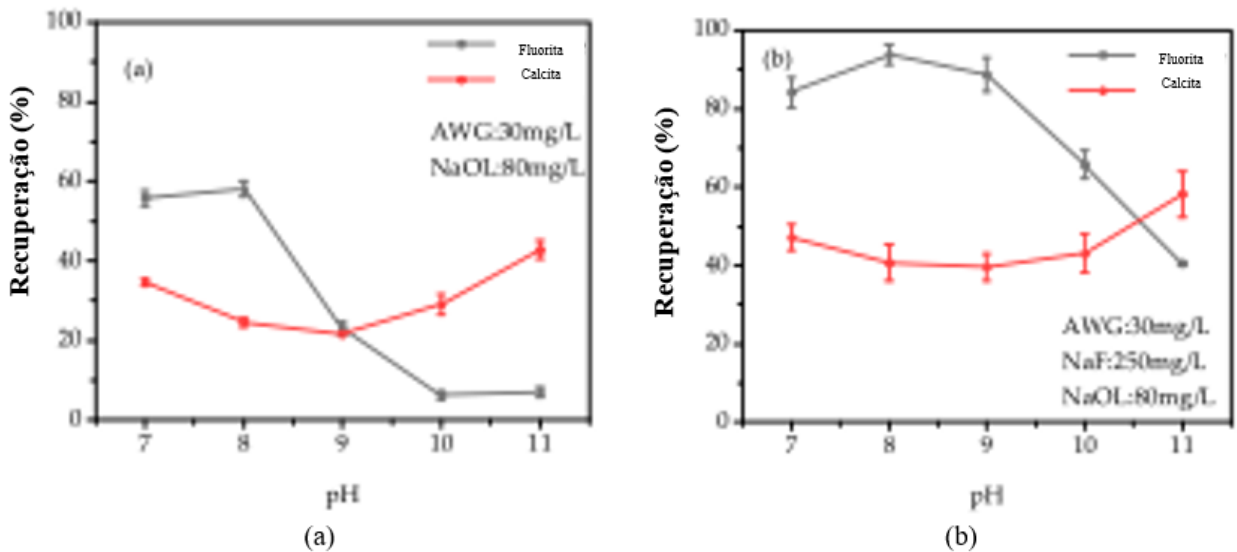
O uso de íons fluoreto como ativadores na flotação direta de pirocloro em meio ácido é conhecido desde pelo menos a década de 50. De acordo com Faucher; Dessureaux, (1960) íons livres de fluoreto ou fluossilicatos atuam como neutralizantes do efeito de depressores residuais

utilizados em etapas anteriores à flotação direta de pirocloro. Gibson, Kelebek e Aghamirian (2021) cita o uso de ácido fluorídrico como ativador de feldspato, bem como o ácido fluossilícico, pela adsorção de SiF_6^{2-} nos sítios catiônicos Al^{3+} presentes na superfície desses minerais. Segundo Rao (1969), íons fluoreto na flotação de silicatos, suprimem a ionização de $>\text{SiOH}$ em $>\text{Si-O}^-$, reduzindo a quantidade de sítios negativos ativos na superfície do mineral.

Guimarães; Peres (1999) citam os íons F^- como possíveis depressores de apatita devido fato de serem íons determinantes de potencial deste mineral. Em concentrações maiores que 50mg/L de F^- , a recuperação de barita foi afetada (Figura 15), e na flotação aniônica de apatita a presença de 10mg/L de F^- , já foi suficiente para diminuir a recuperação metalúrgica da flotação, chegando a ser 10 vezes menor que a recuperação padrão para concentrações a partir de 300 mg/L de F^- (Figura 16). Este efeito também foi observado por Santos *et al.* (2010). Os íons fluoreto reagiram com o cálcio presente na apatita, reduzindo sua recuperação em pelo menos 30% em relação ao resultado padrão sem adição de íons (Figura 19). No entanto, Santos *et al.* (2010) destaca que foi o único íon adicionado que não diminuiu o teor de P_2O_5 no concentrado, devido a sua ação depressora em outros minerais presentes na flotação como os silicatos. Mesmo no minério com diferentes granulometrias, o mesmo efeito foi observado, sendo mais proeminente na presença de partículas finas (SANTOS *et al.*, 2012).

Wang *et al.* (2021) mostraram como a presença de íons fluoreto permitiu a separação entre a fluorita e calcita utilizando oleato de sódio como coletor de fluorita e silicato de sódio acidificado como depressor. A presença de F^- reagiu com o composto CaSiO_3 , adsorvido na superfície dos minerais, formando CaF_2 , e evitando o efeito do depressor sobre as partículas. No entanto, a presença de Si(OH)_4 na superfície da calcita não interagiu com os íons, sendo este o principal composto que deprime a calcita no sistema. A Figura 24 apresenta a diferença entre a recuperação dos minerais.

Figura 24 - Recuperação de fluorita e calcita em função do pH. a) Ausência de NaF b) 250 mg/L NaF.



Fonte: Traduzido de Wang *et al.*(2021)

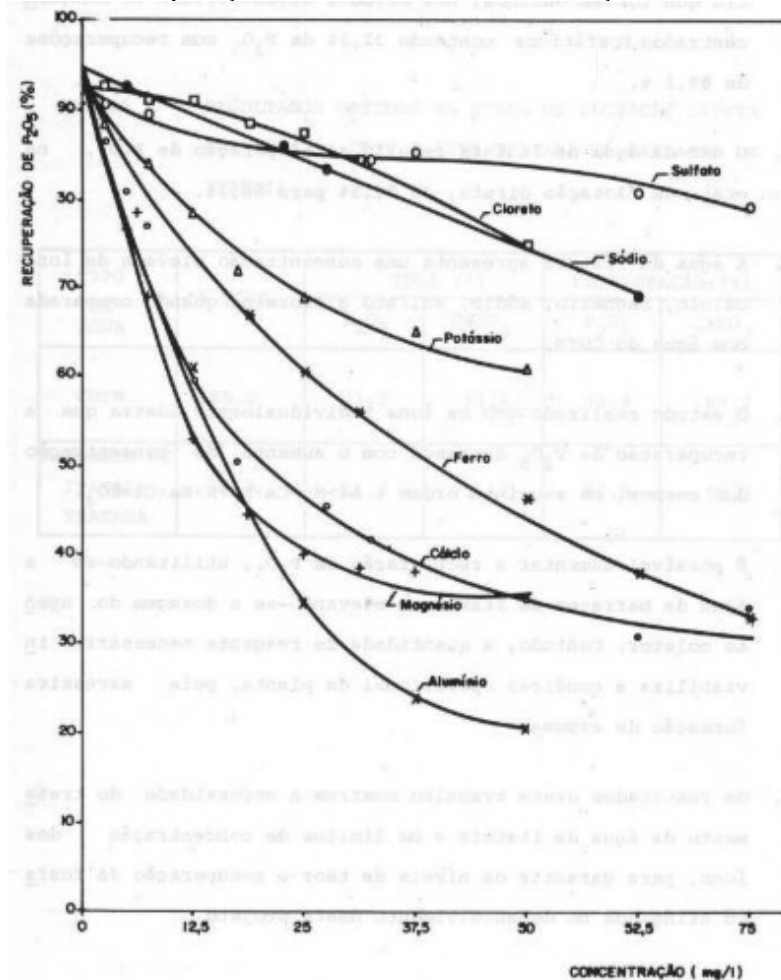
Wang *et al.*(2022b) também concluíram que a adição de F^- em um sistema de flotação com apatita e calcita, permite a formação de CaF_2 na superfície da calcita, evitando a adsorção do coletor Pb-BHA (ácido benzo hidroxâmico nitrato de chumbo) na superfície do mineral.

3.4.8 IONS SO_4^{2-}

Os efeitos de íons SO_4^{2-} na flotação são amplamente estudados para os sistemas de minérios sulfetados, principalmente devido à presença destes íons na água recirculada nas plantas de beneficiamento. Em outros sistemas minerais, esses íons serão presentes principalmente devido ao seu uso como regulador de pH na forma de H_2SO_4 .

Aquino (1987) apresentou como a recuperação de apatita diminuiu com a presença de íons dissolvidos, presentes na água da barragem recirculada no processo. Embora o efeito do sulfato reduziu até 10% na recuperação de P_2O_5 , a presença de outros íons reduziu até 70% na recuperação metalúrgica da flotação. O efeito deletério observado segue a seguinte ordem com o aumento da concentração: $Al > Mg > Ca > Fe > K > Na > Cl > SO_4$.

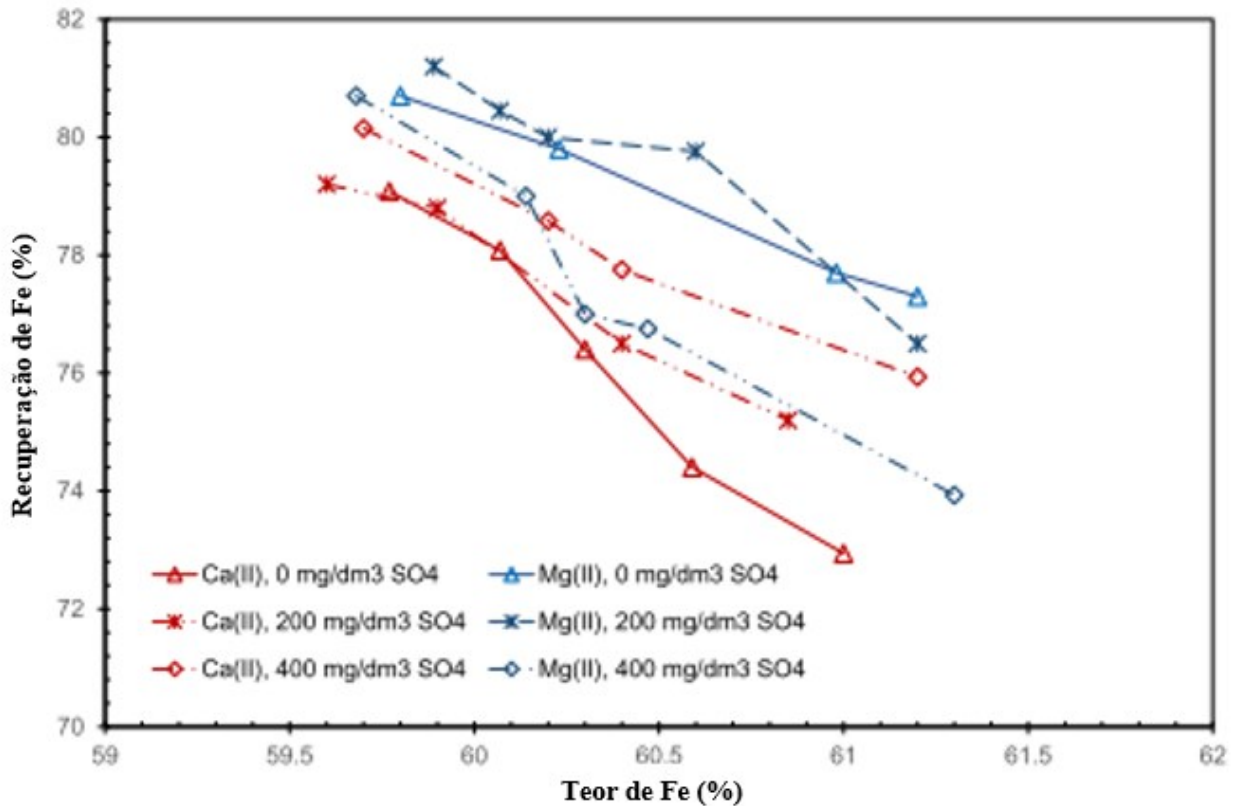
Figura 25 - Recuperação de P_2O_5 versus concentração de íons na água.



Fonte: (AQUINO, 1987)

Tang; Xiao (2021) apresentaram a influência dos íons sulfato em ensaios de flotação reversa de minério de ferro, utilizando dodecilamina como coletor. Na presença de 200mg/L de $CaCl_2$, o aumento da dosagem de SO_4^{2-} resultava em aumento na recuperação de Fe, devido a formação de $CaSO_4$, e, conseqüentemente, havia menos cátions presentes para adsorver na superfície dos minerais e competir com o coletor. O mesmo efeito não ocorre na presença de $MgCl_2$. Medidas de potencial zeta apresentaram como a presença de SO_4^{2-} deixou a superfície do mineral mais carregada negativamente, sendo que na presença de $CaCl_2$ a superfície apresentou potencial ligeiramente maior que na presença de $MgCl_2$.

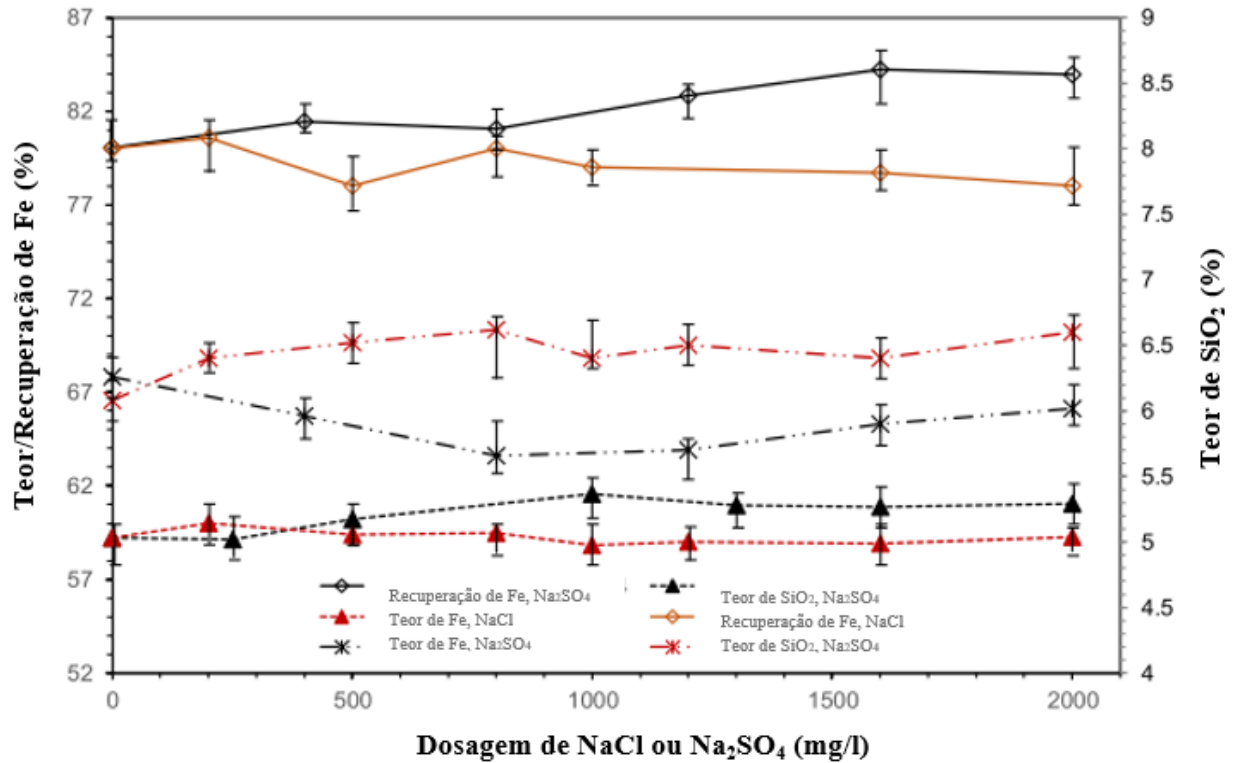
Figura 26 - Recuperação de Fe versus teor de Fe no concentrado. Pré-tratamento com CaCl₂ e MgCl₂ - 200mg/L.



Fonte: Traduzido de Tang e Xiao (2021)

Outro estudo, feito por Tang; Wen (2019) também demonstrou como, em comparação aos íons Cl⁻, íons SO₄²⁻ resultaram em maiores recuperações de Fe. Embora os dois íons possam formar complexos carregados positivamente com a superfície do óxido de ferro, os íons SO₄²⁻ atuam diminuindo a dissolução de íons metálicos do mineral e os sítios negativos gerados por eles.

Figura 27 - Recuperação/teor de Fe e teor de SiO₂ em função da concentração de NaCl e Na₂SO₄



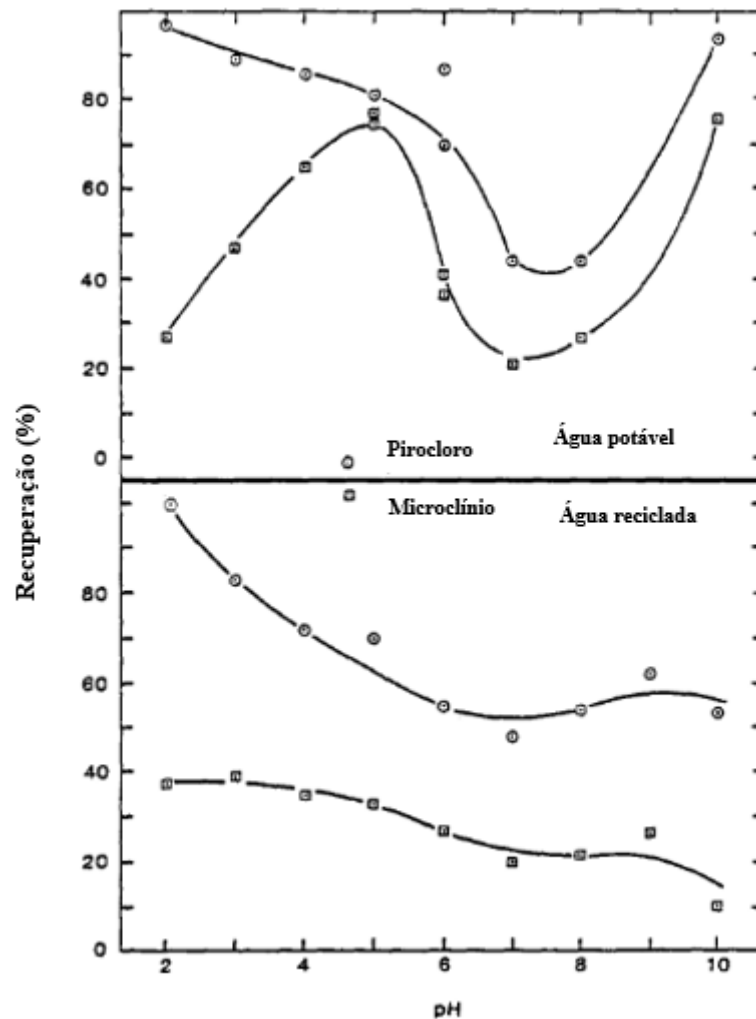
Fonte: Traduzido de Tang e Wen (2019)

3.4.9 EFEITO DA ÁGUA DE PROCESSO NO CIRCUITO DE FLOTAÇÃO DE PIROCLORO

O uso de água de processo também causa efeitos deletérios na flotação de pirocloro. Marois *et al.* (2018) descreveu como a água de processo impactou a flotação de carbonatos, consequentemente causando perdas de até 4% na recuperação global de Nb₂O₅. Em comparação com a água potável, o uso de água recirculada na flotação de pirocloro na presença de silicatos, causou perda na seletividade da flotação e aumento do consumo de reagente. (ESPINOSA-GOMEZ; FINCH; LAPLANTE, 1987b). De acordo com Rao *et al.* (1988) a presença de espécies contaminantes na água de processo muda a carga superficial do pirocloro, diminuindo a adsorção do coletor sobre as partículas. A Niobec recircula pelo menos 67% de água no processo, proveniente do espessador de rejeito (LAROSE, 2013), porém, previamente a flotação de pirocloro, a polpa passa por estágios de deslamagem e diluição com água nova, para evitar efeitos deletérios da água recirculada (com regentes de etapas anteriores de flotações), além da presença de sais que diminuem o efeito do coletor sobre a superfície do pirocloro (DUFRESNE; GOYETTE, 2004).

Em estudos realizados por Espinosa-Gomez, Finch e Laplante (1987a) mostraram que utilizando água de processo com concentrações de 110 mg/L de SO_4^{2-} , 199 mg/L de Ca^{2+} , e 98 mg/L de Mg^{2+} , o potencial zeta dos minerais pirocloro, biotita e microclínio foi revertido entre o pH 3 a 4,2. Em ensaios de flotação com acetado de amina (F-2642 – 1kg/t) e depressor DK813 (5kg/t), com os minerais microclínio e pirocloro, apresentaram uma diminuição na recuperação de ambos os minerais, ainda que na faixa de pH mais ácida, abaixo do pH 5, a seletividade da etapa tenha sido mantida.

Figura 28 - Flotação de pirocloro e microclínio utilizando água potável e água de processo



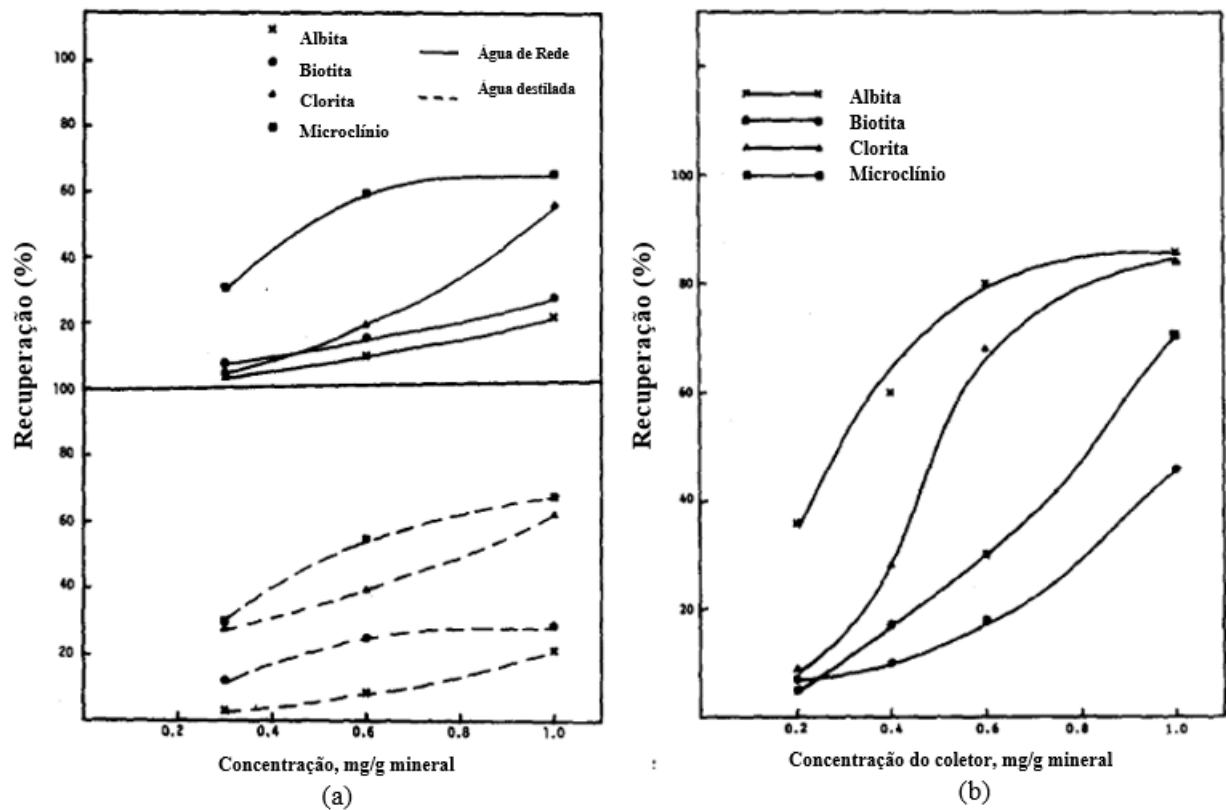
Fonte: Traduzido de Espinosa-Gomez, Finch e Laplante (1987a)

Segundo Espinosa-Gomez, Finch e Laplante (1987b), na flotação de carbonatos, a presença de íons Ca^{2+} e Mg^{2+} presentes na água de processo favorecem a flotação de pirocloro junto aos carbonatos. Estes íons são adsorvidos na superfície de silicatos e pirocloro promovendo coagulação das partículas e afetando a dispersão de lamas (partículas menores que 10 μm) na polpa

e, conseqüentemente, aumentando a perda de Nb_2O_5 nesta etapa de flotação.

Rao *et al.* (1988) investigaram os efeitos da água de processo com altas concentrações de íons Ca^{2+} (290 mg/L) e Mg^{2+} (100 mg/L) e resíduos orgânicos, na microflotação de pirocloro, albita, biotita, clorita e microclínio, utilizando 3 fontes de água diferentes: destilada, da rede de abastecimento e de processo. A flotação de pirocloro foi afetada pelos cátions presentes na água de processo em pH 6,5. Em pH ácido, a recuperação foi maior quando o pH foi ajustado com ácido oxálico, devido a precipitação de íons Ca^{2+} . A presença de íons Na^+ provocou o mesmo efeito dos íons cálcio devido a competição destes íons com a amina utilizada como coletor. A matéria orgânica promoveu a recuperação de silicatos para o concentrado, e após a água ser tratada a seletividade da flotação foi maior.

Figura 29 - Flotação catiônica de silicatos em pH 6. a) Flotação em água destilada e da rede de abastecimento. b) Flotação em água de processo.



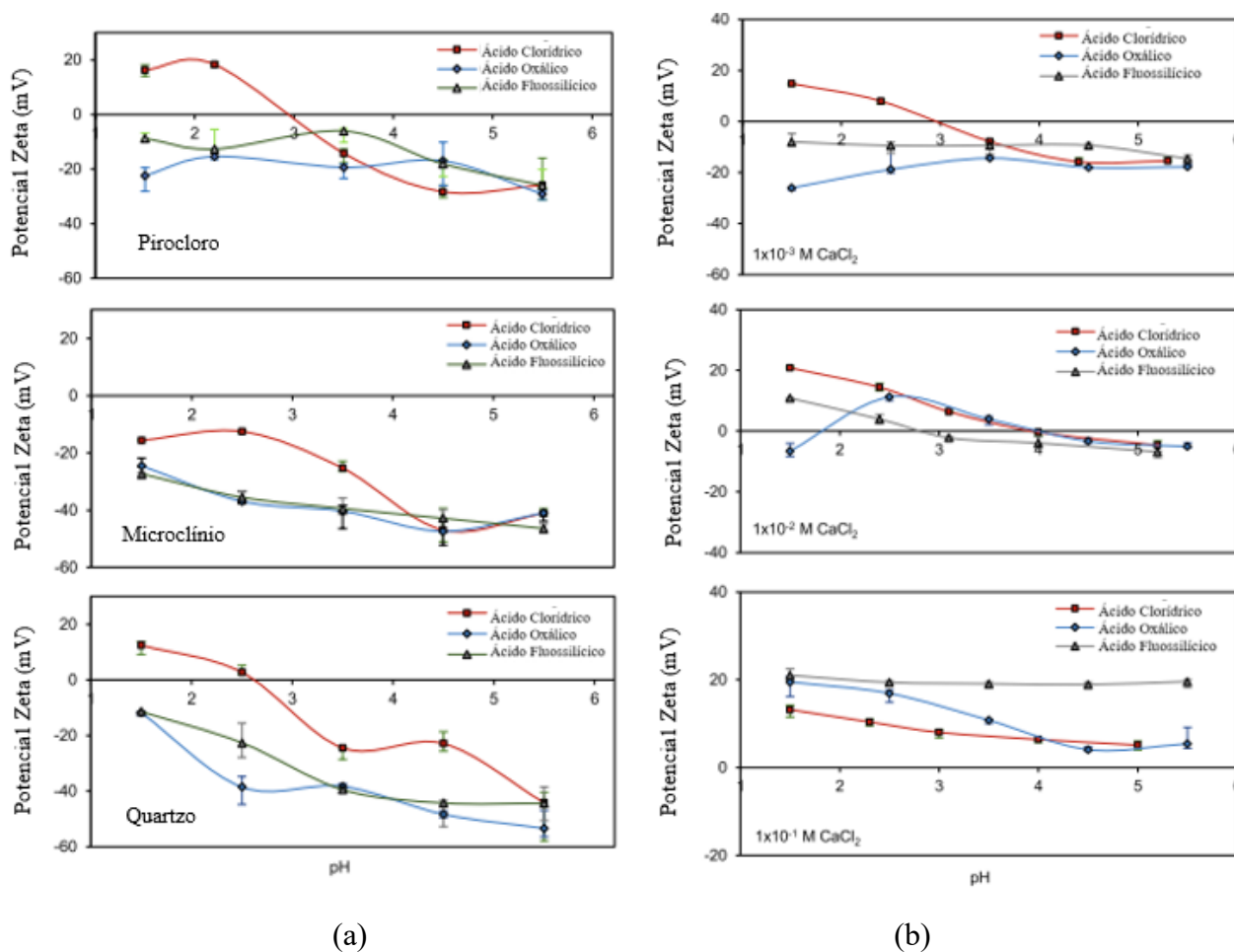
Fonte: Traduzido de Rao, *et al.* (1988)

Marois *et al.* (2018) investigaram a diminuição sazonal na recuperação global de pirocloro na planta da Niobec. No inverno, a quantidade de íons PO_4^{3-} na água de processo aumentava consideravelmente, causando diminuição na recuperação mássica da flotação de carbonatos e, conseqüentemente, impactando a recuperação na flotação de pirocloro. Com o aumento de

minerais carbonatados no produto que segue para a etapa de lixiviação, como a apatita, íons PO_4^{3-} eram gerados nesta etapa e seguiam para o fluxo de água de processo, causando um efeito cíclico de presença de íons acumulados na água e aumento de apatita no concentrado a ser lixiviado.

Gibson; Kelebek; Aghamirian (2021) estudou como os tipos de reguladores de pH (ácido oxálico, hidrocloreídrico e fluossilícico) afetam a adsorção de amina na superfície do pirocloro, microclinio e quartzo em pH ácido. Utilizando os ácidos oxálico e fluossilícico, o potencial zeta destes minerais é negativo para toda a faixa de pH testada, Figura 30 (a), possivelmente devido a adsorção de $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ e SiF_6^{2-} na superfície dos minerais. Na presença de CaCl_2 , Figura 30 (b), em baixas concentrações, o efeito de Ca^{2+} foi similar ao efeito de K^+ , enquanto em altas concentrações, o potencial zeta da superfície passou a ser positivo para os três minerais. Em pH 1,5 a flotabilidade do quartzo é menor do que a dos outros minerais, sendo que neste pH a amina protonada é adsorvida pelos três minerais, mas não há formação de hemi-micelas na superfície do quartzo.

Figura 30 - Potencial zeta em função do pH. a) Pirocloro, microclinio e quartzo em eletrólito de background KCl ($1 \times 10^{-3} \text{M}$). b) Pirocloro em diferentes concentrações de CaCl_2



Fonte: Traduzido de Gibson; Kelebek; Agha Mirian (2021)

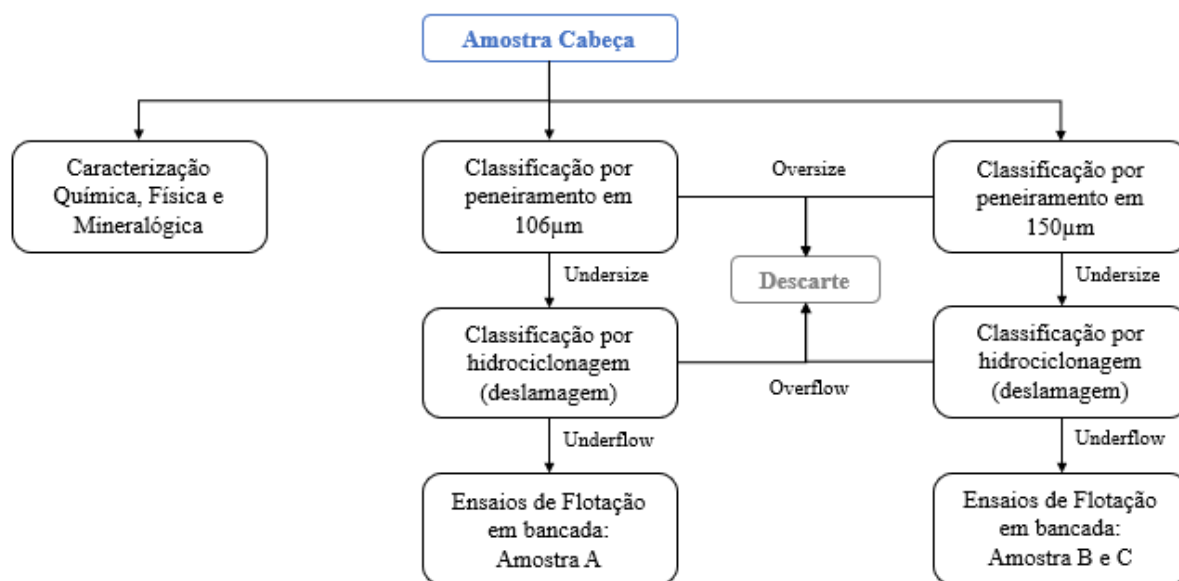
4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 AMOSTRAS DE MINÉRIO

As amostras utilizadas para a realização deste estudo são provenientes de uma barragem de rejeito de uma planta de concentração mineral de pirocloro. As amostras minerais foram recebidas em big-bags com uma massa de, aproximadamente, 1,5 tonelada. As amostras de água de processo utilizada na planta de concentração mineral, ou seja, a água de recirculação, foi recebida em bombonas de 1000L.

As amostras seguiram para a preparação de acordo com o fluxograma apresentado na Figura 31. Três amostras com diferentes granulometrias foram produzidas para avaliar o efeito da água de processo.

Figura 31 - Fluxograma de processo utilizado para a preparação de amostras.



Fonte: Elaborado pelo autor

4.1.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE MINÉRIO PARA OS ESTUDOS DE FLOTAÇÃO

As amostras recebidas possuíam umidade em torno de 14%. A preparação da amostra incluiu as etapas de secagem, homogeneização em pilha cônica e, por fim, em pilha prismática, de onde foram retiradas as alíquotas representativas para a caracterização, com parte do material seguindo para a etapa de classificação.

Figura 32 - Etapas de homogeneização: pilha cônica e alongada para caracterização



Fonte: Elaborado pelo autor

Previamente a etapa de classificação o material foi repolpado (50% de sólidos) em um tanque de homogeneização e passou por um peneiramento de escalpe em 500 μ m apenas para descartar as frações grosseiras (britas) eventualmente presentes na amostra. O material passante seguiu para etapa de classificação por peneiramento em escala piloto, sendo o material “A” peneirado na malha de 106 μ m e os materiais “B” e “C” na malha de 150 μ m. Em seguida, o material passou pela etapa de deslamagem, para eliminar a lama natural (<10 μ m). O hidrociclone utilizado foi da marca Weir, com apex de 9 mm e vórtex de 12mm. A deslamagem foi feita em 2 estágios, sendo o primeiro estágio com pressão de operação de 300 KPa para todas as amostras. Na operação do segundo estágio, para as amostras A e B foi utilizada pressão de operação de 200 KPa, e para a amostra C uma pressão de operação de 180KPa.

4.2 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

4.2.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

A distribuição de tamanho de partículas, realizada para caracterizar as amostras de alimentação e os produtos oriundos da classificação por peneiramento (*oversize* e *undersize*), e *underflow* da deslamagem, foram realizadas através do peneiramento a úmido, utilizando peneiras padronizadas circulares de 200 mm (8”) das marcas Bertel e Granutest, no setor da planta piloto no CETEM. Foi utilizada a série Tyler de peneiras: 2400, 1200, 850, 600, 425, 300, 212, 150, 104, 74, 53, 37, 20 μ m. As massas obtidas em cada fração foram secas em estufa a 100°C, pesadas e quarteadas, gerando também alíquotas para análise química.

A densidade da amostra foi determinada por picnometria de hélio (Picnômetro marca Micromeritics, modelo AccuPyc II 1340).

