República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 1003193-6 A2**

* B R P I 1 0 0 3 1 9 3 A 2 *

(22) Data de Depósito: 09/08/2010
(43) Data da Publicação: 02/05/2012
(RPI 2156)

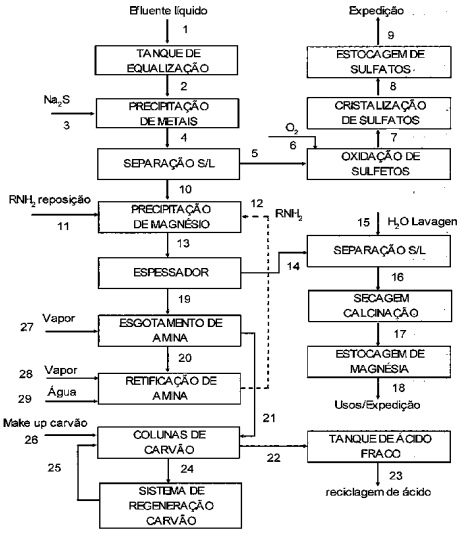
(51) Int.Cl.:
C02F 1/68
C02F 1/52
C22B 3/28

(54) Título: PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS

(73) Titular(es): Companhia Vale do Rio Doce

(72) Inventor(es): Clauson de Souza, Geraldo Luiz da Silva, Roberto Mattioli Silva, Salomão Solino Evelin

(57) Resumo: PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS. Descreve-se um processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais compreendendo etapas de: a) equalização do efluente líquido; b) adição de sulfetos e precipitação de metais em forma de sulfetos metálicos; c) separação solido/líquido dos sulfetos metálicos obtidos na etapa (b) e formação de uma fase líquida (10) isenta de metais; o processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais compreendendo, ainda, as seguintes etapas: d) adição de amina em solução na proporção de 50 a 250 g/L à fase líquida (10) com precipitação do magnésio na forma de hidróxido de magnésio - Mg(OH) 2; e e) recuperação da amina por esgotamento e retificação.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS"**

A presente invenção refere-se a um processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais com a precipitação de hidróxido de magnésio por meio de aminas, seguido da regeneração da amina e aproveitamento dos sub-produtos magnésio e enxofre.

Descrição do estado da técnica

Os principais objetivos de qualquer método de tratamento de efluentes líquidos e sólidos são (i) neutralizá-los e adequá-los devidamente para lançamento e devolução ao meio-ambiente e (ii) obter subprodutos, recicláveis, para que possam ser aproveitados na forma de consumo cativo e/ou via comercialização para terceiros.

No aproveitamento de minérios lateríticos niquelíferos, vários são os fatores que têm influência no processo de produção de níquel pela rota hidrometalúrgica de lixiviação ácida sob alta pressão (*High Pressure Acid Leaching* - HPAL):

- origem geológica do jazimento;
- composição mineralógica do minério;
- distribuição granulométrica do minério;
- condições operacionais do processamento;
- configuração dos sistemas de preparação de minério, lixiviação, precipitação, extração por solventes e eletro-refino.

O processo de lixiviação sob alta pressão (HPAL) é recomendado para minérios predominantemente limoníticos, que apresentam baixas quantidades de magnésio - normalmente limitado a 4%, máximo - pois minérios com alto teor de magnésio apresentam elevado consumo de ácido sulfúrico.

O processo para produção de níquel pela rota HPAL, conhecido do estado da técnica e ilustrado na figura 1, consiste, essencialmente, das seguintes etapas: (i) preparação de minério laterítico de níquel, (ii) lixiviação de níquel sob

pressão com ácido sulfúrico, (iii) precipitação de níquel, (iv) re-lixiviação, (v) extração por solventes do níquel e (vi) eletro-refino para produção de níquel catodo (níquel metálico com 99,95% de pureza). Em razão da significativa presença de cobalto no minério, este será obtido como co-produto, também na forma metálica.

Esta tecnologia é o processo mais indicado para extração de níquel e cobalto de lateritas limoníticas, em razão das seguintes características:

- lateritas limoníticas apresentam baixo teor de magnésio e consequentemente, baixo consumo de ácido sulfúrico;
- baixo custo operacional em função do baixo custo do ácido sulfúrico e do seu baixo consumo específico;
- nenhum estágio de secagem ou redução são necessários, já que a laterita bruta (*Run of Mine* - ROM) é empregada na forma de suspensões;
- alta seletividade para os metais de interesse;
- emissões de dióxido de enxofre abaixo dos padrões ambientais;
- recuperações acima de 90% para o níquel e cobalto contidos no minério.

