

# **Estudo de Obtenção de Níquel Empregando Lixiviação Sob Pressão**

**Rômulo Boechat dos Santos**

Estagiário de nível superior, Eng. Química, UFRJ

**Ivan Ondino de Carvalho Masson**

Orientador, Eng. Químico, D. Sc.

**Flávio de Almeida Lemos**

Co-orientador, Eng. Químico, M. Sc.

## **Resumo**

A lixiviação ácida sob pressão (LAP) empregada em minérios de níquel lateríticos tem recebido considerável atenção nos últimos anos em virtude das elevadas recuperações de cobalto e níquel e da alta seletividade em relação ao ferro. O presente trabalho mostra um estudo preliminar dessa rota em minérios oxidados e silicatados de níquel, provenientes de Niquelândia-GO, onde foram analisados os efeitos da temperatura, do consumo de ácido sulfúrico, da relação sólido/líquido e do tempo reacional. Os resultados obtidos apresentam eficiências de extração superiores a 90% para níquel e cobalto na maioria dos ensaios realizados.

## **1. Introdução**

Os principais processos industriais empregados na obtenção de níquel são: a lixiviação amoniacal, a rota pirometalúrgica, a fusão de ferro-níquel e a lixiviação ácida sob pressão (LAP).

A primeira patente do processo utilizando a lixiviação amoniacal se deu em 1924, nos Estados Unidos (Andrade & Botelho, 1974). Nesse processo, o minério é submetido inicialmente a uma ustulação redutora, seguida de um resfriamento sob atmosfera não oxidante. O material resultante sofre uma lixiviação amoniacal utilizando uma solução de carbonato de amônio e posterior precipitação de níquel e cobalto. Os carbonatos são solubilizados para que empregando a técnica de extração por solvente se obtenha distintas soluções de sulfatos de cobalto e níquel que serão empregadas em processo eletrolítico para obtenção dos respectivos metais. Segundo BNDES (2000), entre as características do processo Lixiviação Amoniacal, encontram-se:

- Intensa demanda de energia;
- 75-80% de recuperação de níquel e 40-50% de recuperação de cobalto; e
- Baixo custo dos reagentes.

No processo de lixiviação ácida sob pressão (LAP) o minério inicialmente é submetido a uma etapa de cominuição onde é gerada uma polpa que alimenta as autoclaves de titânio da seção de lixiviação que operam em elevados valores de temperatura e pressão. Em seguida a suspensão gerada é neutralizada e passa por estágios de decantação onde se obtém o licor clarificado. O resíduo gerado, rico em ferro, é devidamente estocado em bacias de decantação. Em seqüência, é feita a remoção do cobre do licor clarificado para que

possa ser encaminhado a uma etapa de extração por solvente de cobalto, onde o níquel está contido no refinado. A partir das soluções purificadas de sulfatos de níquel e cobalto são produzidos os respectivos metais por processo eletrolítico (BNDES, 2000).

Georgiou & Papangelakis (1998) afirmaram que a lixiviação ácida sulfúrica sob pressão (LAP) é o processo preferencial de recuperação de níquel e cobalto para os minérios lateríticos. E prosseguiram, apontando as vantagens do processo LAP, que incluem:

- Para o minério laterítico, nenhuma etapa de secagem e redução é necessária;
- Alta seletividade é obtida devido à re-precipitação dos íons de ferro na forma de hematita;
- Não há produção de dióxido de enxofre; e
- Recuperações de mais de 95% de níquel e mais de 90% de cobalto podem ser encontradas.

Entretanto, a despeito de suas vantagens, o processo LAP esbarra-se em algumas dificuldades. Uma delas é em relação aos equipamentos – autoclave revestida de titânio, tanques de expansão, bombas, etc. Outra preocupação é o próprio meio reacional – altamente corrosivo e abrasivo. É importante também salientar que a manutenção de processos que operam em elevadas pressões é dispendiosa e apresenta um alto fator de risco.