4.2.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

4.2.2.1 AMOSTRAS DE MINÉRIO

As análises químicas das amostras de alimentação e dos fluxos gerados no processo de classificação e flotação foram realizadas através da técnica de Fluorescência de Raios-X. Três amostras foram preparadas neste estudo: A,B,C. As análises feitas na etapa de caracterização da amostra cabeça, e da amostra classificada A foram feitas pela própria mineradora. As amostras B e C foram analisadas no laboratório da USP em São Paulo. A preparação de amostras para análise da USP foi feita pelo método de pastilhas prensadas, resultando em teores diferentes dos analisados pelo método de pastilha pérola fundida. Por isso, os resultados dessas amostras não serão comparados entre si.

4.2.2.2 AMOSTRAS DE ÁGUA DE PROCESSO

As análises químicas das amostras de água utilizadas nos ensaios de flotação foram realizadas nos laboratórios do CETEM por meio das técnicas apresentadas na Tabela 2. Todas as amostras foram filtradas em 0,45 µm, para análise dos íons dissolvidos.

Tabela 2 - Resumo de técnicas utilizadas para determinação quantitativa dos íons dissolvidos

Íon analisado	Técnica de análise
Ca ²⁺ ; Mg ²⁺	Titulometria de complexação com EDTA
Cl ⁻	Titulação (método argentimétrico)
Na ⁺ ; K ⁺	Fotometria de chama
SO ₄ ²⁻	Turbidimetria
F ⁻	Espectrofotometria (Método de Spands)

Fonte: Elaborado pelo autor

4.2.3 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA (DRX)

As análises de DRX, pelo método do pó, foram executadas em um equipamento *Bruker-D4 Endeavor*. As alíquotas para análise quantitativa por DRX foram moídas em moinho *McCrone*, com meio moedor de ágata, por 10 minutos, em 15 mL de álcool etílico, descarregadas numa placa de Petri de teflon, e secas em estufa a 60°C. Depois de seca, cada amostra foi retomada com auxílio de uma espátula plástica e pincel descartável, desagregada por moagem manual em um graal de ágata, montada no suporte do tipo *backload* (para redução de orientação preferencial) e analisada no difratômetro de raios X. A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF04+ (ICDD, 2014) em *software Bruke rDiffracPlus*.

O tempo total de aquisição de cada espectro é de aproximadamente 90 minutos. Análises quantitativas, a partir dos dados de DRX, foram calculadas pelo método de refinamento de espectro multifásico total (método de *Rietveld*), com *software Bruker AXS Topas*. As informações de estruturas cristalinas das fases refinadas são oriundas do banco de dados da *Bruker AXS*, do banco de dados ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database, FIZ Karlsruhe*), e do banco de dados aberto COD (*Crystallographic Open Database*).

4.3 ESTUDOS DE FLOTAÇÃO

4.3.1 REAGENTES

Os reagentes utilizados na flotação foram amido de milho gelatinizado com NaOH (relação amido: soda de 4:1) como depressor, e como coletor uma éter-monoamina, e para o ajuste de pH foi utilizado NaOH. As informações sobre os reagentes utilizados na flotação, bem como os sais utilizados para o preparo das soluções contendo íons estão apresentados na Tabela 3 a seguir.

Tabela 3 - Lista de reagentes, fabricante, função e modo de aplicação utilizado nos estudos de flotação.

Reagente	Fabricante/ Fornecedor	Função	Modo de aplicação
Stargill 6172	Cargill	Depressor	Após gelatinização com NaOH, Solução de 2% (M/M)
Flotigam EDA	Clariant	Coletor de silicatos	Solução de 2% (M/M)
NaOH	Vetec	Gelatinização do amido, regulador de pH	Solução de 1% (M/M)
NaCl	Êxodo	Solução fonte de Na ⁺ e Cl ⁻	Solução de 1500 - 500 mg/L
CaCl ₂ .2H ₂ O	Merck	Solução fonte de Ca ²⁺	Solução de 1000 mg/L
MgCl ₂ .6H ₂ O	Vetec	Solução fonte de Mg ²⁺	Solução de 1000 mg/L
KCl	Êxodo	Solução fonte de K ⁺	Solução de 5000 mg/L
NaF	ACS	Solução fonte de F ⁻	Solução de 1000 mg/L
NaSO ₄	Vetec	Solução fonte de SO ₄ ²⁻	Solução de 1000 mg/L

Fonte: Elaborado pelo autor

4.3.2 PROCEDIMENTOS DO CONDICIONAMENTO DE MINÉRIO

Para verificar a influência dos íons na flotação de silicatos, três tipos de ensaios foram executados:

- Ensaio com água da rede de abastecimento do CETEM (referidos como Ensaio com Água da Rede). Estes ensaios foram tomados como o ponto de referência para

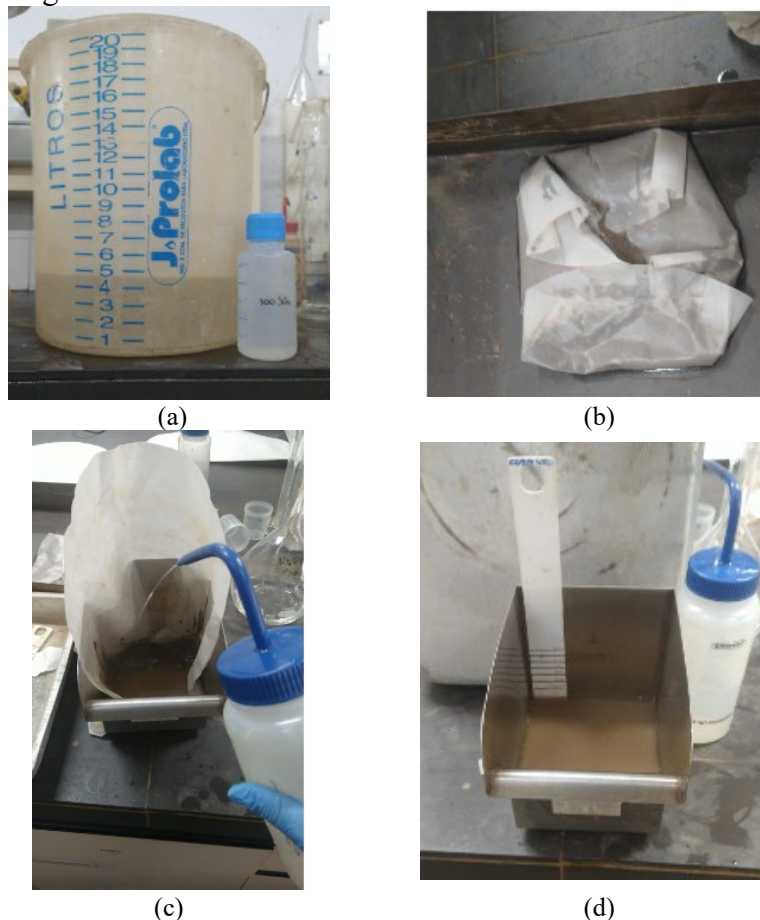
comparação com os ensaios com água contendo íons alvo de estudo.

- b) Ensaios com água industrial que recircula na planta de concentração da mineradora (referidos como Ensaios com Água de Processo). Toda a água de processo utilizada nos ensaios foi previamente filtrada em 8 μm , para retirada que quaisquer contaminantes sólidos maiores presentes na água.
- c) Ensaios com água com concentrações conhecidas de íons (água sintética), realizadas a partir de soluções de sais, com o objetivo de determinar a influência individual dos íons presentes na água. A água contendo íons foi produzida em laboratório a partir de uma solução- mãe de 1000 a 5000 mg/L de cada íon e desta solução, o volume apropriado para atingir a concentração desejada de cada ensaio foi retirado para diluição em balde de 5L (diluição com água da rede do CETEM).

Para realização dos ensaios com água de processo e para água contendo íons, foram feitos os procedimentos ilustrados na Figura 33 e descritos a seguir:

- a) Determinação da porcentagem de sólidos da polpa que alimenta a flotação;
- b) De acordo com porcentagem de sólidos, foi calculado o volume de polpa necessário para atingir a massa pré-determinada para o ensaio de flotação;
- c) Após a retirada da alíquota de polpa, a amostra foi filtrada e repolpada com a água de interesse (água de processo ou água contendo íons), até volume previamente determinado para atingir a porcentagem de sólidos do condicionamento;
- d) Toda a água utilizada na diluição da amostra, e durante a flotação foi proveniente da mesma solução, estocada no balde de 5l. Uma alíquota da água foi retirada para análise e quantificação dos íons.

Figura 33 - Preparação de amostras para flotação. a) Solução padrão de sais, para ajuste da concentração iônica dos ensaios. b) Amostra da polpa de alimentação após filtragem. c) Diluição da amostra com água de interesse (solução salina/água da rede ou processo). d) Volume final da amostra com porcentagem de sólidos de 50%.



Fonte: Elaborado pelo autor

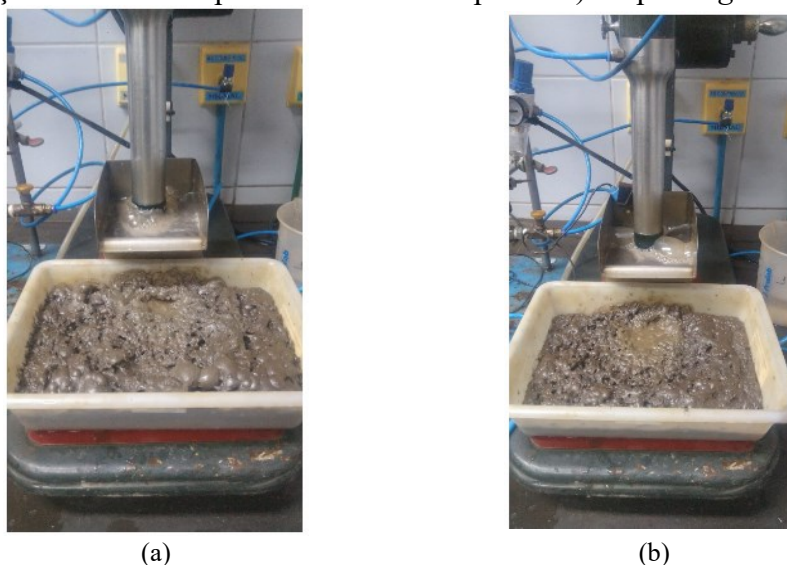
4.3.3 ESTUDOS DE FLOTAÇÃO EM CÉLULA MECÂNICA DE BANCADA

Os ensaios de flotação de silicatos em bancada foram realizados em uma célula mecânica da marca DENVER, modelo D12, equipada com inversor de frequência. Para a amostra A, foi utilizado ar auto aspirado, controlado pela rotação do rotor da célula mecânica, e 1 kg de amostra base seca. Para a amostra B e C, foi utilizado ar injetado (6 L/min), e 500g de amostra base seca. A flotação *rougher* e *cleaner* foram realizadas em uma cuba de 1,5 L para as amostras B e C, e cuba de 3 L para amostra A. A porcentagem de sólidos utilizada para o condicionamento foi de cerca de 50% e iniciou com a adição do depressor (Stargill) gelatinizado. Para este reagente o tempo de condicionamento foi de 5 minutos (rotação de 1600 rpm) mantendo-se o pH natural. Em seguida foi adicionado o coletor Flotigam EDA, que foi condicionado por um tempo de até 2 minutos. Quando necessário, o pH foi ajustado utilizando NaOH. Após o condicionamento, a polpa foi alimentada à célula de flotação e foi diluída para porcentagem de sólidos aproximadamente 30-

35%. Após o ajuste da porcentagem de sólidos, foi injetado o ar para geração de bolhas, iniciando a flotação. Foi realizada uma etapa *rougher* (até exaustão da espuma) e com a fração flotada foi realizada uma etapa *cleaner* (também até a exaustão da espuma - Figura 34). O concentrado e rejeito de cada ensaio foram filtrados, secos, pesados e enviados para a análise química.

Após a filtragem dos produtos da flotação dos ensaios realizados com a amostra B com uso de depressor 350g/t, uma alíquota da água filtrada do rejeito e do concentrado foram retiradas para análise da amina residual na água da flotação, pelo método colorimétrico verde de bromocresol (ARAUJO; YOSHIDA; CARVALHO, 2009).

Figura 34 - Flotação de silicatos após a exaustão da espuma. a) Etapa *rougher*. b) Etapa *cleaner*.



Fonte: Elaborado pelo autor

A Tabela 4 e a Tabela 5 apresentam a relação de ensaios conduzidos e que serão apresentados nas sessões 5.3.1.3 e 5.3.1.4. Para os ensaios com água da rede e água de processo, foram utilizadas as amostras A, B e C. Para os ensaios com água sintética foram utilizadas as amostras B.

Tabela 4 - Resumo das condições experimentais avaliadas com água de processo e água da rede de abastecimento público

Tipo de água utilizada	Amostras	Coletor (g/t)	Depressor (g/t)
Água da Rede; Água de Processo	B	200	350
	B	300	350
	B	400	350
	B	500	350
	A/B	200	550
	A/B/C	300	550
	A/B/C	400	550
	A/B/C	500	550
	A/B/C	500	550

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5 - Resumo das condições experimentais do estudo do efeito da concentração de íons na flotação de silicatos – Amostra B

Tipo de água utilizada	Cátion (mg/L)	Ânion (mg/L)	Coletor (g/t)	Depressor (g/t)
Água com NaCl	648,4	1000	300	350
	648,4	1000	300	550
	324,2	500	400	550
	972,7	1500	200	550
Água com CaCl ₂	10	17,7		
	25	44,2		
	50	88,5		
	100	177		
Água com MgCl ₂	10	29,2		
	25	72,9		
	50	145,9		
	100	291,8		
Água com KCl	50	45,3		
	100	90,6		
	200	181,2	300	550
	400	362,4		
Água com NaF	10	12,1		
	20	24,2		
	50	60,4		
	100	120,9		
Água com NaSO ₄	200	241,8		
	10	4,8		
	20	9,6		
	50	23,9		
	100	47,8		
	200	95,6		

Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de verificar a dissociação de espécies químicas das soluções durante a flotação, diagramas de concentração das espécies de acordo com a faixa de pH foram feitos, utilizando os programas Hydra e Medusa. No programa Hydra, seleciona-se os elementos de interesse na solução, e por meio de uma busca em seu banco de dados este retorna os íons e compostos que podem ser formados no sistema. O programa Medusa faz a construção do diagrama, de acordo com a concentração dos íons, faixa desejada de pH, entre outras variáveis.

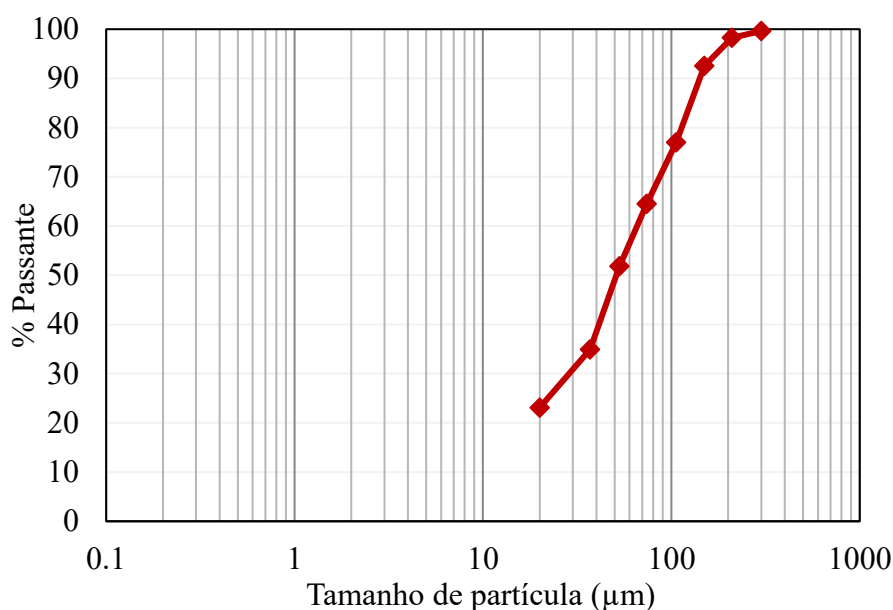
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

5.1.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA – DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DA AMOSTRA DE MINÉRIO

A distribuição granulométrica da amostra cabeça está apresentada na Figura 35. A alimentação deste circuito apresenta 77% passante em 106 μ m, 52% passante em 53 μ m, e 23% passante em 20 μ m.

Figura 35 - Distribuição granulométrica da amostra



Fonte: Elaborado pelo autor

5.1.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

5.1.2.1 AMOSTRAS DE MINÉRIO

A Tabela 6 apresenta os resultados da análise granuloquímica da amostra cabeça. A análise indicou que os maiores teores de Nb_2O_5 estão compreendidos nas faixas granulométricas mais finas, de 74 a 20 μ m com valores de 0,5% a 0,8%, contendo cerca de 80% de Nb_2O_5 da amostra. Nas frações acima de 106 μ m o teor de Nb_2O_5 é mais baixo, de aproximadamente 0,2% e contendo apenas 8,5% do Nb_2O_5 total. Já os principais contaminantes SiO_2 , CaO e Fe_2O_3 apresentam teores mais altos nas frações grosseiras ($> 150 \mu$ m) com os teores de SiO_2 de aproximadamente 40%, 16% de CaO e 8,6% de Fe_2O_3 .

Tabela 6 - Análise granuloquímica da amostra cabeça

Tamanho Microns	Distribuição Retida Acumulada	Teor (%)					Distribuição acumulada (%)					
		Nb ₂ O ₅	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Nb ₂ O ₅	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	
210	1,9	0,18	48,7	10,7	11,5	0,93	0,6	3,9	1,2	1,0	0,7	
150	8,5	0,15	40,3	16,0	8,6	0,91	2,4	15,4	7,6	3,8	2,9	
106	22,9	0,24	30,2	19,8	10,3	1,32	8,5	33,9	24,6	11,0	10,1	
74	37,1	0,48	24,8	18,9	15,7	2,47	20,5	49,0	40,6	21,7	23,2	
53	50,3	0,61	20,7	16,2	24,4	3,77	34,8	60,7	53,4	37,3	41,9	
44	67,5	0,63	18,1	15,6	28,1	3,93	53,9	73,9	69,4	60,6	67,3	
20	77,3	0,64	18,4	15,6	26,3	3,33	65,1	81,6	78,6	73,0	79,6	
< 20	100	0,87	19,0	15,8	24,7	2,4	100	100	100	100	100	
		0,56	23,4	16,7	20,7	2,7						

Fonte: Elaborado pelo autor

5.1.2.2 AMOSTRAS DE ÁGUA

Alíquotas de amostras de água de processo foram retiradas para análise exploratória de íons presentes. Neste trabalho foram escolhidos os íons com maiores concentrações (Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺, Na⁺, Cl⁻, F⁻, SO₄²⁻) para verificar a influência de forma individual no desempenho da flotação. As alíquotas de água de processo e de água da rede de abastecimento utilizadas nos ensaios de flotação foram analisadas segundo as técnicas descritas na metodologia. A Tabela 7 apresenta a concentração média dos íons presentes.

Tabela 7 – Caracterização química das águas utilizadas para os ensaios de flotação

Amostra	Tipo da água	Concentração (mg/L)						
		Ca ²⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Na ⁺	Cl ⁻	F ⁻	SO ₄ ²⁻
A	Água da Rede	4	1	2	5	9	1	10
B		7	2	36	8	9	5	9
C		7	2	42	15	7	3	9
A	Água de Processo	13	13	200	862	1323	84	78
B		12	10	191	824	846	57	112
C								

Fonte: Elaborado pelo autor

5.1.3 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA

A Tabela 8 apresenta a composição mineralógica quantitativa da amostra cabeça, em porcentagens de massa determinada por DRX/método de Rietveld por faixa granulométrica (210 a 20µm) e as somatórias dos principais grupos minerais, pirocloro, mica, carbonatos, apatita, óxidos e hidróxidos de ferro e outros. O teor de pirocloro na amostra cabeça composta (AC) foi

de 1,1%, sendo que estes teores são maiores nas frações entre 44-20µm, com uma média de 1,2% e, nas frações mais grossas (210 a 106µm), com os valores variando de 0,4 – 1,0%. O teor total de minerais do grupo apatita variou de 4% a 8%, alcançando valor de 8,2% na fração de 20µm. Os principais minerais de ganga que compõem a amostra são carbonatos, micas e outros silicatos, e os óxidos e hidróxidos de ferro (principalmente magnetita com 10%). Observa-se que o grupo dos silicatos são os principais minerais presentes, totalizando 48% da amostra composta, sendo 19% do grupo das micas e 29,2% quartzo e outros silicatos. Além dos silicatos, a principal ganga são os carbonatos (27,6%) e hidróxidos de ferro (13%).

Tabela 8 - Composição mineralógica (%) da amostra cabeça.

Mineral	Composição química	Malha (µm)								
		210	150	106	74	53	44	20	< 20	AC
Actinolita	$(Ca,Na)_2(Mg,Fe^{2+},Al)_5Si_8O_{22}(OH)_2$ ou $Ca_2(Mg,Fe^{2+})_5Si_8O_{22}(OH)_2$	2,2	2,7	3,4	2,6	3,8	4,4	4,7	4,6	5,2
Ankerita	$Ca(Fe^{2+}, Mg, Mn^{2+})(CO_3)_2$	3,9	7,4	11,7	13,1	11,8	9,4	9,6	9,5	9,7
Barita	$BaSO_4$	0,8	0,4	0,7	1,0	1,4	2,3	2,6	3,4	2,5
Biotita	$K(Mg,Fe^{2+})_3[AlSi_3O_{10}](OH,F)_2$ ou $K(Mg,Fe^{2+})_3(Al,Fe^{3+})Si_3O_{10}(OH,F)_2$	7,7	2,7	3,3	3,5	2,3	2,9	1,6	4,5	4,4
Calcita	$CaCO_3$	7,0	15,4	18,0	16,7	14,7	12,3	13,3	16,9	15,1
Dolomita	$CaMg(CO_3)_2$	0,4	1,3	0,9	2,1	0,3	1,0	2,4	0,5	0,8
Flogopita	$KMg_3Si_3AlO_{10}(OH,F)_2$	13,6	11,7	6,3	5,7	5,3	8,3	14,0	13,7	8,0
Fluorapatita	$Ca_5(PO_4)_3F$	7,0	6,1	6,0	4,1	5,5	6,2	8,2	5,8	6,3
Ilmenita	$Fe^{2+}TiO_3$	0,0	0,6	1,3	3,0	3,8	4,1	3,7	1,2	3,1
Magnetita	$Fe^{2+}Fe_2O_4$	2,6	1,7	2,4	6,7	11,8	13,8	13,2	12,6	10,0
Microclínio	$KAlSi_3O_8$	4,3	2,4	1,9	3,8	2,7	1,1	1,1	2,0	3,2
Norsetita	$BaMg(CO_3)_2$	0,5	0,8	1,6	0,7	1,7	1,5	1,0	0,6	0,7
Ortoclásio	$KAlSi_3O_8$	12,7	18,5	16,8	11,5	8,1	7,5	6,7	9,7	11,4
Pirocloro	$(Na, Ca, Sn^{2+}, Sr, Pb^{2+}, Sb^{3+}, Y, U^{4+}, H_2O)_2Nb_2(O,OH)_6(OH, F, O, H_2O)$	1,0	0,4	0,7	0,9	0,8	1,2	1,0	1,4	1,1
Quartzo	SiO_2	30,2	21,1	13,2	11,0	8,7	4,5	4,1	2,5	8,0
Richterita	$Na(NaCa)Mg_5(Si_8O_{22})(OH)_2$	1,2	0,9	0,8	1,5	2,6	1,1	4,5	2,9	1,4
Rutilo	TiO_2	0,6	0,7	1,2	0,5	2,3	1,7	1,0	0,8	0,6
Siderita	$Fe^{2+}CO_3$	0,7	0,1	1,2	1,9	1,9	1,5	1,9	1,4	0,9
Estroncianita	$SrCO_3$	0,9	0,9	1,0	1,1	1,2	1,1	1,0	1,2	1,1
Tetraferroflogopita	$KMg_3(Fe^{3+}Si_3O_{10})(OH,F)_2$	1,3	3,5	7,4	8,1	9,3	14,1	4,5	4,7	6,6
Vermiculita	$(Mg,Fe^{3+},Al)_3(Al,Si)_4O_{10}(OH)_2 \cdot 4H_2O$	1,2	0,5	0,3	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1

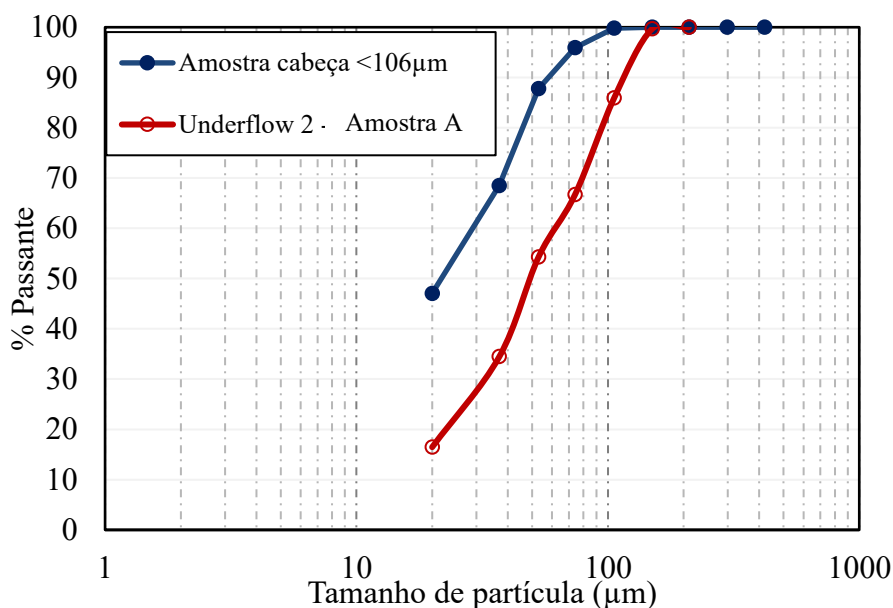
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Σ pirocloro	1,0	0,4	0,7	0,9	0,8	1,2	1,0	1,4	1,1
Σ mica	22,6	17,9	17,0	17,3	16,9	25,3	20,1	22,9	19,0
Σ carbonatos	12,9	25,1	32,8	34,9	29,9	25,3	28,2	29,5	27,6
Σ silicatos	51,8	46,1	36,4	30,7	25,9	18,6	21,1	21,7	29,2
Σ óxidos e hidróxidos de Fe	2,6	2,3	3,7	9,7	15,6	17,9	16,9	13,8	13,1
Σ outros	8,9	8,0	9,5	6,3	10,9	11,7	12,8	10,6	10,1
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Fonte: Elaborado pelo autor

5.2 AMOSTRAS DE MINÉRIO CLASSIFICADAS

A amostra “A” foi pré-classificada em 106 μm , com o retido no peneiramento descartado, enquanto o passante seguiu para deslamagem em dois estágios. A Figura 36 apresenta a distribuição granulométrica da amostra A antes e após dois estágios de deslamagem. A amostra “A” antes da deslamagem apresentou P_{90} de 60 μm e 47% da massa passante em 20 μm . O *underflow* do segundo estágio de deslamagem, alimentação dos primeiros ensaios de flotação em bancada, apresentou P_{90} de 106 μm , P_{50} de 50 μm e 16% passante em 20 μm .

Figura 36 - Distribuição granulométrica antes e após a deslamagem – Amostra A

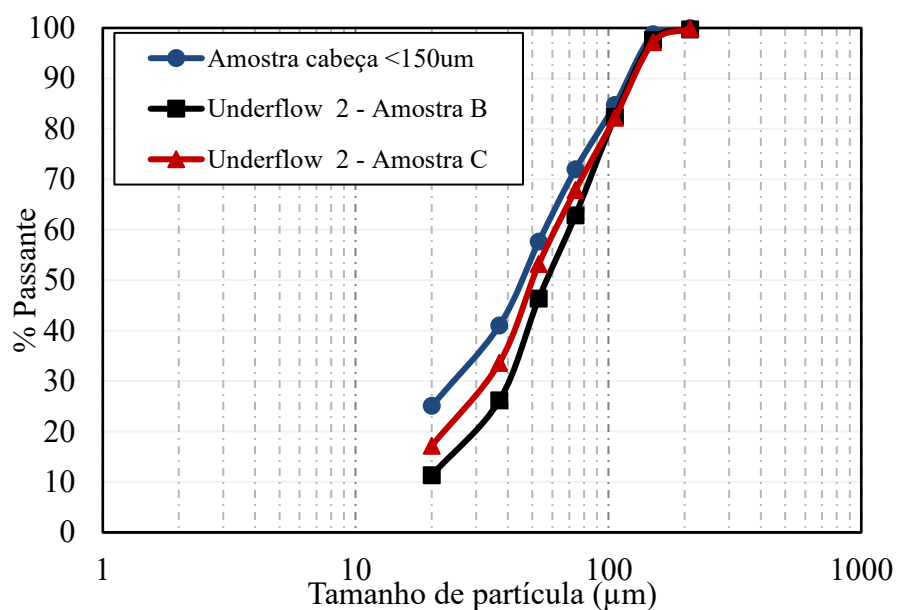


Fonte: Elaborado pelo autor

A segunda amostra foi pré-classificada em 150 μm . e a fração retida descartada, enquanto o passante seguiu para deslamagem. A amostra pré-classificada antes de ser deslamada apresentou

P₉₀ de 125 µm, P₅₀ de 45 µm e 25% da massa passante em 20µm, conforme mostrado na Figura 37. Para realização dos ensaios de flotação, duas bateladas de deslamagem em dois estágios foram necessárias. A primeira produziu amostra para os ensaios T39 a T99 e foi denominada de amostra “B”. A segunda batelada gerou amostras para os ensaios T100 ao T116, e foi denominada de amostra “C”. A Figura 33 apresenta também as distribuições granulométricas das amostras “B” e “C” após a deslamagem. A amostra “B” apresentou os tamanhos característicos com P₉₀ de 125 µm, P₅₀ de 58 µm e 11,3% da massa passante em 20µm. A amostra “C” apresentou P₉₀ de 125 µm, P₅₀ de 51 µm e 17% da massa passante em 20µm.

Figura 37 - Distribuição granulométrica da amostra antes e após a deslamagem – Amostras B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

A Tabela 9 apresenta os resultados da análise química da amostra pré-classificada (alimentação da deslamagem), e da amostra após a deslamagem (*underflow* do segundo), para a amostra A. Devido à mudança de preparação e local de análise, a amostra A apresentou teores um pouco diferentes dos teores das amostras B e C.

Tabela 9 – Análise química da amostra “A”.

Amostra	Teor (%)								
	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	MgO	TiO ₂	Al ₂ O ₃	BaO
Alimentação da deslamagem	20,4	15,8	0,73	23,6	2,3	5,0	3,0	3,5	2,5
Amostra “A”deslamada	21,5	16,0	0,65	23,3	2,4	4,9	3,1	3,6	2,4

Fonte: Próprio Autor.

A Tabela 10 apresenta os resultados da análise química das amostras B e C, antes a após a

deslamagem. Assim como observado com a amostra A, os teores das amostras B e C apresentaram um pequeno aumento em relação ao teor de SiO₂, em comparação a amostra de alimentação da deslamagem, embora o objetivo da etapa de classificação tenha sido apenas adequar a granulometria do material, e retirar a fração fina (<10 µm) que é considerada deletéria na etapa de flotação.

Tabela 10 – Análise química das amostras B e C

Amostra	Teor (%)								
	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	MgO	TiO ₂	Al ₂ O ₃	BaO
Alimentação da deslamagem	17,7	19,0	0,65	24,1	1,7	6,3	2,5	3,9	2,4
Amostra “B”deslamada	18,8	18,4	0,64	24,6	1,9	5,9	2,7	4,0	2,2
Amostra “C”deslamada	18,7	18,6	0,64	24,5	1,9	5,9	2,5	4,1	2,2

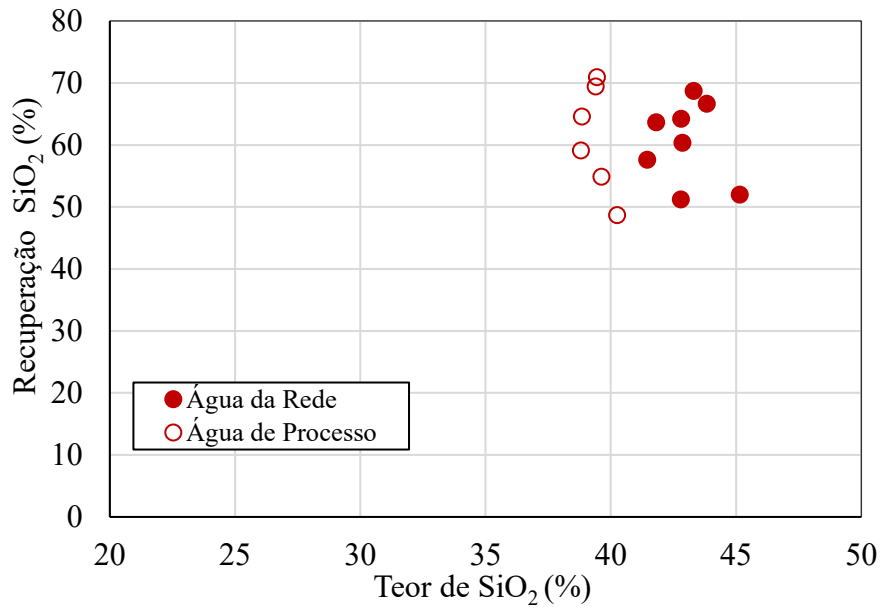
Fonte: Elaborado pelo autor

5.3 ESTUDOS DE FLOTAÇÃO EM CÉLULA MECÂNICA DE BANCADA

A amostra A foi utilizada na primeira etapa deste estudo com o objetivo de avaliar o impacto da água de processo na flotação de silicatos.

A Figura 38 apresenta a curva teor versus recuperação de SiO₂ no concentrado da flotação para amostra A. Para os ensaios que utilizaram água de processo, o teor de SiO₂ variou de 38,8% a 40,2%, enquanto nos ensaios que utilizaram água da rede de abastecimento o teor ficou entre 41,4% a 45,1%. Apesar dos menores teores obtidos com a água de processo, as recuperações alcançadas foram similares, o que indica que a seletividade nos ensaios de flotação de silicatos com água de processo foi menor.

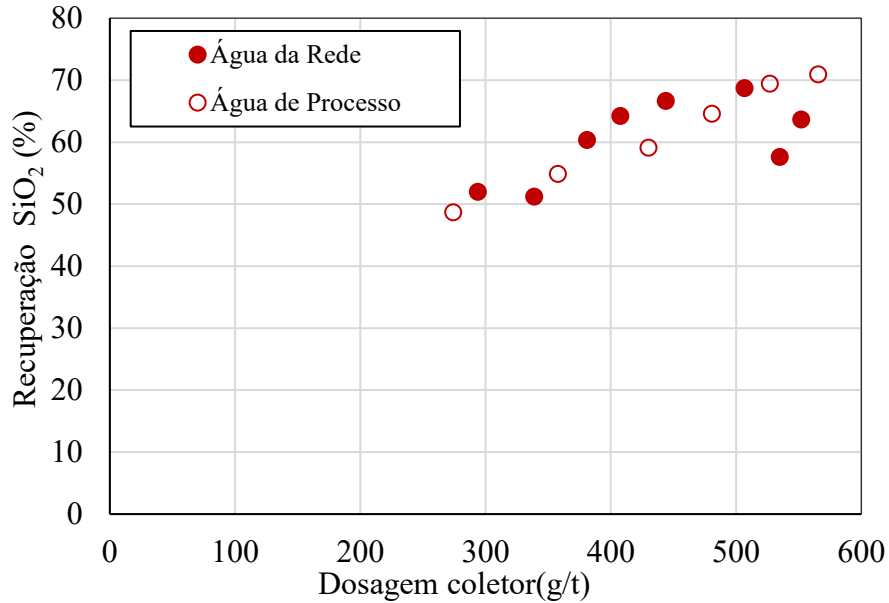
Figura 38 - Recuperação de SiO₂ versus teor de SiO₂ para o concentrado *cleaner* - Ensaio exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t. Coletor 270 a 560g/t - Amostra A



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 39 apresenta os resultados de recuperação de SiO₂ em relação a variação da dosagem de coletor. A recuperação de SiO₂ nos ensaios com água de processo variou de 48,6% a 70,9% para a faixa de dosagem entre 274 a 566 g/t. Nos ensaios com água da rede de abastecimento a recuperação de SiO₂ passou de 52% para 68,7% para a faixa de dosagem entre 294 a 552 g/t. De modo geral, houve diferença em média de até 2% na recuperação de SiO₂ para uma mesma dosagem de coletor, exceto nas dosagens acima de 530g/t, onde a flotação teve um desempenho melhor utilizando a água de processo.