A lixiviação sob pressão é efetuada, de modo geral, em autoclaves revestidas de titânio, em temperaturas que variam na faixa de 245 a 270°C. Neste processo a suspensão de alimentação da autoclave contém aproximadamente 40 a 45% de sólidos, sendo previamente aquecida com vapor. Em alguns minérios, devido à natureza dos argilo-minerais presentes, esta concentração pode se limitar de 25 a 30%. O nível de espessamento da suspensão influi significativamente na capacidade da autoclave, que se constitui num equipamento de custo de capital bastante elevado. O mecanismo da lixiviação envolve a dissolução ácida em alta temperatura do níquel e cobalto contidos na matriz dos minerais hospedeiros. Nestas condições, ocorre a dissolução do ferro destes minerais, seguida da formação de sulfatos, que, em condições de alta temperatura, reagem com a água para formar hematita e, conseqüentemente, regenerar o ácido sulfúrico:

$$2FeOOH + 3H_2SO_4 = Fe_2(SO_4)_3 + 4H_2O$$

$Fe_2Si_4O_{10}(OH)_2 + 3H_2SO_4 = Fe_2(SO_4)_3 + 4SiO_2 + 4H_2O$

$Fe_2(SO_4)_3 + 2\ H_2O = 2Fe(OH)SO_4 + H_2SO_4$

$2Fe(OH)SO_4 + H_2O = Fe_2O_3 + 2\ H_2SO_4$

Os níveis de extração deste processo atingem valores de 92 a 96% para o níquel e 90 a 92% para o cobalto. Normalmente, para a obtenção desse grau de extração, a suspensão reacional após o ataque químico deve apresentar concentração de ácido livre residual de 30 a 50 g/L.

Após a lixiviação, a suspensão proveniente da autoclave é despressurizada e resfriada em câmaras de expansão ("flash vessels"), para aproximadamente 100ºC, sendo os sólidos remanescentes separados da fase líquida. A separação sólido-líquido é realizada em decantadores operando em contra-corrente (CCD), gerando um licor carregado com sulfatos de níquel, cobalto, magnésio, manganês, zinco, cobre, ferro, entre outros metais. O níquel e cobalto presente no licor são então precipitados na forma de sulfetos (utilizando H_2S), carbonatos (utilizando o carbonato de amônio) ou como hidróxidos, utilizando a magnésia - MgO. Estes produtos intermediários apresentam normalmente teores de 55% (Ni+Co) para o caso dos sulfetos (MSP - *Mixed Sulphide Precipitate*) e 40 a 45% (Ni+Co) para o caso dos hidróxidos (MHP - *Mixed Hidroxide Precipitate*). Também é possível a recuperação destes metais por meio da extração por solventes aplicada diretamente ao licor proveniente do sistema de decantação. Deve ser observado que o processo MSP possibilita a obtenção de um produto com maior teor dos metais valiosos e nível mais baixo de contaminação de manganês, magnésio e sulfatos. Entretanto, a produção pela rota MSP envolve um alto custo de capital para as instalações auxiliares, uma vez que são necessárias unidades de hidrogênio e sulfeto de hidrogênio, que requerem sofisticados sistemas de segurança e manuseio destes produtos.

Na etapa seguinte, a de refino, os produtos intermediários (sulfetos ou hidróxidos de níquel e cobalto) são re-lixiviados e, assim dissolvidos, são submetidos a tratamentos de purificação, como (i) a extração por solventes para separação do níquel e do cobalto e (ii) eletrólise (eletro-refino) para atingirem graus maiores de pureza.

No processo de produção de níquel pela rota HPAL, a partir de minério contendo silicatos e carbonato de magnésio, ocorre a geração de efluente líquido em proporções de 250 a 400 m^3/t Ni produzido, contendo essencialmente magnésio e sulfato e, em pequenas quantidades, cobalto, zinco, manganês, níquel, ferro, cromo, entre outros elementos. A Tabela 1 apresenta a composição química do efluente a ser tratado e mostra os significativos conteúdos de sulfato e magnésio.

Tabela 1 - Composição do efluente a ser tratado

Componentes	Unid.	Teor
Ni	ppm	2,00
Co	ppm	6,00
Zn	ppm	0,90
Mn	ppm	40,00
Fe	ppm	10,00
Cr	g/L	3,45
Mg	g/L	18,00
SO4	g/L	75,00
NH3	g/L	0,50
pH		7,5

Diversos tipos de tratamento de efluentes com etapas que visam recuperar reagentes utilizados em processos de lixiviação e/ou recuperar metais dispersos em efluentes gerados através de processos de tratamento líquido de minerais são conhecidos do estado da técnica.

