

# SULFETAÇÃO E LIXIVIAÇÃO DE UMA MAGNETITA TITANÍFERA CONTENDO VANÁDIO (1)

JÚLIA DE OLIVEIRA E SILVA (2)

EDUARDO DA GAMA CÂMARA (3)

## RESUMO

Os ensaios de sulfetação foram desenvolvidos paralelamente a ensaios de calcinação direta para que se verificasse sua eficácia. A extração de vanádio foi avaliada de forma comparativa por extração química do elemento após cada tratamento térmico.

Os testes, foram feitos em forno rotativo de laboratório, com cargas de aproximadamente 100 gramas a temperaturas de 700°C a 900°C durante 2 horas.

Os resultados obtidos mostraram ser possível uma recuperação de até 78% do vanádio, quando o minério era sulfetado e então lixiviado com ácido clorídrico a 20%.

- 
- (1) Contribuição técnica a ser apresentada no VI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios - RJ, 1979.
  - (2) Engenheira Química, pesquisadora do Instituto de Atividades Espaciais, CTA.
  - (3) Engenheiro Químico, MSc, PhD, pesquisador do Grupo de Metalurgia Extrativa da Divisão de Materiais do IPD/CTA.

## 1 - INTRODUÇÃO

Este trabalho teve como finalidade, avaliar a extração do vanádio de magnetitas titaníferas que ocorrem em Campo Alegre de Lourdes, Bahia.

Para a extração de vanádio a partir destes minerais, são conhecidos dois processos: O primeiro consiste em fazer uma mistura, minério e sal de sódio e se calcinar para possibilitar a obtenção de vanadato de sódio que é solúvel em água; O outro processo consiste em tratar o minério em alto forno para se obter o ferro gusa, contendo vanádio que então é levado a um conversor extraindo-se uma escória rica em vanádio, que é calcinada com sal de sódio e lixiviada.

O primeiro foi escolhido para nossos estudos, pois é seletivo para o vanádio, deixando o Fe e Ti no resíduo da lixiviação. A escolha do agente de calcinação foi baseada no trabalho de Lucas B.H. e Rictcey G.M.<sup>1</sup>.

Afora este procedimento, foi conduzida uma série de experiências, visando avaliar o potencial de um tratamento de sulfetação do minério seguido de lixiviação ácida. Este tratamento, teria como principal vantagem o fato de possibilitar a obtenção simultânea de um concentrado de titânio que poderia ser empregado como matéria prima para a obtenção de rutilo sintético e uma solução contendo ferro e vanádio que podem ser separados e transformados nos seus óxidos.

---

## BIBLIOGRAFIA

- 1 - B.H. LUCAS and G.M. RICTCEY - An alkaline roast-leach process for treatment of titaniferous magnetite for recovery of chromium, vanadium and aluminium.  
Energy, Mines and Resources Canada - Hydrometallurgy section ore processing laboratory - 1977.

## 2 - O MINÉRIO

A amostra estudada, apresentou a seguinte com  
posição química:

Elemento	Fe	TiO <sub>2</sub>	V	Al	SiO <sub>2</sub>	Ca	Mg	P	Cr	Mn	Cl	S	P.F
%	45,50	20,25	0,40	3,13	4,38	0,07	0,15	0,10	traços	0,16	-	0,02	1,90

Os estudos de caracterização mineralógica permi  
tiram as seguintes observações:

- Os constituintes principais são hematita, magnetita e ilmenita.
- A matriz é formada predominantemente por hematita.
- Existe uma distribuição irregular de magnetita.
- Foi constatada a presença de impurezas argilosas.

Com base nos difratogramas e nas análises quĩmi  
cas, pode-se estimar a seguinte composição.

- Hematita - 65 a 70%
- Magnetita - 6 a 12%
- Ilmenita - 23%

Na observação em microsonda foi verificado que o vanádio se encontrava em associação com partículas contendo ferro o que permite concluir que o vanádio estaria disseminado nos mine  
rais de ferro.

