



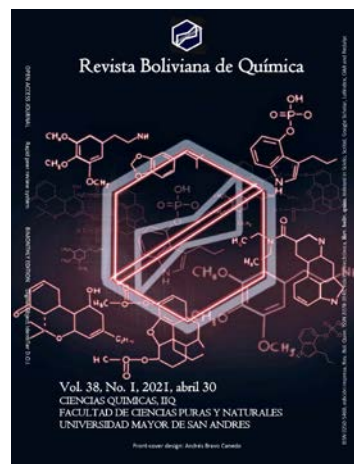
DETERMINATION OF THE ADSORPTION OF METALLIC GOLD BY MEANS OF DIATOMES SINTERED IN THE PROCESS MERRILL CROWE

DETERMINACIÓN DE LA ADSORCIÓN DE ORO METÁLICO POR MEDIO DE DIATOMEAS SINTERIZADAS EN EL PROCESO MERRILL CROWE

Received 10 29 2020
Accepted 04 25 2020
Published 04 30 2021

Vol. 38, No.1, pp. 36-45, Ene./Abr.2021
Revista Boliviana de Química

38(1), 36-45, Jan./Apr. 2021
Bolivian Journal of Chemistry
DOI: 10.34098/2078-3949.38.1.4



Full original article

Peer-reviewed

Rosario Canahuire P., Stephanie Garcia P., Pavel Delgado-Sarmiento*, Lilia Miranda R., Javier Villegas A.

Thermodynamics Laboratory Professional School of Chemical Engineering, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa UNSA, Av. Independencia s/n, phone +5154226447, Arequipa, Perú, iquimica@unsa.edu.pe, <http://fip.unsa.edu.pe/ingquimica/>

Keywords: *Diatoms, Merril Crowe, Sintering, Foundry.*

Palabras clave: *Diatomeas, Merril Crowe, Sinterizacion, Fundición.*

ABSTRACT

Diatomite is present in the mining industry especially in the Merrill Crowe process in clarifying the Pregnant solution and in the press filters which allow the gold precipitate to be harvested for subsequent smelting. The following research was based on diatomaceous earth and its gold adsorption capacity in clarifying Pregnant solution. Initial physico-chemical tests were carried out for the Pregnant solution (pH, turbidity, measurement of the strength of cyanide and metals such as copper, gold and silver). To test the diatomite, it was washed, dried and sieved on a 200 mesh. The sample was sintered (thermal activation) at 700 ° C and pulverized. The pulp from the plant was filtered to obtain the solution with which the tests were carried out: stirring at 50 and 60 rpm for 6 to 8 hours and a pH between 10 and 11. The sample was sedimented to later obtain the solid (diatomite), which was dried for subsequent smelting and recovery of the adsorbed precious mineral. The results showed a decrease of the initial concentration of 23% in gold. These results helped us to analyze that the agitation speed of the clarification must be minimal to avoid the loss of gold in the Pregnant solution. The activated diatomite was analyzed with scanning electron microscopy before and after adsorption, showing the difference in its morphology.

*Correspondent author: pavelds1@yahoo.com



RESUMEN

La diatomita está presente en la industria minera especialmente en el proceso de Merrill Crowe en la clarificación de la solución Pregnant y en los filtros de prensas los cuales permiten cosechar el precipitado de oro para su posterior fundición. La siguiente investigación se basó en la diatomita y su capacidad de adsorción de oro en la clarificación de solución Pregnant. Se realizaron ensayos físico-químicos iniciales para la solución Pregnant (pH, turbidez, medición de la fuerza del cianuro y de metales como cobre, oro y plata). Para realizar las pruebas de la diatomita, ésta fue lavada, secada y tamizada en malla N° 200. La muestra se sinterizó (activación térmica) a 700 °C y se pulverizó. La pulpa proveniente de planta, fue filtrada para obtener la solución con la cual se realizaron las pruebas: agitación a 50 y 60 rpm durante 6 a 8 horas y un pH entre 10 y 11. Se procedió a sedimentar la muestra para después obtener el sólido (diatomita), el cual fue secado para su posterior fundición y recuperación del mineral precioso adsorbido. Los resultados mostraron una disminución de la concentración inicial de un 23% en oro. Dichos resultados nos ayudaron a analizar que la velocidad de agitación de la clarificación debe ser mínima para evitar la pérdida de oro en la solución Pregnant. Se hizo un análisis con microscopía electrónica de barrido de la diatomita activada antes y después de la adsorción, mostrándose la diferencia de su morfología.

