



**REDEMAT**

Pós-Graduação em Engenharia de Materiais

**Helder Campos de Carvalho Filho**

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO MINÉRIO DE PIROCLORO DA MINA DE  
ARAXÁ: ROADMAP DO FÓSFORO NA CADEIA PRODUTIVA DO NIÓBIO NA CBMM**

Ouro Preto 16/09/2024

2024

Helder Campos de Carvalho Filho

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO MINÉRIO DE PIROCLORO  
DA MINA DE ARAXÁ: ROADMAP DO FÓSFORO NA CADEIA  
PRODUTIVA DO NIÓBIO NA CBMM

Monografia apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT, do convênio entre a Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP, o Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC e a Universidade do Estado de Minas Gerais - UEMG, como parte integrante dos requisitos necessários à obtenção do título de Especialista em Engenharia de Materiais. Orientador: Prof. Cláudio Batista Vieira

Ouro Preto  
2024

## SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

C331c Carvalho Filho, Helder Campos de.  
Caracterização tecnológica do Minério de Pirocloro da Mina de Araxá  
[manuscrito]: Roadmap do fósforo na cadeia produtiva do Nióbio na  
CBMM. / Helder Campos de Carvalho Filho. - 2024.  
36 f.: il.: color., tab..

Orientador: Prof. Dr. Claudio Vieira.  
Produção Científica (Especialização). Universidade Federal de Ouro  
Preto. Rede Temática em Engenharia de Materiais.

1. Metais - Análise - Nióbio. 2. Elementos químicos - Fósforo. 3.  
Engenharia de materiais- Refino. I. Vieira, Claudio. II. Universidade  
Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 620.1

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB-1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO  
REITORIA  
ESCOLA DE MINAS  
PROGRAMA DE POS-GRADUACAO EM ENGENHARIA DE  
MATERIAIS



**FOLHA DE APROVAÇÃO**

**Helder Campos de Carvalho Filho**

**Caracterização tecnológica do minério de Pirocloro da Mina de Araxá: Roadmap do fósforo na cadeia produtiva do Nióbio na CBMM**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Especialista em Engenharia de Materiais - Ênfase: Metais Não Ferrosos

Aprovada em 16 de setembro de 2024.

**Membros da banca**

Dr. Prof. Cláudio Batista Vieira - Orientador - Universidade Federal de Ouro Preto  
Dr. Eng. Prof. Francisco Gregianin Testa - Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia  
Dr. Prof. Jorge Luís Coleti - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais  
Dr. Prof. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva - Universidade Federal de Ouro Preto

O Prof. Fernando Gabriel da Silva Araújo, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Mateias, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 25/09/2024.



Documento assinado eletronicamente por **Fernando Gabriel da Silva Araujo, COORDENADOR(A) DE CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS**, em 25/09/2024, às 14:33, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [http://sei.ufop.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0783695** e o código CRC **228E7698**.

## RESUMO

O nióbio é encontrado na natureza na forma de minerais oxidados e geralmente em pequenas concentrações (<2%  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ). Para que se obtenha os produtos comercializáveis é necessário processamento industrial dos minérios que contêm o metal, envolvendo etapas de concentração mineral, refino e metalurgia. Um dos principais elementos deletérios que o minério apresenta é o fósforo. O teor deste contaminante é o principal diferencial competitivo das ligas de FeNb. Este trabalho tem como objetivo caracterizar os minerais portadores de fósforo da mina de nióbio de Araxá. Compreender a fonte do elemento fósforo é uma informação muito valiosa para definição de adequados parâmetros operacionais nas unidades de concentração e de refino da linha de produção de FeNb.

## **ABSTRACT**

Niobium is found in nature in the oxide form and generally in low concentration (<5%  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ). In order to obtain marketable products, industrial processing of ores containing the metal is necessary. One of the main deleterious elements that the ore presents is phosphorus. The content of this contaminant is the main competitive advantage of FeNb alloys. This work aims to characterize the phosphorus-bearing minerals from the Araxá niobium mine. Understanding the source of the phosphorus element is very valuable information for defining adequate operational parameters in the concentration and refining units of the FeNb production line.

## SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>RESUMO.....</b>   | <b>2</b>  |
| <b>1 INTRODUÇÃO.....</b>   | <b>4</b>  |
| <b>2 OBJETIVOS.....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>2.1 OBJETIVO GERAL.....</b>   | <b>8</b>  |
| <b>2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>3.1 GEOLOGIA E MINERALOGIA.....</b>   | <b>9</b>  |
| <b>3.2 O GEOLOGIA DA MINA DE ARAXÁ.....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>3.3 PROCESSO DE PRODUÇÃO DA LIGA FERRO NIÓBIO.....</b>                                    | <b>13</b> |
| <b>3.3.1 OPERAÇÃO DE MINA.....</b>   | <b>14</b> |
| <b>3.3.2 CONCENTRAÇÃO.....</b>   | <b>15</b> |
| <b>3.3.3 REFINO PIROMETALÚRGICO.....</b>   | <b>16</b> |
| <b>3.3.3.1 TERMODINÂMICA DA REDUÇÃO DE FOSFATOS PELO CARBONO.....</b>                        | <b>18</b> |
| <b>3.3.4 METALURGIA E BRITAGEM.....</b>  | <b>20</b> |
| <b>3.4 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE MINÉRIOS DE NIOBIO E DE SEUS<br/>CONCENTRADOS.....</b> | <b>21</b> |
| <b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>  | <b>25</b> |
| <b>4.1 CARACTERIZAÇÃO.....</b>   | <b>25</b> |
| <b>4.2 TESTES DE BANCADA DE FLOTAÇÃO.....</b>  | <b>29</b> |
| <b>5 CRONOGRAMA.....</b>   | <b>31</b> |
| <b>6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>   | <b>32</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

O Brasil ocupa posição de protagonismo na produção e comercialização do nióbio. Segundo Mineral Commodity Summaries em 2021(U.S. GEOLOGICAL SURVEY) o Brasil ocupou a posição de líder global e responsável por 88% da produção mundial do nióbio, seguido pelo Canadá com 10%.

O metal foi descoberto em 1801 pelo químico inglês Charles Hatchett (1765-1847) durante análise de uma rocha do acervo do museu de Britânico. Recebeu nome Nióbio devido grande similaridade ao tântalo. Na mitologia grega Níobe foi filha de Tântalo. Apesar da descoberta em 1801, foi somente a partir da década de 1950 que ocorreu início do interesse pelo metal, pois o nióbio não era produzido em escala industrial. Neste período dois importantes fatos foram catalizadores deste interesse, a descoberta da mina de pirocloro de Araxá pelo Geólogo Djalma Guimarães e a corrida aeroespacial dos tempos de Guerra Fria. (FERNANDES et al., 2011)

O nióbio é um sólido metálico, macio, dúctil, de elevado ponto de fusão (um dos maiores do quadro periódico) que é resistente à corrosão devido à formação de uma película superficial de óxido, chamada de camada de passivação. Quando combinado, exibe vários estados de oxidação, sendo o +5 o mais comum. À temperatura ambiente, o metal não reage com hidrogênio, ar, água ou ácidos, exceto o fluorídrico e sua mistura com o ácido nítrico. Sob aquecimento, reage com a maioria dos elementos não metálicos, gerando produtos que frequentemente são intersticiais e não estequiométricos. Nessas condições, também é resistente ao ataque de bases fundidas, mas não a ácidos minerais (GREENWOOD, 2003).

Além de ser o mais leve dos metais refratários, é considerado hoje um metal estratégico por suas propriedades de resistência quando submetido a alta temperatura e a corrosão. Outra vantagem é sua elevada temperatura de fusão (2468 °C), que lhe faculta ser utilizado em ligas empregadas em aplicações de alta temperatura. Igualmente significativo é o fato de o nióbio desenvolver propriedades supercondutoras quando submetido a temperaturas inferiores a -264°C. (SEER et al.,2018).

O nióbio é comercializado em diversas maneiras para diferentes aplicações, a forma mais comum é a liga FeNb (~65% de Nb) que tem como destino a siderurgia. O nióbio pode ser utilizado na otimização do processamento do aço, acarretando maior

produtividade a custos menores. No aço, o nióbio usualmente é adicionado em pequenas quantidades – abaixo de 0,1% – e, por isso, o elemento é classificado como microligante desses materiais. A adição pode ser pequena, mas os benefícios são sentidos não só nas propriedades finais do material, como maior resistência mecânica e tenacidade, como também em seu processamento. De maneira geral, o uso de nióbio auxilia na obtenção de um produto mais homogêneo, contribuindo para um processo mais estável, o que garante reprodutibilidade das propriedades finais do material. (CBMM , 2018).

Também é vendido em ligas especiais FeNb VG (*Vacum grade*), NiNb VG(*Vacum grade*), destinadas para o mercado de superligas para aplicação na indústria aeronáutica. O nióbio é um componente essencial das superligas utilizadas na produção dos motores a jato comerciais e militares. O motor a jato mais comumente utilizado no mercado, hoje, contém cerca de 300 kg de nióbio. O nióbio permite que as turbinas das aeronaves mantenham uma performance estável e um aumento de eficiência em temperaturas extremas e em ambientes propensos à corrosão. (CBMM , 2018). Outra forma comercial deste elemento o óxidos de Nióbio ( $Nb_2O_5$ ) o pentóxido de nióbio é utilizado na obtenção de cerâmicas eletrônicas, lentes óticas, sensores de pH e em filtros especiais para receptores de TV, dentre outras aplicações (Zurer, 2003). Por último pode ser comercializado na forma metálica com elevado grau de pureza (acima de 99,5%). O nióbio metálico é um supercondutor em baixas temperaturas e pode ser utilizado para construção de acelerador de partículas, ou em liga com titânio para bobinas de equipamentos de ressonância magnética.



