

Estudo da lixiviação do concentrado tantalita/columbita e escórias tantalíferas

Ana Lúcia Mamede Carneiro *

1. INTRODUÇÃO
2. UTILIZAÇÕES E PROPRIEDADES DO TÂNTALO METÁLICO
3. TECNOLOGIA PARA PRODUÇÃO DE TÂNTALO METÁLICO
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL
5. CONCLUSÕES
6. BIBLIOGRAFIA

* Engenheira Pesquisadora do CETEM -
Centro de Tecnologia Mineral

Resumo

A lixiviação constitui-se na primeira etapa da rota tecnológica mais usual para produção de óxido de tântalo (Ta_2O_5) de alta pureza. Um concentrado de tantalita/columbita proveniente do beneficiamento físico da cassiterita e uma escória tantalífera obtida como subproduto da metalurgia do estanho foram lixiviados com ácido fluorídrico e mistura de ácidos fluorídrico e sulfúrico com o objetivo de estudar as principais variáveis que influenciam o processo: temperatura, concentração de ácido, relação molar ácido fluorídrico/ácido sulfúrico, relação sólido/líquido e agitação.

Os experimentos com o concentrado foram conduzidos em regime de batelada em um reator de polipropileno provido de um condensador, aquecido em banho termostático. A escória foi lixiviada em tanque aberto do mesmo material em regime de

batelada e semi-contínuo, e adição de ácido com um bomba peristáltica.

Elevadas solubilizações do tântalo contido no concentrado - 95 a 99% - foram atingidas em 12 horas aproximadamente, com ácido fluorídrico em altas concentrações (aproximadamente 42 molal) e temperaturas próximas a 80°C. Os testes de lixiviação com a mistura de ácidos mostraram que o ácido sulfúrico substitui de forma satisfatória parte do ácido fluorídrico e leva a uma maior taxa de extração embora as concentrações de impureza (principalmente ferro) em solução sejam maiores.

A maior recuperação de tântalo contido na escória - 96% - foi alcançada nos testes tipo cura utilizando 200 g HF 48%/100g escória. A adição de ácido sulfúrico também se mostrou vantajosa.

O conhecimento do efeito de cada variável sobre o processo possibilitará a obtenção dos licores de lixiviação adequados ao estudo da separação de tântalo e nióbio através da técnica de extração por solvente.

1. Introdução

O Brasil vem se destacando no cenário mundial como um dos maiores produtores de concentrados de tântalo (tantalita/columbita/microlita). Por exemplo, em 1982, ocupou o terceiro lugar com uma exportação total de 57 toneladas de Ta_2O_5 contido (incluindo também escórias), que equivalem a US\$ 3.873.000 (FOB).

As reservas brasileiras (medidas e indicadas) são da ordem de 3.100 toneladas de Ta_2O_5 contido. Os principais jazimentos estão localizados na Província Estanífera de São João del Rei (Minas Gerais) e na Província de Borborema (região Nordeste - Paraíba e Rio Grande do Norte). Reservas superiores são encontradas somente na Tailândia e Austrália, excluindo os países de economia centralizada.

Recentemente a Companhia Industrial Fluminense, situada em Nazareno, município de São João del Rei (Minas Gerais),

instalou uma unidade, a partir de tecnologia estrangeira, para processar parte dos concentrados e escórias tantalíferas obtidos nesta região visando à produção de óxidos de tântalo (Ta_2O_5) e nióbio (Nb_2O_5) com elevado grau de pureza. Parte do Ta_2O_5 vem abastecendo o mercado interno, sendo usado na produção de carbeto, que são consumidos pelas indústrias de ferramentas de corte. O excedente tem sido exportado para a Alemanha Ocidental.

Apesar de sua situação privilegiada, nosso país não possui tecnologia própria para obtenção de óxidos de tântalo e tântalo metálico, exportando praticamente toda sua produção de concentrados e escórias tantalíferas, principalmente para os Estados Unidos.

Face a isto, torna-se imprescindível o desenvolvimento de um processo nacional para o melhor aproveitamento de nossos recursos.