INTRODUCCIÓN

La diatomita, de amplia difusión en el mercado, a lo largo del tiempo ha tenido aplicaciones en: adhesivos, fertilizantes, insecticidas, pulimentos, pinturas, piedras, aislantes y refractarios, plásticos y otros [1,2]. Este material presenta muy buenas propiedades siendo algunas de estas su alta porosidad, su resistencia a las altas temperaturas y su capacidad de absorber líquidos.

El presente trabajo tiene como objetivo ver la capacidad de adsorción de oro en la tierra diatomea en el proceso de clarificación de soluciones Pregnant en el proceso Merrill Crowe [3]; dicha solución proviene de la lixiviación de mineral aurífero el cual contiene sólidos en suspensión y otros minerales que causan la pasivación del zinc.

En el momento de clarificación de la solución inicial deben disminuirse sus NTU (<1 ppm de sólido) para lograr una mayor eficiencia en la cementación y obtener mejor ley en los precipitados; por lo tanto, dicha adsorción genera una pérdida de oro en la solución afectando la ley de cabeza y no se obtiene lo calculado en la planta.

EXPERIMENTAL

Sinterización de la diatomita

Se realizó el lavado de la diatomita con agua destilada para eliminar impurezas. Se secó la muestra por 2 horas a 150°C en un horno. Según Galán et al [4] se pesa 20 gr de muestra en un crisol, para luego cocerla a 700°C en mufla con la finalidad de sinterizar la muestra. Se procedió a pulverizar la diatomita para obtener una granulometría.

Agitación en botellas para la adsorción

Se pesó 20 gr de la diatomea sinterizada, se colocó la muestra dentro de la botella de agitación y se añadió un litro de solución rica. Se procedió a programar los rodillos a la velocidad apropiada y por el tiempo requerido. Las muestras se leyeron en el área de Instrumentación. Culminado el tiempo de agitación se procedió a retirar la diatomea por sedimentación en una bandeja, la solución pobre es mandada a reproceso y la muestra de diatomea cargada de hace secar por 1 hora a 150°C.

Lectura en equipo de absorción atómica

Se utilizó el equipo según Gaytán [5] calentado por 30 minutos. Se prendió el extractor de gases del equipo. Se encendió la llama del equipo y se procedió a realizar las lecturas de las muestras. Se anotó el valor de las lecturas en su respectivo código de muestra.

Análisis en ensayos al fuego



Pesado de la muestra

Se pesaron las muestras en la balanza analítica Sartorius de sensibilidad 0.0001, se le añadió 2g de harina para muestras geoquímicas oxidadas. Se agregaron reactivos reductores y oxidantes, para obtener una buena fusión y un regulo de 30 g. En total son 13 crisoles de las cuales, 11 son de oro y 2 muestras blanco.

Dosificación y Homogenización

Se ordenaron las muestras y se codificaron, se añadió el fundente a cada muestra, aproximadamente 238 g de mezcla fundente y homogenizamos

Fundición

Una vez homogenizada la muestra (5 g) más el fundente y colocado al crisol, se procedió al cargado de los crisoles y luego al al horno de fundición de izquierda a derecha, la muestra debe ser fundida a 1100°C, la temperatura deberá ser incrementada lentamente en los últimos 30 minutos de fusión. El vaciado es en lingoteras de fierro fundido de forma de cono invertido. El plomo es vacío a través de la escoria derretida dentro del molde, esto protege el plomo de salpicarse por las paredes del molde.



Figura 1. Carga del horno.

Copelación

Las copelas se secaron por el lapso de 15 minutos a 950°C para eliminar toda traza de humedad que pueda existir. El 98.5 % el PbO es absorbido por la copela, el resto se volatiliza. Queda como residuo el dore, formado por metales inoxidables como el oro.