**Figura 1 : Produtos de Nióbio - (Fonte: adaptado de CBMM, 2020).**

O nióbio é encontrado na natureza na forma de óxido e geralmente em pequena concentração (<5% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Para que se obtenha os produtos comercializáveis é necessário beneficiamento industrial dos minérios que contêm o metal.

Já foram descritas mais de 90 espécies minerais de nióbio na natureza, os minerais mais comuns são a columbita-tantalita (Fe,Mn)(Nb,Ta)<sub>2</sub>O<sub>6</sub>, com teor máximo de 76% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; o grupo do pirocloro (Na<sub>2</sub>,Ca)<sub>2</sub>(Nb,Ti)(O,F)<sub>7</sub>, com teor máximo de 71% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e a loparita (Ce,Na,Ca)<sub>2</sub>(Ti,Nb)<sub>2</sub>O<sub>6</sub>, com teor máximo de 20% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. O Pirocloro, que é o destacado neste trabalho, é um grupo mineral da classe dos óxidos, isométrico, de hábito octaédrico, que apresenta dureza relativa de 5 a 5,5 e densidade relativa de 4,5 g/cm<sup>3</sup>, com cores que variam de preto, castanho avermelhado a amarelado e verde. Seu nome vem do grego pyr – “fogo” e chloros – “verde”. O pirocloro caracteristicamente se decompõe em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. A variedade bariopirocloro (hidrokenopirocloro) possui dureza variando entre 4,5 e 5, densidade entre 3,85 e 4,15 g/cm<sup>3</sup>, brilho resinoso e cor variando entre verde acinzentado a amarelado, com teor máximo de 67% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. (SEER et al.,2018).

Durante o processamento industrial são necessárias diversas etapas para obtenção da liga metálica FeNb a partir do minério de pirocloro. É fundamental que se faça o refino do concentrado de nióbio já que a liga é produzida via aluminotermia, caso não se faça a extração anterior do fósforo este certamente irá fazer parte da composição química do produto final.

De maneira geral o fósforo é um elemento que prejudica as propriedades mecânica dos aços, as aciarias buscam cada vez mais insumos com maior pureza em seu portfólio. Os *grades* de FeNb tem como principal diferenciador o percentual de fósforo de sua composição. O teor de fósforo residual é um importante fator comercial fazendo com as empresas busquem incansavelmente aprimorar seus processos produtivos em busca de diferencial competitivo.

O processo utilizado para redução do teor de fósforo na CBMM em Araxá, é a carbortemia em fornos elétricos a Arco. A facilidade para redução de óxidos que contém P neste processo pode estar relacionada com o minério portador do fósforo.

Segundo FERREIRA NETO (2002) as principais fontes de fósforo da mina de pirocloro de araxá são aluminofosfatos provenientes da gorcexita e fósforo da composição da monazita. De acordo com o avanço da lavra espera-se a presença de

fosfato de cálcio proveniente da apatita. Elas apresentam redutibilidade distintas. Conhecer o mineral portador de fósforo se torna muito importante para aumentar a eficiência do processo de Desfosforação por redução carbotérmica. Atualmente a CBMM conta com análise de raio X para a rotina de alimentação na unidade de desforação. Encontrar uma relação entre elementos detectados via raio X e a fração mineralógica dos minerais portadores de fósforo, pode alterar o atual modelo de carga que considera apenas fósforo como parâmetro e não avalia a dificuldade de Desfosforação relacionada ao mineral portador.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho é identificar e caracterizar os minerais portadores de fósforo no minério de nióbio da mina de Araxá e seu comportamento nos processos produtivos. Esta informação é fundamental para aumentar a eficiência da linha de produção do FeNb.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Após a identificação e caracterização dos minerais portadores de fósforo pode-se:

- i) Definir capacidade do processo de flotação para gerir o teor de P do concentrado flutuado de nióbio produzido. Estabelecer o teor de P do concentrado como uma variável controlável do processo. Aumentando a eficiência de toda a linha de produção de FeNb.
- ii) Avaliar impacto da origem do P e suas fases cristalinas no processo de Desfosforação via redução carbotérmica. É possível, baseado na caracterização avaliar o impacto de onde está localizado o fósforo no processo de redução carbotérmica.
- iii) Estabelecer correlação de elementos químicos (obtidos via fluorescência de raios-X), e minerais presentes no concentrado dessulfurado que alimenta o processo de Desfosforação. Avaliar correlações entre análise químicas versus mineralogia presente.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 GEOLOGIA E MINERALOGIA

O Pirocloro,  $(\text{Na,Ca})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH,F})$ , é o predominante mineral portador de nióbio (SAMSONOV E KONSTANTINOV, 1959). O pirocloro é translúcido a opaco e pode ser preto a castanho, castanho chocolate, avermelhado marrom, laranja-âmbar ou laranja-avermelhado com brilho vítreo a oleoso. É frágil em tenacidade, com densidade variando de 4,45 a 4,90, dependendo da composição (SOCIEDADE MINERALÓGICA DA AMÉRICA, 2004-2014). A columbita,  $(\text{Fe,Mn})\text{Nb}_2\text{O}_6$ , é o segundo mineral mais comum contendo nióbio. É tipicamente preto a preto acastanhado em cor com brilho submetálico e gravidade específica de 5,3 a 7,3 g/cm<sup>3</sup>. (GIBSON, 2015).

Existem dois tipos predominantes de depósitos dos quais o pirocloro e a columbita podem ser extraídas economicamente (Perrault e Manker, 1981; Bulatovic, 2010):

1. Depósitos de carbonatito primários com um teor de de 0,5–0,7%  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , e contendo mais de 50% de minerais de carbonato. Esses depósitos podem ser categorizado como rico em calcita, rico em dolomita ou ferrocarnatito (rico em siderita, anquerita ou ferrodolomita).

2. Depósitos de pegmatito enriquecidos formados pela lixiviação de carbonato Proveniente de carbonatitos primários. Esses depósitos costumam ter 2 a 10 vezes mais nióbio que os carbonatitos primários (1,0 a 7,0%.  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ). Esses minérios enriquecidos são comumente associados a óxidos de ferro, fosfatos, barita, zircão e minerais de ganga de quartzo.

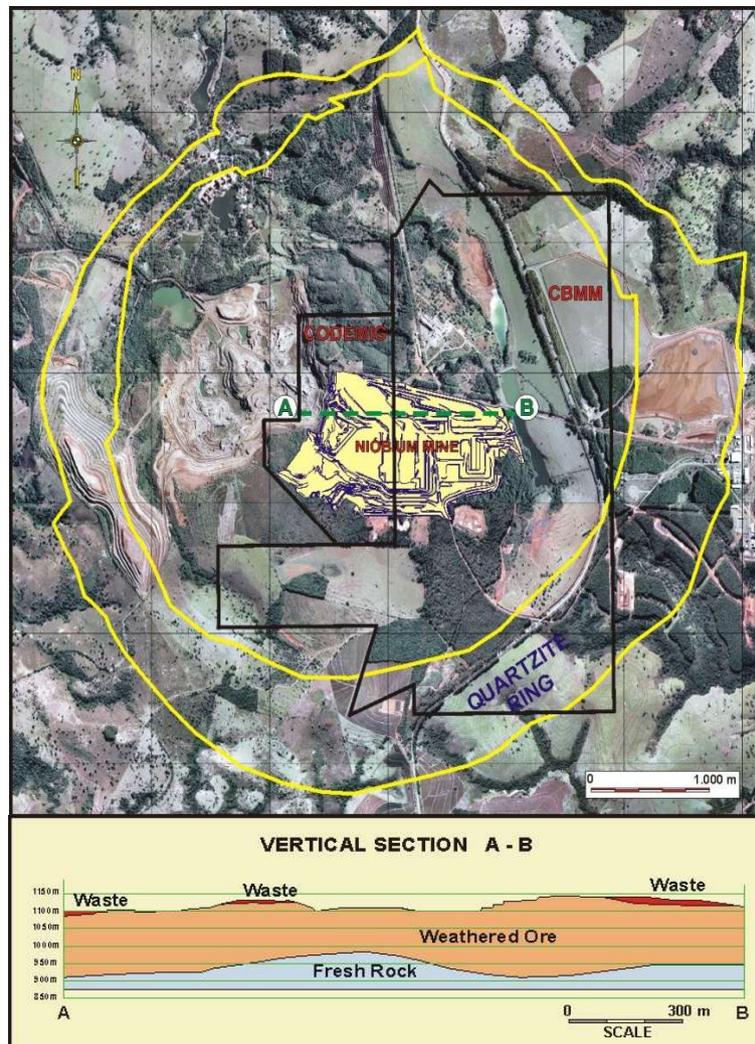
#### 3.2 O GEOLOGIA DA MINA DE ARAXÁ

O Complexo Alcalino-Carbonatítico de Araxá, com seus 4,5 km de diâmetro, é um dos mais importantes do mundo, pelos recursos minerais que contém. Situa-se nas imediações da cidade de Araxá, região denominada Barreiro, e se formou entre 77 Ma

e 97 Ma atrás. A região tem suas águas minerais já referenciadas na literatura desde o século 19, mas a mineralização de fosfato foi identificada na década de 1940 e a de nióbio em 1953, ambas pela equipe do geólogo Djalma Guimarães, trabalhando em um projeto do Conselho Nacional de Pesquisas em busca de recursos minerais radioativos no Brasil (SEER 2018).

