CARBÓN ACTIVADO CON MAYOR DUREZA Y COMPÓSITOS CARBÓN ACTIVADO -RESINAS FENÓLICAS O EPÓXICAS PARA EL TRATAMIENTO DE MINERALES AURÍFEROS

ACTIVE CARBON WITH GREATER HARDNESS AND ACTIVE CARBON - PHENOLIC OR EPOXY RESINS COMPOSITES FOR THE GOLD MINERALS TREATMENT

Ernesto de la Torre Ch.¹, Alicia Guevara C.² & Andrés Miño R.²

Palabras claves: carbón activado, compósitos, resinas fenólica epóxica, carbón en pulpa Key words: active carbon, composites, phenolic epoxy resins, carbon in pulp

RESUMEN

Se establece la influencia de las condiciones de carbonización de cuesco de palmiste, respecto a la dureza del carbón producido. Se ensaya el proceso de atrición por medio del incremento en dureza y pérdida de carbón. Se producen compósitos carbón activado-resina fenólica o epóxica por impregnación y polimerización de las resinas en la superficie del carbón activado. Se obtiene carbón activado atricionado y compósitos con resinas fenólicas que tienen 99 %

¹ Pontificia Universidad Católica del Ecuador, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Escuela de Ciencias Químicas, Quito, Ecuador (ernesto.delatorre@puce.edu.ec).

² Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria, Departamento de Metalurgia Extractiva, Quito, Ecuador (alicia.guevara@epn.edu.ec).

de dureza y que adsorben el 100% del complejo cianurado de oro soluble en un proceso cianuración - carbón en pulpa (CIP) ensayado con un mineral sulfurado aurífero (9 g/ton Au, 19% pirita, 75% cuarzo) del yacimiento de Portovelo, Ecuador.

ABSTRACT

The influence of the carbonization conditions of palm kernel in the hardness of the produced char was established. Attrition process was tested with different chars evaluating the increase of hardness and carbon loss. Active carbon-phenolic or epoxy resins composites were produced by impregnation and polymerization of resins on active carbon surface. An attritioned active carbon and phenolic resins composites with 99% hardness are obtained. Such products can adsorb a 100% of the soluble gold cyanide complex in the cyanidation carbon in pulp (CIP) process, tested with a gold sulfide ore (9 g/ton Au, 19% pyrite, 75% quartz) from the Portovelo deposit, Ecuador

INTRODUCCIÓN

El carbón activado es un material muy empleado en procesos de separación y purificación y en la industria metalúrgica, es ampliamente utilizado para la recuperación de oro de las soluciones cianuradas y tratamiento de sus efluentes. En el proceso carbón en pulpa (CIP), el carbón activado es añadido a la pulpa, este adsorbe el oro de la solución y es removido por un tamiz el cual deja pasar las partículas del mineral pero no el carbón. Dado que

en el proceso, carbón en pulpa (CIP), el carbón se encuentra en un lecho agitado, este tiende a fragmentarse o romperse, lo cual en la etapa de separación el carbón se va con las partículas del mineral.

En la industria minera que realiza recuperación de oro mediante el proceso de cianuración - carbón en pulpa (CIP), se estima que las pérdidas de carbón fino generado por abrasión pueden llegar a 30%. En este contexto, la producción de carbones activados de alta dureza y con mayor resistencia a la abrasión, es una investigación de singular importancia (Mardesen J. & House I., 1992, McDougall G., 1991).

En el presente trabajo se emplean cuescos de palmiste como materia prima, se evalúa la influencia de la temperatura de carbonización y su velocidad de calentamiento, en la dureza del carbón.

Se estudia el proceso de atrición y la producción de compósitos carbón activado-resinas (fenólica y epóxica) mediante la utilización para ambos casos como carbón activado ECOK-70. En la producción de los compósitos, la introducción de resinas tiene por objetivo, reforzar la estructura interna del carbón para incrementar su dureza (Miño A., 2004).

MATERIALES Y MÉTODOS

Ensayos de carbonización. Se trabajó en un horno Nichols Herreshoff mono solera con calentamiento a gas licuado de petróleo (GLP), que puede operar en lecho fijo o en lecho agitado de 15 litros de material y cuya atmósfera se controla en base al factor lambda (λ) que es la relación entre el aire alimentado al quemador y el aire estequiométrico necesario para la combustión completa del GLP. La materia prima utilizada es cáscara de palmiste. Se realizaron cuatro ensayos de carbonización y las velocidades de calentamiento y la de temperatura del proceso variaron. Los carbones obtenidos se molieron en un molino de rodillos hasta un tamaño de 6x14 mallas; luego se realizaron pruebas de dureza bajo la norma ASTM D3802 (Normas, 1979).