## 2. Objetivo

O presente trabalho visa verificar a influência da temperatura, tempo de lixiviação, teor de sólido na polpa e consumo específico de ácido sulfúrico na extração de níquel e cobalto, empregando o processo de lixiviação ácida sob pressão.

## 3. Materiais e Métodos

No presente trabalho, utilizou-se os minérios oxidados e silicatados de níquel, provenientes de Niquelândia-GO, cedidos pela Companhia Níquel Tocantins (CNT) do grupo Votorantim. Foi realizado também um preparo “blend”, com 70% do minério oxidado de níquel e 30% do silicatado – porcentagem em massa. A Tabela 2 mostra a composição química dos minérios oxidado e silicatado de níquel e da mistura realizada:

Tabela 2. Composição química (% massa) dos minérios oxidados e silicatados de níquel.

Amostra	Ni (%)	Fe (%)	Co (%)	Cu (%)	MgO (%)	Mn (%)	SiO <sub>2</sub> (%)
Silicatado	2,74	16,22	0,13	0,45	11,89	0,42	40,52
Oxidado	0,60	50,54	0,12	0,15	1,42	0,99	3,53
Preparo “blend”	1,24	40,25	0,12	0,24	4,56	0,82	14,63

Como pode ser visto na Tabela 3, foram utilizadas diferentes condições para os minérios oxidados e silicatados e o preparo “blend”. As variáveis em estudo foram: porcentagem de sólidos, concentração de ácido sulfúrico,

temperatura e tempo de reação. Foram empregadas as eficiências de recuperação de Ni, Co e Fe como variáveis respostas. O planejamento dos experimentos adotado foi do tipo Plackett-Burman e as análises estatísticas realizadas com o “software” Statistic versão 5.1.

Tabela 3. Planejamento dos testes do minério oxidado e silicatado de níquel.

T e s t e	Minério Oxidado				Minério Silicatado				Preparo “blend”			
	% Sólidos	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Kg/t)	Temp. (°C)	Tempo (min)	% Sólidos	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Kg/t)	Temp. (°C)	Tempo (min)	% Sólidos	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Kg/t)	Temp. (°C)	Tempo (min)
1	35	328	250	90	35	350	250	120	35	335	250	90
2	40	328	250	120	40	350	250	150	40	335	250	120
3	35	350	250	120	35	450	250	150	35	380	250	120
4	40	350	250	90	40	450	250	120	40	380	250	90
5	35	328	280	120	35	350	280	150	35	335	280	120
6	40	328	280	90	40	350	280	120	40	335	280	90
7	35	350	280	90	35	450	280	120	35	380	280	90
8	40	350	280	120	40	450	280	150	40	380	280	120

Inicialmente, as amostras dos minérios foram devidamente homogeneizadas e quarteadas em quarteador tipo Jones. Os ensaios foram realizados em uma autoclave de titânio com capacidade de 450ml de marca Parr acoplada a um controlador de temperatura modelo 4842 e conduzidos em regime de batelada. Adicionou-se um volume total de 200ml de água destilada e ácido sulfúrico para a preparação das suspensões em todos os testes a qual foi agitada a uma rotação de 800rpm.

Ao final dos ensaios, filtraram-se as suspensões obtidas em filtro quantitativo, com auxílio de bomba de vácuo. O resíduo foi lavado com água destilada – obtendo-se um volume de aproximadamente 1500ml de água de lavagem – e em seguida seco em estufa.

Findados todos os ensaios, os licores, as águas de lavagem e os resíduos obtidos foram encaminhados à Votorantim Metais, para a determinação das composições químicas.

#### 4. Resultados

A massa de minério empregada em cada teste e dos resíduos obtidos, assim como a composição dos resíduos de lixiviação e as eficiências de extração de Ni, Co e Fe, são apresentadas na Tabela 4, na Tabela 5 e na Tabela 6, para os ensaios realizados com os minérios oxidados e silicatados e o preparo “blend”, respectivamente.

