

# PURIFICAÇÃO DA SOLUÇÃO DE SULFATO DE ÍNDIO UTILIZANDO RESINA POLIMÉRICA DE TROCA IÔNICA

**Fortes, M.C.B.<sup>1</sup>, Martins, A.H.<sup>2</sup>, Benedetto, J.S.<sup>1</sup>**

(1) Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN/CNEN, Serviço de Tecnologia Mineral,  
Rua Prof. Mário Werneck s/n, Campus da UFMG, Pampulha,  
Cx. Postal 941, CEP 30123-970, Belo Horizonte/MG.  
[mbf@cdtn.br](mailto:mbf@cdtn.br); [jsb@cdtn.br](mailto:jsb@cdtn.br)

(2) Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Departamento de Engenharia Metalúrgica e de  
Materiais, Rua Espírito Santo, 35 sala 206AG, Centro, CEP 30.160-030  
Belo Horizonte/MG  
[ahmartin@demet.ufmg.br](mailto:ahmartin@demet.ufmg.br)

O índio apresenta-se sempre associado a outros metais, principalmente, ao zinco. É uma importante matéria-prima utilizada em componentes para equipamentos eletrônicos. Em geral, o índio é recuperado dos rejeitos de rotas industriais do processamento hidrometalúrgico do minério de zinco. Este trabalho apresenta a definição dos parâmetros de processos para a purificação de soluções aquosas portadoras de índio através do emprego de resinas poliméricas de troca iônica. Para o desenvolvimento da pesquisa experimental foi utilizada uma solução de sintética de sulfato de índio, contaminada com ferro, cuja separação em relação ao índio é de difícil acesso, devido à sua considerável afinidade química. A composição química da solução aquosa empregada nos experimentos é baseada nas concentrações de índio e de ferro das soluções efluentes das etapas do processo de concentração do índio através das técnicas de precipitação seguida de extração por solventes, desenvolvido anteriormente pelo CDTN/CNEN. Os ensaios contínuos foram conduzidos em uma coluna vertical, com um leito fixo de 10,0g de resina seca e condicionada, do tipo quelante Amberlite<sup>®</sup>IRC748 (Rohm and Haas) com o grupo funcional ativo ácido iminodiacético. Utilizando-se as condições experimentais definidas com o emprego da resina Amberlite<sup>®</sup>IRC748 (Rohm and Haas), obteve-se uma solução de sulfato de índio com 99,5% de pureza, cuja concentração é adequada para a alimentação das etapas seguintes de obtenção de índio metálico, como a cementação e a eletrólise.

**Palavras-chave:** purificação, índio, resina polimérica de troca iônica.

**Área Temática:** Hidrometalurgia

## INTRODUÇÃO

O índio é um metal branco prateado, macio, dúctil, maleável e cristalino. Devido às suas propriedades, é uma importante matéria-prima utilizada em componentes para equipamentos eletrônicos. Durante o processo de recuperação de metais base (zinco, cobre e chumbo), o índio concentra-se em resíduos, pó de chaminé e rejeitos das rotas industriais do processamento destes metais (Habashi, 1997). Para a recuperação de índio, a extração por solventes tem sido a principal técnica utilizada (Fortes *et al.*, 2003; Fortes *et al.* 2000; Alguacil, 1999; Barakat, 1998), porém diversos autores também sugerem o uso das resinas poliméricas de troca iônica para a purificação de soluções aquosas de índio (Fortes *et al.*, 2003; Yuchi *et al.*, 1997; Kondo *et al.*, 1996; Trochimzuk *et al.*, 1994; Maeda *et al.*, 1994).

Considerando que o índio é recuperado, em geral, a partir dos rejeitos do processamento de outros metais, principalmente do zinco, o Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear – CDTN/CNEN desenvolveu trabalhos de pesquisa, para a recuperação de índio presente no efluente industrial do processamento hidrometalúrgico do minério de zinco (Benedetto, 1999). Contudo, o processo desenvolvido, utilizando-se a tecnologia hidrometalúrgica de extração por solventes, gerou um produto intermediário de índio. Esta solução obtida ainda possuía uma concentração significativa de impurezas, notadamente o ferro, o que dificultava a obtenção de compostos de índio na especificação exigida pelo mercado.

Este trabalho teve como objetivo a determinação dos parâmetros operacionais do processo de purificação de soluções aquosas portadoras de índio empregando uma resina polimérica de troca iônica do tipo quelante. A fim de se alcançar o objetivo proposto foi utilizada uma solução aquosa sintética com uma concentração intermediária entre as da entrada e saída da etapa final do processo de concentração de índio pela técnica de extração por solventes desenvolvido no CDTN/CNEN (Benedetto, 1999).

