

CDTN

Minas Gerais

CETEM

Rio de Janeiro

UFCAT

Goiás

UFSC

Santa Catarina

USP, IPT
e IPEN

São Paulo

UFAM

Amazonas



REDE de PESQUISA
INCT - TERRAS RARAS
Processamento e Aplicações
de **Ímãs de Terras Raras**
para Indústria de Alta
Tecnologia (P.A.T.R.I.A.)

Apresentação feita para o
6º Seminário sobre Terras Raras

7/11/2023

Fernando JG Landgraf

coordenador

As Redes INCT do MCTI

- O MCTI criou, em 2008, mais de 100 redes de pesquisadores, cada uma abordando um desafio específico para o Brasil.
- Em 2017 uma nova leva de INCTs foi criada, dentre elas o INCT PATRIA, focado na cadeia produtiva dos ímãs de terras raras, reunindo inicialmente pesquisadores de sete instituições.
- Em 2021 o apoio foi renovado com novos recursos, até 2024.
- Dia 3/11/23 o presidente do CNPq (Ricardo Galvão) falou na UFMG sobre 40 novos INCTs, mas não se comprometeu em renovar o apoio aos atuais. Haverá nova avaliação dos atuais.

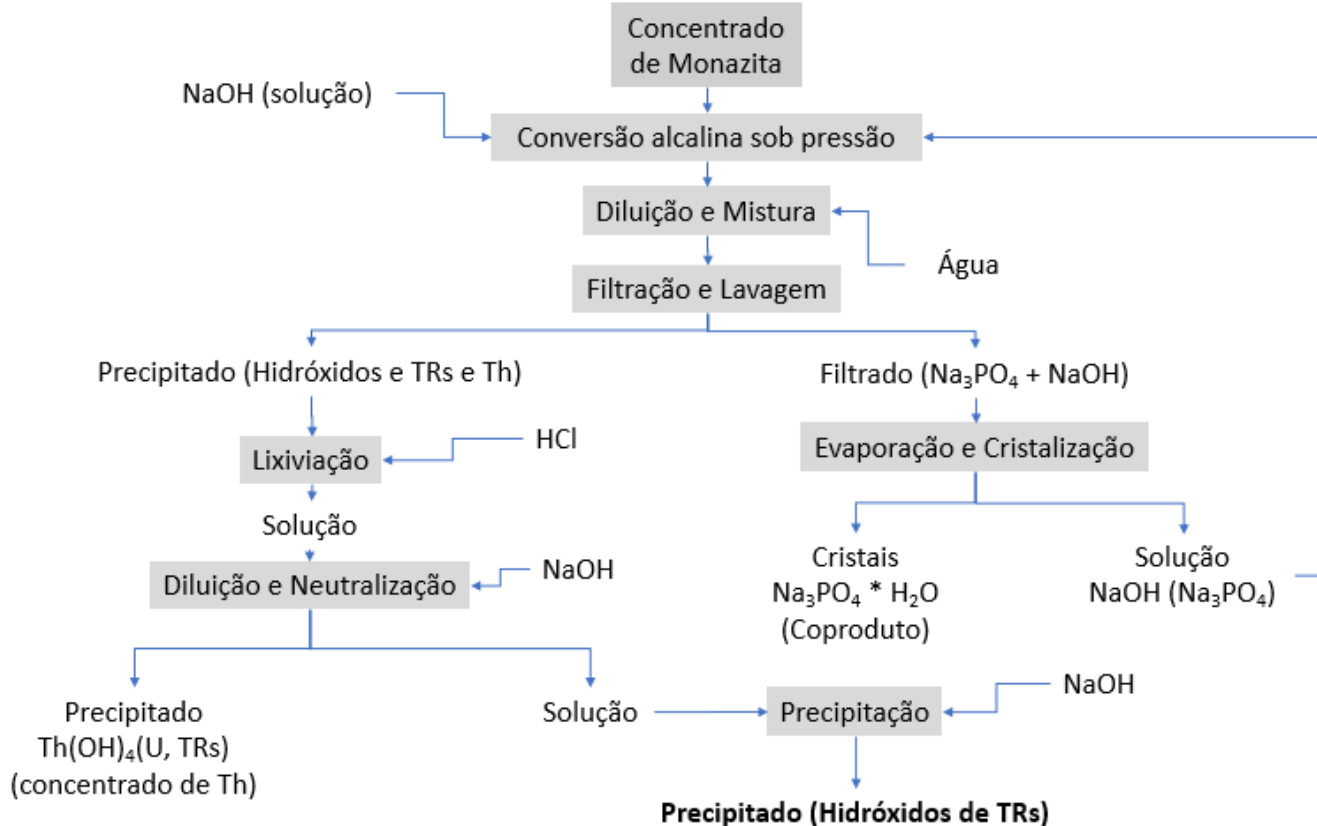
Objetivos da Rede INCT PATRIA

- Principal: Contribuir tecnicamente para o domínio das tecnologias da cadeia produtiva dos ímãs de terras raras no Brasil.
- Para isso são necessárias tecnologias para
 - Concentração das terras raras a partir dos diferentes minérios
 - Separação dos elementos das terras raras
 - Redução (eletroquímica) dos óxidos de terras raras a ligas metálicas
 - Fabricação das ligas Nd(Pr)FeB por strip casting
 - Moagem das ligas e fabricação dos ímãs

Linhas de pesquisa

- CTDN: Separação de terras raras; fabricação de ímãs
 - Granioter
- CETEM: separação de terras raras
- UFCatalão: mineração
- UFSC: fabricação de ímãs; usinagem; qualificação; GBD; reciclagem
- USP: concentração pirometalúrgica; GBD;
- IPT: redução de óxidos a metais; produção de pós; corrosão; Manuf Aditiva
- IPEN: modelamento magnético; proteção contra corrosão
- UFAM

EXTRAÇÃO DE TERRAS-RARAS A PARTIR DE MONAZITA POR CONVERSÃO ALCALINA SOB PRESSÃO



Amostra Utilizada: Concentrado proveniente de Araxá – MG (Após etapa de deslamagem em hidrociclone para remoção de partículas menores que 10 µm: (Goethita, Barita, Monazita). elementos de terras raras (La, Ce, Nd, Pr e Gd) somam cerca de 7,09% em base óxidos

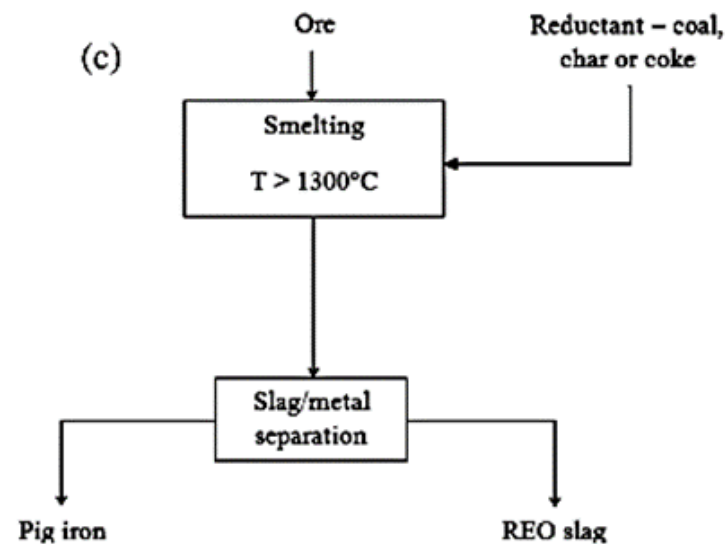
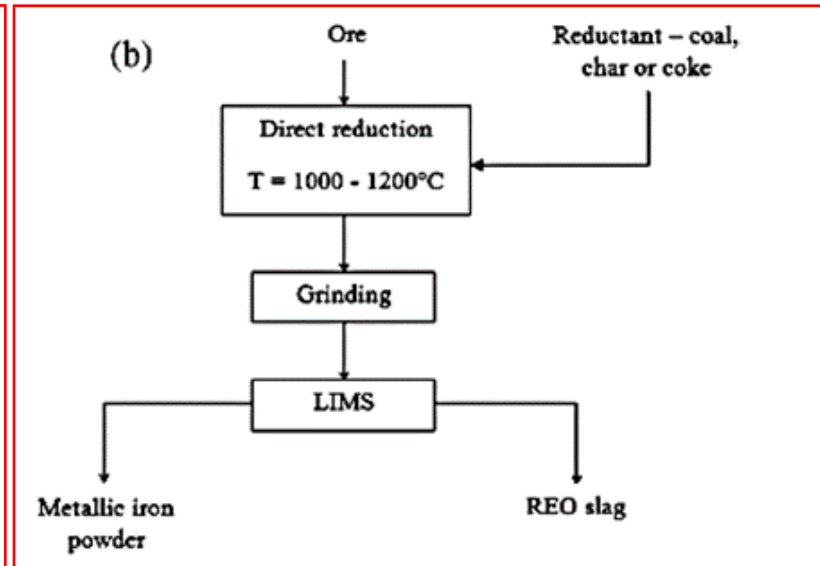
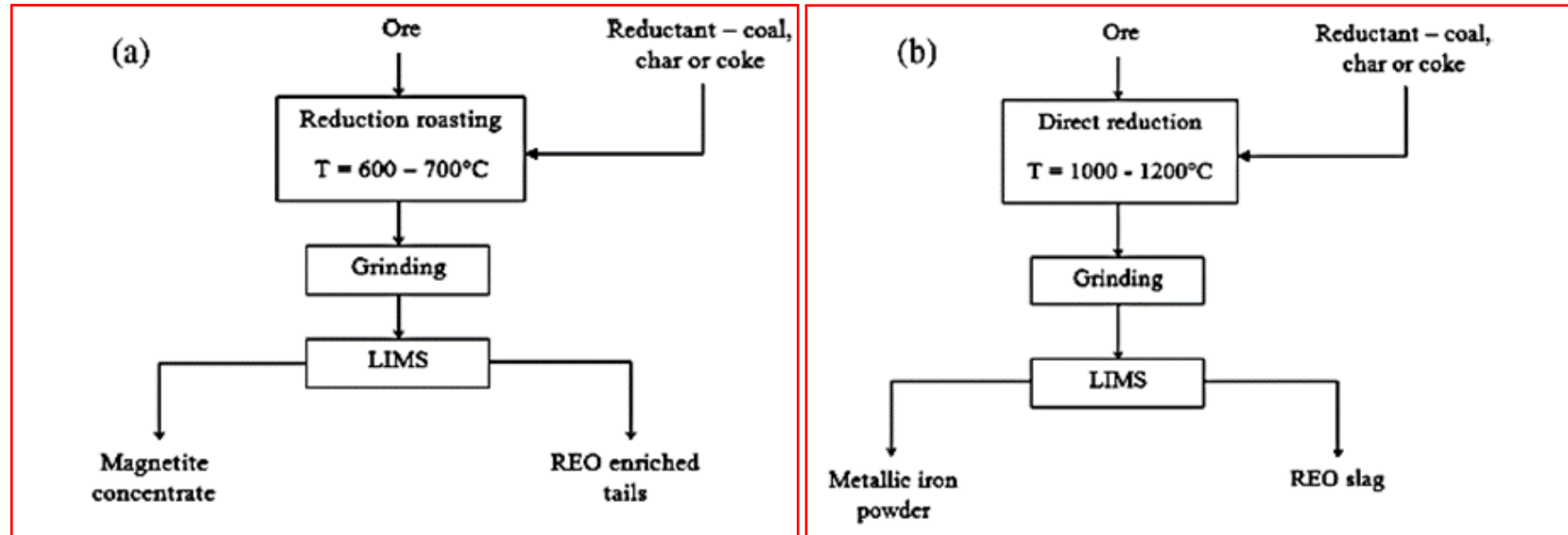
O melhor resultado, 65,8 %, foi obtido com concentração de NaOH de 70g/100ml.

