

**CARBONES COLOMBIANOS COMO MATERIA PRIMA PARA LA
PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEADO EN LA
ADSORCIÓN DE ORO DE SOLUCIONES CIANURADAS**

KAREN LORENA MARTÍNEZ MENDOZA
Ingeniera Química



UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI
2018

**CARBONES COLOMBIANOS COMO MATERIA PRIMA PARA LA
PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEADO EN LA
ADSORCIÓN DE ORO DE SOLUCIONES CIANURADAS.**

Autor:

KAREN LORENA MARTÍNEZ MENDOZA
Ingeniera Química

**Proyecto de investigación para optar por el título Magister en Ingeniería
(área de énfasis Ingeniería Química- Investigación)**

Director

JUAN MANUEL BARRAZA BURGOS
Ingeniero Químico, M.Sc., Ph.D



UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI
2018

RESUMEN

En Colombia, la extracción de oro se realiza principalmente a través del proceso denominado Merrill-Crowe que consiste en la lixiviación de oro utilizando una solución cianurada y posterior precipitación del mineral utilizando cinc. Este proceso tiene asociados diferentes problemas como la baja selectividad ya que el cinc precipita otros metales, la necesidad de etapas posteriores de separación de los metales recuperados, sensibilidad del proceso a la concentración de oxígeno y la generación de aguas cianuradas contaminantes que no se recuperan. Una alternativa al proceso Merrill-Crowe es la adsorción-desorción con carbón activado que reemplaza la precipitación con cinc generando mejor selectividad y menor sensibilidad. Sin embargo, los altos costos del carbón activado, además de los costos asociados con la regeneración térmica, hacen de esta alternativa poco viable.

El proyecto “**RECUPERACIÓN DE ORO Y TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES EN LA INDUSTRIA AURÍFERA DE LA REGIÓN PACÍFICO COLOMBIANA**”, aprobado por COLCIENCIAS 2015-2018, presenta una alternativa integral que propone no solamente la utilización de carbón mineral como materia prima para la producción del carbón activado sino también la regeneración del mismo por un proceso electroquímico y un tratamiento de las aguas cianuradas con el fin de recuperar y reutilizar el cianuro, cerrando el ciclo del proceso de extracción de oro. Este trabajo se centró en la producción y caracterización de carbón activado a partir de carbón mineral colombiano proveniente de siete regiones carboníferas de Colombia (Antioquia, Boyacá, Cundinamarca, Guajira, Norte de Santander, Santander y Valle) utilizando dos condiciones de temperatura y tiempo de residencia en la etapa de activación (700, 850°C y 1.5, 2.5 h respectivamente). Se prepararon en total 49 carbones activados que se caracterizaron por análisis próximo y número de yodo con el fin de realizar una pre-selección para realizar pruebas de adsorción de oro, área superficial y análisis SEM.

Se realizaron pruebas de adsorción de oro utilizando soluciones artificiales y una solución real proveniente de la zona minera Suarez- Buenos Aires (Cauca Colombia) para comparar el desempeño en términos de la constante de adsorción en el equilibrio con un carbón comercial producido por la empresa Calgon Carbon. En ambas pruebas se obtuvo que el carbón activado más apropiado para procesos de adsorción de oro se produjo a partir del carbón mineral de Cundinamarca con temperatura de 850°C y 1.5 h (C-850-1.5) de tiempo de residencia, con un valor de la constante de adsorción K de 9.36 mg Au/ g carbón seco (CS) que es casi el doble que el valor de K de 4.74 mg Au/g CS obtenido para el carbón comercial GRC 22 6x12. Adicionalmente con el fin de excluir la influencia de la granulometría de los carbones activados, se realizaron pruebas de adsorción utilizando un tamaño de partícula 10x16 (pasante malla 10, retenido malla 16) con las que se obtuvo que el carbón activado de Calgon Carbon tuvo un valor de K de 5.61 mg Au/g mayor en comparación con el de nuestro carbón activado C-850-1.5 producido, cuyo valor de K fue de 4.14 mg Au/g, lo cual es un indicador que la granulometría es un factor que influyó sobre la capacidad de adsorción de oro.

Palabras clave: Carbón activado, adsorción de oro, valorización de carbón, carbón mineral, activación física.

CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN.....	11
2. OBJETIVOS.....	14
2.1. OBJETIVO GENERAL	14
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
3. MARCO TEÓRICO	15
3.1. MARCO CONCEPTUAL	15
3.1.1. Carbón mineral.....	15
3.1.2. Carbón activado.	18
3.1.3. Adsorción con carbón activado	19
3.1.4. Isotermas de adsorción.....	21
3.2. ANTECEDENTES.....	24
3.2.1. Carbón activado en la adsorción de oro.	24
3.2.2. Carbón activado a partir de carbón mineral.	35
3.2.3. Carbones colombianos potenciales para producción del carbón activado usado en procesos de adsorción de oro	36
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	40
4.1. ADECUACIÓN DE CARBÓN	40
4.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES.....	40
4.3. DISEÑO EXPERIMENTAL	40
4.4. ENSAYOS EXPERIMENTALES	41
4.5. EQUIPOS	42
4.6. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS.....	43
4.6.1. Análisis próximo	44
4.6.2. Número de yodo	44
4.6.3. Análisis de área superficial	44
4.6.4. Pruebas de adsorción de oro.....	45

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	47
5.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS	47
5.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ORIGINALES.....	48
5.2.1. Análisis próximo	48
5.2.2. Rango del carbón.....	49
5.2.3. Análisis último	50
5.2.4. Análisis químico de cenizas	52
5.3. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS.....	54
5.3.2 Análisis próximo	56
5.3.3 Rendimiento	59
5.3.4 Número de yodo	61
5.3.5 Análisis estadístico y superficie de respuesta	63
5.4 CARACTERIZACIÓN FINAL DE CARBONES ACTIVADOS SELECCIONADOS.....	73
5.4.2 Área superficial	74
5.4.3 Adsorción de oro	76
5.4. ANÁLISIS SEM.....	90
6. CONCLUSIONES.....	94
7. RECOMENDACIONES.....	97
8. REFERENCIAS	98
9. ANEXOS	103

LISTA DE TABLAS

Tabla 3.1. Clasificación de carbón por rango	16
Tabla 3.2. Carbones colombianos potenciales para producción de carbón activado ..	38
Tabla 4.1 Equipos usados durante el desarrollo del proyecto	42
Tabla 5.1. Información sobre la obtención de las muestras de carbón mineral	47
Tabla 5.2. Análisis próximo de carbones originales, % base húmeda (% bh)	48
Tabla 5.3. Clasificación del carbón mineral por rango.	50
Tabla 5.4. Análisis último de los carbones originales, % libre humedad y cenizas, (%lhc).....	51
Tabla 5.5 Elementos mayores, B/A e IA de cenizas de los carbones originales.....	53
Tabla 5.6 Análisis de varianza usando rendimiento como variable de respuesta	69
Tabla 5.7 Muestras de carbón activado escogidos para la caracterización final.....	73
Tabla 5.8 Análisis BET para los carbones activados producidos	74
Tabla 5.9 Constantes de equilibrio de adsorción de Freundlich para los carbones activados producidos.....	79
Tabla 5.10 Pruebas adicionales de adsorción artificial con los carbones C-850-1.5 y GRC 22 en tamaño de partícula 10x16	86
Tabla 5.11 Datos de ajustes para las pruebas adicionales con carbón activado (10x16)	87
Tabla 5.12 Imágenes SEM de carbones activados	92

Tabla 9.1 Análisis próximo en porcentajes en base seca (b.s.)	109
Tabla 9.2 Valores de las variables de respuesta obtenidos para los carbones activados producidos	111
Tabla 9.3 Pruebas de adsorción de oro con soluciones reales.....	118

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 Tipos de adsorción, clasificación IUPAC	21
Figura 3.2. Fluidez versus contenido de carbono fijo	37
Figura 5.1 Fotografías de carbones activados. Aglomerados y sin aglomeración.	56
Figura 5.2 Análisis próximo de los carbones activados producidos (puntos de diseño)	57
Figura 5.3 Rendimiento de carbones activados.....	60
Figura 5.4 Número de yodo de los carbones activados (puntos del diseño experimental)	61
Figura 5.5 Efectos principales de las variables sobre el número de yodo. Barras de error: desviación estándar.	66
Figura 5.6 Interacción Temperatura*Región para el número de yodo.....	67
Figura 5.7 Superficie de respuesta de número de yodo para el carbón Antioquia.....	68
Figura 5.8 Efectos principales usando rendimiento como variable de respuesta.....	70
Figura 5.9 Efecto de interacción temperatura y región usando rendimiento como variable de respuesta	71
Figura 5.10 Superficie de respuesta de Antioquia, usando rendimiento (% bsic) como variable de respuesta	72
Figura 5.11 Curvas de adsorción en equilibrio ajustadas a la isoterma de Freundlich	78