O complexo de Araxá (16 km<sup>2</sup>) é constituído por carbonatitos na forma de um núcleo central e de complexa rede de diques concêntricos e radiais, além de pequenos veios; adicionalmente, ele contém rochas ricas em mica, foscritos e lamprófiros. Fenitos também ocorrem e estão representados principalmente por quartzitos e xistos proterozóicos do Grupo Araxá. As rochas híbridas contêm principalmente flogopita e tetraferroflogopita, respectivamente, como fases cumulus e intercumulus; minerais carbonáticos podem também estar presentes. Dados químicos indicam que os carbonatitos são fortemente enriquecidos em ETR e possuem teores mais baixos em Nb, Zr, V, Cr, Ni e Rb em relação às rochas mais ricas em mica. As concentrações mais altas em K, Nb e Zr dessas últimas poderiam ser atribuídas a processos metassomáticos (glimeritização) que teriam afetado os piroxenitos. O comportamento similar dos ETR nos carbonatitos e nas rochas ricas em mica parece sugestivo de que essas litologias estão relacionadas a um mesmo magma parental, possivelmente de composição ijolítica. O pronunciado fracionamento ETRLeves/ETRPesadas e os elevados teores em ETR de algumas amostras de carbonatitos poderiam estar ligados a processos de natureza hidrotermal ou mesmo supergênicos. (GIANBOSCO TRAVERSA et all, 2001)

Este complexo é distinguido pela extensão única de sua mineralização de nióbio, com um teor médio superior a 2,5% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e algumas zonas mineralizadas contendo até 5% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. A alta concentração de nióbio do depósito, localizado na região central parte da chaminé, é o resultado do intemperismo profundo e de uma forte enriquecimento da rocha carbonatítica original. Na zona mineralizada de pirocloro, também circular e com aproximadamente 1.800 m de diâmetro, este intemperismo atinge profundidades de mais de 100 metros, e em alguns lugares mais mais de 200 metros antes de encontrar rocha fresca (PARAISO FILHO 1981).



O minério é composto principalmente pelos minerais goethita, limonita, magnetita, barita, monazita, ilmenita, gorceixita, quartzo e o mineral portador de nióbio Pandalita, um bariopirocloro. (PARAISO FILHO 1981)

**Tabela 01:** Composição mineralógica média do minério da mina de Araxá (ISSA FILHO 2001).

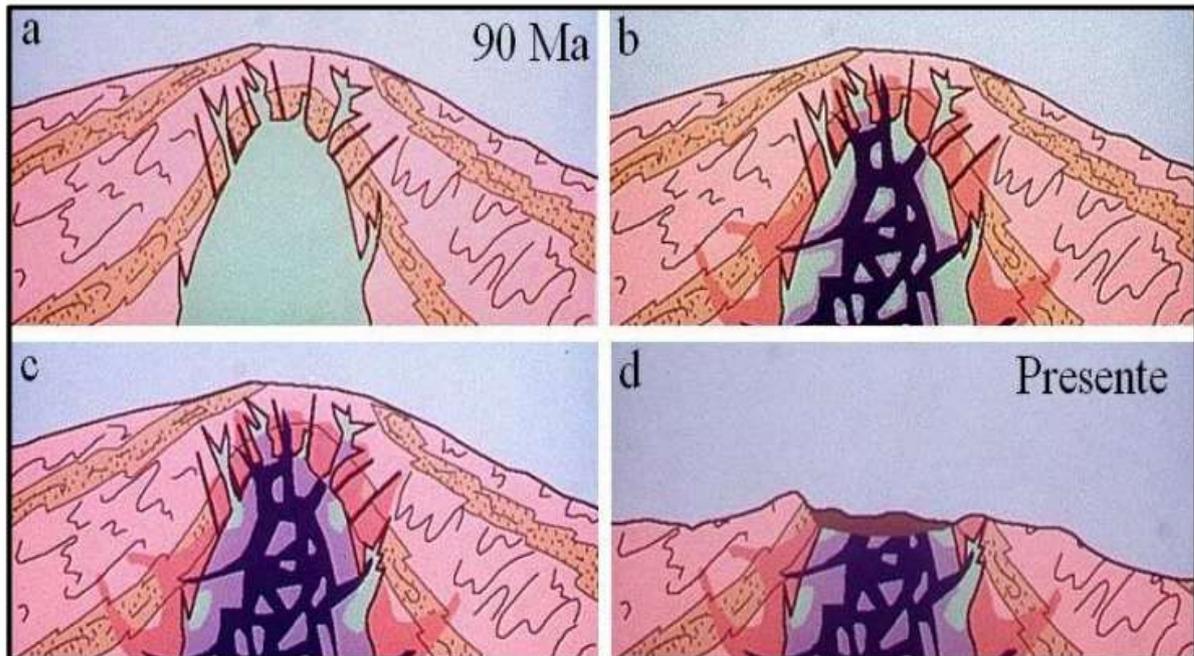
| Mineral  | Fórmula Química   | Proporção |
|--|---|-----------|
| Bariopirocloro   | Ba(Nb <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )OH                                     | 4 %       |
| Limonita, goethita<br>(incluindo sílica no plasma)         | FeO(OH)   | 36 %      |
| Barita   | BaSO <sub>4</sub>   | 20 %      |
| Magnetita (incluindo ilmenita em exsolução e martitização) | Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>  | 16 %      |
| Gorceixita   | BaAl <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> )(PO <sub>3</sub> OH)(OH) <sub>6</sub> | 6 %       |
| Monazita   | (Ce,La,Nd,Th)PO <sub>4</sub>  | 4 %       |
| Ilmenita   | FeTiO <sub>3</sub>  | 5 %       |
| Quartzo  | SiO <sub>2</sub>  | 4 %       |
| Outros   |   | 5 %       |

**Tabela 02:** Composição química média do minério da mina de Araxá (PARAISO FILHO 1981).

|                                  | % em Massa |
|----------------------------------|------------|
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>   | 3,0        |
| Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>   | Traços     |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>    | 3,32       |
| TiO <sub>2</sub>                 | 3,60       |
| SiO <sub>2</sub>                 | 2,38       |
| ZrO <sub>2</sub>                 | 0,20       |
| ThO <sub>2</sub>                 | 0,13       |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | 1,19       |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | 46,52      |
| (RE <sub>2</sub> )O <sub>3</sub> | 4,44       |
| SO <sub>3</sub>                  | 8,82       |
| BaO                              | 17,73      |
| MnO <sub>2</sub>                 | 1,82       |
| U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>    | 0,008      |
| LOI                              | 6,02       |
| Total                            | 99,178     |

Segundo Issa Filho et al. (1984), a estrutura de Araxá é típica de um complexo erodido composto pelas seguintes fases: (i) intrusão de rochas ultrabásicas duníticas e peridotíticas em meio à supracrustais (Figura 3.11a); (ii) intrusão do magma carbonatítico e início do metassomatismo das rochas ultrabásicas, gerando glimeritos

e fenitizando as rochas encaixantes (Figura 3.11b); (iii) glimeritização completa das rochas ultrabásicas e a fenitização das encaixantes, gerando núcleos de silexitos em meio aos quartzitos fenitizados (Figura 3.11c); (iv) erosão e intemperismo das rochas alcalinas, gerando um manto de intemperismo no qual ocorreu o enriquecimento residual de minerais resistentes (Figura 3.11d).



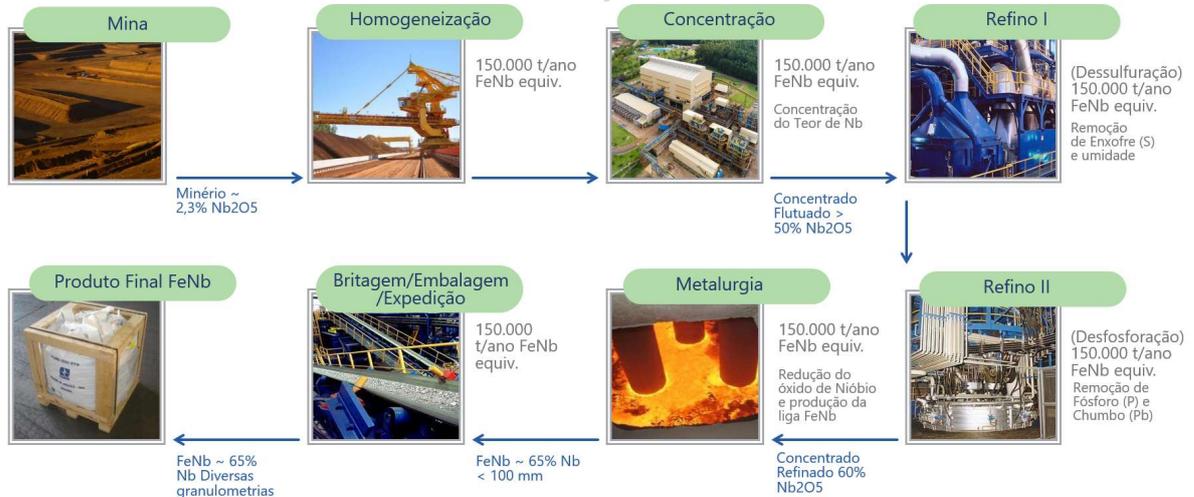
**Figura 3 : Fases do complexo carbonatítico de Araxá (Issa Filho et al., 1984)**

Segundo Lemos Júnior (2012) a mina de nióbio de Araxá constitui o maior pólo minerador de nióbio do mundo, onde anualmente são movimentadas cerca de 5 milhões toneladas de minério. As reservas do minério (presente tanto no manto intemperizado quanto na rocha sã) são de aproximadamente 438 milhões de toneladas com uma espessura de até 250 metros e teores médios de 2,5 a 3,0% de  $Nb_2O_5$ . Na rocha sã, o nióbio está presente em concentração média de 1,5% de  $Nb_2O_5$ , podendo chegar até 8%.