A melhor seletividade (%La-%Fe) foi atingida na concentração de 60g/100ml de NaOH, 52,1% de La e 4,5% de Fe.

Concentração Pirometalúrgica

- O rejeito do processamento do pirocloro da CBMM contém em média 50% de Fe_2O_3 , 6% de OTR totais e 1,5% de Nb_2O_5
- A cada 100.000 t de FeNb produzido, são gerados cerca de 1.300.000 t de rejeito
 - Destinado a barragens, resultando em significativo passivo ambiental e desperdício de recursos minerais de valor agregado
- Para o aproveitamento das TR há um dispêndio significativo de H_2SO_4
 - 0,5 kg de H_2SO_4 são necessários por kg de TRPO_4 processado
 - Para 30% de Fe_2O_3 : exige 0,65 kg de H_2SO_4 por kg de TRPO_4
 - Custoso
 - Passivo ambiental
- **Remoção do Fe é mandatória**

Alternativas



Separação dos elementos terras – raras Dy + Tb usados nos ímãs de NdFeB

CETEM: Ysrael Marrero Vera, Marcelo De Luccas Dourado, Isabella Teixeira

Objetivo principal

Desenvolver atividades de PD&I para definição de fluxogramas de processos para a obtenção de Dy + Tb, usados para fabricar ímãs de NdFeB e presentes em um minério brasileiro.

Etapas previstas

Realizadas

- ✓ Definição das separações ou cortes a serem realizados para obter Dy + Tb.
- ✓ Ensaio de extração em batelada para cada um dos cortes previstos.
- ✓ Construção do algoritmo matemático para simular o processo de extração em regime contínuo.

Em andamento

- Definição do modelo matemático mais adequado para descrever o processo de extração.
- Simulação de diferentes circuitos de extração: variando parâmetros de operação.
- Definição da rota de separação mais adequada usando como base a pureza mínima desejada dos ETR e o custo de produção.

CDTN: separação das terras raras

Recuperação de Terras Raras da Drenagem ácida de mina – CALDAS- MG



Resultados na lixiviação seletiva dos ETR

Temperatura (°C)	DISSOLUÇÃO (%)				
	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	REE*
60	98.89	24.18	96.15	97.61	98.00
100 temperatura ideal onde o Ce é menos solúvel	98.47	6.34	96.04	97.13	97.58
150	93.83	8.42	92.07	92.99	93.47
200	73.74	5.91	65.46	69.23	71.54
250	37.51	0	33.98	38.32	37.26
300	29.16	1.86	21.57	22.79	26.74
450	23.06	0	11.88	17.27	19.14
800	9.70	1.09	8.63	5.91	8.03