Figura 5.12 Regiones de isothermas de equilibrio de adsorción de acuerdo con el modelo <i>ARIAN</i>	82
Figura 5.13 Curvas de equilibrio de adsorción de oro utilizando una solución real para los carbones activados producidos	83
Figura 5.14 Adsorción de oro de una solución real, forma linealizada de Langmuir .	83
Figura 5.15 Porcentaje adsorbido para cada carga de carbón activado añadida	85
Figura 5.16 Adsorción de oro utilizando carbones activados (10x16).....	86
Figura 9.1 Molino de discos.....	103
Figura 9.2 Mufla de calentamiento por resistencias.....	103
Figura 9.3 Equipo de absorción atómica.....	104
Figura 9.4 Shaker Heidolph 1010	104

1. INTRODUCCIÓN

La gran riqueza geológica del país permite la extracción de numerosos minerales para abastecer el mercado nacional y el internacional, entre ellos el carbón. Sin embargo, características como el alto contenido de materia inorgánica ha desplazado su extracción a las zonas carboníferas de Guajira y Cesar que cuentan con cerca del 90% de las reservas minerales de carbón de nuestro país, cuyas bajas concentraciones de ceniza y de azufre representan en términos económicos y ambientales, carbón de alta calidad. Por lo anterior, los procesos destinados a la valoración de carbón permitirían responder a la estrategia de fortalecimiento para las regiones menos desarrolladas, contradictoriamente, las más ricas en recursos minerales. Por consiguiente, la implementación de procesos dirigidos a fortalecer la valorización el carbón colombiano en la industria nacional constituye una alternativa para fortalecer e impulsar el desarrollo tecnológico en las zonas carboníferas del país

Cabe resaltar que la mayor parte del carbón extraído se exporta a otros países. En 2011 el país sólo utilizó el 7,61% del carbón producido en producción de coque (56,25% del 7,61%) y generación de energía , mientras que el 92% restante fue exportado (Ministerio de minas y energía, 2012). A pesar de ello, el carbón colombiano posee características que lo hacen apropiado para fabricar productos como el coque o el carbón activado, los cuales poseen mayor valor agregado. Una muestra de ello es que el precio del kilogramo de carbón para uso térmico oscila en 55 USD\$/ton, el coque 177 USD\$/ton, mientras que el precio de carbón activado varía entre 1350 USD\$/ton y 4230 USD\$/ton. Por esta razón, una industria minera mejor dotada tecnológicamente, significaría el progreso tecnológico, social, y la apertura de nuevos mercados con responsabilidad ambiental, impulsando la competitividad y sostenibilidad del sector minero.

Por otro lado, en Colombia la extracción de oro (Au) a pequeña y mediana escala se realiza a través del proceso Merrill-Crawe que consiste en la lixiviación del mineral

usando una solución de cianuro de sodio como solvente. El oro disuelto en la solución se recupera por medio de la precipitación con la adición de cinc, y finalmente las partículas de oro sólido se someten a un proceso de fundición.

El principal problema de este proceso es la generación de aguas cianuradas contaminantes, además de la sensibilidad del proceso a la presencia de oxígeno, que genera etapas adicionales para el pre-tratamiento de la solución y sobretodo no es un proceso selectivo ya que el cinc precipita otros metales presentes en la solución.

Una alternativa para este proceso es el de adsorción-desorción sobre carbón activado, el cual posee la cualidad de adsorber el complejo aurocianurado sin afectarse por la presencia de algunos elementos en disolución, tales como complejos de cobre y níquel, los cuales desfavorecen la precipitación de oro con zinc. Además, debido a que las partículas de carbón se agregan directamente a la pulpa de cianuración no son necesarios los procesos de filtración y clarificación que se requieren con la cementación.

Una de las ventajas más importantes de adsorber el oro con carbón activado es que las pérdidas de oro son significativamente menores que en una planta tradicional que utiliza el proceso de Merrill-Crowe, por lo que el proceso de adsorción-desorción con carbón activado ofrece ventajas económicas, tanto por lograr mayores recuperaciones como en términos comparativos de costos de capital y operación (Fleming, Mezei, Bourricaudy, Canizares, & Ashbury, 2011; P Navarro & Wilkomirsky, 1999). En el país, los procesos de adsorción-desorción no han sido estudiados en profundidad ni aplicados debido a los altos costos de capital (por la importación del carbón activado) y de operación en las etapas de desorción/elución y regeneración térmica del carbón activado. Para disminuir los costos de capital se puede utilizar carbón mineral colombiano como materia prima para la producción de carbón activado.

El proyecto “***Recuperación de oro y tratamiento de aguas residuales en la industria aurífera de la región pacífico colombiana***”, aprobado por COLCIENCIAS 2015-

2018, presenta como uno de sus objetivos el estudio de una alternativa para disminuir los costos de capital, que se enfoca en utilizar carbón mineral colombiano como materia prima para la producción de carbón activado. Sin embargo, se desconoce cuáles carbones colombianos deberían emplearse en la producción del carbón activado destinado a la adsorción de oro en soluciones cianuradas.

El objetivo principal de este trabajo de investigación fue usar carbones colombianos de diferentes regiones del país como materia prima para la producción de carbones activados, los cuales se utilizaron para la adsorción de oro disuelta en soluciones cianuradas artificiales y real proveniente de una industria localizada en la región de Buenos Aires (Cauca-Colombia).

El presente documento se compone de los siguientes capítulos: El capítulo 2 presenta los objetivos generales y específicos del estudio. El capítulo 3 muestra el marco teórico del estudio, mientras que el capítulo 4 presenta el desarrollo experimental llevado a cabo. Finalmente, en el capítulo 5 se despliegan los resultados experimentales con sus respectivos análisis de resultados y en el capítulo 6 las conclusiones y recomendaciones del estudio.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GENERAL

- Evaluar 7 carbones colombianos como materia prima para la producción de carbón activado a emplearse en la adsorción de oro disuelto en soluciones cianuradas.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Seleccionar los potenciales carbones colombianos para la producción de carbón activado destinado a la adsorción de oro disuelto en soluciones cianuradas.
- Evaluar el efecto de las condiciones de operación usadas en la obtención de los carbones activados sobre las características de los mismos tales como dureza, porosidad y área superficial.
- Determinar y comparar la capacidad de adsorción de oro de los diferentes carbones activados en soluciones cianuradas artificiales y soluciones provenientes de una zona minera productora de oro del Sur-Occidente Colombiano.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. MARCO CONCEPTUAL

3.1.1. Carbón mineral

El carbón mineral se compone de C, H, O, N y compuestos no volátiles (arcilla, sílice, carbonatos, óxidos de hierro, etc.) que tras la combustión dan lugar a la formación de cenizas. Las propiedades fisicoquímicas del carbón mineral se establecen de acuerdo a las condiciones químicas y biológicas a las que estuvo expuesto durante su formación, tales como la flora, la hidrología, el clima, el régimen de deposición y la posición geográfica y estructural de la región (Gomez Rojas, 2006).

La formación del carbón ocurre en dos etapas: La diagénesis y el metamorfismo. Durante la primera etapa, los restos orgánicos se descomponen gracias a la acción de bacterias aeróbicas y anaerobias sobre restos vegetales acumulados bajo un área pantanosa. Estos restos llamados turba se entierran bajo capas de sedimento formando una capa denominada lignito. En la segunda etapa ocurre un proceso de carbonización en el que se llevan a cabo reacciones químicas que provocan desprendimiento de gases y aceites, aumentando la concentración de materia orgánica y endureciendo la estructura, originando el mineral conocido como carbón (Danús y Vera, 2010).