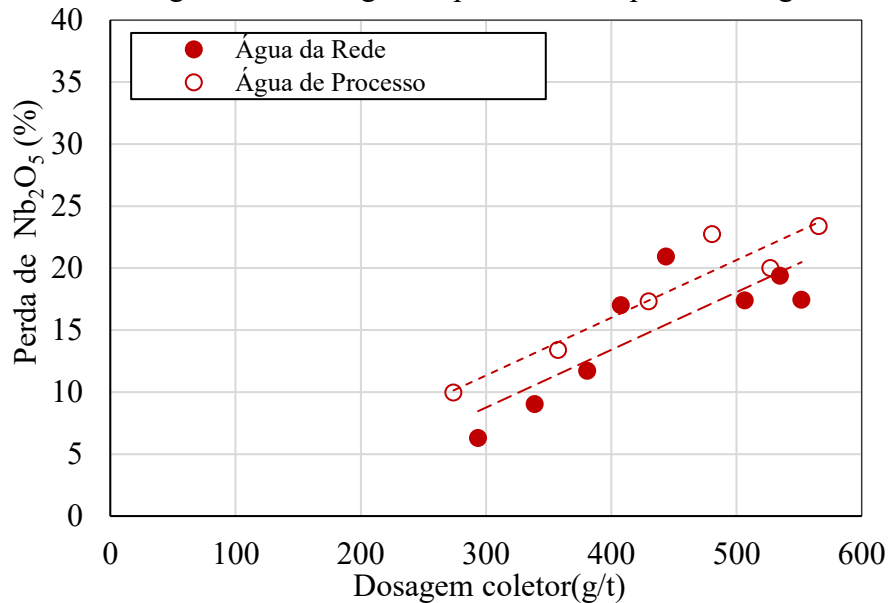
Figura 39 - Recuperação de SiO₂ versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 40 apresenta a perda de Nb₂O₅ em relação a dosagem de coletor. Em dosagens de até 380g/t de coletor, os ensaios com água da rede produziram perdas menores de Nb₂O₅ – até 3% em relação aos ensaios com água de processo. Em dosagens mais altas a perda de Nb₂O₅ foi similar.

Figura 40 - Perda de Nb₂O₅ versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A

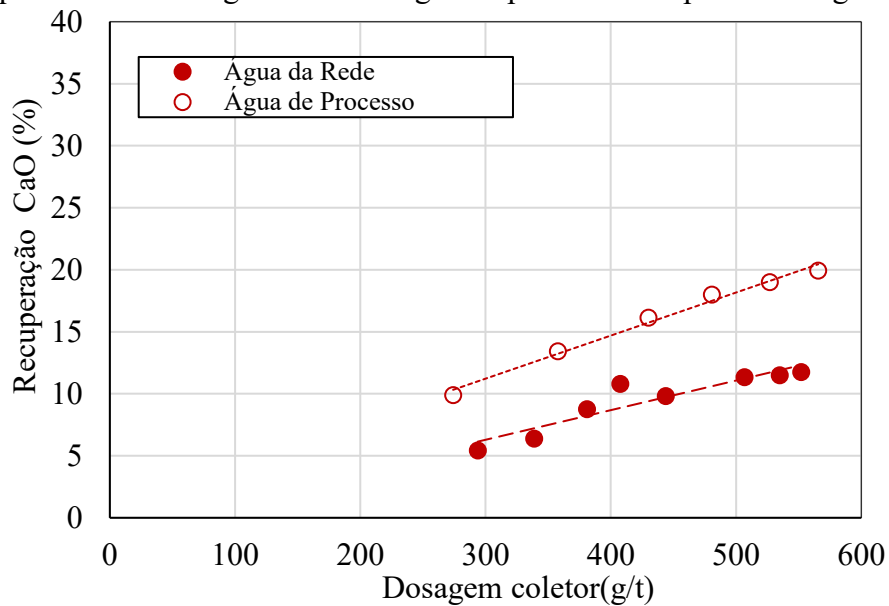


Fonte: Elaborado pelo autor

Além dos silicatos, os carbonatos também são minerais de ganga associados ao minério de nióbio.

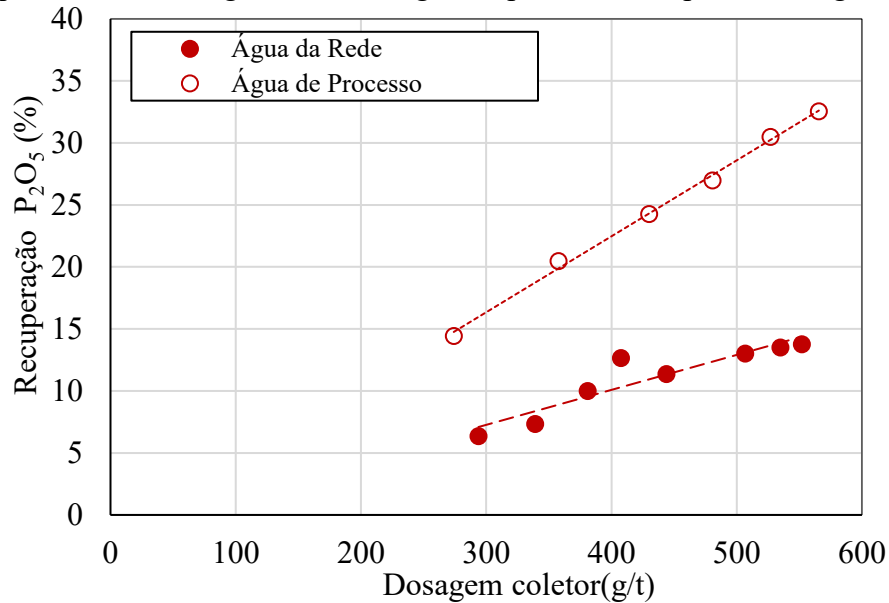
Nos ensaios com água de processo, a recuperação de CaO variou de 9,9% a 19,9%, enquanto nos ensaios com água da rede a recuperação foi de 5,4% a 11,7%. Para dosagens de coletor similares, a recuperação de CaO foi de 5% a 10% maior nos ensaios com água de processo. A Figura 41 apresenta a recuperação de CaO em função de dosagem de coletor. A Figura 42 apresenta a recuperação de P₂O₅, ambos em relação a dosagem de coletor. A recuperação de P₂O₅ variou de 14,4% a 32,5% nos ensaios com água de processo e de 6,3% a 13,7% para os ensaios com água de rede. Para dosagens similares, a recuperação de P₂O₅ foi de 8% a 20% maior nos ensaios com água de processo.

Figura 41 - Recuperação de CaO *versus* dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaios exploratórios com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 42 - Recuperação de P_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio exploratório com água da rede e água de processo - Depressor 550g/t - Amostra A



Fonte: Elaborado pelo autor

De modo geral, o uso da água de processo promoveu a flotação de minerais como os do grupo dos carbonatos, e em dosagens menores, uma maior perda de Nb_2O_5 em relação aos ensaios com água da rede de abastecimento. Apesar de não impactar significativamente a recuperação de SiO_2 , a flotação dos minerais de ganga causou uma perda de seletividade na flotação. A presença dos íons dissolvidos na água pode causar ativação da superfície das partículas, promovendo a adsorção do coletor, e conseqüentemente a flotação destes minerais. As amostras B e C foram utilizadas para investigar a influência destes íons em relação aos efeitos individuais na flotação e para diferentes granulometrias. A Tabela 11 apresenta o resumo dos ensaios de flotação realizados com a amostra A.

Tabela 11 - Tabela resumo com teores e recuperações metalúrgicas no concentrado *cleaner*, em função da água usada. Flotação de silicatos em bancada. Depressor de 500g/t e Coletor de 270 a 560g/t- Amostra A.

Dados da Flotação				Concentrado Cleaner																			
Tipo de ensaio	pH	Depressor: Stargill	Coletor: Flotigam EDA	Rec. Massa (%)	Teor (%)									Recuperação Metalúrgica (%)									
					SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	
Ensaio com Água da Rede	10,3	539	294	24,5	45,2	3,6	0,16	11,9	0,6	8,3	1,0	10,6	1,3	52,0	5,4	6,3	12,3	6,4	56,0	10,1	52,6	10,1	
	9,6	563	339	25,1	42,8	4,1	0,22	12,1	0,7	8,1	1,2	10,2	1,3	51,2	6,4	9,0	12,9	7,3	55,4	12,0	52,8	11,0	
	9,0	554	381	29,5	42,9	4,8	0,26	12,1	0,8	7,9	1,3	9,2	1,4	60,3	8,7	11,7	14,9	10,0	63,6	15,4	56,1	13,0	
	10,1	541	408	31,8	42,8	5,5	0,36	12,5	1,0	7,7	1,3	9,1	1,5	64,2	10,8	17,0	16,8	12,6	67,7	16,6	58,8	15,7	
	10,1	551	444	31,9	43,8	4,9	0,61	12,3	0,9	7,9	1,3	8,9	1,5	66,6	9,8	20,9	16,6	11,4	66,1	16,7	58,5	15,3	
	10,1	557	507	33,6	43,3	5,4	0,32	12,6	0,9	7,4	1,0	8,7	1,6	68,7	11,3	17,4	17,7	13,0	68,9	13,9	60,3	16,9	
	9,6	552	552	31,8	41,8	5,9	0,34	13,4	1,1	7,4	1,1	9,2	1,7	63,6	11,7	17,5	17,4	13,8	65,4	14,0	59,7	17,2	
	9,7	491	535	28,8	41,5	6,2	0,44	13,1	1,1	7,0	1,1	9,0	1,7	57,6	11,5	19,4	15,4	13,5	58,5	13,2	54,5	15,3	
Ensaio com água de Processo	9,7	473	430	32,6	38,8	8,0	0,33	13,2	1,8	6,7	1,2	9,2	1,7	59,1	16,1	17,3	18,2	24,3	60,8	15,6	60,8	16,9	
	9,6	527	527	37,2	39,4	8,1	0,33	12,4	2,0	6,5	1,4	8,2	1,6	69,4	19,0	20,0	19,1	30,5	67,4	20,6	63,4	17,9	
	9,4	503	274	25,7	40,3	6,0	0,23	12,5	1,3	7,2	1,1	10,4	1,4	48,7	9,9	10,0	13,5	14,4	49,7	11,5	55,3	11,5	
	9,7	493	358	29,8	39,6	7,3	0,27	12,8	1,7	6,8	1,4	9,7	1,5	54,8	13,4	13,4	16,2	20,5	55,8	16,8	58,6	14,4	
	9,7	528	481	35,4	38,9	8,2	0,43	12,7	1,9	6,5	1,5	8,7	1,6	64,6	18,0	22,8	19,0	27,0	64,5	20,2	62,6	17,9	
	9,7	519	566	38,5	39,5	8,3	0,38	12,5	2,0	6,3	1,4	8,1	1,6	70,9	19,9	23,4	20,8	32,6	68,1	22,4	63,7	19,7	
Teor de alimentação:					21,5	16	0,65	23,3	2,4	3,6	2,4	4,9	3,1										

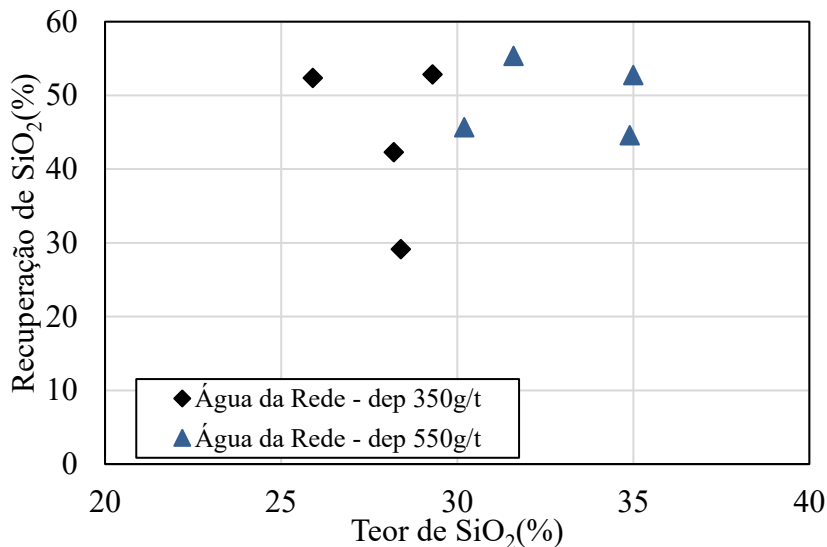
Fonte: Elaborado pelo autor

5.3.1.1 AVALIAÇÃO DA DOSAGEM DE REAGENTES

Após a etapa de avaliação do impacto da água de processo sobre a flotação de silicatos, foi realizada a segunda etapa a qual estudou a dosagem de reagentes. Estes estudos também serviram para determinar o ponto central de dosagem de reagentes nos experimentos onde foi avaliado o efeito da presença de diferentes íons no desempenho da flotação. Duas dosagens de depressor, 350 g/t e 550 g/t, foram escolhidas com base em trabalhos prévios feito com este minério (amostra B). A faixa de dosagem de coletor adotada foi de 250 g/t a 550 g/t (amostras B e C).

Na Figura 43 são apresentados os resultados de recuperação de SiO₂ em função do teor de SiO₂ do concentrado da flotação. Os resultados mostraram que maiores dosagens de depressor resultaram em teores mais altos no concentrado da flotação sem perda de recuperação. A recuperação esperada de SiO₂ para esta etapa no processo é de pelo menos 40%, já que o afundado da flotação alimenta as etapas posteriores do circuito e os silicatos são os principais minerais de ganga na flotação de pirocloro.

Figura 43 - Recuperação de SiO₂ versus teor de SiO₂ para o concentrado *cleaner* - Ensaios água da rede – Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B

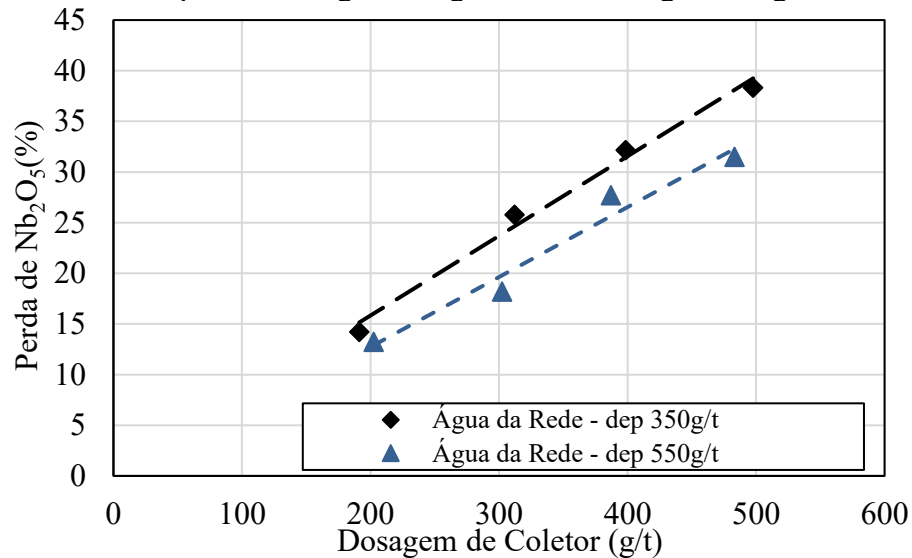


Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 44 mostra que o limite máximo na dosagem de coletor, para uma perda de até 20% é de 300g/t de Flotigam EDA quando utilizado 550 g/t de depressor e 250 g/t de Flotigam EDA quando utilizado 350 g/t de depressor. A perda de Nb₂O₅ na dosagem de 550g/t de depressor foi cerca de 5% menor para toda faixa de coletor testada. Portanto, a base para comparação com ensaios com concentração iônica conhecida foi definida como 550g/t de

depressor e 300g/t de coletor.

Figura 44 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaios água da rede – Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B

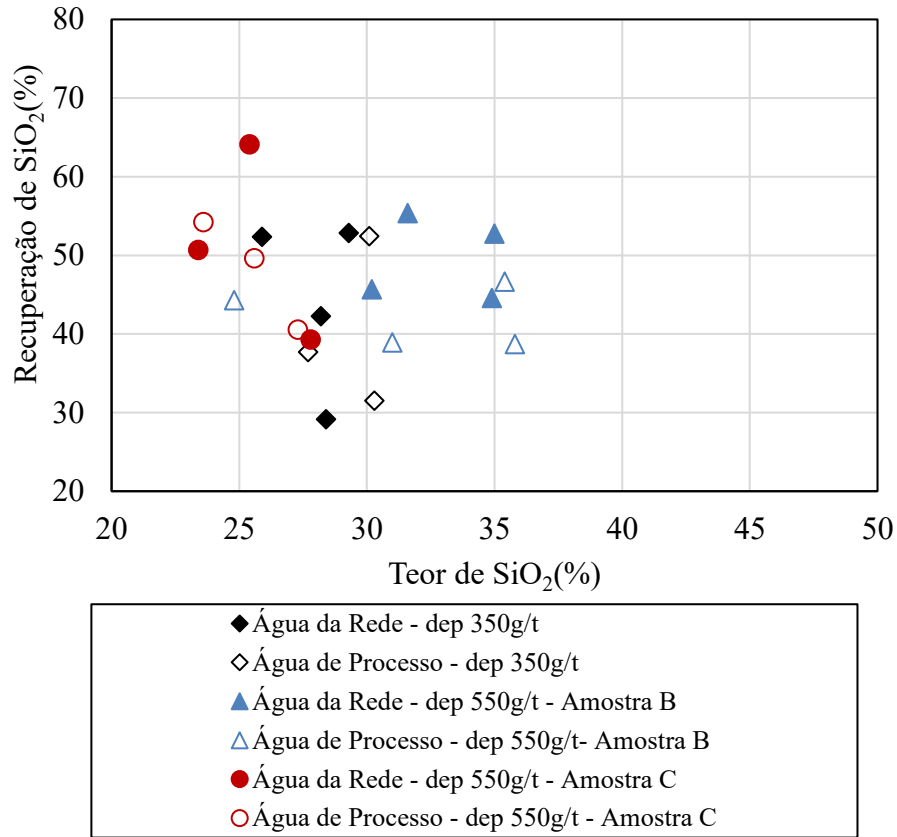


Fonte: Elaborado pelo autor

5.3.1.2 ESTUDOS COMPARATIVOS ENTRE ÁGUA DE PROCESSO E ÁGUA DA REDE

O efeito da água de processo foi estudado para duas dosagens de depressor (350 g/t e 550 g/t), variando-se a dosagem de coletor com a Amostra B. A Figura 45 apresenta a curva teor/recuperação de SiO_2 no concentrado da flotação para estes experimentos. Nos ensaios com dosagem de depressor de 350g/t, o teor máximo alcançado foi de 30,3% para os ensaios com água de processo e 29,3% para os ensaios com água da rede. Para uma mesma recuperação de SiO_2 , os ensaios com água de processo resultaram em teores no concentrado mais alto, o que pode indicar que, nessa dosagem de depressor (350g/t) a seletividade da flotação não foi comprometida mesmo na presença de espécies iônicas dissolvidas presentes na água de processo. Já nos ensaios de flotação com dosagem mais alta de depressor (550g/t) com a amostra B, os testes feitos com água da rede apresentaram uma recuperação maior de SiO_2 . Nestes ensaios, foram obtidos teores acima de 35% no concentrado da flotação, no entanto, com recuperação de SiO_2 de 44,6% a 52,7% nos ensaios com água da rede, e 36,6% a 46,6% nos ensaios utilizando água de processo. Já os ensaios com a amostra C, o teor de SiO_2 variou de 23,9% a 27,8%, em ensaios com água da rede e água de processo, e recuperações similares aos outros ensaios realizados.

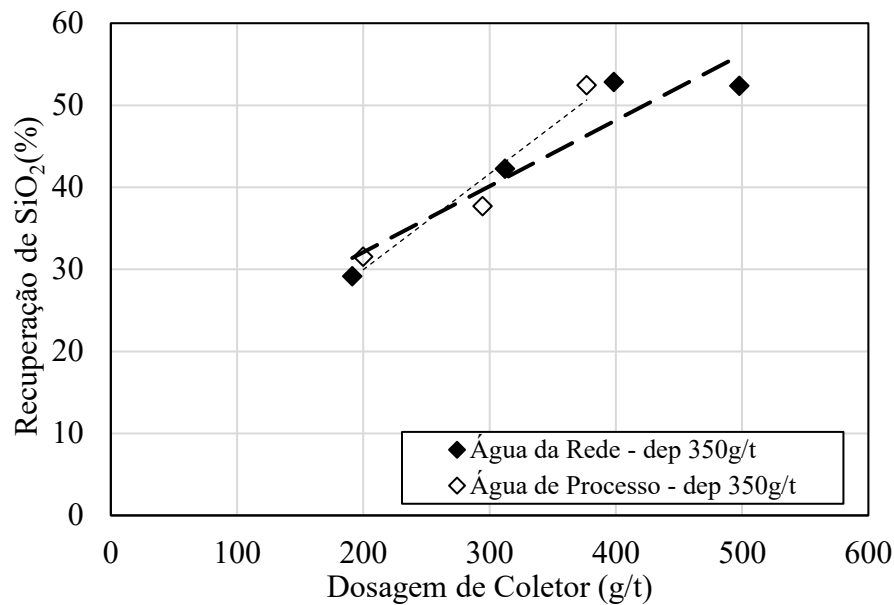
Figura 45 - Recuperação versus teor de SiO₂ para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo – Depressor: 350g/t a 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 46 apresenta a recuperação de SiO₂ para diferentes dosagens de coletor. A Figura 46 mostra que com depressor de 350g/t, não houve diferenças maiores que 5% na recuperação de SiO₂ para as duas águas testadas (da rede e de processo).

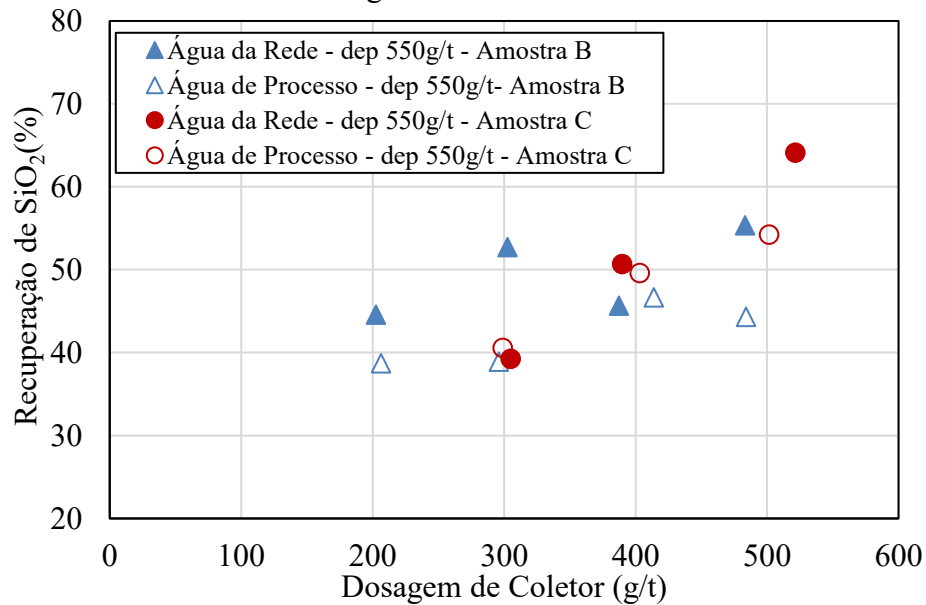
Figura 46 - Recuperação de SiO₂ versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo - Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

Na Figura 47 são apresentados os resultados dos ensaios com a amostra B e C na dosagem de 550g/t de depressor. A amostra C possui uma granulometria ligeiramente mais fina que a amostra B, no entanto em dosagens de até 450g/t não houve diferença significativa entre as recuperações de SiO₂. Para os ensaios da amostra B com água da rede de abastecimento as recuperações foram 45,7% a 55,3%, e com a amostra C, 39,3% a 64,1%. Nos ensaios utilizando a amostra B com água de processo as recuperações variaram de 38,9% a 46,6%, e com a amostra C, de 40,5% a 54,2%. De modo geral, os ensaios com água da rede apresentaram uma recuperação maior que os ensaios com água de processo quando foi utilizado dosagem mais alta de depressor.

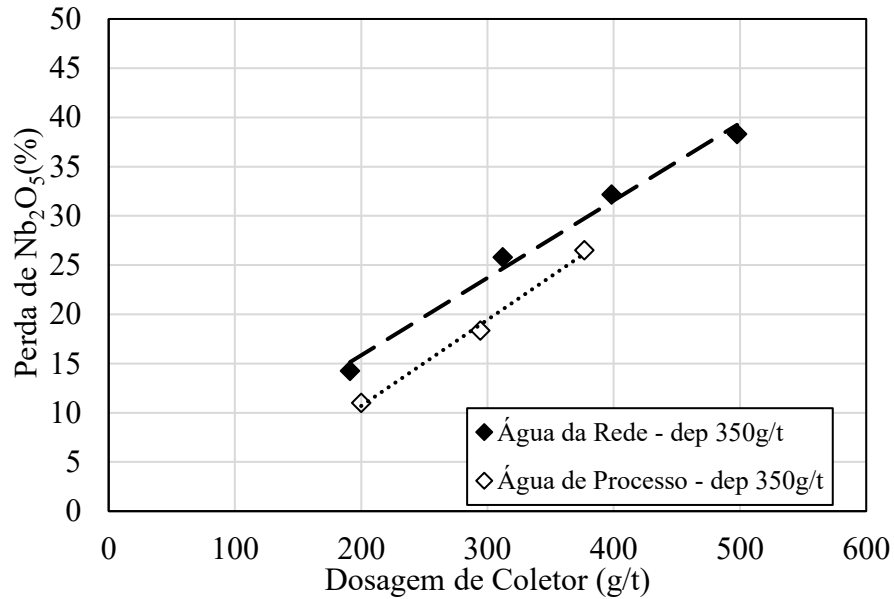
Figura 47 - Recuperação de SiO₂ em função da dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaios água da rede e água de processo – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

As Figura 48 e Figura 49 apresentam a perda de Nb₂O₅ em função da dosagem de coletor. A tendência encontrada para todos os ensaios foi de aumento das perdas com o aumento da dosagem de coletor. Nos ensaios com a dosagem de depressor de 350g/t, Figura 48, houve uma menor perda de Nb₂O₅ (aproximadamente 5 %) para o concentrado da flotação nos ensaios com água de processo em comparação aos ensaios com água da rede. Para uma dosagem de 300 g/t de coletor, os ensaios com água de processo tiveram perdas de 18% de Nb₂O₅, e de cerca de 25% nos ensaios com água da rede.

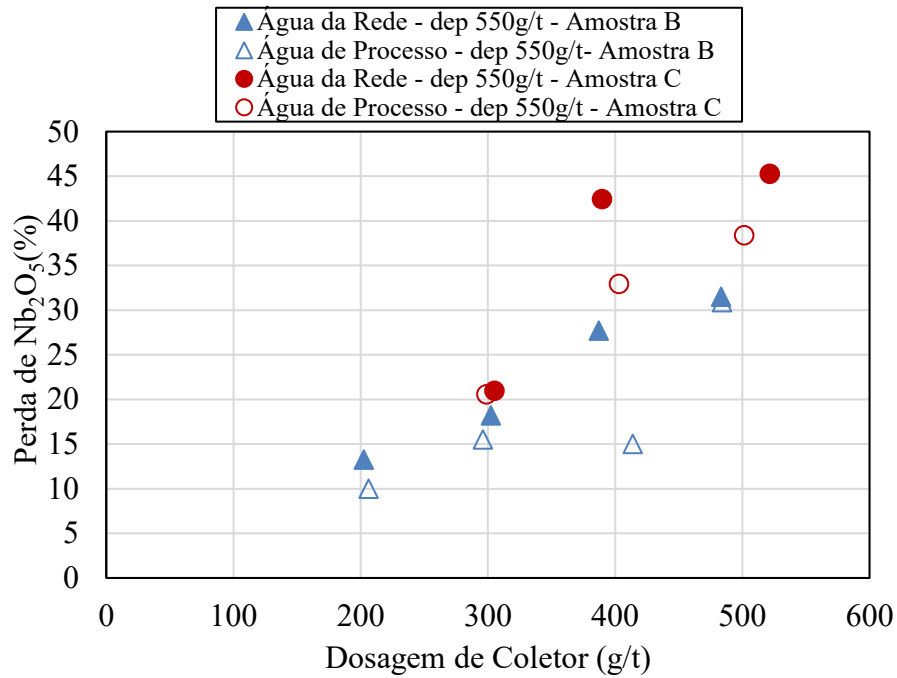
Figura 48 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio com água da rede e água de processo - Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

Nos ensaios com dosagem de depressor de 550g/t, Figura 49, em dosagens até 300g/t de coletor, a perda também foi maior para os ensaios com água da rede, diferente da tendência observada da amostra “A” (Figura 40), que mostra a perda sendo maior com o uso de água de processo. Em dosagens maiores que 300 g/t de coletor, a amostra C apresentou uma perda de 7 a 9,5 % maior nos ensaios com água da rede em comparação aos ensaios com água de processo, sendo que para a amostra B a diferença nas perdas foi de 12,7 %, apenas para dosagem de 400 g/t de coletor. Devido a mudança nas tendências serem vistas nas 3 diferentes amostras, é provável que tenha sido causada pela diferença na distribuição do tamanho de partícula das amostras.

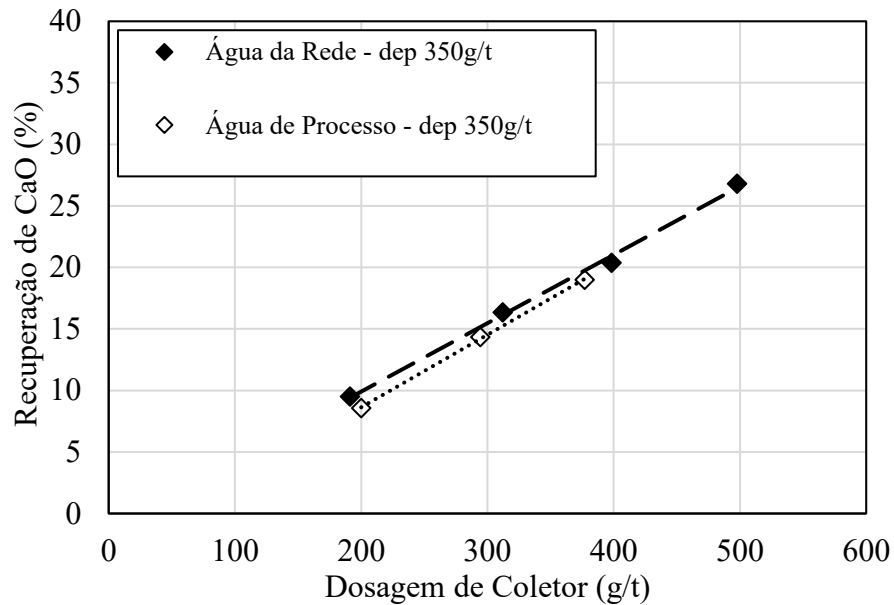
Figura 49 - Perda de Nb_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio com água da rede e água de processo – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

As Figura 50 e Figura 51 apresentam a recuperação de CaO em relação a dosagem de coletor. Nos ensaios realizados com depressor em 350 g/t, Figura 50, não houve diferença de mais que 2% em relação ao uso da água de processo. Todos os demais óxidos analisados apresentaram esta mesma tendência (Fe_2O_3 , P_2O_5 , Al_2O_3 , BaO, MgO).

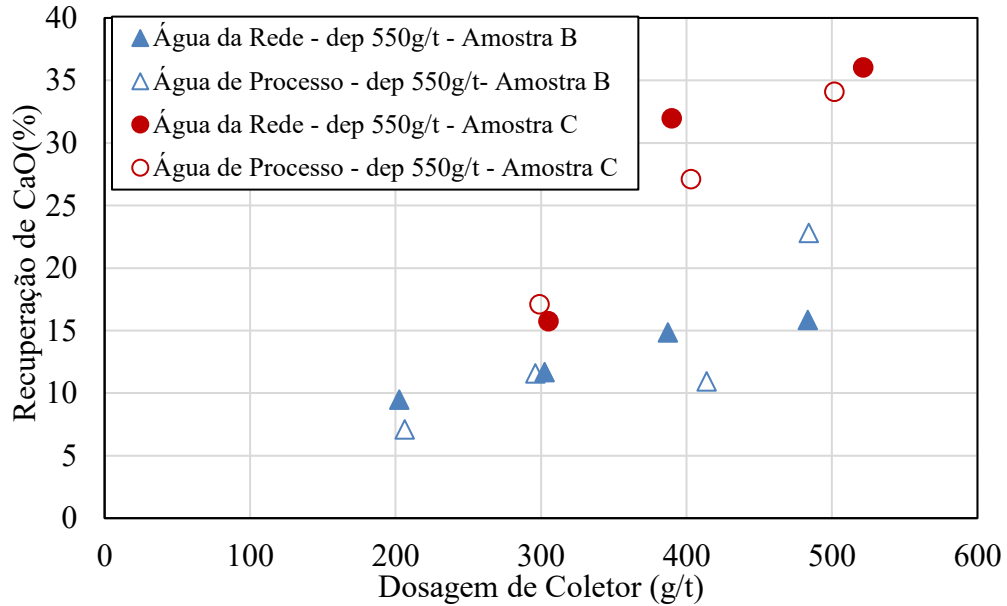
Figura 50 - Recuperação de CaO *versus* dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo – Depressor: 350g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

Os testes realizados com dosagens mais altas de depressor, como mostra a Figura 51, a recuperação de CaO foi maior utilizando água de processo apenas em dosagens próximas a 480g/t e para a amostra B. Para dosagens de até 300g/t não houve diferença significativa nos dois ensaios, e em dosagem de 400g/t as amostras B e C apresentaram uma maior recuperação de CaO nos ensaios com água da rede, de até 5% de diferença. A tendência observada nestas amostras é bem diferente dos resultados obtidos com a amostra A, que apresentou uma recuperação maior de minerais de carbonato, quando utilizada água de processo.

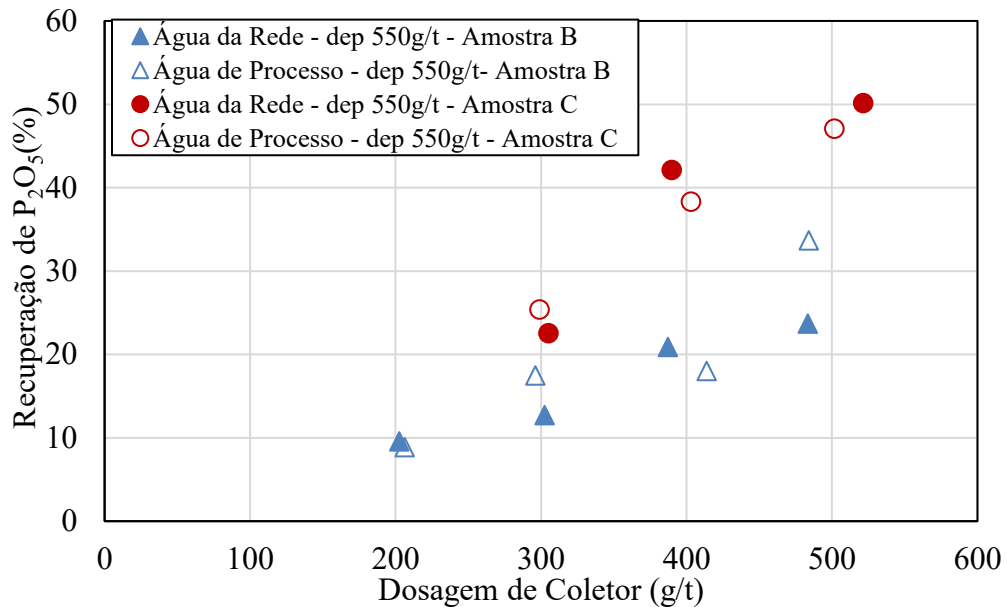
Figura 51 - Recuperação de CaO *versus* dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

Em relação a recuperação de P_2O_5 , os ensaios realizados com a amostra C apresentaram tendência semelhante em relação a recuperação CaO. De forma geral o aumento do coletor leva ao aumento da recuperação de minerais de ganga. Em relação a recuperação de P_2O_5 nos ensaios com a amostra B, nas dosagens de 300g/t e 500 g/t, houve uma maior recuperação de P_2O_5 utilizando água de processo, com uma diferença de até 10% nos ensaios com dosagem de 480g/t de coletor.