Neste sentido, no documento GB 1.520.175 é descrito um processo de recuperação de metais, como, por exemplo, o magnésio, proveniente de soluções aquosas de sulfato, por meio da utilização de cal ou calcário para a precipitação do magnésio e do sulfato. Neste sistema, o magnésio é complexado na forma de hidróxido, que precipita conjuntamente com o sulfato de cálcio. O reaproveitamento destes dois elementos, em separado, é complicado, em razão deles se apresentarem em granulometria fina e com algumas propriedades físicas semelhantes, o que limita o emprego dos processos industriais vigentes de separação física. Além disso, a recuperação do enxofre contido no sulfato de cálcio exige instalações de calcinação complexas, que demandam uso intensivo em energia. Neste aspecto, há uma grande desvantagem, sob o ponto de vista de custo, facilidade operacional e simplicidade de instalação, quando comparado

com o processo objeto da presente invenção, no qual a precipitação do magnésio é realizada com o emprego de aminas.

Outro processo conhecido do estado da arte é descrito no documento US 2009/0148366, que trata de um processo para recuperação de metais e óxido de magnésio a partir de soluções de sulfato de magnésio. Este processo faz uso de cristalização do sulfato de magnésio por evaporação, exigindo que, em função do grau desejado de hidratação do sulfato, praticamente toda a água contida no efluente seja evaporada. Esta evaporação, caso se utilize vácuo, pode ocorrer em temperaturas na faixa de 70°C a 90°C. Numa etapa seguinte, para o aproveitamento do magnésio, deve-se realizar a calcinação do sulfato de magnésio precipitado, de modo a transformá-lo em óxido de magnésio. Esta operação deve ser feita em temperaturas elevadas, 700°C a 800°C, o que demanda um intenso consumo de energia. Para a recuperação do enxofre no gás resultante desta calcinação, dióxido de enxofre, este deve ser primeiramente complexado para trióxido de enxofre, com o emprego de leito de catalisadores, para posterior transformação em ácido sulfúrico. Estas operações devem ser feitas em complexas e dispendiosas plantas de ácido sulfúrico.

Outro processo conhecido do estado da técnica é descrito no documento US 2009/0180945, que trata de um sistema para a recuperação de magnésio e sulfato contidos em efluentes provenientes de lixiviação ácida de minérios lateríticos sob a forma de hidróxido de magnésio e óxido de magnésio. Neste processo utiliza-se amônia como agente de precipitação, sendo o enxofre recuperado na forma de sulfato de amônio. O emprego da amônia constitui uma grande desvantagem em relação ao processo objeto da presente invenção, no qual utilizam-se aminas, uma vez que a amônia é um gás de alta toxicidade e difícil manuseio, e, uma vez combinada com sulfato, não permite a sua regeneração, enquanto as aminas podem ser manuseadas na forma líquida à temperatura ambiente e, sobretudo, podem ser regeneradas para reutilização no processo.

Objetivos da invenção

A presente invenção tem como objetivo prover um processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais com a precipitação de

hidróxido de magnésio por meio de aminas, seguido de regeneração da amina e aproveitamento dos sub-produtos magnésio e enxofre.

Breve descrição da invenção

Processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais compreendendo etapas de:

a) equalização do efluente líquido;

b) adição de sulfetos e precipitação de metais em forma de sulfetos metálicos;

c) separação solido/líquido dos sulfetos metálicos obtidos na etapa (b) e formação de uma fase líquida isenta de metais;

O processo objeto da presente invenção inclui, ainda, as seguintes etapas:

d) adição de amina - em solução e na proporção de 50 a 250 g/L - à fase líquida, com precipitação do magnésio na forma de hidróxido - $Mg(OH)_2$; e

e) recuperação da amina por esgotamento e retificação.

Descrição resumida das figuras

A presente invenção será, a seguir, mais detalhadamente descrita com base em um exemplo de execução representado nos desenhos. As figuras mostram:

Figura 1 - é um fluxograma do processo de produção de níquel pela rota HPAL conhecido do estado da técnica; e

Figura 2 - é um fluxograma do processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais objeto da presente invenção.

Descrição detalhada das figuras

De acordo com uma concretização preferencial e, como pode ser visto na figura 2, o processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais objeto da presente invenção foi desenvolvido para a recuperação do (i) magnésio e do (ii) enxofre. O primeiro, para ser reciclado no próprio processo hidrometalúrgico de extração de níquel, para fins agrícolas (corretivos e fertilizantes) e como matéria-prima para a indústria, de modo geral. O segundo,

na forma de ácido sulfúrico diluído, que pode ser reciclado no processo de lixiviação.

O processo objeto desta invenção possibilita, adicionalmente, a remoção de metais remanescentes no efluente líquido como manganês (Mn), zinco (Zn), cobalto (Co), cobre (Cu), entre outros, criando assim condições para a sua reciclagem completa no processo industrial, além de proporcionar uma produção adicional de micronutrientes para aplicações agrícolas, entre outras.

