

FRANCISCO AUGUSTO SOUZA FERREIRA (2)

JURANDIR PEREIRA (3)

A presente contribuição técnica representa parte de um trabalho efetuado na Divisão de Materiais do IPD/CIA, com a finalidade de recuperar o estanho e outros valores contidos em resíduos industriais.

A linha de trabalho adotada levou em conta a dificuldade que o material apresentava para ser reduzido de tamanho, liga de ferro-estanho chamada "cabeça-dura".

As principais operações empregadas foram :

a) Percolação - operação que consiste na passagem da solução lixiviante através do leito estático do material, onde eram lixiviados principalmente os metais ferro e estanho.

b) Precipitação - nas soluções obtidas da percolação, o estanho foi precipitado com solução de hidróxido de sódio a pH controlado, de modo a precipitar preferencialmente o estanho em relação ao ferro.

c) Filtração

d) Secagem

Foram obtidos dois produtos nobres por esse tratamento; em um hidróxido de estanho contendo aproximadamente 50% do metal em outro um produto rico em tântalo que necessita ainda de tratamentos posteriores de concentração.

- 1 - Construção Técnica a ser apresentada no I Encontro do Hemisfério Sul sobre Tecnologia Mineral e IX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia.
- 2 - Engenheiro Químico - Pesquisador Adjunto Metalurgia Extrativa, da Divisão de Materiais do Instituto de Pesquisas e Desenvolvimento do Centro Técnico Aeroespacial.
- 3 - Engenheiro Químico - Pesquisador Junior Metalurgia Extrativa da Divisão de Materiais do Instituto de Pesquisas e Desenvolvimento do Centro Técnico Aeroespacial.

LIXIVIAÇÃO POR PERCOLAÇÃO PARA O APROVEITAMENTO DE SUB-PRODUTOS DA REDUÇÃO DA CASSITERITA

FRANCISCO AUGUSTO SOUZA FERREIRA, JURANDIR PEREIRA

1 . INTRODUÇÃO

Este trabalho originou-se de estudos feitos em escala de laboratório sobre a lixiviação por percolação das frações grossas de cabeça-dura, (sub-produto obtido na redução de minérios de estanho), que mostraram ser o processo conveniente para a extração do estanho residual.

A linha de trabalho adotada nessa fase teve em mente a dificuldade que apresentava esse tipo de material para ser reduzido a um tamanho de partículas em que a extração de estanho pudesse ser feita por lixiviação com agitação. Apesar dessa dificuldade, na fase de laboratório ainda é possível trabalhar com uma granulometria mais controlada, devido à pequena quantidade de material (+ 2kg) necessária para as experiências.

A fase piloto teve por objetivo a verificação dos resultados obtidos em escala de laboratório, a detecção e solução de problemas operacionais, a obtenção de informações de apoio necessárias para a elaboração de um fluxograma para o projeto industrial e uma avaliação econômica da utilização deste processo para o aproveitamento do estanho contido na cabeça-dura.

2 . MATERIAL UTILIZADO

O material utilizado para os testes foi cedido pela MAMORÉ MINERAÇÃO E METALURGIA - SP - de seu estoque, resultante da produção industrial de estanho metálico pelo processo de redução em forno elétrico, apresentando-se fraturado em tamanhos e formas bastante variáveis, com pedaços que variavam de 30 mm a 700 mm em sua maior dimensão. O aspecto do material era também diversificado, de uma maneira geral acinzentado apresentando partes aparentemente porosas e partes compactas de um cinza brilhante, como também partes de aspecto metálico de formato esférico, no seu exterior e interior.

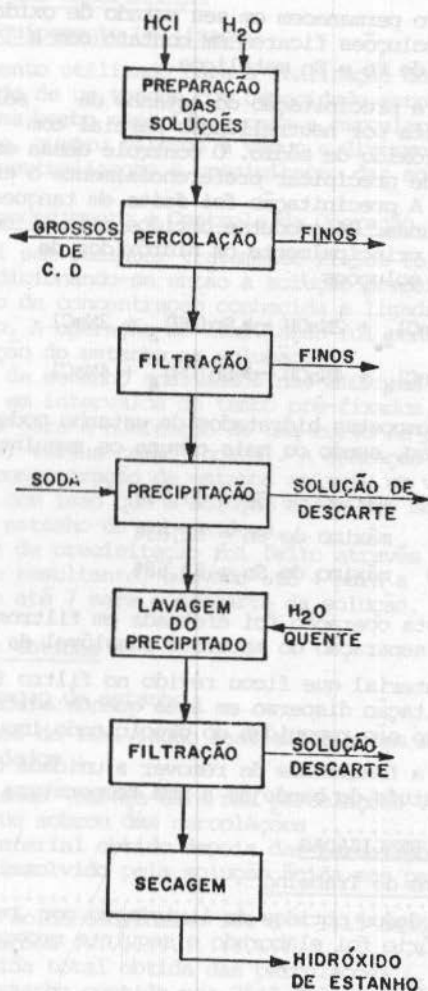
Devido a esse material ter sua constituição básica metálica, qualquer tentativa de redução de tamanho para se trabalhar com uma granulometria uniforme é impraticável e por isso as experiências foram feitas no material como recebido.

