

## SULFATAÇÃO E LIXIVIAÇÃO DO RESÍDUO PROVENIENTE DA FLOTAÇÃO DO MINÉRIO DE FERRO\*

Lucas Sanches Magalhães<sup>1</sup>  
Liliane Coelho de Carvalho<sup>2</sup>  
Suzimara Reis da Silva<sup>3</sup>  
Versiane Albis Leão<sup>4</sup>

### Resumo

A utilização de resíduos industriais é dificultada, na maioria das vezes, pela presença de determinados elementos, como por exemplo, o ferro, justificando assim a sua remoção. Dentro deste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar a sulfatação de um resíduo proveniente da flotação de um minério de ferro e subsequente lixiviação deste resíduo sulfatado. A composição mineralógica da amostra inicial foi obtida por DRX e MEV sendo possível identificar quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e muscovita ( $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ). De acordo com a análise química, os teores dos elementos principais foram: Fe (12,65%), S (4,02%), e Al (0,62%). Na sulfatação, realizada à 250°C durante 4 horas, foi estudada a influência da relação ácido sulfúrico/amostra (0,1:1; 0,2:1; 0,7:1; 0,8:1; 0,9:1 e 1:1) na extração do ferro. A lixiviação foi conduzida com 5% de sólidos do material sulfatado, sendo avaliada a interferência da temperatura de lixiviação (25°C e 90°C) e do tempo de duração dos ensaios (15min, 30min, 60min, 120min, 180min e 240min). Pelos resultados obtidos observou-se que o tempo de lixiviação foi um parâmetro insignificante. A máxima extração de ferro foi encontrada sulfatando o resíduo na relação ácido/amostra 1:1 e posteriormente realizando a lixiviação deste resíduo sulfatado a 90°C por 30 minutos, alcançando 85,64% de extração do Fe.

**Palavras-chave:** Sulfatação; Lixiviação; Resíduo; Minério de ferro.

### SULFATION AND LEACHING OF A RESIDUE FROM IRON ORE FLOTATION

#### Abstract

Most of the time, the presence of some elements, such as iron, can hamper the reuse of industrial waste, therefore the need to remove them. Within this context, this study aimed the sulfation of a residue which came from the flotation of iron ore and the subsequent leaching of this sulfated residue. The mineralogical composition of the initial sample was obtained by XRD and SEM, quartz ( $\text{SiO}_2$ ), hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) and muscovite ( $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ) were identified. According to the chemical analysis, the content of the main elements were: Fe (12.65%), S (4.02%) and Al (0.62%). The sulfation was carried out at 250°C for 4 hours, which revealed the influence of sulfuric acid/sample ratio (0.1: 1; 0.2:1; 0.7:1; 0.8:1; 0.9:1 and 1:1) on iron extraction. The leaching was conducted using 5% of the solids from the sulfated material and the leaching's temperature interference was evaluated (25°C and 90°C) along with the duration of the tests (15 min, 30 min, 60 min, 120min, 180min and 240 min). The leaching time was an insignificant parameter after the results were obtained. The maximum extraction of iron was found by sulfating the residue in an acid/sample relation of 1:1 and performing a subsequent leaching of this sulfated residue at 90°C during 30 minutes, which led to a 85.64% of Fe extraction.

**Keywords:** Sulfation; Leaching; Residue; Iron ore.

<sup>1</sup> Engenharia Metalúrgica, Graduando, Estudante, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET), Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.

<sup>2</sup> Engenharia Ambiental, Mestre, Estudante, Programa de pós-graduação em Engenharia Ambiental, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>3</sup> Engenharia de Materiais, Mestre, Programa de pós-graduação em Engenharia de Materiais, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

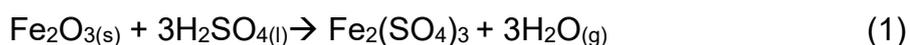
<sup>4</sup> Engenharia Metalúrgica, Doutor, Professor, DEMET, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

## 1. INTRODUÇÃO

O volume de resíduos sólidos gerados durante o processamento mineral é uma das principais preocupações relacionadas à poluição nas indústrias do setor da mineração, assim sendo estudos relacionados à reutilização destes resíduos se tornam cada vez mais comuns [1]. Estes materiais podem ser empregados na indústria cerâmica, na fabricação de refratários e de cimento; na indústria química, fabricação de ácidos e de fertilizantes. Mas, a presença de determinados elementos (inclusive o ferro) prejudica as suas propriedades [2].