Na Figura 1, nota-se que a ilmenita não se en  
contra segregada e sim, em solução sólida com outros constituintes, e que a distribuição de vanádio não é coincidente com a de Ti.

A fim de complementar as informações sobre a associação do vanádio com ferro, foram realizadas análises semi-quantitativas por Raios-X e análises químicas de frações obtidas por separação magnética. Os resultados obtidos mostrados nos Quadros 1 e 2 confirmam que existe uma relação entre a concentração de Fe e V, sugerindo que o vanádio estaria preferencialmente distribuído nas matrizes de hematita e magnetita. Tal fato está em concordância com as observações de Fischer<sup>2</sup> para outras magnetitas titaníferas contendo vanádio.

### 3 - PROGRAMA EXPERIMENTAL

As experiências foram conduzidas em forno rotativo, com aquecimento por resistência elétrica possuindo três zonas quentes independentes. O tubo do forno com diâmetro 8 cm, apresentava uma zona quente de aproximadamente 40 cm. O forno permitia temperaturas de 1000°C sendo a precisão das leituras de  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Uma representação esquemática da aparelhagem é mostrada na Figura 2.

O material sulfetado foi lixiviado num reator construído em vidro, dotado de várias entradas para adaptação de termômetro, agitador mecânico, condensador, coletor de amostras, etc para controle da operação, conforme ilustrado na Figura 3. A capacidade útil do tanque de lixiviação era de 350 cm<sup>3</sup>. O aquecimento foi obtido por manta elétrica permitindo um ajuste de  $\pm 2^\circ\text{C}$ .

As experiências de oxidação consistiram basicamente de preparar misturas de minério com carbonato de sódio sob a forma de pelotas e submetê-las a uma oxidação. A seguir, o material era lixiviado a fim de se avaliar o vanádio solúvel. Nos testes de sulfetação, o minério é submetido a ação de uma atmosfera de gás sulfídrico e a seguir o ferro e o vanádio lixiviados com ácido clorídrico.

---

### BIBLIOGRAFIA

- 2 - R.P. FISCHER - Vanadium resources in titaniferous magnetite deposits.  
U.S.G.S. - Professional Paper 926-B p.B1-B10 - 1973.

#### 4 - RESULTADOS OBTIDOS

Os Quadros 3 e 4 mostram os resultados de extração para as condições experimentais testadas. Aqueles mais significativos são apresentados graficamente nas Figuras 3 e 4.

Tanto nos tratamentos do minério por oxidação como por sulfetação, a extração de vanádio por lixiviação aumentou com a temperatura, tendo atingido 78% para a sulfetação e 95% para a oxidação, respectivamente 900°C e 1000°C.

No caso da oxidação, foi verificada uma proporcionalidade entre a quantidade de carbonato de sódio e a extração do vanádio sendo esta maior para adições mais altas de carbonato.

Os ensaios de sulfetação mostraram ser possível uma boa seletividade de extração do ferro e do vanádio em relação ao titânio confirmando a possibilidade de se ter por um lado o óxido de vanádio e por outro lado uma matéria prima para a obtenção de um rutilo sintético.

#### AGRADECIMENTOS

O presente trabalho é parte dos estudos exploratórios efetuados através do convênio CTA-CBPM com fins de avaliar o potencial de extração de vanádio de minérios nacionais, pelo que agradecemos a CBPM a oportunidade de ter podido contribuir nas investigações de extração de vanádio e pela publicação deste trabalho.

QUADRO 1 - ANÁLISE SEMI-QUANTITATIVA DE SEPARAÇÕES MAGNÉTICAS.