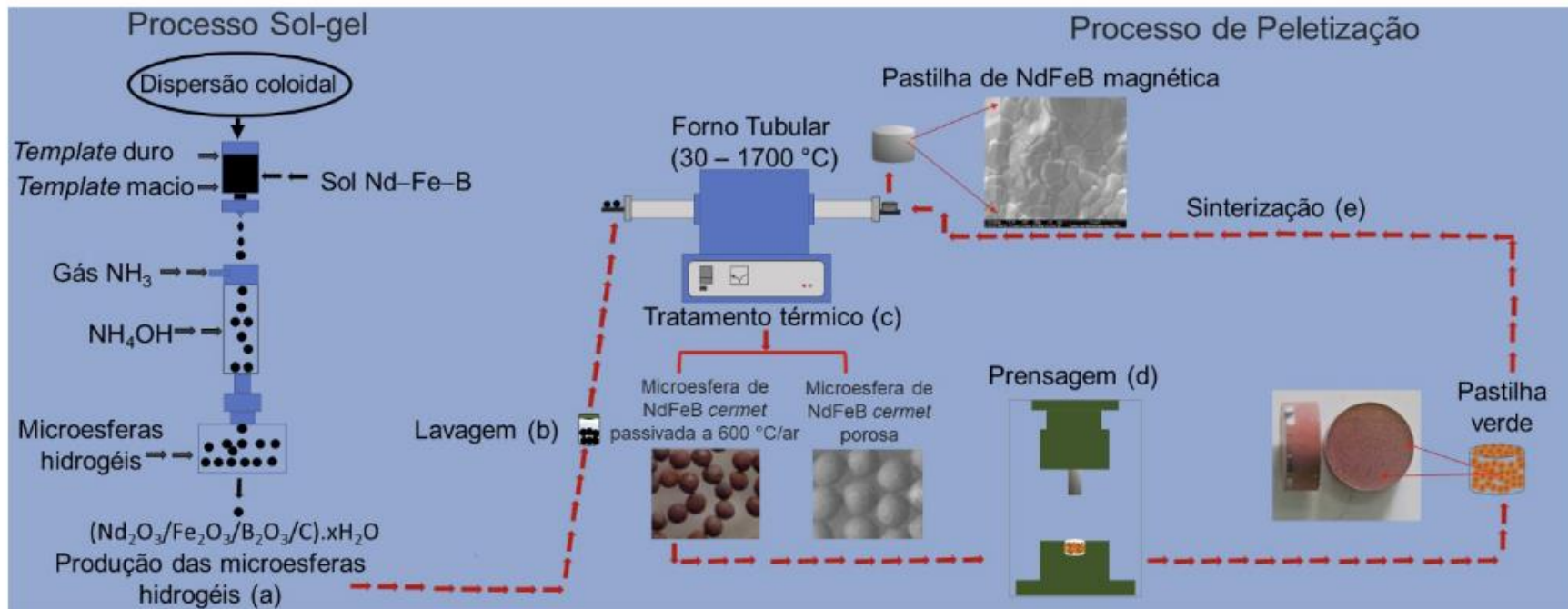
* Considerando todos ETR exceto Ce

CDTN: uma nova rota para produzir ímãs: o processo Sol-Gel

Tecnologia Sol-gel De Produção De Microesferas Da Liga Metálica Nd-Fe-B

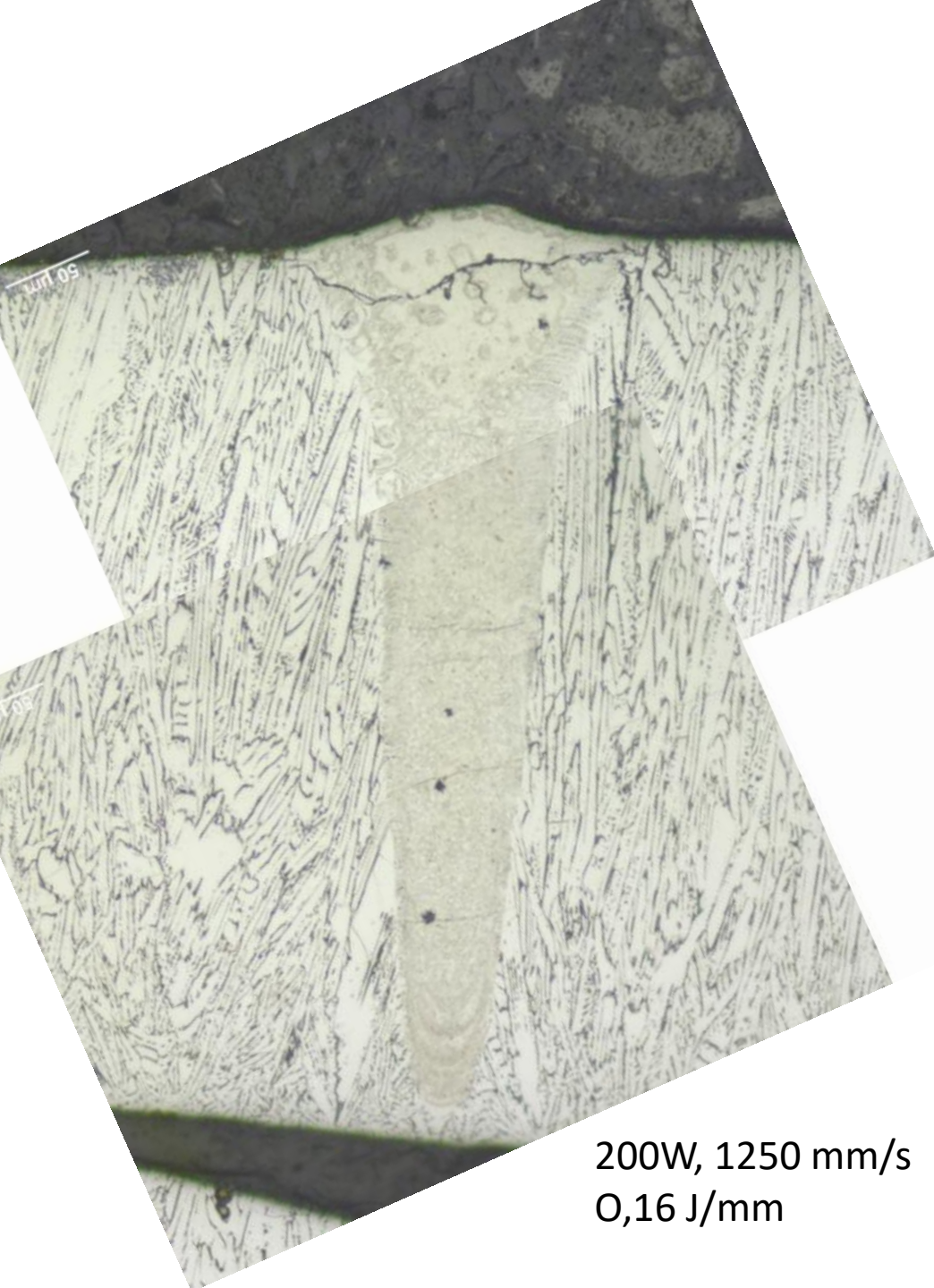
Situação atual:

A Figura abaixo mostra um resumo gráfico do processo sol-gel modificado aplicado na fabricação tanto das microesferas *cermet* de NdFeB e (Nd,Pr)FeB, densas ou porosas, quanto dos ímãs cilíndricos de NdFeB e de (Nd,Pr)FeB sinterizados.

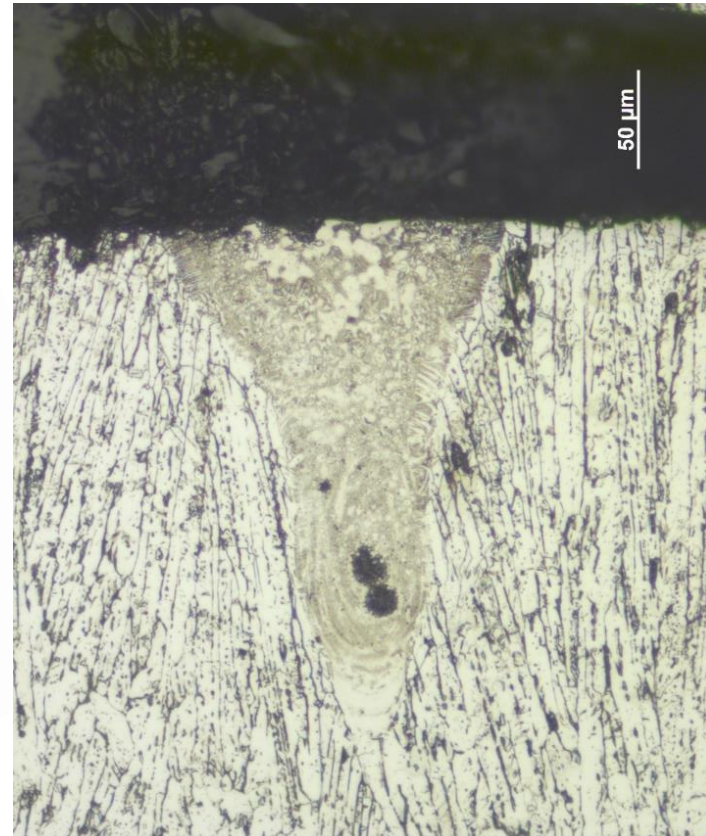


Microesferas *Cermet* porosas beneficiaram os processos de redução óxido-metal e de HDDR durante a sinterização dos ímãs. Foram obtidas pastilhas contendo a fase magnética Nd₂Fe₁₄B.

IPT investiga a interação do laser com tiras do strip caster
Planejando a Manufatura Aditiva usando pós feitos a partir
Damoagem das tiras.



200W, 1250 mm/s
0,16 J/mm



116W, 777mm/s
0,15 J/mm



Evidência de crescimento epitaxial de cristais de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ a partir dos grãos da tira, estendendo-se por aprox 10 μm .
A partir dali, nucleação no interior do líquido.

50 μm

Corrosão – NdFeB

Câmara HAST



Após 96 horas (130 °C e 95 % de umidade relativa)

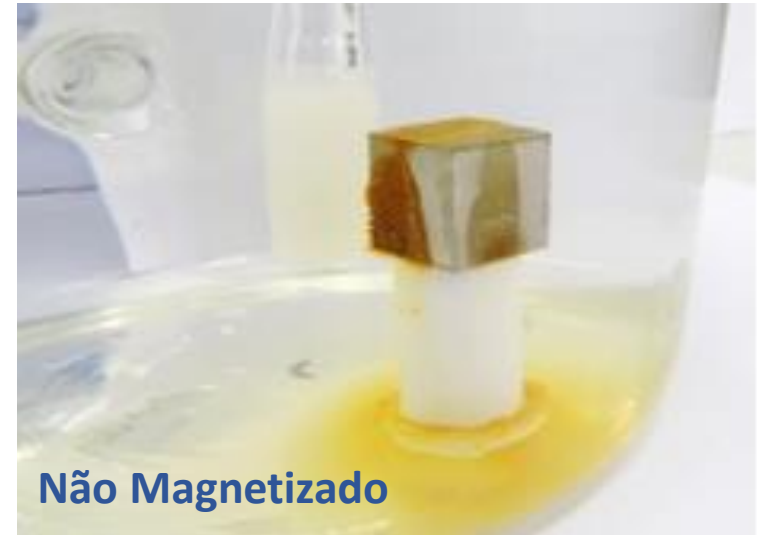
Não Magnetizado (N42) Magnetizado (N42)



