

# **Recuperação de Fe e Al em meio clorídrico pela técnica de extração por solventes**

**Adriana de Aquino Soeiro da Silva**

Bolsista de Iniciação Científica, Química Industrial, UFF.

**Marisa Nascimento**

Orientadora, Engenheira Química, D. Sc.

## **Resumo:**

O presente trabalho narra a recuperação de ferro e alumínio de uma lixívia clorídrica de bauxita contendo 0,22 mol/L de Fe e 1,80 mol/L de Al utilizando a técnica de extração por solventes. Esses ensaios consistiram de contatos da lixívia diluída com soluções de DEHPA 30%v/v em isoparafina. Para o controle de pH foi utilizada solução de NaOH 5 M. Ferro e alumínio são extraídos com eficiência em pH 0,5 e 2,0, respectivamente utilizando-se como extratante o DEHPA. O número de estágios teóricos para a extração de Fe se dá de maneira eficiente em no mínimo dois estágios utilizando uma relação de fases O/A de 1/4. Para o alumínio são necessários dois estágios utilizando-se uma relação de fases de O/A de 1/1. A reextração do ferro se dá de forma considerável quando se utiliza HCl 6M como agente reextratante. O alumínio apresenta baixa taxa de reextração mesmo com uma alta concentração de ácido.

## **1. Introdução**

Em hidrometalurgia, a purificação é um aspecto de muita importância, já que a exclusão de impurezas por lixiviação é de baixa eficiência. Íons férricos e ferrosos são as espécies químicas mais comuns existentes em uma lixívia e a remoção desses íons é um importante aspecto do ponto de vista industrial. Já se passaram mais de trinta anos desde que a extração por solvente foi investigada pela primeira vez como um possível método de remoção de íon Fe(III) de uma solução aquosa e vários artigos vêm sendo publicados neste aspecto (Hirato et al., 1992). Entretanto, em todas estas investigações na qual um extratante ácido como o di(2-etilhexil) fosfórico(D2ehpa) foi utilizado na extração de Fe(III), a reextração do Fe(III) carregado era muito difícil. Uma alta concentração de HCl (de 6 a 10 mol/L), é necessária para a reextração do Fe(III) de uma fase orgânica desse extratante. A regeneração do D2ehpa sempre apresentou problemas.

Além do D2ehpa, diversos outros solventes como metil isobutil cetona (MIBK), tri-n-butil fosfato (TBP) e aminas são utilizados para extração de Fe(III). A principal desvantagem dessas operações é a alta

concentração de ácido necessária na etapa de reextração. Por exemplo, MIBK assim como o D2ehpa necessitam de uma concentração superior a 6 mol/L de HCl na fase aquosa durante a reextração. Na tentativa de superar essas dificuldades alguns trabalhos citam que uma melhora na etapa de reextração pode ser conseguida pela combinação de dois ou mais extratantes gerando um efeito sinérgico (Sahu & Das, 2000; Hirato et al., 1992).

Neste trabalho foram estudadas as extrações de Fe e Al por soluções de D2ehpa em isoparafina a partir de uma lixívia clorídrica de bauxita. Nessa solução contendo ferro e alumínio, a extração de Fe(III) pelo D2ehpa é cineticamente favorecida em comparação com a extração de alumínio. Nos cinco primeiros minutos de equilíbrio quase todo ferro pode ser extraído. A extração de alumínio aumenta com o aumento do tempo de contato entre as fases. Ensaios para o levantamento das isotermas de extração, pH de equilíbrio e número de estágio de extração também foram realizados.

## **2) Materiais e Métodos**

Para avaliar a extração de Fe e Al da lixívia os ensaios foram realizados com uma lixívia clorídrica de bauxita contendo 0,22 mol/L de Fe e 1,80 mol/L de Al. Esses ensaios consistiram de contatos da lixívia diluída com soluções de DEHPA 30%v/v em isoparafina. Foi utilizada uma solução 5M de NaOH para controle de pH. De acordo com cada etapa estudada foram variados o tempo de contato, a relação volumétrica de fases, e o pH de equilíbrio (pela adição da solução de NaOH). Todos os ensaios foram realizados em bécher com agitação em placa magnética e acoplado a esse conjunto um medidor de pH. Após o término do ensaio a mistura foi repassada a um funil de decantação para a etapa de separação de fases. Alíquotas da fase aquosa foram levadas para análise química de Fe, Al (e em alguns casos acidez livre) em absorção atômica e as concentrações das fases orgânicas foram obtidas por diferença.