Testemunhos de perfuração a profundidades de 844m registram a presença de rocha mineralizada, que ainda pode estar presente em profundidades ainda maiores. (ISSA et al, 2001)

### **3.3 PROCESSO DE PRODUÇÃO DA LIGA FERRO NIÓBIO**

A figura 04 mostra as etapas necessárias para que se produza a liga FeNb do minério de pirocloro.



**Figura 4 : Processo de produção da liga FeNb (CBMM/Interno)**

### 3.3.1 OPERAÇÃO DE MINA

O minério é extraído da mina por meio de escavadeiras hidráulicas e transportado por caminhões de até 40 toneladas (Lemos Júnior, 2012). No entanto, o material contendo minério contém uma porcentagem variável de nióbio; por exemplo, na mina de bariopirocloro de Araxá, a porcentagem de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> varia de 1% a 7%, e esta variação não é adequada para processos seguintes. Para atenuar esta variação, uma etapa de homogeneização deve ser realizada. A Figura 4 apresenta o sistema mais comum para realizar esta etapa empregando uma pilha do tipo chevron, que envolve o posicionamento de várias camadas horizontais de material lavrado contendo diferentes porcentagens de minério. As camadas são depositadas uma sobre a outra por um empilhador de minério, formando uma pilha prismática. Após a pilha atingir uma certa altura, o minério é recuperado em seção vertical por um recuperador de minério de tal forma que uma fatia de todas as diferentes porcentagens de minério é removida ao mesmo tempo; essa fatia é misturada, formando um material homogêneo que é enviado para uma usina de concentração de minério (Nascimento, 2022)



**Figura 4 : Empilhamento e Retomada – Processo Chevron - CBMM**

### **3.3.2 CONCENTRAÇÃO**

A mineração e processamento de minérios de pirocloro começaram em Söve, Noruega, em 1953, uma vez que um processo foi desenvolvido para extrair nióbio do pirocloro. Atualmente, o beneficiamento de minerais de nióbio (Nb) de seus minérios é realizado principalmente por flotação de espuma. Minérios de pirocloro ocorrem frequentemente com quantidades consideráveis de minerais de carbonato e sulfeto e são comumente atualizados por flotação mineral de carbonato reversa seguida de flotação de pirocloro a partir do rejeitos do circuito carbonático. Minerais de sulfeto (principalmente pirita) são flutuados antes da flotação de carbonato ou após a flotação de pirocloro. Minérios de pirocloro de depósitos enriquecidos contendo menos minerais de carbonato são atualizados por flotação direta de minerais de óxido de nióbio (GIBSON, 2015).

Segundo Lemos Jr (2012) o minério é submetido às seguintes etapas de beneficiamento: britagem, moagem, separação magnética, deslamagem e flotação. O minério é passado em um britador de rolos dentados, para destorroamento do material ou mesmo quebra de alguns pequenos blocos de rocha. Segue para os moinhos de Bolas realizado a úmido com água recirculada, onde as partículas sólidas são reduzidas a diâmetros inferiores a 0,104 mm, permitindo assim a liberação dos cristais de pirocloro. Dos moinhos de bolas, o minério, em forma de polpa, passa pelo separador magnético, sendo a magnetita removida do minério pelos rolos magnetizados. A magnetita removida é encaminhada por bombeamento para estoque específico. Na sequência do processo de beneficiamento, ocorre a deslamagem, na

qual o minério passa por baterias de ciclones, nas quais as frações granulométricas inferiores a 0,005 mm são direcionadas para flotação específica. A última etapa da concentração é constituída pela flotação, na qual as partículas de pirocloro são expostas a reagentes químicos e coletadas em bolhas geradas pela injeção de ar no fundo das células. As partículas sólidas não incorporadas pelas bolhas gasosas são removidas pela parte inferior das células, que é encaminhado por gravidade até a barragem de contenção de rejeitos.

O minério que contém aproximadamente 2,5% de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é concentrado para valores acima de 50% conforme tabela 03.

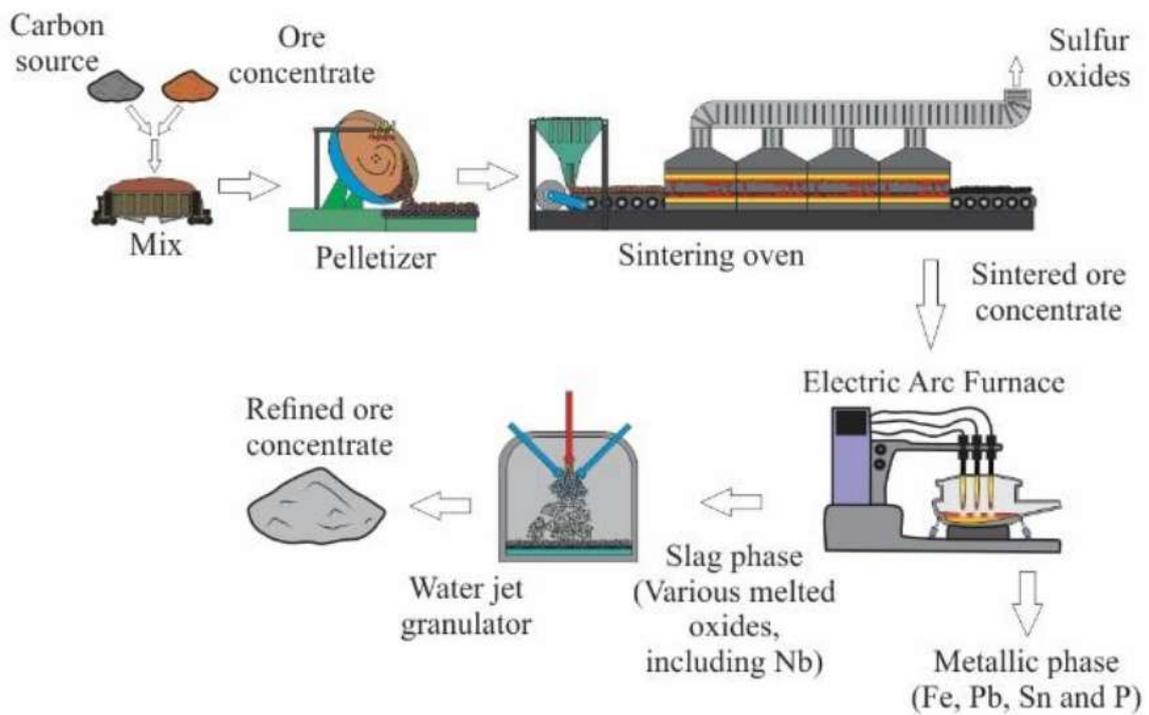
**Tabela 03:** Composição química média do concentrado flutuado da mina de Araxá (PARAISO FILHO 1981).

|                                | <u>%</u>     |
|--------------------------------|--------------|
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 55 to 60     |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 2 to 8       |
| SiO <sub>2</sub>               | 0.1 to 0.5   |
| ThO <sub>2</sub>               | 2 to 3       |
| U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>  | 0.05 to 0.10 |
| P                              | 0.3 to 0.8   |
| S                              | 0.02 to 0.2  |
| Pb                             | 0.2 to 1     |
| BaO                            | 15 to 18     |
| CaO                            | 0 to 0.2     |
| H <sub>2</sub> O               | 5 to 7       |

### 3.3.3 REFINO PIROMETALÚRGICO

Como o concentrado de pirocloro possui teores de enxofre, fósforo e chumbo muito superiores aos solitados pelos clientes (mercado siderúrgico) é necessário o refino deste concentrado antes da produção da liga FeNb.

O segundo Nascimento (2022) o refino pirometalúrgico ocorre em 02 etapas, Dessulfuração e Desfosforação.



**Figura 5 : Refino Pirometalúrgico – Nascimento et al, 2022**

Na unidade de dessulfuração, o concentrado de pirocloro e outros insumos são associados para a pelletização, sinterização (transformação de conjunto de partículas em corpo íntegro e de maior resistência mecânica por ação da temperatura), britagem e classificação promovendo a remoção de enxofre e água contidos no concentrado. (ALMEIDA, et al, 2019).

O processo de Desfosforação é responsável por realizar o segundo e último refino antes da produção de FeNb via aluminotermia. Esta etapa tem como objetivo retirar P e Pb do concentrado dessulfurado para que estes não façam parte do produto final. Este trabalho é focado na redução do elemento fósforo.

Como a etapa subsequente do processo é a produção de FeNb via aluminotermia, todo o fósforo do concentrado produzido vai para a liga metálica. Deste modo o teor de P do produto final é definido pela unidade de refino. Não há outra oportunidade de eliminar este elemento da linha de produção.

O refino ocorre em fornos elétricos a arco submerso. O concentrado dessulfurado é alimentado na forma de pelotas ou de sinter juntamente com a fonte de

carbono utilizada (coque ou carvão vegetal) . Esta mistura sólida forma uma pilha dentro do forno e é fundida até que toda massa fique líquida.