Para a análise estatística dos resultados obtidos, foi empregada uma significância de 95%. Em relação ao minério oxidado, pode-se afirmar que nenhuma variável foi significativa dentro dos níveis escolhidos, para as extrações de níquel, cobalto e ferro. Contudo, focando a extração de níquel e a não solubilização do ferro contido no minério, verifica-se que um aumento no consumo específico de ácido sulfúrico é favorável ao processo, como pode ser visto nos diagramas de paretos da Figura 1, Figura 2 e Figura 3.

Tabela 4. Composição dos resíduos de lixiviação e eficiências de extração para o minério oxidado.

Teste	Massa de minério (g)	Massa de resíduo (g)	Composição do resíduo				Eficiência de extração		
			Ni (%)	Co (%)	Fe (%)	H <sub>2</sub> O (%)	Ni (%)	Co (%)	Fe (%)
1	107,69	90,88	0,06	0,01	57,10	0,38	89,87	93,51	3,63
2	133,33	106,90	0,04	0,01	56,00	0,59	93,59	93,83	10,20
3	107,69	94,01	0,03	0,02	55,10	0,35	94,76	86,57	3,80
4	133,33	118,68	0,03	0,02	53,40	0,46	94,66	86,31	4,93
5	107,69	87,99	0,03	0,01	56,00	0,31	95,10	93,71	8,49
6	133,33	110,17	0,03	0,02	54,00	0,28	95,04	87,29	10,76
7	107,69	89,97	0,03	0,02	56,30	0,43	94,99	87,15	5,93
8	133,33	109,57	0,03	0,02	56,30	0,34	95,07	87,36	7,47

Tabela 5. Composição dos resíduos de lixiviação e eficiências de extração para o minério silicatado.

Teste	Massa de minério (g)	Massa de resíduo (g)	Composição do resíduo				Eficiência de extração		
			Ni (%)	Co (%)	Fe (%)	H <sub>2</sub> O (%)	Ni (%)	Co (%)	Fe (%)
1	107,69	94,02	0,68	0,05	22,01	1,71	78,31	65,90	0
2	133,33	112,29	0,61	0,04	19,93	0,92	81,23	73,68	0
3	107,69	85,57	0,27	0,03	20,31	1,14	92,16	81,38	0,50
4	133,33	104,63	0,27	0,02	19,61	0,63	92,26	87,74	5,12
5	107,69	85,95	0,6	0,04	19,93	0,75	82,50	75,06	1,93
6	133,33	105,79	0,51	0,06	18,24	0,49	85,22	62,81	10,77
7	107,69	83,62	0,23	0,02	18,92	0,56	93,47	87,87	9,43
8	133,33	106,22	0,22	0,02	19,26	0,45	93,60	87,55	5,40

Tabela 6. Composição dos resíduos de lixiviação e eficiências de extração para o preparo "blend".

Teste	Massa de minério (g)	Massa de resíduo (g)	Composição do resíduo				Eficiência de extração		
			Ni (%)	Co (%)	Fe (%)	H <sub>2</sub> O (%)	Ni (%)	Co (%)	Fe (%)
1	117,3	100,65	0,11	0,02	45,10	1,61	92,40	82,70	3,84
2	148,45	123,84	0,11	0,02	44,40	1,54	92,61	86,56	7,97
3	118,79	101,43	0,11	0,02	46,80	1,52	92,44	85,18	0,71
4	150,78	115,18	0,12	0,03	46,60	1,73	92,62	82,95	11,55
5	117,3	100,38	0,20	0,02	44,90	1,51	86,22	82,74	4,53
6	148,45	132	0,11	0,03	39,80	1,41	92,12	78,69	12,06
7	118,79	99,03	0,12	0,03	45,10	1,43	91,94	81,40	6,58
8	150,78	112,42	0,12	0,03	45,60	0,86	92,80	83,36	15,52

Em virtude do teor de Mg contido no minério silicatado ser mais elevado que no minério oxidado, o consumo específico de ácido passa a ser uma variável significativa, como pode ser vista na Figura 4 e na Figura 5. A

redução da temperatura e a elevação no tempo reacional são favoráveis para a lixiviação seletiva de cobalto e níquel, em função de propiciar uma menor solubilização dos íons de ferro, como indica os dados apresentados na Figura 6.