Um processo industrial de obtenção de tântalo metálico geralmente envolve as seguintes etapas (7-9):

a) lixiviação dos concentrados e escórias com ácido fluorídrico ou mistura de ácidos fluorídrico e sulfúrico;

b) purificação do licor proveniente da lixiviação e separação do tântalo e nióbio, o que geralmente é feito por extração por solvente, com metil-isobutil-cetona (MIBK) ou tributil-fosfato (TBP);

c) precipitação com fluoreto de potássio (KF), produzindo fluortantalato de potássio (K_2TaF_7), ou com hidróxido de amônio (NH_4OH), obtendo-se hidróxido de tântalo ($Ta(OH)_5$), que após calcinação é transformado em óxido (Ta_2O_5);

d) redução de fluortantalato de potássio e/ou óxido, por eletrólise em sais fundidos, redução carbotérmica ou redução com alumínio, sódio ou magnésio.

Este trabalho tem por objetivo estudar a primeira etapa do processo, ou seja, a lixiviação. Foram analisados os efeitos dos principais parâmetros de processo - temperatura, tempo, concentração de ácido, agente lixiviante, percentagem de sólidos na polpa e agitação - na cinética de solubilização do tântalo e nióbio.

2. Utilizações e propriedades do tântalo metálico

Atualmente, cerca de 70% do tântalo fabricado no mundo se destinam à indústria eletrônica, principalmente na fabricação de capacitores. Aproximadamente 20% são empregados na confecção de ferramentas de corte e equipamentos que necessitem alta resistência mecânica, na forma de carbetos (TaC) puro ou misturado com outros carbetos. O restante é consumido na forma metálica, como compostos ou como elemento de liga, na fabricação de equipamentos para indústria química e para indústria aeroespacial.

Quanto às propriedades químicas o tântalo é muito resistente ao ataque de ácidos inorgânicos mesmo em temperaturas elevadas (100-150°C), exceto aos ácidos fluorídrico e sulfúrico fumegante, sendo porém facilmente atacado com hidróxidos a quente.

No que se refere às propriedades físicas, podemos ressaltar seus elevados pontos de fusão (3000°C) e ebulição (5300°C). Além disso, este metal se caracteriza como um excelente condutor de calor e eletricidade.

3. Tecnologia para produção de tântalo metálico

O tântalo foi produzido industrialmente pela primeira vez em 1922 nos Estados Unidos pela Fansteel Metallurgical

Corporation, North Chicago. O processo adotado envolvia basicamente as seguintes etapas:

a) fusão alcalina e lixiviação com ácido clorídrico para purificação;

b) lixiviação com ácido fluorídrico para solubilização dos óxidos de tântalo e nióbio;

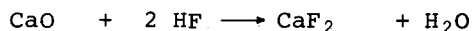
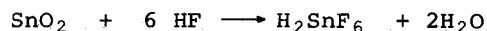
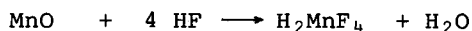
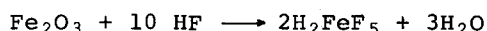
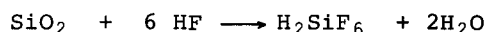
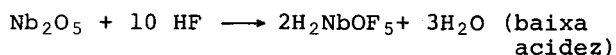
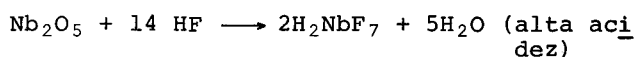
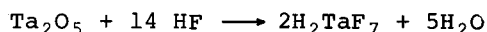
c) cristalização fracionada para separá-los;

d) redução do sal (K_2TaF_7) por eletrólise em sais fundidos.

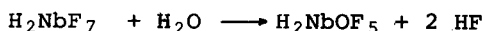
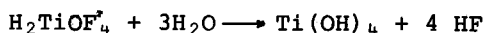
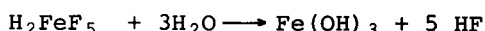
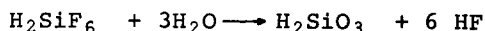
Com o avanço da tecnologia de extração por solventes no final da década de 1950, as operações de pré-tratamento por fusão alcalina e a cristalização fracionada foram substituídas pela extração por solventes. Este novo processo, além de aumentar a taxa de produção, é capaz de produzir sais e óxidos de tântalo e principalmente nióbio, com grau de pureza mais elevado (99,9%). A recuperação global também sofreu um aumento considerável, passando de 86% para 95%.