Partición

Una vez frías la copelas, se separó el dore con un alicate punta de loro, se colocó en crisoles de porcelana codificados, que se emplazaron en la plancha a una temperatura de 100°C, se realizó un primer ataque con 10 mL de HNO₃ concentrado a 1/6 de dilución hasta el término de la reacción (cambio de color); después se pasaron todos los crisoles a una plancha a una temperatura de 200 °C por media hora añadiendo 10 mL HNO₃ concentrado.

Se lavó dos veces el botón de oro con agua destilada para separar el HNO₃; dichas copelas se colocaron al horno por 5 minutos a 500° C para obtener el color y brillo correspondiente del oro. Se pesó cada muestra obtenida en una balanza METTLER AT20 (microgramos).

Caracterización de la diatomita



Una vez obtenidos los resultados de los análisis se eligió la muestra con mayor adsorción de oro y se llevó a caracterizar mediante Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) [6]. Las muestras en polvo fueron colocadas en el stap con cinta de fibra de carbono dentro del metalizador SPI-MODULE.

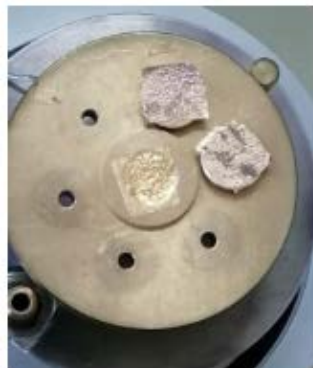


Figura 2. Muestras metalizadas.

El metalizado se realizó en un tiempo de 1 minuto a 18 mA y 10-1 torrens. Las muestras metalizadas se llevaron al Microscopio Electrónico de Barrido de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos de Lima para las fotografías. Las fotografías se toman con diferentes resoluciones, las más importantes (5000x) se toman con la diatomita activada y saturada.



Figura 3. Toma de fotografías en SEM

Análisis factorial

Para el análisis factorial y la obtención de la ecuación de regresión de remoción de Cr (VI) se utilizó el método factorial con replica en el punto central.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Análisis estadístico



Se realizó el diseño factorial 2^k con 3 réplicas centrales teniendo en cuenta lo siguiente:

Factores: 3 Diseño de la base: 3, 8

Pruebas: 11 Réplicas: 1

Bloques: 1 Puntos centrales: 3

En la tabla 1, podemos observar las variables del experimento. Se pudo obtener la concentración final a partir del diseño factorial.

Tabla 1. Variables del experimento

Variables	Máximo	Mínimo	Réplicas
Agitación (rpm)	60	50	55
pH	11	10	10.5
Tiempo (hrs)	8	6	7

Resultados de la matriz

Según las lecturas obtenidas por el equipo de absorción atómica:

La tabla 2 muestra los valores de las variables codificando el modelo del diseño experimental, notándose un alto nivel de adsorción, verificándose la eficiencia del método empleado de acuerdo a la matriz experimental.

Tabla 2. Resultados de la matriz

Pruebas	Punto Central	Tiempo	Agitación	pH	Y Au(ppm)
1	1	6	50	10	9.88
2	1	8	50	10	10.13
3	1	6	60	10	10.87
4	1	8	60	10	10.38
5	1	6	50	11	10.08
6	1	8	50	11	9.90
7	1	6	60	11	10.40
8	1	8	60	11	10.82
9	0	7	55	10.5	10.522
10	0	7	55	10.5	10.662
11	0	7	55	10.5	10.761

En la Fig. 4 se observa la imagen SEM de la diatomita natural (Fig.4A) y las frústulas activadas térmicamente con nanotubos con tamaños entre 8,602 μm y 1,829 μm de forma céntrica, antes de la adsorción. Además, las partículas de diatomitas presentan una aglomeración de nanocristales tanto en el nanotubo, como en la superficie después de la adsorción con un contenido de Au (Fig. 4B).

