

**Desenvolvimento de inovação em processos de hidrometalurgia:
REMOÇÃO DE Al DE UM CONCENTRADO MINERAL DE Nb**

**Development of innovation in hydrometallurgy processes:
REMOVAL OF Al FROM A Nb MINERAL CONCENTRATE.**

Renata Ferreira da Silva
Bolsista PCI, Eng. Químico, M.Sc.
Marisa Nascimento
Supervisora, Eng. Químico, D. Sc.

Resumo

A ocorrência de nióbio na natureza está associada aos pegmatitos, sob a forma de columbita-tantalita, ou associada a carbonatitos de maciços alcalinos, constituindo-se o pirocloro. O pirocloro, cuja fórmula geral é $A_2-mB_2O_6(O,OH,F)_{1-n} \cdot pH_2O$, corresponde a um grupo de 48 minerais, onde os átomos-B (Nb,Ta,Ti) servem para designar os sub-grupos e os átomos-A (Ba, Sr, K, Sn, ETR, Pb, Bi, U, Th), as espécies. O Brasil detém as maiores reservas conhecidas (88%) de pirocloro sendo que este mineral é responsável por 94,5% da oferta de nióbio ("Sumário Mineral 2017," 2019). O perfil de consumo de nióbio destina-se basicamente à produção de aços microligados, sob a forma de ferro nióbio. Portanto, a indústria siderúrgica é a principal demandante deste metal, assim como o níquel, zinco e ferro. O objetivo desse trabalho foi o estudo do comportamento da extração do alumínio a partir do tratamento de fusão alcalina do concentrado mineral de Nb de lixiviação em meio aquoso ou levemente básico.

Palavras chave: Nióbio, hidrometalúrgica, fusão alcalina, alumínio.

Abstract

The occurrence of niobium in nature is associated with pegmatites, in the form of columbite-tantalite, or associated with carbonates from alkaline massifs, constituting pyrochlore. The pyrochlore mineral, whose general formula is $A_2-mB_2O_6(O,OH,F)_{1-n} \cdot pH_2O$, corresponds to a group of 48 minerals, where the B-atoms (Nb,Ta,Ti) serve to designate the sub-groups and the A-atoms (Ba, Sr, K, Sn, ETR, Pb, Bi, U, Th), the species. Brazil holds the largest known reserves (88%) of pyrochlore, with this mineral accounting for 94.5% of the niobium supply ("Sumário Mineral 2017," 2019). The niobium consumption profile is basically intended for the production of microalloyed steels, in the form of iron niobium. Therefore, the steel industry is the main demander of this metal, as well as nickel, zinc and iron. In the present work, was to study the behavior of aluminum extraction from the alkaline melt treatment of Nb mineral concentrate from leaching in aqueous or slightly basic medium.

Key words: Niobio, hydrometallurgical, alkaline fusion, aluminum.

1. Introdução

O nióbio, possui inúmeras e especiais aplicações, sendo um dos elementos mais exportados pelo Brasil e é utilizado principalmente na produção de ligas especiais para uso em gasodutos, turbinas de ar, entre outras aplicações. Acredita-se que materiais à base de nióbio podem ser obtidos para aplicações de maior valor agregado e em áreas igualmente estratégicas (XIU-LI YANG, 2012).

Detentor das principais reservas minerais, o Brasil responde pela quase totalidade da oferta da liga ferro – nióbio, metal e outros compostos. Dois estados brasileiros respondem pela maioria da produção mineral, Minas Gerais e Goiás. Seu expressivo potencial das reservas brasileiras - cerca de 98% em termos mundiais - concede ao Brasil posição destacada no cenário internacional, pois além de deter tais recursos é o maior produtor do minério, inclusive sob a forma de concentrado e do principal produto metalúrgico, a liga de ferro – nióbio (Silva, J. Dásio 2017).