Outra alternativa menos usual para obtenção de compostos com elevado grau de pureza é a cloração.

Nas instalações industriais mais modernas a matéria-prima, seja concentrado ou escória, é diretamente lixiviada com ácido fluorídrico ou mistura de ácido fluorídrico e sulfúrico a quente. Durante a lixiviação ácida, além do tântalo e nióbio, o ferro, manganês, titânio e sílica se solubilizam. Para melhor rendimento do processo é recomendável que a lixiviação seja feita em temperaturas na faixa de 60 a 80°C e que o material esteja numa granulometria inferior a 100 malhas, embora a liberação da tantalita/columbita ocorra em granulometrias mais grosseiras. As equações químicas que traduzem o processo estão expostas a seguir:



À medida que as reações ocorrem, num processo em regime batelada, a acidez do meio tende a diminuir, devido ao consumo de ácido fluorídrico. Isto provoca as reações de hidrólise indicadas abaixo, que ocorrem com liberação de ácido fluorídrico, o qual por sua vez volta a reagir com o sólido.



4. Procedimento experimental

4.1. Materiais selecionados

Para o desenvolvimento deste estudo sobre cinética de lixiviação de tântalo e nióbio, em escala de laboratório, foram escolhidas duas matérias-primas comercializáveis, com características distintas:

. Concentrado tantalita/columbita obtido como co-produto do beneficiamento físico da cassiterita encontrada na região de Nazareno - Minas Gerais.

. Escória tantalífera obtida como sub-produto dos fornos de redução da cassiterita.

4.2. Preparação das amostras

Os materiais foram devidamente homogeneizados e quarteados para recolhimento de amostras que se destinaram às seguintes atividades: análise química, análise granulométrica, determinação de densidade e caracterização química e mineralógica (difração de raios-X, grau de liberação, microscopia ótica e eletrônica, e espectroscopia de emissão ótica).

A escória, por apresentar granulometria mais grosseira, foi primeiramente britada em britador de rolo com abertura de 20 malhas. Tanto a escória como o concentrado foram moídos a úmido em moinho de bola para que atingissem uma granulometria inferior a 200 malhas.

4.3. Resultados da caracterização das amostras

O concentrado tantalita/columbita e a escória, cujas densidades são $5,3 \text{ g.cm}^{-3}$ e $3,5 \text{ g.cm}^{-3}$, respectivamente, foram classificadas em peneiras antes e depois da moagem. Na tabela I indicamos somente as distribuições granulométricas obtidas após moagem.

TABELA I - Análise granulométrica do concentrado tantalita/columbita e da escória tantalífera.

Frações (Sistema Tyler)	Tant/Columb. (%)	Escória (%)
+150#	0,2	0,8
-150# +200#	3,1	2,4
-200# +270#	50,6	15,8
-270# +325#	30,1	20,9
-325# +400#	11,8	26,4
-400#	3,8	33,3

O estudo de caracterização mineralógica revelou as seguintes informações:

a) Concentrado tantalita/columbita

Através de difração por raios-X foram identificados tantalita/columbita, pirocloro e quartzo ou cassiterita.

Constatou-se que a liberação da tantalita/columbita ocorre em granulometrias inferiores a 28 malhas, embora a lixiviação seja usualmente realizada em granulometrias inferiores a 100 malhas. A composição mineralógica (16) para este concentrado está exposta na tabela II.

TABELA II - Composição mineralógica estimada para o concentrado tantalita/columbita.

Mineração	Composição	Porcentagem
tantalita/columbita	(Fe,Mn) (Nb,Ta) ₂ O ₆	85
pirocloro	(Na,Ca) ₂ (Nb,Ti) (O,F) ₇	5
goethita	α - FeO(OH)	3
estauroлита	Fe ₂ Al ₉ O ₆ (SiO ₄) ₄ (O,OH) ₂	3
cassiterita	SnO ₂	1
zirconita	ZrSiO ₄	1
gahnita	ZnAl ₂ O ₄	1
quartzo, ilmenita, e outros	SiO ₂ , FeTiO ₃ , etc.	1

b) Escória tantalífera

A escória tantalífera foi caracterizada como sendo um material constituído de uma massa vítrea (silicática) praticamente amorfa, na qual os compostos cristalinos, niobatos e tantalatos de sódio (NaTaO₃ e/ou NaNbO₃ e/ou NaNbO₂F) e pirocloro, estão finamente disseminados.

