

III - 355 - EXTRAÇÃO DE ELEMENTOS TERRAS RARAS A PARTIR DE LÂMPADAS DE LED INSERVÍVEIS POR MEIO DE LIXIVIAÇÃO COM ÁCIDO NÍTRICO.

Yasmim Sagrillo Pimassoni ⁽¹⁾

Engenheira Química e mestranda em Engenharia Ambiental pela Universidade Federal do Espírito Santo.

Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro ⁽¹⁾

Graduação em Química Industrial - (FRNL-1987), mestrado em Química pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (1991) e doutorado em Ciências (Química Analítica Inorgânica) pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (1999). Professor titular do Departamento de Química/CCE da Universidade Federal do Espírito Santo.

Juliana Salomão das Neves ⁽¹⁾

Engenheira Química e mestranda em Engenharia Ambiental pela Universidade Federal do Espírito Santo.

Luciana Harue Yamane ⁽¹⁾

Graduação em Ciências Biológicas pela UFES (2004), graduação em Tecnologia em Saneamento Ambiental pelo Instituto Federal do Espírito Santo (2003), mestrado em Ciências em Engenharia Ambiental pela UFES (2007), doutorado em Ciências pela Universidade de São Paulo (2012) e pós-doutorado pela Universidade de São Paulo (2014). Professora do Mestrado Profissional em Engenharia e Desenvolvimento Sustentável da UFES.

Renato Ribeiro Siman ⁽¹⁾

Engenheiro Químico (UFRRJ). Mestrado e Doutorado em Engenharia Hidráulica e Saneamento (USP). Professor Associado do Departamento de Engenharia Ambiental (UFES).

Endereço⁽¹⁾: Laboratório de Gestão do Saneamento Ambiental, Salas 20 e 21, Centro Tecnológico, Universidade Federal do Espírito Santo. Avenida Fernando Ferrari, 514, Goiabeiras, Vitória-ES, CEP: 29.075-910, Brasil - e-mail: yasmim.pimassoni@gmail.com

RESUMO

As lâmpadas de LED são dispositivos eletroeletrônicos com maior durabilidade se comparadas aos demais tipos de lâmpada, sendo um mercado em expansão e por consequência, com estimativa de aumento na geração de resíduos. Em sua composição encontram-se os elementos terras raras (ETR), considerados metais críticos devido ao risco de escassez de oferta e à crescente demanda em diversos segmentos industriais, como comunicação, energia e transporte. Lâmpadas de LED como fonte secundária de ETR ainda é um tópico pouco explorado na literatura, haja vista que não há um processo consolidado para a recuperação de ETR a partir desse resíduo. Diante dessa lacuna, esse estudo teve como objetivo desenvolver um processo de extração de elementos terras raras a partir de placas de circuito impresso (PCI) e componentes eletroeletrônicos de lâmpadas de LED inservíveis por meio da lixiviação com ácido nítrico. Foi estudada a influência da temperatura, concentração de ácido e razão sólido/líquido usando um Delineamento Box-Behnken, sendo analisados três níveis em cada fator. Identificou-se como fatores significativos estatisticamente, a concentração de ácido, para o ítrio, e o fator de interação entre concentração de ácido e razão sólido/líquido para o cério. O tempo ótimo de reação foi de 120 minutos. A maior extração de cério atingida foi 25,65% nas condições: 40°C, solução de ácido nítrico com 1 mol/L e 25 g/L de concentração de sólidos. Já para o ítrio o melhor resultado atingido foi 9,75% nas condições: 40°C, solução de ácido nítrico com 4 mol/L e 100 g/L de concentração de sólidos. Otimizando os resultados de ambos os metais simultaneamente, obtém-se como condição ótima 39,8°C, 4 mol/L e 100 g/L.

O estudo mostrou que, apesar de ser possível extrair cério e ítrio, ainda são necessários estudos adicionais de otimização para a utilização de ácido nítrico como lixivante, aumentando dessa forma o percentual de extração. Ainda, se mostra necessário a análise da influência da presença de cobre e ferro na composição inicial do resíduo.

PALAVRAS-CHAVE: Elementos Terras Raras, Cério, Ítrio, Lâmpadas de LED, REEE, Ácido Nítrico.

INTRODUÇÃO

O LED (*light emitting diodes*) é um dispositivo semicondutor de iluminação em estado sólido que emite luz visível a partir de energia elétrica. As lâmpadas de LED, devido aos avanços tecnológicos, superam as tecnologias tradicionais em eficiência energética, vida útil, versatilidade e qualidade de cor (MORGAN PATTISON; U.S. DEPARTAMENT OF ENERGY, 2019). Em função dessa eficiência energética, o *Energy Savings Forecast of Solid-State Lighting in General Illumination Applications*, prevê que até 2035, esse tipo de lâmpada representará 84% do mercado de iluminação (U.S. DEPARTAMENT OF ENERGY, 2019).

Neste sentido, é importante descrever que as lâmpadas de LED são compostas por frações poliméricas e metálicas, além de placas de circuito impresso (PCI), componentes eletrônicos, baterias e cabos. Na fração metálica e nas PCI encontram-se metais como ouro, prata, alumínio, cobre e elementos terras raras (ETR) (MARTINS; TANABE; BERTUOL, 2020; REBELLO et al., 2020). Assim, principalmente em função da presença de metais valiosos e elementos terras raras em sua composição, processos de reciclagem de lâmpadas de LED suscitam estudos.