Conforme ilustrado no fluxograma da figura 2, no processo de tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais objeto desta invenção o efluente líquido 1 é recebido em tanques agitados, para equalização. Em seguida, o efluente homogeneizado (equalizado) 2 recebe adições de sulfetos 3, na forma de Na_2S e/ou H_2S, para precipitação dos metais remanescentes tais como Ni, Co, Mn, Zn, Cu, entre outros, na forma de sulfetos metálicos 4. Na etapa subseqüente, tais sulfetos são submetidos a uma operação de separação sólido-líquido, resultando numa corrente rica de sulfetos metálicos 5. Lavados de forma apropriada, os sulfetos são oxidados em reatores agitados com injeção de oxigênio 6 e a solução resultante 7 é submetida à cristalização para obtenção dos respectivos sais 8, fracionados ou mistos, que são estocados e enviados para a expedição 9.

A fase líquida ou efluente líquido assim tratado e praticamente isento de metais 10 é transferido para o sistema de reação, composto por tanques agitados, onde é contactado com aminas de baixo ponto de ebulição por meio das correntes de amina recuperada 12 e de amina de reposição 11, resultando dessa reação uma suspensão de hidróxido de magnésio precipitado 13. Nesta etapa, a amina é adicionada na proporção de 50 a 250 g/L, a uma temperatura de 25 a 70°C, teor de sólidos de 1 a 10% p/p, tempo de residência de 0,5 a 2 horas e razão de reciclo de suspensão de 5 a 40:1.

Conduzida esta suspensão para um espessador, o hidróxido de magnésio é retirado pelo underflow 14, transferido para uma separação sólido-líquido e lavado com água 15, resultando numa torta de hidróxido de magnésio 16. Diferentemente dos processos já conhecidos do estado da técnica, no processo objeto da presente invenção o hidróxido de magnésio é precipitado isoladamente,

sendo em seguida facilmente recuperado, com o uso de separadores sólido/líquido convencionais.

Na seqüência de operações, essa torta é submetida à secagem e calcinação, resultando na obtenção de magnésia 17, que é estocada, sendo parte reciclada ao processo de extração de níquel e o restante comercializado 18. No sistema de reação, a relação amina/efluente deve ser mantida na faixa de 100 a 200 g/L, sendo otimizada em função do teor de magnésio em solução. Parte da suspensão de hidróxido de magnésio precipitado é recirculada do underflow do espessador para os reatores de contactação, a fim de promover, por meio de sementes, o crescimento dos cristais de $Mg(OH)_2$. As correntes gasosas que saem dos reatores de precipitação e da secagem de hidróxido de magnésio são transferidas para um sistema de absorção de amina, retornando daí para reprocessamento nos reatores de precipitação.

A fase líquida sobrenadante do espessador 19 segue para a etapa de recuperação de amina, via destilação, em duas etapas, por esgotamento e, em seguida, por retificação.

O esgotamento da amina é levado a efeito pelo aquecimento da solução de ácido fraco contendo amina 19 até temperaturas na faixa de 90 a 120°C com vapor 27 de baixa pressão - 1,5 a 3,0 kgf/cm^2 (man.) - alimentado continuamente. Isso resulta numa corrente mássica de fundo de torre 21 constituída de ácido fraco e traços de amina, que é transferida para colunas de carvão ativado, a fim de remover as quantidades residuais de amina contida. O ácido fraco resultante 22 é transferido para a área de estocagem, seguindo daí 23 para reuso no processo hidrometalúrgico. O carvão ativado saturado 24 segue para a etapa de regeneração, após o que 25 é recomposto com adição de carvão novo 26.

Após a etapa de esgotamento na destilação, uma corrente de vapores rica em amina 20 segue para a etapa de retificação, na qual vapor de baixa pressão 28 é novamente injetado na coluna de destilação 27, com pressões na faixa de 1,5 a 3,0 kgf/cm^2 (man.), alimentado continuamente. Também nestes equipamentos, as correntes de vapor de topo são condensadas por intermédio de trocadores de calor operando com água de resfriamento 29, criando-se refluxo de 3 a 5:1 em relação à produção de amina de alta pureza 12 no aparelho de

destilação. A corrente de reposição de amina 11, juntamente com a corrente de amina recuperada 12, são então alimentadas nos reatores de precipitação, fechando o circuito de processamento.

Exemplo

Testes de simulação do processo objeto da presente invenção, realizados em escala laboratorial, mostraram a possibilidade de obtenção de subprodutos (sólidos recicláveis) com valor comercial e água ácida recuperada, adequada para reutilização no processo industrial, o que permite atingir a condição de efluente zero quanto às emissões de efluentes líquidos. Tais ensaios foram conduzidos em um béquer de 500 mL, adicionando-se um volume conhecido de dietilamina em uma massa conhecida da solução ($MgSO_4$ aquoso, em concentração de 30g/L Mg). Com a hidrólise da água e a liberação de OH^- para a solução, houve a precipitação de $Mg(OH)_2$. Na tabela 2 são apresentados os resultados experimentais dos testes de precipitação do hidróxido de magnésio utilizando a dietilamina (Et_2NH).