Ensayos de atrición. Se trabajó con los carbones obtenidos en los ensayos de carbonización. Las condiciones de operación son las mismas para todas las muestras, granulometría del carbón 6x14 mallas, 900 rpm, 33.33% de sólidos. Fueron separadas las partículas de tamaño inferior a 14 mallas y se determinó la pérdida de carbón en el proceso. En una segunda etapa se trabajó con

carbón activado ECOK-70, con granulometría de 6x14 mallas, las condiciones del proceso fueron 900 rpm, 50% de sólidos y 24 horas. También se determinó la pérdida de carbón. La dureza en los dos casos se determinó antes y después del proceso. Las pruebas de dureza para el carbón ECOK-70 se realizaron en base a la norma ASTM D3802 (Normas, 1979) modificada a una carga de carbón de 24 ml.

Preparación del compósito. Se utilizó carbón activado ECOK-70, con tamaño de 4x8 mallas, producido a partir de cáscaras de palmiste, mediante carbonización en atmósfera inerte y activación con vapor de agua. Se colocó en un recipiente la resina con el catalizador y se logró una mezcla homogénea, se sumergió el carbón en la mezcla (30% de sólidos) durante un tiempo de impregnación de 30 minutos. Se escurrió el carbón v se la secó por contacto con un papel absorbente. La muestra impregnada con la resina fenólica HL-46 se polimerizó a 150 °C durante 30 minutos luego de lo cual se enfrió. Con la resina epóxica de baja viscosidad se la polimerizó a temperatura ambiente durante 24 horas. El compósito obtenido se molió a un tamaño de 6x14 mallas y se determinó su dureza.

Caracterización del carbón activado y del compósito. En base a las normas ASTM (Normas, 1979), se determinó granulometría, densidad real y aparente, dureza, la humedad, contenido de material volátil, cenizas y carbón fijo, pH e índice de iodo del carbón activado y de los compósitos.

Ensayos de carbón en pulpa (CIP). Se trabajó en paralelo con los siguientes carbones: carbón activado ECOK-70. carbón activado ECOK-70 atricionado, compósito con resina fenólica, compósito con resina fenólica atricionado y carbón activado Calgon GRC-20 con un mineral polisulfurado aurífero (9 g/ton Au, 19% pirita, 75% cuarzo) del yacimiento de Portovelo (Ecuador), el cual fue triturado hasta un d80 de 2 mm y molido en húmedo (60% sólidos) en un molino de bolas a un d80 de 74 ⊓m. La cianuración se realizó en un lecho agitado (900 rpm) a un 25% de sólidos, durante 24 horas, a 1 g/l de cianuro libre y un pH entre 10.5 regulado con cal. Se efectuaron controles periódicos de cianuro libre y pH. Para

la adsorción se añadió el carbón activado o el compósito carbón - resina fenólica, y estos productos atricionados con tamaño de 6x14 mallas, en una proporción de 10 g/l de líquido y se continuó la agitación por 4 horas. Se tomaron muestras periódicas y se analizaron las concentraciones de oro por medio de espectrofotometría de absorción atómica. Se logró separar el carbón o compósito mediante un tamiz malla 30 y se

pesó y determinó la pérdida de carbón en el proceso.

Ensayo con carbón activado referencial. Como referencia se ensayó con el carbón activado Calgon GRC-20 6x14 mallas, producido a partir de cuesco de coco por activación con vapor de agua, que es el carbón activado comercial más utilizado en la industria minera.

RESULTADOS

Ensayos de carbonización. En los ensayos realizados se trabaja sobre dos variables en la carbonización, velocidad de calentamiento y rango de temperatura, al mantener constante el rango de temperatura de carboni-

zación se determina que a menor velocidad de calentamiento en la carbonización el carbón obtenido presenta mayor dureza, los resultados se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Influencia de la velocidad de calentamiento y temperatura de carbonización en la dureza del carbón

Ensayo	Rango de Temperatura [°C]	Velocidad de calentamiento [°C/h]	Dureza
1	60 - 400	58.2	96.2
2	60 - 445	110.3	92.9
3	220 - 570	77.5	91.0
4	460 - 525	50.6	87.4

Ensayos de atrición. Se trabaja con los carbones obtenidos en los ensayos de carbonización y con el carbón

activado ECOK-70. Los resultados se presentan en la Tabla 2 y Tabla 3.