En la tabla 3 se muestra un nivel de significancia del 5%, concluyéndose que existe una influencia significativa del factor b (agitación) y en el porcentaje de Adsorción de Au. Por otro lado, se acepta la hipótesis nula para el tiempo y pH, así como las interacciones dobles y triples, es decir, que las interacciones no tienen efecto significativo sobre el porcentaje de adsorción del Au. Esto, nos indica que para la agitación de 60 rpm existe una mayor adsorción sin importar la variación del pH y el tiempo de adsorción como se muestra en las pruebas N°3 y N°8 (Tabla N°2).

Estimación de los Efectos de los Factores e Interacciones

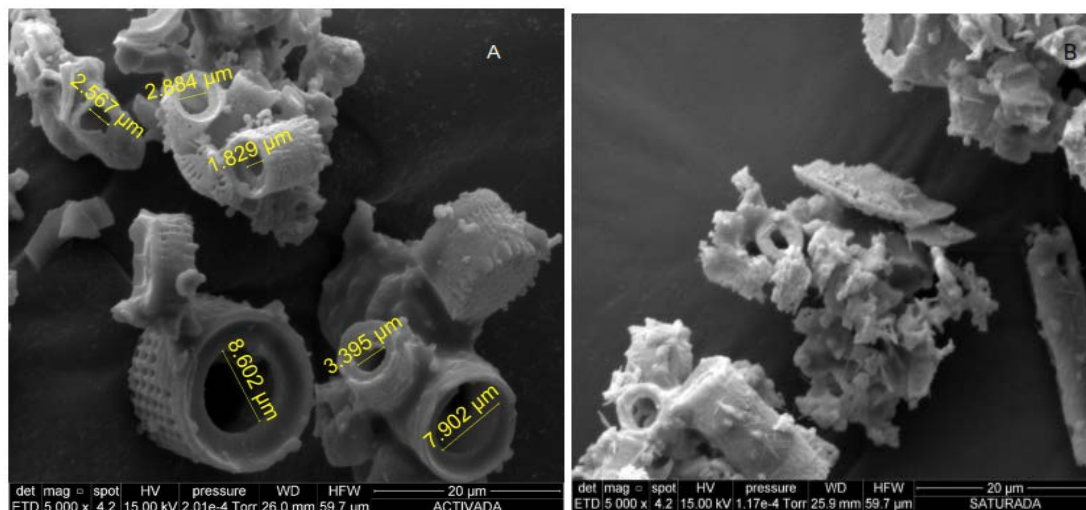


Figura 4. Imágenes SEM de diatomita A) Antes de la adsorción. B) Después de la adsorción de Au.

Análisis de varianza

El análisis estadístico, fue realizado con el programa Statgraphics, el cual se describe a continuación:

Tabla 3. Análisis de varianza para Au.

Fuente	GL	SC Ajuste	MC Ajuste	Valor F	Valor p
Modelo	8	1.27841	0.159801	11.08	0.085
Lineal	3	0.76925	0.256417	17.78	0.054
Tiempo	1	0.000001	0.0000001	0.001	1.000
Agitación	1	0.76880	0.768800	53.31	0.018
pH	1	0.00045	0.000450	0.03	0.876
Interacciones de 2 términos	3	0.03125	0.010417	0.72	0.625
Tiempo * Agitación	1	0.00245	0.002450	0.17	0.72
Tiempo * pH	1	0.02880	0.028800	2.00	0.293
Agitación * pH	1	0.000001	0.0000001	0.001	1.000
Tiempo * Agitación * pH	1	0.22445	0.224450	15.56	0.059
Curvatura	1	0.25346	0.253456	17.58	0.052
Error	2	0.02884	0.014420		
Total	10	1.30725			

La tabla 4 muestra los efectos de los factores sobre la variable de respuesta, esto significa que el factor Agitación presenta un mayor efecto cuando cambia de un nivel inferior a uno superior y aumenta en 0.62 de la variable medida. Sin embargo, el factor Tiempo no tiene un efecto significativo. Cuando el pH cambia sus niveles de más ácido a más básico, la variable respuesta disminuye en 0.035. Este efecto de los factores principales se ve reflejado en la Interacción: Tiempo, Agitación y Ph, que indica que la variable medida aumenta en 0.335.