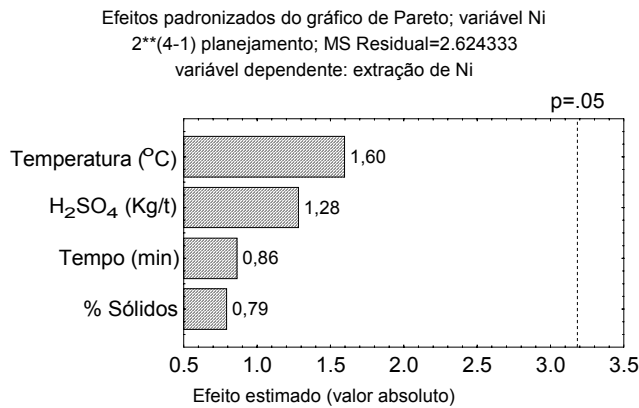


Figura 1. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Ni – minério oxidado.

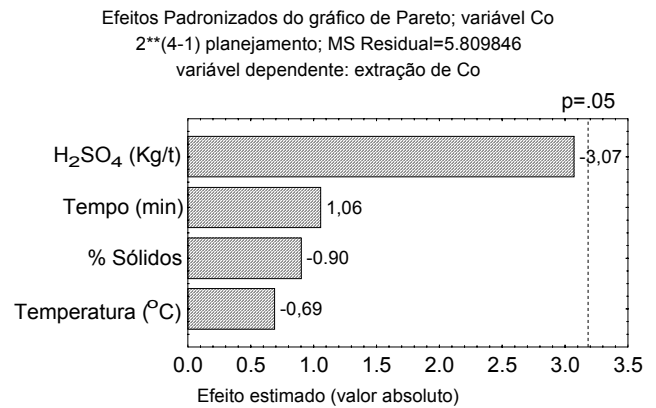


Figura 2. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Co – minério oxidado.

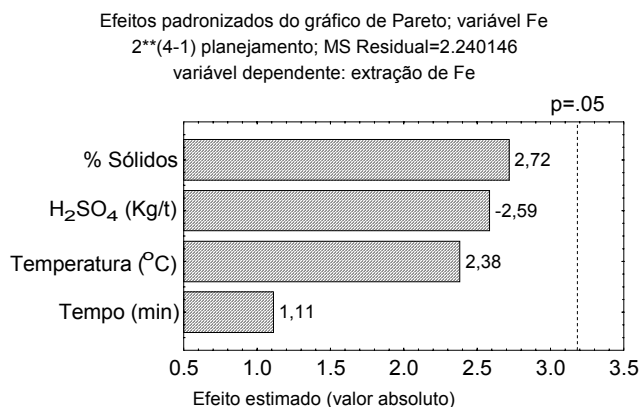


Figura 3. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Fe – minério oxidado.

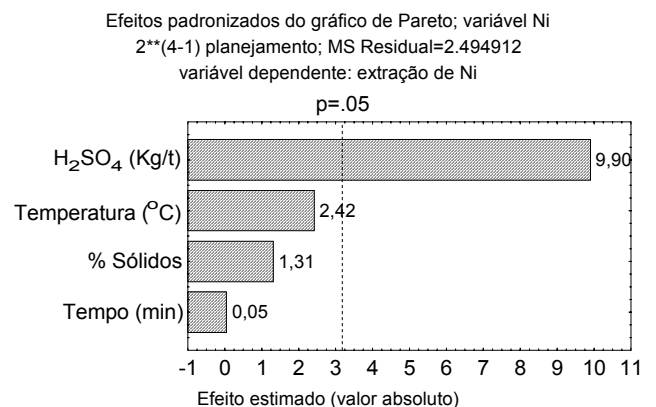


Figura 4. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Ni – minério silicatado.