Tabela 2 - Resultados dos testes de precipitação do hidróxido de magnésio

Quantidade de dietilamina em relação ao estequiométrico (%)	Concentração de Mg remanescente (g/L)	Recuperação de Mg (%)
0	18,00	0,0
50	9,90	42,7
75	6,50	60,2
100	1,90	87,8
125	0,17	98,9
150	0,09	99,4

Como indicam os resultados da Tabela 2, o aumento da quantidade da dietilamina propiciou a elevação da remoção de magnésio da solução, conforme observado pela recuperação de Mg. Contudo, para adições de amina iguais a 125 e 150% em relação à massa estequiométrica do cátion Mg^{2+}, não houve uma grande variação na recuperação de magnésio.

Os testes para a recuperação da amina foram realizados num destilador de laboratório, acoplado a um reator-cristalizador, com o objetivo de reciclagem da

amina, por destilação fracionada e recuperação do $Mg(OH)_2$. O reator foi aquecido por um banho com termostato à temperatura de 70°C. Foi ligado ao reator um condensador de serpentina. A camisa do condensador foi alimentada com água a 60°C, sendo sua circulação efetuada por meio de bomba peristáltica, para manter a temperatura constante. A amina gasosa seguiu para o borbulhamento em solução de H_2SO_4 (10% p/p). A solução ácida, receptora de toda a amina recuperada, foi posteriormente analisada para cálculo da recuperação do reagente orgânico. Ao longo de todo o experimento utilizou-se uma corrente de ar insuflada para o interior do reator. O pH da solução foi monitorado durante todo o experimento com a utilização de um medidor de digital. Foi utilizada uma relação (amina/Mg) em quantidade 50% acima do valor estequiométrico. Portanto, a mistura levada aos testes de destilação continha: 90 mg/L Mg; 71,1g/L SO_4^{2-}, 162,2 g/L Et_2NH e pH=12. Cada ensaio teve a duração de 3 horas. A recuperação média de amina foi igual a 99,6% e o pH final da solução foi igual a 5,5.

A Tabela 3 mostra a evolução da qualidade do efluente líquido no decurso do processo de tratamento objeto dessa invenção.

Tabela 3 – Evolução da qualidade do efluente ao longo do processo de tratamento

Parâmetros	Unidade	Efluente Tal-Qual	Adições Precipitações	Efluente após remoção de magnésio	Efluente após remoção de amina	Efluente após remoção de Mat. Orgân.
Mg	g/L	18,00		0,10	0,11	0,11
SO4	g/L	75,00		66,17	74,78	74,84
amina	g/L			115,87	0,88	0,00
pH	-	6,5	13,0	12	5,5	5,5
Temperatura	oC	27	27	35	70	35
Vazões						
. efluente	m3/h	1.000		1.133	1.003	1002
. Mg	kg/h	18.000		110	110	110
. SO4	kg/h	75.000		75.000	75.000	75.000
. amina	kg/h		131.328	131.328	878	0
. Mg(OH)2 pcpt	kg/h		44.726			
. água -lavagem	kg/h		36.594			

Como subprodutos, foram obtidos (i) óxido de magnésio - MgO - após a calcinação do $Mg(OH)_2$, com qualidade adequada para reutilização no processo de extração de níquel, (ii) sulfetos metálicos, como matéria-prima para obtenção de micronutrientes agrícolas e (ii) água ácida, adequada para fins de reuso no processo industrial de extração de níquel.

A amina, principal reagente do presente processo, é recuperada por meio de evaporação, sendo reciclada, o que favorece a redução de custos operacionais.

Além disso, outra vantagem do processo objeto desta invenção frente a processos já conhecidos do estado da técnica é que a solução de sulfato resultante, após passar nas colunas de carvão, constitui uma solução ácida que também é reaproveitada no processo de lixiviação do próprio minério laterítico. Com isso, são recuperados, de forma simples, o magnésio e o enxofre dos efluentes contendo estes elementos.

Outra vantagem do presente processo está no fato de que o Mg é recuperado sob a forma de hidróxido de magnésio precipitado, que pode ser facilmente reciclado para etapas anteriores do processo, constituindo uma alternativa de baixo custo operacional, quando comparada com as técnicas do estado da arte. Em decorrência, o enxofre, conforme comentado anteriormente, é recuperado na água ácida proveniente da operação de polimento nas colunas de carvão. Desta forma, com um fluxograma mais simples e custos operacionais mais baixos, realiza-se a evaporação da amina em temperaturas mais baixas, permitindo recircular para a operação de lixiviação o magnésio e o enxofre recuperados nesta etapa do processo.