O nióbio, nos últimos anos, vem despertando interesse por parte de pesquisadores e do governo em virtude das propriedades interessantes, dentre elas o uso em ligas metálicas, como elevada resistência mecânica e maleabilidade, sua adição a vidros especiais para a fabricação de lentes, na área da catálise heterogênea graças à sua inerente estabilidade química, acidez característica e versatilidade, bem como a ampla utilização em baterias de íons-lítio, proporcionando alta capacidade volumétrica (Carlos G. O. Bruziquesia, 2019).

A ocorrência de nióbio na natureza está associada aos pegmatitos, sob a forma de columbita-tantalita, ou associada a carbonatitos de maciços alcalinos, constituindo-se o mineral denominado pirocloro.

O mineral pirocloro, cuja fórmula geral é $A_{2-m}B_2O_6(O,OH,F)_{1-n} \cdot pH_2O$, corresponde a um grupo de 48 minerais, onde os átomos-B (Nb, Ta, Ti) servem para designar os sub-grupos e os átomos-A (Ba, Sr, K, Sn, ETR, Pb, Bi, U, Th), as espécies. O Brasil detém as maiores reservas conhecidas (88%) de pirocloro sendo que este mineral é responsável por 94,5% da oferta de nióbio (“Sumário Mineral 2017,” 2019).

A vantagem do nióbio é que ele possui maior resistência; mas ao utilizá-lo em conjunto com os outros elementos, pode possibilitar ganhos de sinergia à liga, como a adição de nióbio e titânio, por exemplo, na liga de alta resistência, confere uma qualidade melhor do produto.

Os processos térmicos alcalinos são conhecidos para o tratamento de concentrados minerais para a produção de Nb (Irfan et al., 2018; Zhou et al, 2005). No entanto, alguns minérios podem apresentar refratários a esse tipo de rota. Trabalhos anteriores mostraram que processos de fusão alcalina seguido de lixiviação aquosa se mostraram benéficos para a remoção de alumínio de alguns concentrados minerais de Nb e, conseqüentemente enriquecendo o nióbio no concentrado final (Nascimento, 2021).

2. Objetivos

O presente trabalho teve como objetivo estudar o comportamento do alumínio, um contaminante presente em um concentrado mineral de nióbio, durante o processo de fusão alcalina seguido de lixiviação.

3. Material e Métodos

A proposta metodológica do presente trabalho consiste realizar uma fusão do concentrado mineral em meio alcalino com a posterior lixiviação em água ou em soluções aquosas para a extração do alumínio e a verificação das variáveis mais importantes para esse processo.

Informações acerca da caracterização tecnológica do concentrado mineral utilizado para os testes realizados poderão ser encontrados na literatura consultada (Nascimento et al. 2021).

Massas da amostra foram misturadas com quantidades de NaOH (Sigma Aldrich) previamente estabelecidas para cada teste. Essas misturas foram levadas para um forno mufla em cadinhos de alumina por períodos de tempo de 20 ou 30 min nas temperaturas de 500 ou 650°C. Após o tempo reacional, as massas reagidas foram cominuídas e lixiviadas por soluções de NaOH e KOH.

Os ensaios reacionais obedeceram a um planejamento de experimentos do tipo fatorial incompleto.

4. Resultados e Discussão

4.1. Meio extratante de NaOH:

Após análise dos resultados de extração foi possível verificar que a rota de tratamento térmico alcalino não tem efeito sobre a extração de nióbio para o licor, que variou entre 0 -1,34%. Cálcio e ferro também são pouco solubilizados (recuperações entre 0,4-0,9% e 0-2,3% respectivamente). A vantagem da rota se dá pela liberação do alumínio para o licor. Foram observados altos valores de recuperação que variaram entre 7-84%. Assim, uma análise estatística foi realizada para verificar quais variáveis de processo são mais sensíveis para a extração do alumínio.

Considerando a extração de alumínio como variável resposta para o planejamento de experimentos do tipo fatorial incompleto desenhado, os dados foram tratados no software Statistica 7.1 e as informações mais relevantes são apresentadas a seguir.