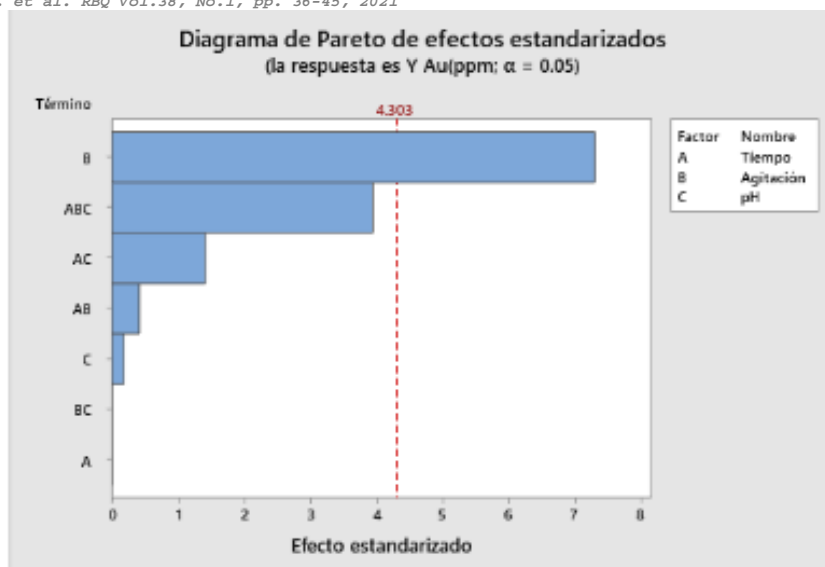


Figura 5. Diagrama de Pareto de Efectos Estandarizados.

En la figura 5 se observa que aquellos factores que no atraviesen la línea roja no tendrán efecto significativo en la variable de respuesta. El efecto B es el que tiene mayor efecto sobre la variable respuesta y no tienen efecto de los otros factores principales A y C ni tampoco de las Interacciones dobles y triples.

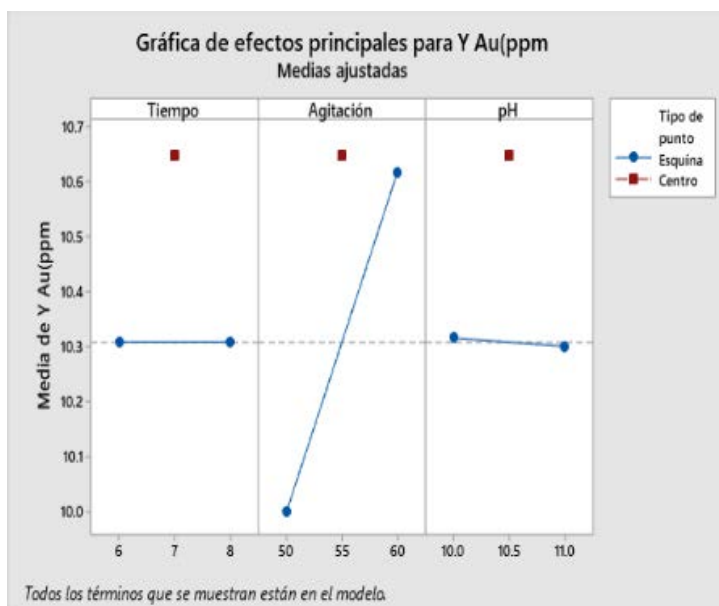


Figura 6. Gráfica de efectos principales para Y Au (ppm).

En la figura 6 se cuenta con un nivel de significancia del 5%. Podemos afirmar que cuando el factor B de Agitación trabaja a niveles bajos (-) la media de ppm de Au es bajo y cuando este factor trabaja a nivel alto (+) es mayor, es decir que el % de adsorción se ve influenciado por el menor nivel agitación dado que se tiene menor.