Os teores dos elementos predominantes nas amostras, analisados por via úmida, estão indicados na tabela III.

TABELA III - Análise química do concentrado tantalita/columbita e da escória tantalífera.

Compostos	'Tant/Columb.' (%)	Escória (%)
Ta ₂ O ₅	30,5	32,8
Nb ₂ O ₅	30,0	3,8
FeO	10,8	1,2
MnO	7,8	2,1
TiO ₂	4,2	1,2
SiO ₂	2,5	27,0
SnO ₂	2,2	-
CaO	-	14,0
Al ₂ O ₃	-	6,8

4.4. Equipamentos e parâmetros estudados

Todos os ensaios foram realizados em escala de bancada, utilizando materiais de laboratório confeccionados em polipropileno e teflon, materiais que, além de resistirem à ação do ácido fluorídrico, suportam temperaturas de até 150°C e 260°C respectivamente. Os agentes lixiviantes testados foram ácido fluorídrico e mistura de ácidos fluorídrico e sulfúrico.

4.4.1. Concentrado tantalita/columbita

Os ensaios foram conduzidos em regime de batelada sendo o equipamento composto de um reator com capacidade de 1000 ml, um condensador para evitar perdas por evaporação, ambos de polipropileno, uma hélice agitadora revestida de teflon, um banho-maria, um termômetro e um agitador mecânico.

Somente a granulometria foi fixada - abaixo de 200 malhas - com base nos dados encontrados na literatura.

Os demais parâmetros foram estudados em diversos níveis. As variáveis estudadas foram: a percentagem de sólidos (%S), a concentração inicial de ácidos (ϱ_i) expressa em molalidade, temperatura (θ), tempo de batelada (t), relação molar HF/H₂SO₄ (n) e velocidade de agitação da polpa (ω).

Com a finalidade de verificar a eficiência do condensador de polipropileno, foram realizados testes com reator fechado e com condensador acoplado ao reator.

Na tabela IV especificamos os níveis em que cada variável foi testada.

TABELA IV - Níveis superior e inferior das variáveis.

Variáveis	Níveis
%S	20-40%
ϱ_i	15-46 molal
θ	25-90°C
n	1/1-10/1
t	0,5-16 h
ω	250-1000 rpm

Os ensaios foram planejados de forma que, para uma dada percentagem inicial de sólidos, variamos a concentração inicial de ácido ou a relação molar no caso dos testes com ácido sulfúrico, e consequentemente a quantidade de ácido adicionada ao reator. Portanto, para melhor compreensão das escolhas dos níveis das variáveis, nas tabelas V e VI relacionamos a percentagem de sólidos, a concentração inicial de ácido e o correspondente à quantidade estequiométrica, que tem como consumidores tântalo, nióbio, ferro, manganês, silício e titânio, e é equivalente a 84,6g HF/100g amostra.

Após cada batelada, a polpa era filtrada, o resíduo lavado, secado e enviado para análise química por fluorescência de raios-X. Para fazermos um balanço de massa, alguns licores de lixiviação foram analisados por método gravimétrico (17).

4.4.2. Escória tantalífera

A reação da escória com o ácido fluorídrico é extremamente violenta, gerando grande quantidade de calor, devido às reações exotérmicas. Em virtude disto, foram programados ensaios de "cura" e ensaios em regime semi contínuo.

TABELA V - Interrelação entre a concentração ácida, a quantidade de HF e a percentagem de sólidos.

Percentagem de sólidos (%S)	ϱ_i (moles HF/kg H ₂ O)	HF Adicionado (%) *
25	15,0	82
25	17,0	90
25	22,0	108
25	30,6	135
25	42,0	162
25	46,0	170
40	42,0	80
40	46,0	85

* Relativo à quantidade estequiométrica de HF (100%).