Amostra	Campo Magnético/CAUSS	Fração	Contagem (Ciclos /s)		
			Fe	Ti	V
Reduzida com CO/CO <sub>2</sub>	2500	Magnética	5818	22924	548
		Não Magnética	4943	25516	354
	5450	Magnética	5730	22660	588
		Não Magnética	4989	25911	331
Granulometria <100 mesh	2500	Magnética	5505	17052	414
		Não Magnética	4693	24509	275
	5450	Magnética	4904	24140	306
		Não Magnética	4766	24852	282
21500	Magnética	5157	25113	321	
	Não Magnética	4066	14075	231	
Granulometria < 200mesh	5450	Magnética	5140	26506	311
		Não Magnética	4566	15328	258
Granulometria < 325 mesh	21500	Magnética	5356	27039	308
		Não Magnética	4537	21555	245

QUADRO 2 - ANÁLISE QUÍMICA DO MINÉRIO REDUZIDO A 800°C COM CO/CO<sub>2</sub> A 50% DURANTE 3 HORAS.

Campo	Amostra		Fração Magnética			Fração Não Magnética		
	massa g	% V	massa	% V	recup. %	massa	% V	recup. %
A								
2	10,0	0,5	4,2	0,7	59,0	5,1	0,4	41
0,5	12,0	0,5	5,2	0,8	69,0	6,1	0,3	31

QUADRO 3 - ENSAIOS DE LIXIVIAÇÃO APÓS TRATAMENTO TÉRMICO OXIDANTE EM PRESENÇA DE  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Tempo de oxidação - 2 horas Concentração de sólido - 40%  
 Tempo de lixiviação - 3 horas Volume - 50ml  
 Temperatura de lixiviação -  $80^\circ\text{C}$

Condições			Lixiviação com NaOH		Lixiviação com $\text{H}_2\text{O}$	
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ %	Temp. calc. $^\circ\text{C}$	Y inicial, mg	V extraído, mg	Extração %	V extraído, mg	Extração %
10	800	100	36	36	36	36
20	800	92	38	41	41	45
30	800	90	48	53	48	53
20	900	46	-	-	33	72
30	900	48	-	-	40	83
10	1000	46	-	-	40	87
30	1000	42	-	-	40	95

QUADRO 4 - ENSAIOS DE LIXIVIAÇÃO CLORÍDRICA DO MINERAL SULFETADO COM  $\text{H}_2\text{S}$ .

Tempo de lixiviação - 6 horas Volume - 350ml  
 Temperatura -  $100^\circ\text{C}$  Concentração de sólidos - 23%  
 Concentração - HCl 20%

Elemento	temperatura	700 $^\circ\text{C}$	800 $^\circ\text{C}$	900 $^\circ\text{C}$
	Balanco de sulf			
Vanádio	inicial mg	264	240	232
	final mg	91	81	51
	recup. %	66%	66%	78%
Ferro	inicial mg	37976	38160	40208
	final mg	4008	4276	5135
	recup. %	89%	89%	87%
Titânio	inicial mg	13200	12000	11200
	final mg	13200	12000	11200
	recup. %	0	0	0

FIGURA 1 - IMAGENS DE ÁREA REPRESENTATIVA DA MAGNETITA TITANÍFERA CONTENDO VANÁDIO.