Os elementos terras raras são essenciais para as futuras tecnologias e possuem reservas minerais concentradas em países específicos, como a China que detém 97% da sua produção (LIE; LIU, 2021a), e, para promover a utilização sustentável desses elementos é necessário identificar fontes secundárias alternativas (ANNONI et al., 2020). Ainda assim, os estudos envolvendo fontes secundárias, como os RE, estão mais concentrados na recuperação de ouro e prata (CALDAS et al., 2021; ZHANG; ZHAN; XU, 2021; ZHAN et al., 2020), havendo uma lacuna de estudos focando na recuperação de elementos terras raras.

Para recuperação de metais a partir de fontes secundárias, a hidrometalurgia apresenta-se como abordagem preferencial (AHIRWAR; TRIPATHI, 2021; AKCIL et al., 2021). Os ácidos minerais, como o ácido nítrico, são os mais utilizados tanto na lixiviação de elementos terras raras de fontes secundárias quanto de primárias (MARRA; CESARO; BELGIORNO, 2019). Assim, propõe-se o desenvolvimento de um processo hidrometalúrgico para a recuperação de elementos terras raras a partir de lâmpadas de LED.

OBJETIVO

Tendo em vista a escassez de trabalhos que investiguem a recuperação de elementos terras raras a partir de lâmpadas de LED, e a extensa aplicação dos processos hidrometalúrgicos em fontes primárias e secundárias, o objetivo deste trabalho foi estudar a extração de elementos terras raras a partir de PCIs e componentes eletroeletrônicos de lâmpadas de LED inservíveis por meio da lixiviação com ácido nítrico.

METODOLOGIA

O resíduo utilizado como material de partida para esta pesquisa foi coletado, processado mecanicamente e teve sua composição caracterizada por Rebello et al. (2020). O material cominuído é composto por placas de circuito impresso (PCI) e componentes eletrônicos (como capacitores, chips e resistores) provenientes de um lote misto de lâmpadas de LED inservíveis com o descrito por Rebello et al. (2020).

A determinação das condições ótimas de lixiviação ácida utilizando ácido nítrico foi realizada com o planejamento de experimento tipo Box-Behnken. O presente trabalho visou estudar três variáveis independentes, com adição de três repetições no ponto central, totalizando 15 ensaios. Os fatores e níveis avaliados são mostrados na Tabela 1 e as condições em cada ensaio estão reportadas na Tabela 2.

Tabela 1: Valores reais e codificados das variáveis investigadas.

VARIÁVEIS (UNIDADE)	NÍVEIS		
Codificado	-1	0	+1
Temperatura (°C)	25	40	55
Concentração do Ácido (M)	1	2,5	4
Concentração de sólidos (g.L ⁻¹)	25	62,5	100

Além das variáveis apresentadas e com o intuito de compreender o comportamento da reação em função do tempo, foram retiradas seis alíquotas nos tempos 10 min, 20 min, 30 min, 60 min, 120 min e no final da reação em 180 min. O volume foi repostado após a retirada de 60 e 120 minutos. As alíquotas foram filtradas e encaminhadas para análises por de Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP – MS) (modelo Nexlon 300D; marca Perkin Elmer) e Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES) (modelo Optima 7000-DV; marca Perkin Elmer).

Tabela 2: Condições experimentais de cada ensaio.

Ensaio	Temperatura	Concentração	Razão S/L
1 (A)	25	1	62,5
2 (B)	55	1	62,5
3 (C)	25	4	62,5
4 (D)	55	4	62,5
5 (E)	25	2,5	25
6 (F)	55	2,5	25
7 (G)	25	2,5	100
8 (H)	55	2,5	100
9 (I)	40	1	25
10 (J)	40	4	25
11 (K)	40	1	100
12 (L)	40	4	100
13 (M)	40	2,5	62,5
14 (N)	40	2,5	62,5
15 (O)	40	2,5	62,5

As vidrarias utilizadas foram lavadas com detergente alcalino, posteriormente mantidas em meio ácido (15% v/v) por 24h e lavadas com água ultrapura ao término desse período. O ácido nítrico utilizado foi destilado. Ambos os processos visam minimizar contaminações nas análises químicas.

A eficiência da lixiviação foi dada pela porcentagem de metal lixiviado e calculada em relação ao obtido na caracterização do resíduo realizada por Rabello et al. (2020) em trabalho prévio do grupo de pesquisa.

RESULTADOS OBTIDOS

A análise do tempo ótimo de reação foi realizada de forma univariada, pela observação dos melhores resultados (maiores concentrações em mg de metal por kg de resíduo) para os elementos terras raras, em cada ensaio, considerando que são os elementos de maior interesse na extração.

A Figura 1 apresenta o comportamento da extração de cério ao longo do tempo e a Figura 2 apresenta o comportamento para a extração do ítrio. Vale destacar que os gráficos tem o intuito de analisar o comportamento de cada ensaio e não comparar valores atingidos entre os ensaios, assim a ordem de aparecimento das linhas se relaciona a ordem dos ensaios e não as grandezas de cada ponto.