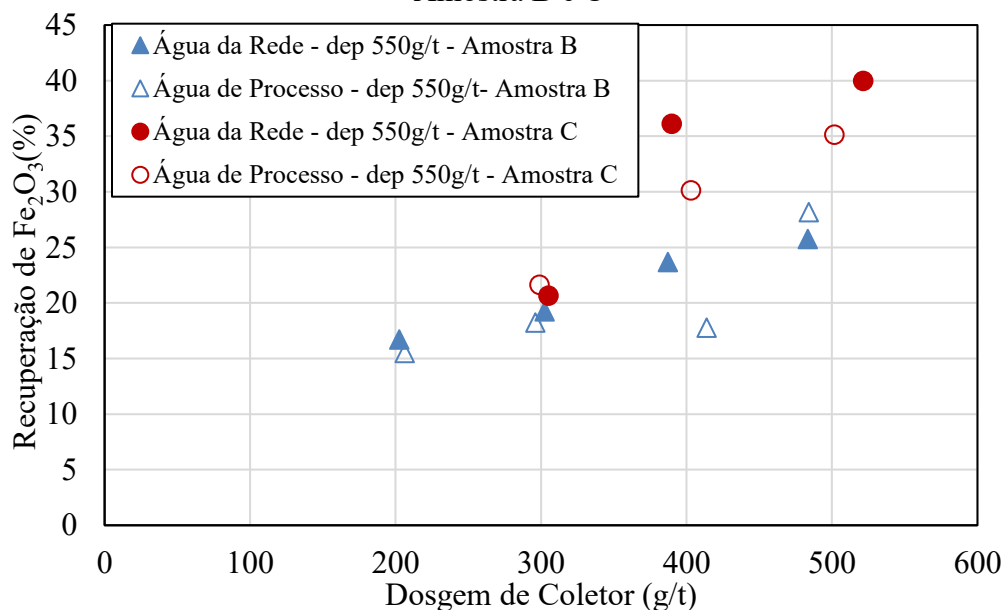
Figura 52 - Recuperação de P_2O_5 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo - Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

Outros óxidos como Fe_2O_3 e TiO_2 e MgO apresentam a mesma tendência de recuperação em relação ao coletor como a apresentada na perda de Nb_2O_5 . Já o óxido Al_2O_3 apresentou tendência similar apresentada em relação ao SiO_2 , provavelmente devido à grande presença de silicatos de alumínio na amostra, como a biotita, ortoclásio, flogopita e microclinio.

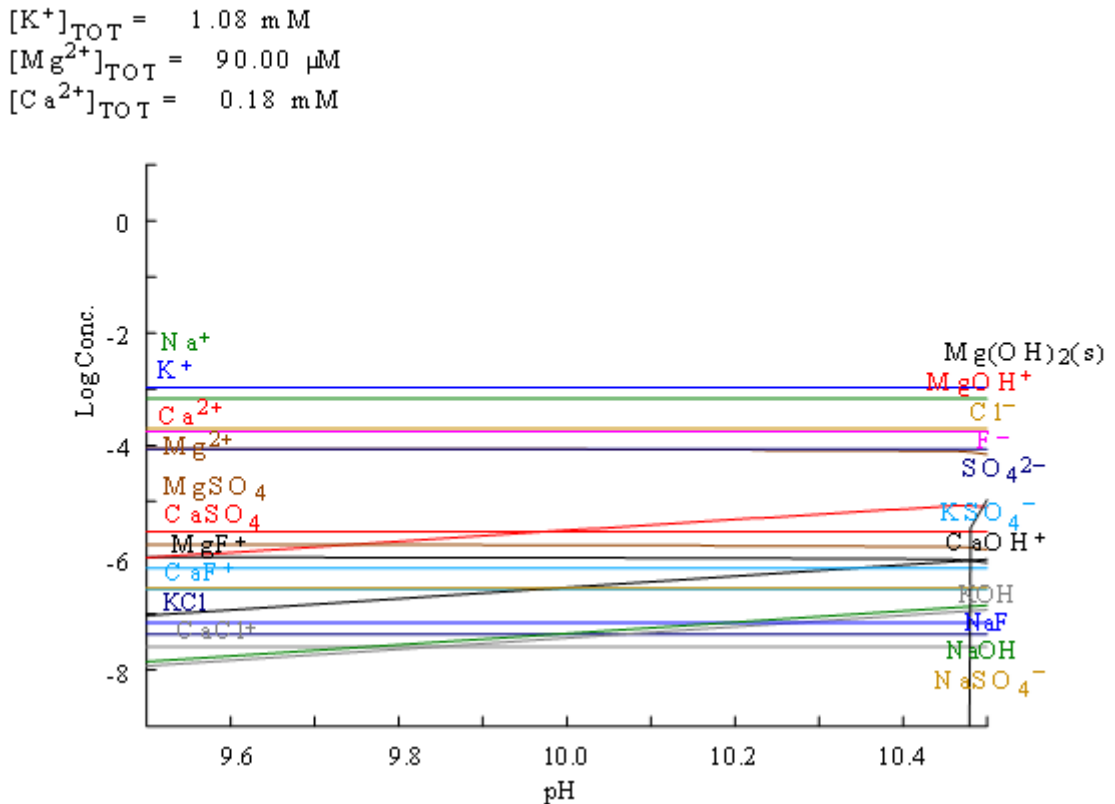
Figura 53 - Recuperação de Fe_2O_3 versus dosagem de coletor para o concentrado *cleaner* - Ensaio água da rede e água de processo - Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t - Amostra B e C



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 54 apresenta a distribuição das espécies químicas presentes na água da rede de abastecimento, e a Figura 55 apresenta a dissociação das espécies com a concentração da água de processo, formulada a partir das concentrações molares médias de cada íon, na faixa de pH utilizada na flotação. De forma geral, em qualquer meio, as espécies Na^+ , Cl^- e K^+ , se encontram majoritariamente livres, com formação de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ sólido. Na água da rede, as espécies Ca^{2+} e F^- , estão majoritariamente dissociadas, e há formação de MgOH^+ e MgSO_4 . Na água de processo, há a formação, em maiores concentrações, de NaSO_4^- , MgSO_4 , e CaF_2 sólido. A presença destes sais e íons diminui a presença de cátions livres que poderiam competir com o coletor. Segundo LELIS *et al.* (2020), a presença de MgOH^+ pode diminuir a flotabilidade do quartzo, enquanto íons SO_4^{2-} atuam diminuindo a dissolução de íons dos minerais presentes no meio (TANG; WEN; 2019).

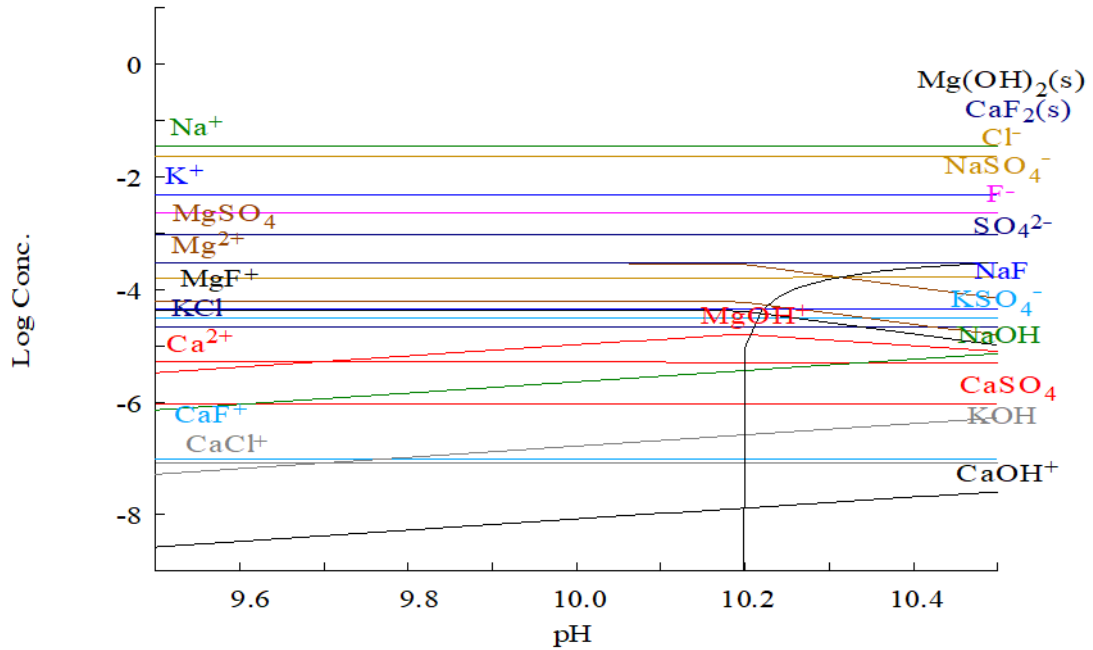
Figura 54 - Diagrama de especiação química de espécies presentes na água da rede de abastecimento



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 55 - Diagrama de especiação química de espécies presentes na água de processo

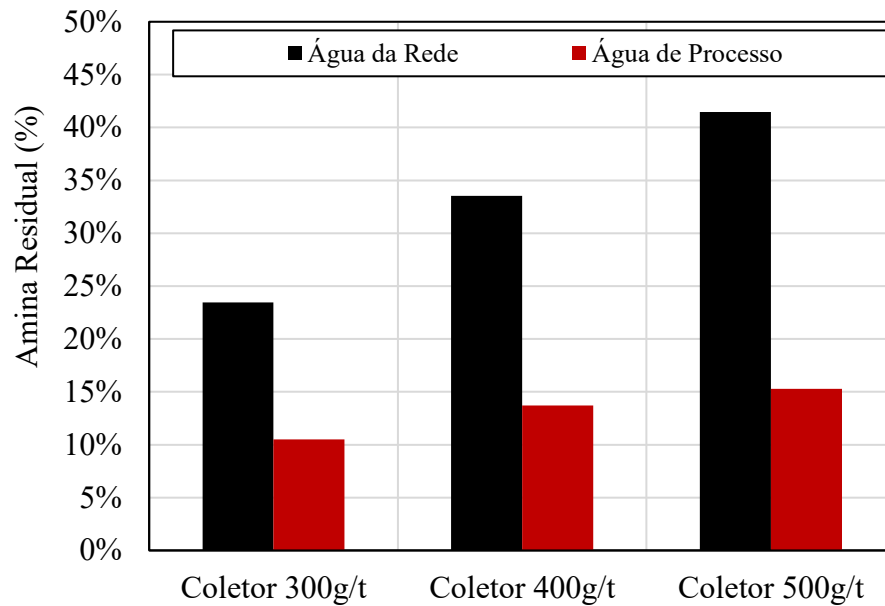
$[\text{Na}^+]_{\text{TOT}} = 35.00 \text{ mM}$		$[\text{SO}_4^{2-}]_{\text{TOT}} = 1.16 \text{ mM}$
$[\text{K}^+]_{\text{TOT}} = 4.80 \text{ mM}$		$[\text{F}^-]_{\text{TOT}} = 2.90 \text{ mM}$
$[\text{Mg}^{2+}]_{\text{TOT}} = 0.40 \text{ mM}$		$[\text{Cl}^-]_{\text{TOT}} = 23.00 \text{ mM}$
$[\text{Ca}^{2+}]_{\text{TOT}} = 0.30 \text{ mM}$		



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 56 apresenta a quantidade de amina residual presente na água da flotação após as amostras dos produtos (concentrado e rejeito) serem filtradas, nos ensaios realizados com depressor em 350g/t. Os ensaios que utilizaram água de processo apresentaram menores quantidades de amina na água residual da flotação, no entanto, pelos gráficos apresentados anteriormente, não houve mudanças significativas na recuperação de SiO_2 e outros minerais de ganga na flotação. Devido a competição dos cátions em solução com a forma iônica da amina pelos sítios negativos das partículas, uma maior quantidade de amina na solução é necessária para que se inicie a formação de hemi-micelas (FUERSTENAU, 1956). O consumo maior de coletor pode estar relacionado a teoria de que o aumento de força iônica no meio provoca uma necessidade de aumento na concentração de amina no meio, ainda que não haja adsorção preferencial dos íons em solução.

Figura 56 - Quantidade de amina residual na água filtrada dos produtos da flotação. Ensaio com água da rede e de processo. Depressor: 350g/t. Coletor: 300 a 500g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

A Tabela 12 apresenta os resultados da flotação das amostras B e C. De modo geral, na presença de água da rede a flotação de silicatos apresentou maiores recuperações de SiO_2 e Nb_2O_5 . Com menor granulometria, a amostra C apresentou maiores recuperações dos minerais de ganga nos ensaios com dosagens acima de 300g/t, e, portanto, em ensaios com água da rede e água de processo o teor do concentrado final foi cerca de 5% menor do que os ensaios com mesma condição da amostra B.

Tabela 12 - Tabela resumo com teores e recuperações metalúrgicas no concentrado *cleaner*, em função da água usada. Flotação de silicatos em bancada. Depressor de 350-550g/t e Coletor de 200 a 500g/t- Amostra B e C

Dados da Flotação					Concentrado Cleaner																		
Tipo de ensaio	Amostra	pH	Depressor Stargill	Coletor Flotigam EDA	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)								
					Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Ensaio com Água da Rede	B	10,0	341	191	18,7	28,4	9,5	0,49	20,0	1,6	6,4	1,1	13,8	1,8	29,1	9,5	14,2	15,0	15,4	30,0	9,5	44,9	12,7
	B	10,0	360	312	27,6	28,2	11,0	0,61	19,4	2,1	6,2	1,3	11,8	2,0	42,3	16,3	25,8	21,6	29,2	42,7	16,2	55,4	20,1
	B	10,0	355	398	33,5	29,3	11,4	0,62	18,8	2,2	6,5	1,3	10,3	2,1	52,8	20,4	32,2	25,8	39,4	53,8	20,5	58,6	26,1
	B	10,0	348	498	37,6	25,9	13,3	0,66	19,7	2,3	5,7	1,6	9,9	2,1	52,3	26,8	38,3	30,1	45,5	53,6	29,1	63,1	30,6
	B	9,9	571	203	23,9	34,9	7,0	0,38	18,0	0,8	7,5	0,9	12,9	1,5	44,6	9,5	13,2	16,7	9,6	45,9	11,8	51,8	13,4
	B	10,1	552	303	27,8	35,0	7,3	0,45	17,9	0,9	7,5	1,0	11,8	1,7	52,7	11,7	18,2	19,2	12,7	53,5	15,0	55,0	16,6
	B	10,2	522	387	29,0	30,2	9,3	0,60	19,8	1,4	6,7	1,1	11,6	1,9	45,7	14,8	27,7	23,7	20,9	46,7	16,0	55,4	22,1
	B	10,5	535	483	32,5	31,6	9,1	0,62	19,7	1,4	6,8	1,2	10,9	2,0	55,3	15,8	31,5	25,7	23,7	55,2	17,7	59,2	25,1
	C	9,9	549	390	41,0	23,4	14,5	0,67	21,5	1,9	5,1	1,9	9,4	2,1	50,7	32,0	42,4	36,1	42,1	51,6	35,8	64,7	33,6
	C	9,9	577	522	47,2	25,4	14,4	0,63	20,9	2,0	5,4	1,8	9,0	2,1	64,1	36,0	45,3	40,0	50,1	63,8	38,9	70,2	39,4
Ensaio com água de Processo	C	9,9	556	305	26,1	27,8	11,2	0,51	19,5	1,6	6,0	1,4	11,8	1,8	39,3	15,7	21,0	20,6	22,5	40,5	17,0	52,3	18,3
	B	9,9	356	200	19,2	30,3	8,3	0,38	19,3	1,4	6,7	1,1	14,2	1,6	31,5	8,6	11,0	14,8	13,9	32,7	9,3	46,6	12,0
	B	9,9	340	295	24,5	27,7	10,9	0,49	19,2	1,8	6,1	1,4	12,2	1,8	37,7	14,3	18,3	18,8	23,2	38,8	16,3	53,0	16,4
	B	9,9	336	377	33,2	30,1	10,6	0,50	18,4	1,9	6,5	1,4	11,0	1,8	52,4	19,0	26,5	25,1	32,9	51,3	22,4	60,5	24,6
	B	9,9	372	532	30,7	32,0	10,1	0,48	17,7	2,0	6,8	1,2	10,9	1,7	53,0	16,4	23,6	22,2	32,6	51,0	17,9	57,5	19,8
	B	9,5	582	206	21,6	35,8	5,6	0,29	17,6	0,8	7,7	0,5	14,1	1,4	38,7	7,1	10,0	15,5	8,9	38,9	6,8	48,1	11,4
	B	9,9	540	296	23,9	31,0	8,7	0,42	18,8	1,5	6,8	0,8	13,3	1,7	38,9	11,6	15,5	18,2	17,5	39,9	10,6	52,3	15,2
	B	10,0	558	414	26,1	35,4	7,2	0,37	17,0	1,4	7,4	0,7	12,3	1,5	46,6	10,9	15,0	17,8	18,0	46,9	10,1	54,0	14,6
	B	9,9	536	484	33,3	24,8	12,7	0,59	20,7	1,9	5,6	1,6	10,7	2,0	44,3	22,8	30,9	28,2	33,7	46,4	25,2	59,3	25,5
	C	9,7	568	403	36,6	25,6	13,8	0,57	20,1	2,0	5,5	1,7	9,8	1,8	49,6	27,1	32,9	30,1	38,3	48,7	29,4	62,2	26,5
C	9,7	555	502	42,6	23,6	14,7	0,57	20,5	2,1	5,4	1,9	9,4	2,0	54,2	34,1	38,4	35,1	47,1	56,1	37,2	67,5	34,1	
C	9,9	545	299	27,4	27,3	11,6	0,48	19,3	1,8	6,0	1,4	11,6	1,7	40,5	17,1	20,5	21,6	25,4	39,1	18,6	53,6	18,7	
					Teor de alimentação:																		
					B	18,8	18,4	0,64	24,6	1,9	4,0	2,1	6,0	2,6									
					C	18,6	18,6	0,64	24,5	1,9	4,1	2,1	6,0	2,5									

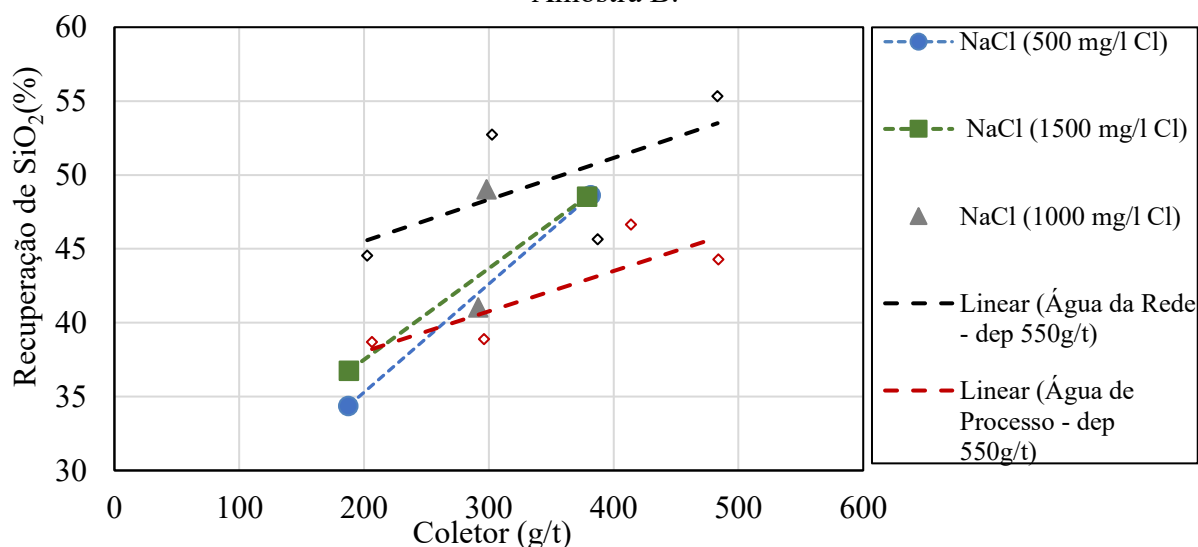
Fonte: Elaborado pelo autor

5.3.1.3 ENSAIOS COM ÁGUA SINTÉTICA - ADIÇÃO DE NaCl

Os gráficos a seguir apresentam os resultados dos ensaios de flotação com adição de NaCl à água utilizada, realizados com a amostra B. A concentração iônica está sinalizada em termos da quantidade de cloreto, e a tendência na recuperação dos ensaios utilizando água da rede e água de processo está indicada no gráfico como referência.

A Figura 57 apresenta a recuperação de SiO_2 em relação a dosagem de coletor. As águas de processo utilizadas neste estudo apresentaram em média 792 mg/L de Na^+ e 1009 mg/L de Cl^- . O ponto central da dosagem em 300 g/t de coletor em solução de NaCl com 1000 mg/L de Cl^- , foi feito em duplicata, e apresentado no gráfico. Em média, a recuperação de SiO_2 neste ponto foi de 45%, com dispersão de 5%. Para as duas dosagens de coletor 200g/t e 400 g/t aproximadamente, a diferença da recuperação de SiO_2 para as duas concentrações de NaCl (500 e 1500 mg/L de Cl^-), não foi maior que a dispersão no ponto central. Com uma menor dosagem de coletor, a recuperação de SiO_2 na presença de 500 mg/L Cl^- foi de 34,4% e na presença de 1500 mg/L Cl^- foi de cerca de 36,8%, valores próximos ao 38,7% de recuperação nos ensaios utilizando água de processo. Em dosagens mais altas, a recuperação de SiO_2 foi de 48,5% para os dois cenários, novamente similar ao ensaio utilizando água de processo (46,6%).

Figura 57 - Recuperação de SiO_2 para o concentrado *cleaner* versus dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl– Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.

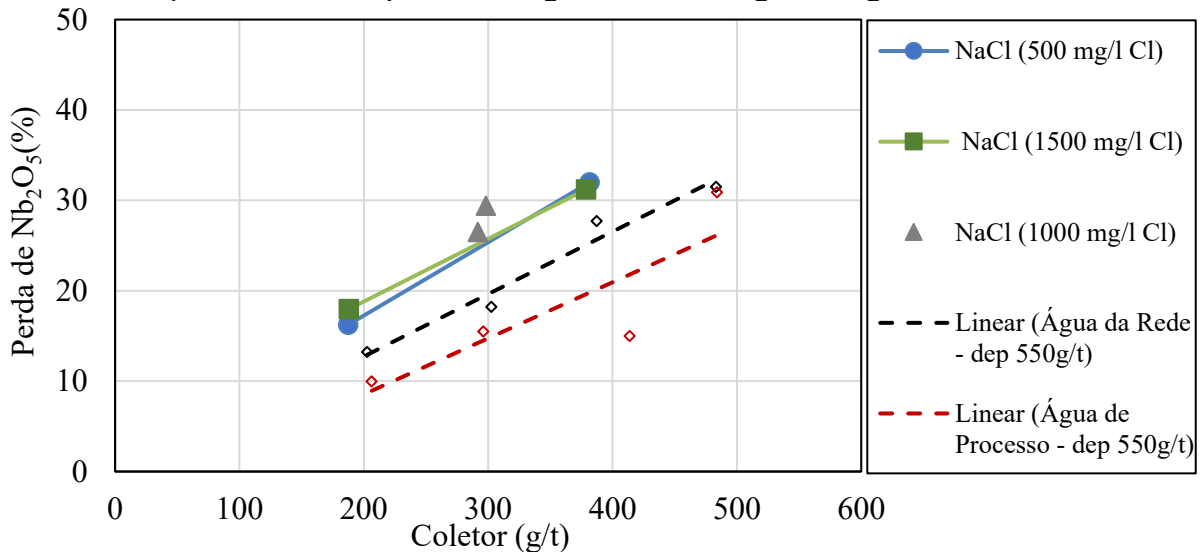


Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 58 apresenta a perda de Nb_2O_5 para o concentrado da flotação em relação a dosagem do coletor, com adição de NaCl. Novamente, não há diferença significativa entre a perda de Nb_2O_5 para diferentes concentrações de NaCl, no entanto, em relação aos ensaios com

água da rede e água de processo, a presença do sal resultou em maiores perdas de Nb_2O_5 para o concentrado da flotação. O pirocloro apresenta PIE de 2,9 e em pH alcalino, a superfície do mineral apresenta cargas superficiais negativas. Na presença de cátions, como o Na^+ , é esperado a competição por sítios negativos entre o cátion e a amina em sua forma iônica, o que resulta em menor adsorção-hidrofobização e, conseqüentemente, flotabilidade dos minerais. No entanto, a presença de NaCl favoreceu a flotação do pirocloro, com perdas de Nb_2O_5 de 16% na presença de 500mg/L de cloreto, e 18% em 1500 mg/L de Cl^- , em vista da perda de 13% e 10% nos ensaios com água da rede e de processo, respectivamente. Na dosagem de cerca de 400g/t de coletor, o efeito foi menor, com a perdas de 31,2% e 32% , na presença de 1500 mg/L e 500 mg/L de cloreto, respectivamente, contra 27,7% em ensaios com água da rede e 15% nos ensaios com água de processo. Para a concentração de 1000 mg/L de Cl^- , a perda foi de 26,5 a 29,4% de Nb_2O_5 , sendo que a perda obtida nos ensaios com água da rede e de processo foram de 18,2% e 15,5%, respectivamente.

Figura 58 - Perda de Nb_2O_5 para o concentrado *cleaner* em função da variação da dosagem de coletor em ensaios com solução de NaCl . *versus* dosagem de coletor. Ensaios água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.

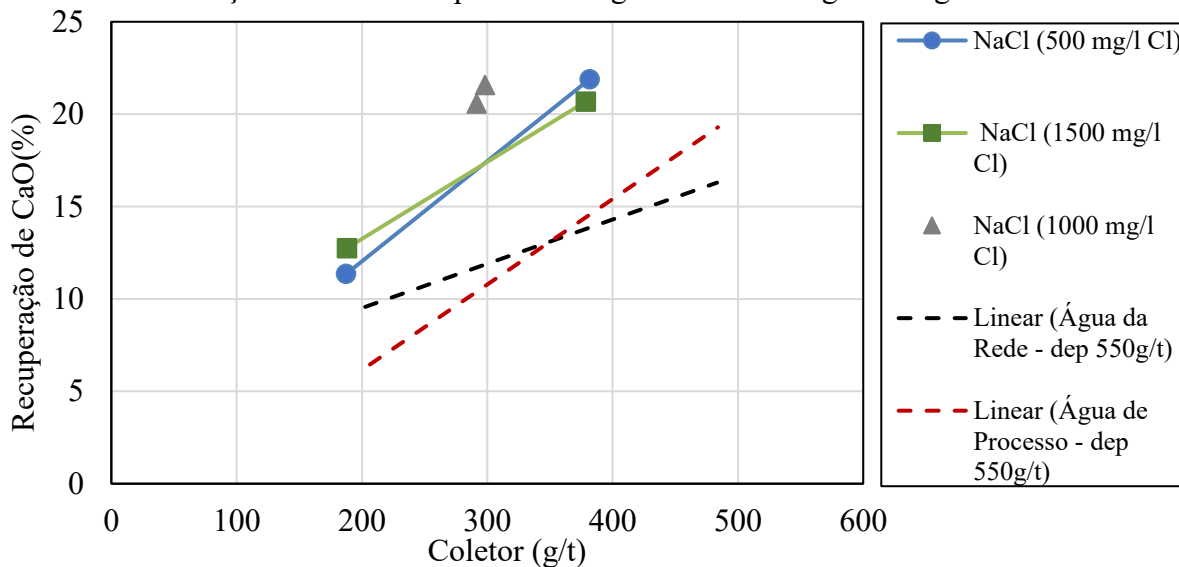


Fonte: Elaborado pelo autor

As Figura 59 e Figura 60 apresentam a recuperação de CaO e P_2O_5 em relação a dosagem de coletor com adição de NaCl . Em concentração de 500 mg/L de cloreto, a recuperação de CaO foi de 11,4%, utilizando 200g/t de coletor, e 21,9% usando 400g/t. Para as concentrações de 1500 mg/L, 12,7% (CaO) e 20,7% (P_2O_5). Com 1000 mg/L de cloreto as recuperações de CaO foram de cerca de 20,6% e 21,6%. As recuperações de P_2O_5 , em concentração de 500 mg/L de cloreto, foram de 15,1% e 33,5% utilizando 200g/t e 400 g/t de

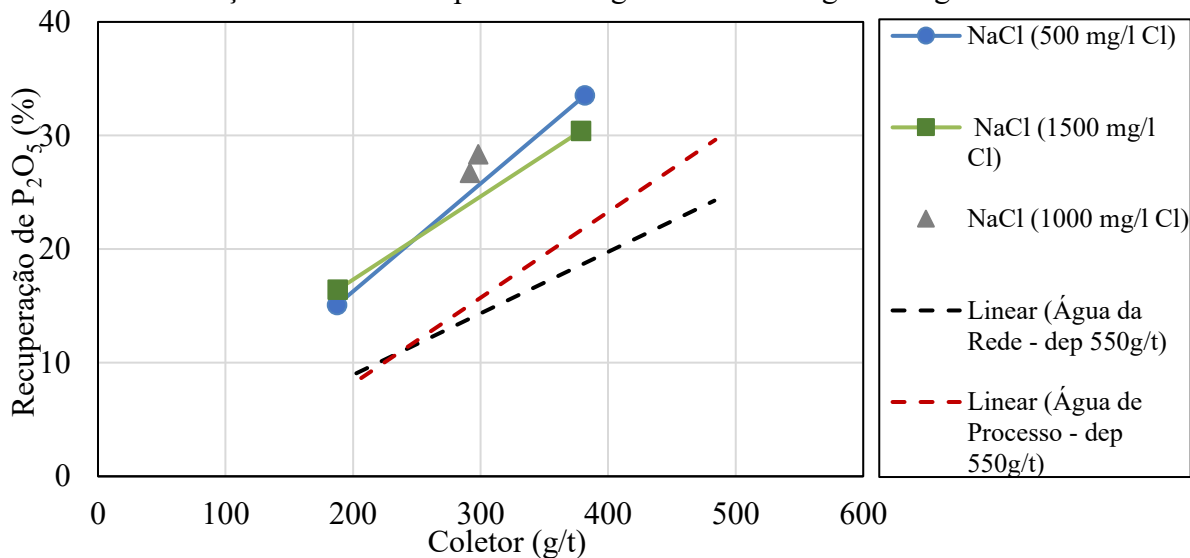
coletor, respectivamente. Para as concentrações de 1000 mg/L, a recuperação de P_2O_5 foram de 26,7 e 28,3%. Em 1500 mg/L de cloreto, para 200g/t, obteve-se uma recuperação de 16,4% e 30,4 % para 400g/t.

Figura 59 - Recuperação de CaO para o concentrado *versus* dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 60 - Recuperação de P_2O_5 para o concentrado *versus* dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.

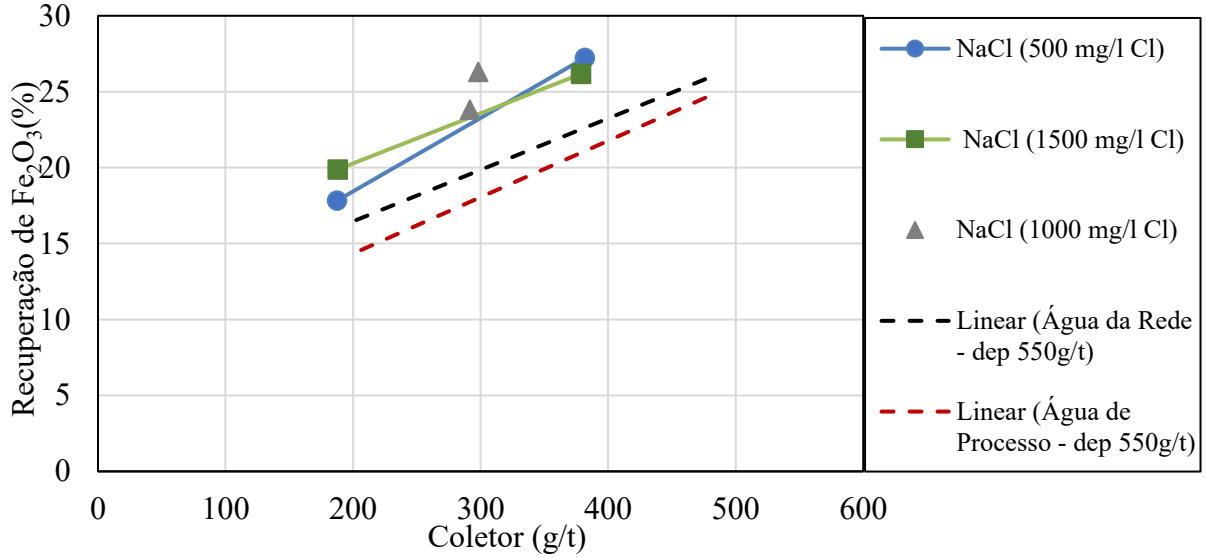


Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 61 apresenta a recuperação de Fe_2O_3 em função da variação da dosagem de coletor. A recuperação na dosagem de 300g/t foi de 23,8% e 26,3%. Novamente, para as diferentes concentrações de NaCl, não houve diferença significativa, com recuperação em 500

mg/L de Cl⁻ variando de 19,9% a 27,2%, e em 1500 mg/L de Cl⁻, 17,8% e 26,2%. Em relação aos outros óxidos analisados, a tendência foi semelhante, com exceção do Al₂O₃ que seguiu a mesma tendência observada em relação a SiO₂.

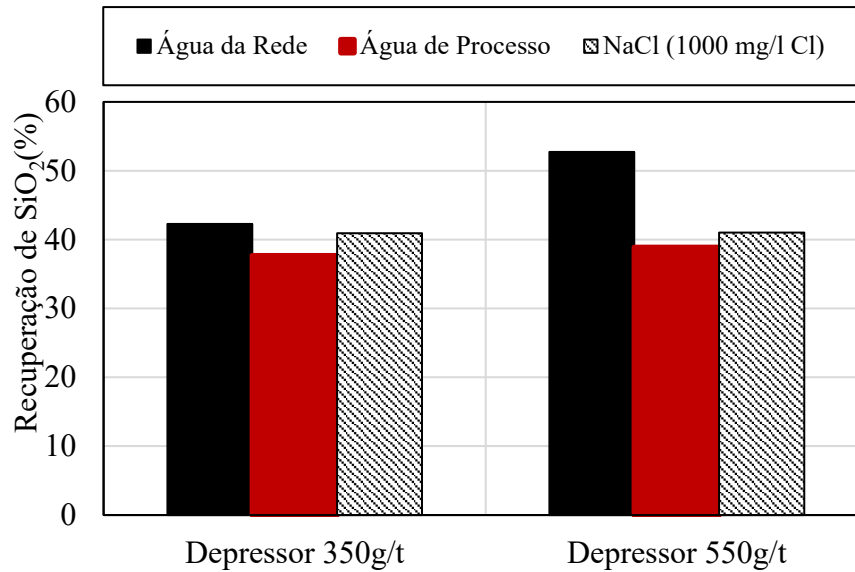
Figura 61 - Recuperação de Fe₂O₃ para o concentrado *versus* dosagem de coletor. Ensaio água sintética: Adição de NaCl – Depressor: 550g/t. Coletor: 200g/t a 400g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

O ponto central de 300 g/t de coletor e 1000 mg/L de Cl⁻ foi feito também utilizando a dosagem de 350g/t de depressor. A mesma tendência foi observada, onde a presença de NaCl resulta em recuperações maiores dos minerais de ganga. A Figura 62 apresenta a comparação do ponto central utilizando os dois níveis de depressor. Assim como apresentado nos gráficos anteriores, a recuperação de SiO₂ em dosagem de depressor menor na presença de NaCl foi similar aos ensaios com água de processo.