Tabla 2. Resultados del proceso de atrición por 24 horas de las muestras obtenidas en los ensayos de carbonización

Ensayo	1	2	3	4
Dureza inicial [%]	96.2	93.0	91.0	87.4
Dureza final [%]	96.9	95.0	95.0	89.9
Incremento en dureza [%]	0.7	2.0	3.0	2.5
Pérdida de carbón en	10.7	14.6	13.4	16.6
el proceso [%]				

Tabla 3. Resultados del proceso de atrición por 24 horas del carbón activado ECOK-70

Muestra (*)	Carbón activado ECOK-70
Dureza inicial [%]	75.0
Dureza final [%]	90.1
Incremento en dureza [%	%] 15.1
Pérdida de carbón en el proceso [%]	17.0

^(*) Durezas determinadas con 24 ml de carbón.

Ensayo con carbón activado referencial. Debido a que la norma ASTM (Normas, 1979) para dureza se modificó, se toma un carbón activado referencial (Calgon GRC-20) y se establece su dureza bajo los dos criterios como se muestra en la Tabla 4.

También se presentan estos resultados para el carbón ECOK-70.

Tabla 4. Dureza bajo la norma ASTM y ASTM modificada

Carbón activado	Dureza [%] Norma ASTM	Dureza [%] Norma ASTM modificada (24 ml de carbón)
Calgon GRC-20	99.8	98.2
ECOK-70	87.1	75.0

Este ensayo se realiza con la finalidad de que los resultados obtenidos en esta investigación bajo la norma modificada sean interpretables y comparables. Preparación de los compósitos. En los ensayos efectuados se pudo evidenciar la influencia de factores, relacionados con la superficie específica y dureza del carbón activado, y con los procesos de impregnación y polimerización que se realizaron a base de las especificaciones de las hojas técnicas de cada resina. Los resultados del incremento de la dureza por la introducción de las resinas en la porosidad del carbón activado se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Comparación de durezas antes y después de la impregnación de las resinas

Resina	Dureza inicial [%]	Dureza final [%]	Incremento dureza [%]
Fenólica HL-46	75.0	92.8	17.8
Epóxica	75.0	96.0	19.0

^(*) Durezas determinadas con 24 ml de carbón.

Caracterización del carbón activado y del compósito carbón activado-resina fenólica. Una comparación de las propiedades físicas, químicas y

de superficie del carbón activado inicial y del compósito carbón activado-resina fenólica se presenta en la Tabla 6.

Tabla 6. Comparación entre las propiedades físicas, químicas y de superficie del carbón activado ECOK-70, Calgon GRC-20 y el Compósito carbón activado-resina fenólica

	ECOK-70	Compósito carbón- resina fenólica	Calgon GRC-20
Propiedades Físicas			
Granulometría [mallas]	6x14	6x14	6x14
Densidad real [g/cm3]	1.2	1.2	0.5
Densidad aparente [g/cm3]	0.6	0.7	0.7
Dureza [%]	75.0	92.8	96.0
Propiedades de Superficie			
Índice de yodo [mg l2/g]	625	352	1000
Propiedades Químicas			
Humedad [%]	8.4	8.5	2.0
Mat. Volátil [%]	17.2	30.4	12.5
Cenizas [%]	4.0	3.2	2.5
Carbón fijo [%]	78.8	66.4	85.0

^(*) Durezas determinadas con 24 ml de carbón.

Ensayos de carbón en pulpa (CIP). En la Figura 1 y Figura 2 se presentan los resultados de recuperación de oro en los carbones activados y compósitos,

obtenidos de los ensayos de cianuración carbón en pulpa (CIP) realizados mediante el mineral polisulfurado de Portovelo.