3 . DESCRIÇÃO DAS OPERAÇÕES

As principais operações empregadas nesta fase são mostradas de modo resumido na figura 1 e podem ser descritas da seguinte maneira :

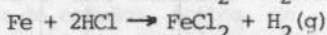
a) Percolação - esta operação consiste na passagem da solução ácida através do leito estático, constituído de cabeça-dura, colocado em um tanque preparado para essa finalidade. A circulação da solução foi feita por intermédio de bombas que tiveram a

FIGURA 1 ESQUEMA DAS OPERAÇÕES



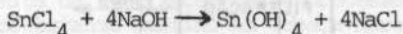
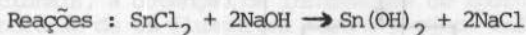
finalidade de uniformizar a concentração das espécies lixiviadas no seio da solução.

Diversas reações podem ocorrer durante a lixiviação por percolação. Tomando-se somente o ferro e o estanho como espécies dissolvidas teremos :

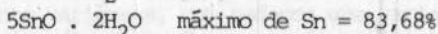
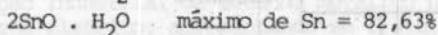
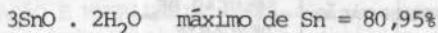


O estanho e o ferro permanecem em seu estado de oxidação +2 enquanto as suas soluções ficarem em contato com a cabeça-dura, devido a presença de Fe e Sn metálicos.

b) Precipitação - a precipitação do estanho da solução da lixiviação foi feita por neutralização parcial com adição controlada de hidróxido de sódio. O controle dessa adição é necessário a fim de precipitar preferencialmente o estanho em relação ao ferro. A precipitação foi feita em tanques providos de agitadores e chicanas. Os produtos obtidos pela neutralização da solução ácida são principalmente os hidróxidos de estanho insolúveis nessas soluções :



Outros tipos de compostos hidratados de estanho podem ser obtidos nesta neutralização, sendo os mais comuns os seguintes :



c) Filtração - esta operação foi efetuada em filtros à vácuo e tem por finalidade a separação do material insolúvel da solução.

d) Lavagem - o material que ficou retido no filtro foi enviado ao tanque de precipitação disperso em água quente agitado e novamente filtrado; com isto são removidas do precipitado impurezas solúveis.

e) Secagem - tem a finalidade de remover a umidade do precipitado e foi feita em estufa de bandejas a uma temperatura de $\pm 120^\circ\text{C}$.

4 - EXPERIÊNCIAS REALIZADAS

4.1 - Programa de Trabalho

Com base nos dados obtidos da lixiviação por percolação na fase laboratório foi elaborado o seguinte programa de trabalhos :

4.1.1 - Lixiviação por percolação da cabeça-dura em solução de ácido com circulação através de bombas em dois estágios (contra corrente).

4.1.2 - Estudo de tratamento físico dos resíduos da percolação para posterior lixiviação com agitação.

4.1.3 - Precipitação do estanho das soluções de percolação por neutralização parcial.

4.1.4 - Sugestão de fluxograma para o projeto industrial.

4.2 - Descrição das Experiências

4.2.1 - Equipamento Utilizado

O equipamento utilizado para a realização dos testes foi constituído de um tanque com capacidade aproximada de 1000 litros, uma bomba centrífuga para a circulação da solução lixiviante, quatro filtros à vácuo e diversos tanques para estoque, neutralização e precipitação das soluções.

4.2.2 - Procedimento e Controle da Operação

O material sem qualquer tratamento físico foi colocado no tanque, adicionando-se então a solução preparada de ácido clorídrico de concentração conhecida e ligada a bomba de circulação. A operação de lixiviação foi controlada pela determinação do estanho na solução.

Os teores de estanho analisados nas amostras da solução, retiradas em intervalos de tempo pré-fixados, foram utilizados para a confecção de uma curva de concentração (g/l de Sn) versus tempo (horas). A operação foi encerrada quando a concentração de estanho atingiu um valor constante, indicando com isso que a solução ácida não mais conseguiria extrair o estanho da cabeça-dura.