Neste sentido, em linhas gerais o processo para tratamento de efluentes líquidos objeto da presente invenção apresenta como características novas e inventivas frente ao estado da técnica:

a) utilização de aminas de baixo ponto de ebulição, substâncias geradoras de condições alcalinas e de fácil separação para fins de recuperação e reciclagem, que são aplicadas diretamente nas soluções de efluentes contendo magnésio e sulfatos;

b) remoção do magnésio solúvel, originário da solubilização ácida da laterita niquelífera, na forma de $Mg(OH)_2$ precipitado e sua transformação para magnésia, MgO, para fins de reuso no próprio processo de extração de níquel e como matéria-prima para aplicações agrícolas e industriais;

c) transformação do efluente líquido em água ácida de baixa concentração, com características que permitem seu reuso no circuito de processamento, proporcionando operações na condição de "efluente zero", com significativa redução do consumo de água de reposição no complexo industrial;

d) remoção de metais remanescentes no efluente líquido (Co, Mn, Ni, Zn, Cu, etc.) e seu aproveitamento como matéria-prima na produção de micronutrientes para fins agrícolas;

e) ampliação do aproveitamento dos demais recursos minerais associados ao níquel; e

f) adicionalmente, esse processo de tratamento de efluentes líquidos apresenta grande flexibilidade operacional e pode ser implantado de forma modular.

Tendo sido descrito um exemplo de concretização preferido, deve ser entendido que o escopo da presente invenção abrange outras possíveis variações, sendo limitado tão somente pelo teor das reivindicações apensas, aí incluídos os possíveis equivalentes.

REIVINDICAÇÕES

1. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS compreendendo as etapas de:

a) equalização do efluente líquido;

b) adição de sulfetos e precipitação de metais em forma de sulfetos metálicos;

c) separação solido/líquido dos sulfetos metálicos obtidos na etapa (b) e formação de uma fase líquida (10) isenta de metais;

o processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais sendo caracterizado por compreender, ainda, as seguintes etapas:

d) adição de amina em solução na proporção de 50 a 250 g/L à fase líquida (10) com precipitação do magnésio na forma de hidróxido de magnésio - $Mg(OH)_2$; e

e) recuperação da amina por esgotamento e retificação.

2. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa (d) a adição da amina em solução à fase líquida (10) ocorre a uma temperatura de 25 a 70°C, teor de sólidos de 1 a 10% p/p, tempo de residência de 0,5 a 2 horas e razão de reciclo de suspensão de 5 a 40:1.

3. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa (d) a amina adicionada é proveniente de correntes de amina recuperada (12) e de amina de reposição (11).

4. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que após a etapa (d) e antes da etapa (e) uma suspensão de hidróxido de magnésio precipitado (13) é conduzida a um espessador.

5. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado

pelo fato de que o hidróxido de magnésio é retirado do espessador, transferido a um separador sólido/líquido e lavado com água.

6. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o hidróxido de magnésio lavado é submetido a uma etapa de secagem e calcinação formando magnésia.

7. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa (e), o esgotamento da amina é feito pelo aquecimento por vapor de baixa pressão, preferencialmente de 1 a 10 kgf/cm^2 obtendo-se uma corrente mássica de fundo de torre (21) formada de ácidos fracos e traços de amida e uma corrente de vapores rica em amina (20).

8. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a corrente mássica de fundo de torre (21) formada de ácidos fracos e traços de amida é transferida para colunas de carvão ativado, nas quais amina residual é removida e ácidos fracos resultantes (22) são transferidos para estocagem.

9. PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a corrente de vapores rica em amina (20) é enviada à etapa de retificação, na qual recebe uma corrente de vapor de baixa pressão e condensada através de trocadores de calor produzindo amina de alta pureza recuperada (12).