Dentro deste contexto, o presente trabalho tem como objetivo analisar os parâmetros relacionados à extração do ferro presente no resíduo estudado, através da sulfatação (etapa pirometalúrgica) que tem a função de preparar o material para ser solubilizado, seguida da lixiviação (etapa hidrometalúrgica), onde de fato ocorre a solubilização do metal de interesse. Várias condições incluindo temperatura de lixiviação e relação ácido-amostra utilizada na sulfatação foram investigadas e detalhadas neste trabalho.

A sulfatação tem a função de transformar o óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) em um composto muito mais solúvel em água, o sulfato de ferro (geralmente apresentam valores maiores para o produto de solubilidade – kps). Teoricamente, durante esta etapa o  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  presente no resíduo reage com o ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado de acordo com a reação 1.



Harbuck e Palmer [3] realizaram um estudo que visava a recuperação de metais associados ao resíduo do processo de beneficiamento da tantalita ( $(\text{Fe},\text{Mn})(\text{Ta},\text{Nb})_2\text{O}_6$ ) e de rejeitos de outros processos. Houve variação dos seguintes parâmetros: relação ácido-amostra (de 0,6:1 até 2:1), temperatura de sulfatação (de 25°C a 300°C) e tempo de sulfatação (0 a 7 h). Os resultados indicaram que nas seguintes condições experimentais: relação ácido-amostra de 1:1, temperatura de 150°C e 30 min de sulfatação, houve extração de 94% de escândio. Neste mesmo trabalho, também ocorreu a avaliação dos parâmetros relacionados a lixiviação, utilizando amostras sulfatadas na proporção 0,9:1, a 250°C por 7h. Estes experimentos mostraram que realizando a lixiviação a 90°C, com proporção de sólidos de 5% durante 30 minutos obtêm-se 98% de extração do escândio.

Almeida [4], também estudou a lixiviação de minérios sulfatados. Com o objetivo de extrair o titânio da ilmemita ( $\text{FeTiO}_2$ ), ele observou que alterações nos valores da concentração do  $\text{H}_2\text{SO}_4$  poderiam influenciar diretamente na eficiência da sulfatação, e que a temperatura de lixiviação era uma variável que deveria ser rigorosamente controlada, pois em temperaturas muito baixas a dissolução ocorreria lentamente. Mas por outro lado, em temperaturas muito elevadas perde-se a eficiência de redução devido à perda de hidrogênio com os gases exauridos do sistema, além de tornar o licor bastante instável.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Caracterização da Amostra Inicial e dos Resíduos da Lixiviação

Na realização dos experimentos foi utilizado um resíduo proveniente do processo de flotação do minério de ferro (itabirítico). O método para quantificar os elementos químicos presentes na amostra inicial foi a digestão ácida, utilizando-se ácido clorídrico, nítrico e fluorídrico, sob aquecimento. Os teores dos elementos presentes foram determinados por espectrometria de emissão atômica com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-OES), marca Varian modelo 725-ES.

A caracterização do sólido inicial e dos resíduos de lixiviação será realizada por (i) microscopia eletrônica de varredura acoplado ao sistema de espectroscopia por energia dispersa (MEV-EDS) (*Tescan, modelo vega3*); (ii) difração de Raios – X (DRX) (*PanAnalytical, modelo Empirean*).

### 2.2 Experimentos de Sulfatação

No processo de sulfatação foi realizada uma mistura entre o resíduo estudado e ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ). A mistura resultante foi levada para o forno mufla AN1222-W61 da marca Analogica (onde ocorre a cura ácida) em cadinhos de porcelana. Ressaltando-se que todos os experimentos foram conduzidos com uma massa constante da amostra (20 gramas), variando-se apenas a quantidade de ácido sulfúrico.