Para clasificar el carbón se toma en cuenta el contenido en volátiles, de ceniza, carbono fijo, oxígeno, humedad y poder calorífico, que son características cuantificables a través de métodos termo-gravimétricos. Actualmente, existen dos conceptos que tienen en cuenta estas propiedades para diferenciar los tipos de carbón. El primero de ellos es el rango que denota el contenido de carbono o el porcentaje de volátiles, el cual está en función del grado de evolución que ha sufrido la materia orgánica original; de acuerdo al rango existen cuatro tipos de carbón: lignitos, carbones sub-bituminosos, carbones bituminosos y antracitas (en orden creciente de contenido de C y decreciente de volátiles). El segundo es el grado, el cual depende del contenido de cenizas y su

temperatura de fusión, del contenido de azufre y otros elementos generadores de contaminación (Honaker, Ozsever y Parekh, 2006). En la

Tabla 3.1 se muestra la clasificación del carbón mineral de acuerdo al rango.

Tabla 3.1. Clasificación de carbón por rango

Tipo	Carbono fijo [%]	Materia Volátil [%]	Humedad [%]	Poder Calorífico [Btu/lb]	Poder calorífico [MJ/Kg]
Antracita	86-98	1	<15	>14000	>32.6
Bituminoso	45-86	32	15-20	10500-14000	24.5-32.6
Subbituminoso	35-45	50	20-30	7800-10500	18.2-24.5
Lignito y turba	25-35	96	>30	4000-7800	9.3-18.2

Fuente: ASTM Standards D3172 (2013)

Para determinar la composición del carbón y de otros combustibles sólidos, se emplean las técnicas de análisis próximo [ASTM Standards D3172 (2013)] y de análisis último (ASTM Standards D3176, 2015). En el primero se determina la humedad, materia volátil combustible, carbono fijo y ceniza, y en el segundo se determinan los constituyentes: carbono orgánico e hidrógeno (determinados por combustión), nitrógeno y azufre (determinados por vía química) y el oxígeno (por diferencia).

3.1.1.1. Carbón mineral en Colombia

Colombia es el país latinoamericano con mayores reservas carboníferas, con recursos potenciales de 16.436 Mega toneladas (Mt) de las cuales 6.508 Mt son medidas, 4.571 Mt son indicadas, 4.237 Mt son inferidas y 1.1209 Mt son hipotéticas. Estas reservas han permitido que Colombia sea el cuarto exportador de carbón térmico en el mundo con una participación del 10,01%, el décimo productor mundial en 2010 y el noveno productor de carbón térmico. El carbón es una fuente que concentra el 47% de la actividad minera colombiana y representa cerca del 1.6% del producto interno bruto

(PIB) colombiano con más de 7.05 billones de pesos, además, es el segundo producto de exportación nacional después del petróleo. El mayor aporte económico de carbón se encuentra en forma de carbones coquizables que se localizan en el altiplano Cundiboyacense y en Norte de Santander (Ministerio de minas y energía, 2012).

En Colombia, la mayoría de los carbones son del tipo bituminoso, sub-bituminoso y antracítico. En la cordillera Oriental se encuentra carbón bituminoso para uso térmico y metalúrgico, junto con carbones del tipo antracita que pueden ser usados para el consumo interno o para exportación. En la cordillera Occidental, específicamente en Córdoba, el norte de Antioquia, Valle del Cauca y Cauca se identificó carbón bituminoso y sub-bituminoso, y en la cordillera Central se encuentra carbón bituminoso en Antioquia, en Huila, Tolima y Antiguo Caldas (INGEOMINAS, 2004).

3.1.1.2. Reservas carboníferas en Colombia.

Las reservas medidas de carbón en el interior del país se encuentran principalmente en siete departamentos: Antioquia, Valle del Cauca, Cauca, Boyacá, Cundinamarca, Santander y Norte de Santander.

La región del Valle del Cauca se caracteriza por poseer reservas de carbones con alto contenido de azufre y ceniza, las cuales se encuentran distribuidas desde el municipio de Yumbo hasta el río Timba en los límites con el departamento del Cauca. Para los departamentos del Valle del Cauca y Cauca se contabilizan reservas medidas por 40,57 Mt y la principal área minera se ubica en Yumbo-Asnazú, en donde se han medido reservas de 29,77 Mt.

3.1.1.3. Explotación.

En el 2011 la explotación de carbón en Colombia fue de 85.80 Mt. Los departamentos que concentraron la mayor parte de la producción fueron el Cesar con una participación del 50.92% y La Guajira con 38.87%. El 10.21% restante se distribuyó entre los departamentos de Boyacá, Cundinamarca, Norte de Santander, Antioquia, Córdoba,

Santander, Casanare y Cauca. En el último lugar de participación de explotación de carbón mineral se encuentra El Valle del Cauca, con una participación cercana al 1.2%. Esta baja participación se debe a que el carbón del Valle del Cauca se caracteriza por presentar altos porcentajes de contenido de cenizas y azufre, cualidades que lo hacen inviable para procesos de producción de energía, ya que la ceniza causa problemas operativos y el azufre causa problemas ambientales debido a emisiones de gases de efecto invernadero (Ministerio de minas y energía, 2012).

3.1.2. Carbón activado.

El carbón activado es un material formado por una estructura de carbono y una mínima concentración de otros átomos como oxígeno o hidrógeno, entre otros. Posee una estructura porosa que le permite participar en procesos de adsorción ya que atrapa compuestos de interés, ya sea por una interacción electrostática, fuerzas de Van der Waals o por un tamizaje molecular. La estructura porosa del carbón activado es la propiedad física más importante y la distribución de tamaño de poro ideal depende del uso para el que se destine el carbón activado (Goyes et al, 2013).

3.1.2.1. Métodos de producción de carbón activado.

El carbón activado puede producirse a partir de materias primas ricas en carbono, se utilizan generalmente materiales de lignocelulosa, turba, lignito, carbón mineral (hasta sub-bituminoso), brea de petróleo, entre otros. El proceso de fabricación de carbón activado consiste en eliminar la humedad y la materia volátil de la materia prima para conseguir una estructura porosa de carbono. Existen principalmente dos métodos industriales para la fabricación de carbón activado: La activación física y la activación química.

En la activación física se llevan a cabo dos etapas; la primera se denomina carbonización y en ella la materia prima se somete a pirólisis en un horno (generalmente rotatorio) para eliminar las especies atómicas distintas de carbono

(materia volátil en el caso del carbón mineral). En esta primera etapa se genera un carbonizado; sin embargo, dadas las condiciones de temperatura ($>600^{\circ}\text{C}$) se producen alquitranes en la superficie de la estructura, razón por la cual en la segunda etapa denominada activación, se utiliza un gas oxidante a temperaturas entre $800\text{-}1000^{\circ}\text{C}$ que eliminan los alquitranes y proveen al carbón activado de su porosidad característica.

La activación química consiste en mezclar la materia prima con un agente químico deshidratante (ácido fosfórico, ácido sulfúrico, cloruro de zinc, entre otros), para luego someterse a un proceso de carbonización (temperatura entre 400 y 700°C) en el que sufre una degradación térmica. El carbonizado que se obtiene se lava para eliminar los remanentes del químico o agente activante (Piraján, 2007).

3.1.3. Adsorción con carbón activado

El carbón activado puede ser descrito como una forma impura del grafito, ya que contiene otros átomos como nitrógeno, oxígeno, azufre e hidrógeno; sin embargo, sus enlaces de carbono son muy parecidos al del grafito. La estructura del carbón activado es más desordenada que la del grafito y gracias a ello, tiene una mayor porosidad.

En la estructura del carbón activado se encuentran platos formados por enlaces de carbonos o planos de grafito y los espacios entre ellos son los que se proveen al carbón activado de propiedades de adsorción, ya que las atracciones intermoleculares en los poros más pequeños generan fuerzas de adsorción que causan la condensación de los adsorbatos (desde su forma gaseosa) o su precipitación (desde las soluciones líquidas).

La fuerza que causa la adsorción en el carbón activado es la fuerza de dispersión de London que es un tipo de fuerza de van der Waals que ocurre a nivel molecular en moléculas polares y no polares, aunque es de corto alcance. Las fuerzas de dispersión de London son independientes de la temperatura, son aditivas, es decir que son el resultado de la suma de las interacciones individuales del adsorbato con los platos de grafito cercanos que componen la estructura del carbón activado; por lo que la

magnitud de la fuerza de adsorción puede ser relacionada con el número de platos de grafito o la densidad del carbón (Calgon Carbon Corporation, 1995).

Una de las características principales de los carbones activados es su capacidad de adsorción. Se puede definir la adsorción como el aumento de la concentración de alguno de los componentes de la fase gaseosa o líquida (adsorbato) sobre la superficie de un sólido (adsorbente) (Bah, 2012).

