



Otimização da lixiviação de elementos terras raras a partir de ímãs obsoletos de neodímio-ferro-boro pela metodologia de superfície de resposta

Júlia S. Rodrigues (G)¹, Leonardo G. D. Silva (G)¹, Thaís S. Soares (PG)¹, Ana M. Ferreira (PQ)², Maria C. Hespanhol (PQ)^{1, *}

¹Grupo de Análise e Educação para a Sustentabilidade (GAES), Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Brasil

²Departamento de Química, CICECO, Universidade de Aveiro, Portugal

*mariacarmo@ufv.br

RESUMO

A crescente dificuldade na extração de neodímio (Nd), praseodímio (Pr) e disprosio (Dy) a partir de fontes primárias destaca a reciclagem de ímãs neodímio-ferro-boro (NdFeB) como alternativa estratégica. Este trabalho investigou os efeitos da temperatura, razão sólido/líquido e concentração do ácido na lixiviação de Nd, Pr e Dy a partir de ímãs NdFeB utilizando ácido levulínico como agente lixiviante. A influência desses fatores foi avaliada por meio do planejamento composto central rotacional, totalizando 17 experimentos conduzidos a temperatura constante e agitação controlada por 240 min. Modelos quadráticos ajustaram-se bem aos dados ($R^2 > 85\%$, $p < 0,005$), evidenciando a influência positiva da temperatura na extração de Nd, Pr, Dy e B. A razão sólido/líquido teve efeito negativo, e a concentração de ácido, efeito positivo. As condições ótimas previram eficiência superior a 84 % para os elementos de interesse, confirmando o potencial do ácido levulínico como lixiviante eficiente.

Palavras-chave: Ímãs NdFeB descartados, elementos terras raras, dissolução com ácido orgânico.

Introdução

A crescente demanda por tecnologias voltadas à geração de energia limpa tem impulsionado o consumo de ímãs de neodímio-ferro-boro (NdFeB), amplamente usados em turbinas eólicas e veículos elétricos (1). A obtenção de elementos terras raras (ETRs) como neodímio, praseodímio e disprosio, a partir de fontes primárias, é limitada por fatores geopolíticos e ambientais (2). Neste contexto, a reciclagem de resíduos eletrônicos se apresenta como uma alternativa estratégica e sustentável. A recuperação de ETRs a partir de ímãs NdFeB descartados, especialmente aqueles presentes em discos rígidos, pode contribuir para recolocação de metais considerados críticos na cadeia produtiva de novos ímãs (3). Este trabalho propõe a investigação e otimização do processo de lixiviação de ETRs a partir de ímãs NdFeB obsoletos com ácido levulínico, avaliando a eficiência desta etapa hidrometalúrgica como uma abordagem ambientalmente amigável.

Experimental

Obtenção e caracterização do pó de magneto

Os ímãs de NdFeB foram obtidos a partir do desmantelamento e da desmagnetização de ímãs provenientes de discos rígidos obsoletos de computadores, sendo posteriormente moídos em moinho de facas Retsch SM. O teor dos elementos constituintes foi determinado em porcentagem mássica a partir da dissolução do pó em água régia ($1\text{HNO}_3:3\text{HCl}$).

Otimização do processo de lixiviação

Foram realizados 17 experimentos com base no planejamento composto central rotacional (PCCR). A Tabela 1 resume as condições experimentais combinadas. A lixiviação foi conduzida em balões de 50 mL, sob refluxo, com agitação constante a 400 rpm e temperatura controlada por 240 min. O lixiviado obtido foi analisado por espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP-OES) para a quantificação dos elementos. O tratamento estatístico foi realizado por meio do software Protimiza Experimental Design, empregando-se a análise de variância (ANOVA) para avaliação dos efeitos lineares, quadráticos e das interações entre os fatores, temperatura (X_1), razão S/L (X_2) e concentração (X_3).

Tabela 1. Fatores investigados e seus respectivos níveis selecionados para o PCCR

Fatores / Nível	-1,682	-1	0	1	1,682
Temperatura (°C)	40	50	65	80	90
Razão S/L (g mL ⁻¹)	1/55	1/28,5	1/16,6	1/12,5	1/10
Concentração (mol L ⁻¹)	0,49	0,80	1,25	1,70	2,01

Resultados e Discussão

A composição química do ímã NdFeB é apresentada na Tabela 2. A distribuição evidencia elevados teores de ETRs, além da presença de outros metais de interesse, como Co e Ni.



Tabela 2. Composição química do ímã NdFeB de ímãs descartados
Concentração de elementos na amostra de ímãs NdFeB $\pm$ dp / % (m/m)

Fe	Nd	Pr	Dy	Co	Ni	B
58,20 $\pm$ 0,03	20,5 $\pm$ 0,8	2,52 $\pm$ 0,07	0,61 $\pm$ 0,01	0,8 $\pm$ 0,1	3,5 $\pm$ 0,2	0,93 $\pm$ 0,03

A caracterização química do pó resultante da moagem das amostras dos ímãs de NdFeB revela-se consistente com alguns reportados na literatura e confirma a presença não só dos ETRs de interesse, mas também do principal concomitante, o ferro (4). Diante do desafio em realizar a lixiviação dos ETRs do ímã com um ácido orgânico, como o levulínico, o PCCR foi utilizado como ferramenta para a otimização desta etapa.