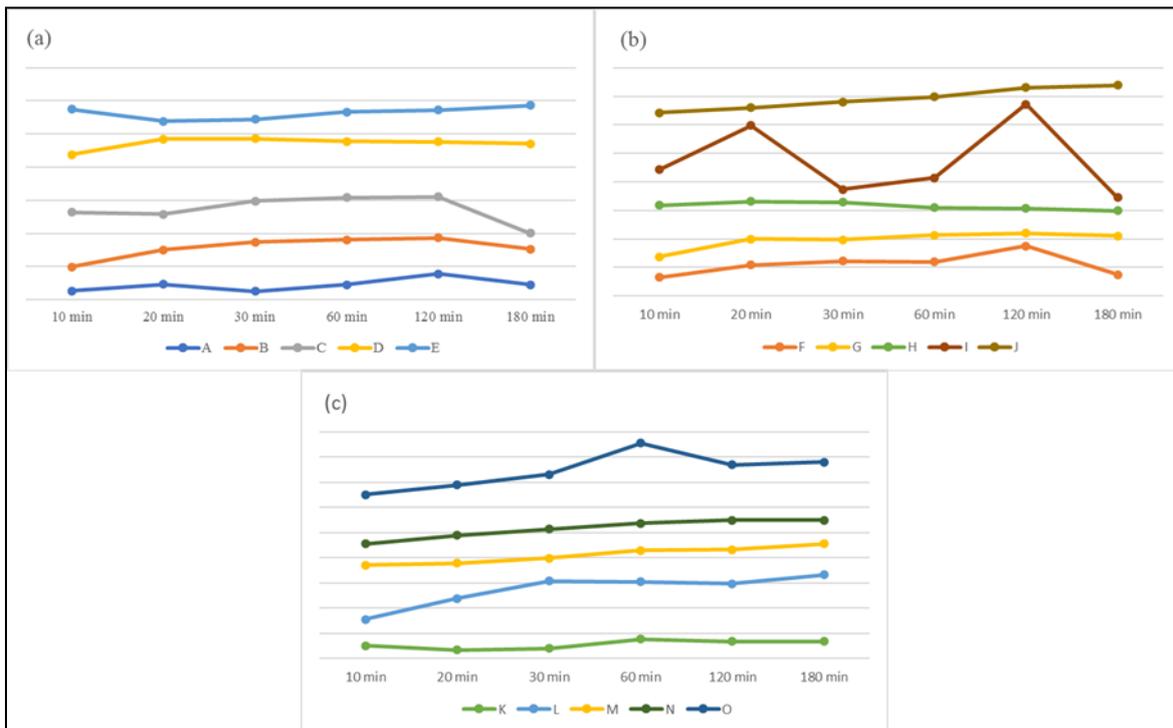


Figura 1: Gráfico do comportamento da extração de cério (a) Ensaios A até E, (b) Ensaios F até J e (c) Ensaios K até O.

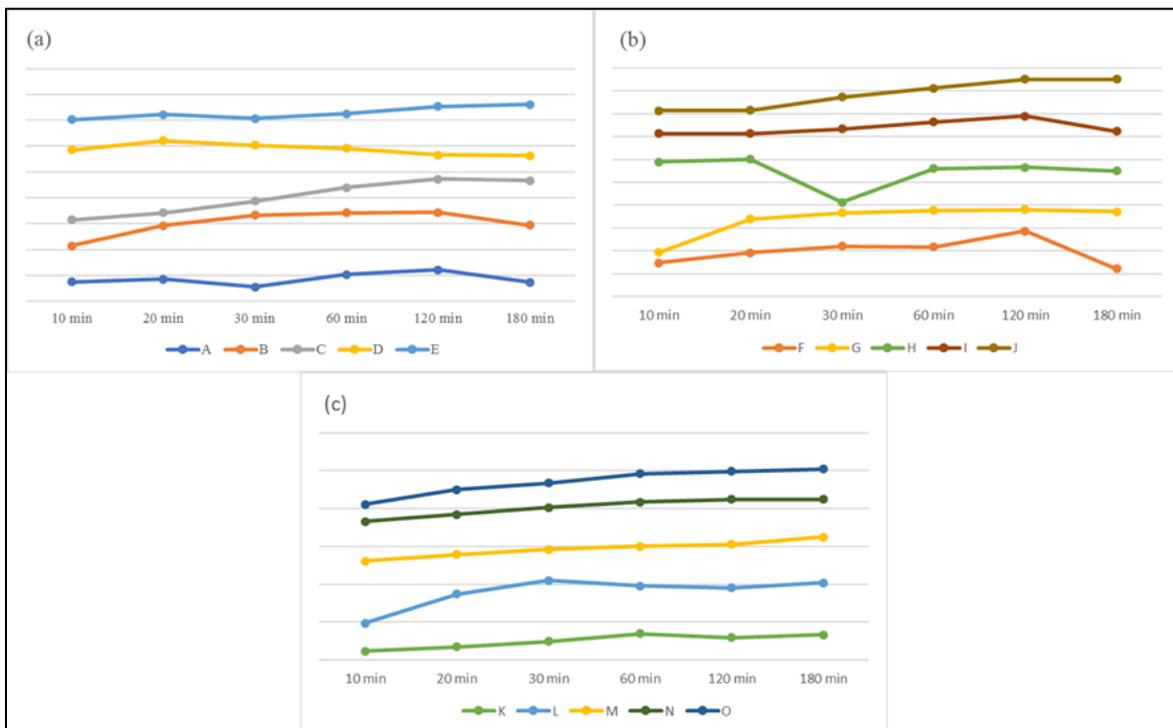


Figura 2: Gráfico do comportamento da extração de ítrio (a) Ensaios A até E, (b) Ensaios F até J e (c) Ensaios K até O.