O controle da precipitação foi feito através da medida do pH da solução resultante, elevado até 4 para a precipitação do estanho, e até 7 para o descarte da solução.

4.3 - Resultados Obtidos

a) recuperação de estanho.

Os trabalhos de lixiviação realizados podem ser resumidos nos seguintes dados :

material usado (cabeça-dura) nas percolações	1994	kg
material que sobrou das percolações	911	kg
finos do material obtido depois das percolações ...	307,5	kg
material dissolvido pela solução ácida nas percolações	775,5	kg
solução de ácido clorídrico 30% d = 1,15 usado nas percolações	2870,0	kg
solução ácida total obtida das percolações	2542	l
massa de estanho contida nos 2542 L de solução	207,0	kg
precipitado total obtido	437,7	kg
estanho no precipitado	212,6	kg

soda usada nas precipitações	191,5 kg
consumo de solução de ácido clorídrico 30% d = 1,15 por kg de material (cabeça-dura)	1,44 kg
consumo de solução de ácido clorídrico 30% d = 1,15 por kg de estanho contido no pre- cipitado	13,50 kg
consumo de hidróxido de sódio por kg do estanho no precipitado	0,9 kg
extração de estanho por kg de cabeça-dura tratado	0,104 kg

b) recuperação de outros metais.

Os finos obtidos depois das lixiviações apresentaram a seguinte composição média :

% SnO ₂ = 1,52	% TiO ₂ = 6,00
% CaO = 2,05	% ZrO ₂ = 1,14
% SiO ₂ = 45,55	% Fe ₂ O ₃ = 4,70
% Ta ₂ O ₅ = 2,85	% WO ₃ = 9,30
% Nb ₂ O ₅ = 19,70	

5 . CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

Este trabalho teve como um dos objetivos principais a obtenção do maior número possível de informações da operação em fase piloto para posterior aplicação em uma planta industrial. Foram feitas seis experiências de lixiviação por percolação com a finalidade de se testar as variáveis que teriam influência nas operações.

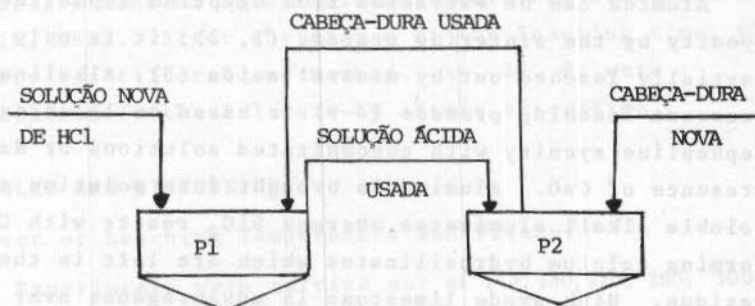
A cabeça-dura usada nas percolações não precisa ter sua granulometria uniforme, podendo-se usar pedaços de diversos tamanhos; no entanto, dentro dos limites impostos pela dureza do material, deve-se utilizar um tamanho de modo que haja a maior superfície de contato possível.

A solução ácida que melhores resultados de extração apresentou tinha uma concentração de 300 g/l.

A circulação da solução foi necessária para homogeneizar a solução e evitar pontos de maior concentração das espécies dissolvidas. Entretanto em testes realizados em menor escala e por observações feitas durante os testes de percolação notou-se que devido à evolução de gases das reações de lixiviação, a solução era homogeneizada naturalmente.

As experiências mostraram que as soluções obtidas da extração em uma primeira percolação podem ser re-usadas para extrair mais estanho em outra percolação com cabeça-dura ainda não tratada, ou seja, as percolações devem ser feitas em contra-corrente conforme mostra o desenho esquemático da Fig. 2.

Figura 2 - Esquema de Percolação em contra-corrente



As soluções finais obtidas que irão ser submetidas à precipitação não devem ficar estocadas pois haverá a oxidação do Fe^{+2} a Fe^{+3} que irá precipitar junto com o estanho.

Para a precipitação por neutralização parcial com hidróxido de sódio de título conhecido, foi feito sempre um teste em laboratório, adicionando-se a solução de hidróxido a um volume conhecido da solução ácida até que o pH da solução atingisse um valor máximo de 4; com os valores obtidos foram então, calculadas as quantidades para a operação piloto.

Os produtos obtidos das precipitações podem ser usados diretamente nos fornos de redução de cassiterita, pois contêm em média 50% de estanho contido e como impureza principal o ferro.

Os finos de cabeça-dura, podem ainda ser tratados no sentido de enriquecimento dos metais pesados neles contidos para um posterior aproveitamento.

De um modo geral, a operação de percolação permite recuperar de uma maneira simples e a um custo razoável, valores de materiais que estavam sem utilização.