Para avaliar o efeito da relação ácido sulfúrico-amostra na extração de ferro, foram utilizadas as seguintes proporções: 0,1:1, 0,2:1, 0,7:1, 0,8:1, 0,9:1 e 1:1. Após ser submetida ao forno mufla, a amostra foi direcionada para a etapa de lixiviação, para então ser solubilizada em água destilada.

### 2.3 Experimentos de Lixiviação

Para realizar a dissolução do material, foi empregado um reator encamisado feito de vidro de borosilicatos de 600 ml, da marca Schott Duran. Os experimentos de lixiviação foram conduzidos utilizando-se um volume de 400 ml de água destilada com uma densidade de polpa de 5% (p/v). Primeiramente, para avaliação do efeito da temperatura e do tempo de lixiviação na extração do ferro, o material será lixiviado por 4 horas (recolhendo alíquotas nos tempos de 15min, 30min, 60min, 120min, 180min e 240min) e nas temperaturas de 25 °C e 90 °C (a temperatura no reator será mantida por meio da recirculação de água proveniente de um banho termostático, da marca *Julabo*). Após encerrada a etapa de lixiviação, a solução foi direcionada para a filtração a vácuo. E por fim, as análises de concentração de Fe no licor foram determinadas por espectrometria de emissão atômica com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Caracterização da amostra inicial

A composição mineralógica obtida por DRX foi caracterizada pela presença de quartzo ( $SiO_2$ ), hematita ( $Fe_2O_3$ ) e muscovita ( $KAl_2Si_3AlO_{10}(OH,F)_2$ ) (Figura 1). As análises de MEV-EDS corroboram com os resultados obtidos por DRX (Figura 2). De

acordo com a análise química, os teores dos elementos principais foram: Fe (12,65% ± 0,83%), S (4,02%± 0,66%), Ca (2,18%±0,39%), Mg (0,84%±0,24%) e Al (0,62% ± 0,13%). A partir do teor encontrado na análise química foi possível determinar que a amostra contém cerca de 18 % de hematita( $Fe_2O_3$ ), sendo o restante dos minerais compostos em sua maioria por quartzo e uma pequena quantidade por silicatos.

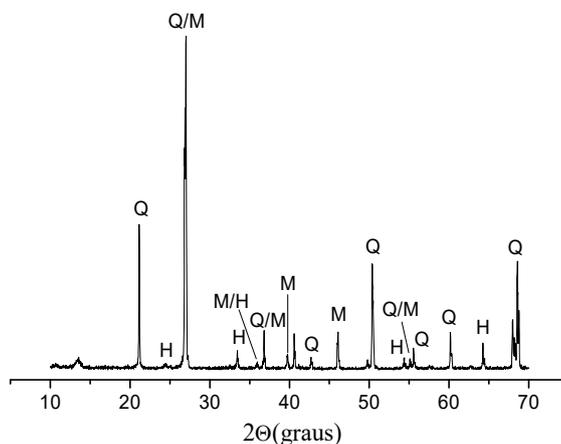


Figura 1. Difratograma de Raios- X (DRX) da amostra inicial utilizadas nos ensaios. Q, quartzo; H, hematita; M, muscovita.