## **3) Resultados e Discussão**

### **3.1 ) Investigação do pH**

Os ensaios de investigação do pH foram realizados com contato durante 10 minutos com a lixívia diluída a 50% v/v. A relação de fases obedecida em todos os ensaios foi de 1:1. Em cada ensaio o pH foi mantido nos valores de 0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 pela adição de solução de NaOH 5 mol/L. Os resultados mostrados na Figura 1 indicam que praticamente todo o ferro é extraído a partir de um pH 0,5. Já no caso do alumínio a sua maioria só pode ser extraído em pH a partir de 2,0.

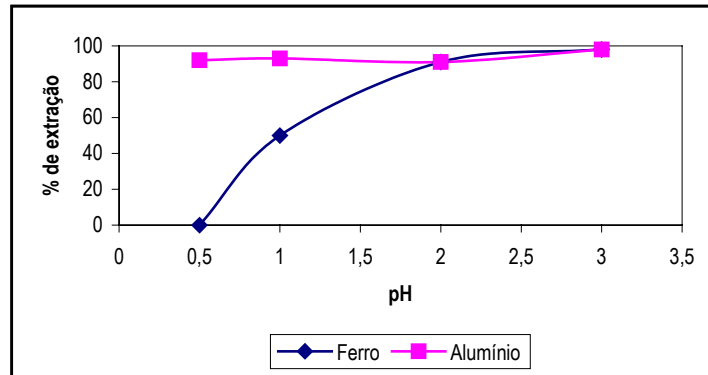


Figura 1 – Resultados de extração de Fe e Al em função do pH.

### 3.2) Extração de Fe

Ensaio para a extração de Fe foram realizados então a pH 0,5 como observado anteriormente. Para avaliação foram realizados 9 ensaios variando-se a relação de fases O/A de 4/1 até 1/4. O tempo de contato em cada ensaio foi de 10 minutos e o pH foi mantido no valor desejado pela adição de NaOH 5 mol/L. Na Figura 2 pode-se observar a curva de extração (isoterma McCabe-Thiele) levantada com os dados experimentais. Uma primeira informação obtida pela curva é o ponto de carregamento da solução orgânica que foi de quase 0,4 mol/L de Fe. Outra informação obtida é o número de estágios teóricos para a extração de Fe que pode ser calculado em no mínimo dois estágios utilizando uma relação de fases O/A de 1/4.

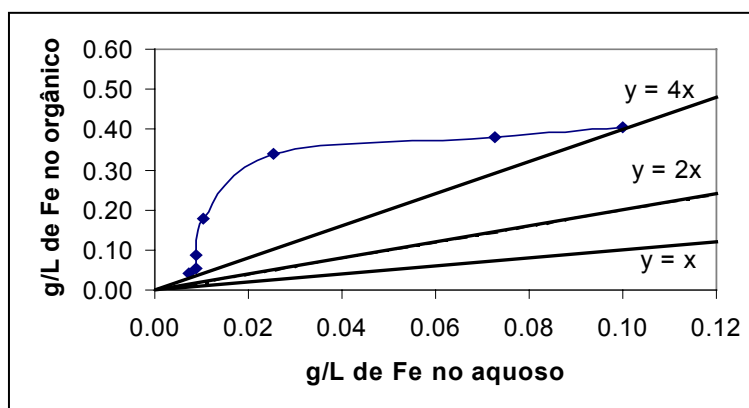


Figura 2 - Isoterma Mc-Cabe-Thiele com pH 0,5 para a extração de Fe

### 3.3) Extração de Al

Para o levantamento da isoterma de operação para a extração de alumínio, fez-se 3 contatos sucessivos da lixívia com volumes de Dehpa 30% em isoparafina obedecendo a relação de fases 1:1. Os três contatos foram de 10 minutos de duração e o pH foi mantido em 0,5 pela adição de NaOH 5 mol/L. Esses contatos iniciais tiveram o objetivo de extrair completamente o ferro contido na lixívia.

A partir desse refinado (diluído 7 vezes ou  $[Al]=0,16$  mol/L) foram realizados ensaios de extração a pH 2 para levantamento da isoterma de operação. Esses ensaios foram realizados com relação de fases O:A variando entre 4:1 a 1:4 e utilizando uma solução de Dehpa 30% em isoparafina. O tempo de cada contato foi de 10 minutos e o pH foi controlado por adição de solução de NaOH 5 mol/L.

Após os 3 contatos iniciais para a extração do ferro, o refinado, já completamente isento de ferro (0,0 mol/L), apresentou uma concentração de Al igual a 1,12 mol/L. Deve-se ressaltar que a perda de Al durante esse processo foi de 38%. A partir desse refinado foi reproduzida a isoterma de extração de alumínio como mostra a Figura 3.