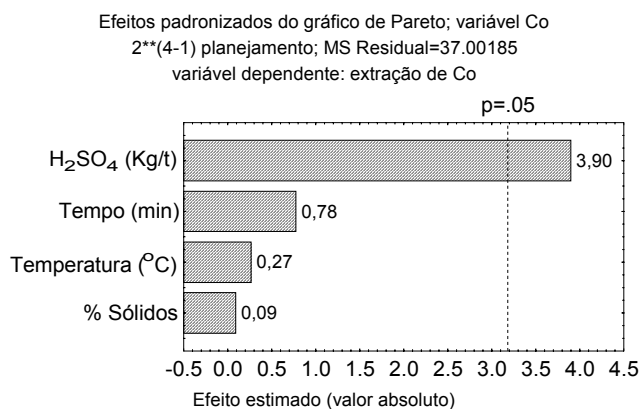


Figura 5. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Co – minério silicatado.

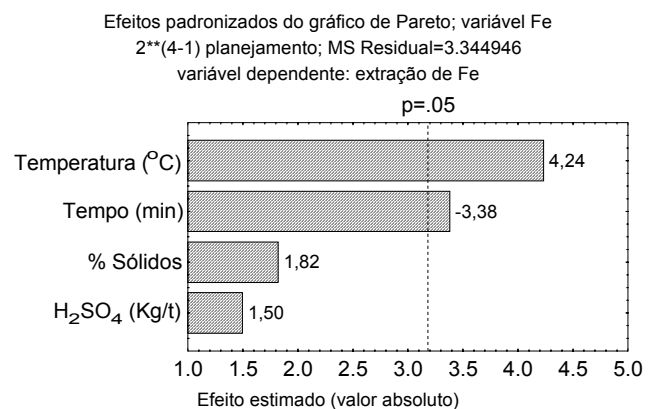


Figura 6. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Fe – minério silicatado.

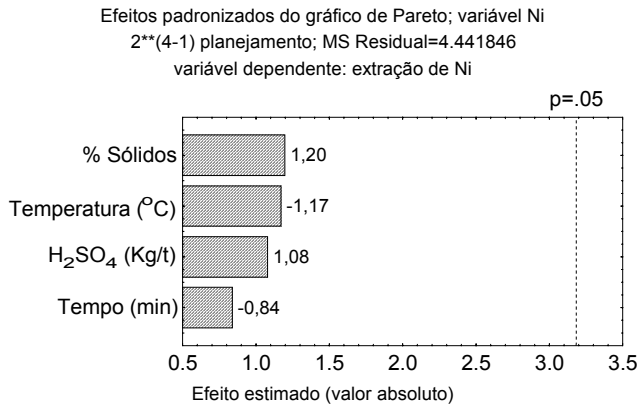


Figura 7. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Ni – preparo “blend”.

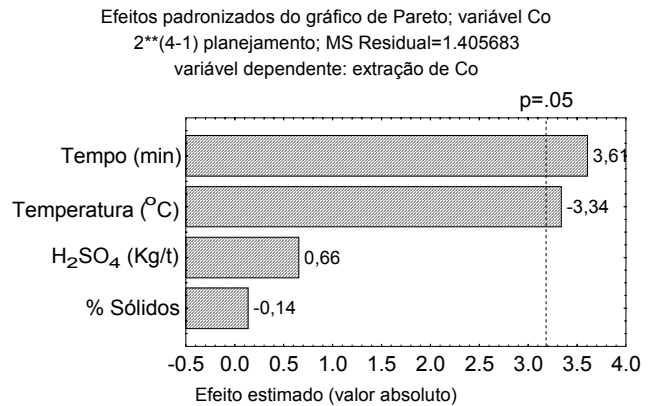


Figura 8. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Co – preparo “blend”.