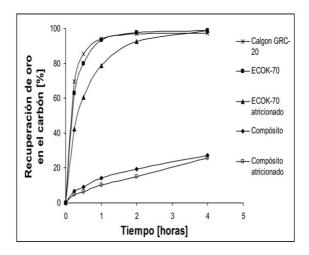


Figura 1. Cinética de adsorción de oro disuelto en 4 horas de proceso con los carbones activados Calgon CRC-20, ECOK 70 y los Compósitos carbón activado - resina fenólica

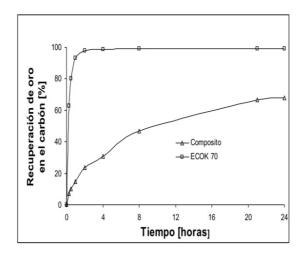
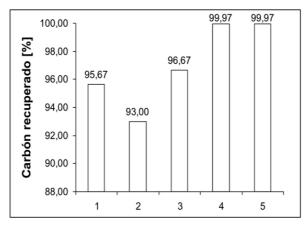


Figura 2. Cinética de adsorción de oro disuelto en 244 horas de proceso con los carbones activados ECOK 70 y los Compósitos carbón activado - resina fenólica

La recuperación del carbón activado y de los compósitos carbón activado - resina fenólica, luego del proceso carbón en pulpa (CIP) de los diferentes tipos de carbones y compósitos ensayados se muestra en la Figura 3.



- 1. Calgon GRC 20
- 2. ECOK-70
- 3. Compósito carbón activado resina fenólica
- 4. ECOK-70 atricionado
- 5. Compósito carbón activado resina fenólica atricionado

Figura 3. Recuperación de carbón activado y los compósitos carbón activado - resina fenólica, luego del proceso carbón en pulpa

DISCUSIÓN

En la Tabla 1 se observa que el incremento de la velocidad de calentamiento de 58 a 110 °C/h en un rango de temperatura constante hace que la dureza baje más de 3%. Con la menor velocidad de calentamiento y baja temperatura (400 °C) se obtienen los mejores resultados en dureza

de hasta 96%. Este comportamiento está ligado a la composición lignocelulósica del material, cuya estructura helicoidal se mantiene cuando el calentamiento es más lento. La mayor temperatura y calentamiento más rápido genera una mayor cantidad de gases como el levoglucosán

(principal constituyente del alquitrán), ácido acético, metanol, CO, CO2, H2 y H2O, que destruyen la estructura por incremento de la presión parcial de la fase gaseosa durante el proceso de pirólisis (Oudene P.D., 1990, De la Torre E. & González M., 2007).

Los carbones de mayor dureza inicial, antes del proceso de atrición, presentan un incremento en dureza poco significativo, mientras que los carbones de baja dureza llegan a aumentar hasta un 4% en dureza, como sucede en el ensayo 3. La pérdida de carbón en el proceso de de atrición llega a 17% para el carbón de más baja dureza. Estas pérdidas van disminuyendo conforme aumenta la dureza del carbón inicial.

El proceso de atrición logra un incremento de la dureza por la ruptura de los bordes puntiagudos y brechosos del carbón los cuales se vuelven redondeados similares a los cantos rodados.

Como se observa en la Tabla 3 en el ensayo realizado con el carbón ECOK-70, hay un incremento en dureza bastante apreciable, alrededor de 15% (Marsh H., Rodríguez-Reinoso F., 2006, Bansal R. et al., 1988, Navarro P. & Vargas C., 2010).

El área específica del carbón impregnado se reduce conforme aumenta el tiempo de impregnación, en el caso de la resina fenólica HL-46; esto se cumple hasta el minuto treinta a partir del cual el área específica no varía significativamente, mientras que la resina epóxica con el tiempo puede llegar a bloquear totalmente la porosidad del carbón.

Este comportamiento es una consecuencia de la polimerización de las resinas fenólicas y epóxicas en el interior de la estructura porosa del carbón activado.

Como se muestra en la Tabla 5, las resinas introducidas en la porosidad del carbón activado refuerzan su estructura para incrementar su dureza; por tanto mientras más resina exista en el carbón este tendrá más dureza, pero su capacidad de adsorción se reduce ya que su área específica disminuye; por lo tanto se debe encontrar un balance entre estas dos propiedades.