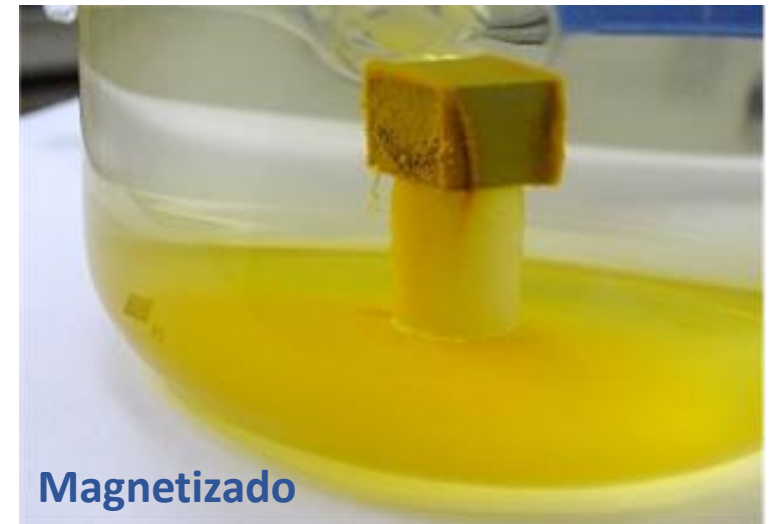
$0,1 \text{ mg.cm}^{-2}$



$2,1 \text{ mg.cm}^{-2}$



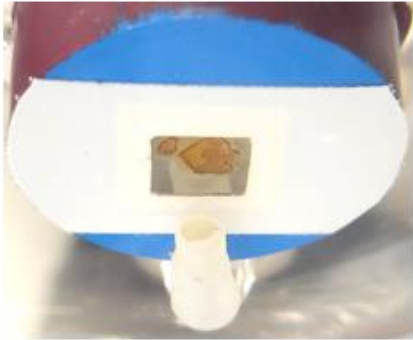
Não Magnetizado



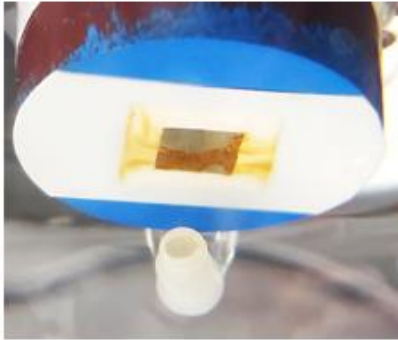
Magnetizado

Estudo eletroquímico: espectroscopia de impedância eletroquímica

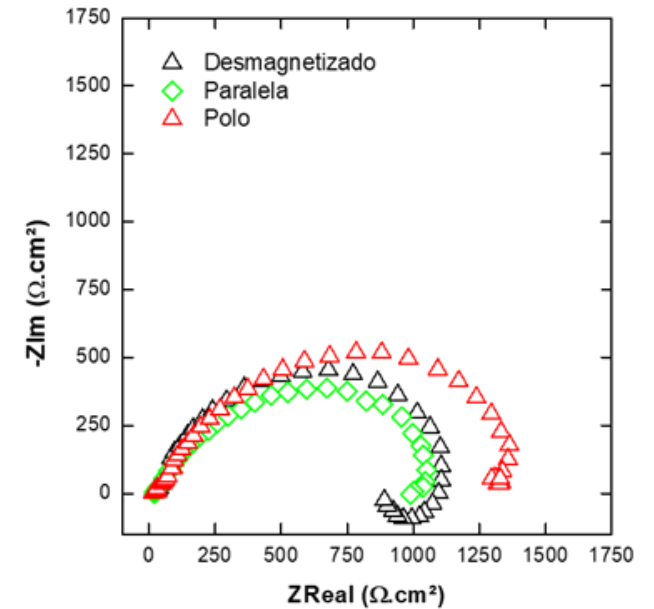
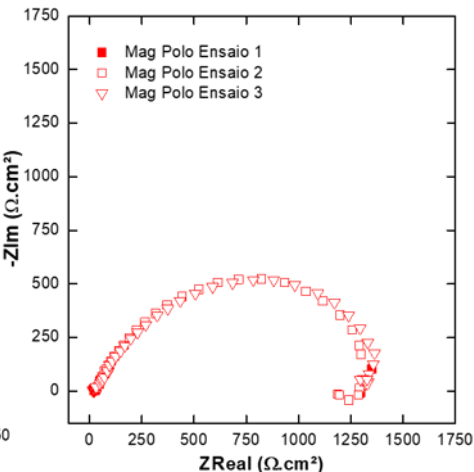
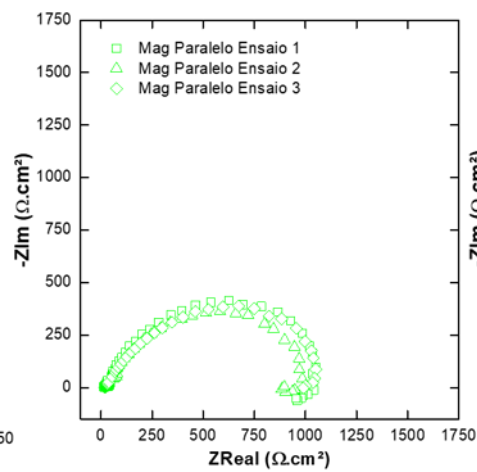
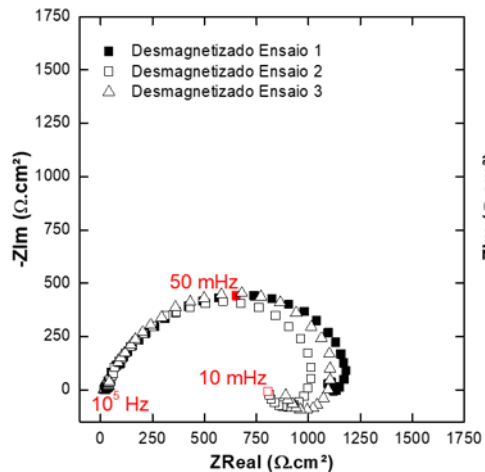
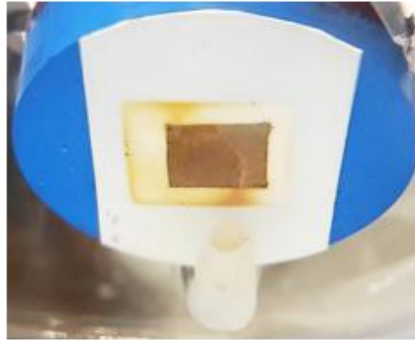
Não Magnetizado



**Magnetizado
Face Paralela**

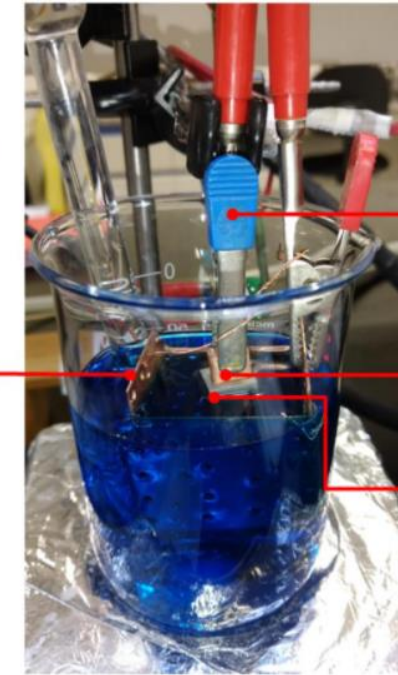
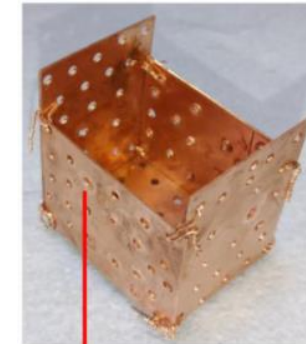