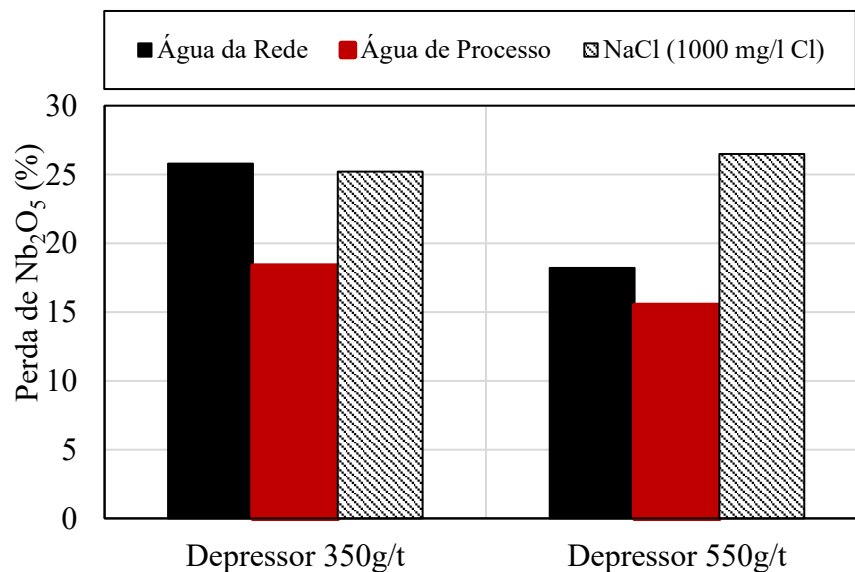
Figura 62 - Recuperação de SiO_2 para o concentrado *cleaner* . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

A perda de Nb_2O_5 nos ensaios de depressor 350g/t também foi maior que no ensaio utilizando água de processo (Figura 63).

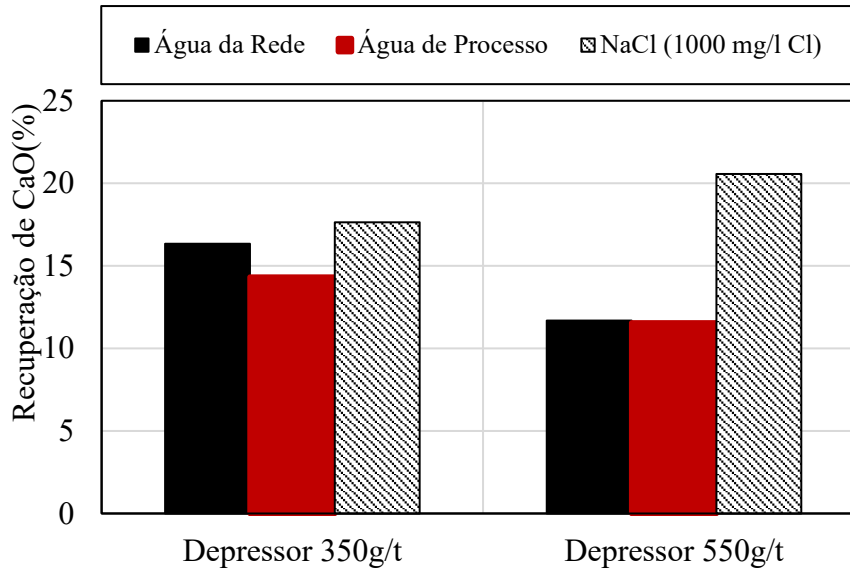
Figura 63 - Perda de Nb_2O_5 para o concentrado *cleaner* . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

A recuperação de CaO na presença de NaCl foi de 17,3% enquanto a recuperação foi de 16,3% no ensaio com água da rede e 14,3% na água de processo (Figura 64).

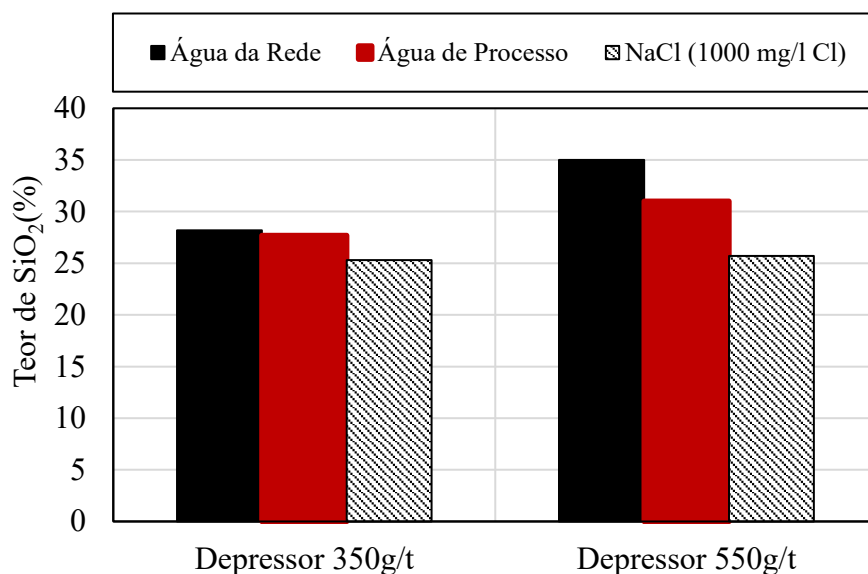
Figura 64 - Recuperação de CaO para o concentrado *cleaner* . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl - Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

Com maior recuperação dos minerais de ganga, o teor final do concentrado na presença de NaCl foi menor que os alcançados pelos ensaios com água de processo e água da rede. Mesmo em diferentes dosagens de depresso, o teor e recuperação de SiO₂ na presença de NaCl foi similar. O teor de SiO₂ no concentrado *cleaner* na presença de NaCl foi cerca de 25% para qualquer dosagem de depresso, bem como a recuperação foi de 41% de SiO₂.

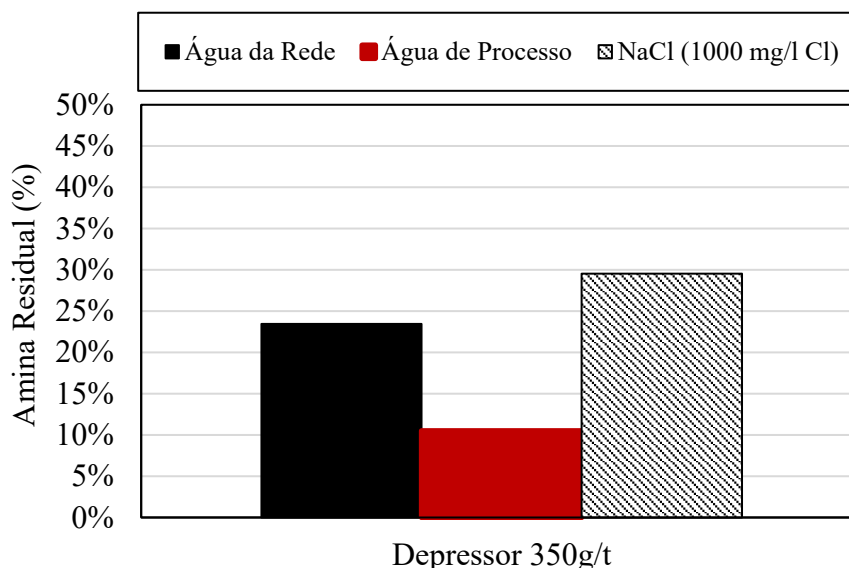
Figura 65 – Teor de SiO₂ para o concentrado *cleaner* . Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl – Depressor: 350g/t e 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 66 apresenta a quantidade de amina residual utilizando 350g/t de depressor e 300g/t de coletor, nos ensaios com água da rede, água de processo e com a solução de NaCl. Com adição do sal, a recuperação mássica da flotação foi maior, (maior recuperação dos minerais de ganga). Ao analisar a quantidade de coletor residual na água filtrada dos produtos da flotação, a quantidade de amina residual foi maior que nos ensaios utilizando água da rede e água de processo. Com maior recuperação mássica, é esperado que o coletor se adsorva nos outros minerais, e, portanto, que ocorra o aumento do consumo de reagentes. Assim como nos ensaios realizados por MA; BRUCKARD; HOLMES (2009), é possível que o aumento na força iônica no meio provocado pela adição de NaCl apenas pode ter resultado em aglomeração de partículas e promovido a flotação dos minerais sem aumentar o consumo do coletor .

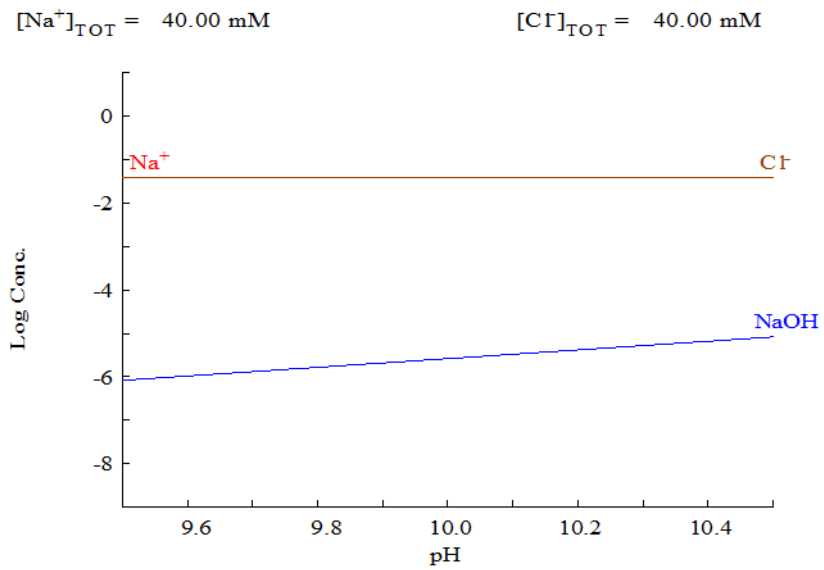
Figura 66 - Quantidade de amina residual na água filtrada da flotação. Ensaio com água da rede, de processo e adição de NaCl – Depressor: 350g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 67 apresenta o diagrama de espécies de Na^+ e Cl^- em pH de 9,5 a 10,5 na concentração de 1500 mg/L de Cl^- . As espécies Na^+ e Cl^- neste pH estão majoritariamente dissociadas, com uma menor formação de NaOH. Para concentrações de 500 mg/L as espécies também apresentaram o mesmo comportamento. Dentre os minerais presentes na amostra deste estudo e que podem apresentar sódio em sua composição estão o pirocloro $(\text{Na,Ca})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH,F})$ e o silicato richterita $(\text{Na}_2\text{Ca})_2(\text{Mg,Fe,Fe,Mn})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH,F})$, ou seja, nesse caso o Na^+ livre pode atuar como IDP nestes minerais, alterar o potencial zeta, inclusive revertendo o valor de sua carga, alterando a resposta destes minerais a etapa de flotação.

Figura 67 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaCl



Fonte: Elaborado pelo autor

De modo geral, não há diferença significativa entre a recuperação da ganga em diferentes concentrações de NaCl, mas em comparação aos ensaios de água de processo e água da rede, os ensaios em solução salina resultaram em maiores recuperações destes minerais. Nos ensaios com dosagem de coletor de 300g/t, a recuperação de ganga foi maior na presença de NaCl em qualquer dosagem de depressor, ainda que na dosagem mais baixa este efeito tenha sido menor.

A Tabela 13 apresenta a tabela resumo com os ensaios de flotação utilizando NaCl.

Tabela 13 - Tabela resumo com teores e recuperações metalúrgicas no concentrado *cleaner*, em função da água usada: rede, processo e com adição de NaCl. Flotação de silicatos em bancada. Depressor de 350-550g/t e Coletor de 200 a 400g/t- Amostra B

Dados da Flotação					Concentrado Cleaner																		
Tipo de ensaio	Amostra	pH	Depressor: Stargill	Coletor: Flotigam EDA	Rec. Massa (%)	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)							
						SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Ensaio com Água da Rede	B	10,0	360	312	27,6	28,2	11,0	0,61	19,4	2,1	6,2	1,3	11,8	2,0	42,3	16,3	25,8	21,6	29,2	42,7	16,2	55,4	20,1
	B	9,9	571	203	23,9	34,9	7,0	0,38	18,0	0,8	7,5	0,9	12,9	1,5	44,6	9,5	13,2	16,7	9,6	45,9	11,8	51,8	13,4
	B	10,1	552	303	27,8	35,0	7,3	0,45	17,9	0,9	7,5	1,0	11,8	1,7	52,7	11,7	18,2	19,2	12,7	53,5	15,0	55,0	16,6
	B	10,2	522	387	29,0	30,2	9,3	0,60	19,8	1,4	6,7	1,1	11,6	1,9	45,7	14,8	27,7	23,7	20,9	46,7	16,0	55,4	22,1
Ensaio com água de Processo	B	9,9	340	295	24,5	27,7	10,9	0,49	19,2	1,8	6,1	1,4	12,2	1,8	37,7	14,3	18,3	18,8	23,2	38,8	16,3	53,0	16,4
	B	9,5	582	206	21,6	35,8	5,6	0,29	17,6	0,8	7,7	0,5	14,1	1,4	38,7	7,1	10,0	15,5	8,9	38,9	6,8	48,1	11,4
	B	9,9	540	296	23,9	31,0	8,7	0,42	18,8	1,5	6,8	0,8	13,3	1,7	38,9	11,6	15,5	18,2	17,5	39,9	10,6	52,3	15,2
	B	10,0	558	414	26,1	35,4	7,2	0,37	17,0	1,4	7,4	0,7	12,3	1,5	46,6	10,9	15,0	17,8	18,0	46,9	10,1	54,0	14,6
Ensaio com água NaCl (1000ppm)	B	10,0	355	306	29,0	25,3	11,5	0,57	19,9	1,9	5,7	1,6	11,3	1,9	40,9	17,6	25,2	23,4	28,0	42,7	21,7	57,6	21,5
	B	10,1	366	312	26,6	27,6	10,5	0,51	20,3	2,0	6,2	1,4	11,9	1,9	39,4	14,9	20,9	22,1	27,2	40,6	18,0	54,9	18,6
	B	9,9	544	298	33,3	27,8	11,6	0,56	19,4	1,7	6,2	1,5	10,7	2,0	49,0	21,6	29,4	26,3	28,3	50,7	23,1	59,4	24,9
Ensaio com água NaCl (500 ppm)	B	9,9	532	292	29,7	25,7	12,5	0,58	20,2	1,8	5,8	1,4	11,5	2,0	41,0	20,6	26,5	23,8	26,7	43,1	20,0	56,6	21,7
	B	9,9	528	187	22,1	28,9	9,5	0,47	19,6	1,3	6,7	1,2	13,0	1,8	34,4	11,4	16,2	17,8	15,1	36,2	12,0	48,1	14,8
Ensaio com água NaCl (1500 ppm)	B	10,0	515	382	33,8	27,1	12,1	0,60	19,6	1,9	5,9	1,5	10,6	2,0	48,6	21,9	32,0	27,2	33,5	49,4	23,9	59,9	26,0
	B	9,9	530	188	24,3	28,0	9,8	0,47	19,9	1,3	6,3	1,3	12,5	1,9	36,8	12,7	18,0	19,9	16,4	38,5	14,4	50,8	17,7
	B	9,9	510	379	32,9	27,1	11,8	0,61	19,5	1,8	6,1	1,4	11,0	1,9	48,5	20,7	31,2	26,2	30,4	49,6	21,8	60,1	24,0

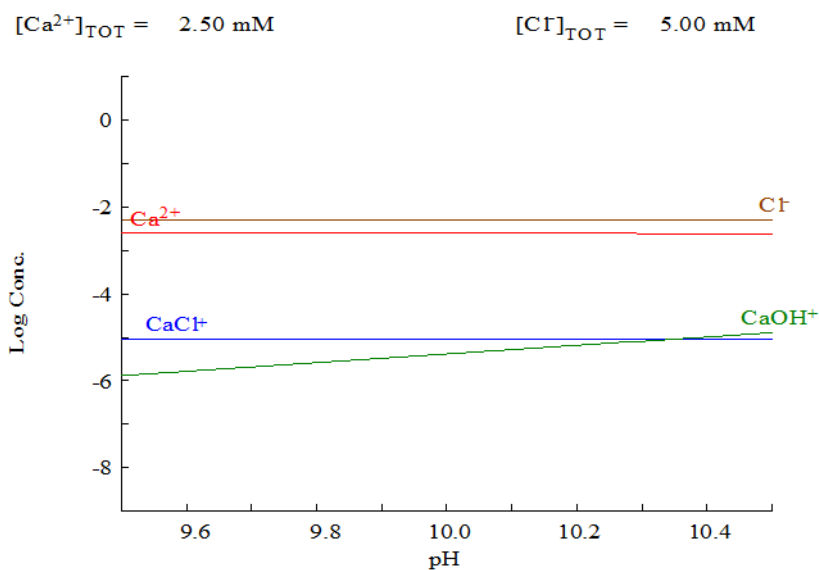
Fonte: Elaborado pelo autor

5.3.1.4 ENSAIOS COM ÁGUA SINTÉTICA - ADIÇÃO DE ÍONS

Esta seção apresenta os resultados dos ensaios com adição de CaCl_2 , MgCl_2 , KCl , NaF_2 , NaSO_4 , em diferentes concentrações. Os gráficos são acompanhados também dos resultados alcançados com os ensaios de água da rede, água de processo e água com NaCl na mesma dosagem de depressor e coletor (550g/t e 300g/t, respectivamente) para comparação.

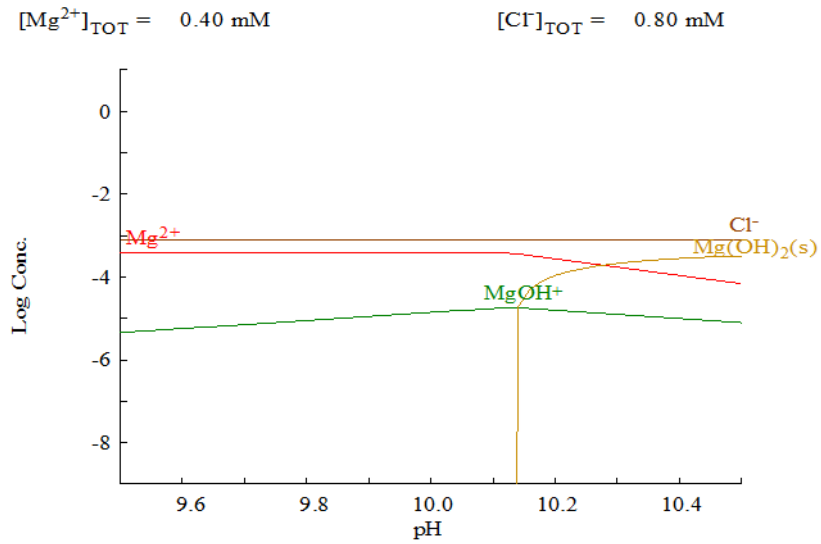
As Figura 68 a Figura 73 apresentam os diagramas de espécies dos íons de cada solução, no pH da flotação. Os diagramas foram plotados nas maiores concentrações de íons testadas, embora as espécies presentes nas menores concentrações sejam similares. De forma geral, as espécies se encontram majoritariamente dissociadas, em qualquer concentração utilizada, com exceção da solução de MgCl_2 . Em pH alcalino, na faixa de 9,5 a 10,5 há a formação de Mg(OH)_2 sólido, de acordo com a concentração desses íons. Na concentração de 10 mg/L, a formação dos sólidos de magnésio ocorre a partir do pH 10,2, diminuindo assim a concentração de espécies Mg^{2+} e MgOH^+ no meio, Figura 69. Em concentrações mais altas, 100mg/L (Figura 70), a formação de Mg(OH)_2 majoritariamente é a partir do pH 9,6.

Figura 68 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de CaCl_2



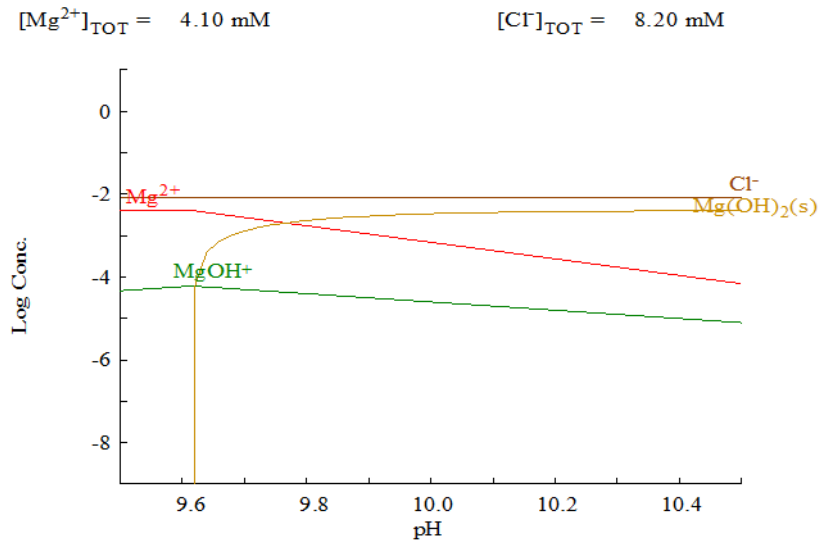
Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 69 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de MgCl_2 – 10mg/L de Mg



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 70 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de MgCl_2 – 100mg/L de Mg

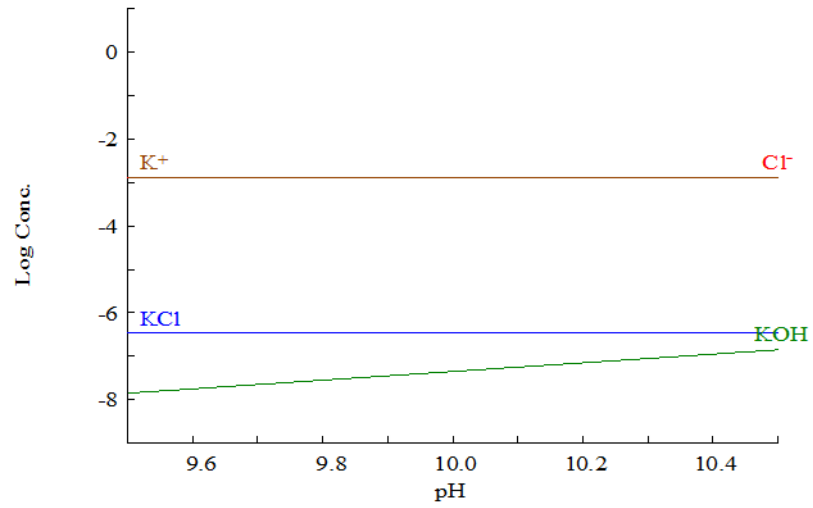


Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 71 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de KCl

$$[\text{Cl}^-]_{\text{TOT}} = 1.30 \text{ mM}$$

$$[\text{K}^+]_{\text{TOT}} = 1.30 \text{ mM}$$

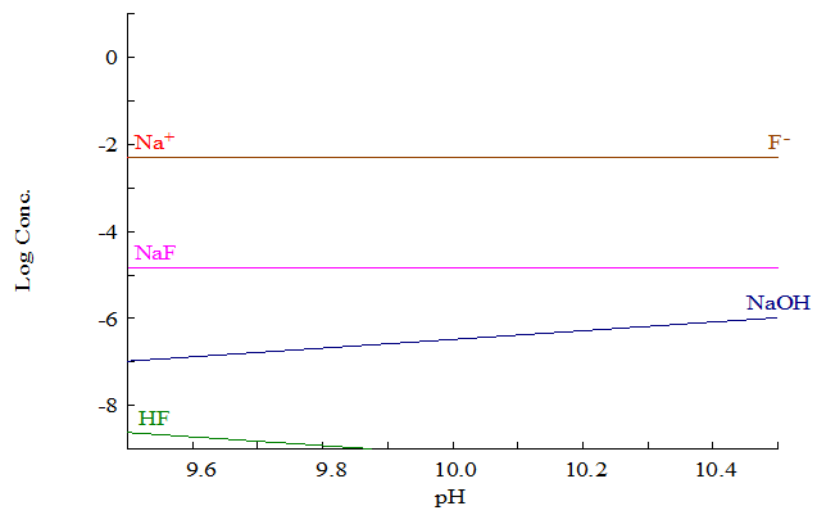


Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 72 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaF

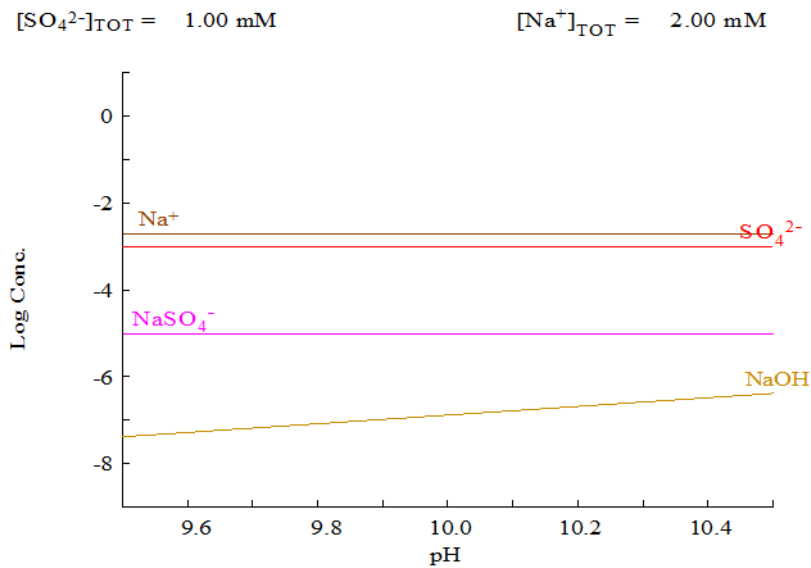
$$[\text{Na}^+]_{\text{TOT}} = 5.00 \text{ mM}$$

$$[\text{F}^-]_{\text{TOT}} = 5.00 \text{ mM}$$



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 73 - Diagrama de especiação química em função do pH em solução de NaSO₄

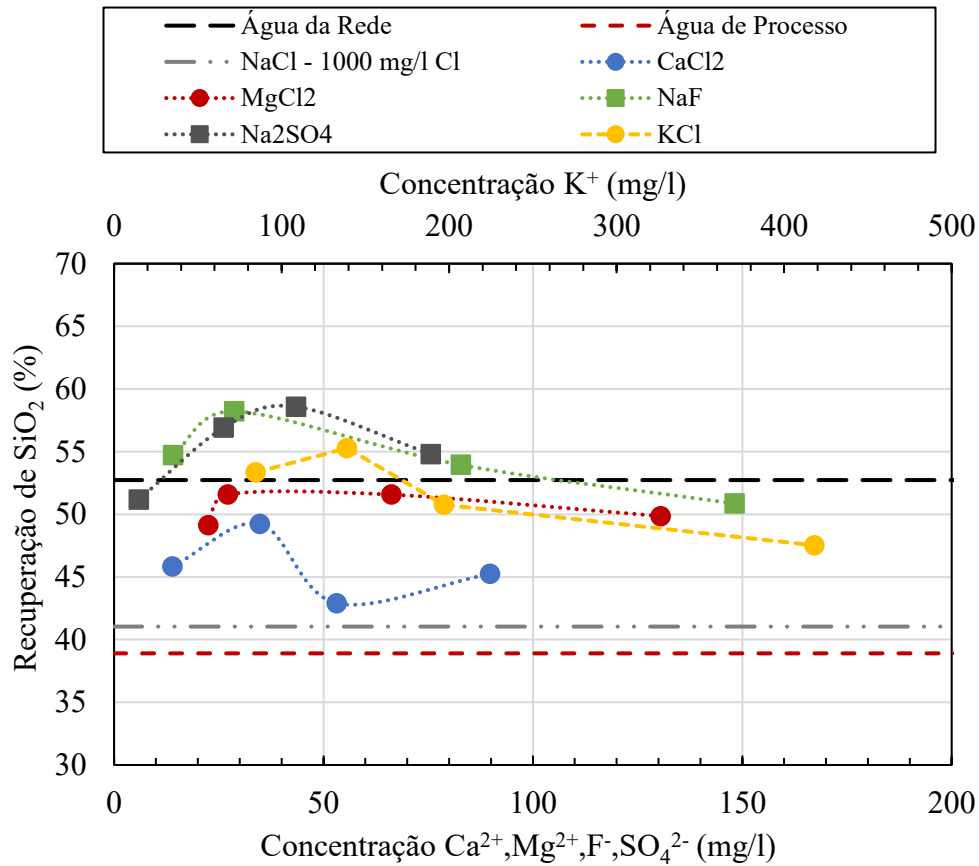


Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 74 apresenta a recuperação de SiO₂ na presença das soluções salinas. A recuperação de SiO₂ na presença de MgCl₂ não apresentou diferenças significativas em relação a água da rede, variando de 49,1% a 51,6%, mesmo nas concentrações acima de 50mg/L de Mg. O cátion K⁺ causou uma variação na recuperação de SiO₂ de até 3% em relação ao ensaio com água da rede, em concentrações de até 200 mg/L. Em maiores concentrações, acima de 400 mg/L a recuperação foi de 47,5%. Com exceção do quartzo, todos os minerais silicatados da amostra podem apresentar potássio ou magnésio em sua composição, ou seja, possivelmente estes seriam IDP dos minerais. No entanto a variação da recuperação mostra que a flotação desses minerais não é afetada significativamente por eles. Já em relação ao Ca²⁺, a recuperação variou de 42,9% a 49,2%, variação similar a alcançada pela presença de Na⁺ quando usado a mesma dosagem de reagentes, que variou de cerca de 42% a 49% de recuperação de SiO₂. Neste caso, a presença do Ca²⁺ pode competir com os sítios negativos dos silicatos e diminuir a adsorção do coletor, conseqüentemente diminuindo sua flotação.

Em relação aos ânions, a presença de F⁻, até 100 mg/L, resultou em maiores recuperações, de 53,9% a 58,2%. E na presença de SO₄²⁻, a recuperação variou de 51,2% a 58,6%. A presença de Na⁺, a partir das soluções de NaF e NaSO₄, não reduziu a recuperação de SiO₂ como na presença de Ca²⁺ em concentrações similares. A recuperação de SiO₂ na presença dos ânions foi maior do que a alcançada nos ensaios com água da rede, mesmo que apenas numa variação de até 6%.

Figura 74 - Recuperação de SiO₂ para o concentrado *cleaner* versus versus concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B.



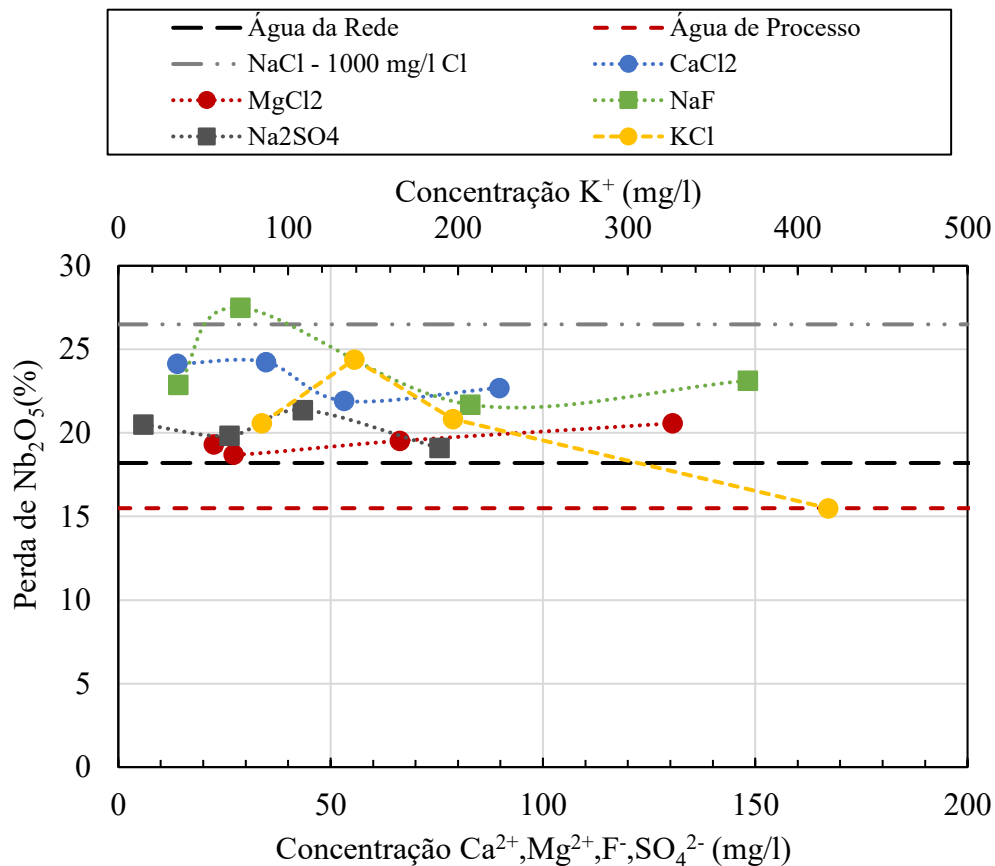
Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 75 apresenta a perda de Nb₂O₅ na presença dos íons em diferentes concentrações. Novamente, na presença de Mg²⁺, o efeito da perda de Nb₂O₅ foi pequeno em relação ao ensaio utilizando água da rede, que resultou em uma perda de 18,2%, enquanto na presença de MgCl₂, a perda variou de 18,7% a 20,6% (em maior concentração). Com a adição de CaCl₂, a perda variou de 21,9% a 24,2%, com maiores perdas nas menores dosagens testadas. Maiores perdas também foram alcançadas pela presença de KCl, em até 200mg/L de K⁺, variando de 20,6% a 24,4%. Apenas na maior concentração testada, aproximadamente 400mg/L, a perda foi menor, similar ao resultado em água de processo (15,5%).

Em relação aos ânions, o menor efeito foi observado em solução de NaSO₄ com perdas variando de 19,1% a 21,4%. Na presença de NaF a perda variou de 21,7% a 27,5%. O pirocloro pode apresentar em sua composição Na, Ca e F, e, portanto, os íons desses elementos são possíveis IDP para este mineral. Assim, a presença dessas espécies iônicas pode modificar a interação do mineral com o coletor devido a mudanças no potencial zeta destas partículas. No

entanto, o mesmo efeito de ativação é alcançado na presença destes íons se avaliados individualmente, o que não ocorre quando há a presença destes simultaneamente como na água de processo, em que a flotação deste mineral foi menor. Uma das possíveis razões seja a presença de Ca e F em alta quantidade no mesmo meio, e a geração do precipitado CaF_2 (Figura 55) na superfície do mineral, evitando a adsorção dos ânions na superfície da partícula, e consequentemente da amina no pirocloro, causando uma perda menor.