Na Figura 1 é possível notar que o melhor tempo de extração para o elemento cério, na maioria dos ensaios, foi de 120 minutos. Alguns ensaios possuem um acréscimo (na maioria menor que 6%) no tempo de 180 minutos, sendo considerado uma estabilização. Contudo, nos ensaios onde ocorre redução da concentração no tempo de 180 minutos, as reduções chegam a 98% em relação a concentração em 120 minutos.

Destaca-se para o cério o ensaio I e para o ítrio o ensaio H (vide Figura 2), com um comportamento notoriamente distinto dos demais com relação ao tempo, podendo isto ser fruto de contaminações, erros experimentais ou analíticos.

Dentre os ensaios em que ocorreu redução da concentração de cério e de ítrio entre os tempos 120 e 180 minutos não é notório nenhuma semelhança em condições experimentais. Um dos fenômenos que podem levar a redução de concentração é aumento do pH da solução, sendo que os íons cério são estáveis em meio ácido e começam a precipitar em forma de óxidos em pH superior a 7, como foi exposto por Bertuol, Bernardes e Tenório (2009). Contudo, com base no pH medido nos primeiros ensaios realizados (variando de 0 a 2), tal basicidade não foi atingida, sendo essa uma hipótese não válida para a explicação da redução.

O total de elementos terras raras extraídos até o tempo de 120 minutos, incluindo então a massa retirada nas alíquotas dos tempos anteriores são apresentados na Tabela 3. Os valores são reportados em miligrama de metal por quilograma de resíduo e o valor em percentual extraído quando comparado a caracterização apresentada em Rebello et al. (2020). O desvio padrão para o cério foi de 0,2493 mg/kg de resíduo e para o ítrio foi 0,2526 mg/kg de resíduo.

Tabela 3: Resultado da extração de cério e ítrio.

ENSAIO	CÉRIO (Ce)		ÍTRIO (Y)	
	mg/kg de resíduo	%	mg/kg de resíduo	%
1	0,8908	5,47%	0,7273	3,50%
2	1,0625	6,52%	0,8972	4,31%
3	1,3588	8,34%	1,6235	7,81%
4	2,2827	14,01%	1,7758	8,54%
5	0,8901	5,46%	0,9406	4,52%
6	2,0667	12,69%	1,7272	8,30%
7	1,4624	8,98%	1,1203	5,39%
8	1,4345	8,81%	1,0301	4,95%
9	4,1776	25,65%	1,1428	5,49%
10	1,5204	9,33%	1,4867	7,15%
11	0,8230	5,05%	0,7325	3,52%
12	2,4294	14,91%	2,0283	9,75%
13	1,6069	9,86%	1,3010	6,26%
14	1,7947	11,02%	1,5271	7,34%
15	2,1006	12,90%	1,8054	8,68%

Destaca-se que além dos elementos terras raras cério e ítrio tinha-se o interesse em identificar a extração de índio (In), contudo este não estava presente em quantidades quantificáveis pelo método de análise, assim, considera-se que o metal não foi extraído pelo método.

As maiores extrações atingidas para cério e ítrio foram 25,65% e 9,75% respectivamente (vide Tabela 3). O valor de maior extração do cério se deu a 40°C, solução de ácido nítrico com 1 mol/L de concentração e 25 g/L de concentração de sólidos. Para o ítrio a maior extração ocorre também em 40°C contudo no outro extremo das condições de concentração de ácido e concentração de sólidos, 4 mol/L e 100 g/L. Ambas condições extraem simultaneamente aos elementos terras raras e cobre, atingindo 94% e 105% respectivamente.

Os menores resultados foram obtidos no ensaio 11 (40°C, 1 mol/L e 62,5 g/L) para cério e no ensaio 1 (25°C, 1 mol/L e 100 g/L) para ítrio. É perceptível que para cério as condições de melhor e pior extração diferem apenas pela razão sólido/líquido o que indica alguma influência desse fator na extração, fato que será

confirmado pela análise estatística. Já para o ítrio todos os fatores estão em valores distintos da condição de melhor extração. Ainda, nota-se que a diferença da extração de ítrio entre os ensaios 1 e 11 é de apenas 0,02%, assim como a diferença da extração de cério é de 0,42%. Dessa forma, destaca-se esses dois ensaios como as condições menos favoráveis para a extração desses elementos.

Analisando os fatores que influenciam estatisticamente na extração, percebe-se que, para a extração de cério, somente o fator de interação entre concentração de sólidos (razão sólido/líquido) e concentração de ácido apresentou significância estatística, como é possível verificar no gráfico de Pareto presente na Figura 3(a). De fato, como exposto anteriormente, o fator razão sólido/líquido influencia a extração, porém apenas quando combinado com a concentração de ácido. Para o ítrio é possível verificar que somente o fator B (concentração de ácido) possui influência estatisticamente significativa na extração (Figura 3(b)).