La adsorción se debe a dos fuerzas una de atracción hacia la superficie del sólido y otra de repulsión. El equilibrio se alcanza cuando las tasas de adsorción y desorción se igualan, momento en el que se agota la capacidad de adsorción del carbón. Gracias a estas propiedades, el carbón activado tiene muchas aplicaciones en varios campos como puede ser la adsorción de contaminantes desde efluentes de la industria textil, curtiembre o metalúrgica, también se utiliza como soporte de catalizadores ya que su estructura permite un mayor contacto en las reacciones químicas o en la adsorción de compuestos de interés desde matrices gaseosas tales como compuestos de azufre.

• Tipos de adsorción

Existen dos tipos de adsorción: la fisisorción y la quimisorción. La diferencia fundamental entre ambas radica en que durante la fisisorción la especie adsorbida conserva su naturaleza química, mientras que durante la quimisorción, ésta sufre una transformación para dar lugar a una especie distinta, es decir, no conserva su estructura (Martínez, 2013).

En la fisisorción el adsorbato se adsorbe formando capas sucesivas, este fenómeno se conoce como adsorción multicapa. En la fisisorción, las moléculas de soluto se unen a la superficie del sólido por las fuerzas de Van der Waals, lo cual permite que el adsorbato conserve su identidad (Martínez, 2013).

Durante la quimisorción, la adsorción queda restringida a monocapa debido al enlace químico que existe entre la superficie del adsorbente y el adsorbato. Las moléculas de

solutos permanecen unidas a la superficie del sólido por enlaces químicos fuertes de corto alcance (Martínez, 2013), por lo que la molécula adsorbida no conserva su estructura química inicial. (Vega, 2010).

3.1.4. Isotermas de adsorción

La relación, a temperatura constante, entre la cantidad de una sustancia adsorbida por un adsorbente y la concentración de equilibrio se conoce como *isoterma de adsorción* y su patrón suministra información acerca de la forma, área y polaridad del adsorbente (Rodríguez-Reinoso, 2010).

Los modelos matemáticos frecuentemente empleados para el tratamiento de datos experimentales son los desarrollados por Freundlich, Langmuir, y por Brunauer, Emmet y Teller (Isoterma BET). Existen seis tipos de isotermas de adsorción definidos por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC). En la **Figura 3.1** se observan las formas más usuales que pueden adoptar las isotermas. El punto B indica la presión relativa a la cual se forma una monocapa.

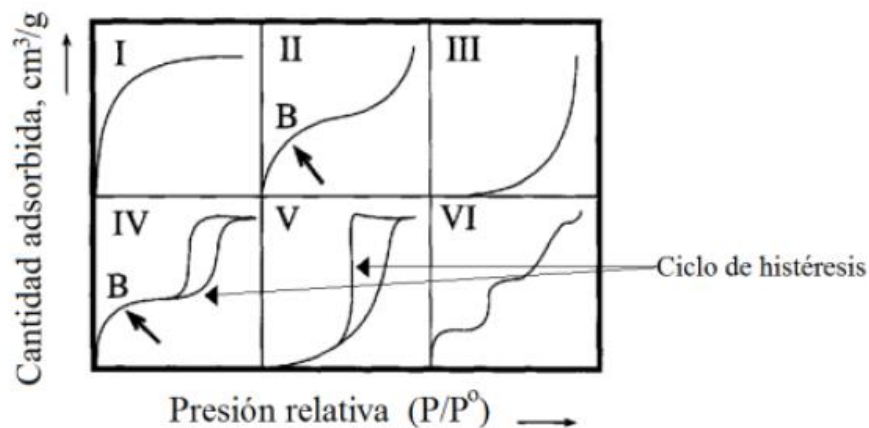


Figura 3.1 Tipos de adsorción, clasificación IUPAC

Fuente: (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006)

La isoterma *tipo I* se caracterizan porque la adsorción se produce en sólidos microporosos como carbones activados, zeolitas, etc., a presiones relativas bajas debido a la proximidad de las paredes del poro. Este isoterma es característica de un proceso de quimisorción. La isoterma *tipo II* corresponde a una adsorción física de sólidos meso y macroporosos, se caracteriza por la formación inicial de la monocapa adsorbida y la formación posterior de la multicapa a medida que aumenta la presión.

La isoterma *tipo III* sucede cuando la interacción entre el adsorbato-adsorbente es muy débil y no se puede definir el punto B. La *tipo IV* es característica de materiales mesoporosos, corresponde a una adsorción en multicapa. La isoterma *tipo V* presenta interacciones débiles entre el adsorbato-adsorbente a presiones bajas. La isoterma *tipo VI* se encuentra en sólidos en los que la adsorción tiene lugar capa a capa porque la superficie es muy homogénea (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006).

• **Isoterma de Freundlich**

Para calcular la capacidad de adsorción de los carbones activados se utilizó la isoterma de Freundlich. Esta isoterma permite medir la capacidad de adsorción de los carbones por medio del K-valor, el cual hace referencia a una constante definida en la ecuación de Freundlich.

En el caso de adsorción en soluciones líquidas la ecuación de Freundlich se define como $X/M = KC^{1/n}$, donde C es la concentración de adsorbato en equilibrio en la solución, X es la masa de adsorbato cargada en mg, M es el peso del adsorbente y K es la constante definida como la carga máxima del adsorbato en equilibrio con la solución a una concentración de 1 ppm.

• **Isoterma de Langmuir**

En la isoterma de Langmuir se asume que los sitios activos del adsorbente son homogéneos y tienen la misma capacidad de adsorción, es decir, que son energéticamente equivalentes. Se asume además que la adsorción se genera en forma

de monocapa homogénea sin que existan interacciones laterales entre las moléculas adsorbidas. El modelo de Langmuir se representa a través de la ecuación 3.1:

$$Q_e = \frac{K_m * b * C_{eq}}{1 + b * C_{eq}} \quad (3.1)$$

Donde Q_e es la capacidad de adsorción [mg adsorbato/g adsorbente], K_m es la capacidad de adsorción máxima, C_{eq} [mg adsorbente/L] es la concentración de la solución en equilibrio y b [L/mg] es la constante de afinidad, que es una medida directa de la intensidad de adsorción. La forma linealizada, se representa por la ecuación (3.2):

$$\frac{1}{Q_e} = \left(\frac{1}{K_m b} \right) * \frac{1}{C_{eq}} + \frac{1}{K_m} \quad (3.2)$$

De forma gráfica, $1/Q_e$ versus $1/C_{eq}$ genera una línea recta si los datos se ajustan al modelo.

• Isoterma BET

La ecuación BET proporciona la presión parcial del adsorbato (P/P_{sat}) en la fase de vapor en equilibrio de fisisorción con el adsorbente sólido en función del volumen específico del adsorbato V_a [cm^3/g] que se adsorbe sobre la superficie del adsorbente. V_m [cm^3/g] es el volumen específico de monocapa formada sobre el adsorbente y C es la relación entre la constante de equilibrio de adsorción. La ecuación (3.3) representa la isoterma BET.

$$\frac{P}{V_a(P - P_{sat})} = \frac{C - 1}{V_m C} \left(\frac{P}{P_{sat}} \right) + \frac{1}{V_m C} \quad (3.3)$$

• Isoterma Temkin

El modelo de Temkin asume que el calor de adsorción disminuye linealmente con la cobertura de la superficie del adsorbente. La forma de la ecuación es logarítmica.al como se presenta en la ecuación 3.4:

$$\frac{X}{M} = A * \ln(B * C_{eq}) \quad (3.4)$$

Donde los parámetros A y B son ajustables a los datos experimentales. B representa la constante de unión de equilibrio (Murillo-Martínez, Gómez, Ortiz Cancino, & Muñoz Navarro, 2015).

3.2. ANTECEDENTES

3.2.1. Carbón activado en la adsorción de oro.

Davidson et al. (1979) utilizaron una solución acidificada proveniente de una planta de extracción de oro y plata en un circuito de tres columnas de adsorción que contenían carbón activado tipo G210 y G215 granular de cáscara de coco (1200 m²/g de área superficial aprox.), con lo que obtuvieron recuperación de oro y plata mayor al 98%. Las conclusiones fueron que el tamaño de partícula de carbón activado tiene un efecto significativo en la recuperación de oro, y que un pH entre 4 y 5 mejora el proceso y la recuperación de los metales además de evitar el ensuciamiento del carbón por la presencia de iones de Ca. Cabe resaltar que los buenos resultados de adsorción obtenidos con el pH ácido corresponden a la constante de equilibrio, sin embargo, la tasa de adsorción de oro sobre el carbón activado con esta condición de pH es la más baja, en comparación con los valores obtenidos para pH básico.