Imagem eletrônica retroespalhada 300 x 300  $\mu$



Mesma zona, Fe K  $\alpha$



Mesma zona, Ti K  $\alpha$

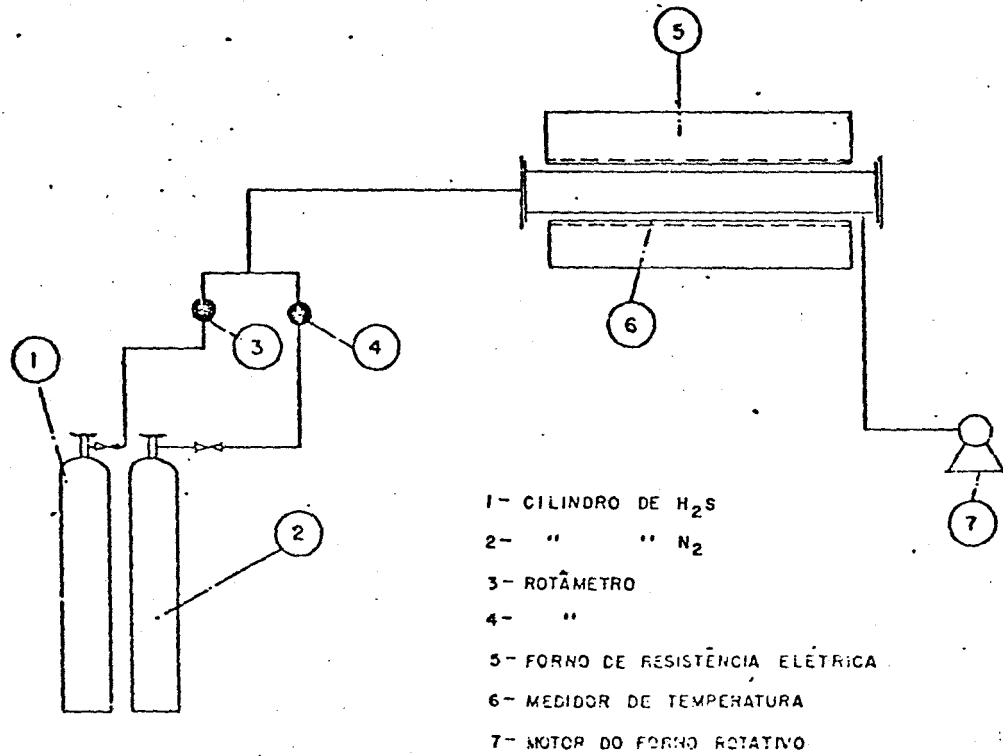


Mesma zona, V K  $\alpha$



FIGURA 2 - APARELHAGEM

- REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO EQUIPAMENTO DE REDUÇÃO DO MINÉRIO



- REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA APARELHAGEM DE LIXIVIAÇÃO

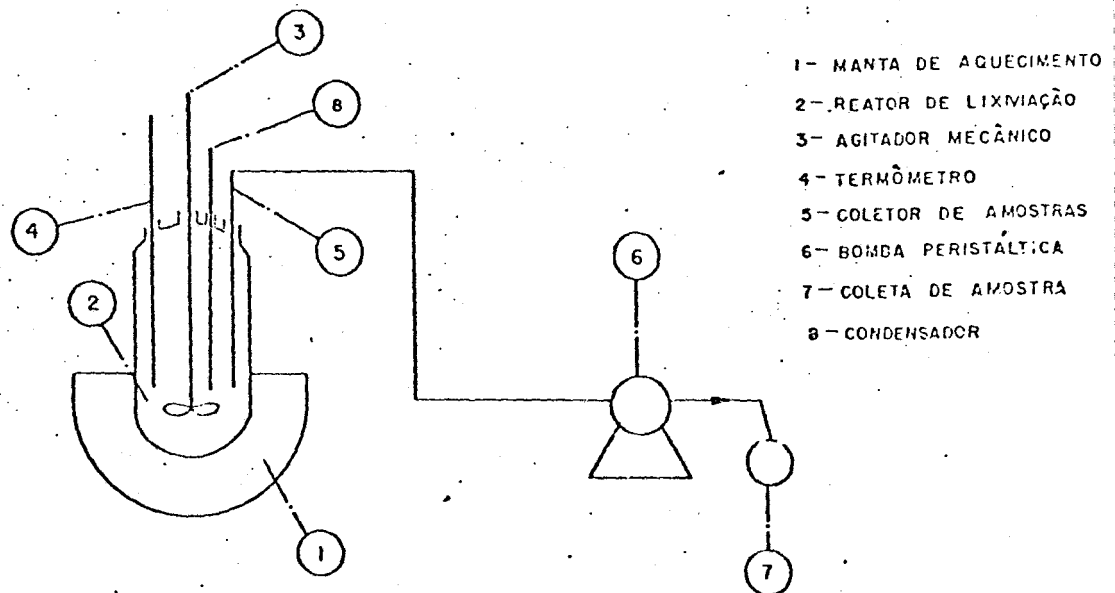


FIGURA 3 - EXTRAÇÃO DE VANÁDIO POR LIXIVIAÇÃO AQUOSA DO MINÉRIO.  
CALCINAÇÃO COM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