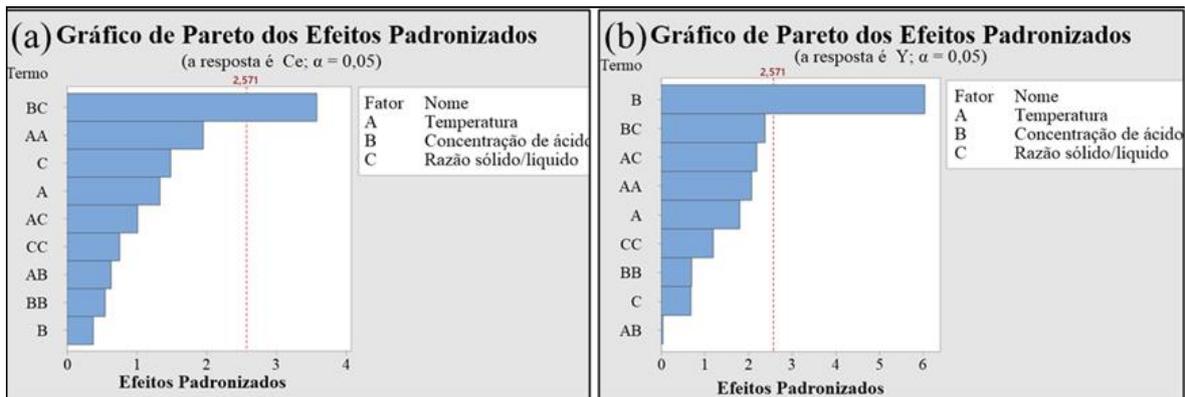


Figura 3: Gráficos de Pareto dos efeitos padronizados para a extração de (a)cério, (b)ítrio. Legenda: A = fator temperatura, B = fator concentração de ácido e C = fator razão sólido/líquido.

A temperatura não apresentou influência estatisticamente significativa nos resultados, assim fixou-se como melhor temperatura 40°C, devido os ensaios que utilizaram a temperatura nesse nível terem retornado maiores percentuais de extração, com base nos resultados verificados acima.

Os gráficos de contorno (Figura 4) mostram que, para o cério, altas extrações resultam da combinação dos dois extremos de concentração de ácido e razão sólido/líquido, como é verificado na Figura 4 (a). Já para o ítrio (Figura 4 (b)), as extrações se acentuam nas maiores concentrações de ácido e por toda a faixa de razão sólido/líquido, uma vez que a análise de variância mostra que apenas a concentração de ácido possui efeito estatisticamente significativo na extração desse elemento.

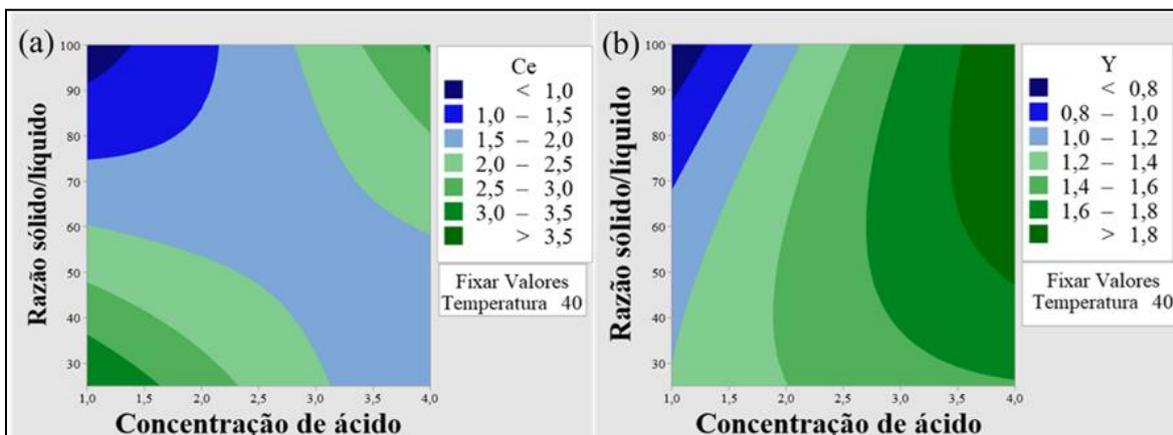


Figura 4: Gráficos de contorno: concentração de ácido x razão sólido/líquido para (a)cério, (b)ítrio.

Utilizando o otimizador de resposta dentro da Superfície de Resposta do *software* Minitab®, é possível concluir que, para otimizar a extração de ambos os elementos, as condições ideais seriam uma concentração de ácido de 4 mol/L a 39,8°C e uma concentração de sólidos de 100g/L. Nessas condições seriam atingidos 19%

para cério e 9% para ítrio. Como a otimização é conjunta, os resultados são menores do que as melhores condições individuais de cada elemento.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O ítrio teve apenas 9,75% do total presente no resíduo extraído, sendo tal valor consideravelmente menor ao reportado para outros resíduos na literatura. A extração desse elemento de lâmpadas fluorescentes de fim de vida, por exemplo, retorna valores acima de 80% como obtido por Choi, Ilyas e Kim (2022) e Pavón et al. (2019) que atingiram 84 e 99% respectivamente.