Para la resina fenólica HL-46 se determinó que un incremento significativo de dureza (18%) en el carbón se da cuando la superficie específica se reduce a aproximadamente la mitad, de 625 a 352 m2/g. Con la resina epóxica se logra una dureza del 19%; sin embargo, la porosidad se bloquea y la superficie específica es inferior a 200 m2/g (Knop A. & Pilato L., 1985). Al utilizar el compósito carbón activado resina fenólica y este compósito atricionado, se puede ver que los sistemas presentan una cinética de adsorción de oro inferior a la del carbón activado inicial (Figura 1), debido al bloqueo de la porosidad por parte de las resinas polimerizadas. En el caso de la adsorción durante 24 horas (Figura 2) el compósito carbón activado-resina fenólica llega a un 70% de recuperación comparado con un 99% de recuperación con el carbón activado inicial (De la Torre E., Ignatov P. & Muñoz G., 2005).

En la Figura 3 se puede observar que el carbón activado ECOK-70 y el compósito carbón activado-resina fenólica atricionados, presentan una recuperación de 99.9% del producto luego del proceso CIP. El compósito carbón activado-resina fenólica presenta una recuperación del 96.7% mayor a las obtenidas por los carbones comerciales Calgon GRC-20 que da una recuperación del 95.7% y el ECOK-70 que da 93%.

CONCLUSIONES

Se ha determinado la influencia de las condiciones de carbonización del cuesco de palmiste para la obtención de carbones de mayor dureza.

El proceso de atrición resulta una excelente alternativa para la producción de carbones activados de alta dureza. Se ha logrado sintetizar los compósitos carbón activado-resina fenólica con una dureza de 92.8% y carbón activado-resina epóxica de dureza 96.0%, durezas superiores a la del carbón activado inicial.

La cinética de adsorción de oro disuelto del compósito carbón activado-resina fenólica es inferior a la del carbón activado inicial; esto se debe a que pierde superficie específica respecto al carbón activado inicial por la presencia del polímero, pero a un tiempo mayor de adsorción la recuperación de oro en el compósito puede ser superior al 70%.

La recuperación del compósito luego del proceso CIP es mayor a la del carbón referencia (Calgon GRC-20) y a la del carbón inicial (ECOK-70).

Los carbones atricionados, tanto el compósito como el carbón comercial, presentan una cinética de adsorción muy similar a los carbones utilizados como su materia prima y su recuperación luego del proceso CIP es casi completa pues llega a un 99.97%.

LITERATURA CITADA

- Bansal R.C., Donet J.B., & Stoeckli F. (1988). Active Carbon, Marcel Dekker, Inc, New York, 482 pp.
- Bansal R. & Goyal M. (2005). *Activated Carbon Adsorption*, Ed. Taylor & Francis, U.S.A., 125 pp.
- De la Torre E. & González M. (2007). Estudio del proceso para producción de carbón activado a partir de cuescos de palma africana, *Revista Politécnica*, EPN, Vol.27 No.2, 27.
- De la Torre E., Ignatov P. & Muñoz G. (2005). Desarrollo, síntesis y caracterización del carbón activado con propiedades de intercambio iónico, *Revista Ciencia*, ESPE, Vol.8 No.1, 39.
- Knop A. & Pilato L. (1985). Phenolic Resins, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, pp. 156 172.
- McDougall G. (1991). The physical nature and manufacture of activated carbon, *Journal of South African Institute of Mining and Metallurgy*, 91 (4) 109 120.
- Marsh H. & Rodríguez-Reinoso F. (2006). *Activated Carbon*, Ed. Elsevier, Great Britain, 58 pp.

- Mardesen J. & House I. (1992). *The chemistry of gold extraction*, Ed. Ellis Horwood, England, 312 pp.
- Miño A. (2004). Tesis de Grado "Carbón activado con mayor dureza para el tratamiento de minerales auríferos", Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
- Navarro P. & Vargas C. (2010). Efecto de las propiedades físicas del carbón activado en la adsorción de oro desde medio cianuro, *Revista de Metalurgia*, 46 (3) 227.
- Normas: ASTM. (1979). "Standard test method for ball–pan hardeness of actived carbon," Designation D-3802-79, 3pp.; ASTM, 90, "Determination of iodine number of actived carbon", designation D-4607, 5pp.; ASTM, 92, "Carbon black–ash content", designation D-1506-92.
- Oudene P.D. (1990). La experiencia en la carbonización, activación y regeneración de carbón activo, Simposio Internacional de Metalurgia Extractiva y Manufacturera, TECSUP, Lima, Perú.