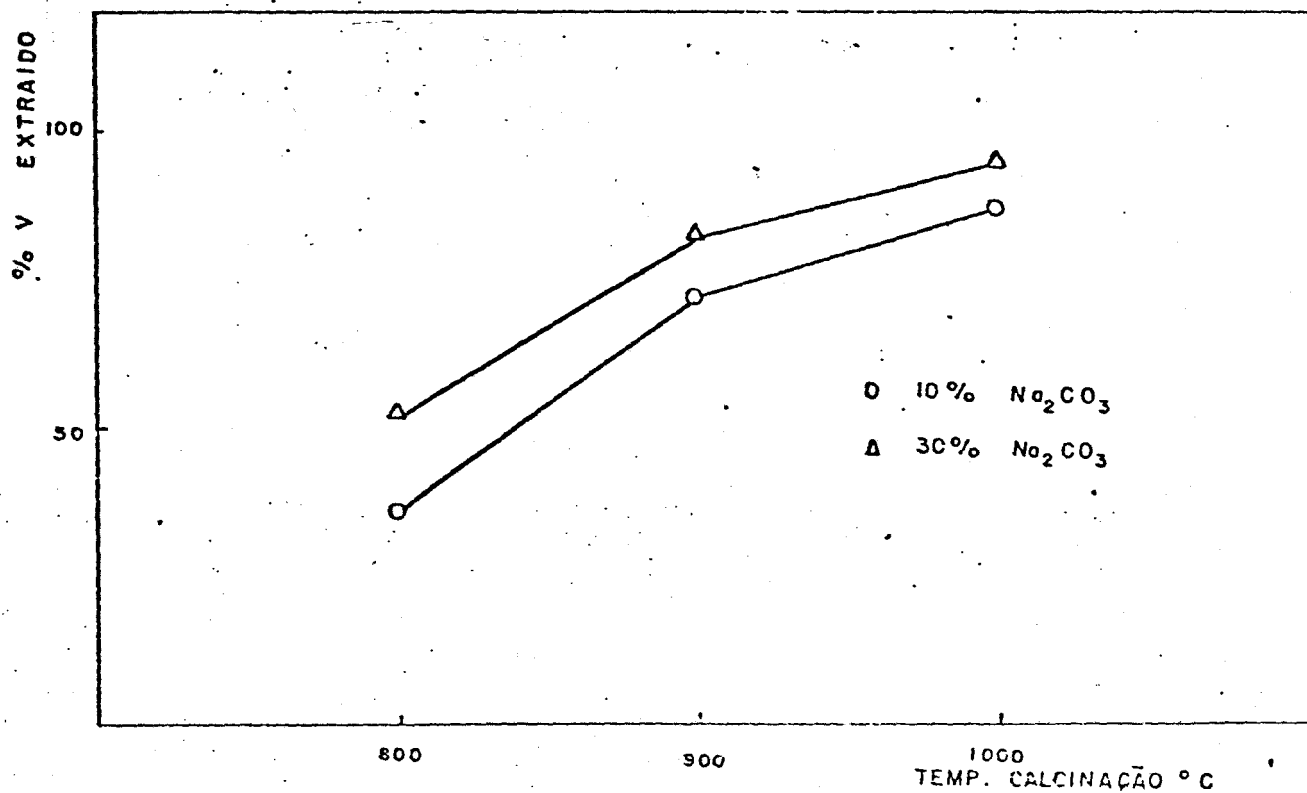


FIGURA 4 - EXTRAÇÃO DE Fe, V E Ti POR LIXIVIAÇÃO CLORÍDRICA DO  
MINÉRIO SULFETADO COM  $\text{H}_2\text{S}$