Choi, Ilyas e Kim (2022) atingiram tal resultado aplicando 2 mol/L de ácido nítrico a 55°C, por uma hora e com uma razão sólido/líquido de 50 g/L. Comparando tal resultado com o obtido no ensaio que mais se aproxima dessas condições (ensaio 8: 55°C, 2,5 mol/L e 100 g/L) percebe-se grande discrepância nos resultados, uma vez que o ensaio 8 extraiu somente 4,95% do ítrio presente no resíduo. Levando em consideração que o fator concentração de ácido possui influência no rendimento da lixiviação, esperava-se que fossem obtidos resultados semelhantes aos reportados na literatura.

Já Pavón et al. (2019) aplicaram tempo muito superior, 48 horas de reação utilizando os mesmos 2 mol/L de concentração de ácido, uma razão sólido/líquido de 100 g/L e temperatura de 20°C. Comparando tal resultado com os do ensaio 7 (25°C, 2,5 mol/L e 100g/L) observa-se a mesma discrepância de resultados, tendo o ensaio 7 extraído somente 5,39% de ítrio. Assim, apesar de não possuir ensaios nessas condições específicas, nota-se resultados muito superiores aos atingidos, valendo destacar, contudo, que os resíduos analisados por ambos os autores possuíam alta concentração de ítrio inicialmente e baixas quantidades de metais contaminantes como cobre e ferro.

Aplicando condições semelhantes às aplicadas no ensaio 3 (25°C, 4mol/L e 62,5g/L), divergindo apenas na concentração sólido/líquido, sendo usada 100 g/L, Deng et al. (2019) extraíram 35% de ítrio de um resíduo de bauxita, valor também superior ao atingido no referido ensaio, de 7,81%.

Resultados mais próximos aos obtidos no presente estudo foram observados por Lee et al. (2017) que extraíram apenas 13,68% de ítrio a partir de resíduo de pó fluorescente utilizando 1 mol/L de ácido nítrico a 70°C, 20 g/L de razão sólido/líquido e 4 horas de reação. Ao comparar essas condições com o ensaio nos menores níveis de concentração de ácido e razão sólido/líquido e na temperatura intermediária (ensaio 9: 40°C, 1 mol/L e 25g/L) observa-se que o total extraído é menor do que o apresentado pelos autores, contudo como a razão sólido/líquido do ensaio 9 é levemente maior e a temperatura 30°C menor, nota-se certa concordância entre os resultados.

Deng et al. (2019) obtiveram, utilizando o mesmo processo relatado para o ítrio, menos de 3% de extração de cério do resíduo de bauxita, em uma hora de reação. Tal fato corrobora com os baixos rendimentos também atingidos no ensaio 3 (8,34%). Diferentemente do presente trabalho, contudo, o interesse dos autores era que o cério não fosse extraído.

Ainda, o mesmo processo que extraiu mais de 80% de ítrio, proposto por Choi, Ilyas e Kim (2022) não foi capaz de extrair cério em quantidades quantificáveis, tal elemento estava em menores concentrações no resíduo inicial (10 vezes menos que o ítrio presente) indicando que a concentração inicial e a composição do resíduo influenciam a extração desses elementos.

A extração máxima de cério atingida foi de 25,65%, uma extração inferior quando comparada aos resultados em outros resíduos que tem até 100% da extração desse metal atingida na literatura. O cério tem a extração com utilização de ácido nítrico mais explorada para minérios e resíduos de mineração, assim Soukeur et al. (2021) atingiram extração de 60% do cério presente em resíduos da indústria de mineração de fosfatos utilizando ácido nítrico em concentração de 3 mol/L, 25°C e razão sólido/líquido de 80 g/L durante 3 horas, tendo atingido 100% em 24 horas de reação. Mesmo utilizando concentrações e razão sólido/líquido menores que as condições mais extremas desses fatores no presente trabalho, os autores atingem extração mais de duas vezes maior. Vale destacar que o resíduo utilizado pelos autores possuía como maior contaminante o cálcio, assim como os resíduos de lâmpadas fluorescentes, pequenas quantidades de ferro e não sendo explicitado a presença de cobre.

Nguyen et al. (2018) atingiram resultados semelhantes ao máximo de extração obtido no presente estudo, extraindo 25% de cério de resíduos de catalisadores de craqueamento catalítico fluido. Os autores utilizaram ácido em concentração de 2 mol/L, a 80°C durante uma hora de reação. Comparando tais condições com o ensaio que resultou na maior extração de cério, percebe-se que para o resíduo de PCIs e componentes eletrônicos de lâmpadas de LED, tal resultado foi atingido com solução de ácido nítrico 1 mol/L, 40°C em 2 horas de reação, condições mais brandas do que as utilizadas por Nguyen et al. (2018).

Nota-se que nos artigos apresentados a extração de ítrio tende ser maior que a de cério, contudo isso não é observado nos resultados, onde a extração de ítrio em todos os ensaios foi inferior à de cério mesmo estando em maior concentração no resíduo inicial.

O exposto na literatura indica que os três fatores analisados no trabalho possuem influência estatisticamente significativa na extração de elementos terras raras (LIE; LIN; LIU, 2021). Contudo, dentro da quantidade de ensaios e dos intervalos estudados em cada fator no presente trabalho, tal fato não foi observado. Como exposto anteriormente somente a concentração de ácido e a interação entre esse fator e a razão sólido/líquido foram significativos para a extração de ítrio e cério, respectivamente.