**Magnetizado
Face de Polo**



Efeito magneto-hidrodinâmico

Banho de cobre alcalino – estudo de agentes complexantes livres de cianetos

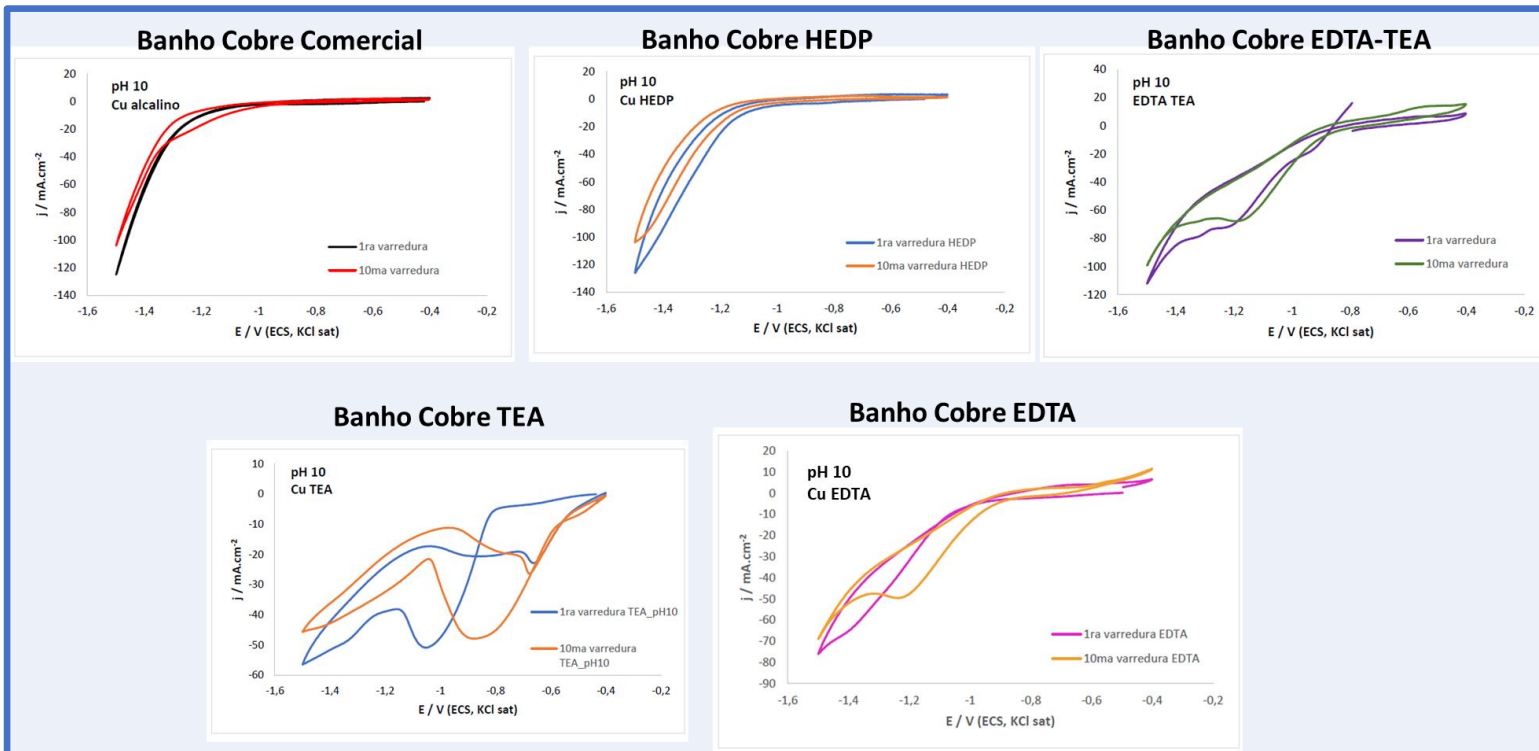


Ânodo

Garra

Bloco de cobre

Cátodo



Banho Cobre EDTA

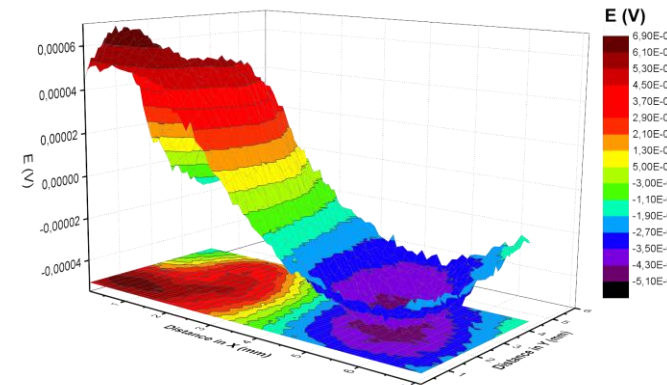
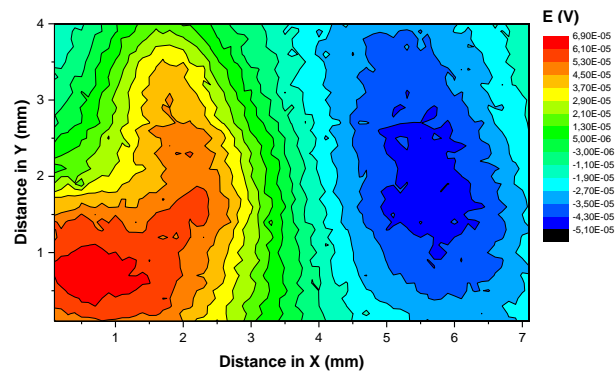
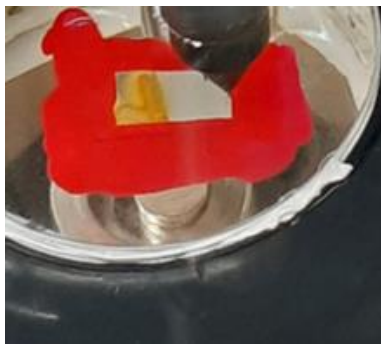
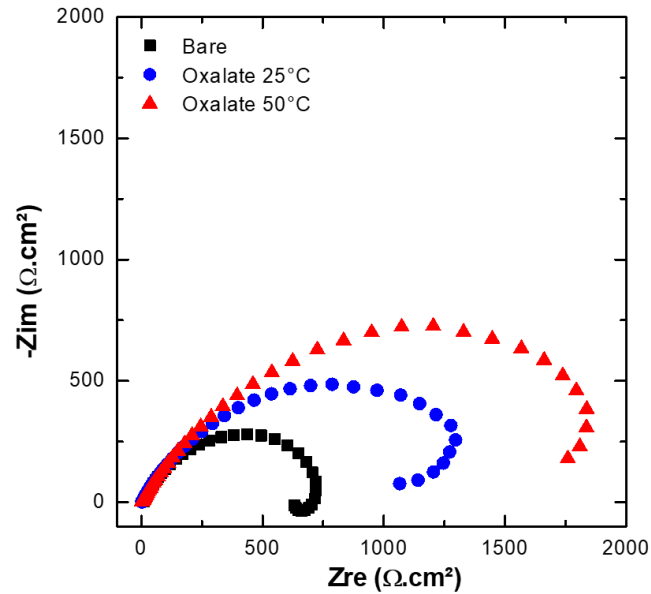
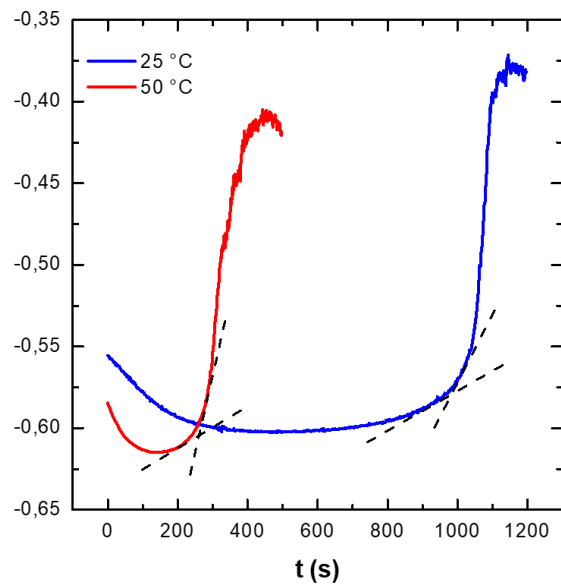
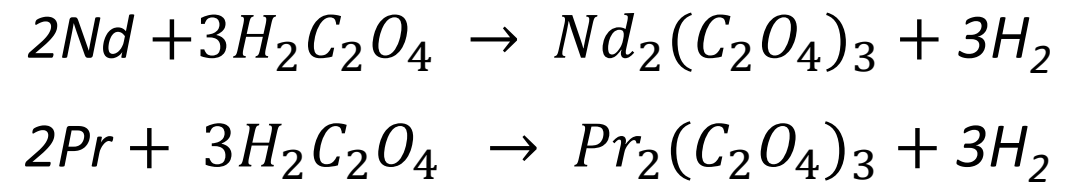
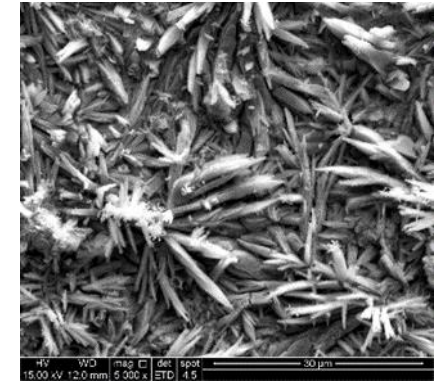
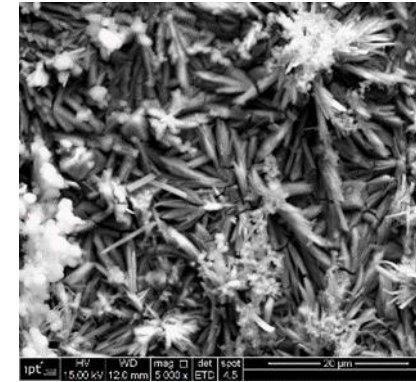


Banho Cobre HEDP

Revestimento temporário à base de oxalato

Oxalato a 25°C

Oxalato a 50°C

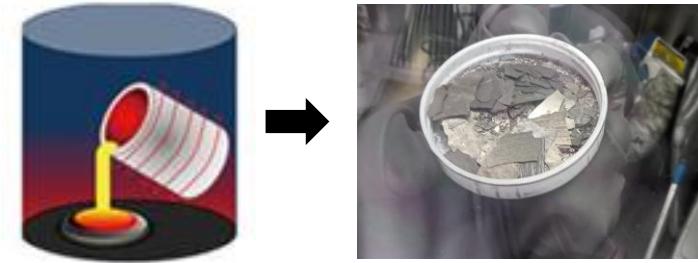


Processamento de Ligas de Nd-Fe-B

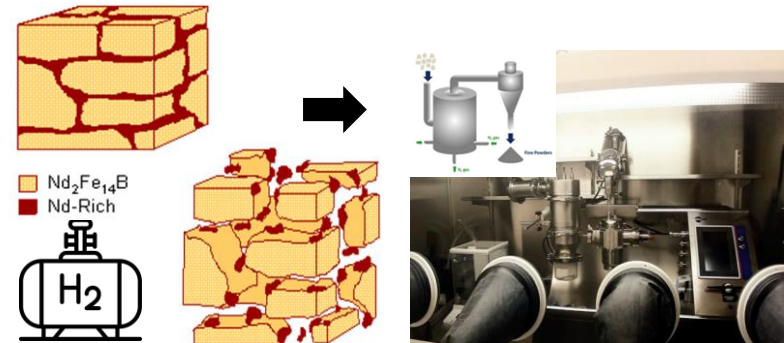
- Processamento de ligas Nd-Fe-B produzidas nacionalmente (IPT) e avaliação dos potenciais de remanência e coercividade (UFSC).
- **Objetivo:** Desenvolvimento de ímãs de Nd-Fe-B sinterizados, de elevado desempenho, para aplicações em motores elétricos e geradores eólicos.