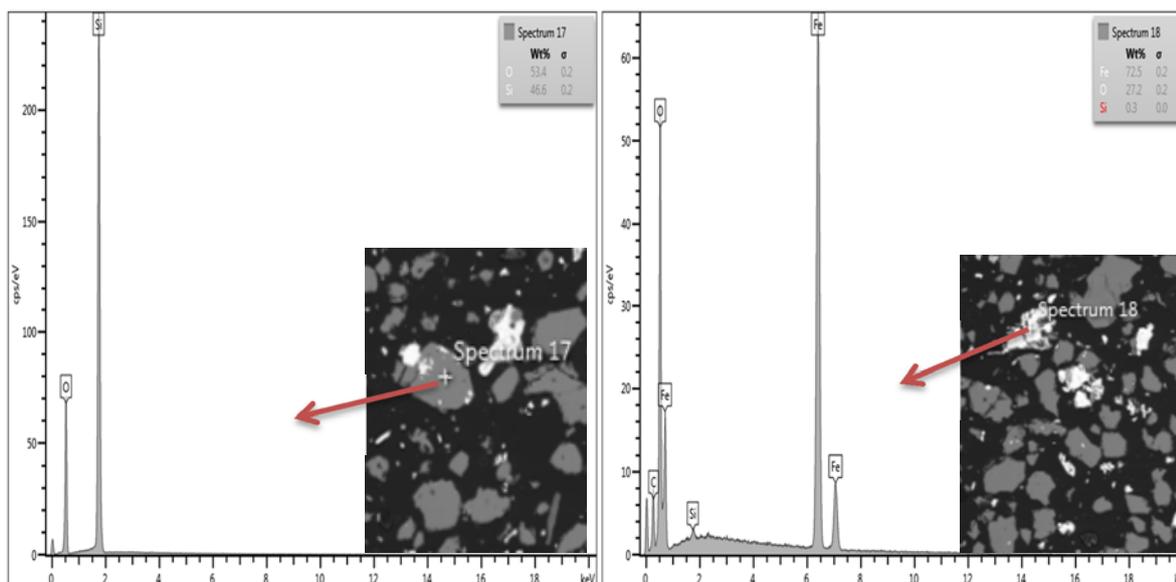


Figura 2. Análise de EDS da região indicada, evidenciando Quartzo (a) e hematita (b) na amostra do resíduo proveniente da flotação do minério de ferro antes de ser sulfatada e lixiviada.

### 3.2 Sulfatação

- **Efeito da relação ácido sulfúrico/amostra**

A partir da figura 3, observa-se que a remoção do ferro presente no resíduo é diretamente afetada pela relação ácido/amostra. Nas relações 0,1:1 e 0,2:1 a extração de ferro é da ordem de 20%, chegando a quase 90% na relação 1:1.

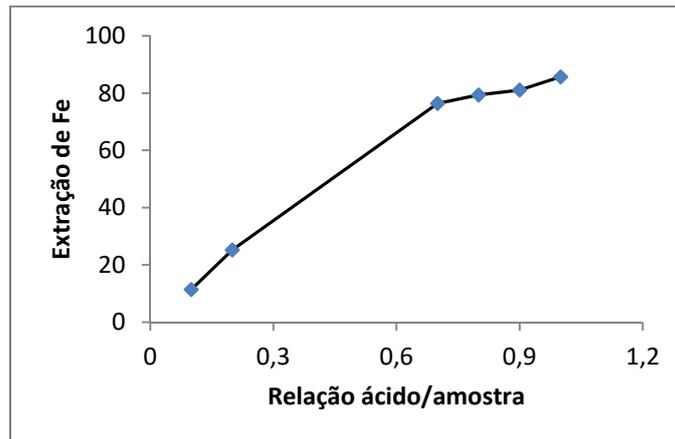


Figura 3. Efeito da relação ácido/amostra na extração do ferro (amostras sulfatadas a 250°C durante 4 horas, e posteriormente lixiviadas a 90°C).

### 3.3 Lixiviação

- Efeito do tempo de lixiviação

Pelos resultados obtidos, percebe-se que a dissolução do Fe ocorre rapidamente, sendo assim, o tempo de lixiviação é um parâmetro insignificante. De acordo com a figura 3, observa-se que logo nos primeiros minutos de experimento, a extração máxima do ferro é atingida (nas duas temperaturas estudadas; 25°C e 90°C). Conclui-se também, que como previsto por Almeida [4], realizando a lixiviação em temperaturas mais altas, o licor se torna consideravelmente mais instável (o que justifica a ligeira diminuição da concentração de ferro no licor da lixiviação conduzida a 90°C, causada possivelmente pela precipitação deste metal).