McDougall, Hancock, Nicol, Wellington, & Copperthwaite (1980) realizaron una investigación sobre el mecanismo de adsorción del Au(CN)₂⁻ con una técnica de espectroscopia de fotoelectrones de rayos X que permite decidir sobre el estado de

oxidación de un elemento. El objetivo del trabajo fue establecer una aclaración sobre el mecanismo de adsorción del $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ ya que existe una discrepancia entre los autores sobre la naturaleza del mismo sobre carbón activado: Algunos investigadores proponían que el oro está presente como el ion aurocianurado al adsorberse, otros sugerían que el oro está presente como un ion diferente al aurocianurado (precipitados) y algunos otros proponían que este se reduce a oro metálico. Experimentalmente, en un reactor introdujeron una solución de $\text{KAu}(\text{CN})_2$ bombeándola a través de una cama de carbón activado. Los experimentos se llevan a cabo en una atmósfera de nitrógeno con presencia y ausencia de electrolitos y ácidos; además el reactor contaba con un control de temperatura para estudiar el efecto de esta variable sobre la adsorción.

Los resultados obtenidos con la técnica permitieron establecer que la adsorción de aurocianuro de soluciones ácidas o alcalinas, en presencia y ausencia de electrolitos puede proceder por un mecanismo de reducción, lo que quiere decir que este trabajo rechaza la idea que el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es adsorbido sobre el carbón activado por simples interacciones electrostáticas. Esta conclusión está basada en lo siguiente:

- i. Si la adsorción se diera sobre sitios cargados positivamente cabría esperar que al aumentar la concentración de ClO_4^- , ocurriera una disminución de la adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ por competencia sobre los sitios activos. Sin embargo, en la experimentación esto no ocurrió.
- ii. Al medir el potencial reductivo de los carbones activados usados (a partir de cuesco de coco y de carbón bituminoso), se obtuvo que entre mayor es el poder reductivo del carbón, más alta es la capacidad para oro.
- iii. El complejo neutro $\text{Hg}(\text{CN})_2$ compite directamente con $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ y puede incluso desplazarlo. Esto sugiere que la carga negativa no es esencial para la adsorción del complejo aurocianurado.

Concluyeron que el mecanismo tendría una etapa inicial de adsorción, que involucra la adsorción de un par iónico, donde M_{n+} es un ión metálico que tiene una solubilidad más

baja que el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en el medio de adsorción, seguida por una etapa de reducción, en la cual se forman especies del tipo $\text{Au}(\text{CN})_x$ en la superficie del carbón.

Sheya & Palmer (1989) Realizaron experimentos de contacto para alcanzar el equilibrio en un reactor *batch* con el fin de analizar la capacidad de un carbón activado proveniente de hueso de coco para absorber diferentes complejos metálicos cianurados. Además, estudiaron el posible efecto de las impurezas de esos complejos cianurados sobre la adsorción de oro en el carbón activado. Incluyeron especies como antimonio, arsénico, cadmio, cobalto, oro, hierro, mercurio, níquel, plata, talio y cinc, además de una variación de pH desde 6.4 a 12.5.

Concluyeron que el carbón exhibe una preferencia para adsorber oro sobre otros metales que estén presentes en la solución. En ausencia de oro, se adsorben los complejos metálicos cianurados de otras especies; la adsorción generalmente disminuye con un aumento de pH salvo para calcio y talio; mientras que los complejos de arsénico y hierro no se adsorben bajo ningún valor de pH.

Otras anotaciones importantes es que a valores de pH mayores a 9 se observa un incremento en la adsorción de cadmio, cobalto, mercurio, níquel, plata y cinc incluso en presencia de oro; este incremento puede deberse al incremento de la fuerza iónica de la solución dada por el exceso de iones de sodio o hidróxido que fue añadido para el control del pH. La curva de carga de oro generalmente indica que existe una independencia del pH entre los valores de 6 y 12; se observó que mejora la carga de oro en el carbón cuando están presentes otros complejos cianurados exceptuando el zinc que disminuye la adsorción de oro.

Jia et al (1998) estudiaron el mecanismo de adsorción de oro y plata sobre carbones activados procedentes de carbón mineral, poliacrolinato y hueso de coco con áreas superficiales de 700, 850 y 1400 m^2/g respectivamente. El objetivo fue reconocer los sitios activos donde el complejo aurocianurado se adsorbe, teniendo en cuenta que estos

son de dos tipos: hidrófobos (formados por capas de grafeno), e hidrofílicos (con grupos funcionales que contienen oxígeno y nitrógeno).

Realizaron una etapa de activación química a través de un tratamiento de oxidación con ácido nítrico y no se observaron cambios importantes en la adsorción de oro, pero sí se obtuvo una menor recuperación en comparación con carbones sometidos a una activación física. Este resultado es un indicativo de que la adsorción no ocurre sobre sitios hidrofílicos sino hidrófobos.

Con un tratamiento de activación de amonio se obtuvo más área superficial sin cambiar la cantidad de microporos y la adsorción de oro mejoró. En conclusión, obtuvieron que la adsorción de las especies cianuradas de oro y plata se correlacionan con el volumen del poro, que la capacidad de adsorción es mayor para los carbones activados a partir de carbón mineral debido a su distribución de tamaño de poro (mayor cantidad de mesoporos y macroporos), que los carbones activados por el medio químico tienen poca afinidad con las especies cianuradas de oro y que las capas de grafeno de la estructura porosa son las que desempeñan el papel más importante en la adsorción de oro.

Navarro & Wilkomirsky (1999) buscaron establecer el efecto del oxígeno disuelto sobre la adsorción de oro en carbón activado. Realizaron experimentos a temperatura constante con una masa conocida de carbón activado sumergida en una solución con iones aurocianurados, a la cual se burbujeaba oxígeno o nitrógeno.

Se analizó el contenido de oro en la superficie del carbón activado para establecer el efecto del oxígeno disuelto sobre dicha adsorción. Concluyeron que para soluciones saturadas de oxígeno se produce una mayor adsorción de oro, que existe un incremento en la adsorción de oro a pH bajos tanto para soluciones saturadas de oxígeno como desoxigenadas. Las conclusiones más importantes de este estudio son: Que al emplear disoluciones saturadas de oxígeno, la adsorción de oro aumenta en mayor medida para disoluciones de baja fuerza iónica (con baja concentración de iones H o K) y en menor

medida para soluciones de elevada fuerza iónica; que el pH de la disolución no modifica la adsorción para las disoluciones saturadas de oxígeno y desoxigenadas; y que existen dos tipos de mecanismos de adsorción de oro, el primero es a través de la formación del par iónico descrito por McDougall et al. (1980) y el segundo por intercambio de iones vía activación de sitios superficiales del carbón activado. El primer mecanismo mencionado ocurre con soluciones saturadas de oxígeno y disoluciones desoxigenadas con elevada y baja fuerza iónica del medio mientras que el segundo ocurre con disoluciones saturadas en oxígeno y de baja fuerza iónica.

Seke, Sandenbergh, & Vegter (2000) realizaron un tratamiento térmico con N₂ a 850°C a 3 carbones diferentes. Compararon la adsorción de oro del carbón con el tratamiento con el carbón sin el tratamiento y se estudió el mecanismo de adsorción del ion aurocianurado en los poros del carbón. Encontraron que no ocurren cambios drásticos en el volumen de poro después del tratamiento térmico, pero sí cambiaron algunas propiedades superficiales del carbón activado; con el tratamiento térmico se removieron algunos grupos funcionales que contienen oxígeno que favorecieron la adsorción del di-cianuro de oro, por lo que los carbones con el tratamiento térmico mostraron una mayor adsorción de oro. Más aún, se encontraron propiedades básicas en el carbón después del tratamiento térmico.

Además, establecieron que los meso y macroporos afectan la incorporación del di-cianuro de oro al carbón activado pero la adsorción ocurre sobre poros de menor tamaño (microporos) y que los carbones provenientes de hueso de coco tienen una mayor capacidad de adsorción de oro que los carbones provenientes de carbón mineral, lo cual puede deberse a que los primeros tienen un mayor volumen de poro que los segundos.

Yalcin & Arol (2002) Prepararon carbones activados a partir de cáscara de avellanas, semillas de albaricoque y durazno con el fin de probar sus características en la adsorción de oro de soluciones cianuradas: alta resistencia mecánica, alta capacidad de

adsorción, alta tasa de adsorción y dureza tal, que el carbón producido resista la agitación y el transporte en el sistema.