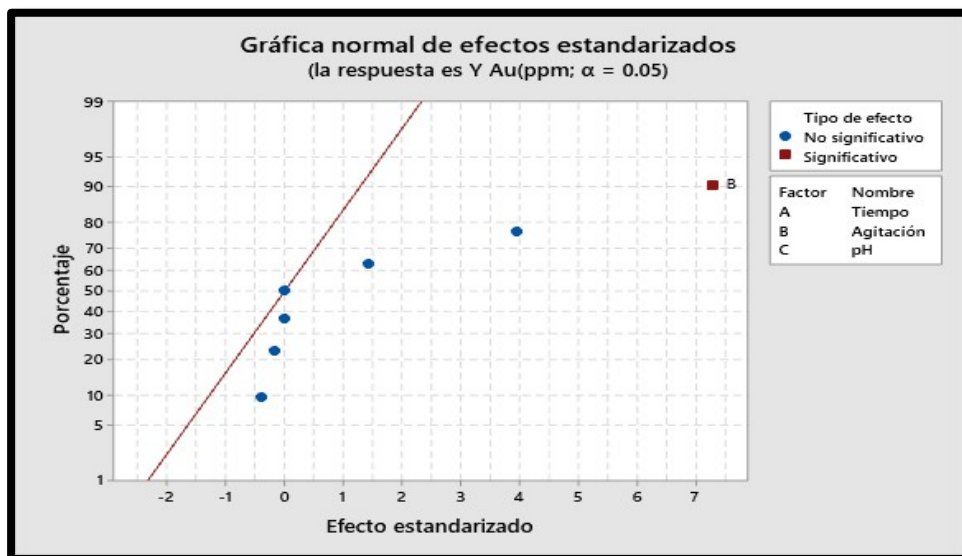


Figura 7. Grafica normal de Efectos estandarizados (Au).

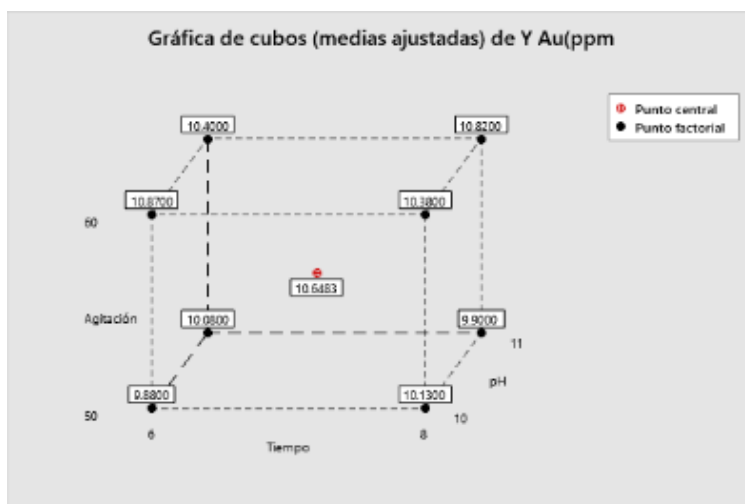


Figura 8. Grafica de cubos (medias ajustadas) de Y Au (ppm).

La figura 8 la representa la interacción múltiple de los factores. Claramente se observa que cuando el nivel del factor agitación es bajo y el tiempo es bajo el valor medio de la variable respuesta también es menor. Además, podemos notar que cuando el nivel del factor agitación es bajo (50) y el pH es alto (11) el valor medio de la variable también es menor.

Tabla 5. Resumen del modelo.

S	R-cuad	R-cuad (ajustado)	R-cuad (pred)
0.120085	97.79%	88.97%	*

La figura 7 presenta una línea de referencia, que significa que aquellos factores que están alejados de esta línea no tienen significancia.



En la Tabla 5, “S” representa a la desviación estándar agrupada y “R-cuad” nos indica que el 97.79% de los datos están representados por este modelo.