## DESENVOLVIMENTO

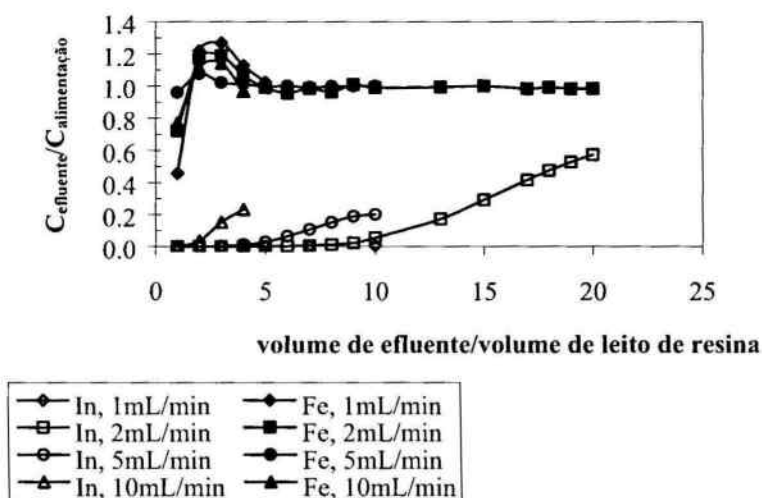
As soluções aquosas contendo índio e ferro empregadas nos experimentos foram preparadas a partir da solubilização de óxido de índio (99,5%  $\text{In}_2\text{O}_3$ , Merck, Alemanha) e sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  P.A., Baker, Brasil) em ácido sulfúrico (95-97%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Vertec, Brasil). A concentração de íons índio em solução foi de 2,0g/L e de íons ferrosos de 1,5; 5,0 e 6,5g/L em pH igual a 1,5.

Os ensaios contínuos de carregamento foram conduzidos em uma coluna vertical de vidro borossilicato (10mm de diâmetro interno e 400mm de altura), com um leito fixo de 10,0g de resina seca e condicionada (o que equivale ao volume de 27mL), do tipo quelante Amberlite® IRC748 (Rohm and Haas) com o grupo funcional ativo ácido iminodiacético. A solução aquosa portadora de íons índio e ferro foi alimentada ao sistema por meio de uma bomba peristáltica acoplada à coluna que percolou o leito de resinas em um percurso descendente.

A eluição de íons índio e ferro carregados na resina foi feita com solução aquosa de ácido sulfúrico. Diversos níveis de vazão da solução de eluição (5,0; 10,0 e 15,0mL/min) e da concentração de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (0,5 e 0,1M) foram estudados.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A fim de se determinar os parâmetros de operação para a purificação de índio foi estudada a eficiência de adsorção dos íons índio e ferro presentes na mesma solução, utilizando-se a resina quelante Amberlite®IRC748. Na Figura 1 são mostradas as curvas de adsorção dos íons índio e ferro para diferentes vazões da solução de alimentação.



**Figura 1** - Adsorção de índio e ferro em coluna com 10,0g de resina quelante Amberlite®IRC748 e solução de alimentação contendo  $\text{In}^{+3}$  2,0g/L e  $\text{Fe}^{+2}$  5,0g/L, em pH igual a 1,5

Nos ensaios contínuos (Figura 1), ficou evidente a forte preferência da resina quelante de grupo funcional ativo ácido iminodiacético, Amberlite®IRC748, pelos íons índio, bem como a elevada seletividade de adsorção deste metal em relação ao ferro. Notou-se que ocorreu a máxima adsorção de índio independente da vazão utilizada, medida pela razão entre a concentração do metal efluente ( $C_{\text{efluente}}$ ) e a sua concentração na alimentação ( $C_{\text{alimentação}}$ ), ou seja, quando  $C_{\text{efluente}}/C_{\text{alimentação}}$  for igual a zero. A partir dos resultados apresentados nesta figura, pode-se afirmar que o ferro é inicialmente adsorvido e, em seguida, esse é deslocado da resina e substituído pelos íons índio. Após a estabilização, o ferro não é mais adsorvido, como poder ser observado quando  $C_{\text{efluente}}/C_{\text{alimentação}}$  for igual a 1.

A partir dos resultados na Figura 1 mostrou-se que adsorção inicial de ferro diminuiu com o aumento da vazão da solução de alimentação até o limite de 5,0mL/min. Porém, para uma vazão de 10,0mL/min, a adsorção inicial de ferro voltou a ser maior. Portanto, visando obter uma adsorção seletiva de índio, a vazão da solução de alimentação deve ser igual ou inferior a 5,0mL/min para o volume de leito testado.