El objetivo fue estudiar la posibilidad de utilizar materiales diferentes al cuesco de coco como materia prima para la producción de carbones activados destinados a la adsorción de oro. Obtuvieron que es posible producir carbones activados a partir de cáscaras de avellana, semillas de durazno y de albaricoque que pueden ser usados en la adsorción de oro de soluciones cianuradas. A pesar de que los valores de las constantes de equilibrio de adsorción (valores ajustados con la isoterma de Freundlich) son mayores para los carbones activados obtenidos a partir de cáscara de coco (32 -100 mg Au/g C), se encuentran en el rango de valores de carbones activados utilizados en la industria (26-73 mg Au/g C).

Comparando la dureza, el área superficial, números de yodo, los valores K y R, los autores afirman que los carbones con mayor dureza en comparación con los carbones de cuesco de coco pueden mejorarse con una activación más extensa; lo cual podría resultar en una disminución de la dureza pero en un incremento en el área superficial al abrir los microporos, un efecto positivo en la adsorción de oro al permitir el ingreso de las moléculas a través de poros más grandes y finalmente un aumento en la transferencia de masa debido a una mejor difusión en los macroporos que en los microporos. Sin embargo, afirman que se requiere estudiar el comportamiento de los carbones en procesos más reales para entender mejor su desempeño.

Pleysier, Dai, Wingate, & Jeffrey (2008) Estudiaron el mecanismo de adsorción del ión aurocianurado basados en la cinética del proceso, es decir, en la transferencia de masa y sus limitantes. Utilizaron una técnica de micro-tomografía de rayos X computarizados para establecer la localización del ión aurocianurado en la estructura del carbón con el objetivo de identificar los poros sobre los cuales se adsorbe preferiblemente el ión (o par iónico); además estudiaron la influencia del uso del espumante en la flotación previa al proceso CIP como un factor influyente en la

disminución de la actividad o tasa de adsorción de oro del carbón activado. Para determinar la tasa de adsorción del carbón se utilizó una solución de $\text{KAu}(\text{CN})_2$ diluida con NaCN para alcanzar varias concentraciones, agitada a 250 rpm y con diferentes cargas de carbón activado. Los experimentos se realizaron de forma similar utilizando diferentes concentraciones típicas de espumante para determinar el efecto del mismo sobre la tasa de adsorción de oro.

Con las imágenes de micro-tomografía obtuvieron que la adsorción de oro no se lleva a cabo en los macroporos, lo cual sugiere que la difusión desde la fase acuosa a los macroporos es pobre. Como resultado de este punto, la contribución de la cantidad de macroporos a la carga total de oro es baja y puede ser excluida. Las imágenes también muestran que a bajas cargas de oro en el medio, el oro se adsorbe predominantemente sobre la superficie externa con una capa de difusión que se convierte en el mecanismo limitante de la velocidad de adsorción.

Con altas cargas de oro, los sitios disponibles de la superficie externa se saturan y la adsorción requiere el transporte del ion aurocianurado a la superficie interna por medio de un mecanismo de difusión superficial. En términos del ensuciamiento por el espumante, los autores encontraron que el espumante se adsorbe fuertemente a la superficie del carbón activado, dificultando de forma severa el equilibrio de la adsorción de oro y la actividad del carbón, lo cual indica que es importante realizar un monitoreo constante a la actividad del carbón en las plantas de CIP.

Navarro (2010) estudió el efecto de las propiedades físicas del carbón activado sobre la adsorción de oro desde medio cianuro, utilizando carbón activado de cáscara de coco con $985 \text{ m}^2/\text{g}$ y $786 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial (diámetro de poro $38 \text{ \AA}$ y $11.6 \text{ \AA}$ respectivamente). La adsorción se realizó en un reactor con agitación mecánica a temperatura constante con 6 h de tiempo de contacto. Obtuvieron que el carbón con $786 \text{ m}^2/\text{g}$ alcanzó mayor carga de oro (0.02 mg Au/m^2) que el carbón con $985 \text{ m}^2/\text{g}$ ($0.01 \text{ m}^2/\text{g}$).

Concluyeron que la cantidad de oro adsorbida aumenta con el aumento de macroporos y con el incremento del diámetro de los poros, además, que la presencia de cationes (especialmente Ca^{+2} , Mg^{+2}) aumentan la adsorción de oro sobre el carbón activado, esta última conclusión se obtuvo variando la concentración de cationes en la solución cianurada de oro inicial; el estudio del efecto de los cationes lo hicieron basados en los trabajos realizados por Adams (1990), Rees & van Deventer (2000) y Yalcin & Arol (2002) quienes establecieron que desde un punto de vista mecánico, el di-cianuro de oro es adsorbido, sin ningún cambio químico, desde soluciones alcalinas dentro del carbón activado, involucrando el mecanismo de par iónico del tipo $[\text{M}^+_n][\text{Au}(\text{CN})^{-}_2]_n$ en la superficie del carbón, donde M^+_n representa un tipo de cationes como Na^+ , K^+ o Ca^{+2} , frecuentes en los sistemas químicos, e identificaron factores que afectan el proceso, dentro de los cuales se encuentran el efecto de la fuerza iónica y la temperatura.

Fleming, Mezei, Bourricaudy, Canizares, & Ashbury (2011) Estudiaron los factores que influyen el diseño de las plantas de *Carbon in Pulp* (CIP) Y *Carbon In Leach* (CIL) como la tasa de lixiviación de cianuro de oro y la de adsorción sobre el carbón activado. Debido a que el equilibrio del oro adsorbido sobre el carbón activado es muy lento (pueden pasar semanas antes de alcanzar el equilibrio), el proceso está dominado principalmente por la cinética del proceso y no por el equilibrio del sistema.

El problema que estudiaron es que la mayor parte de las plantas de recuperación de oro por CIL y CIP están sobre-dimensionadas por lo cual la disminución del capital puede no resultar tan beneficiosa como debería y la recuperación de oro no es tan eficiente como podría ser en una planta bien diseñada. Los autores proponen un método para estudiar el diseño de las plantas CIP y CIL y poder aprovechar al máximo el potencial de estos procesos.

Concluyeron que el desempeño metalúrgico de las plantas basadas en carbón activado depende de la transferencia de masa del cianuro de oro desde la solución lixiviada hacia

dentro de los gránulos de carbón activado, lo cual es a su vez función de la reología de la pulpa, la intensidad de agitación de la pulpa y la concentración de oro en la solución. Además, esta transferencia de masa puede ser estudiada en un laboratorio con un reactor *batch* a escala y después, a través de modelos matemáticos traducir esta información para simular el comportamiento de una planta de carbón continua en contra-corriente. Esta metodología permite establecer análisis de sensibilidad y estudios de costo/beneficio, lo cual se traduce en un diseño óptimo de las condiciones de diseño y de operación del proceso de forma rápida y sin costo, con una mínima cantidad de muestra.

C. Yin et al., (2014) Trabajaron en establecer un mecanismo de adsorción de oro sobre carbón activado que pueda aclarar las ambigüedades que se han creado en torno a este tema, su objetivo fue establecer la naturaleza del ion de oro y los sitios de adsorción de preferencia del mismo utilizando técnicas de microscopía de transmisión de electrones a través de la generación de simulaciones basados en la teoría de densidad funcional (DFT- *density functional theory*).

Según estudios recientes se encontró que el carbón activado posee anillos de carbono pentagonales que a diferencia del grafito son superficies no-planas; es por eso que en esta investigación, consideraron modelos similares a los de fullereno incorporando estructuras cóncavas, convexas o planares que en conjunto forman las estructuras porosas del carbón activado. Prepararon una solución de $\text{KAu}(\text{CN})_2$ con un pH de 10.5 (que se mantuvo constante utilizando una solución de NaOH diluida a 25°C). La adsorción se realizó con una agitación de 320 rpm hasta que el porcentaje de oro en la solución fue menor al 5%. Se basaron en el trabajo de Lagerge, Zajac, Partyka, & Groszek, (1999) en el que los autores afirmaron que la adsorción del ión aurocianurado se produce irreversiblemente a través de una interacción electrostática de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en los sitios activos de carácter polar del carbón activado mientras que la molécula de par iónico $\text{KAu}(\text{CN})_2$ ocupa los sitios menos activos a través de fuerzas de Van der Waals.