A reprodutibilidade do planejamento foi avaliada baseando-se nos resultados obtidos a partir da triplicata do ponto central, obtendo-se eficiência média de lixiviação para Fe, Nd, Pr, Dy, Co, Ni e B iguais a 73, 80, 79, 57, 22, 82 % e coeficientes de variação (CV) de 5, 6, 2, 3, 4, 12 e 7 % respectivamente. Os baixos valores de CV indicam boa reprodutibilidade experimental, enquanto o valor mais elevado observado para Ni está associado ao fato da sua distribuição heterogênea na amostra.

A ANOVA confirmou a validade dos modelos quadráticos de regressão para os elementos Fe, Nd, Pr, Dy, Co e B. Mostrando-se estatisticamente significativos, com *p-value* de regressão na faixa de 0,0001 a 0,0039, e apresentaram um ajuste aos dados experimentais satisfatório, com coeficientes de determinação (R^2) entre 85,2 e 95,0 %. Além disso, a ausência de falta de ajustes com *p-value* entre 0,0676 e 0,5027 confirmam a adequação do modelo quadrático.

A Tabela 3 mostra os valores dos coeficientes para cada um dos fatores lineares significativos ($p < 0,05$). Entre os fatores avaliados, observou-se efeito linear positivo ($\beta > 0$) da temperatura na extração de Nd, Pr, Dy e B, sem influência significativa sobre Fe e Co, este resultado indicou que, para o intervalo estudado, alterar a temperatura não causou impacto na eficiência de lixiviação média de Fe e Co.

Tabela 3. Coeficientes do modelo (β) para os efeitos lineares com $p < 0,05$

Fator	Fe	Nd	Pr	Dy	Co	B
Coeficientes						
X ₁	ns	1,30	+0,20	+0,04	ns	0,07
X ₂	-10,89	-2,76	-0,40	-0,10	-0,19	-0,11
X ₃	9,77	+2,25	+0,37	+0,09	+0,13	+0,09
X ₃ ²	-3,85	-1,47	-0,17	-0,04	ns	ns

A razão sólido/líquido foi um fator estatisticamente significativo para todos os elementos analisado e com coeficiente negativo ($\beta < 0$), indicando que o aumento da razão S/L prejudica a eficiência de lixiviação de forma geral.

Este resultado sugere que uma quantidade insuficiente de solvente disponível no meio reacional leva à uma saturação da fase líquida, criando uma barreira de transferência de massa (da fase sólida para a líquida), ocasionando uma limitação na eficiência de lixiviação de todos os elementos (5).

Do ponto de vista estequiométrico, o aumento da disponibilidade de íons H⁺ no meio reacional (maior concentração de ácido levulínico), favorece o ataque ácido ao pó, que é a primeira etapa da lixiviação (6). Portanto, como esperado, este fator demonstrou um efeito positivo ($\beta > 0$) e estatisticamente significativo, indicando que uma maior concentração do ácido leva a maiores eficiências de lixiviação para todos os elementos.

Com base nos modelos validados pela ANOVA, as condições ótimas previstas foram: 79 °C, razão S/L de 0,05 g/mL e 1,7 mol L⁻¹ de ácido levulínico. A estratégia de otimização foi pautada no objetivo principal de se obter um lixiviado com a maior concentração de ETRs, a análise da ANOVA foi fundamental para delinear essas condições experimentais pois ficou claro que a razão S/L é um fator que pode limitar a lixiviação dos elementos.

Com essa estratégia, a eficiência de lixiviação para Fe, Nd, Pr, Dy, Co, Ni e B foram de 90, 95, 84, 96, 99, 35 e 87 %, respectivamente. Com isso, confirma-se a ideia de que para que se tenha uma lixiviação eficiente com uma razão S/L mais baixa, ou seja, concentrar os elementos em uma menor fase líquida, é necessário garantir um fornecimento adequado de H⁺ (concentrações mais elevadas de ácido levulínico) no meio reacional e no caso dos ETRs temperatura mais altas são necessárias.

Conclusões

Este trabalho demonstra a viabilidade e a eficiência do ácido levulínico na lixiviação dos ETRs presentes nos ímãs de NdFeB em fim de vida útil. A realização do PCCR permitiu identificar a contribuição de cada um dos fatores e suas interações e também a otimizar o processo de modo a maximizar a concentração dos ETRs no lixiviado. A concentração de ácido de 1,7 mol L⁻¹ ainda pode ser considerada moderada em comparação com processos hidrometalúrgicos tradicionais que utilizam ácidos inorgânicos fortes até mesmo em concentrações mais altas.

Agradecimentos

PIBIC/CNPq, CNPq, FAPEMIG, CAPES.

Referências

1. K.M. Goodenough; F. Wall; D. Merriman, *Natural Resources Research*. **2018**, 27, 201-216.
2. J.W. Heim; R.L Vander Wal, *Minerals*. **2023**, 13, 1274.
3. G. Reisdörfer; D. Bertuol; E.H. Tanabe, *Miner Eng*. **2019**, 143.
4. S. Wang; C. Zhong; C. Shen; Y. Wei; Q. He; J. Chen; H. Qiu, *Coord. Chem. Rev*. **2025**, 537, 216686..
5. S.S. Behera; P.K. Parhi, *Sep. Purif. Technol*. **2016**, 160, 59–66..
6. M. Gergoric; C. Ravau; B.M. Steenari; F. Espgren; T. Retegan, *Metals* **2018**, 8(9), 721.