Observou-se que a adsorção de íons índio na resina foi maior quanto menor foi a vazão. Assim, quanto maior o tempo de contato entre a solução e o leito de resina, maior foi o carregamento dos íons índio na resina.

Para alcançar-se um ótimo percentual de adsorção de índio em coluna, optou-se por conduzir o teste em vazão de 5,0mL/min da solução alimentação até completar o equivalente a 4 volumes de leito de resina (quociente entre o volume de efluente e o volume do leito de resina na coluna), onde ocorre o “breakthrough point”, ponto em que deve ser interrompida a alimentação, pois este é o momento em que os íons índio começam a surgir no efluente da coluna.

Na Tabela 1 são apresentados os resultados para o balanço de massa para o carregamento de íons índio e ferro, bem como a percentagem de cada elemento adsorvido na resina em relação aos íons totais de alimentação, para diferentes relações mássicas de índio e ferro. A relação de Fe/In de 2,5 representa a concentração média entre as da entrada e saída da etapa final do processo de concentração de índio pela técnica de extração por solventes desenvolvido no CDTN/CNEN. A relação de 3,25 representa uma margem de segurança de 50% da relação mássica intermediária. Por último, a relação de 0,75 de Fe/In é baseada na concentração do reextrato obtido no processo desenvolvido de recuperação (Benedetto, 1999).

**Tabela 1** – Balanço de massa para a adsorção dos íons índio e ferro em coluna, com a resina Amberlite®IRC748, até o “breakthrough point”

Fe/In	Metal	Alimentação (g/L)	Adsorção (%)	Distribuição (%)		Fator Separação
				Alimentação	Resina	
3,25	In	2,0	99,9	12,9	90,7	65,5
	Fe	6,5	1,5	87,1	9,3	0,02
2,5	In	2,0	99,7	16,8	95,1	95,8
	Fe	5,0	1,0	83,2	4,9	0,01
0,75	In	2,0	99,9	38,9	96,3	2,47
	Fe	1,5	2,5	61,1	3,7	0,03

Observou-se que a adsorção de índio foi, praticamente, total (acima de 99,7%) independente da relação mássica utilizada. Isso confirma a elevada seletividade da resina para soluções aquosas de índio na presença de ferro. O maior percentual de adsorção de ferro foi cerca de 2,5% (relação 0,75 Fe/In), contudo devido a menor concentração inicial, teve-se uma menor adsorção de íons na resina: 0,007mmoles de Fe/g de resina. Para as soluções com maior concentração de ferro, cujas relações Fe/In na alimentação foram de 2,5 e 3,25, as quantidades adsorvidas de ferro corresponderam a 0,009 e 0,020mmoles de Fe/g de resina, respectivamente.

Na Figura 2 são apresentados os resultados experimentais para a eluição de íons índio e ferro empregando-se solução aquosa de ácido sulfúrico. Os experimentos de eluição partiram de uma coluna com a resina quelante Amberlite®IRC748 cujo carregamento médio foi de 1,82mmoles de índio e 0,09mmoles de ferro.

A partir dos resultados experimentais mostrados na Figura 02, observou-se que a concentração de 0,5M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> é suficiente para a recuperação de todo o índio adsorvido com o equivalente a 5 volumes de leito de resina, para uma vazão da solução de eluição de 5,0mL/min.

A recuperação total de índio também pode ser alcançada ao aumentar-se a vazão da solução de eluição para 10,0 e 15,0mL/min e elevar para 6 e 7 volumes de leito, respectivamente. O que indica que o tempo de residência é um parâmetro importante na etapa de eluição, como era de se esperar.

Na Figura 2, observou-se que para a eluição completa de índio com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1M e vazão da solução de eluição de 5,0mL/min, seria necessário o correspondente a mais de 10 volumes de leito. Isso não seria interessante para o processo, já que a solução final eluída estaria muito diluída e inadequada à etapa seguinte de recuperação do índio.

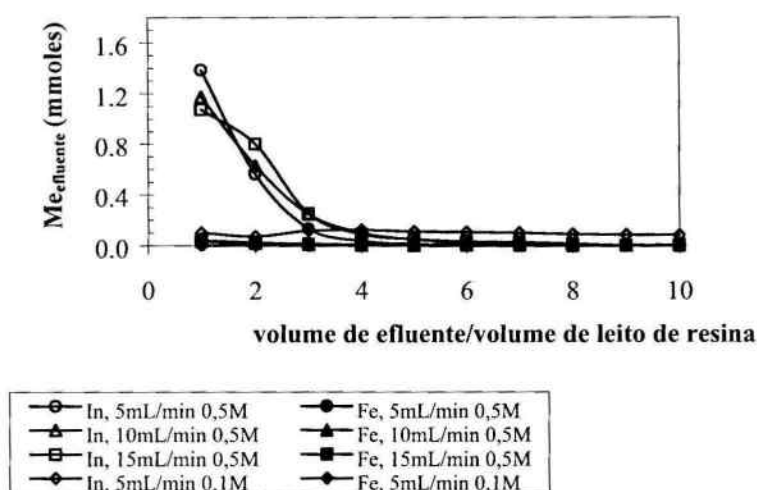


Figura 2 - Eluição de índio e ferro da resina quelante Amberlite®IRC748 com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