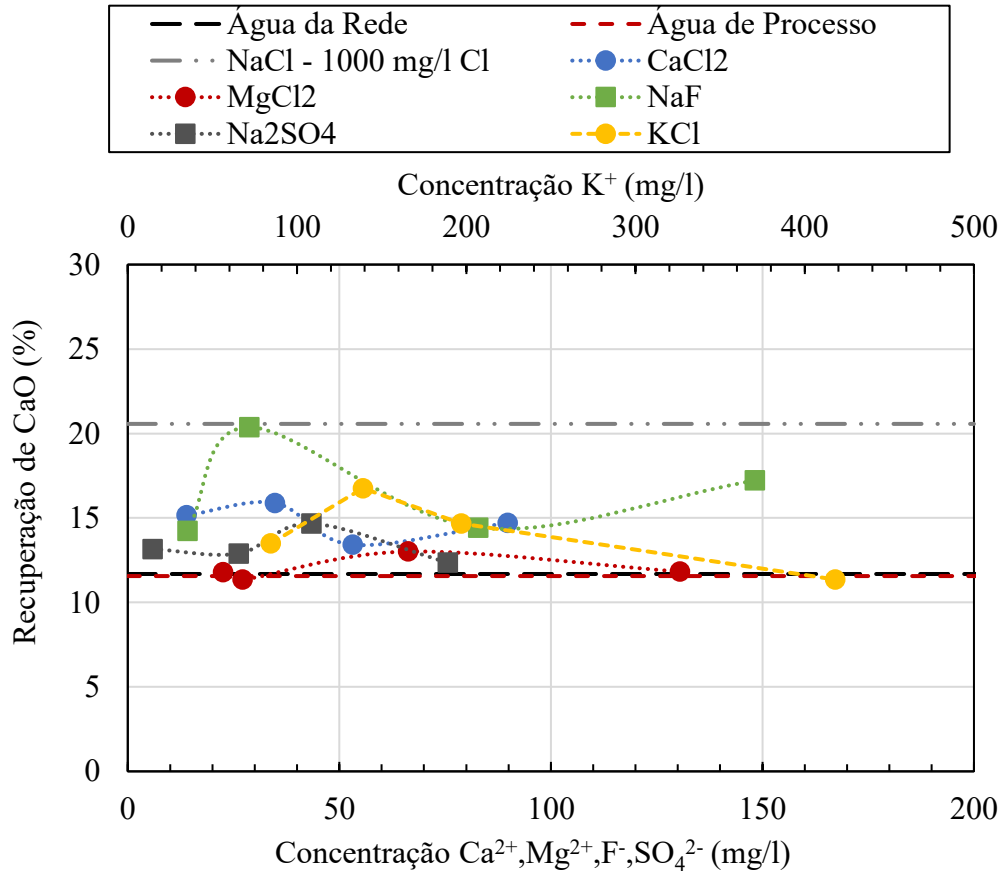
Figura 75 - Perda de Nb_2O_5 para o concentrado *cleaner* versus concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 76 apresenta os dados em relação a recuperação de CaO. Novamente, não houve mudanças significativas na presença de MgCl_2 , com a recuperação variando de 11,4% a 13%. Já na presença de CaCl_2 a recuperação variou de 13,4% a 15,9%, valores similares aos obtidos na presença de KCl até 200mg/L, 13,5% a 16,8%. Em maiores concentrações de KCl , a recuperação de CaO foi similar à obtida utilizando água da rede ou água de processo, 11,4%. Na presença de Na_2SO_4 , a recuperação de CaO variou de 12,4% a 14,7%, e na presença de NaF os resultados variaram de 14,2% a 20,4%, sendo a maior recuperação obtida na concentração de cerca de 30mg/L.

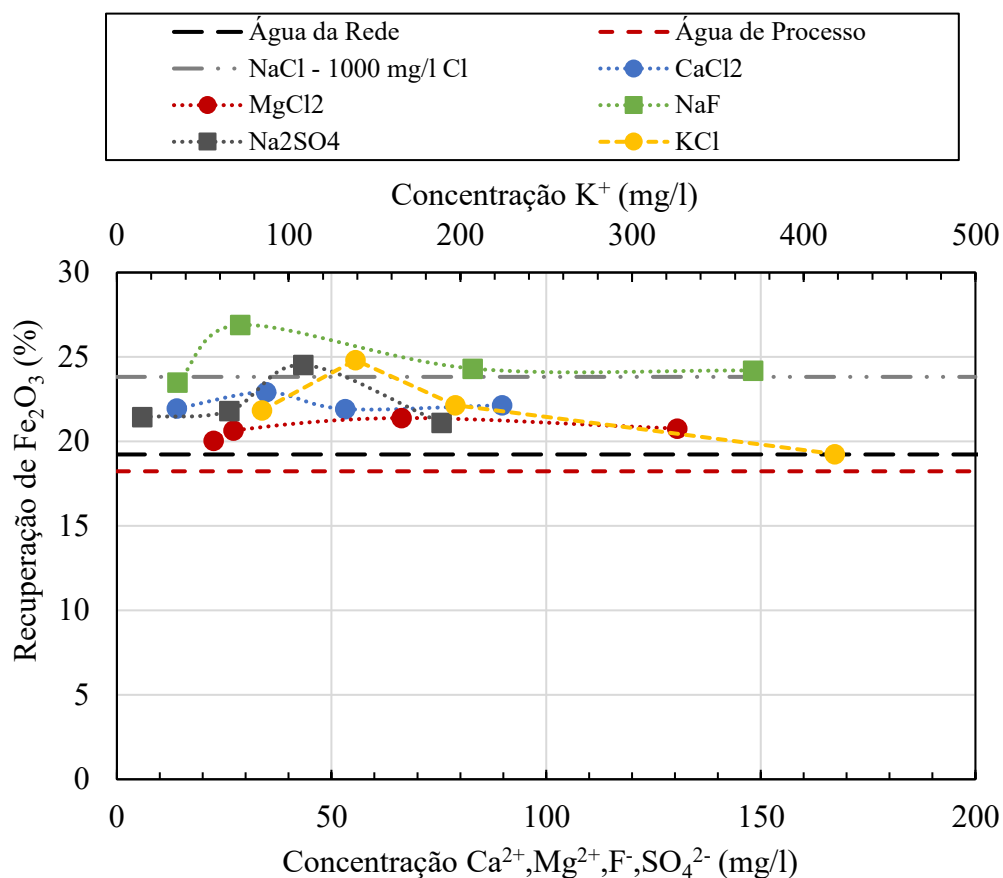
Figura 76 - Recuperação de CaO para o concentrado *cleaner* versus versus concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 77 apresenta os dados de recuperação de Fe_2O_3 nas soluções salinas. Enquanto as recuperações de Fe_2O_3 foram de 18,2% na água de processo e 19,2% na água da rede, na presença de $CaCl_2$, as recuperações variaram de 21,9% a 22,1%, para concentrações entre 20 e 90mg/L de Ca^{2+} . Na presença de $MgCl_2$, a variação em relação ao ensaio com água de processo foi menor que na presença de Ca, no entanto, há uma pequena tendência de aumento nas recuperações com o aumento da concentração de Mg^{2+} , variando entre recuperações de 20% e 21,4%. Na presença de KCl também há uma recuperação maior de Fe_2O_3 em concentrações de até 200mg/L, variando de 21,8% a 24,8%, e em maior concentração com recuperação similar ao ensaio em água da rede. Os ensaios realizados com Na_2SO_4 tiveram recuperações similares aos ensaios na presença de $CaCl_2$, com resultados variando de 21,1 a 24,5%. Já a presença de NaF, a variação na recuperação de Fe_2O_3 teve resultados semelhantes aos alcançados nos ensaios com NaCl, variando de 23,5% a 26,9%, em comparação aos 23,8 a 26,3% obtidos quando utilizado 1000 mg/L de Cl a partir da solução de NaCl.

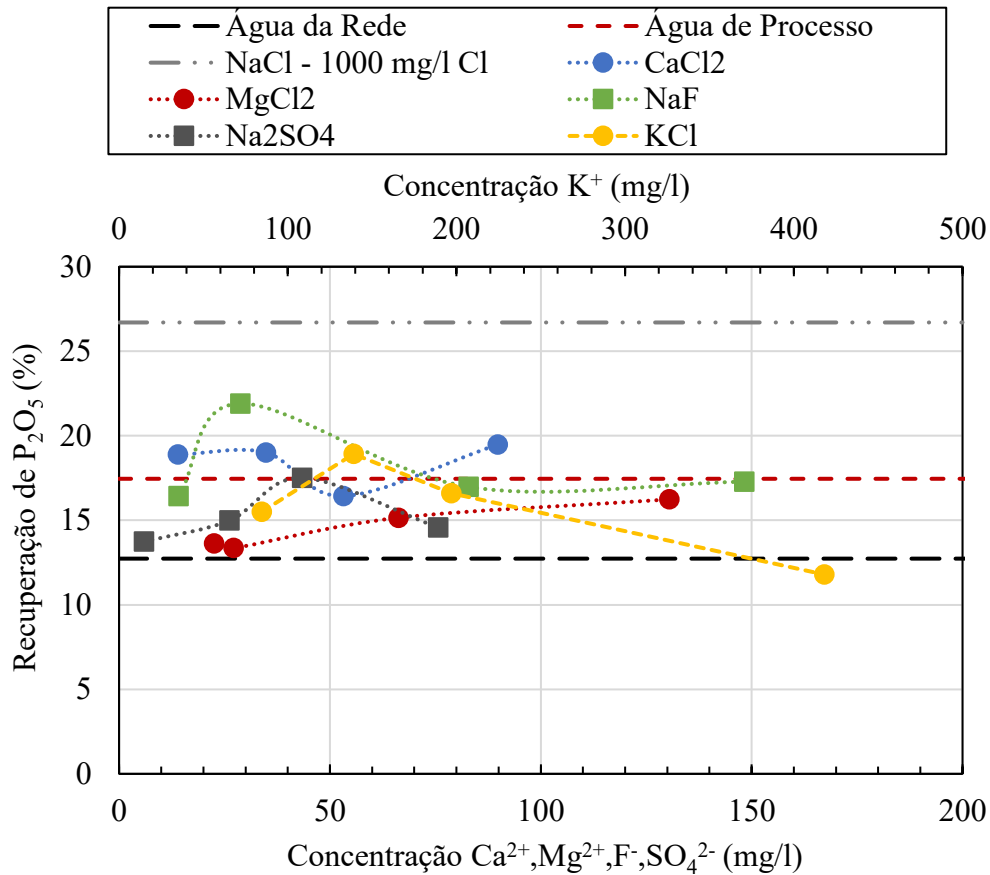
Figura 77 - Recuperação de Fe₂O₃ para o concentrado *cleaner versus versus* concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

Já em relação a recuperação de P₂O₅, Figura 78, também há tendência de aumento da recuperação como o aumento da concentração de íons Mg²⁺, que a partir de 50 mg/L, resultou em recuperações maiores, com variações de 13,4% a 16,2%. Na presença de íons cálcio em qualquer concentração, houve aumento na recuperação de P₂O₅ em comparação ao ensaio utilizando água de processo, considerando que este resultou em recuperação de 12,7%, e na presença de Ca²⁺, a recuperação variou de 16,4% a 19,5%. Assim, como para os outros óxidos analisados, a presença de KCl até 200 mg/L aumentou a recuperação, com resultados variando entre 15,5% e 16,6%, e acima desta concentração resultou em uma recuperação de 11,8% de P₂O₅, similar ao obtido no ensaio com água da rede. Na presença dos ânions SO₄²⁻, a recuperação variou de 13,7% a 17,5%, e na presença de F⁻ variou de 16,4% a 21,9%. A presença dos íons Ca²⁺, K⁺ e F⁻ em concentrações similares a presentes na água de processo, 12mg/L, 191mg/L e 57mg/L respectivamente resultaram em recuperações de P₂O₅ similares ao ensaio utilizando água de processo, 17,5% de P₂O₅.

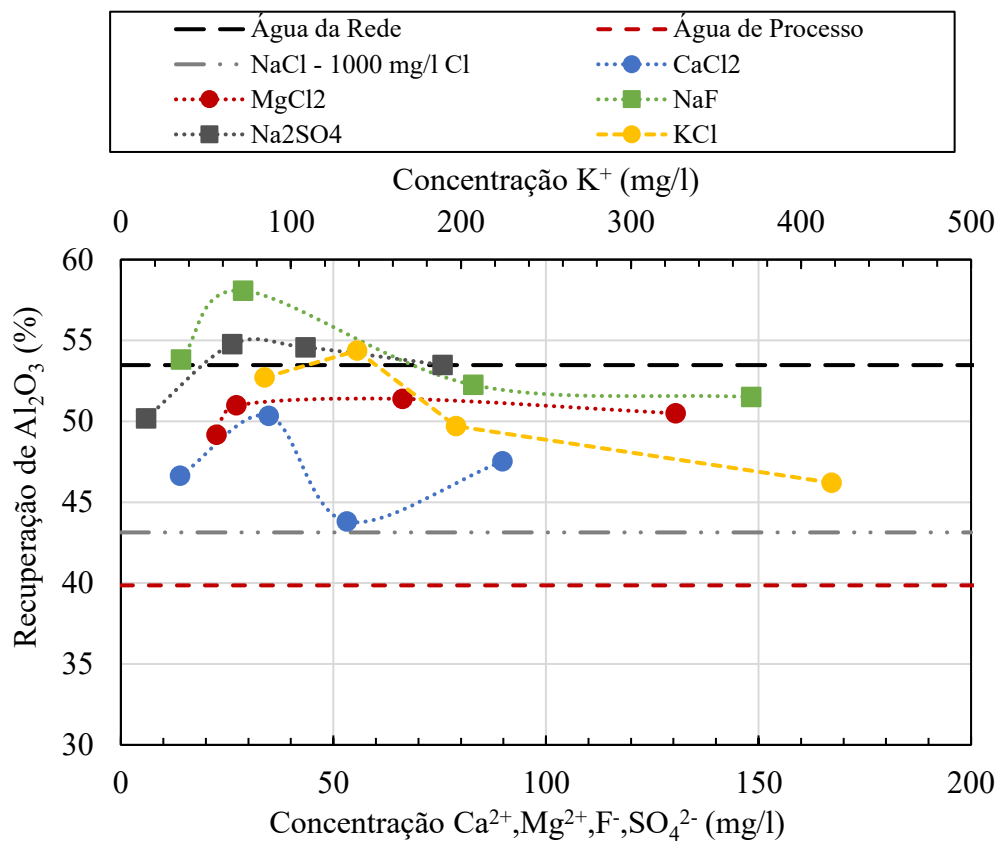
Figura 78 - Recuperação de P_2O_5 para o concentrado *cleaner versus versus* concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 79 apresenta a recuperação de Al_2O_3 em relação aos íons adicionados. Os filosilicatos presentes nesta amostra possuem alumínio em sua composição, e naturalmente é esperado que a recuperação dos minerais siga a mesma tendência observada em relação ao SiO_2 . A presença de Ca^{2+} diminuiu a recuperação de Al_2O_3 , variando de 43,8% a 50,3%. Em meio aos íons Mg^{2+} essa redução foi menor, com recuperações de 49,2% a 51,4%. Com a solução de KCl, a partir de 140mg/L de K^+ , a recuperação diminuiu até 46,2% de Al_2O_3 . A presença de Na_2SO_4 não alterou significativamente a recuperação de Al_2O_3 em concentrações entre 25 e 75mg/L, variando de 53,5% a 54,8%, próximo a recuperação de 53,5% obtida no ensaio com água da rede. Na presença de NaF, as recuperações variaram de 51,5% a 58,1%.

Figura 79 - Recuperação de Al_2O_3 para o concentrado *cleaner versus versus* concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

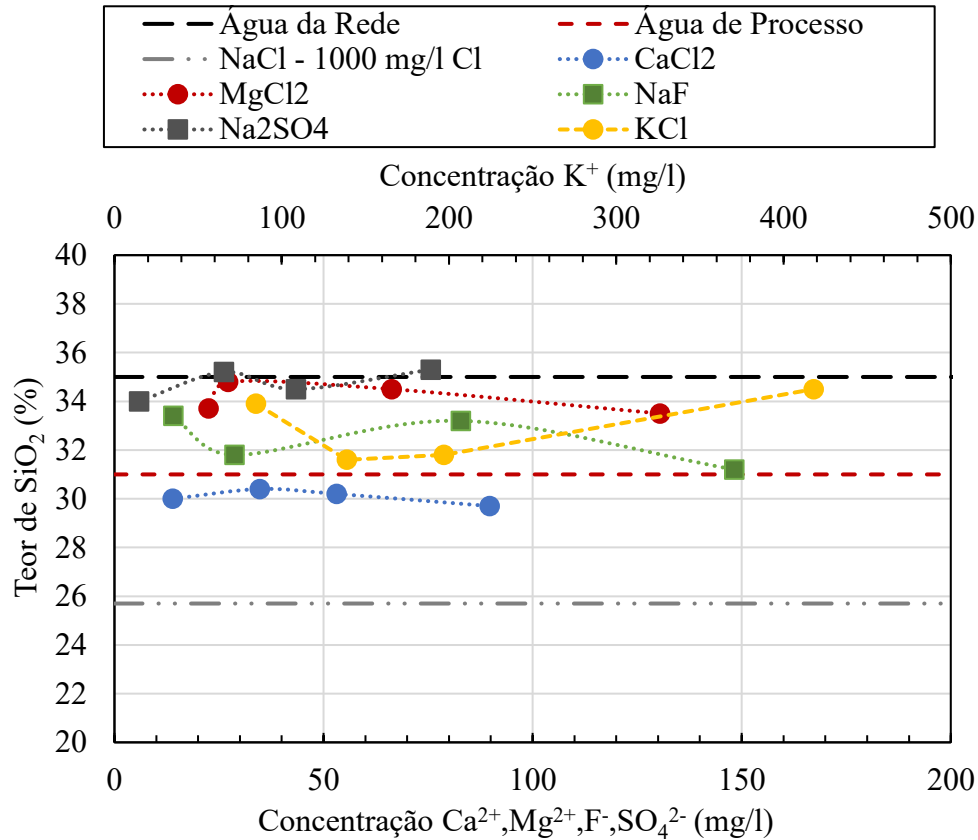
A Figura 80 apresenta os dados de teor de SiO_2 no concentrado em relação as concentrações de íons. Os ensaios contendo íons Mg^{2+} , apresentaram teores similares aos obtidos quando utilizada água da rede, variando de 33,5% a 34,8% de teor de SiO_2 , com menores teores nas maiores concentrações de Mg^{2+} . Não houve diferença significativa entre o teor no concentrado em diferentes concentrações da mesma solução de $CaCl_2$, com teores de SiO_2 variando de 29,7% a 30,4%, valores menores que os teores na presença de $MgCl_2$.

Nas flotações com uso de KCl , conforme a concentração de íons K^+ aumenta, a recuperação de SiO_2 diminui, com recuperações variando de 55,3% a 47,5%. Esta tendência é observada também no teor do concentrado, com valores variando 33,9% a 31,8%. No entanto, o teor é restabelecido em concentrações acima de 400 mg/L, provavelmente devido ao impacto da presença desta concentração de íons na recuperação da ganga para o concentrado da flotação.

Em concentrações de até 50 mg/L, a recuperação de SiO_2 atingiu até 58% na presença de íons F^- e SO_4^{2-} . No entanto, o teor do concentrado na presença de íons SO_4^{2-} não teve mudanças significativas em relação ao ensaio utilizando água de processo. Já na presença de íons F^- , em concentrações acima de 25 mg/L, o teor do concentrado variou de 31,2% a 33,2%,

valores próximos aos obtidos na água de processo.

Figura 80 - Teor de SiO₂ para o concentrado *cleaner versus versus* concentração em mg/L dos íons – Ensaio com água da rede, processo e sintética – Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t – Amostra B



Fonte: Elaborado pelo autor

A Tabela 14 apresenta os dados dos ensaios de flotação realizados com concentração conhecida de íons. De modo geral, a presença dos íons individuais ativou os minerais de ganga, com maiores recuperação sendo obtidas com relação aos ensaios com água da rede. A recuperação de SiO₂ diminuiu na presença de Ca²⁺, enquanto aumentou cerca de 6% na presença dos ânions F⁻ e SO₄²⁻. Já em relação ao Nb₂O₅, maiores perdas foram alcançadas nos ensaios com Ca²⁺ e F⁻. Maiores concentrações de Na⁺ e Cl⁻ causou efeitos similares.

Tabela 14 - Tabela resumo com teores e recuperações metalúrgicas no concentrado *cleaner*, em função da água usada: rede, processo e sintética. Flotação de silicatos em bancada. Depressor: 550g/t. Coletor: 300g/t- Amostra B

Dados da Flotação					Concentrado Cleaner																		
Tipo de ensaio	Concentração (mg/L)	pH	Depressor: Stargill	Coletor: Flotigam EDA	Rec. Massa (%)	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)							
						SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Água da rede		10,1	552	303	27,8	35,0	7,3	0,45	17,9	0,9	7,5	1,0	11,8	1,7	52,7	11,7	18,2	19,2	12,7	53,5	15,0	55,0	16,6
Água de processo		9,9	540	296	23,9	31,0	8,7	0,42	18,8	1,5	6,8	0,8	13,3	1,7	38,9	11,6	15,5	18,2	17,5	39,9	10,6	52,3	15,2
Íons NaCl	1000	9,9	544	298	33,3	27,8	11,6	0,56	19,4	1,7	6,2	1,5	10,7	2,0	49,0	21,6	29,4	26,3	28,3	50,7	23,1	59,4	24,9
	1000	9,9	532	292	29,7	25,7	12,5	0,58	20,2	1,8	5,8	1,4	11,5	2,0	41,0	20,6	26,5	23,8	26,7	43,1	20,0	56,6	21,7
Íons CaCl ₂	14	10,0	505	277	28,3	30,0	10,0	0,54	19,3	1,3	6,6	1,2	11,6	1,9	45,8	15,2	24,1	21,9	18,9	46,6	16,3	54,9	20,4
	35	10,0	502	275	29,8	30,4	9,9	0,52	19,4	1,2	6,8	1,3	11,0	2,0	49,2	15,9	24,2	22,9	19,0	50,3	17,9	55,3	22,4
	53	9,9	542	297	26,7	30,2	9,5	0,51	19,7	1,2	6,6	1,2	11,9	1,8	42,9	13,4	21,9	21,9	16,4	43,8	15,0	52,6	18,9
	90	10,0	534	293	28,0	29,7	10,0	0,52	19,2	1,3	6,7	1,3	11,9	1,8	45,2	14,7	22,7	22,1	19,5	47,5	17,1	55,1	20,2
Íons MgCl ₂	23	10,1	524	287	27,1	33,7	8,0	0,45	18,3	1,0	7,3	1,1	11,7	1,7	49,1	11,8	19,3	20,0	13,6	49,2	13,3	52,8	17,9
	27	10,0	558	306	28,0	34,8	7,5	0,42	18,0	0,9	7,5	1,1	11,7	1,6	51,6	11,4	18,7	20,6	13,4	51,0	14,6	53,8	17,8
	66	10,0	517	283	28,8	34,5	8,0	0,42	18,3	1,0	7,2	0,5	10,9	1,9	51,6	13,0	19,5	21,4	15,1	51,4	7,0	52,6	19,9
	131	10,0	550	302	27,8	33,5	8,0	0,47	18,2	1,1	7,3	1,1	11,7	1,8	49,9	11,8	20,6	20,8	16,2	50,5	14,8	54,1	19,1
Íons KCl	85	10,0	519	285	29,5	33,9	8,5	0,44	18,3	1,0	7,1	1,2	10,8	1,7	53,3	13,5	20,6	21,8	15,5	52,7	16,5	53,5	19,6
	139	10,1	528	289	32,3	31,6	9,9	0,48	18,6	1,1	6,8	1,3	10,4	1,9	55,3	16,8	24,4	24,8	18,9	54,4	19,9	56,4	23,1
	197	10,1	512	281	29,3	31,8	9,5	0,45	18,5	1,1	6,7	1,3	11,2	1,8	50,8	14,7	20,8	22,1	16,6	49,7	17,1	54,6	19,8
Íons Na ₂ F	418	10,2	571	313	26,3	34,5	7,8	0,38	17,9	0,9	7,1	1,1	11,8	1,6	47,5	11,4	15,5	19,3	11,8	46,2	13,3	51,7	16,2
	14	10,1	584	320	30,8	33,4	8,8	0,46	18,0	1,0	7,1	1,2	11,0	1,7	54,7	14,2	22,9	23,5	16,4	53,8	17,0	55,7	21,0
	29	10,2	565	310	35,9	31,8	9,9	0,48	18,3	1,2	6,6	1,0	10,0	1,9	58,2	20,4	27,5	26,9	21,9	58,1	19,6	59,2	26,1
	83	10,2	528	290	31,3	33,2	8,9	0,42	18,0	1,0	6,7	0,8	10,8	1,8	53,9	14,4	21,7	24,3	17,0	52,3	13,2	55,6	22,7

	148	10,2	561	307	31,7	31,2	9,5	0,46	18,7	1,1	6,5	1,1	10,8	1,9	50,9	17,2	23,1	24,2	17,3	51,5	18,7	56,7	22,4
	6	10,3	546	300	29,4	34,0	7,7	0,44	17,9	0,9	7,0	0,9	11,1	1,8	51,2	13,2	20,5	21,4	13,7	50,2	14,9	54,2	19,8
Íons	26	10,3	565	310	30,9	35,2	7,8	0,41	17,3	0,9	7,2	0,9	10,7	1,7	56,9	12,9	19,8	21,8	15,0	54,8	13,3	55,1	20,1
Na ₂ SO ₄	43	10,3	568	312	32,6	34,5	8,3	0,41	18,0	1,0	6,7	1,2	10,1	1,7	58,6	14,7	21,4	24,5	17,5	54,6	18,5	56,1	22,1
	76	10,1	517	284	29,5	35,3	7,8	0,40	17,3	0,9	7,3	1,0	10,7	1,6	54,8	12,4	19,1	21,1	14,6	53,5	15,0	53,6	18,9

Fonte: Elaborado pelo autor

6 CONCLUSÕES

A amostra proveniente da barragem de rejeitos apresentou teor de 0,56% de Nb_2O_5 e 23,4% de SiO_2 , sendo que de acordo com a mineralogia, a amostra cabeça possui 1,1% de pirocloro, cerca de 19% de micas e 29,2% de quartzo e outros silicatos.

A amostra “A” após classificação apresentou distribuição granulométrica com P_{90} de 106 μm , P_{50} de 50 μm e 16% da massa passante em 20 μm , com teores na amostra cabeça de 21,5% de SiO_2 e 0,65% de Nb_2O_5 . A amostra B classificada apresentou P_{90} de 125 μm , P_{50} de 58 μm e 11,3% da massa passante em 20 μm , com teores de SiO_2 de 18,8% e 0,64% de Nb_2O_5 . A amostra C após classificação apresentou P_{90} de 125 μm , P_{50} de 51 μm e 17% da massa passante em 20 μm com teores de SiO_2 de 18,7% e 0,64% de Nb_2O_5 . A água de processo apresentou as seguintes concentrações máximas de íons: 13 mg/L de Ca^{2+} e Mg^{2+} , 200 mg/L de K^+ , 862 mg/L de Na^+ , 1323 Cl^- , F^- 84 e SO_4^{2-} 112.

Os estudos de flotação com a amostra A, com uso de água de processo, indicaram uma menor seletividade em relação aos ensaios utilizando água da rede. Para recuperação de SiO_2 similar entre os dois tipos de ensaio, menores teores de SiO_2 no concentrado foram alcançados com água de processo, causados pelo aumento na recuperação de outros óxidos presentes na ganga. Em dosagens de até 400g/t, a perda de Nb_2O_5 foi até 3% maior quando utilizada água de processo, indicando que o pirocloro pode ser ativado pelos íons presentes na água, bem como os carbonatos, representados pela alta recuperação de CaO e P_2O_5 obtidas nestes ensaios para qualquer dosagem de coletor.

Nos ensaios utilizando dosagem mais baixa de depressor (300g/t), a seletividade da flotação não foi comprometida em relação aos com água da rede, com maiores teores alcançados com água de processo, e menores perdas de Nb_2O_5 . Na presença de água da rede, com a amostra “B” maiores recuperações de SiO_2 foram obtidas para o mesmo teor que os ensaios realizados com água de processo. A amostra “C”, que possuía granulometria mais fina, apresentou recuperações similares, e menores teores de SiO_2 .

A perda de Nb_2O_5 apresentou tendências diferentes de acordo com a amostra testada. Para a amostra “A”, a perda aumentou utilizando água de processo em dosagens de até 400 g/t de coletor, contrário a tendência observada com a mesma faixa de reagentes utilizando a amostra “B”. Ainda que a amostra “C” tenha apresentado a mesma tendência que a amostra “B”, onde a recuperação de Nb_2O_5 para o concentrado da flotação é maior com uso de água

da rede, e em dosagens maiores que 300g/t a perda foi até 20% maior na amostra “C”.

Em dosagens de depressor de 350g/t, maiores quantidades de amins foram adsorvidas pelos minerais na presença de água de processo, possivelmente devido a competição das espécies iônicas do coletor com os íons presentes na água, levando ao aumento da concentração necessária de amina para promover a flotação dos minerais.

Na presença de NaCl, as recuperações de SiO₂ foram similares aos ensaios com água de processo para uma mesma dosagem de coletor. Não houve diferença significativa entre os com adição de diferentes concentrações de NaCl, porém a presença destes resultaram em efeitos ativadores de ganga, com maiores recuperações dos óxidos analisados em relação aos ensaios base. Com dosagem de depressor de 350g/t e coletor em 300g/t a recuperação dos minerais de ganga também foi maior, e a recuperação de SiO₂ foi similar à obtida nos ensaios com água da rede.

A perda de Nb₂O₅ na presença de NaCl foi cerca de 10% maior que com água da rede e água de processo para dosagens de depressor de 550g/t. Em dosagens de 350g/t de depressor, a perda de Nb₂O₅ foi similar à obtida no ensaio com água da rede. O consumo de amina na presença de NaCl foi menor, e isso pode ser atribuído ao efeito de aglomeração de partículas causado pelo aumento da força iônica, que mesmo com menor consumo de amina, resultou em maior recuperação dos minerais de ganga e possivelmente do pirocloro para o concentrado da flotação.

A flotação de SiO₂ não foi afetada pela presença de Mg²⁺ e K⁺, mesmo que as espécies sejam prováveis IDP dos filosilicatos presentes na amostra. Já a presença de Ca²⁺ teve o mesmo efeito da presença de Na⁺ em alta concentração, resultando em menores recuperações de SiO₂, similar as obtidas nos ensaios com água de processo. A presença de ânions F⁻ e SO₄²⁻ resultou em recuperações até 6% maiores de SiO₂.

A perda de Nb₂O₅ também não foi afetada em mais de 3% pela presença de Mg²⁺ e SO₄²⁻, mas as outras espécies aumentaram significativamente sua recuperação, especialmente F⁻ e Ca²⁺. Apesar de serem cargas opostas, ambos resultaram em maiores perdas, diferentes do que ocorre na água de processo, na presença de ambos íons. A presença simultânea desses íons pode gerar CaF₂ na superfície do pirocloro, e impedir a adsorção pelo coletor, o que não ocorre quando os íons foram avaliados individualmente. Em relação aos outros óxidos analisados, todos apresentaram maiores recuperações na presença dos íons individuais, em

relação ao ensaio utilizando água da rede.

Considerando os ensaios realizados e os resultados obtidos, foi apresentado como as diferentes condições de processo podem impactar no efeito dos íons presentes na água durante o processo de flotação. Com diferentes distribuições granulométricas, a composição mineralógica da amostra é alterada, e como isto as interações com íons presentes no meio são diferentes. A própria presença de finos na amostra, devido a sua grande área superficial, pode ter efeito nas interações com íons e o consumo de reagentes. Além disso, a variação da composição química da água e pH da polpa pode resultar em formação de sais precipitados que por sua vez irá reagir de forma diferente com o meio em comparação a presença de íons individuais.

7 SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS

- Desenvolver estudos básicos de potencial zeta, microflotação e adsorção do coletor e depressor com o pirocloro e silicatos presentes na amostra na presença dos íons que foram abordados neste estudo.
- Realizar ensaios de flotação na presença de íons com diferentes níveis de concentração para estudar a interferência que a presença conjunta destes íons possa apresentar.
- Desenvolver mais estudos em relação ao efeito dos íons com amostras de granulometrias diferentes, considerando como parâmetro para comparações diferentes P_{80} na distribuição.
- Realizar ensaios em coluna de flotação para verificar se o impacto da presença destes íons é semelhante de acordo com a máquina de flotação, ou se a presença de outro fenômenos físico-químicos tais quais a coalescência de bolhas irá impactar em diferentes níveis na recuperação de SiO_2 e perda de Nb_2O_5 .
- Expandir este estudo para outros íons que sejam de comum presença na água de processo proveniente da concentração de pirocloro, tal como PO_4^{3-} .
- Realizar estudos quanto ao efeito cumulativo dos reagentes na água e sua interação com íons.
- Desenvolver estudos de tratamento de água para remoção dos íons que apresentem interferências negativas ao processo.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMSON, A. W. Electrical Aspects of Surface Chemistry. In: ADAMSON, A. W. (Org.) *Physical Chemistry of Surfaces*. 5. ed. New York: John Wiley & Sons, 1990. p. 203–252.

AQUINO, J. A. Influência de alguns íons sobre a flotação de apatita do minério de Itataia. 1987, Rio de Janeiro: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia, 1987. p. 538–552.

ARAÚJO, D. M.; YOSHIDA, M. I.; CARVALHO, C. F. Colorimetric determination of ether amine greases utilized in the flotation of iron ore. *Journal of Analytical Chemistry*, v. 64, n. 4, p. 390–392, 2009.

BALTAR, C.A.M.; CUNHA, A. S. F. Influência de espécies catiônicas na flotação de feldspato com amina. 2002, Recife: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 2002. p. 234–240.

BALTAR, C. A. M. *Flotação no Tratamento de Minério*. 2. ed. Recife: Editora Universitária UFPE, 2008.

BATISTELI, G. M. B.; PERES, A. E. C. Residual amine in iron ore flotation. *Minerals Engineering*, v. 21, n. 12–14, p. 873–876, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2008.04.002>>.

CALGAROTO, S.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Separation of amine-insoluble species by flotation with nano and microbubbles. *Minerals Engineering*, v. 89, p. 24–29, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2016.01.006>>.

CASSOLA, M.; SILVA, W.; BARTALINI, N. Development and Applications on collector's at the iron ore flotation. 2011, Salvador: [s.n.], 2011. p. 134–142.

DEMIR, C. *et al.* Effects of bivalent salts on the flotation separation of Na-feldspar from K-feldspar. *Minerals Engineering*, v. 16, n. 6, p. 551–554, 2003.

DEMIR, C.; ABRAMOV, A. A.; ÇELIK, M. S. Flotation separation of Na-feldspar from K-feldspar by monovalent salts. *Minerals Engineering*, v. 14, n. 7, p. 733–740, 2001.

DUFRESNE, C.; GOYETTE, G. The production of ferroniobium at the Niobec mine. *Niobium, Science and Technology*, n. 1, p. 29–35, 2004.

ESPINOSA-GOMEZ, R.; FINCH, J. A.; LAPLANTE, A. R. Dispersion Study on Slimes From Niobec. *CIM Bulletin*, v. 80, n. 908, p. 71–75, 1987a.

ESPINOSA-GOMEZ, R.; FINCH, J. A.; LAPLANTE, A. R. Effects of the Type of Water on the Selective Flotation of Pyrochlore from Niobec. *Colloids and Surfaces*, v. 26, p. 333–350, jan. 1987b. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0166662287801257>>.

FAUCHER, J. A. R.; DESSUREAUX, S. *Flotation of Niobium-Bearing Minerals*. . Canada: United States Patent Office. , 1960

FILIPPOV, L. O. *et al.* Salt effect on gas dispersion in flotation column – Bubble size as a function of turbulent intensity. *Minerals Engineering*, v. 127, n. July, p. 6–14, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.07.017>>.

FILIPPOV, L. O.; SEVEROV, V. V.; FILIPPOVA, I. V. An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation. *International Journal of Mineral Processing*, v. 127, p. 62–69, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2014.01.002>>.

FUERSTENAU, D. W. Streaming Potential Studies on Quartz in Solutions of Amminium Acetates in Relation to the Formation of Hemi- micelles at the Quartz-Solution Interface. *The Journal of Physical Chemistry*, v. 60, n. 7, p. 981–985, 1 jul. 1956. Disponível em: <<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/j150541a039>>.

FUERSTENAU, D. W.; PRADIP. Zeta potentials in the flotation of oxide and silicate minerals. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 114–115, p. 9–26, 2005.

FUERSTENAU, D.W. Mineral-water interfaces and the electrical double layer. In: KING, R. P. (Org.). . *Principles of Flotation*. Johannesburg: South African Institute of Mining and Metallurgy, 1982. p. 17–31.