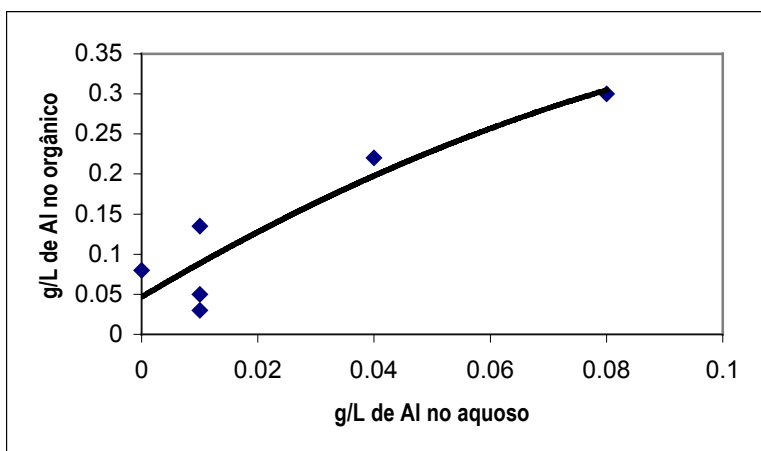


Figura 3 - Isoterma Mc-Cabe-Thiele com pH 2,0 para a extração de Al.

A partir da isoterma da figura acima podemos notar que são necessários 2 estágios para a extração do alumínio utilizando-se uma relação de fases de 1/1.

### 3.4) Reextração de Fe

Um volume de lixívia diluída 50% com concentração inicial de 0,11 mol/L de Fe e 0,84 mol/L de Al foi contactada com um mesmo volume de Dehpa 30% por 10 minutos em pH 0,5. O processo de extração fez com que a fase orgânica apresentasse uma concentração de Fe e Al igual a 0,10 mol/L e 0,01 mol/L

respectivamente.

Volumes de 10 mL do orgânico carregado foram contatados durante 10 minutos com 50 mL de HCl nas concentrações de 12, 6, 3, 1 e 0 mol/L. Os resultados de extração são mostrados na Figura 4.

O efeito da concentração do HCl no percentual de Fe reextraído foi examinado. A figura 4 ilustra a dependência entre o ferro extraído e concentração do ácido. O percentual de Fe(III) reextraído aumenta com o aumento da concentração do HCl, mostrando um máximo em torno de 6M. Dessa forma, para que haja uma reextração efetiva de Fe(III) em uma fase orgânica contendo apenas Dehpa, HCl 6M pode ser utilizado com alta eficiência.

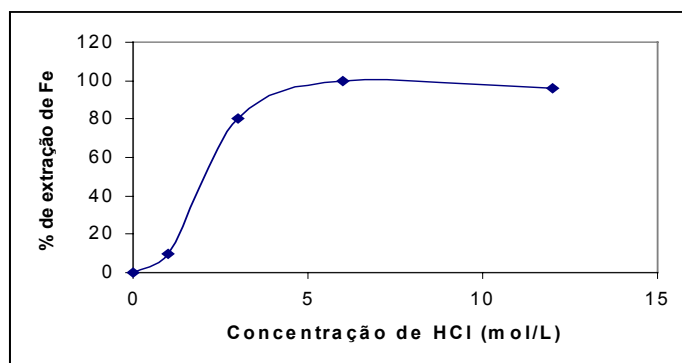


Figura 4– Testes de reextração de Fe em função da concentração de HCl

Foi então levantada uma isoterma de reextração utilizando a mesma alimentação orgânica citada anteriormente. Foi utilizado como agente reextratante uma solução de HCl 6 mol/L e as razões de fase O/A foram variadas desde 5/1 até 1/5. Os resultados são mostrados na Figura 5.

O gráfico apresenta os resultados obtidos para a reextração de ferro com HCl. Na figura, a concentração de ferro na fase aquosa após a reextração é plotada contra sua concentração na fase orgânica. Fica claro que a quantidade de ferro reextraído aumenta com o aumento de sua concentração na fase orgânica.