Para a extração de ítrio, resultado semelhante foi obtido por Deng et al. (2019) e Liliou et al. (2021), corroborando com o efeito positivo da concentração de ácido para a extração desse elemento na lixiviação partindo de lama vermelha (resíduo de bauxita). Em contrapartida, Lee et al. (2017), apontaram efeito contrário na extração de ítrio de resíduos de pó fluorescente tendo o aumento da concentração de ácido nítrico reduzido a extração de ítrio.

De Michelis et al. (2011) apresentaram que a concentração de ácido e o efeito combinado com a razão sólido/líquido possuíram influência significativamente estatística na variável resposta do processo de recuperação de ítrio de lâmpadas fluorescentes. Zhang et al. (2019) e Song et al. (2017) também observaram essa influência na lixiviação de baterias de capacitância assimétrica e de resíduos de fósforos tricromáticos, respectivamente. Tal observação difere dos resultados obtidos uma vez que apenas a concentração de ácido influenciou a extração de ítrio de resíduos de lâmpadas de LED.

Para o cério, Soukeur et al. (2021) apontam influência positiva no aumento da concentração de ácido, fato que não foi observado para os resultados atingidos nesse trabalho, onde apenas o fator de interação entre concentração de ácido e a razão sólido/líquido teve influência positiva na extração desse elemento. Em concordância com os resultados mostrados anteriormente, Deng et al. (2019) observaram também que a concentração de ácido, possui significância para o ítrio e não possui efeito nos resultados de extração de cério.

Assim como observado no presente trabalho, Hassankhani-Majd e Anbia (2021) e Zhang et al. (2019) não observaram mudanças significativas na lixiviação de resíduo de escória de fósforo e baterias de capacitância assimétrica com a variação de temperatura.

CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

Na extração de cério e ítrio observa-se que o acréscimo de uma hora de reação, aumentando o tempo de 120 minutos para 180 minutos seria mais prejudicial do que benéfico ao resultado de extração. Assim, o tempo ótimo para os ensaios foi de 120 minutos. Expõe-se como limitação do trabalho a falta de investigação dos precipitados entre os tempos de 120 e 180 minutos. Sugere-se a análise por DRX dos ensaios que possuíram maior redução de concentração no tempo de 180 minutos para determinação do composto que foi precipitado.

Conclui-se que, para os parâmetros avaliados e com base nos resultados obtidos do planejamento experimental, a concentração de ácido é o fator que possui maior influência nas extrações, sendo o fator principal estatisticamente significativo para a extração do ítrio e seu fator de interação com a razão sólido/líquido significativo para o cério. A condição ótima retornada com base na análise estatística foi 39,8°C, 4 mol/L e 100 g/L, dando uma resposta de 19% e 9% de extração para cério e ítrio, respectivamente.

Os resultados de extração atingidos tanto para ítrio quanto para cério (25,65% e 9,75%, respectivamente) são inferiores ao obtido na literatura, mostrando que, apesar de ser possível extrair esses metais, são necessários mais estudos de otimização das condições experimentais.

Recomenda-se como trabalhos futuros deslocar os valores dos fatores para as regiões de maior extração, em concentrações de ácido maiores para o ítrio e para os dois extremos de concentração de ácido e razão sólido/líquido para o cério. Podendo-se assim, atingir maiores percentuais de extração com a aplicação de ácido nítrico como lixiviante.