TABELA VI - Interrelação entre HF e H₂SO₄ adicionados para cada percentagem de sólidos.

Percentagem de sólidos (%S)	Razão molar HF/H ₂ SO ₄ (n)	HF adicionado (%) *
20,3	5/1	108
22,4	10/1	108
25,0	5/1	108
25,0	10/1	108
25,0	3/1	120
25,0	1/1	40

* Relativo à quantidade estequiométrica de HF (100%).

Nos ensaios "tipo cura" um volume conhecido (v) de ácido fluorídrico 48% ou da mistura ácida (HF + H₂SO₄) era adicionado ao minério seco de massa (m_s) num intervalo de 5 minutos. A polpa resultante era agitada por períodos determinados (τ). Após este tratamento, o sólido residual era lavado com 200 ml HF 10%/100g escória durante 1 hora, filtrado, secado e analisado por método gravimétrico. Nestes testes, num total de 8, foram analisados a quantidade de ácido fluorídrico necessária para atingir altas recuperações, o efeito da adição de ácido sulfúrico e o tempo de reação (τ). Na Tabela VII indicamos as condições de cada ensaio.

TABELA VII - Condições experimentais e resultados dos testes "tipo cura" com a escória tantalífera.

Teste	v 48% HF (ml) *	m H ₂ SO ₄ (g) *	τ (h)	Recuperação Ta(%) Nb(%)	
1S	100	-	0,5	63,8	84,4
2S	100	-	24	64,2	86,0
3S	150	-	0,5	81,2	-
4S	150	-	24	80,0	76,5
5S	200	-	0,5	86,8	84,7
6S	200	-	24	96,1	96,0
7S	100	25	0,5	80,6	84,6
8S	70	50	0,5	66,0	73,2

* Relativo a 100g de escória

A quantidade de ácido fluorídrico necessária para solubilização apenas do tântalo e nióbio é da ordem de 25g HF/100g escória, entretanto a sílica e o cálcio presentes são fortes consumidores de ácido, elevando o consumo estequiométrico para 92g HF/100g escória.

Nos ensaios realizados em regime semi-contínuo empregou-se um equipamento composto de um reator aberto, um agitador mecânico e uma bomba peristáltica. O sólido era carregado no reator juntamente com uma quantidade de líquido (água ou solução de ácido sulfúrico), de modo a se obter uma polpa com percentagem inicial de sólidos de 66,7%. O ácido fluorídrico a 48% era adicionado continuamente ao reator numa determinada vazão (Q) através da bomba, por um período pré-estabelecido. Variamos, portanto, a vazão e o tempo de adição de ácido fluorídrico. Verificamos também os efeitos da adição de ácido sulfúrico e do tempo (τ) definido como sendo um intervalo de tempo entre o final da adição do HF 48% e a lavagem do resíduo final. Na tabela VIII mostramos as condições experimentais e as recuperações obtidas.

TABELA VIII - Condições experimentais e resultados dos testes em regime semi-contínuo com a escória tantalífera.

Testes	v 48% HF (ml)	m H ₂ SO ₄ (g)*	m H ₂ O (g)*	Vazão (ml/min)	τ (h)	Recuperação	
						Ta (%)	Nb (%)
9S	100	-	50	1	0	70,8	75,8
10S	100	-	50	2	0	34,6	32,1
11S	200	-	50	1	0	71,4	77,0
12S	200	-	50	2	0	73,5	81,0
13S	100	-	50	1	24	25,5	19,3
14S	200	-	50	2	24	54,4	57,8
15S	100	25	25	1	0	79,8	86,9
16S	100	50	-	1	0	81,4	85,3
17S	100	25	25	2	0	56,5	51,1
18S	200	25	25	1	0	85,7	84,6

* relativo a 100g de escória

4.5. Resultados e discussões

4.5.1. Concentrado tantalita/columbita

a) Efeito da concentração inicial de ácido fluorídrico e tempo de reação.