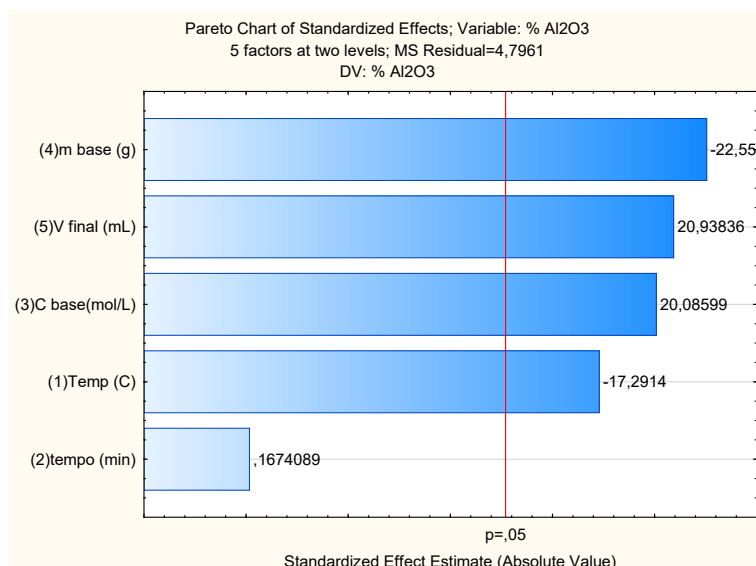


Figura 1. Efeito das variáveis na extração do alumínio – meio NaOH.

Na figura 1 é possível verificar o diagrama de Pareto com o efeito das variáveis para a extração de alumínio. Quase todas as variáveis testadas são sensíveis se considerarmos um nível de confiança de 95% ($\alpha=0,05$) e apenas o tempo de forno não se mostrou significativo a esse nível de confiança. A variável mais importante é a massa de base adicionada (NaOH) que tem seu efeito negativo. Isso significa que um aumento dessa variável prejudica a extração de alumínio para o licor. Da mesma forma ocorre com a temperatura de forno. Um aumento da temperatura de trabalho não auxilia a extração do alumínio para o licor. As variáveis concentração de base e volume final na lixiviação são benéficas o que significa que um aumento do nível dessas variáveis pode significar ganhos na extração de alumínio da amostra original.

4.2. Meio extratante: KOH

Os % de extração de Al variaram entre 28 e 100%. As extrações dos demais elementos controlados tiveram novamente baixos valores de extração, 0,58-1,3 % para CaO, 0,89-2,40% para Fe₂O₃ e 0-12% para Nb₂O₅.

Mesmo faltando um dos testes do planejamento a análise estatística foi realizada como objetivo de verificar a significância das variáveis de processo.

Na análise estatística para a rota utilizando KOH verificamos que os efeitos das variáveis não são significantes para 95% de confiança e por isso não foi possível o levantamento de um modelo matemático representativo.

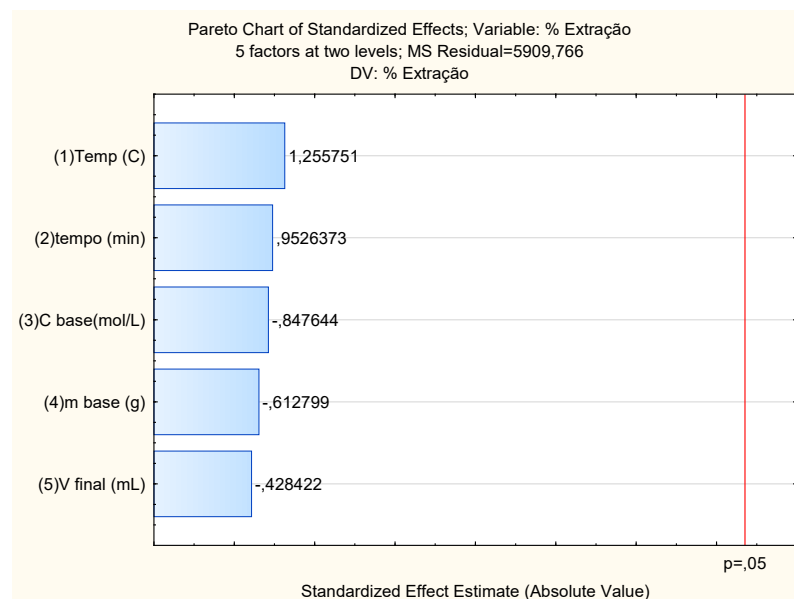


Figura 2. Efeito das variáveis na extração do alumínio – meio KOH.