Exemplos de Ligas Investigadas

Liga	Composição química (wt.%)	Somatório TR (wt.%)
8	$Nd_{30,5}Fe_{68,3}B_{1,1}Nd_{0,1}$	30,5
9	$Nd_{30,4}Fe_{68,2}B_{1,1}Nd_{0,3}$	30,4
10	$Nd_{30,4}Fe_{68,0}B_{1,1}Nd_{0,4}$	30,4
24	$(Nd,Pr)_{28,4}Fe_{69,8}B_1Dy_{0,1}Cu_{0,3}Nb_{0,1}Ga_{0,2}Al_{0,1}$	28,5
25	$(Nd,Pr)_{30,2}Fe_{68,1}B_{0,9}Dy_{0,1}Cu_{0,3}Nb_{0,1}Ga_{0,2}Al_{0,1}$	30,3
26	$(Nd,Pr)_{32,2}Fe_{65,3}B_{0,9}Dy_{0,1}Co_{0,9}Ga_{0,1}Al_{0,5}$	32,3
11	$Nd_{30,2}Fe_{63,7}B_{0,9}Dy_{1,1}Pr_{0,6}Co_{2,9}Nd_{0,1}$	31,9



Redução/Fusão dos óxidos e obtenção de ligas (strip casting)



Drecrepitação por Hidrogênio e Moagem Fina



Alinhamento magnético, compactação, sinterização e caracterização

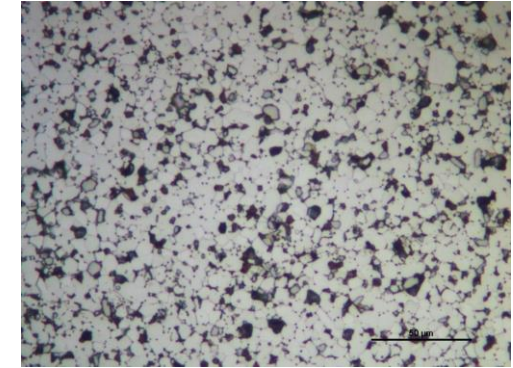
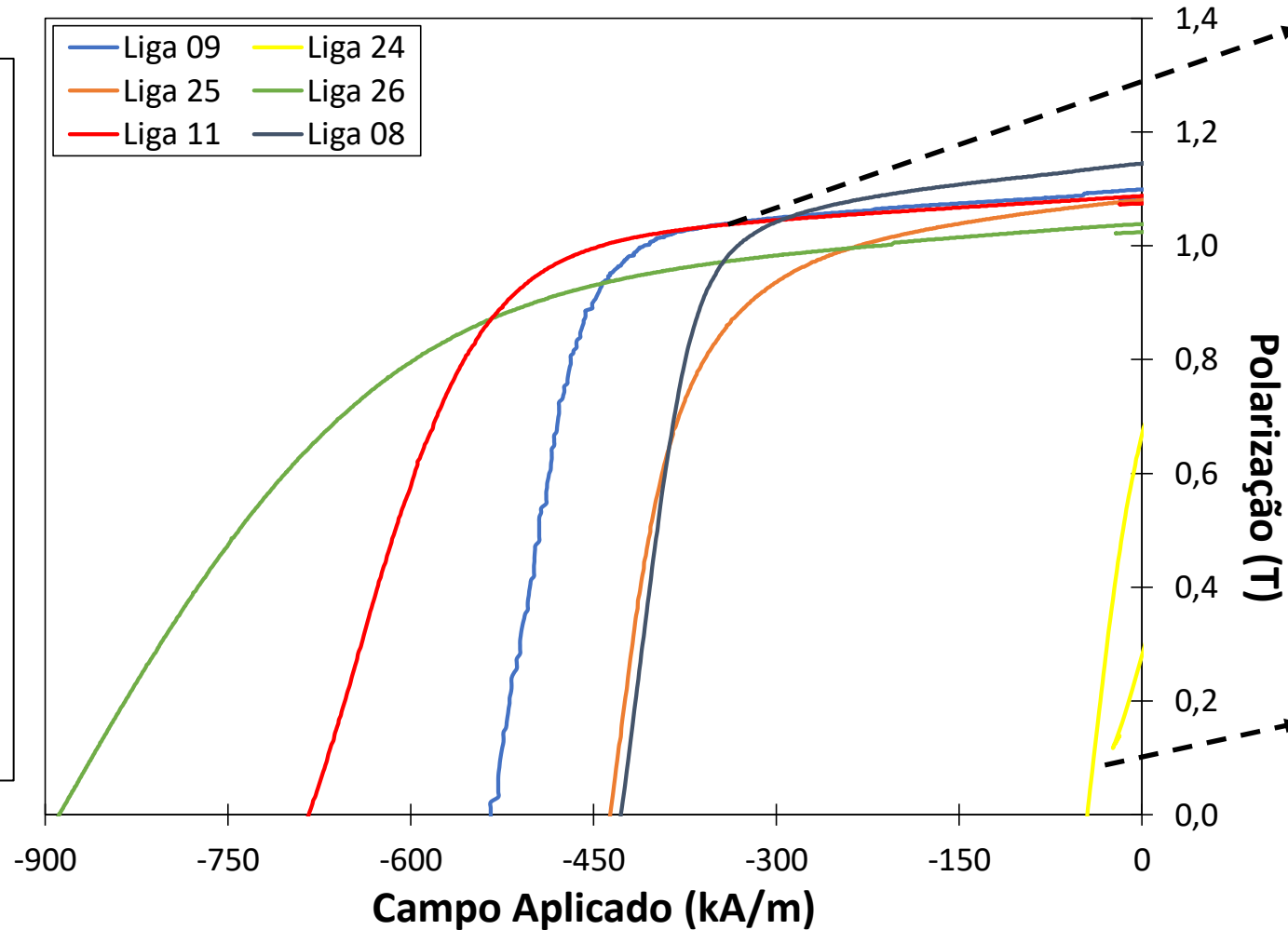
ipt

ipt

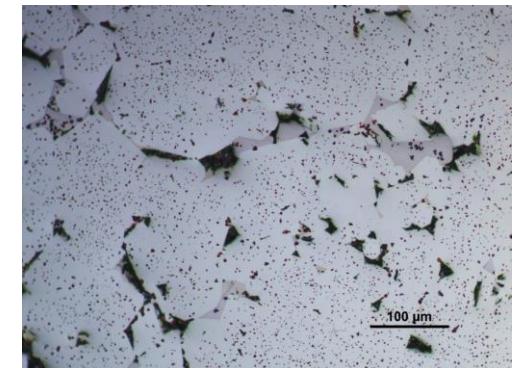


Processamento de Ligas de Nd-Fe-B

- As curvas de desmagnetização dos ímãs após a sinterização nos permite qualificar as ligas produzidas.
- Valores baixos de remanência e coercividade, por exemplo, podem indicar que certa liga possui composição química inadequada.