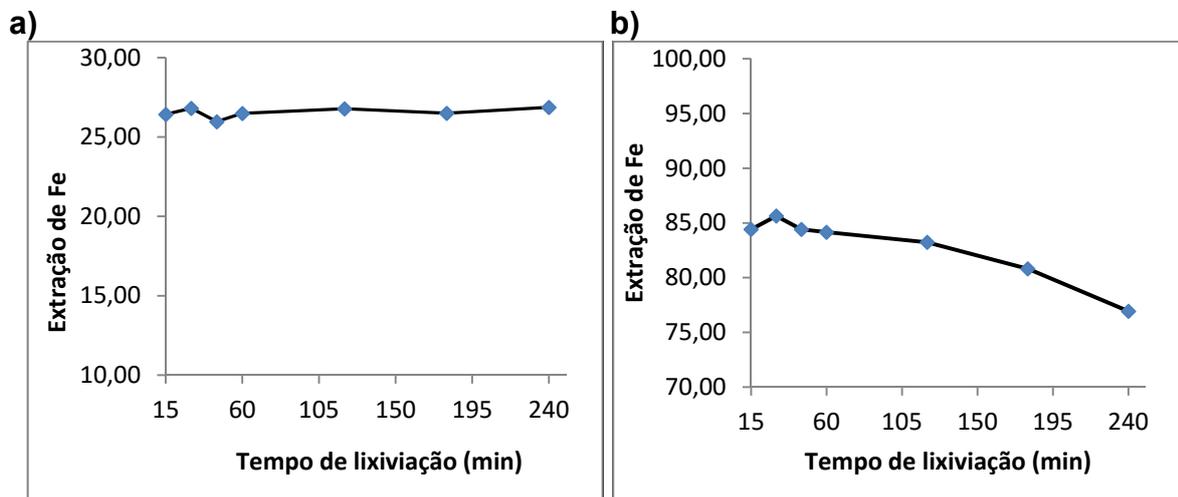


Figura 3. Efeito do tempo de lixiviação na extração do ferro a (a) 25°C e (b) 90°C (amostras sulfatadas, à 250°C durante 4 horas na relação ácido/amostra 1:1).

- Efeito da temperatura de lixiviação

Na tabela 1, observa-se que a temperatura influencia significativamente na extração do ferro. Houve maiores taxas de extração do ferro, lixiviando o material sulfatado a 90 °C.

Tabela 1. Efeito da temperatura de lixiviação na extração do ferro. (amostras sulfatadas, à 250°C durante 4 horas e posteriormente lixiviadas com 5 % de sólidos).

Relação ácido/ amostra	Temperatura de Lixiviação	Extração máxima de Fe
0,7:1	25°C	22,47%
	90°C	76,36%
0,8:1	25°C	24,52%
	90°C	79,35%
0,9:1	25°C	25,13%
	90°C	81,06%
1:1	25°C	26,87%
	90°C	85,64%

#### 4 CONCLUSÃO

- Dentre os parâmetros estudados, a relação ácido/amostra utilizada na etapa de sulfatação e a temperatura de lixiviação, foram os mais relevantes. Já o tempo de lixiviação pouco interferiu nos resultados finais.
- A máxima extração de ferro foi encontrada sulfatando o resíduo na relação ácido/amostra 1:1 e posteriormente realizando a lixiviação deste resíduo sulfatado a 90°C por 30 minutos, alcançando 85,64% de extração do Fe.
- Para a aplicação na indústria, na maioria das vezes, este resíduo deve possuir no máximo 2% de ferro. Portanto, com a remoção de 85,64% deste metal, o resíduo estudado se adequa quimicamente para ser reutilizado como areia industrial.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Yellishetty, M., Karpe, V., Reddy, E.H., Subhash, K.N., Reuse of iron ore mineral wastes in civil engineering constructions: A case study. Resources, Conservation and Recycling, v.52, n.11, p. 1283-1289, 2008.
- 2 Davis, L. L. Tepordei, V. V. Sand and gravel. In: Mineral Facts and Problems, 1995 Edition, Bureau of Mines, Preprint from Bulletin, v.675, p. 15, 1985.
- 3 Harbuck, D. D; Palmer, G. R. Scandium Recovery from a Tantalum Waste Residue: A Status Report. US Bureau of Mines, Salt Lake City Research Center, 1992
- 4 Almeida, A. F. Reuso e reciclo de águas em indústria química de processamento de dióxido de titânio. Dissertação (Mestrado em Gerenciamento e Tecnologias Ambientais no Processo Produtivo), Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2007. 139f.