Para uma análise comparativa, registramos, no gráfico 1, a variação da recuperação de tântalo e nióbio para diferentes concentrações iniciais de ácido, numa percentagem de sólidos igual a 25% e temperatura de 80°C. Constatamos que um aumento na concentração inicial de ácido fluorídrico provoca um aumento considerável na taxa de extração dos dois elementos. Elevadas recuperações (97-99%) foram atingidas mais rapidamente em concentrações de ácido fluorídrico superiores a 30 molal.

Na tabela IX apresentamos alguns dados adicionais de recuperação para condições diversas. Verificamos que, no caso de lixiviações com ácido fluorídrico a 46 molal e a 80°C, o tempo necessário para atingirmos o equilíbrio, isto é, a máxima conversão em tântalo (98-99%) é de aproximadamente 12 horas. Em concentrações ou temperaturas menores, maiores tempos de lixiviação serão necessários para que se atinja o equilíbrio.

FIGURA 1 - Efeito da concentração de ácido fluorídrico na cinética de lixiviação de tântalo e nióbio.

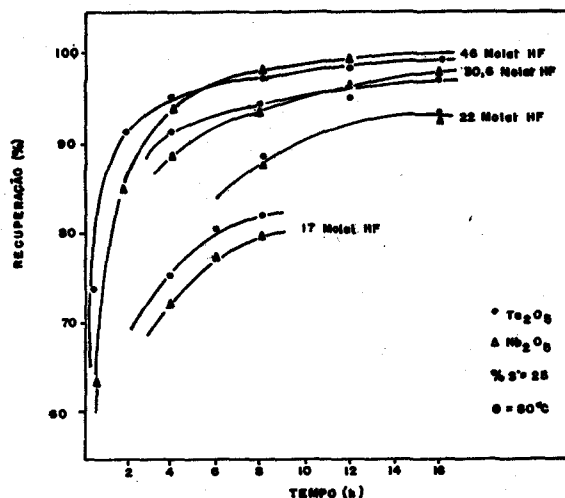


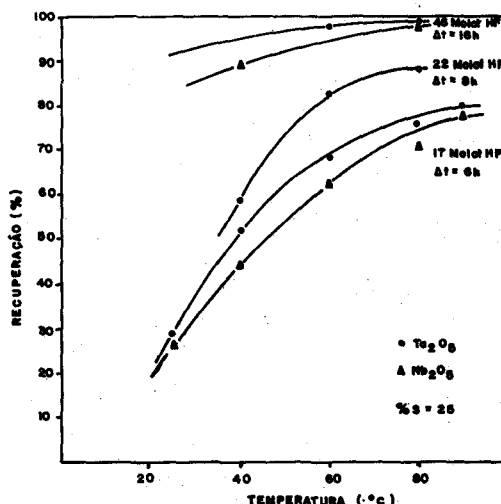
TABELA IX - Recuperação de tântalo e nióbio na lixiviação fluorídrica do concentrado tantalita/columbita (%S = 25).

Teste	φ moles/kg H ₂ O	θ (C)	τ (h)	Recuperação	
				Ta (%)	Nb (%)
1F	15	60	6	64,5	60,0
			8	69,7	62,9
2F	17	60	8	76,0	70,9
			12	78,3	74,6
3F	22	60	6	76,2	71,1
			8	82,2	78,4
4F	22	80	8	88,6	88,3
			16	92,3	93,7

b) Efeito da temperatura

O efeito da temperatura na extração do tântalo e nióbio é mostrado no gráfico 2. Um aumento de temperatura favorece a recuperação destes elementos, sendo este efeito mais pronunciado entre a temperatura ambiente e 60°C. Na prática industrial a etapa de lixiviação é conduzida a 80°C.

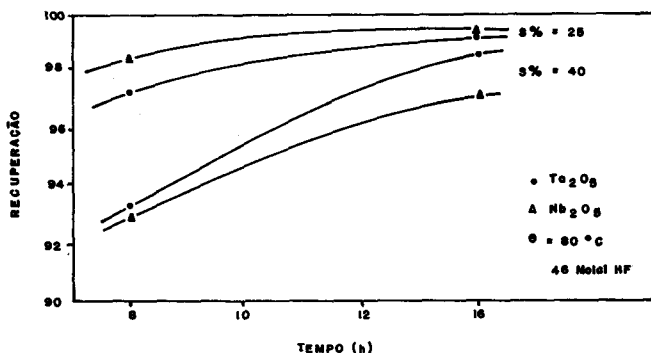
FIGURA 2 - Efeito da temperatura de lixiviação na recuperação de tântalo e nióbio.



c) Efeito da percentagem de sólidos

No gráfico 3 apresentamos o efeito da percentagem de sólidos que não parece ser significativa para elevadas concentrações de ácido (30,6 molal), mostrando a possibilidade de trabalharmos em percentagem de sólidos da ordem de 40%, sem que a recuperação de tântalo e nióbio sofra uma redução considerável.