Segundo FERREIRA NETO (2002) o óxido de nióbio da matéria prima do processo de desfosforação está predominantemente na forma de niobato de bário proveniente do bariopirocloro, principal constituinte do concentrado. O ferro presente no concentrado de nióbio calcinado encontra-se na forma de óxidos de ferro livres, provavelmente provenientes da goethita e limonita do minério. Encontram-se também óxidos de ferro e titânio e óxidos complexos de ferro, titânio e/ou nióbio.

Na faixa de temperatura de operação (1400°C a 1500°C) Carbono não é capaz de reduzir o óxido de Nióbio ( $Nb_2O_5$ ) de maneira significativa. Ocorre, portanto uma redução seletiva de óxidos. O carbono adicionado reage no interior do forno com oxigênio formando monóxido de carbono. Este gás é o principal responsável pelo processo de Desfosforação. O óxido de ferro é reduzido pelo monóxido de carbono para ferro metálico.

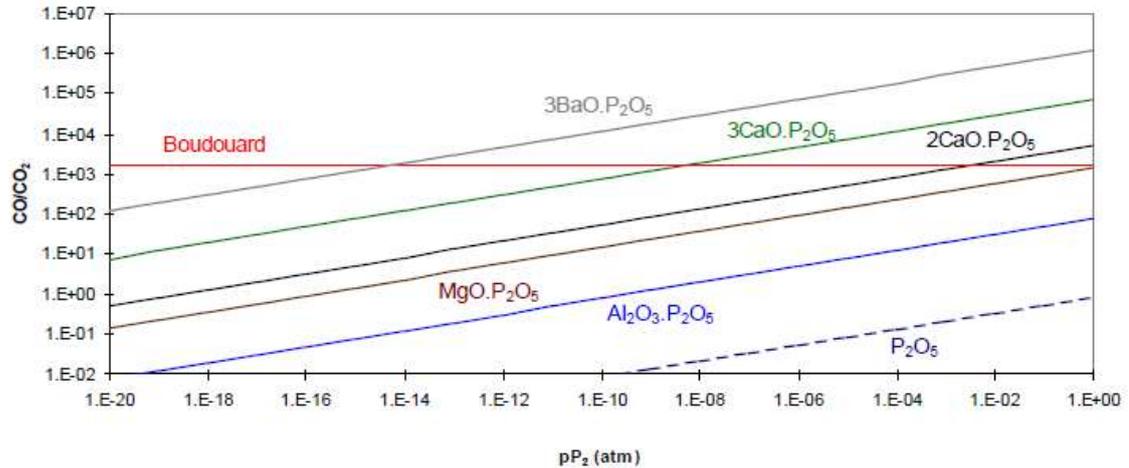
O fósforo está associado aos aluminofostatos presentes no minério (FERREIRA NETO 2002), esta fase complexa também sofre processo de redução. O fósforo reduzido é solubilizado pelo ferro metálico recém formado formando uma liga FeP. Estas gotas de FeP por apresentarem densidade mais elevada vão para o fundo do cadinho do forno elétrico. São formadas, portanto, duas fases principais, uma metálica no fundo do reator FeP e uma segunda fase constituída dos óxidos não reduzidos pelo carbono na temperatura de operação. Esta escória de menor densidade e rica em  $Nb_2O_5$  é o produto do processo. Desta maneira é possível separar o fósforo do óxido de nióbio.

O forno elétrico contém 02 furos de vazamento, o furo superior por onde é vazado o concentrado (escória), e o furo inferior por onde é vazado a liga FeP (15% de P). O processo é realizado em bateladas, e tem como etapas a alimentação a fusão e o vazamento do concentrado.

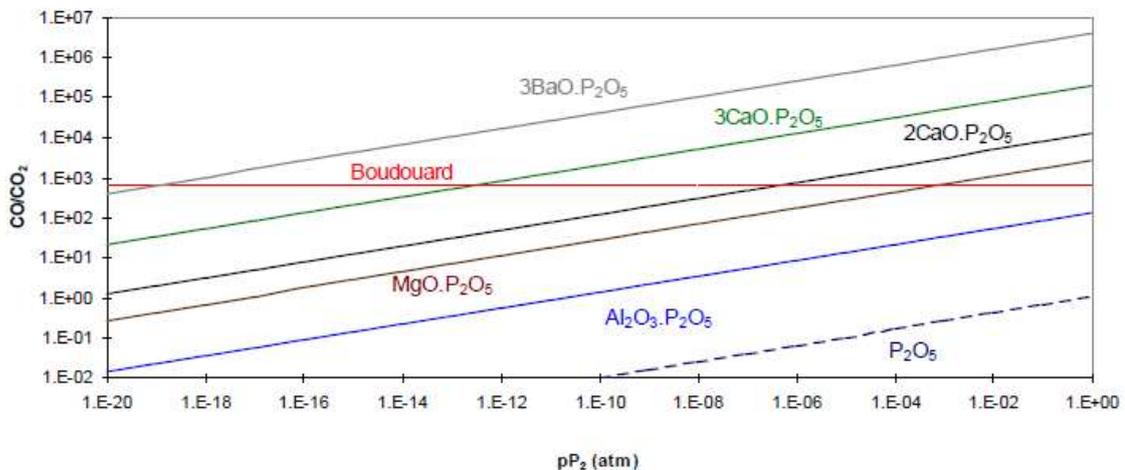
### **3.3.3.1 TERMODINÂMICA DA REDUÇÃO DE FOSFATOS PELO CARBONO**

Segundo FERREIRA NETO 2002 a estabilidade relativa de alguns fosfatos pode também ser avaliada com base na pressão parcial de  $P_2$  de equilíbrio em função da relação  $CO/CO_2$  nas temperaturas de 1150°C e 1250°C, como pode ser observado na figura 36. Na mesma figura é apresentada a relação  $CO/CO_2$  do equilíbrio de

Boudouard ( $p_{CO} + p_{CO_2} = 1 \text{ atm}$ ). Nesta figura, verifica-se que quanto menor a relação  $CO/CO_2$  menor a pressão parcial de  $P_2$  em equilíbrio com um determinado fosfato.



(1150°C)



(1250°C)

**Figura 6 : Correlação entre a relação  $CO/CO_2$  e a pressão parcial de  $P_2$  de equilíbrio para alguns fosfatos nas temperaturas de 1150°C e 1250°C. Nesta figura é apresentado também o equilíbrio de Boudouard ( $p_{CO} + p_{CO_2} = 1 \text{ atm}$ ). FERREIRA NETO 2002**

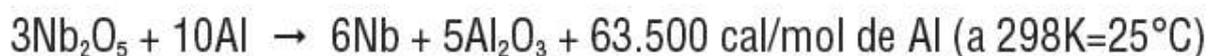
Desta forma, com base na  $p_{P_2}$  é possível avaliar a incorporação de fósforo ao ferro. Esta incorporação será favorecida pela presença de fosfatos menos estáveis, elevada temperatura e condições mais redutoras (FERREIRA NETO, 2002).

É possível verificar a diferença de estabilidade para diferentes fontes de fósforo que estão associados a diferentes minerais. Na figura acima quanto mais alta a curva,

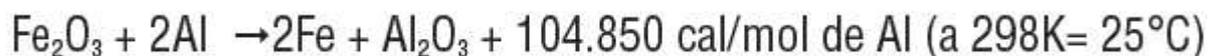
maior a dificuldade de redução do óxido por carbono (mais estável). Em geral a redução por carbono dos aluminofosfatos provenientes da gorcexita requer menor esforço do que a redução do fosfato de cálcio (apatita).

### 3.3.4 METALURGIA E BRITAGEM

Segundo Almeida (2019) na etapa de **metalurgia**, o concentrado desfosforado é adicionado aos insumos como alumínio e ferro para a chamada **redução aluminotérmica (ATR)**, que segue a equação abaixo:

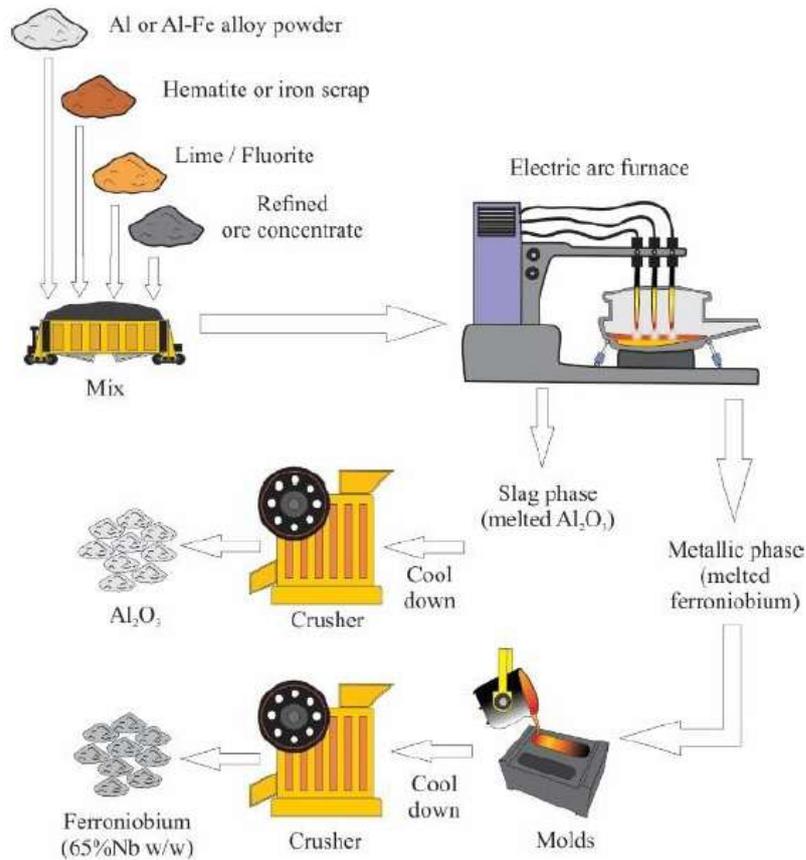


Durante a redução do concentrado de pirocloro, a quantidade de energia liberada pela reação não é suficiente para manter a mistura reacional no estado líquido mesmo em presença de ferro, adicionado para a diminuição do ponto de fusão da liga formada. Então, a separação da escória (impurezas) e do ferro-nióbio não é atingida e há grandes perdas de nióbio na escória. Escória é um subproduto composto pela mistura de óxidos metálicos e sílica -  $\text{SiO}_2$ , que pode conter também sulfetos metálicos e até elementos puros. Para resolver esta questão, é necessária uma energia extra para permitir a completa reação de redução, para fundir a carga e promover uma fase fundida a fim de separar o ferro-nióbio da escória, sendo a energia extra fornecida pela equação (Almeida, 2019):



A mistura fundida se separa em duas fases: uma fase de escória que contém principalmente alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e uma fase metálica contendo o ferronióbio líquido. A fase de escória é vazada pelo furo vazamento superior do forno, granulada e disposta em células, e a fase metálica ( $\text{FeNb}$  metal de interesse) é direcionada para moldes e após o resfriamento, é desmoldada e britada até o tamanho adequado conforme figura 6 (Nascimento 2022).

Fluoreto de cálcio e óxido de cálcio são geralmente adicionados à mistura aluminotérmica para baixar o ponto de fusão da escória e diminuir sua viscosidade, melhorando assim a separação do ferro-nióbio da escória. (Almeida, 2019)

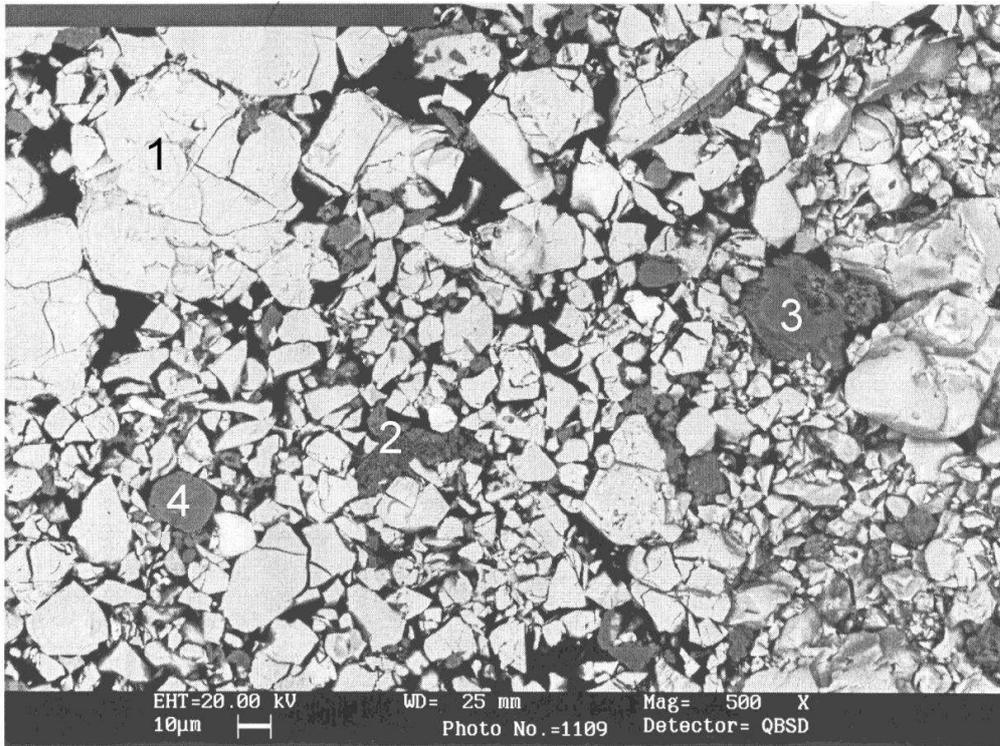


**Figura 7 : Metalurgia – Nascimento et al, 2022**

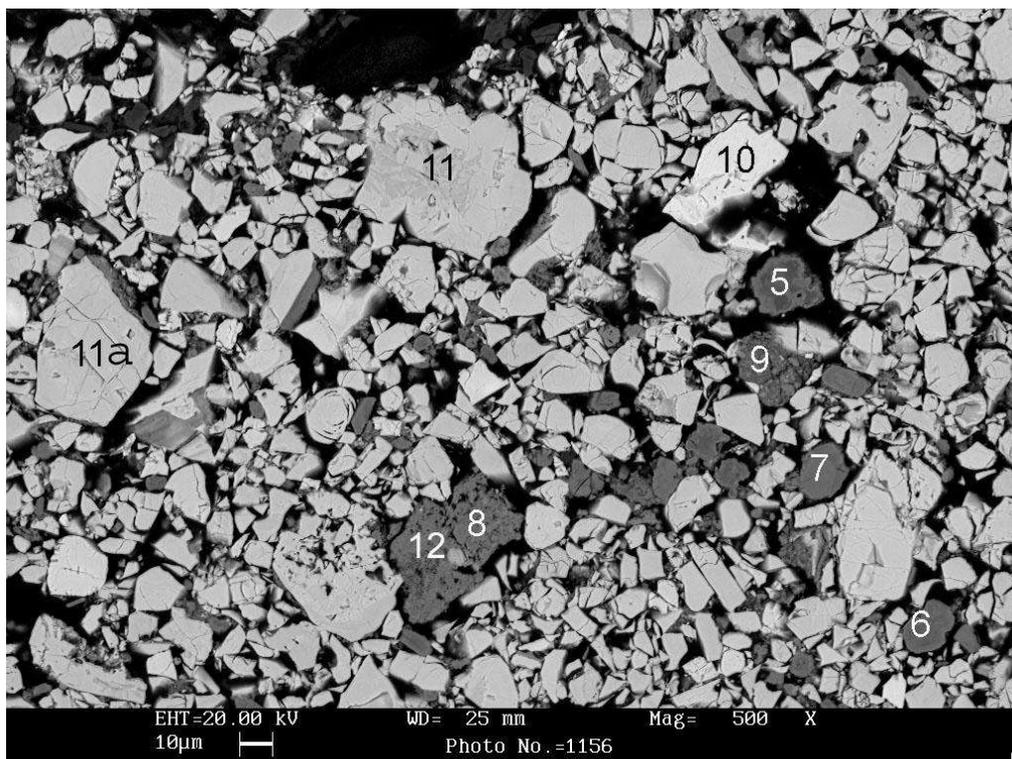
Após o resfriamento do FeNb não é possível realizar alteração de sua composição química. A etapa final é a britagem, peneiramento e envase do FeNb de acordo com a especificação do cliente. A liga é usualmente comercializada na frações de 0 a 50mm.

### **3.4 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE MINÉRIOS DE NIOBIO E DE SEUS CONCENTRADOS**

Ferreira Neto (2002) observou em imagens de elétrons retroespalhados do concentrado flutuado de nióbio diversas fases distintas conforme imagens abaixo:



**Figura 8:** Imagem de elétrons retroespalhados do pó de concentrado não calcinado. 1 – partícula rica em Nb e Ba; 2- óxido de ferro hidratado; 3- óxido/hidróxido de Al, P e Ba e 4-óxido/hidróxido de Al, P, Ba e Fe. (FERREIRA NETO 2002)



**Figura 9:** Imagem de elétrons retroespalhados do pó de concentrado não calcinado. 5, 6 e 7- óxido/hidróxido de P, Al e Ba; 8 e 9- óxido/hidróxido de Al, P, Ba e Fe; 10- óxido/hidróxido de Pb, Nb e Ba; 11 e 11a- partículas ricas em Nb e Ba e 12- óxido de ferro hidratado. (FERREIRA NETO 2002)

Ferreira Neto (2002) classifica as fases como:

1 - Fase Predominante de cor clara: Partículas de óxidos/hidróxidos de Ba e Nb – Bariopirocloro. Exemplos: Identificação 1 (Figura 7) e 11 (Figura 8).

| Identificação | Nb   | Ba   | Ti  | Th  | Ce  | O    |
|---------------|------|------|-----|-----|-----|------|
| 1             | 42,6 | 14,5 | 1,2 | 2,2 | -   | 39,2 |
| 11            | 40,8 | 14,0 | 1,8 | 1,9 | 1,7 | 41,8 |
| 11a           | 40,9 | 14,4 | 2,0 | -   | 2,3 | 41,2 |

**Tabela 04:** Composições químicas das partículas de óxidos/hidróxidos de Nb e Ba (%). (FERREIRA NETO 2002)

Composição química dentro do esperado para o Bariopirocloro.