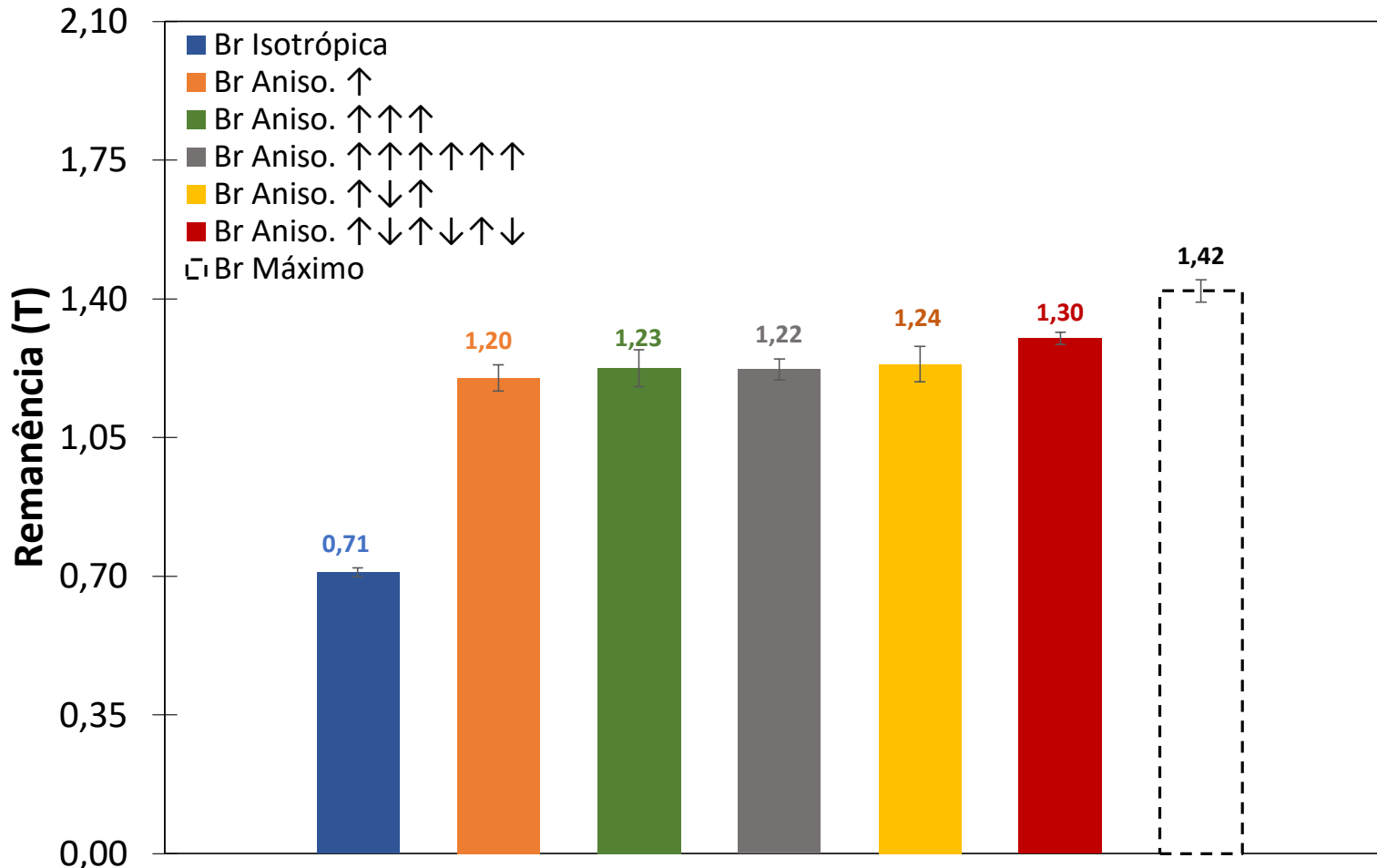


Microestrutura de um ímã obtido a partir de uma liga adequada



Microestrutura de um ímã obtido a partir de uma liga inadequada

Otimização do Processamento de Ímãs de Nd-Fe-B: Estudos sobre o Alinhamento Magnético



- Partindo das ligas qualificadas, outros estudos foram realizados a fim de otimizar o processamento dos ímãs produzidos.
- Um destes estudos pode ser representado pelas diferentes estratégias de aplicação de pulsos magnéticos, durante a etapa de alinhamento dos monocristais de Nd-Fe-B (etapa pré-sinterização).
- Alinhamentos mais efetivos implicam em ímãs com maiores valores de remanência, como pode ser observado no gráfico à esquerda.

Otimização do Processamento de Ímãs de Nd-Fe-B: Grain Boundary Diffusion (GBD)

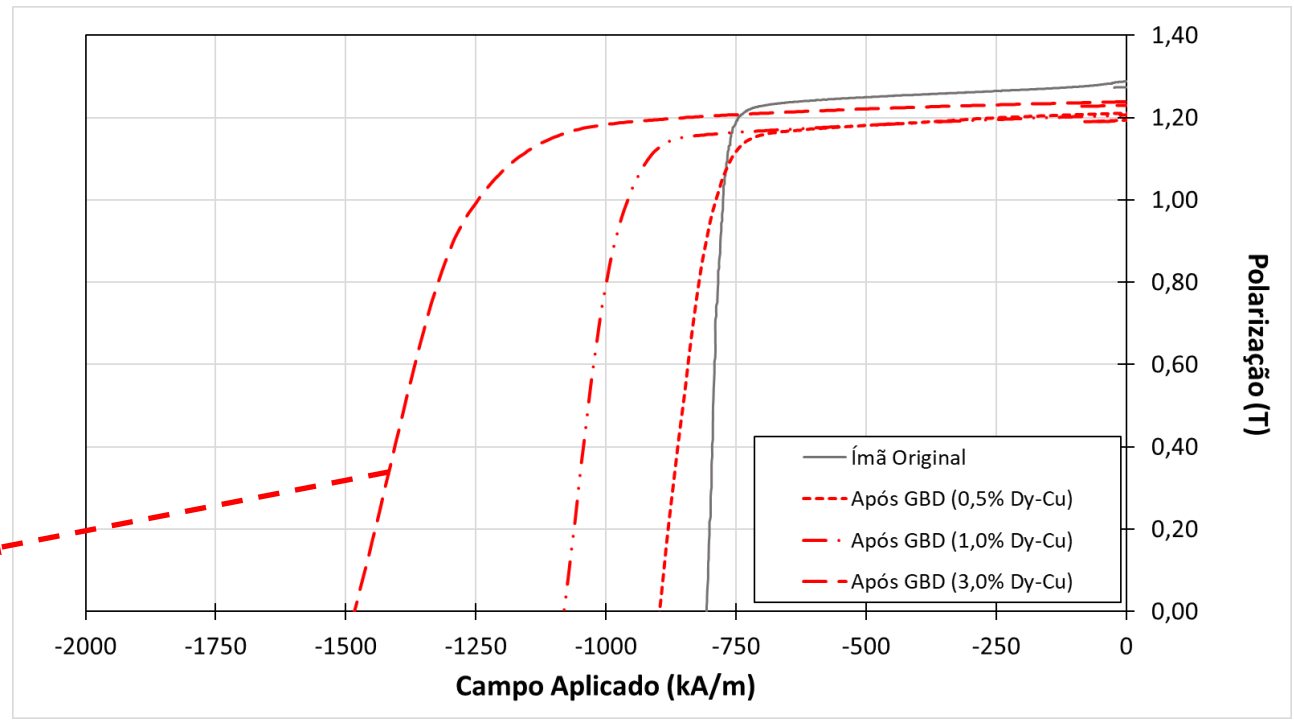
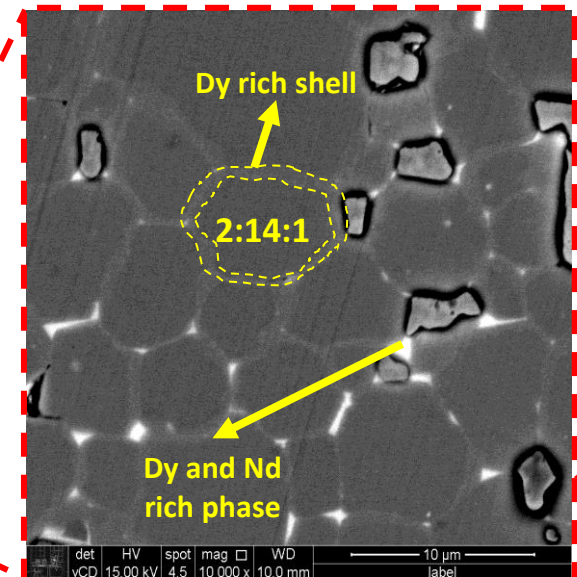
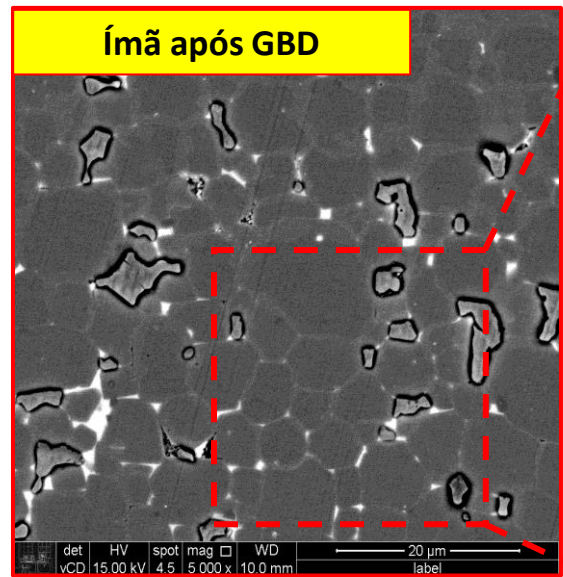
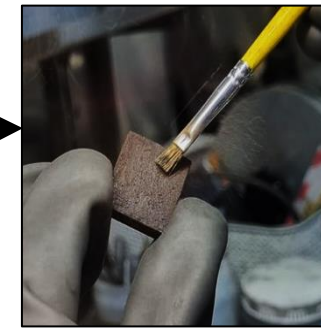
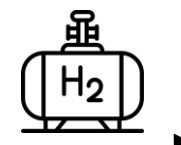
Liga de Dy-Cu