Ecuación de regresión en unidades no codificadas

Del análisis del diseño experimental se obtuvo el modelo matemático para la adsorción del Au.

$$Y \text{ Au (ppm)} = -256.3 + 37.62 \text{ Tiempo} + 5.01 \text{ Agitación} + 24.94 \text{ pH} - 0.707 \text{ Tiempo} * \text{ Agitación} - 3.565 \text{ Tiempo} * \text{ pH} - 0.469 \text{ Agitación} * \text{ pH} + 0.0670 \text{ Tiempo} * \text{ Agitación} * \text{ pH} + 0.3408 \text{ Pt Central}$$

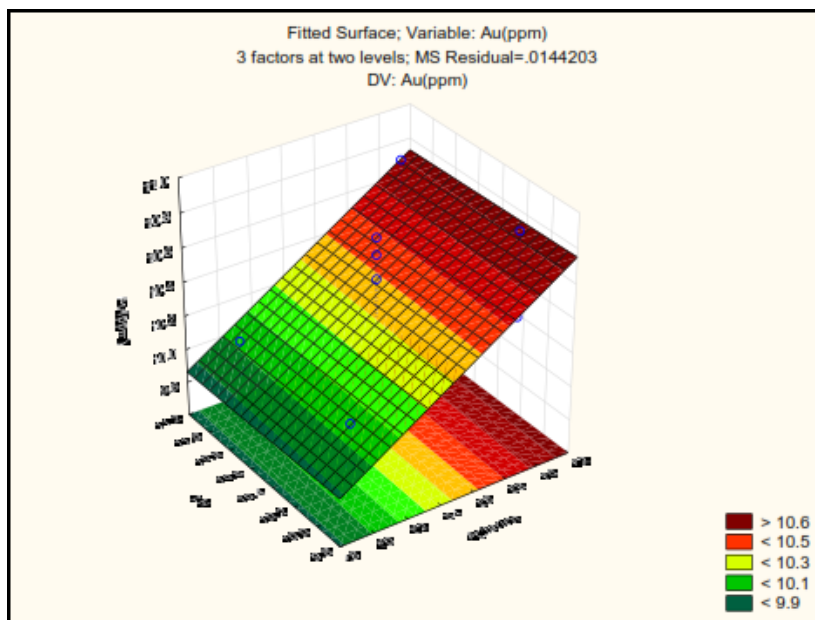


Figura 9. Grafica de superficie de respuesta y de contornos del Au.

La figura 9 es la superficie de respuesta donde el color rojo representa cuantificación de la variable Au (ppm) entre 10, 5 y 10.6 ppm; y el color verde representa combinaciones de agitación y pH valores < de 9.9 ppm de Au.

CONCLUSIONES

Se demostró por absorción atómica que la diatomea tiene una adsorción de Au de 10.82 ppm. El proceso de agitación tiene mayor influencia porque aumenta la adsorción de oro.

A pH 10 se observó una mayor adsorción por la formación de complejos de oro con el ácido cianhídrico (HCN).

El poder de adsorción de la diatomita frente al oro se da ya que terminado el proceso se puede comparar en las tomas fotográficas y después de la adsorción del oro.

REFERENCIAS

1. Barranzuela, J., Vásquez, E., Verdeja, L. **1993**, Materias Primas Minerales no Metálicas: diatomitas en el Perú. *Minería*, 221-222, 8-17.
2. Borgel-Espinoza, I. **2007**, Caracterización del yacimiento de diatomeas de loma larga, Municipio de Acatlan, Hidalgo y evaluación de sus aplicaciones alternas. (BSc tesis), Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Hidalgo, México. <http://repository.uaeh.edu.mx/bitstream/bitstream/handle/123456789/10861/Caracterizacion%20del%20yacimiento%20de%20diatomita.pdf?sequence=1>.
3. Ayala-Menaut, J.C. **2015**, Evaluación del Proceso Merrill Crowe en la Planta de la Unidad Minera Tucari S.A.C., (BSc tesis) Universidad Nacional de San Agustín, Arequipa-Perú. <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/2702>
4. Miras Ruiz, A., González Díez, I., Galán Huertos, E., Romero Baena, A. **2013**, Efectos del Tratamiento Térmico en la Mejora de Propiedades Industriales en Materiales Diatomíticos, *Revista de la Sociedad Española de Mineralogía*, 17, 75-76.



5. Gaitán, M. **2004**, Determinación de Metales Pesados totales con digestión ácida y soluble lectura directa por Espectrofotometría de Absorción Atómica. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. República de Colombia.
6. Echlin P. Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. **2009**, Springer, New York.