2 - Partículas porosas escuras

Óxidos de ferro (hidratados) – provável origem: Goethita e/ou Limonita

| Identificação | Fe   | Al  | O    |
|---------------|------|-----|------|
| 2             | 57,6 | 1,3 | 36,8 |
| 12            | 45   | -   | 51,8 |

**Tabela 05:** Composições químicas das partículas de óxidos de Fe hidratados (%). (FERREIRA NETO 2002)

3 - Partículas densas escuras

Óxido/hidróxidos de P, Al e Ba – provável origem: gorceixita.

Exemplos: Identificação 3 (Figura 7) e 5, 6 e 7 (Figura 8)

| Identificação     | P    | Al   | Ba   | Sr  | Fe  | Nb  | O    |
|-------------------|------|------|------|-----|-----|-----|------|
| 3                 | 11,2 | 14,5 | 12,0 | 4,3 | 1,2 | 1,5 | 54,1 |
| 5 (região clara)  | 10,3 | 15,9 | 9,4  | -   | -   | 1,8 | 61,8 |
| 5 (região escura) | 10,7 | 14,5 | 4,1  | 7,7 | -   | 1,3 | 60,8 |
| 6                 | 9,5  | 12,8 | 11,2 | 1,3 | 6,5 | 1,0 | 57,1 |
| 7                 | 10,3 | 14,2 | 17,2 | -   | -   | 2,7 | 55,6 |

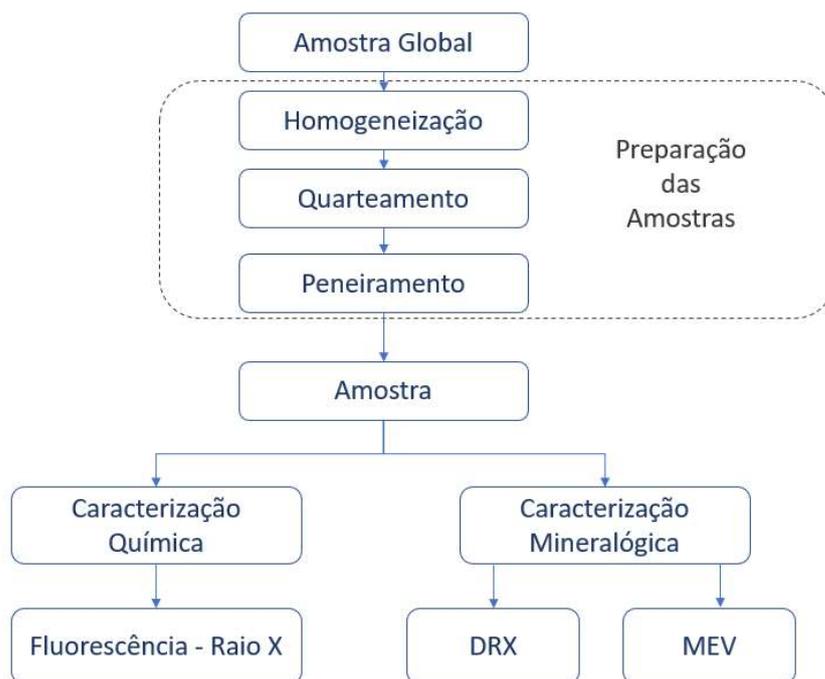
**Tabela 06:** Composições químicas das partículas de óxidos/hidróxidos de P, Al e Ba (%).(FERREIRA NETO 2002)

Segundo Ferreira Neto (2002) baseado nestes resultados verifica-se que as partículas predominantes contendo Nb e Ba são correspondentes ao bariopirocloro (~44% Nb) e (~15% Ba), enquanto que as partículas mais ricas em P contêm concentrações elevadas de Al, Ba e Fe, sendo correspondentes provavelmente a gorceixita [(Ba,Ce) (Al,Fe)<sub>3</sub> (PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (OH)<sub>5</sub>.H<sub>2</sub>O], onde o Sr pode substituir parcialmente o Ba. Estas partículas são relativamente densas, apresentando aparentemente uma baixa porosidade. Verificam-se também partículas contendo predominantemente Fe e O. São provavelmente os óxidos hidratados de Fe, provavelmente goethita e/ou limonita, conforme a composição mineralógica do minério apresentada na tabela 1.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO

A caracterização seguirá os passos do fluxograma:



Serão coletadas amostras de minério e concentrado flutuado nas planta da CBMM utilizando amostradores gravitacionais de polpa da Essa-FLSmidth.



**Figura 10 : Amostrador Gravitacional Essa-FLSmith – Esquema e Equipamento no campo**

As análises químicas quantitativas serão determinadas através de fluorescência de raios X, feitas em pastilhas fundidas, utilizando um espectrômetro Axios, marca Panalytical.

A Fluorescência de Raios-X é um método analítico empregado para determinação da composição química de materiais em geral. É uma técnica empregada em diversas áreas, tais como: pesquisa geológica, mineração, metalurgia, cimenteiras, indústria cerâmica, indústria petroquímica, metais preciosos, indústria alimentícia e farmacêutica e pesquisas de novos materiais. Pode-se analisar sólidos, pós e líquidos, bem como espessuras e composição de camadas, pós depositados em filtros e plásticos. Os raios-X são produtos da colisão de elétrons com átomos, e obtidos através do bombardeamento de um alvo (geralmente Rh, Cr ou W) por um feixe de elétrons proveniente de filamento aquecido (cátodo).

Uma diferença de potencial aplicada acelera os elétrons, fazendo com que o impacto com alvo seja forte o suficiente para remover elétrons da camada mais interna do átomo. O elétron removido é substituído por um elétron de uma camada mais externa (e portanto mais energético), sendo a diferença de energia liberada na forma de fótons. O espectro obtido (radiação primária) dessa colisão possui um número discreto de comprimentos de onda de várias intensidades (espectro característico)

sobrepondo-se a uma banda contínua de radiação (radiação branca). Quando, através de uma pequena abertura num tubo produtor de raios-X, a radiação incide sobre algum tipo de material, um grande número de fenômenos ocorre, sendo dois de interesse analítico: Absorção de raios-X e Difração de raios-X.

Para a Fluorescência de Raios-X, a energia dos fótons proveniente da radiação secundária é direcionada até detectores que a convertem em pulsos elétricos mensuráveis, que são então utilizados para quantificação dos elementos de interesse, através de comparação com padrões de referência.



**Figura 11 : Raio X - Marca Panalytical**

As fases mineralógicas serão identificadas através de difração de Raios-X (DRX). Quantificando as fases pelo método de Rietveld de refinamento.

As amostras serão homogeneizadas e posteriormente pulverizadas em pistilo de ágata até obtenção de granulometria ideal para a análise. serão coletadas alíquotas, as quais serão prensadas em um porta-amostras do tipo vazado utilizando-se o método de montagem back loading.

Análises de difração de raios-x serão efetuadas pelo método do pó, em um difratômetro D8 Advance da marca Bruker operando com radiação de CuK $\alpha$  e detector Lynxeye XE sensível à posição.

A coleta dos difratogramas será realizada no intervalo de 10 a 70°, sendo que neste intervalo obtem-se leitura total de 3080 Steps, sendo o Time/Step de 0,4 segundos e o incremento utilizado de 0,02°.

A identificação de fases cristalinas será realizada por comparação dos difratogramas com o banco de dados PDF2 do ICDD (International Center for Diffraction Data) usando o software DiffracEva e quantificação, pelo método de Rietveld.



**Figura 12 : Difratômetro D8 Advance da marca Bruker**

Para gerar as imagens de micrografia na avaliação de microestruturas será utilizado Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), equipamento Quanta-450 da marca FEI acoplado com a sonda EDS. Serão obtidas micrografias através do Detector de Elétrons Secundários (SE) e Elétrons Retroespalhados (BSE).

Para análises microestruturais e semiquantitativas, após homogeneização da amostra, pequena quantidade das amostras serão depositadas sobre pasta de carbono e secas à temperatura ambiente.

As amostras serão analisadas em um microscópio eletrônico de varredura, modelo QUANTA 450, produzido pela FEI COMPANY™, acoplado a um sistema de EDX da EDAX-AMETEK™. As análises foram feitas utilizando uma voltagem de aceleração dos elétrons de 25 kV e uma distância de trabalho na faixa de a 10 a 12 mm.



**Figura 13 : Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), equipamento Quanta-450 da marca FEI**

Serão obtidas micrografias através do Detector de Elétrons Secundários (SE) e Elétrons Retroespalhados (BSE). O SE apresenta melhor o relevo da amostra enquanto o Detector de Elétrons Retroespalhados (BSE) gera imagens em função do número atômico (composição química), onde os contrastes de cinza correspondem as diferentes fases.

Serão realizadas análises pontuais das principais fases encontradas em cada amostra. O critério utilizado para seleção das análises pontuais foi diferença de tons das imagens de elétrons retroespalhados e acabamento superficial das partículas (compactadas ou rugosas). Também será realizado mapeamento de algumas regiões dos principais elementos encontrados nas análises pontuais.