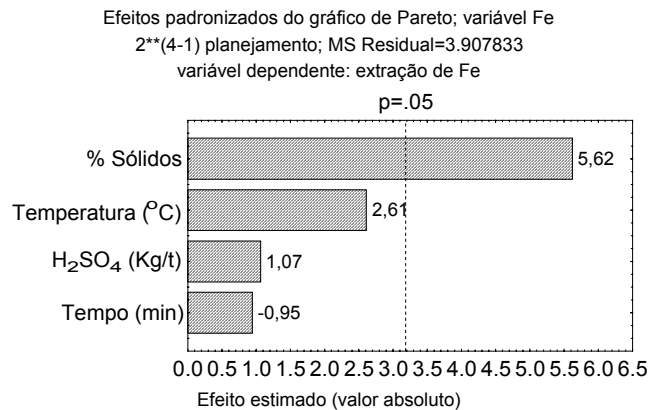


Figura 9. Diagrama de Pareto com os efeitos das variáveis para a extração de Fe – preparo “blend”.

Observa-se, na Figura 7, que, para a extração de Níquel nos testes com o preparo “blend”, nenhuma variável estudada se mostra significativa dentro dos níveis escolhidos no presente estudo. O aumento do tempo reacional e a redução da temperatura se mostram favoráveis na lixiviação de cobalto, como pode ser visto na Figura 8. Os resultados apresentados na Figura 9 indicam que o emprego de polpas de minérios mais diluídas inibe a extração de ferro, provavelmente por facilitar a sua posterior precipitação no meio reacional.

Na Tabela 7, são apresentadas as composições dos licores obtidos nos ensaios de lixiviação. Levando em consideração os dados apresentados, o licor do minério silicatado é o mais favorável para as etapas posteriores de purificação, por apresentar maior concentração de níquel e menores concentrações de ferro e ácido.

Tabela 7. Composição dos licores de lixiviação dos minérios oxidados, silicatados e preparo "blend".

Testes	Minério Oxidado				Minério Silicatado				Preparo "blend"			
	Ni (mg/l)	Co (mg/l)	Fe (mg/l)	H <sup>+</sup> (g/l)	Ni (mg/l)	Co (mg/l)	Fe (mg/l)	H <sup>+</sup> (g/l)	Ni (mg/l)	Co (mg/l)	Fe (mg/l)	H <sup>+</sup> (g/l)
1	2961	328	1872	36,30	8137	454	1167	18,50	4626	416	2459	42,70
2	3135	380	2176	30,20	8529	442	800	13,40	4840	421	2403	49,01
3	4737	339	2076	35,80	8954	518	2333	32,90	5107	471	3011	58,60
4	6900	408	2353	37,20	8366	427	2700	24,50	5187	481	4530	53,20
5	2960	290	1637	30,70	8562	335	153	2,30	4385	371	829	38,20
6	1684	312	1736	19,80	8333	341	250	2,30	2567	242	2238	21,20
7	3886	350	1912	25,90	8137	418	1768	0,30	4198	371	2873	45,80
8	4145	416	2426	30,00	7386	366	1800	13,70	4492	426	4530	46,03

## 5. Conclusões

O processo de lixiviação ácida sob pressão mostrou-se promissor para o processamento dos minérios provenientes de Niquelândia (GO), em função dos resultados obtidos para a extração de cobalto e níquel, sendo superior a 90% na maioria dos ensaios.

Pode-se concluir que as variáveis em estudo apresentaram comportamentos distintos para cada tipo de minério.

## 6. Agradecimentos

- Ao Centro de Tecnologia Mineral – CETEM – pela bolsa de estágio concedida e a todos os seus colaboradores que cooperaram na execução deste trabalho.
- A Companhia Níquel Tocantis – CNT.

## 7. Referências Bibliográficas

- ANDRADE, M. R., BOTELHO, L. C. A. **Perfil analítico do níquel**. Rio de Janeiro. DNPM, pp. 30, 1974.
- ANTHONY, M. T., FLETT, D.S. Nickel processing technology: a review. Nickel: 1996 Commodity Meeting, **Minerals Industry International**, January, pp. 26-42, 1997.
- BNDES. **Relato Setorial – Mineração e Metalurgia**, nº1 – 2000. Disponível em: <<http://www.bndes.gov.br>> Acesso em: 20 nov. 2005.
- GEORGIU, D., PAPANGELAKIS, V. G. Sulphuric acid pressure leaching of a limonitic laterite: chemistry and kinetics. **Hydrometallurgy** 49, 23-46, 1998.