FUERSTENAU, D. W.; PRADIP. A Century of Research Leading to Understanding the Scientific Basis of Selective Mineral Flotation and Design of Flotation Collectors. *Mining, Metallurgy & Exploration*, p. 18, 2019.

GIBSON, C. E.; KELEBEK, S.; AGHAMIRIAN, M. Niobium oxide mineral flotation: A review of relevant literature and the current state of industrial operations. *International Journal of Mineral Processing*, v. 137, p. 82–97, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2015.02.005>>.

GIBSON, C. E.; KELEBEK, S.; AGHAMIRIAN, M. Pyrochlore flotation from silicate gangue minerals: Amine adsorption mechanisms and the effect of modifying reagents. *Minerals Engineering*, v. 171, n. April, p. 107100, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107100>>.

GUIMARÃES, R. C.; PERES, A. E. C. Interfering ions in the flotation of a phosphate ore in a batch column. *Minerals Engineering*, v. 12, n. 7, p. 757–768, 1999.

JUNG, M. *et al.* Influence of monovalent and divalent cations on monazite flotation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 653, n. August, p. 129975, 2022. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129975>>.

LAI, R. W. M.; STONE, L. C.; RIMMASCH, B. E. Effect of humus organics on the flotation recovery of molybdenite. *International Journal of Mineral Processing*, v. 12, n. 1–3, p. 163–172, 1984.

LAROSE, M. *Expansion project of the Niobec Mine in Saint-Honoré Environmental and social*. Montreal: [s.n.], 2013.

LASKOWSKI, J.; CASTRO, S. Flotation in concentrated electrolyte solutions. *International Journal of Mineral Processing*, v. 144, p. 50–55, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2015.09.017>>.

LELIS, D. F. *et al.* Effect of Magnesium Species on Cationic Flotation of Quartz from Hematite. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, v. 43, n. 3, p. 339–345, 3 abr. 2022. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/08827508.2020.1864362>>.

LELIS, D. F. *et al.* Effects of Calcium and Chloride Ions in Iron Ore Reverse Cationic Flotation: Fundamental Studies. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, v. 40, n. 6, p. 402–409, 2019.

LEVAY, G.; SMART, R. S. C.; SKINNER, W. M. The impact of water quality on flotation performance. *Journal of The South African Institute of Mining and Metallurgy*, v. 101, n. 2, p. 69–75, 2001.

LI, Y. *et al.* The Life Cycle of Water Used in Flotation: a Review. *Mining, Metallurgy and Exploration*, v. 36, n. 2, p. 385–397, 2019.

LIU, W.; MORAN, C. J.; VINK, S. A review of the effect of water quality on flotation. *Minerals Engineering*, v. 53, p. 91–100, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2013.07.011>>.

LUZ, A. B. DA; FRANÇA, S. C. A; BRAGA, P.F.A. *Tratamento de Minérios*. 6. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018. Disponível em: <<https://www.cetem.gov.br/images/tratamento-minerios-6-ed-reduzido.pdf>>.

LUZ, A. B. DA; SAMPAIO, J. L.; FRANÇA, S. C. A. *Tratamento de Minérios*. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2010.

MA, X.; BRUCKARD, W. J.; HOLMES, R. Effect of collector, pH and ionic strength on the cationic flotation of kaolinite. *International Journal of Mineral Processing*, v. 93, n. 1, p. 54–58, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2009.05.007>>.

MAMEDE, C. R. S.; GALERY, R.; PERES, A. E. C. Flotação Catiônica Reversa de Minério de Ferro na Presença de Cátions Ca²⁺. *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*, v. 13, n. 2, p. 181–187, 2016.

MAROIS, J.-S. *et al.* Resolving Detrimental Seasonal Effect on the Flotation Processes at Niobec. 2018, Ottawa, Ontario: [s.n.], 2018. p. 1–13.

MATIOLO, E. *et al.* Avaliação Do Efeito Da Granulometria Na Flotação De Carbonatos De Um Minério De Pirocloro. 2019, BELO HORIZONTE: [s.n.], 2019.

MATIOLO, E. *et al.* Niobium ore carbonate mineral flotation without desliming. 2020, [S.l: s.n.], 2020. p. 1–9.

MICHAUX, B.; RUDOLPH, M.; REUTER, M. A. Challenges in predicting the role of water chemistry in flotation through simulation with an emphasis on the influence of electrolytes. *Minerals Engineering*, v. 125, n. June, p. 252–264, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.06.010>>.

NDLOVU, B.; FARROKHPAY, S.; BRADSHAW, D. The effect of phyllosilicate minerals on mineral processing industry. *International Journal of Mineral Processing*, v. 125, p. 149–156, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2013.09.011>>.

OLIVEIRA, A. C.; BALTAR, C. A. M. O Regulador de pH na Flotação de Carbonato. 2017, Belém: [s.n.], 2017. p. 9.

OLIVEIRA, J. F. *et al.* Technical Note Kinetics of Pyrochlore Flotation from Araxa Mineral Deposits. *Minerals Engineering*, v. 14, n. 1, p. 99–105, 2001.

OZKAN, S. G.; ACAR, A. Investigation of impact of water type on borate ore flotation. *Water Research*, v. 38, n. 7, p. 1773–1778, 2004.

QUINN, J. J. *et al.* Comparing the effect of salts and frother (MIBC) on gas dispersion and froth properties. *Minerals Engineering*, v. 20, n. 14, p. 1296–1302, 2007.

RAGHAVAN, S.; HSU, L. L. Factors affecting the flotation recovery of molybdenite from porphyry copper ores. *International Journal of Mineral Processing*, v. 12, n. 1–3, p. 145–162, 1984.

RAO, S. R. *et al.* Effects of Water Chemistry on the Flotation of Pyrochlore and Silicate Minerals. *Minerals Engineering*, v. 1, n. 3, p. 189–202, 1988.

RAO, S. R. The Collector Mechanism in Flotation. *Separation Science*, v. 4, n. 5, p. 357–411, 1969.

RAO, S. R.; FINCH, J. A. A Review Of Water Re-Use In Flotation. *Minerals Engineering*, v. 2, n. 1, p. 65–85, 1989.

RAO, S. R. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. 2 Ed. Boston, MA: Springer US, 2004. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/978-1-4757-4302-9>>.

REN, L. *et al.* Effects of alkyl ether amine and calcium ions on fine quartz flotation and its guidance for upgrading vanadium from stone coal. *Powder Technology*, v. 338, p. 180–189, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.07.026>>.

RODRIGUES, R. T. *Tratamento De Águas Oleosas De Plataformas Marítimas Por Flotação Por Gás Dissolvido*. 1999. 115 f. Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, 1999.

RUAN, Y. *et al.* Effects of Metal Ions on the Flotation of Apatite, Dolomite and Quartz. *Minerals*, v. 8, n. 4, p. 141, 2018.

- SANTOS, M. A. DOS *et al.* Effect of ionic species on the performance of apatite flotation. *Separation and Purification Technology*, v. 76, n. 1, p. 15–20, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2010.09.014>>.
- SANTOS, M. A. DOS *et al.* Influence of the Water Composition on the Selectivity of Apatite Flotation. *Separation Science and Technology*, v. 47, n. 4, p. 606–612, 2012.
- SCOTT, J. L.; SMITH, R. W. Calcium ion effects in amine flotation of quartz and magnetite. *Minerals Engineering*, v. 6, n. 12, p. 1245–1255, 1993.
- SCOTT, J. L.; SMITH, R. W. Diamine Flotation of Quartz. *Minerals Engineering*, v. 4, n. 2, p. 141–150, 1991.
- SILVA, J. D. DA *et al.* Produção De Nióbio a Partir Do Beneficiamento De Rocha Fresca Da Mina Boa Vista. *18 Simpósio de Mineração - Anais dos Seminários de Redução, Minério de Ferro e Aglomeração*, v. 47, n. 2, p. 208–216, 2017.
- SLATTER, K. A. *et al.* Water Management In Anglo Platinum Process Operations: Effects Of Water Quality On Process Operations. 2009, Pretoria, South Africa: [s.n.], 2009. p. 13.
- SOMASUNDARAN, P. Zeta potential of apatite in aqueous solutions and its change during equilibration. *Journal of Colloid And Interface Science*, v. 27, n. 4, p. 659–666, 1968.
- STAPEIFELDT, F. Recycling of AMines in the Reverse Flotation of Iron Ores. 2001, Rio de Janeiro (RJ): [s.n.], 2001. p. 697–701.
- TANG, M.; WEN, S. Effects of cátions/anions in recycled tailing water on cationic reverse flotation of iron oxides. *Minerals*, v. 9, n. 3, p. 7–10, 2019.
- TANG, M.; XIAO, Q. Buffering of pulp pH and its influence on process water chemistry during iron ore flotation. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, v. 57, n. 4, p. 157–167, 2021.
- TOHRY, A. *et al.* Effect of Ether Mono Amine Collector on the Cationic Flotation of Micaceous Minerals — A Comparative Study. *Sustainability*, v. 13, n. 11066, p. 1–13, 2021.
- USGS. *NIOBIUM (COLUMBIUM)*. . [S.l.]: Mineral Commodity Summaries 2023. , 2023
- VIEIRA, A. M.; PERES, A. E. C. The effect of amine type, pH, and size range in the flotation of quartz. *Minerals Engineering*, v. 20, n. 10, p. 1008–1013, 2007.
- WANG, B.; PENG, Y. The effect of saline water on mineral flotation - A critical review. *Minerals Engineering*, v. 66, p. 13–24, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2014.04.017>>.
- WANG, D. *et al.* Effect of Fluoride Ion on the Separation of Fluorite from Calcite Using Flotation with Acidified Water Glass. *Minerals*, 4., v. 11, n. 1203, p. 13, 2021.
- WANG, L. *et al.* Activation mechanisms of quartz flotation with calcium ions and cationic/anionic mixed collectors under alkalinescent conditions. *Colloids and Surfaces A:*

Physicochemical and Engineering Aspects, v. 632, p. 127771, 2022a. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127771>>.

WANG, R. *et al.* Flotation separation of apatite from calcite based on the surface transformation by fluorite particles. *Minerals Engineering*, v. 176, n. November 2021, p. 107320, 2022b. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107320>>.

ZHANG, Q. *et al.* Pyrite flotation in the presence of metal ions and sphalerite. *International Journal of Mineral Processing*, v. 52, n. 2–3, p. 187–201, 1997.

9 ANEXOS

9.1 BALANÇO DE MASSA - ENSAIOS DE DESLAMAGEM

ENSAIOS DE DESLAMAGEM														
AMOSTRA: Deslamagem amostra <106µm - Amostra A														
Estágio	Apex	P (KPa)	Tempo (s)	Corrente	m _{polpa} (g)	m _{sólido} (g)	m _{água} (g)	V _{polpa} (mL)	Q _p (L/h)	W _p (kg/h)	W _s (kg/h)	% W _s	% sol.	p(g/mL)
1 estágio	9	300	8,18	OVERFLOW	566	44	522	536	236	249	19	5,3	7,7	1,056
				UNDERFLOW	2830	783	2047	2292	1008,6	1245	344	94,7	27,7	1,235
				ALIMENTAÇÃO	3396	827	2569	2828	1244,5	1495	364	100,0	24,3	1,201
2 estágio	9	200	4,72	OVERFLOW	3440	69	3371	3393	2588	2624	53	5,1	2,0	1,014
				UNDERFLOW	1788	1272	515	913	696,1	1363	971	94,9	71,2	1,959
				ALIMENTAÇÃO	5228	1342	3886	4305	3283,6	3987	1023	100,0	25,7	1,214
AMOSTRA: Deslamagem amostra <106µm - Amostra B														
Estágio	Apex	P (KPa)	Tempo (s)	Corrente	m _{polpa} (g)	m _{sólido} (g)	m _{água} (g)	V _{polpa} (mL)	Q _p (L/h)	W _p (kg/h)	W _s (kg/h)	% W _s	% sol.	p(g/mL)
1 estágio	9	300	8,71	OVERFLOW	5930	60	5870	5889	2434	2451	25	5,0	1,0	1,007
				UNDERFLOW	3480	1133	2347	2701	1116,4	1438	468	95,0	32,6	1,288
				ALIMENTAÇÃO	9410	1193	8217	8590	3550,2	3889	493	100,0	12,7	1,096
2 estágio	9	200	3,84	OVERFLOW	3270	177	3093	3148	2951	3066	166	12,6	5,4	1,039
				UNDERFLOW	1689	1227	462	846	792,7	1583	1150	87,4	72,6	1,998
				ALIMENTAÇÃO	4959	1404	3555	3994	3744,1	4649	1316	100,0	28,3	1,242
AMOSTRA: Deslamagem amostra <106µm - Amostra C														
Estágio	Apex	P (KPa)	Tempo (s)	Corrente	m _{polpa} (g)	m _{sólido} (g)	m _{água} (g)	V _{polpa} (mL)	Q _p (L/h)	W _p (kg/h)	W _s (kg/h)	% W _s	% sol.	p(g/mL)
1 estágio	9	300	4,03	OVERFLOW	1793	13	1780	1784	1594	1602	11	4,5	0,7	1,005
				UNDERFLOW	1065	269	796	880	786,1	951	240	95,5	25,3	1,210
				ALIMENTAÇÃO	2858	282	2576	2664	2380,1	2553	252	100,0	9,9	1,073
2 estágio	9	180	6,75	OVERFLOW	890	20	870	876	467	475	11	2,8	2,3	1,016
				UNDERFLOW	1420	711	709	931	496,7	757	379	97,2	50,1	1,525
				ALIMENTAÇÃO	2310	731	1579	1807	963,9	1232	390	100,0	31,7	1,278

9.2 RESUMO DOS ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

9.2.1 Amostra A

Amostra	Teste	Rougher			Cleaner			Reagente (g/t)		Rec Massa (%)	Concentrado Cleaner																						
		Q _{ar} (L/min)	pH	T _{not.} (min)	Q _{ar} (L/min)	pH	T _{not.} (min)	Coletor: EDA	Depressor: Stargill		Teor																						
											Recuperação Met.																						
											SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂					
A	29 Auto aspirado	10,3	4,0	Auto aspirado	9,7	3	294	539	24,47	45,15	3,56	0,16	11,94	0,63	8,34	1,04	10,56	1,28	51,99	5,41	6,31	12,29	6,35	56,03	10,10	52,62	10,08						
	30 Auto aspirado	9,6	4,0	Auto aspirado	9,8	3	339	563	25,07	42,79	4,08	0,22	12,12	0,71	8,13	1,21	10,15	1,34	51,22	6,36	9,05	12,93	7,34	55,39	11,96	52,76	10,96						
	31 Auto aspirado	9,0	4,0	Auto aspirado	10,0	3	381	554	29,51	42,86	4,79	0,26	12,13	0,83	7,94	1,34	9,20	1,39	60,35	8,74	11,72	14,87	9,99	63,63	15,41	56,13	12,98						
	32 Auto aspirado	10,1	4,2	Auto aspirado	9,9	4	408	541	31,84	42,81	5,50	0,36	12,45	0,97	7,67	1,32	9,05	1,52	64,19	10,77	17,02	16,76	12,65	67,70	16,64	58,82	15,68						
	33 Auto aspirado	10,1	4,3	Auto aspirado	9,9	3	444	551	31,93	43,83	4,91	0,61	12,29	0,85	7,88	1,30	8,90	1,49	66,63	9,80	20,95	16,57	11,36	66,05	16,71	58,52	15,30						
	34 Auto aspirado	10,1	4,1	Auto aspirado	9,8	3	507	557	33,63	43,30	5,42	0,32	12,57	0,93	7,44	1,00	8,71	1,57	68,71	11,32	17,39	17,69	13,01	68,92	13,89	60,26	16,94						
	35 Auto aspirado	9,8	4,1	Auto aspirado	9,6	3	552	552	31,82	41,81	5,94	0,34	13,38	1,05	7,41	1,11	9,21	1,72	63,62	11,73	17,46	17,44	13,76	65,39	13,97	59,71	17,22						
	36 Auto aspirado	9,7	4,5	Auto aspirado	9,7	3	535	491	28,80	41,45	6,20	0,44	13,11	1,12	7,04	1,14	9,02	1,67	57,62	11,47	19,39	15,36	13,51	58,50	13,24	54,46	15,33						
	41 Auto aspirado	9,7	3,1	Auto aspirado	9,4	2	430	473	32,57	38,81	7,98	0,33	13,21	1,81	6,73	1,18	9,16	1,65	59,11	16,13	17,34	18,15	24,26	60,76	15,62	60,82	16,86						
	44 Auto aspirado	9,6	4,2	Auto aspirado	9,4	3	527	527	37,17	39,40	8,11	0,33	12,42	2,01	6,50	1,36	8,24	1,55	69,42	19,00	20,02	19,07	30,50	67,40	20,56	63,44	17,92						
	45 Auto aspirado	9,4	3,4	Auto aspirado	9,4	3	274	503	25,73	40,25	6,04	0,23	12,51	1,34	7,18	1,07	10,37	1,41	48,65	9,87	9,97	13,53	14,45	49,68	11,55	55,25	11,50						
	46 Auto aspirado	9,7	3,5	Auto aspirado	9,5	3	358	493	29,80	39,62	7,26	0,27	12,79	1,68	6,83	1,40	9,70	1,52	54,84	13,41	13,41	16,21	20,47	55,76	16,82	58,59	14,42						
	47 Auto aspirado	9,7	3,1	Auto aspirado	9,5	3	481	528	35,40	38,85	8,22	0,43	12,71	1,86	6,46	1,45	8,66	1,60	64,56	18,00	22,76	19,01	26,97	64,48	20,25	62,56	17,87						
	48 Auto aspirado	9,7	3,2	Auto aspirado	9,5	2	566	519	38,54	39,45	8,31	0,38	12,48	2,04	6,32	1,44	8,09	1,57	70,92	19,91	23,40	20,81	32,55	68,05	22,44	63,70	19,67						
												Rejeito Final																					
												Rec Massa (%)	Teor											Recuperação Met.									
											SiO ₂		CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂				
A	29	75,53	13,51	20,15	0,77	27,61	3,01	2,12	3,00	3,08	3,70	48,01	94,59	93,69	87,71	93,65	43,97	89,90	47,38	89,92													
	30	74,93	13,63	20,08	0,74	27,30	3,00	2,19	2,98	3,04	3,64	48,78	93,64	90,95	87,07	92,66	44,61	88,04	47,24	89,04													
	31	70,49	11,79	20,95	0,82	29,07	3,13	1,90	3,08	3,01	3,90	39,65	91,26	88,28	85,13	90,01	36,37	84,59	43,87	87,02													
	32	68,16	11,16	21,28	0,82	28,88	3,13	1,71	3,09	2,96	3,82	35,81	89,23	82,98	83,24	87,35	32,30	83,36	41,18	84,32													
	33	68,07	10,30	21,21	1,08	29,02	3,11	1,90	3,04	2,96	3,87	33,37	90,20	79,05	83,43	88,64	33,95	83,29	41,48	84,70													
	34	66,37	9,99	21,51	0,77	29,64	3,15	1,70	3,14	2,91	3,90	31,29	88,68	82,61	82,31	86,99	31,08	86,11	39,74	83,06													
	35	68,18	11,16	20,87	0,75	29,56	3,07	1,83	3,19	2,90	3,86	36,38	88,27	82,54	82,56	86,24	34,61	86,03	40,29	82,78													
	36	71,20	12,33	19,36	0,74	29,22	2,90	2,02	3,02	3,05	3,73	42,38	88,53	80,61	84,64	86,49	41,50	86,76	45,54	84,67													
	41	67,43	12,97	20,05	0,76	28,77	2,73	2,10	3,08	2,85	3,93	40,89	83,87	82,66	81,85	75,74	39,24	84,38	39,18	83,14													
	44	62,83	10,27	20,46	0,78	31,19	2,71	1,86	3,11	2,81	4,20	30,58	81,00	79,98	80,93	69,50	32,60	79,44	36,56	82,08													
	45	74,27	14,72	19,12	0,72	27,70	2,75	2,52	2,84	2,91	3,76	51,35	90,13	90,03	86,47	85,55	50,32	88,45	44,75	88,50													
	46	70,20	13,85	19,90	0,74	28,06	2,77	2,30	2,94	2,91	3,83	45,16	86,59	86,59	83,79	79,53	44,24	83,18	41,41	85,58													
47	64,60	11,69	20,53	0,80	29,67	2,76	1,95	3,13	2,84	4,03	35,44	82,00	77,24	80,99	73,03	35,52	79,75	37,44	82,13														
48	61,46	10,14	20,96	0,78	29,77	2,65	1,86	3,12	2,89	4,02	29,08	80,09	76,60	79,19	67,45	31,95	77,56	36,30	80,33														

9.2.2 Amostra B

Tipo de ensaio	Amostra	Dados da Flotação										Concentrado Cleaner																	
		Teste	Rougher			Cleaner			Depressor : Stargill	Coletor: EDA	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)								
			Qar (L/min)	Temp o (min)	pH	Qar (L/min)	Temp o (min)	pH			Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Água da Rede	B	39	7,2	2,5	10,0	10,8	3,1	9,6	340,7	191,2	18,7	28,4	9,5	0,49	20,0	1,6	6,4	1,1	13,8	1,8	29,1	9,5	14,2	15,0	15,4	30,0	9,5	44,9	12,7
		40	5,5	2,4	10,0	5,5	3,2	9,6	360,0	312,2	27,6	28,2	11,0	0,61	19,4	2,1	6,2	1,3	11,8	2,0	42,3	16,3	25,8	21,6	29,2	42,7	16,2	55,4	20,1
		41	6,5	2,5	10,0	6,5	2,1	9,6	355,0	398,5	33,5	29,3	11,4	0,62	18,8	2,2	6,5	1,3	10,3	2,1	52,8	20,4	32,2	25,8	39,4	53,8	20,5	58,6	26,1
		42	6,5	1,5	10,0	6,5	2,6	9,7	348,4	497,7	37,6	25,9	13,3	0,66	19,7	2,3	5,7	1,6	9,9	2,1	52,3	26,8	38,3	30,1	45,5	53,6	29,1	63,1	30,6
Água de Processo	B	43	6,5	2,4	9,9	6,5	2,6	9,8	356,3	200,0	19,2	30,3	8,3	0,38	19,3	1,4	6,7	1,1	14,2	1,6	31,5	8,6	11,0	14,8	13,9	32,7	9,3	46,6	12,0
		44	6,5	2,2	9,9	6,5	2,4	9,8	339,6	294,5	24,5	27,7	10,9	0,49	19,2	1,8	6,1	1,4	12,2	1,8	37,7	14,3	18,3	18,8	23,2	38,8	16,3	53,0	16,4
		45	6,5	2,5	9,9	6,5	2,5	9,8	335,8	377,0	33,2	30,1	10,6	0,50	18,4	1,9	6,5	1,4	11,0	1,8	52,4	19,0	26,5	25,1	32,9	51,3	22,4	60,5	24,6
		46	6,5	2,2	9,9	6,5	2,3	9,8	372,1	531,6	30,7	32,0	10,1	0,48	17,7	2,0	6,8	1,2	10,9	1,7	53,0	16,4	23,6	22,2	32,6	51,0	17,9	57,5	19,8
Íons NaCL	B	47	6,5	4,0	10,0	6,5	2,4	9,7	354,5	306,2	29,0	25,3	11,5	0,57	19,9	1,9	5,7	1,6	11,3	1,9	40,9	17,6	25,2	23,4	28,0	42,7	21,7	57,6	21,5
		48	6,5	4,5	10,1	6,5	4,2	9,9	365,6	311,6	26,6	27,6	10,5	0,51	20,3	2,0	6,2	1,4	11,9	1,9	39,4	14,9	20,9	22,1	27,2	40,6	18,0	54,9	18,6
		74	6,5	2,5	9,9	6,5	3,2	9,6	543,9	298,3	33,3	27,8	11,6	0,56	19,4	1,7	6,2	1,5	10,7	2,0	49,0	21,6	29,4	26,3	28,3	50,7	23,1	59,4	24,9
		75	6,5	2,5	9,9	6,5	3,3	9,6	528,1	187,4	22,1	28,9	9,5	0,47	19,6	1,3	6,7	1,2	13,0	1,8	34,4	11,4	16,2	17,8	15,1	36,2	12,0	48,1	14,8
		76	6,5	3,2	10,0	6,5	2,6	9,6	514,5	381,7	33,8	27,1	12,1	0,60	19,6	1,9	5,9	1,5	10,6	2,0	48,6	21,9	32,0	27,2	33,5	49,4	23,9	59,9	26,0
		77	6,5	3,1	9,9	6,5	3,2	9,7	529,8	188,0	24,3	28,0	9,8	0,47	19,9	1,3	6,3	1,3	12,5	1,9	36,8	12,7	18,0	19,9	16,4	38,5	14,4	50,8	17,7
		78	6,5	3,3	9,9	6,5	4,2	9,6	510,4	378,7	32,9	27,1	11,8	0,61	19,5	1,8	6,1	1,4	11,0	1,9	48,5	20,7	31,2	26,2	30,4	49,6	21,8	60,1	24,0
79	6,5	3,2	9,9	6,5	2,2	9,7	531,8	291,7	29,7	25,7	12,5	0,58	20,2	1,8	5,8	1,4	11,5	2,0	41,0	20,6	26,5	23,8	26,7	43,1	20,0	56,6	21,7		

Tipo de ensaio	Amostra	Rejeito Final										Recuperação Metalúrgica (%)									
		Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	
Água da Rede	B	81,3	15,9	20,9	0,68	26,1	2,0	3,5	2,4	3,9	2,9	70,9	90,5	85,8	85,0	84,6	70,0	90,5	55,1	87,3	
		72,4	14,7	21,5	0,67	26,8	1,9	3,2	2,5	3,6	3,0	57,7	83,7	74,2	78,4	70,8	57,3	83,8	44,6	79,9	
		66,5	13,2	22,5	0,66	27,3	1,7	2,8	2,5	3,7	2,9	47,2	79,6	67,8	74,2	60,6	46,2	79,5	41,4	73,9	
		62,4	14,2	21,9	0,64	27,5	1,7	3,0	2,4	3,5	2,9	47,7	73,2	61,7	69,9	54,5	46,4	70,9	36,9	69,4	
Água de Processo	B	80,8	15,6	21,0	0,73	26,4	2,0	3,3	2,5	3,9	2,9	68,5	91,4	89,0	85,2	86,1	67,3	90,7	53,4	88,0	
		75,5	14,9	21,2	0,71	26,9	2,0	3,2	2,4	3,5	3,0	62,3	85,7	81,7	81,2	76,8	61,2	83,7	47,0	83,6	
		66,8	13,6	22,5	0,69	27,3	2,0	3,1	2,4	3,6	2,8	47,6	81,0	73,5	74,9	67,1	48,7	77,6	39,5	75,4	
		69,3	12,6	22,8	0,69	27,5	1,8	2,9	2,5	3,6	3,0	47,0	83,6	76,4	77,8	67,4	49,0	82,1	42,5	80,2	
Íons NaCL	B	71,0	14,9	21,9	0,69	26,6	2,0	3,1	2,4	3,4	2,9	59,1	82,4	74,8	76,6	72,0	57,3	78,3	42,4	78,5	
		73,4	15,4	21,8	0,70	26,0	1,9	3,3	2,4	3,5	2,9	60,6	85,1	79,1	77,9	72,8	59,4	82,0	45,1	81,4	
		66,7	14,4	21,0	0,67	27,1	2,1	3,0	2,5	3,6	3,0	51,0	78,4	70,6	73,7	71,7	49,3	76,9	40,6	75,1	
		77,9	15,7	21,1	0,69	25,7	2,1	3,4	2,4	4,0	2,9	65,6	88,6	83,8	82,2	84,9	63,8	88,0	51,9	85,2	
		66,2	14,6	22,0	0,65	26,7	1,9	3,1	2,4	3,6	2,8	51,4	78,1	68,0	72,8	66,5	50,6	76,1	40,1	74,0	
		75,7	15,5	21,6	0,69	25,8	2,1	3,2	2,4	3,9	2,9	63,2	87,3	82,0	80,1	83,6	61,5	85,6	49,2	82,3	
		67,1	14,1	22,2	0,66	27,0	2,0	3,0	2,5	3,6	3,0	51,5	79,3	68,8	73,8	69,6	50,4	78,2	39,9	76,0	
70,3	15,6	20,4	0,68	27,3	2,0	3,2	2,4	3,7	3,0	59,0	79,4	73,5	76,2	73,3	56,9	80,0	43,4	78,3			

Tipo de ensaio	Amostra	Teste	Dados da Flotação								Concentrado Cleaner																		
			Rougher			Cleaner			Depressor : Stargill	Coletor: EDA	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)								
			Qar (L/min)	Temp o (min)	pH	Qar (L/min)	Temp o (min)	pH			Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Íons CaCl ₂	B	80	6,5	3,2	10,0	6,5	3,0	9,8	505,3	277,1	28,3	30,0	10,0	0,54	19,3	1,3	6,6	1,2	11,6	1,9	45,8	15,2	24,1	21,9	18,9	46,6	16,3	54,9	20,4
		81	6,5	2,4	10,0	6,5	3,1	9,7	502,4	275,5	29,8	30,4	9,9	0,52	19,4	1,2	6,8	1,3	11,0	2,0	49,2	15,9	24,2	22,9	19,0	50,3	17,9	55,3	22,4
		82	6,5	2,4	9,9	6,5	2,3	9,7	541,9	297,2	26,7	30,2	9,5	0,51	19,7	1,2	6,6	1,2	11,9	1,8	42,9	13,4	21,9	21,9	16,4	43,8	15,0	52,6	18,9
		83	6,5	2,4	10,0	6,5	2,1	9,6	533,9	292,8	28,0	29,7	10,0	0,52	19,2	1,3	6,7	1,3	11,9	1,8	45,2	14,7	22,7	22,1	19,5	47,5	17,1	55,1	20,2
Íons MgCl ₂	B	84	6,5	3,0	10,1	6,5	2,5	9,7	524,0	287,4	27,1	33,7	8,0	0,45	18,3	1,0	7,3	1,1	11,7	1,7	49,1	11,8	19,3	20,0	13,6	49,2	13,3	52,8	17,9
		85	6,5	2,3	10,0	6,5	2,3	9,7	558,4	306,2	28,0	34,8	7,5	0,42	18,0	0,9	7,5	1,1	11,7	1,6	51,6	11,4	18,7	20,6	13,4	51,0	14,6	53,8	17,8
		86	6,5	2,1	10,0	6,5	2,1	9,7	516,6	283,3	28,8	34,5	8,0	0,42	18,3	1,0	7,2	0,5	10,9	1,9	51,6	13,0	19,5	21,4	15,1	51,4	7,0	52,6	19,9
		87	6,5	2,1	10,0	6,5	2,1	9,6	550,4	301,8	27,8	33,5	8,0	0,47	18,2	1,1	7,3	1,1	11,7	1,8	49,9	11,8	20,6	20,8	16,2	50,5	14,8	54,1	19,1
Íons KCl	B	88	6,5	2,1	10,0	6,5	2,1	9,6	519,4	284,8	29,5	33,9	8,5	0,44	18,3	1,0	7,1	1,2	10,8	1,7	53,3	13,5	20,6	21,8	15,5	52,7	16,5	53,5	19,6
		89	6,5	2,2	10,1	6,5	2,0	9,9	527,7	289,4	32,3	31,6	9,9	0,48	18,6	1,1	6,8	1,3	10,4	1,9	55,3	16,8	24,4	24,8	18,9	54,4	19,9	56,4	23,1
		90	6,5	2,3	10,1	6,5	2,2	9,9	511,6	280,5	29,3	31,8	9,5	0,45	18,5	1,1	6,7	1,3	11,2	1,8	50,8	14,7	20,8	22,1	16,6	49,7	17,1	54,6	19,8
		91	6,5	1,6	10,2	6,5	1,5	9,9	570,8	313,0	26,3	34,5	7,8	0,38	17,9	0,9	7,1	1,1	11,8	1,6	47,5	11,4	15,5	19,3	11,8	46,2	13,3	51,7	16,2
Íons Na ₂ F	B	92	6,5	2,3	10,1	6,5	2,2	9,9	583,8	320,2	30,8	33,4	8,8	0,46	18,0	1,0	7,1	1,2	11,0	1,7	54,7	14,2	22,9	23,5	16,4	53,8	17,0	55,7	21,0
		93	6,5	3,0	10,2	6,5	3,0	10,0	565,1	310,1	35,9	31,8	9,9	0,48	18,3	1,2	6,6	1,0	10,0	1,9	58,2	20,4	27,5	26,9	21,9	58,1	19,6	59,2	26,1
		94	6,5	2,5	10,2	6,5	2,6	10,0	528,0	289,5	31,3	33,2	8,9	0,42	18,0	1,0	6,7	0,8	10,8	1,8	53,9	14,4	21,7	24,3	17,0	52,3	13,2	55,6	22,7
		95	6,5	3,2	10,2	6,5	2,3	10,1	560,7	307,5	31,7	31,2	9,5	0,46	18,7	1,1	6,5	1,1	10,8	1,9	50,9	17,2	23,1	24,2	17,3	51,5	18,7	56,7	22,4
Íons Na ₂ SO ₄	B	96	6,5	2,5	10,3	6,5	2,6	10,0	546,3	299,6	29,4	34,0	7,7	0,44	17,9	0,9	7,0	0,9	11,1	1,8	51,2	13,2	20,5	21,4	13,7	50,2	14,9	54,2	19,8
		97	6,5	2,4	10,3	6,5	2,6	10,1	565,1	309,9	30,9	35,2	7,8	0,41	17,3	0,9	7,2	0,9	10,7	1,7	56,9	12,9	19,8	21,8	15,0	54,8	13,3	55,1	20,1
		98	6,5	3,5	10,3	6,5	2,3	10,0	568,1	311,6	32,6	34,5	8,3	0,41	18,0	1,0	6,7	1,2	10,1	1,7	58,6	14,7	21,4	24,5	17,5	54,6	18,5	56,1	22,1
		99	6,5	2,5	10,1	6,5	2,5	10,0	517,3	283,7	29,5	35,3	7,8	0,40	17,3	0,9	7,3	1,0	10,7	1,6	54,8	12,4	19,1	21,1	14,6	53,5	15,0	53,6	18,9