Obtuvieron que los iones aurocianurados tienen una tendencia a adsorberse sobre los defectos o esquinas de las láminas de carbón.

También cabe resaltar que la adsorción en paralelo (con una geometría lineal del ión aurocianurado) es más favorable que la adsorción vertical. Los anillos de carbón pueden ser pentagonales, hexagonales y heptagonales y los sitios cóncavos favorecen la adsorción de oro en comparación con los sitios convexos o planares. En una solución alcalina (en la forma de ión negativo) la energía de adsorción del $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es aproximadamente 5 veces mayor a la del ión OH^- , lo cual es un indicador de que el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es ciertamente más favorable en un ambiente alcalino en comparación con su forma protonada en medio ácido donde la energía de adsorción es solo 2 veces mayor.

De acuerdo con los autores, aunque no existe un acuerdo sobre el mecanismo de adsorción de oro sobre el carbón activado sí se ha llegado a algunas conclusiones sobre las condiciones que deben tener el carbón activado y la solución aurocianurada:

- i. El proceso de adsorción de oro sobre el carbón activado está dominado por la cinética del proceso y no por el equilibrio; específicamente, por la difusión del oro desde la superficie externa a la superficie interna de los gránulos de carbón activado.
- ii. Si bien la identidad del aurocianuro adsorbido no se conoce, el mecanismo más aceptado por los autores es el propuesto por McDougall et al. (1980) que describe la adsorción de un par iónico; este mecanismo incluye una etapa inicial de adsorción, que involucra la adsorción de un par iónico, donde Mn^+ es un ión metálico que tiene una solubilidad más baja que el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en el medio de adsorción, seguida por una etapa de reducción, en la cual se forman especies el tipo $\text{Au}(\text{CN})_x$ en la superficie del carbón. Este mecanismo describe la adsorción de aurocianuro sin cambio químico.

- iii. Aunque el mecanismo de adsorción es el mismo para pH ácidos y básicos, en un pH alcalino la adsorción de oro sobre el carbón activado es mayor en términos de tasa de adsorción, mientras que en el equilibrio la constante es mayor con pH ácido. A bajos valores de pH (<3), el oro es cargado en el carbón, predominantemente como ácido aurocianuro, $\text{HAu}(\text{CN})_2$, mientras que a pH intermedios, el par iónico y el ácido son cargados simultáneamente (Adams, 1989) (Fleming et al., 2011).
- iv. El par iónico aurocianurado se adsorbe preferiblemente sobre sitios hidrófobos, es decir sobre los anillos formados por enlaces de carbono y no sobre sitios activos de grupos superficiales de oxígeno y nitrógeno, (Jia et al., 1998), sobre los defectos de las láminas que tienen forma cóncava y se adsorbe en forma paralela a la superficie, por lo que resultaría conveniente un carbón activado con un mayor desorden en su estructura, es decir, preparado por medio de activación física y no química.
- v. la adsorción del ión aurocianurado se produce irreversiblemente a través de una interacción electrostática de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en los sitios activos de carácter polar del carbón activado mientras que la molécula de par iónico $\text{KAu}(\text{CN})_2$ ocupa los sitios menos activos a través de fuerzas de Van der Waals (C. Y. Yin et al., 2014). Por lo tanto, es preferible generar un medio alcalino para la adsorción pues de otra forma la elución del ión aurocianurado tendría un alto costo debido a la irreversibilidad de una interacción electrostática en comparación con fuerzas de Van der Waals.
- vi. La distribución de los poros debe tener un mayor contenido de macroporos y mesoporos; los primeros facilitan la difusión del par iónico, a pesar de no contribuir considerablemente con la carga final de oro sobre el carbón activado; y los segundos proveen un acceso menos tortuoso del par iónico a su superficie interna. En el caso de los microporos, la difusión del par iónico aurocianurado es lenta por lo que aunque atrapan gran cantidad de moléculas que contienen

oro, esto solo se consigue en el equilibrio, para el cual se requiere un lapso de tiempo demasiado largo para una planta CIP (Pleysier et al., 2008).

3.2.2. Carbón activado a partir de carbón mineral.

Calgon Carbon Corporation (1995) estudiaron el efecto del precursor sobre el desarrollo de porosidad en el carbón activado. Encontraron diferencias importantes en la capacidad de adsorción de los carbones provenientes de carbón mineral (lignito, sub-bituminoso y bituminoso) siendo que la capacidad de adsorción es mayor para carbones sub-bituminosos debido a la distancia entre las placas o planos de grafito que se forman durante la activación del carbón, que generan las denominadas fuerzas de London que proveen al carbón de la energía para atraer y mantener adsorbidas las moléculas de interés (como metales o tintes).

Rincón (2002) produjo carbón activado mediante un método físico a partir de carbón colombiano del Cerrejón. Las condiciones utilizadas en el proceso de carbonización fueron 10°C/min como proporción de calentamiento hasta 850°C, utilizando como atmósfera inerte N₂. Seguido a esto, en el proceso de activación del carbón se usó vapor de agua también entre 700 y 900°C con un tiempo de residencia entre 1 y 3 horas. Concluyó que las mejores condiciones para producir el carbón activado es 3 horas de tiempo de residencia y 900°C como temperatura de activación; este autor resalta que la temperatura y el tiempo de residencia de la etapa de carbonización no son variables determinantes en las propiedades finales del carbón activado.

Benabithé et al., (2005) produjeron carbón activado a partir de carbón sub-bituminoso en reactores de lecho fluidizado por proceso autotérmico. El carbón utilizado fue carbón mineral de la región de Amagá (Antioquia) con un contenido de cenizas de 5.18%, materia volátil 39.94%, carbono fijo 46.3% y humedad 10.45%. Los carbones activados presentaron un área superficial entre 460 y 490 m²/g CS (Carbón Seco).

Goyes et al (2013) realizaron la activación de un carbón mineral mediante proceso físico en un horno tubular horizontal y atmósfera inerte. El carbón usado fue tipo ripio proveniente del Suroeste de Antioquia. Emplearon tiempo de carbonización entre 60 y 90 min con N₂ como atmósfera inerte a 900°C, temperatura de activación de 800, 850 y 900°C usando vapor de agua como agente activador. Concluyeron que el factor más importante fue la temperatura de activación del carbón activado, las mejores temperaturas fueron 900 y 950°C, siendo esta última temperatura donde se obtuvo un carbón activado con mayor desorden estructural, es decir, con mayor grado de activación. El carbón activado obtenido 660 m²/g de área superficial aproximadamente.

3.2.3. Carbones colombianos potenciales para producción del carbón activado usado en procesos de adsorción de oro

De acuerdo a los antecedentes, los carbones potenciales deben activarse por medio físico, apuntando a obtener áreas superficial específica interna de entre 600 a 900 m²/g con mayor contenido de macro y mesoporos. La porosidad se genera en la etapa de activación de acuerdo con la fluidez de la materia prima, la cual está relacionada con el rango del carbón (o su contenido de materia volátil y carbono fijo); con una baja fluidez de la matriz carbonosa, la materia volátil tendrá una menor capacidad de mover o estirar las capas de anillos de carbono que componen la materia prima durante la desvolatilización, es decir, que el tamaño de poro generado durante la etapa de carbonización depende de la distribución de materia volátil y carbono fijo (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006).

En la Figura 3.2 se observa que los carbones que se encuentran en los extremos de composición en términos de contenido de carbono fijo tienen una baja fluidez por lo que en la etapa de carbonización generan microporos en vez de meso o macroporos. Por otro lado los carbones que se clasifican en el rango de sub-bituminosos y bituminosos tienen mayor fluidez por lo que en la etapa de carbonización (por medio de un tratamiento térmico) generarán meso y macroporosidad. Teniendo en cuenta que

la adsorción de oro sobre carbón activado está dominado por el proceso cinético de difusión del par iónico desde la superficie externa a la superficie interna, el proceso se ve favorecido por una distribución de tamaño de poro rico en mesoporos y macroporos. Por lo tanto los carbones colombianos bituminosos y sub-bituminosos poseen la fluidez necesaria para la producción del carbón activado para adsorción de oro.