A utilização da solução H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M como eluente, com vazão de 5,0mL/min, sobressaiu-se dentre as demais condições estudadas. Pois, além de gerar uma eluição seletiva do índio, nesta condição seria necessário um menor volume de ácido para a remoção completa dos íons, a partir da resina carregada.

Na Tabela 2 são apresentadas as condições experimentais dos principais parâmetros de processo definidas para as etapas de carregamento e de eluição da resina quelante com o grupo funcional ativo ácido iminodiacético, Amberlite®IRC748, com o objetivo de se purificar a solução de sulfato de índio, contaminada com ferro, que é um subproduto do processamento hidrometalúrgico de zinco da indústria brasileira.

Tabela 2 – Condições experimentais para a purificação da solução de sulfato de índio, em ensaios contínuos

Carregamento		Eluição	
pH <sub>solução de alimentação</sub>	vazão	eluente	vazão
1,5	5,0mL/min	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5M	5,0mL/min

Utilizando-se as condições experimentais apresentadas na Tabela 2 foi possível obter-se uma solução com 1,8g/L de índio com 98,4% de pureza, quando a solução de alimentação possui uma relação mássica igual a 2,5 Fe/In.

Destaca-se que, quando se usou a solução de alimentação baseada na concentração do reextrato obtido no processo de recuperação de índio desenvolvido no CDTN/CNEN (relação 0,75 Fe/In), o efluente recuperado apresentou 2,0g/L de índio com 99,5% de pureza. Esta solução possui concentrações adequadas para a alimentação das etapas seguintes para a obtenção de índio metálico, como por exemplo, a cementação e a eletrólise.

## CONCLUSÃO

A marcante preferência da resina quelante, com grupo funcional ativo ácido iminodiacético, Amberlite® IRC748, pelos íons índio aos íons ferrosos, possibilitou a purificação da solução de sulfato de índio, com 99,5% de pureza, a partir de um efluente industrial.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN/CNEN pelo apoio técnico, à CAPES pela concessão da bolsa de doutorado e ao CNPq pelo suporte financeiro que possibilitou a realização deste trabalho experimental.

## REFERÊNCIAS

- ALGUACIL, F.J.– *Hydrometallurgy*, 51, 1, 97-102, 1999.
- BARAKAT, M.A.– *Hydrometallurgy*, 49, 1-2, 63-73, 1998.
- BENEDETTO, J.S.– **Recuperação de índio a partir de efluente industrial do minério de zinco**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 1999. 150p. (Tese, Doutorado em Engenharia Química).
- FORTES, M.C.B.; MARTINS, A.H.; BENEDETTO, J.S.– *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 20, 2, 121-128, 2003.
- FORTES, M.C.B.; MARTINS, A.H.; BENEDETTO, J.S.– *Minerals Engineering*, 16, 659-663, 2003.
- FORTES, M.C.B.; MARTINS, A.H.; BENEDETTO, J.S.– Estado do conhecimento sobre a extração por solventes na recuperação de índio. In: SIMPÓSIO MÍNERO-METALÚRGICO, 11, e ENCONTRO DE MINERAÇÃO, METALURGIA E MATERIAIS DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS – UFMG, 8, 2000, Belo Horizonte/MG. Anais do Simpósio Mínero-Metalúrgico da UFMG. Belo Horizonte: Grêmio Mínero-Metalúrgico Louis Ensck da UFMG, 2000. 10-20.
- HABASHI, F.– *Handbook of Extractive Metallurgy*. New York: Wiley-VCH, 1997. v.I.
- KONDO, K.; SUMI, H.; MATSUMO, M.– *Separation Science and Technology*, 31, 12, 1771-1775, 1996.
- MAEDA, H.; EGAWA, H.– *Journal of Applied Polymer Science*, 42, 3, 737-741, 1991.
- TROCHIMZUK, A.W.; HORWITZ, E.P.; ALEXANDRATOS, S.D.– *Separation Science and Technology*, 29, 4, 543-549, 1994.
- YUCHI, A.; SATO, T.; MORIMOTO, Y.; MIZUNO, H.; WADA, H.– *Analytical Chemistry*, 69, 15, 2941-2944, 1997.