Tipo de ensaio	Amostra	Rejeito Final																		
		Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)								
		Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Íons CaCl ₂	B	71,7	14,0	22,1	0,67	27,1	2,1	3,0	2,5	3,8	2,9	54,2	84,8	75,9	78,1	81,1	53,4	83,7	45,1	79,6
		70,2	13,3	22,3	0,69	27,7	2,2	2,8	2,5	3,8	2,9	50,8	84,1	75,8	77,1	81,0	49,7	82,1	44,7	77,6
		73,3	14,6	22,3	0,66	25,5	2,2	3,1	2,5	3,9	2,8	57,1	86,6	78,1	78,1	83,6	56,2	85,0	47,4	81,1
		72,0	14,0	22,6	0,69	26,3	2,1	2,9	2,5	3,8	2,8	54,8	85,3	77,3	77,9	80,5	52,5	82,9	44,9	79,8
Íons MgCl ₂	B	72,9	13,0	22,3	0,70	27,2	2,3	2,8	2,6	3,9	2,9	50,9	88,2	80,7	80,0	86,4	50,8	86,7	47,2	82,1
		72,0	12,7	22,8	0,71	26,9	2,3	2,8	2,5	3,9	2,9	48,4	88,6	81,3	79,4	86,6	49,0	85,4	46,2	82,2
		71,2	13,1	21,6	0,70	27,2	2,3	2,8	2,6	4,0	3,1	48,4	87,0	80,5	78,6	84,9	48,6	93,0	47,4	80,1
		72,2	13,0	22,9	0,70	26,8	2,2	2,8	2,5	3,8	2,9	50,1	88,2	79,4	79,2	83,8	49,5	85,2	45,9	80,9
Íons KCl	B	70,5	12,4	22,9	0,71	27,4	2,3	2,7	2,5	3,9	3,0	46,7	86,5	79,4	78,2	84,5	47,3	83,5	46,5	80,4
		67,7	12,2	23,4	0,71	26,9	2,3	2,7	2,5	3,8	2,9	44,7	83,2	75,6	75,2	81,1	45,6	80,1	43,6	76,9
		70,7	12,8	22,9	0,71	27,0	2,2	2,8	2,5	3,9	3,1	49,2	85,3	79,2	77,9	83,4	50,3	82,9	45,4	80,2
		73,7	13,6	21,6	0,74	26,8	2,4	3,0	2,5	3,9	3,0	52,5	88,6	84,5	80,7	88,2	53,8	86,7	48,3	83,8
Íons Na ₂ F	B	69,2	12,3	23,7	0,69	26,1	2,2	2,7	2,6	3,9	2,8	45,3	85,8	77,1	76,5	83,6	46,2	83,0	44,3	79,0
		64,1	12,8	21,6	0,71	27,9	2,4	2,7	2,2	3,9	3,0	41,8	79,6	72,5	73,1	78,1	41,9	80,4	40,8	73,9
		68,7	12,9	24,0	0,69	25,5	2,3	2,8	2,4	3,9	2,7	46,1	85,6	78,3	75,7	83,0	47,7	86,8	44,4	77,3
		68,3	14,0	21,3	0,71	27,2	2,4	2,8	2,2	3,8	3,0	49,1	82,8	76,9	75,8	82,7	48,5	81,3	43,3	77,6
Íons Na ₂ SO ₄	B	70,6	13,5	21,1	0,71	27,3	2,4	2,9	2,2	3,9	3,1	48,8	86,8	79,5	78,6	86,3	49,8	85,1	45,8	80,2
		69,1	11,9	23,5	0,74	27,7	2,3	2,6	2,6	3,9	3,0	43,1	87,1	80,2	78,2	85,0	45,2	86,7	44,9	79,9
		67,4	11,8	23,4	0,73	26,8	2,3	2,7	2,5	3,8	3,0	41,4	85,3	78,6	75,5	82,5	45,4	81,5	43,9	77,9
		70,5	12,2	23,3	0,71	27,1	2,3	2,7	2,5	3,9	2,9	45,2	87,6	80,9	78,9	85,4	46,5	85,0	46,4	81,1

9.2.3 Amostra C

Tipo de ensaio	Amostra	Teste	Dados da Flotação									Concentrado Cleaner																	
			Rougher			Cleaner			Depressor : Stargill	Coletor: EDA	Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)								
			Qar (L/min)	Temp o (min)	pH	Qar (L/min)	Temp o (min)	pH			Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂
Água da Rede	C	63	6,5	2,4	9,9	6,5	2,5	9,8	570,9	202,6	23,9	34,9	7,0	0,38	18,0	0,8	7,5	0,9	12,9	1,5	44,6	9,5	13,2	16,7	9,6	45,9	11,8	51,8	13,4
		64	6,5	2,3	10,1	6,5	2,5	9,8	551,7	302,6	27,8	35,0	7,3	0,45	17,9	0,9	7,5	1,0	11,8	1,7	52,7	11,7	18,2	19,2	12,7	53,5	15,0	55,0	16,6
		70	6,5	3,3	10,2	6,5	3,0	10,0	522,0	387,3	29,0	30,2	9,3	0,60	19,8	1,4	6,7	1,1	11,6	1,9	45,7	14,8	27,7	23,7	20,9	46,7	16,0	55,4	22,1
		71	6,5	3,5	10,5	6,5	3,0	10,2	535,1	483,3	32,5	31,6	9,1	0,62	19,7	1,4	6,8	1,2	10,9	2,0	55,3	15,8	31,5	25,7	23,7	55,2	17,7	59,2	25,1
Água de Processo	C	66	6,5	2,2	9,5	6,5	2,5	9,4	581,7	206,4	21,6	35,8	5,6	0,29	17,6	0,8	7,7	0,5	14,1	1,4	38,7	7,1	10,0	15,5	8,9	38,9	6,8	48,1	11,4
		67	6,5	2,5	9,9	6,5	2,6	9,6	540,1	296,2	23,9	31,0	8,7	0,42	18,8	1,5	6,8	0,8	13,3	1,7	38,9	11,6	15,5	18,2	17,5	39,9	10,6	52,3	15,2
		68	6,48	2,2	10,0	6,5	2,4	9,7	557,9	413,9	26,1	35,4	7,2	0,37	17,0	1,4	7,4	0,7	12,3	1,5	46,6	10,9	15,0	17,8	18,0	46,9	10,1	54,0	14,6
		72	6,5	3,2	9,9	6,5	2,6	9,6	536,0	484,1	33,3	24,8	12,7	0,59	20,7	1,9	5,6	1,6	10,7	2,0	44,3	22,8	30,9	28,2	33,7	46,4	25,2	59,3	25,5

Tipo de ensaio	Amostra	Rejeito Final																			
		Teor (%)										Recuperação Metalúrgica (%)									
		Rec. Massa (%)	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	SiO ₂	CaO	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	BaO	MgO	TiO ₂	
Água da Rede	C	76,1	13,6	21,1	0,78	28,1	2,3	2,8	2,2	3,8	3,1	55,4	90,5	86,8	83,3	90,4	54,1	88,2	48,2	86,6	
		72,2	12,1	21,4	0,78	29,0	2,3	2,5	2,3	3,7	3,2	47,3	88,3	81,8	80,8	87,3	46,5	85,0	45,0	83,4	
		71,0	14,7	21,9	0,64	26,1	2,2	3,1	2,4	3,8	2,8	54,3	85,2	72,3	76,3	79,1	53,3	84,0	44,6	77,9	
		67,5	12,3	23,2	0,65	27,4	2,1	2,7	2,6	3,6	2,9	44,7	84,2	68,5	74,3	76,3	44,8	82,3	40,8	74,9	
Água de Processo	C	78,4	15,6	20,2	0,72	26,4	2,3	3,3	2,1	4,2	3,0	61,3	92,9	90,0	84,5	91,1	61,1	93,2	51,9	88,6	
		76,1	15,3	20,8	0,72	26,5	2,2	3,2	2,1	3,8	3,0	61,1	88,4	84,5	81,8	82,5	60,1	89,4	47,7	84,8	
		73,9	14,3	20,7	0,74	27,8	2,2	3,0	2,2	3,7	3,1	53,4	89,1	85,0	82,2	82,0	53,1	89,9	46,0	85,4	
		66,7	15,6	21,5	0,66	26,4	1,9	3,3	2,4	3,7	2,9	55,7	77,2	69,1	71,8	66,3	53,6	74,8	40,7	74,5	

**Artigo apresentado no Congresso: XXIX Encontro Nacional de Tratamento de
Minérios e Metalurgia Extrativa**

AVALIAÇÃO DO EFEITO DA ÁGUA DE PROCESSO NA FLOTAÇÃO DE SILICATOS

**SÁ, S. O. M.^{1,2}, MATIOLO, E.¹, RODRIGUES, R.T.², COUTO, H.J.B.¹, FREITAS, A. S.^{1,2},
GUERINO, N. S.³, SILVA, A. A. M.³**

¹ Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Coordenação de Processamento e Tecnologias Minerais,
e-mail: e.matiolo@cetem.gov.br

² Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPG3M) – Universidade
Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), e-mail: rafael.teixeira@ufrgs.br

³CMOC Brasil, P&D e Desenvolvimento de Processos, e-mail: alessandra.silva@br.cmoc.com

RESUMO

A recirculação de água no processamento mineral é prática comum nas plantas de beneficiamento. No entanto, seu uso pode ocasionar efeitos adversos na flotação, devido a presença de contaminantes como íons dissolvidos na água. O presente estudo avaliou o efeito do uso da água de processo na etapa de flotação de silicatos de um circuito de beneficiamento mineral de pirocloro. A água de processo utilizada apresentou altas concentrações de íons Cl⁻(1323 ppm), F⁻(84 ppm), SO₄²⁻(71 ppm), Na⁺(863 ppm), K⁺(201 ppm). Os ensaios foram realizados em célula mecânica, comparando o uso de água de abastecimento da rede e água proveniente do processamento mineral. Os ensaios de flotação realizados com água de processo não apresentaram diferenças significativas nas recuperações de SiO₂ para mesmas dosagens de coletor em comparação aos ensaios realizados com água da rede, no entanto a perda de Nb₂O₅ foi maior. A recuperação de P₂O₅ para o concentrado final também aumentou, com média de recuperação de 10% nos ensaios realizados com água da rede e 23% com água de processo. Com isso a presença de espécies iônicas na água diminuiu a seletividade da flotação de silicatos, embora não tenha comprometido a eficiência da etapa para o circuito de concentração de pirocloro.

PALAVRAS-CHAVE: Flotação, Silicatos, Água de Processo, íons dissolvidos.

ABSTRACT

Water recirculation in mineral processing is a common practice in beneficiation plants. However, its use can cause adverse effects in the flotation process, such as a decrease in the selectivity of the process and an increase in reagent consumption, due to dissolved ions in the water. The present study evaluated the effect of the use of process water in silicate flotation stages of a pyrochlore mineral beneficiation circuit. The process water used showed high concentrations of Cl⁻(1068 ppm), F⁻(82 ppm), SO₄²⁻(46 ppm), Na⁺(835 ppm), K⁺(193 ppm) ions. The tests were carried out in a mechanical cell, comparing the use of mains water supply and water from mineral processing. Flotation tests carried out with process water did not show significant differences in SiO₂ recoveries for the same collector dosages compared to tests carried out with tap water, however Nb₂O₅ loss was higher. The recovery of P₂O₅ in the final concentrate also showed higher values, with an average recovery of 10% in the tests carried out with mains water and 23% with process water. Thus, the presence of ionic species in the water reduced the selectivity of silicate flotation, although it did not compromise the efficiency of the step for the pyrochlore concentration circuit.

KEYWORDS: Flotation, Silicates, Process Water, dissolved ions.

1. INTRODUÇÃO

As operações unitárias como a flotação chegam a consumir cerca de 3 a 7 t de água para cada tonelada de minério processada (Li *et al*, 2018). Com o alto custo de captação de água nova e políticas para redução de efluentes descartados, a quantidade de água recirculada nas usinas de beneficiamento mineral é crescente. Contudo, as características químicas e físicas da água podem variar de acordo com o fluxo de operações de que é proveniente, e é um importante parâmetro a ser observado nas etapas de concentração baseadas em características físico-químicas das partículas, como a flotação (Liu & Vink, 2013). A presença de sólidos, vestígios de reagentes e íons dissolvidos pode ocasionar em perda de seletividade da flotação e aumento no consumo de reagentes (Espinosa Gomez, 1987)(Rao; Finch, 1989) (Marois *et al.*, 2018).

O Brasil é o maior produtor de concentrado de nióbio do mundo, totalizando cerca de 91% da produção mundial, a partir de suas minas localizadas em Catalão (GO) e Araxá (MG). (USGS, 2021) (Gibson *et al*, 2015). Quando o minério contém minerais de carbonatos (em especial calcita e dolomita) e silicatos em alta quantidade como ganga, o processo de concentração por flotação considera as etapas de flotação reversa, carbonatos e silicatos previamente a etapa de flotação direta de pirocloro. De modo geral, o processo de beneficiamento de minerais de nióbio envolve as operações unitárias de cominuição, classificação, separação magnética e flotação (Espinosa-Gomez *et al*, 1987) (Gibson *et al*, 2015).

A água de processo utilizada nas etapas de flotação de um circuito de concentração de pirocloro tem sido alvo de investigação, devido ao seu impacto na recuperação global de Nb₂O₅ nas usinas de beneficiamento. Além disso, na etapa de flotação de pirocloro, os principais minerais de ganga são silicatos e, devido a similaridades nas propriedades físico-químicas entre as superfícies do pirocloro e silicatos, a seletividade entre esses dois minerais no processo de flotação é complexa, e sensível as características da água de processo (Gibson e Aghamirian, 2015) (Gibson *et al*, 2015). A presença de filosilicatos, também podem representar um outro desafio à recircular água de processo para o circuito de flotação, devido à alta reatividade das micas ao meio. *Slime coating*, alto consumo de reagentes, baixa seletividade, arraste de partículas para o concentrado da flotação, aumento de viscosidade da polpa, alterações na estabilidade da camada de espuma, são alguns dos efeitos causados pela presença de filosilicatos na flotação (Ndlovu *et al*, 2013).

Espinosa-Gomez *et al.* (1987) investigaram o sistema de flotação de pirocloro e minerais silicatados (biotita, microclínio e clorita) com o uso de água com presença de matéria orgânica e íons Ca²⁺(199 ppm), Mg²⁺(98ppm), SO₄³⁻(110 ppm). O uso de água de processo causou diminuição da seletividade na flotação, devido a mudanças no potencial da superfície dos minerais, além do aumento do consumo dos reagentes. Em pH ácido (3-4,2) houve reversão do potencial zeta dos minerais pirocloro, biotita e microclínio, de positivo para negativo, provavelmente causado pela presença alta concentração de cátions. Após o tratamento de água a recuperação de pirocloro apresentou valores próximos aos da água potável. Rao *et al.* (1988) também investigaram o uso de água de processo com presença de matéria orgânica e íons Ca²⁺(290 ppm), Mg²⁺(100 ppm), em etapas de microflotação de pirocloro, na presença de silicatos (albita, biotita, clorita e microclínio), utilizando aminas secundárias como coletor. Em relação a ensaios de flotação com água da rede, a flotação com

água de processo obteve em geral recuperações de Nb_2O_5 menores, enquanto para os silicatos, maiores recuperações foram obtidas. Após remoção de matéria orgânica, as recuperações de silicatos tiveram resultados semelhantes aos da água da rede. A recuperação de Nb_2O_5 exibiu maior sensibilidade na presença de Ca^{2+} , Mg^{2+} , além do cátion Na^+ , que foi introduzido na flotação para precipitar os íons Ca^{2+} , e controle de pH. Gibson *et al.* (2021) investigaram como os modificadores de pH podem influenciar na flotação de pirocloro, microclínio e quartzo. Em pH ácido, o ácido oxálico teve efeito depressor sobre as partículas, devido a precipitação de oxalato de cálcio na superfície dos minerais e o aumento de íons Ca^{2+} no sistema potencializou esse efeito. Foram observadas reduções na recuperação dos três minerais, em ensaios de microflotação, em pH 4, na presença de 1000 ppm de Ca^{2+} .

A presença desses íons na água de processo pode estar associada aos minerais de ganga associados ao pirocloro. A presença de minerais carbonáticos libera íons Ca^{2+} em meio ácido, que ao reagir com H^+ , resulta em aumento no pH da polpa, além de adsorver na superfície dos minerais e conseqüentemente ter impacto negativo sobre o efeito do coletor nas partículas de pirocloro (Gibson *et al.*, 2015) (Gibson *et al.*, 2021). Marois *et al.* (2018) apresentaram como o aumento de apatita no fluxo que segue para a etapa de lixiviação elevou a concentração de íons PO_4^{3-} na água de processo e, conseqüentemente acarretou diminuição da recuperação global de Nb_2O_5 do circuito de flotação da Niobec. Embora o aumento de recuperação de apatita no concentrado não tenha impacto direto nos limites de especificação do produto, a recirculação da água com maiores concentrações de PO_4^{3-} impactou a recuperação mássica da flotação de carbonatos, conseqüentemente a impactando a performance da flotação de pirocloro, além de acarretar em maiores recuperações de apatita, gerando um ciclo cumulativo de íons.

Diferente da flotação de pirocloro que ocorre em pH ácido, a etapa de flotação de silicatos do circuito de concentração de pirocloro ocorre em pH alcalino (9-10), embora também utilize amina como coletor. Nestes sistemas, a flotação de silicatos também é afetada pela presença de íons dissolvidos na água de processo. Scotti *et al.* (1993) demonstraram que íons Ca^{2+} competem pelos sítios negativos com a parte ionizada da amina, afetando a adsorção do reagente na superfície do mineral. Ren *et al.* (2018) apresentaram como a recuperação de silicatos na presença de Ca^{2+} (20-1000 ppm) diminuiu, mesmo em concentrações mais altas de coletores.

Devido a presença de filosilicatos como minerais de ganga no minério de Catalão, e o efeito deletério que a água de processo recirculada pode gerar nas etapas de flotação, este estudo visa avaliar o impacto da qualidade da água de processo sobre a etapa de flotação de silicatos, no circuito de flotação de pirocloro. O estudo foi feito em células mecânicas escala de bancada e avaliou a recuperação de SiO_2 e perda de Nb_2O_5 para o concentrado da flotação, bem como os efeitos nos óxidos considerados contaminantes na flotação de pirocloro.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Preparação da amostra

As amostras utilizadas neste estudo foram coletadas, na planta de concentração mineral, sob coordenação técnica dos profissionais da CMOC, armazenadas em big-bags, e enviadas ao CETEM em conjunto a água de processo utilizada na planta industrial, armazenada em bombonas de 1m^3 .

As amostras do minério passaram por etapas de homogeneização, e quarteamento em pilha alongada para retirada de alíquotas para alimentação dos ensaios propostos e caracterização física (granulometria por peneiramento), química (fluorescência de raios-x) e mineralógica (difração de raios-x). Após as etapas de caracterização, a amostra foi repolpada em tanque de homogeneização com 50% de sólidos, passou uma etapa de classificação por peneiramento a úmido em malha de 106µm. O *undersize* da peneira seguiu para uma etapa de deslamagem em dois estágios para a retirada de partículas finas (<10µm) e o *O underflow* do hidrociclone foi coletado para os ensaios de flotação.

Ensaio de Flotação

Os ensaios de flotação de silicatos foram realizados em escala de bancada, em uma máquina de flotação da marca DENVER, modelo D12, equipada com inversor de frequência. A flotação rougher foi realizada em uma cuba de 3L, e a flotação cleaner realizada em cuba de 1,5L. Para cada ensaio foi utilizado uma massa de aproximadamente 1 kg de amostra, com porcentagem de sólidos no condicionamento de 50% em peso. Previamente à etapa de flotação foi adicionado o depressor (amido de milho) Stargill (Cargill - 495-557) gelatinizado que foi condicionado com a amostra por um tempo de 5 minutos (rotação de 1200 a 1500 rpm) mantendo-se o pH natural. Em seguida foi adicionado o coletor (etermonoamina) Flotigam EDA (Clariant - 274-654 g/t), condicionado por um tempo de 2 minutos. Após o condicionamento, a polpa foi alimentada à célula de flotação e foi diluída para porcentagem de sólidos aproximadamente 35%. Após o ajuste da porcentagem de sólidos, foi injetado o ar para geração de bolhas, com velocidade superficial equivalente a 1,1 cm/s. O pH da flotação foi em torno de 9,8. Foi realizada uma etapa *rougher* (até exaustão da espuma) e com a fração flotada foi realizada uma etapa *cleaner* (também até a exaustão da espuma). O concentrado e rejeito final (*rougher + cleaner*) de cada ensaio foram filtrados, secos, pesados e enviados para a análise química.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização

A análise mineralógica indicou que o teor de pirocloro na amostra cabeça é de cerca de 1,1%, e os minerais de ganga que compõem a amostra são carbonatos (27,6%), micas e outros silicatos (48%), óxidos e hidróxidos de ferro (13%), além outros minerais como fluorapatita (6,3%) e barita (2,5%). Após os ensaios de classificação em 106 µm e deslamagem em 2 estágios, a amostra que alimentou a flotação apresentou uma distribuição granulométrica com P₈₀ em 90 µm e 10% da massa passante em 20 µm. Os teores da amostra que alimentou a flotação indicaram 0,65% de Nb₂O₅, 21,5% de SiO₂, 15,9% de CaO, 2,4% de P₂O₅ e 2,4% de BaO. A água de processo e água da rede foram caracterizadas para determinação da concentração de íons dissolvidos, como apresentado na Tabela 1.

Concentração (mg/L)	Ca ²⁺	Mg ²⁺	K ⁺	Na ⁺	Cl ⁻	F ⁻	SO ₄ ²⁻
Água da Rede (AR)	4,4	1,1	2	5,1	8,8	0,7	11,3
Água de Processo (AP)	13	13	200	862	1323	84	71

Ensaio de Flotação

A Figura 1 apresenta o gráfico com todos os pontos de teor versus recuperação de SiO₂, do concentrado e rejeito final da flotação. Os ensaios de flotação com água da rede de abastecimento do CETEM tiveram recuperação de SiO₂ variando entre 51% a 70,7% com teores de SiO₂ no concentrado final de 40,7% a 45,1%. Nos ensaios de flotação com água de processo, a recuperação de SiO₂ variou de 48,6% a 70,9% com teores de 38,1% a 40,2%. Nos afundados da flotação o teor de SiO₂ variou de 9,7% a 13,6% nos ensaios com água da rede e de 10,1% a 13,8% nos ensaios com água de processo.

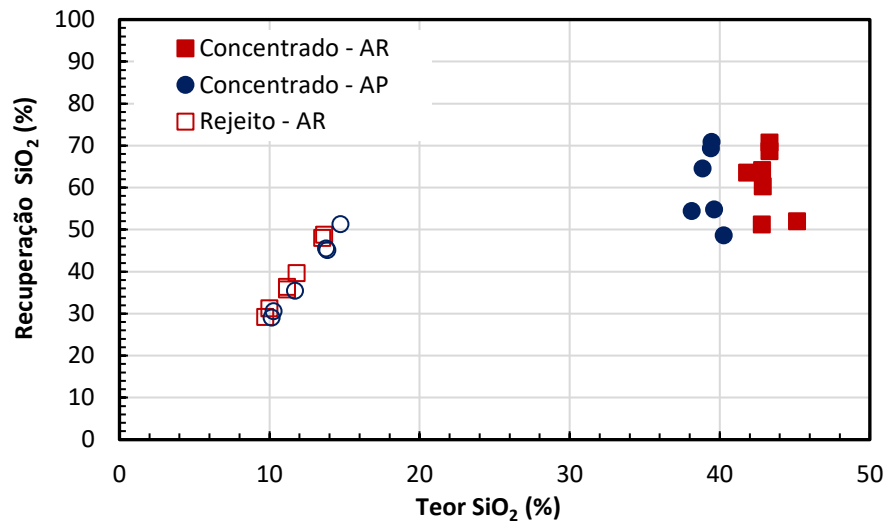


Figura 1. Resultados de teor versus recuperação de SiO₂ para o concentrado e rejeito final da flotação

A Figura 2 apresenta os resultados de recuperação de SiO₂ e recuperação mássica com a variação da dosagem do coletor EDA. Para os ensaios com água da rede do CETEM, as dosagens variaram entre 294 e 654 g/t, e as recuperações mássicas variaram de 24,5% a 35,1%. Já os ensaios com água de processo, as dosagens variaram entre 274 e 566 g/t com recuperações mássicas variando de 30,1% e 38,5%. Os dados apresentados nas Figuras 1 e 2 evidenciam que, embora o uso da água de processo na flotação de silicatos tenha resultado em recuperações mássicas maiores, esse resultado não afetou a recuperação final de SiO₂ para o concentrado da flotação, considerando as mesmas dosagens de reagentes.

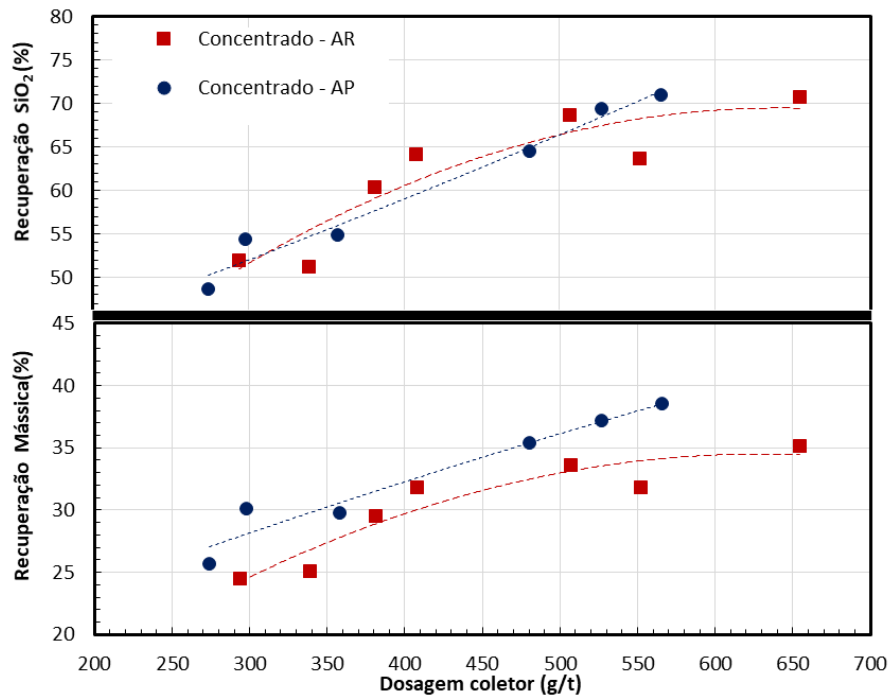


Figura 2. Gráfico da recuperação mássica e metalúrgica de SiO₂ versus dosagem do coletor

A Figura 3 apresenta os resultados da perda de Nb₂O₅ para o concentrado da flotação *versus* recuperação de SiO₂. Nos ensaios realizados com água da rede as perdas de Nb₂O₅ variaram de 6,3% a 20,4% e para os ensaios com água de processo, variaram de 10% a 23,4%. Para uma mesma recuperação, de cerca de 64% de SiO₂, os ensaios com água de processo apresentaram maiores perdas de Nb₂O₅ (22,7%), em comparação aos ensaios utilizando água da rede (17,4%). As perdas de Nb₂O₅ apresentam tendência similar a recuperação mássica, ou seja, na presença da água de processo, e mesma dosagem de coletor, mais Nb₂O₅ foi reportado ao concentrado da flotação.

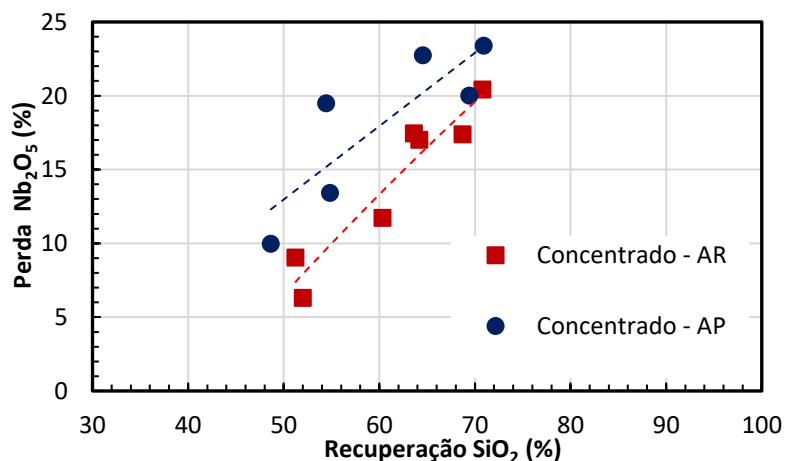


Figura 3. Gráfico da perda de Nb₂O₅ para o concentrado da flotação versus recuperação de SiO₂.

A Figura 4 apresenta a recuperação de P₂O₅ *versus* as dosagens de reagentes. A água de processo teve considerável efeito sobre a recuperação de P₂O₅, com recuperações variando de 14,4% a 32,5% e, para os ensaios com água da rede, as recuperações variaram de 6,3% a

14,8%. Para dosagens similares de coletor, 552 g/t para água da rede e 566g/t para água de processo, as recuperações de P_2O_5 foram de 13,7% e 32,5% respectivamente.

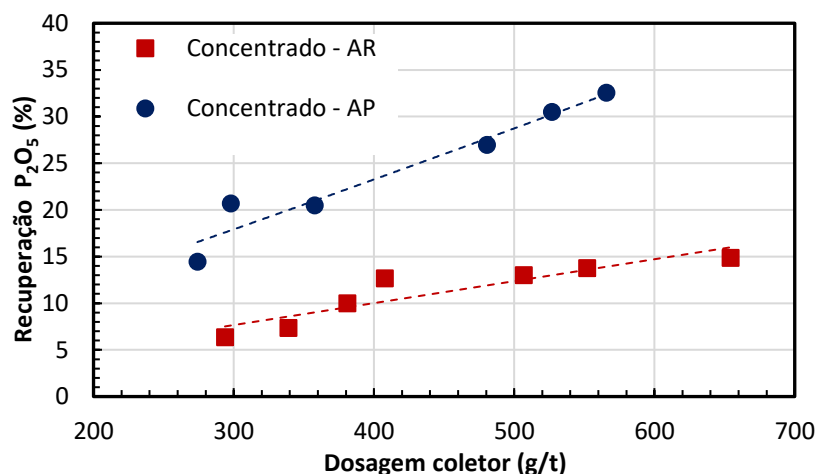


Figura 4. Recuperação de P_2O_5 versus dosagem de coletor para os concentrados da flotação.

As Figuras 3 e 4 apresentam como houve maior recuperação de Nb_2O_5 e P_2O_5 para o concentrado da de silicatos na presença da água de processo, e conseqüentemente o teor de SiO_2 do concentrado final (Figura 1) foi menor. Duas hipóteses podem ser levadas, a presença de reagentes acumulados na água, tal como foi reportado por (Batisteli; Peres, 2008), que age como um reagente adicional ao processo e/ou a presença dos íons dissolvidos na água pode estar ativando a superfície das partículas e levando ao coletor adsorver em suas superfícies.

Considerando os resultados apresentados nas Figuras 1 e 2, se a amina estiver acumulada na água de processo, para uma mesma dosagem de coletor nos ensaios com água de processo, a recuperação de SiO_2 teria que ser maior, o que não ocorre nos ensaios.

Em relação ao eletrólitos presentes na água, a recuperação de P_2O_5 foi a mais sensível, e pode ser devido a presença de grandes concentrações de F^- , considerado íon determinante de potencial da apatita, deixando a superfície do mineral mais negativamente carregada (Somasundaran, 1968), o que pode levar a adsorção de coletores catiônicos em sua superfície. Embora a recuperação de P_2O_5 nesta etapa seja inclusive benéfico do ponto de vista do circuito final, se o mesmo efeito for observado na flotação direta de pirocloro, haverá mais apatita reportando ao concentrado de pirocloro. Com isso, etapas adicionais de remoção de fosfatos devem ser empregadas ao produto final do beneficiamento, como as etapas de lixiviação com ácido clorídrico reportadas por Gibson, Kelebek; Aghamirian (2015). Outros efeitos secundários podem ainda ocorrer como o acúmulo de íons PO_3^{4-} reportado por Marois *et al.* (2018). Além das recuperações de Nb_2O_5 e P_2O_5 , foram observadas mesmas tendências para óxido de Ba e Ca, ambos relacionados a presença de ganga carbonática na amostra.

4. CONCLUSÕES

O estudo avaliou o impacto da qualidade da água de processo sobre a etapa de flotação de silicatos, como etapa prévia para a concentração de pirocloro. Os ensaios de flotação realizados com água de processo não apresentaram diferenças significativas nas recuperações de SiO_2 e embora o teor no concentrado *cleaner* da flotação tenha sido ligeiramente menor no concentrado cleaner, o teor do afundado da flotação que segue posteriormente para a

flotação de pirocloro teve média similar aos ensaios utilizando água da rede. Em relação as perdas de Nb_2O_5 , os ensaios usando água de processo atingiram valores maiores para uma mesma condição. A recuperação de P_2O_5 também apresentou valores significativamente maiores, média de recuperação de 10% nos ensaios realizados com água da rede e 23% nos ensaios realizados com água de processo. Esses resultados indicam que a superfícies de alguns minerais pode ser responsiva na presença de espécies iônicas na água, causando a diminuição na seletividade da flotação de silicatos. No entanto, a eficiência da etapa para o circuito de concentração de pirocloro foi mantida, com teores de SiO_2 no concentrado final em torno de 13%.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CETEM/MCTI pela infraestrutura. Agradecimentos também a CAPES e ao CNPq pela concessão de bolsas para Stephanie Sá e Amanda de Freitas. Especial agradecimento a CMOC pelo suporte financeiro e pela permissão para publicação deste trabalho.

6. REFERÊNCIAS

- Batisteli, G. M. B.; Peres, A. E. C. Residual amine in iron ore flotation. *Minerals Engineering*, v. 21, n. 12–14, p. 873–876, 2008.
- Dos Santos, M.A., Santana, R.C., Capponi, F., Ataíde, C.H., Barrozo, M.A.S. Effect of ionic species on the performance of apatite flotation. *Separation and Purification Technology*. V.76, p. 15–20, 2010.
- Espinosa-Gomez, R. Recovery of Pyrochlore From Slimes Discarded at Niobec by Column Flotation [Tese de Doutorado]. McGill University, Montreal, 1987.
- Espinosa-Gomez, R., Finch, J.A., Laplante, A.R. Effects of the type of water on the selective flotation of pyrochlore from niobec. *Colloids Surf.* V.26, p.333–350, 1987.
- GIBSON., Kelebek, S., Aghamirian, M. Niobium oxide mineral flotation: A review of relevant literature and the current state of industrial operations. *International Journal of Mineral Processing*, v. 137, p. 82–97, 2015.
- GIBSON., Kelebek, S., Aghamirian, M. Pyrochlore flotation from silicate gangue minerals: Amine adsorption mechanisms and the effect of modifying reagents. *Minerals Engineering*, v. 171, n. April, p. 107100, 2021.
- Guimarães, R. C., Peres, A. E. C. Interfering ions in the flotation of a phosphate ore in a batch column. *Minerals Engineering*, v. 12, n. 7, p. 757–768, 1999.
- Li, Y., Xie, S., Zhao, Y., Xia, L., Song, S. The Life Cycle of Water Used in Flotation: A Review. *Mining, Metallurgy & Exploration*, v.36, p. 385–397, 2019. <https://doi.org/10.1007/s42461-018-0004-z>
- LIU, W., MORAN, C. J., & VINK, S. A review of the effect of water quality on flotation. *Minerals Engineering*, v. 53, p.91–100, 2013. doi:10.1016/j.mineng.2013.07.011
- MAROIS, J.S., Downey, D., Matton, G., Dodier, Y., Cappucitti, F. RESOLVING DETRIMENTAL SEASONAL EFFECT ON THE FLOTATION PROCESSES AT NIOBEC. *Proceedings Ado ngewandte Chemie International Edition*, 6(11), 951–952. Ottawa, Ontario: 2018
- Matiolo, E., Couto, H. M., Cruz, P., Trevizan, E., Freitas, As. , Almeida, Rn. Avaliação Do Efeito Da Granulometria Na Flotação De Carbonatos De Um Minério De Pirocloro. *Proceedings do XXVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*, 2019, BELO HORIZONTE.
- Matiolo, E., Couto, H. M., Freitas, As., Sá, S. M. O. Niobium ore carbonate mineral flotation without desliming. *Proceedings do 59th Conference of Metallurgists, COM 2020, Toronto, Ontario, Canada*. 11p.
- Ndlovu, B.; Farrokhpay, S.; Bradshaw, D. The effect of phyllosilicate minerals on mineral processing industry. *International Journal of Mineral Processing*, v. 125, p. 149–156, 2013.

RAO R., Espinosa-Gomez, R., Finch, J. A., & Biss, R. Effects of water chemistry on the flotation of pyrochlore and silicate minerals. *Minerals Engineering*, v.1 n.3, p.189–202, 1988. doi:10.1016/0892-6875(88)90041-6

RAO R.; Finch, J. A. A review of water re-use in flotation. *Minerals Engineering*, v. 2, n. 1, p. 65-85, 1989.

Ren, L., Qiu, H., Zhang, Y., Nguyen, A. V., Zhang, M., Wei, P., Long, Q. Effects of alkyl ether amine and calcium ions on fine quartz flotation and its guidance for upgrading vanadium from stone coal. *Powder Technology*, v. 338, p. 180–189, 2018.

Scotti, J. L.; Smith, R. W. Calcium ion effects in amine flotation of quartz and magnetite. *Minerals Engineering*, v. 6, n. 12, p. 1245–1255, 1993.

Somasundaran, P. Zeta potential of apatite in aqueous solutions and its change during equilibration. *Journal of Colloid And Interface Science*, v. 27, n. 4, p. 659–666, 1968.

USGS – United States Geological Survey: Mineral Commodity Summaries 2021 – Niobium (Columbium). *Mineral Commodity Summaries 2021*