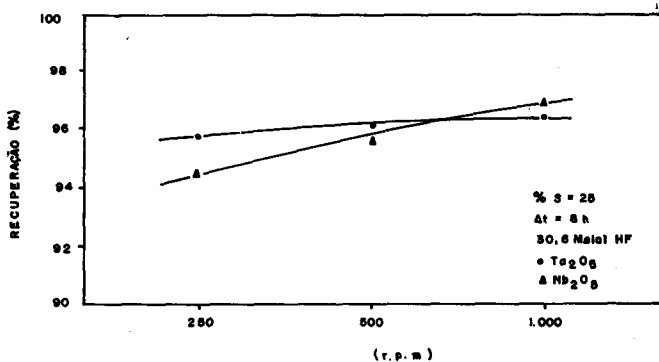
FIGURA 3 - Efeito da percentagem de sólidos na recuperação de tântalo e nióbio.



d) Efeito da velocidade de agitação

Nas condições testadas, a velocidade de agitação da polpa não afetou de forma significativa a cinética de extração dos elementos de interesse (gráfico 4).

FIGURA 4 - Efeito da velocidade de agitação na recuperação de tântalo e nióbio.



e) Efeito da adição de ácido sulfúrico

Para melhor compreensão, indicamos na tabela X alguns resultados comparativos entre lixiviação com ácido fluorídrico e com mistura fluorídrico/sulfúrico.

A adição de ácido sulfúrico aumentou a velocidade de extração de tântalo e nióbio, sendo portanto necessários menores tempos de lixiviação. Recuperações em torno de 98-99% foram atingidas em aproximadamente 8 horas. Além disto, foi possível uma redução significativa da quantidade de ácido fluorídrico requerida.

Comparando as concentrações de ferro e manganês nos licores dos ensaios com ácido fluorídrico e com a mistura ácida, constatamos que, neste último caso, estas são maiores.

TABELA X - Recuperação de tântalo e nióbio na lixiviação fluorídrica/sulfúrica de concentrado tantalita/columbita ($\theta = 80^{\circ}\text{C}$ %S = 25).

Teste	m 48% HF (g) *	m H ₂ SO ₄ (g) *	n	(h)	Recuperação	
					Ta (%)	Nb (%)
1SF	71	171	1/1	4 8	78,4 81,1	74,4 77,9
2SF	143	114	3/1	4 8	91,9 98,3	92,0 99,5
3SF	190	91	5/1	4 8	97,2 97,5	98,0 98,0
4SF	190	46	10/1	8	94,7	95,1
5SF	158	-	-	4 8	76,7 81,5	72,1 79,4
6SF	190	-	-	8	88,6	88,3

* Relativo a 100g de concentrado

Para verificarmos a ocorrência de precipitação ou hidrólise de alguns elementos, analisamos por difração de raios-X os resíduos, ficando evidenciada a ocorrência de precipitação de fluoreto de ferro (Fe₂F₆ · 2H₂O) somente nos testes em que usamos o ácido fluorídrico como agente lixiviante.

4.5.2. Escória tantalífera

Nos testes "tipo cura" podemos observar que a reação entre a escória e o ácido fluorídrico é praticamente instantânea, uma vez que maiores tempos de lixiviação não produziram efeitos marcantes na extração dos dois elementos em questão. A maior recuperação atingida foi em torno de 96%, quando utilizamos aproximadamente a quantidade estequiométrica de ácido fluorídrico. A adição de ácido sulfúrico mostrou-se bastante compensadora permitindo que maiores recuperações fossem obtidas.