Ainda, sugere-se a investigação da influência da presença de ferro e cobre na amostra inicial, através do uso de pré-tratamento para remoção desses grandes contaminantes e investigação dos mesmos processos em amostras com e sem esse pré-tratamento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AHIRWAR, R.; TRIPATHI, A. K. *E-waste management: A review of recycling process, environmental and occupational health hazards, and potential solutions. Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, v. 15, p. 100409, 1 maio 2021.
2. AKCIL, A. et al. *Hydrometallurgical recycling strategies for recovery of rare earth elements from consumer electronic scraps: a review. Journal of Chemical Technology and Biotechnology John Wiley and Sons Ltd.*, 1 jul. 2021.
3. ANNONI, R. et al. *Light emitting diode waste: Potential of metals concentration and acid reuse via the integration of leaching and membrane processes. Journal of Cleaner Production*, v. 246, 10 fev. 2020.
4. BERTUOL, D. A.; BERNARDES, A. M.; TENÓRIO, J. A. S. *Spent NiMH batteries—The role of selective precipitation in the recovery of valuable metals. Journal of Power Sources*, v. 193, n. 2, p. 914–923, 5 set. 2009.
5. CALDAS, M. P. K. et al. *Synthesis of Ag nanoparticles from waste printed circuit board. Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 9, n. 6, 1 dez. 2021.
6. CENCI, M. P. et al. *Precious and critical metals from wasted LED lamps: characterization and evaluation. Environmental Technology (United Kingdom)*, 2020.
7. CERECEDO-SÁENZ, E. et al. *Use of the O₂-thiosemicarbazide system, for the leaching of: Gold and copper from WEEE & silver contained in mining wastes. Materials*, v. 14, n. 23, 1 dez. 2021.
8. CHOI, S.; ILYAS, S.; KIM, H. *Intensive Leaching of Red Phosphor Rare Earth Metals from Waste Fluorescent Lamp: Parametric Optimization and Kinetic Studies. Jom*, v. 74, n. 3, p. 1054–1060, 2022.
9. DE MICHELIS, I. et al. *Treatment of exhaust fluorescent lamps to recover yttrium: Experimental and process analyses. Waste Management*, v. 31, n. 12, p. 2559–2568, dez. 2011.
10. DENG, B. et al. *Selectively leaching the iron-removed bauxite residues with phosphoric acid for enrichment of rare earth elements. Separation and Purification Technology*, v. 227, n. February, p. 115714, 2019.
11. HASSANKHANI-MAJD, Z.; ANBIA, M. *Recovery of valuable materials from phosphorus slag using nitric acid leaching followed by precipitation method. Resources, Conservation and Recycling*, v. 169, n. February, p. 105547, 2021.
12. LEE, C. H. et al. *Integrated process development for the recovery of Europium and Yttrium from waste fluorescent powder. Journal of Material Cycles and Waste Management*, v. 19, n. 3, p. 1235–1243, 2017.
13. LIE, J.; LIN, Y. C.; LIU, J. C. *Process intensification for valuable metals leaching from spent NiMH batteries. Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, v. 167, p. 108507, 1 out. 2021.
14. LIE, J.; LIU, J. C. *Selective recovery of rare earth elements (REEs) from spent NiMH batteries by two-stage acid leaching. Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 9, n. 5, 1 out. 2021.
15. LILIOU, A. M. et al. *Selective leaching of scandium and yttrium from red mud induced by hydrothermal treatment. Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, v. 96, n. 9, p. 2620–2629, 2021.
16. MAKAROVA, I. et al. *One-step recovery of REE oxalates in electro-leaching of spent NdFeB magnets. Separation and Purification Technology*, v. 251, 15 nov. 2020.
17. MARRA, A.; CESARO, A.; BELGIORNO, V. *Recovery opportunities of valuable and critical elements from WEEE treatment residues by hydrometallurgical processes. Environmental Science and Pollution Research*, v. 26, n. 19, p. 19897–19905, 1 jul. 2019.
18. MARTINS, T. R.; TANABE, E. H.; BERTUOL, D. A. *Innovative method for the recycling of end-of-life LED bulbs by mechanical processing. Resources, Conservation and Recycling*, v. 161, 1 out. 2020.
19. MORGAN PATTISON, P.; HANSEN, M.; TSAO, J. Y. *LED lighting efficacy: Status and directions. Comptes Rendus Physique*, v. 19, n. 3, p. 134–145, 1 mar. 2018.

20. NGUYEN, L. P. et al. *Production of high purity rare earth mixture from iron-rich spent fluid catalytic cracking (FCC) catalyst using acid leaching and two-step solvent extraction process. Korean Journal of Chemical Engineering*, v. 35, n. 5, p. 1195–1202, 2018.
21. PAVÓN, S. et al. *Improved rare earth elements recovery from fluorescent lamp wastes applying supported liquid membranes to the leaching solutions. Separation and Purification Technology*, v. 224, n. March, p. 332–339, 2019.
22. POURHOSSEIN, F. et al. *Novel green hybrid acidic-cyanide bioleaching applied for high recovery of precious and critical metals from spent light emitting diode lamps. Journal of Cleaner Production*, v. 298, 20 maio 2021.
23. REBELLO, R. Z. et al. *Characterization of end-of-life LED lamps for the recovery of precious metals and rare earth elements. Resources, Conservation and Recycling*, v. 153, 1 fev. 2020.
24. RUIZ-MERCADO, G. J. et al. *A conceptual chemical process for the recycling of Ce, Eu, and Y from LED flat panel displays. Resources, Conservation and Recycling*, v. 126, p. 42–49, 2017.
25. SONG, G. et al. *Improvement in rare earth element recovery from waste trichromatic phosphors by mechanical activation. Journal of Cleaner Production*, v. 151, p. 361–370, 10 maio 2017.
26. SOUKEUR, A. et al. *Extraction of rare earth elements from waste products of phosphate industry. Separation and Purification Technology*, v. 256, n. October 2020, p. 117857, 2021.
27. U.S. DEPARTMENT OF ENERGY. *Energy Savings Forecast of Solid-State Lighting in General Illumination Applications*. [s.l: s.n.].
28. YUKSEKDAG, A. et al. *Process optimization for acidic leaching of rare earth elements (REE) from waste electrical and electronic equipment (WEEE). Environmental science and pollution research international*, 2021.
29. ZHAN, L. et al. *Recycling of metals (Ga, In, As and Ag) from waste light-emitting diodes in sub/supercritical ethanol. Resources, Conservation and Recycling*, v. 155, p. 104695, 1 abr. 2020.
30. ZHANG, Y. et al. *Recovery of rare earth metals and synthesis of Ni_{0.6}Co_{0.2}Mn_{0.2}(OH)₂ from spent asymmetric-capacitance power batteries. Journal of Cleaner Production*, v. 235, p. 1295–1303, 20 out. 2019.
31. ZHANG, Y.; ZHAN, L.; XU, Z. *Recycling Ag, As, Ga of waste light-emitting diodes via subcritical water treatment. Journal of Hazardous Materials*, v. 408, 15 abr. 2021.