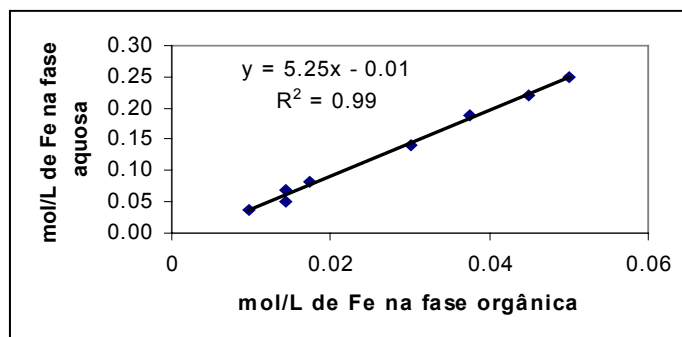


Figura 5 – Isoterma de reextração de Fe com HCl 6 mol/L

### 3.5) Reextração de Al

Para a realização dos testes de reextração de alumínio pegou-se 400 mL de lixívia diluída a 50% e fez-se 2 contatos com DEHPA 30% (1:1) a pH 0,5 para extração do Fe. Em seguida pegou-se 200 mL de refinado e contactou-se com Dehpa 30% (1:1) para a extração de Al em pH 2.

Uma alíquota de 50 mL desse orgânico carregado com Al foi contactado 5 vezes consecutivas com alíquotas de 50 mL de HCl 6 mol/L com o objetivo de encontrar a concentração de alumínio no orgânico. Esse orgânico foi utilizado para o levantamento de uma curva de reextração de alumínio em função da concentração de HCl como agente reextratante. Volumes de 10 mL do orgânico carregado foram contactados com 50 mL de soluções de HCl nas concentrações de 12, 6, 3, 1 e 0 mol/L

Após as análises químicas realizadas encontrou-se que a concentração de alumínio no orgânico era de 0,2209 mol/L ou ainda 5,96 g/L de Al. A concentração do ferro foi de 0,00201 mol/L ou 0,11 g/L.

Os resultados referentes a reextração de alumínio são apresentados na Figura 6. Concentrações baixas de HCl parecem ter mais influência na extração de Al e, concentrações acima de 3 mol/L parecem apresentar resultados similares de reextração.

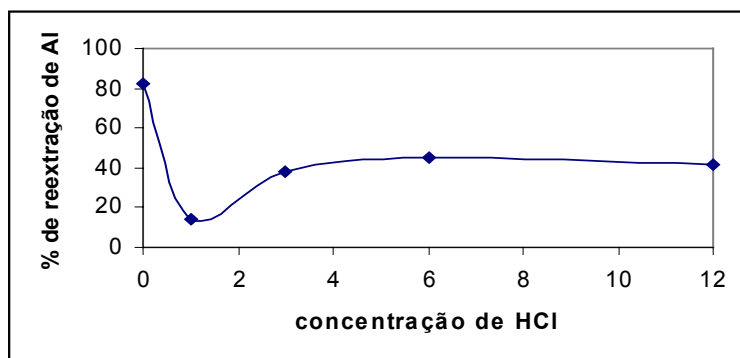


Figura 6 – Investigação da concentração de HCl na reextração do Al.

### 4) Conclusões

A recuperação de ferro e alumínio utilizando a técnica de extração por solvente foi descrita no presente trabalho. A partir dos resultados obtidos pôde-se concluir que ferro e alumínio são extraídos com eficiência em pH 0,5 e 2,0, respectivamente utilizando-se como extratante o Dehpa.

Nos ensaios de extração realizados nos pHs determinados foi possível realizar o levantamento das curvas de operação determinando os valores dos pontos de carregamento para o Fe e o Al. Também foi possível a determinação do número de estágios teóricos necessários para a extração dos dois íons através das

isotermas de McCabe-Thiele levantadas.

A reextração do ferro se dá de forma considerável quando se utiliza HCl 6M como agente reextratante. O alumínio não apresenta o mesmo comportamento que o ferro já que apresenta baixa taxa de reextração mesmo com uma alta concentração de ácido.

## 5) Referências Bibliográficas

[1] PANDEY, B.D., COTE, G. e BAUER, D. Extraction of chromium(III) from spent tanning baths. **Hydrometallurgy**, vol. 40, pp.343-357, 1996.

[2] HIRATO, T., WU, Z., YAMADA, Y. e MAJIMA, H. Improvement of the stripping characteristics of Fe(III) utilizing a mixture of di(2-ethylhexyl) phosphoric acid and tri-n-butyl phosphate. **Hydrometallurgy**, vol. 28, pp.81-93, 1992.

[3] SAHU, K.K. e DAS, R.P. Mixed solvent systems for the extration and stripping of iron(III) from concentrated acid chloride solutions. **Metallurgical and Materials Transactions B**, vol 31B, pp.1169-1174, 2000.

[4] BISWAS, R.K., BEGUM, D.A. Solvent extration of Fe<sup>3+</sup> from chloride solution by D2EHPA in kerosene. **Hydrometallurgy**, vol. 50, pp.153-168, 1998.