Nos testes em regime semi contínuo, a maior recuperação em tântalo foi em torno de 86%, quando usamos a quantidade estequiométrica de ácido fluorídrico e ácido sulfúrico (25g H₂SO₄/100g escória). O ácido fluorídrico deve ser adicionado lentamente para evitar perdas por evaporação, ocasionadas pela elevação da temperatura (compare testes 9S - 10S e 15S - 17S). Uma quantidade maior de ácido fluorídrico não produziu uma variação significativa na recuperação de tântalo e nióbio, porém a adição de ácido sulfúrico favoreceu bastante o processo. O intervalo de tempo entre o final da adição de ácido fluorídrico e a lavagem diminuiu consideravelmente a recuperação (compare testes 9S - 13S e 12S - 14S). É possível que tenham ocorrido produtos de hidrólise devido à diminuição do pH no licor da lixiviação. Sendo assim, o tântalo e o nióbio poderiam ter precipitado na forma de hidróxidos, contribuindo para uma diminuição de recuperação.

5. Conclusões

O tantalito e o nióbio contidos no concentrado tantalita/columbita podem ser

recuperados satisfatoriamente utilizando ácido fluorídrico em concentrações superiores a 30 molal e temperatura entre 60 e 80°C.

A adição de ácido sulfúrico apresentou-se vantajosa, aumentando a taxa de reação e reduzindo as necessidades de ácido fluorídrico.

A lixiviação da escória tantalífera deve ser conduzida em processo semi-contínuo devido à grande quantidade de calor gerado. A escória reage rapidamente com ácido fluorídrico e a adição de ácido sulfúrico provocou um aumento na recuperação de tântalo e nióbio.

- (14) KOERNER, J.R., et alii. Separation of niobium and tantalum by liquid extraction. Chemical Engineering Progress, 54(9): 53-70, Sep. 1958.
- (15) PLACEK, C., et alii. Tantalum; a staff-industry collaborative report. Industrial and Engineering Chemistry, 48(4) : 686-695, Apr. 1956.
- (16) HURLBUT, C.S. Dana's manual of mineralogy. 18. ed., New York, John Wiley, 1959.
- (17) KALLMANN, S., et alii. Determination of niobium and tantalum in minerals, ores and concentrates using ion exchange. Analytical Chemistry, 34 (6): 609-13, 1962.

6. Bibliografia

- (1) TANTALUM - Sources and supply. World Mining, 31(3): 83, Mar. 1978.
- (2) TANTALUM and columbium in Zaire. World Mining, 39(9):69, Sep. 1973.
- (3) JONES, T.S. Tantalum. Washington, Bureau of Mines, 1979. 14p. (Mineral Commodity Profiles).
- (4) COSTA, F.E.V.T.B. da. Tântalo. In: BRASIL. DNPM. Balanço mineral brasileiro. Brasília, 1982. v.1, p.280-6.
- (5) COSTA, F.E.V.T.B. da. Tantalita. In: BRASIL. DNPM. Sumário mineral. Brasília, 1981. v.1, p.76-7.
- (6) EMERSON, M.E. Tantalum. Engineering and Mining Journal, 184(3): 96-8, Mar. 1983.
- (7) SISCO, F.T. & EPREMIAN, E. Columbium and tantalum. New York, John Wiley, 1963.
- (8) ZELIKMAN, A.N. et alii. Metallurgy of rare metals. S.n.t. p. 99-164.
- (9) HAMPEL, C.A. Rare metals. 2. ed., New York, Robert E. Krieger, 1971. p.469-517.
- (10) ROSE, K. Tantalum as an engineering material. Materials and methods, Oct. 1947, p.94-8.
- (11) ROSE, J.W. Tantalum and niobium. American Machinist, Apr. 1953, p.189-98.
- (12) CHILTON, C.H. Columbium and tantalum process flowsheet. Chemical Engineering, Nov. 3, 1958.p.104-7.
- (13) SOISSON, D.J., et alii. Tantalum and niobium. Industrial and Engineering Chemistry, 53(11): 861-8, Nov. 1961.

Agradecimentos

A autora agradece ao Departamento Nacional da Produção Mineral - DNPM pelo apoio financeiro, e à Companhia Industrial Fluminense.