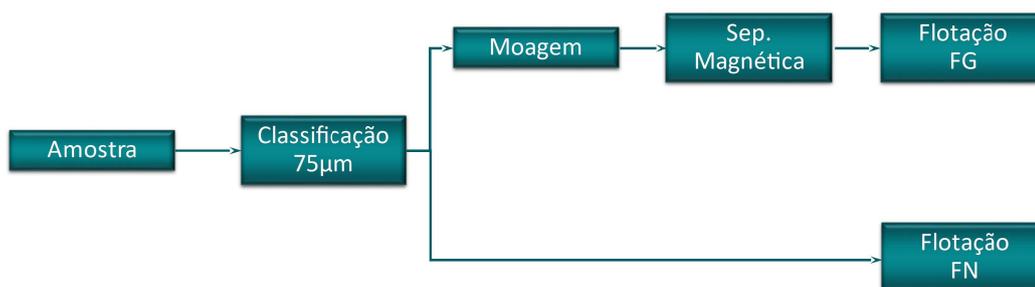
## **4.2 TESTES DE BANCADA DE FLOTAÇÃO**

O protocolo para caracterização tecnológica de amostras oriundas da mina apresenta 5 técnicas utilizadas para determinação do potencial de recuperação de nióbio nas diferentes etapas do processo de planejamento e concentração. Para as atividades de caracterização geometalúrgica é utilizado o procedimento definido como “Teste Padrão”, desenvolvido para gerar informações para o planejamento,

fornecendo dados sobre percentual de magnetita, partição de grossos e finos naturais e o desempenho destas frações no processo de flotação.

A amostra é inicialmente peneirada via úmido na malha de 42 $\mu$ m, onde a fração passante, denominada de FN é armazenada e a fração retida, denominada FG, segue para moagem em moinho de bolas e posteriormente para o processo de separação magnética de baixo campo, gerando dois produtos: rejeito magnético e produto não magnético. A massa e tempo de moagem foram ajustados para que o produto tenha D80 inferior a 75  $\mu$ m. A amostra do produto moído não magnético é então incorporada à fração FN, homogeneizada e peneirada em peneira de 20 $\mu$ m para retirada dos ultrafinos. A fração maior que 20 $\mu$ m é homogeneizada e retirada alíquota para o ensaio de flotação.

O ensaio de flotação em bancada é realizado em célula de flotação Modelo Brastorno com alíquotas de 1kg, condicionadas com os reagentes depressor e coletor a 40% de sólidos em peso na própria célula de flotação com um impelidor preparado para essa finalidade. Após o tempo de condicionamento, a polpa é diluída até aproximadamente 25% de sólidos em peso e a flotação é iniciada através da abertura da válvula de ar e o concentrado coletado até que se verifique o final da mineralização da espuma. Com o concentrado obtido na primeira etapa de flotação (rougher) são realizadas as etapas de flotação cleaner até a obtenção do concentrado final, tanto para a flotação de nióbio quanto de apatita e barita. As amostras obtidas nos ensaios de flotação em bancada são floculadas, desaguadas por decantação e secas em estufa. Após a secagem, as amostras são pesadas em balança de precisão e quarteadas para serem encaminhadas, juntamente com as amostras de rejeito magnético e ultrafinos, para o laboratório de análises químicas para as seguintes determinações: Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, OTR, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e BaSO<sub>4</sub> através da técnica de Espectroscopia de raios X.



**Figura 14 : Diagrama simplificado das etapas do Teste Padrão utilizado para caracterização de amostras de frente de lavra**

## 5 CRONOGRAMA

A tabela 04 descreve as macroatividades do projeto e a previsão de execução de cada uma destas.

| Atividades do Plano de Trabalho |  | 2024       |            |            |            |            |            | 2025       |            |            |            |            |            |
|---------------------------------|--|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
|                                 |  | JAN<br>FEV | MAR<br>ABR | MAI<br>JUN | JUL<br>AGO | SET<br>OUT | NOV<br>DEZ | JAN<br>FEV | MAR<br>ABR | MAI<br>JUN | JUL<br>AGO | SET<br>OUT | NOV<br>DEZ |
| 1                               | Escolha do tema e do orientador                  | X          | X          | X          |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
| 2                               | Revisões de orientação                           |            |            | X          | X          | X          |            |            |            |            |            |            |            |
| 3                               | Pesquisa bibliográfica                           |            |            | X          | X          | X          | X          | X          | X          | X          |            |            |            |
| 4                               | Coleta de Amostras e testes em laboratório       |            |            |            |            |            |            |            |            | X          | X          | X          |            |
| 5                               | Análise e interpretação dos resultados coletados |            |            |            |            |            |            |            |            |            | X          | X          |            |
| 6                               | Redação da versão final da Dissertação           |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | X          |            |
| 7                               | Revisão e entrega da Dissertação                 |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | X          |
| 8                               | Defesa da Dissertação                            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | X          |

**Tabela 04** – Descrição das Atividades do Plano de Trabalho do Pesquisador Janeiro 2024 até dezembro 2025.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ALMEIDA, Guilherme Camelier Almeida Nióbio: o elemento do século XXI / Guilherme Camelier Almeida – São Paulo: Sociedade Brasileira de Química, 2019.
- [2] ALVESS, A.R; COUTINHO, A.R,- Adilson Alves e Aparecido Coutinho - The Evolution of the niobium production in Brazil. *Materials Reserach*,18,106-112. 2015
- [3] BEJAR,N.O; Silva, C,A; Pereira, S. R. M. Parecer único de compensação ambiental GCA/DIAP N° 114/2012 2012, Instituto Estadual de Florestas – INEF, Araxá, 2012.
- [4] Bulatovic, S., 2010. Flotation of tantalum/niobium ores. *Handbook of Flotation Reagents:Chemistry, Theory and Practice. Flotation of Gold, PGM and Oxide Minerals vol. 2.Elsevier B.V.*, pp. 111–125.
- [5] CBMM – Relatório de Sustentabilidade - 2018
- [6] CBMM - Relatório de Sustentabilidade - 2020
- [7] FERREIRA NETO, João Batista; TAKANO, Cyro. Refino de concentrado de nióbio através de redução carbotérmica. 2002. Tese de Doutorado - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.
- [8] GIBSON S.A., THOMPSON R.N., LEONARDOS O.H., DICKIN A.P., MITCHELL J.G., 1995b. The Late Cretaceous impact of the Trindade mantle plume - evidence from large volume, mafic, potassic magmatism in SE Brazil. *J. Petrol.* p189-229.
- [9] GIBSON et al. / *International Journal of Mineral Processing - Niobium oxide mineral flotation: A review of relevant literature and thecurrent state of industrial operations*137 (2015) 82–97.
- [10] GREENWOOD, N.N. Vanadium to dubnium: from confusion through clarity to complexity. *Catalysis Today*, v. 78, p. 5-11, 2003.
- [11] ISSA FILHO, A., LIMA, P.R.A.S., DE SOUZA, O. M. (1984). Aspectos da geologia do complexo carbonatítico do Barreiro, Araxá, Minas Gerais, Brasil. In. *Complexos Carbonatíticos do Brasil: Geologia*, Brasília: CBMM.
- [12] ISSA F.; B.F. RIEFFEL; C. A FARIA SOUSA - some aspects of the mineralogy of cbmm niobium deposit and mining andpyrochlore ore processing – araxá, mg – brazil – 2001
- [13] LEMOS Jr, Marcos Lemos Jr, Estudos para avaliação da capacidade de reservatório de rejeitos de nióbio – REDEMAT – Dissertação de Mestrado. 2012
- [14] Mineralogical Society of America, 2004–2014. Pyrochlore. Retrieved February 5, 2014, from *Handbook of Mineralogy*:. <http://www.handbookofmineralogy.org/pdfs/pyrochlore.pdf> .
- [15] Memorando Técnico - Minerais portadores de Fósforo no minério da CBMM – DDPP – Departamento de Desenvolvimento de Processos e Produtos – 2018
- [16] NASCIMENTO P.H PEREIRA, C. MARQUES CURY, A. ANASTACIO DE CAMPOS2,G. ROGER POINTER MALPASS, E. ROBERTO ALVES - Production of niobium: overview of processes from the mine to products - *Journal of Mining and Metallurgy*, 58 A (1) (2022) 1 - 28

- [17] PARAISO FILHO, O. S.; FUCCIO JR, R.: Mining, ore preparation and ferroniobium production at CBMM; In: Niobium International Symposium, San Francisco, 1981. **Proceedings...**, AIME, p. 113-132.
- [18] PERRAULT, G., MANKER, E.,. Geology and mineralogy of niobium deposits. Niobium:Proceedings of the International Symposium. The Metallurgical Society of AIME - 1981, SanFrancisco, pp. 3–79.
- [19] SAMSONOV, G.V., KONSTANTINOV, V.I., Tantalum and Niobium. State Scientific TechnicalPublishing Literature on Ferrous and Non-ferrous Metallurgy, Moscow. 1959
- [20] SEER, H. J.. Evolução tectônica dos grupos Araxá, Ibiá e Canastra na Sinforma de Araxá, Minas Gerais. Tese de Doutorado. Universidade de Brasília. 1999
- [21] SEER H.J. & Moraes L.C. Recursos minerais de minas gerais – nióbio – CEFET-MG - 2018
- [22] SOUSA, R.M.F., FERNANDES, D.E., GUERRA, W.. Nióbio. Química Nova na Escola, 35, 1, 68-69. 2013
- [23] TRAVERSA G; C.B GOMES; P. BROTZU;N. BURAGLINT; L. MORBIDELLI; M. S. PRINCIPATO; S RONCA; E. RUBERTI - Petrography and mineral chemistry of carbonatites and mica-rich rocks from the Araxá complex (Alto Paranaíba Province, Brazil) - 2001
- [24] U.S. GEOLOGICAL SURVEY, Mineral Commodity Summaries, January 2022
- [25] ZURER, P.S.C. e WASHINGTON, P.T. Nióbio. Disponível em <http://pubs.acs.org/cen/80th/niobium.html#top>. Acessado em: 09 de fevereiro 2022.