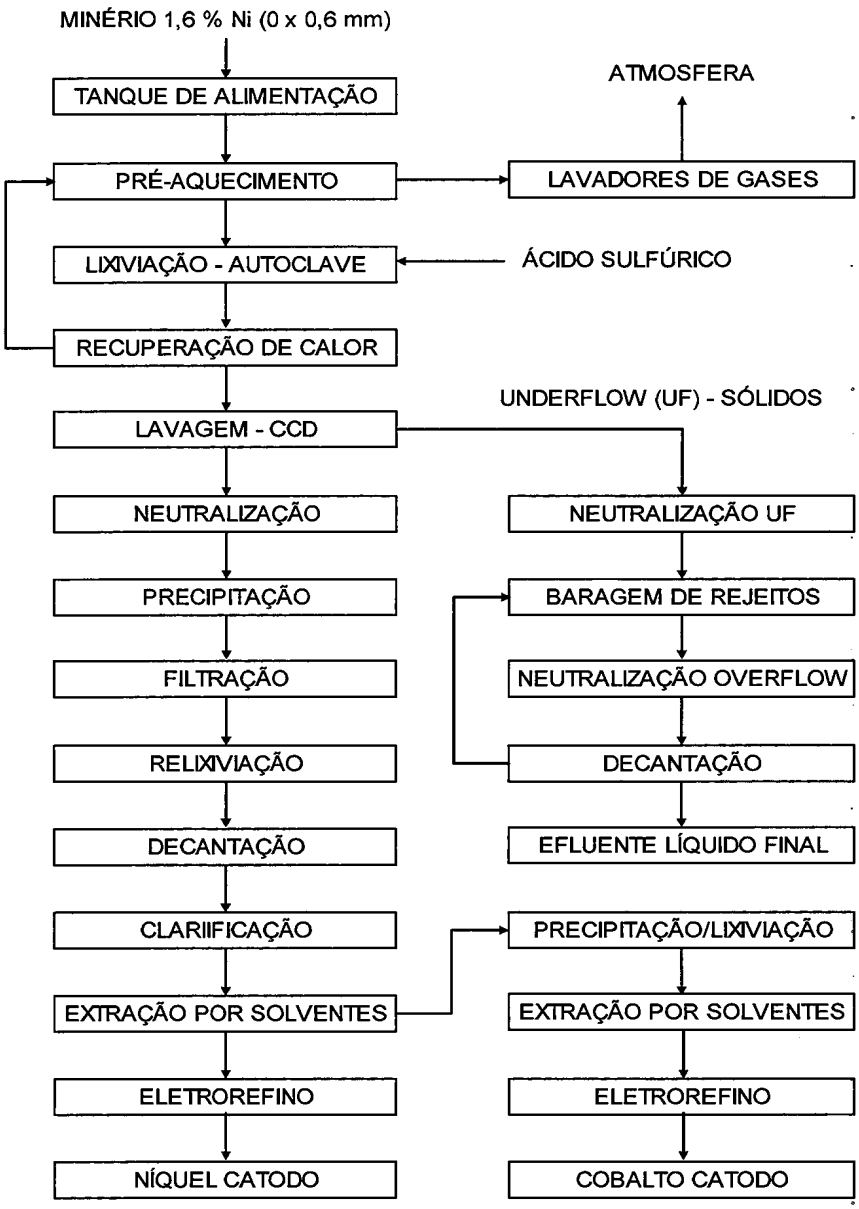

MINÉRIO 1,6 % Ni (0 x 0,6 mm)
TANQUE DE ALIMENTAÇÃO
PRÉ-AQUECIMENTO
LIXIVIAÇÃO - AUTOCLAVE
RECUPERAÇÃO DE CALOR
LAVAGEM - CCD
NEUTRALIZAÇÃO
PRECIPITAÇÃO
FILTRAÇÃO
RELIXIVIAÇÃO
DECANTAÇÃO
CLARIIFICAÇÃO
EXTRAÇÃO POR SOLVENTES
ELETROREFINO
NÍQUEL CATODO
ATMOSFERA
LAVADORES DE GASES
ÁCIDO SULFÚRICO
UNDERFLOW (UF) - SÓLIDOS
NEUTRALIZAÇÃO UF
BARAGEM DE REJEITOS
NEUTRALIZAÇÃO OVERFLOW
DECANTAÇÃO
EFLUENTE LÍQUIDO FINAL
PRECIPITAÇÃO/LIXIVIAÇÃO
EXTRAÇÃO POR SOLVENTES
ELETROREFINO
COBALTO CATODO