Após completar a tabela de testes com os 8 testes planejados e suas respectivas réplicas espera-se então ser possível realização da análise estatística para a verificação do efeito das variáveis para essa rota.

5. Conclusão

Uma vez que nas condições a que foram submetidas, é possível identificar que dentre as variáveis mais importantes foram a temperatura, a razão de massa da base e concentrado e tempo de fusão.

Posteriormente outras rotas hidrometalúrgicas (ácidas e básicas) de fusão, lixiviação cristalização e/ou extração por solventes serão estudadas com o objetivo de produzir e purificar os compostos de nióbio e seus coprodutos como o alumínio produzidos.

6. Agradecimentos

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq pela concessão da bolsa. Aos colaboradores do CETEM, minha coordenadora Marisa Nascimento, bem como todo o grupo de trabalho.

7. Referências Bibliográficas

XIU-LI YANG, XIAO-HUI WANG, CHANG WEI, SHI-LI ZHENG, QING SUN, Decomposition of Niobium Ore by Sodium Hydroxide Fusion Method, v.44b, p.45-53, 2013.

Joselito Dásio da Silva, Daniel Gonçalves, Pauliano Cruz Rufino, Elyssa Morinigo, Wellington Alves de Souza, PRODUÇÃO DE NÍOPIO A PARTIR DO BENEFICIAMENTO DE ROCHA FRESCA DA MINA BOA VISTA*. 18º Simpósio de Mineração: Anais dos Seminários de Redução, Minério de Ferro e Aglomeração. São Paulo, Brasil: 2017. p. 208-216.

Carlos G. O. Bruziquesia, Jose Gabriel Balenaa, Márcio César Pereirab, Adilson C. Silvac e Luiz C. A. Oliveira, NIÓBIO: UM ELEMENTO QUÍMICO ESTRATÉGICO PARA O BRASIL, v.42, p 1184-1188, 2019.

Sumário Mineral Brasileiro 2017: www.dnpm.gov.br.

Brasil. Ministério de Minas e Energia. Departamento Nacional de Produção Mineral - DNPM. Nióbio. Brasília, 2009; p. 129-147.

Alves, A. R.; Coutinho, A. R.; The Evolution of the Niobium Production in Brazil, 2015, v18, p. 106-112.

Yoo, Y., Kang, Y. C.; Simultaneous grain refinement and nanoscale spinodal decomposition of β phase in Ti-Nb-Ta-Zr alloy induced by ultrasonic mechanical impacts. 2018, v 738, p. 540-548.

Irfan, M., Ahmad, M.I., Akhtar, S., Khan, M.A.Z., Khan, M.A., 2018. Experimental and statistical study of leaching of niobium pentoxide from pakistani ore. Chem. Ind. Chem. Eng. Q. 24, 51–58.

Zhou, H.M., Zheng, S.L., Zhang, Y., Yi, D.Q., 2005. A kinetic study of the leaching of a low-grade niobium-tantalum ore by concentrated KOH solution. Hydrometallurgy. Hydrometallurgy. 2005, v80, p. 170-178.

Nascimento, M. 2021. Relatório Interno Projeto FACC (reservado). Centro de Tecnologia Mineral – CETEM/MCTI. Rio de Janeiro.

Nowak, I.; Ziolk, M.; Niobium Compounds: Preparation, Characterization, and Application in Heterogeneous Catalysis. 1999, v 12, p. 3603-3624.

Ziolk, M.; Sobczak, I.; The role of niobium component in heterogeneous catalysts, 2017, v 285, p. 211-225.

Pérez, M. O. G.; Bañares, M.A. Niobium as promoting agent for selective oxidation reactions, 2009. v 142, p. 245-251.