Pó de Dy-Cu

Barbotina de
Dy-Cu

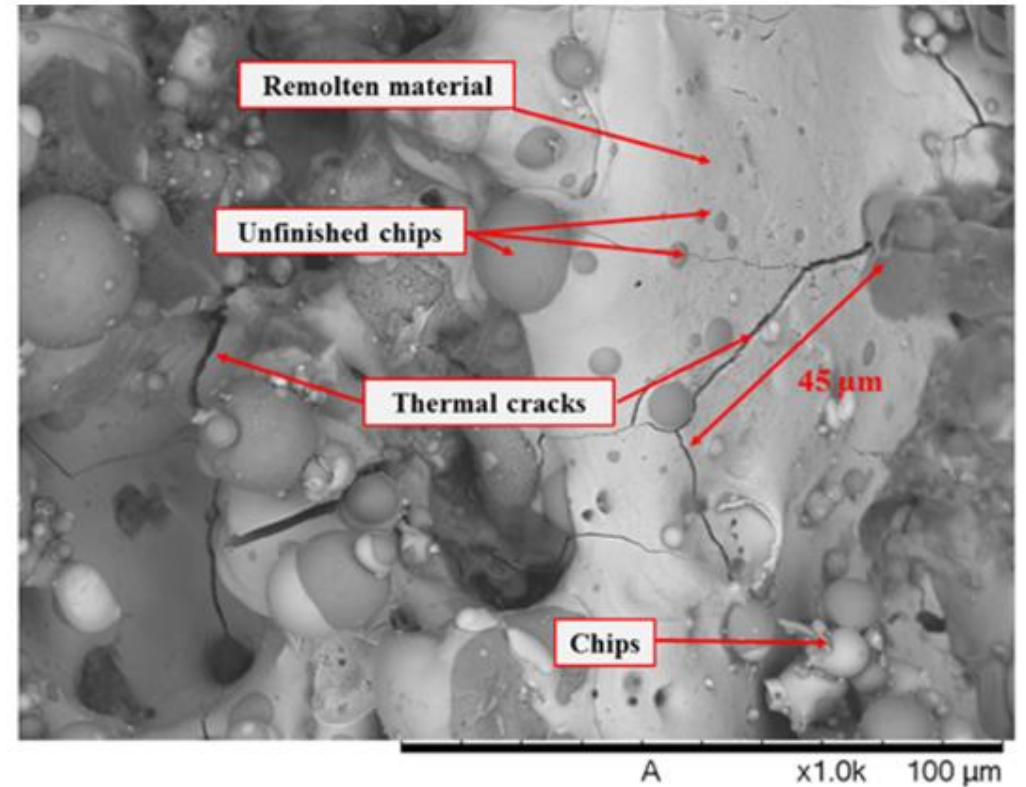
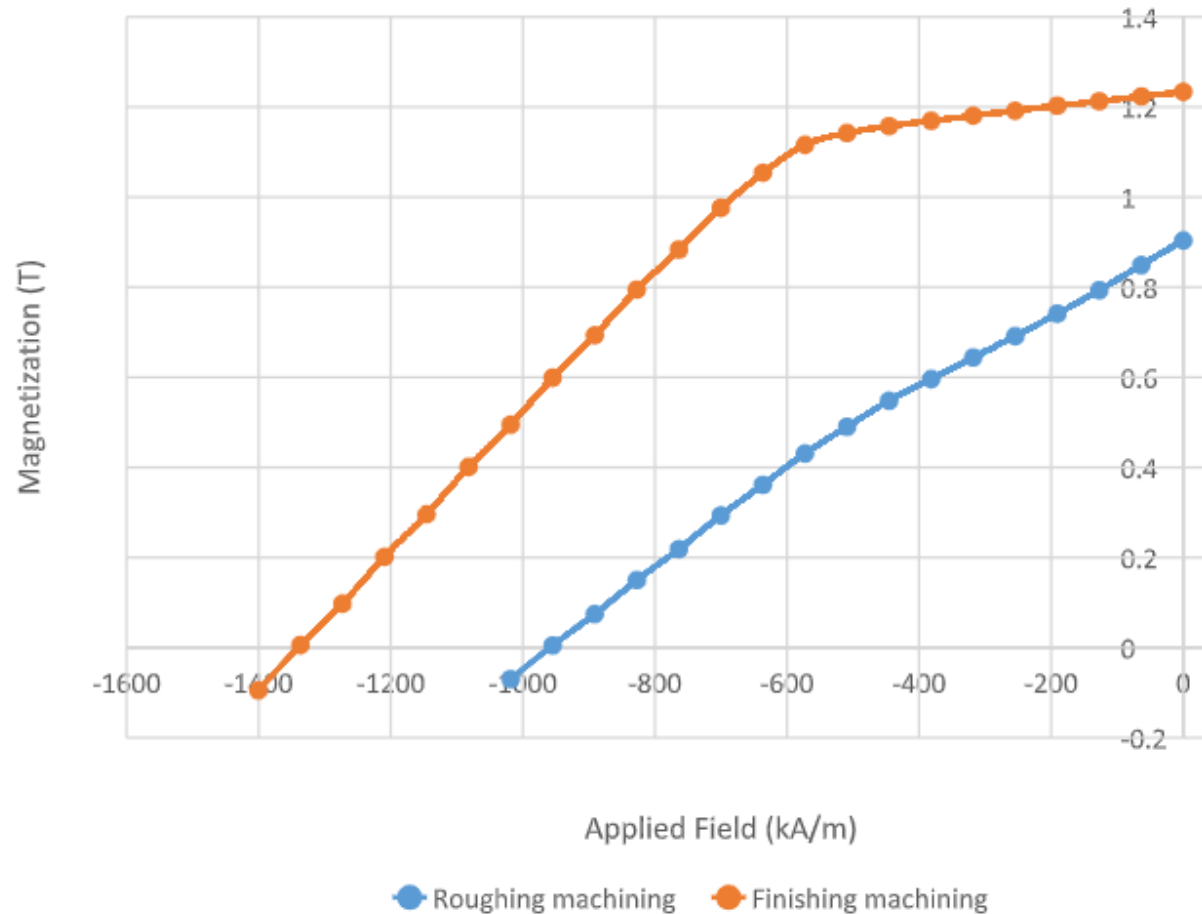
Revestimento dos
Ímãs com Dy-Cu

Tratamento
Térmico após o
Revestimento



Usinagem de Ímãs Sinterizados: Efeitos do Processo nas Propriedades Magnéticas

- Ímãs sinterizados de Nd-Fe-B foram cortados via eletroerosão a fio (WEDM) e estudos foram realizados quanto ao efeito deste processo na microestrutura e nas propriedades magnéticas finais.





A x1.0k 100 μm



PAPER

Modelling and simulation of electrical analogous for permanent magnet materials

RECEIVED
7 June 2023REVISED
14 August 2023ACCEPTED FOR PUBLICATION
5 October 2023PUBLISHED
17 October 2023Antonio Paulo Rodrigues Fernandez¹ , Elio Alberto Perigo² and Rubens Nunes de Faria Junior^{1,*} ¹ Nuclear and Energy Research Institute, Sao Paulo, 05508-000, Brazil² ABB Corporate Research Center, Raleigh, NC 27606, United States of America

* Author to whom any correspondence should be addressed.

E-mail: aprrff@alumni.usp.br, eaperigo@iece.org and rfaria@ipen.br

Keywords: permanent magnet mathematical modeling, RLC circuits, magnetization curve simulation, demagnetization curve simulation

3DP-2023-0151-ver9-Serafim-Casini_1P
Type: research-article3D PRINTING AND ADDITIVE MANUFACTURING
Volume 00, Number 00, 2023
© Mary Ann Liebert, Inc.
DOI: 10.1089/3dp.2023.0151Open camera or QR reader and
scan code to access this article
and other resources online.

ORIGINAL ARTICLE

Effect of Graphene-Based Coating 3D Printing Process on the Remanence and Corrosion of Sintered NdFeB Magnets

AUI ► Julio Cesar Serafim Casini,¹ Isolda Costa,² and Rubens Nunes de Faria Jr.²

IPEN tem trabalhado com modelamento da histerese e com uso de grafeno contra corrosão.

Um novo revestimento a base de grafeno foi muito bem sucedido na proteção contra corrosão de ímãs de Nd em soluções salinas.

Desdobramentos esperados

- A implementação do novo projeto REGINA
- A implementação de um novo Projeto FINEP/ FNDCT
- A federalização do LabFab
- A renovação do INCT, com novo coordenador.

Comentários finais

- Novos players na mineração de terras raras. Expectativas com o início da comercialização de concentrado da Serra Verde.
- O grande desafio continua parecendo ser a viabilidade industrial da separação das terras raras.
- Grandes expectativas com os desdobramentos do LabFab.
- Participação importante no REPM 2023, o 27° International Workshop on Rare Earth and Future Permanent Magnets and their Applications, em Birmingham, Inglaterra.
- Ano que vem teremos INTERMAG no RJ, é boa oportunidade para nos apresentarmos.

Divulgação, disseminação e apoio

- Precisamos de mais seguidores; a avaliação do CNPq usará esse dado.
- Abram seus linkedin, entrem no INCT Pátria e tornem-se seguidores!
- E também no facebook:
- <https://www.facebook.com/inctpatria>

Agradecimentos

- Aos colaboradores do MiBi, gente do setor empresarial que apoia a cadeia dos ímãs de terras raras
- Ao Dr Mateus Botani Dias, da USP, pelo grande esforço de municiar com notícias nossas redes sociais, e a todos os que têm colaborado nisso.
- Ao Junior, da USP, que nos ajuda no relacionamento com o CNPq
- Ao CNPq, claro, pelo importantíssimo apoio que nos tem dado.
- À FAPESP, pelo apoio que deu até ano passado.
- A toda a equipe envolvida no INCT.
- Ao José Gomes pelo apoio logístico.