FIG. 1

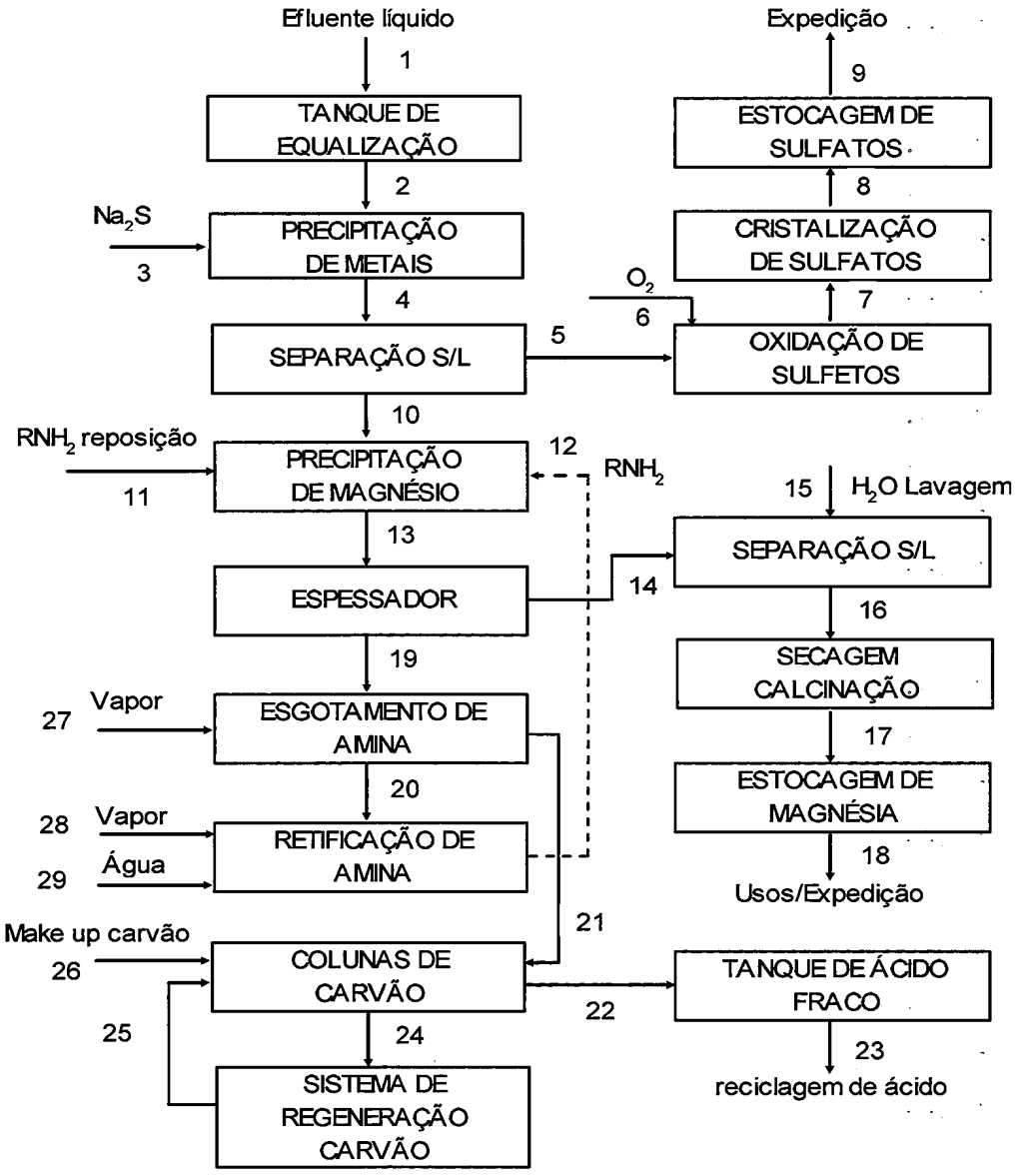

Efluente líquido
1
TANQUE DE EQUALIZAÇÃO
2
Na_2S
3
PRECIPITAÇÃO DE METAIS
4
SEPARAÇÃO S/L
5
O_2
6
OXIDAÇÃO DE SULFETOS
7
CRISTALIZAÇÃO DE SULFATOS
8
ESTOCAGEM DE SULFATOS
9
Expedição
10
RNH_2 reposição
11
PRECIPITAÇÃO DE MAGNÉSIO
12
RNH_2
13
ESPESSADOR
14
15
H_2O Lavagem
SEPARAÇÃO S/L
16
SECAGEM CALCINAÇÃO
17
ESTOCAGEM DE MAGNÉSIA
18
Usos/Expedição
19
27
Vapor
ESGOTAMENTO DE AMINA
20
28
Vapor
29
Água
RETIFICAÇÃO DE AMINA
21
Make up carvão
26
COLUNAS DE CARVÃO
22
TANQUE DE ÁCIDO FRACO
23
reciclagem de ácido
24
25
SISTEMA DE REGENERAÇÃO CARVÃO

FIG. 2

RESUMO

Patente de invenção para **"PROCESSO PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS E RECUPERAÇÃO DE METAIS"**

Descreve-se um processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais compreendendo etapas de:

a) equalização do efluente líquido;

b) adição de sulfetos e precipitação de metais em forma de sulfetos metálicos;

c) separação solido/líquido dos sulfetos metálicos obtidos na etapa (b) e formação de uma fase líquida (10) isenta de metais;

o processo para tratamento de efluentes líquidos e recuperação de metais compreendendo, ainda, as seguintes etapas:

d) adição de amina em solução na proporção de 50 a 250 g/L à fase líquida (10) com precipitação do magnésio na forma de hidróxido de magnésio - $Mg(OH)_2$; e

e) recuperação da amina por esgotamento e retificação.