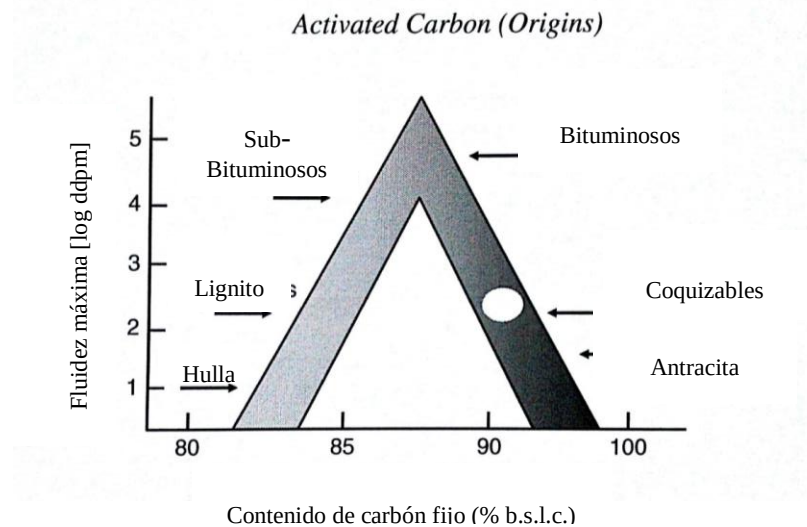


Figura 3.2. Fluidez versus contenido de carbono fijo

Fuente: Marsh & Rodríguez-Reinoso (2006) pág. 38-42

El carbón mineral a usar como materia prima debería tener un contenido de materia volátil entre el 32 y 50% y de carbón fijo entre 35 y 86% en base seca libre de cenizas, este tipo de carbón garantiza una fluidez apropiada para generar una estructura adecuada. Estas características corresponden al carbón bituminoso y sub-bituminoso presente en varias zonas del país, entre las que se encuentran: Guajira, Córdoba-Norte de Antioquia, Antioquia-Antiguo Caldas, Valle del Cauca-Cauca, Cundinamarca Boyacá Santander Norte de Santander.

En la Tabla 3.2 se encuentran las zonas, áreas y sectores colombianos cuyos carbones minerales cumplen con estas características.

Tabla 3.2. Carbones colombianos potenciales para producción de carbón activado

Zona carbonífera	Detalles		Características		
	Área	Sector	Cen. [%]	M.V [%]	C.F. [%]
Guajira	Cerrejón	Cerrejón norte, central y sur	6.94	35.92	45.20
	Cesar	El Boquerón, El descanso sur	5.61	36.79	47.31
Córdoba-Norte de Antioquia	Alto san Jorge	San Pedro sur, san pedro norte, Alto san Jorge	9.24	37.55	38.73
Antioquia-Antiguo Caldas	Venecia-Fredonia		8.11	40.06	40.20
	Venecia-Bolombolo	Rincón Santo, Bolombolo	7.90-11.1	37.77	40.61
				-	-
Valle del Cauca-Cauca	Rio Dinde-Quebrada honda	-	20.63	36.72	39.84
	Jerusalén-Guataquí	-	5.34	39.09	50.38
Cundinamarca	Guatavita-Sesquilé-Chocontá	Suesca-Chocotá, Guatavita	11.23	34.88	51.91

Boyacá	Tunja-Paipa-Duitama	-	11.40	38.03	41.09
	Úmbita-Laguna de Tota	-	13.10	38.34	42.80
Santander	San Luis	Flanco occidental,	7.65-10.09	30.48	49.62
		flanco oriental		-	-
Norte de Santander	Zulia-Chinácota	San pedro (La carbonera),	14.88	38.49	43.94
	Catatumbo	Zulia Norte-Sardinata,	8.64-9.18	37.57	47.88
		El carmen		-	-

Fuente: (Ministerio de Minas y Energía, 2012)

M.V. Materia volátil, C.F. Carbón fijo, Cen. Ceniza

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

4.1. ADECUACIÓN DE CARBÓN

Se tomó una muestra de carbón de siete diferentes regiones carboníferas de Colombia: Antioquia (A), Boyacá (B), Cundinamarca (C), Guajira (G), Norte de Santander (NS), Santander (S) y Valle (V), cada una con un peso aproximado de 5 Kg cada una. Por medio de cuarteo sucesivo se obtuvo una fracción de 2 Kg que se sometió a molienda utilizando un molino de discos del Servicio Geológico Colombiano¹ adecuándola a un tamaño de partícula <250µm (pasante malla 60 serie Tyler).

4.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES

A cada muestra de carbón se le realizó análisis próximo y último siguiendo las normas ASTM Standards D3176 (2015) y ASTM Standards D3172 (2013) respectivamente, para determinar las características iniciales de cada carbón y calcular el rendimiento másico. Debido a que durante la etapa de carbonización se forma la estructura porosa que después se convierte en área superficial activa, los carbones escogidos fueron de rango bituminoso o sub-bituminoso para que la estructura de carbón activado producido tenga las propiedades adecuadas para la adsorción de oro (UPME, 2011); razón por la cual se realizó la clasificación de los carbones de acuerdo a la norma ASTM Standards D388 (2015)

4.3. DISEÑO EXPERIMENTAL

La preparación de carbón activado consta de dos etapas, una de carbonización y una de activación. En la etapa de carbonización se mantuvieron constantes la temperatura (850°C) y el tiempo de residencia (2 h) en una atmósfera inerte de N₂. Iguales condiciones de operación las usaron Goyes et al. (2013) y Rincón et al., (2015)

¹ Grupo de trabajo regional, Santiago de Cali. Carrera 96 N°16-00 / Predios Univalle Meléndez. Teléfonos: (57+2) 3393077
cali@sgc.gov.co

obteniendo carbonizados libres de materia volátil no existiendo combustión del carbono fijo. Además, el tamaño de partícula se mantuvo en una constante en $<250\ \mu\text{m}$ (pasante malla 60 en la serie de tamices Tyler).

El diseño experimental tomó como factores la temperatura, el tiempo de residencia de la etapa de activación, y la región de donde se extrajo el carbón. Se utilizaron dos niveles de temperatura (700 y 850°C), dos niveles en el tiempo de residencia (1.5 y 2.5 h) y siete niveles de carbones de diferentes regiones Colombianas (A, B, C, G, NS, S y V) es decir, que para cada carbón de una región se contó con un diseño experimental factorial 2^2 sin réplica. Con el fin de estimar el error experimental se utilizó una corrida central de control con tres repeticiones para cada carbón, cuyas condiciones fueron de 775°C como temperatura de activación y 2 h de tiempo de residencia.

4.4. ENSAYOS EXPERIMENTALES

Los carbones activados se produjeron en una mufla de calentamiento, la cual cuenta de una adaptación con seis reactores cerámicos y un sistema de distribución de gases. En cada reactor se utilizó una masa de carbón de 20.0 ± 0.0005 g, es decir que en cada ensayo se procesaron 120.0 ± 0.0030 g de carbón mineral. Las etapas de carbonización y activación se realizaron de forma consecutiva cambiando de una atmósfera inerte con N_2 a una atmósfera activante con vapor de agua respectivamente.

En la etapa de carbonización del carbón, se mantuvo una atmósfera inerte proporcionada por un flujo constante de nitrógeno comercial (99.995 - 99.996% de pureza) de 0.65 L/ min a través del sistema de distribución de gases y reactores cerámicos descrito en el Anexo 1. Previo al inicio del calentamiento de la mufla, se realizó una purga durante 10 min con nitrógeno con el fin de expulsar el aire de la tubería de los reactores y del volumen de la mufla para evitar la combustión de las muestras de carbón. Además, cada reactor fue provisto de una tapa de crisol para evitar posibles entradas de oxígeno del aire externo a los reactores.

En los ensayos cuyas temperaturas fueron 775°C y 700°C en la etapa de activación, se mantuvo la atmósfera de nitrógeno durante 20 y 40 min adicionales respectivamente, con el fin de permitir el enfriamiento de la mufla desde la temperatura de carbonización (850°C) hasta el valor dado por el diseño experimental.

En el momento en que se alcanzó la temperatura de activación correspondiente al ensayo, se cambió el flujo de nitrógeno por un flujo constante de vapor de 27.5 L/min. El sistema de producción de vapor contó con un control de nivel de agua líquida usando un flotador mecánico en el tanque de alimentación. Todos los ensayos se realizaron siguiendo un orden aleatorio para minimizar el error.

4.5. EQUIPOS

En la Tabla 4.1 se muestran los equipos usados para el desarrollo del presente trabajo, donde se muestra la marca, referencia y sus características.

En el Anexo 1 se encuentran las imágenes de los equipos más relevantes, incluyendo los planos del sistema de distribución de gases y reactores cerámicos diseñados para esta investigación.

Tabla 4.1 Equipos usados durante el desarrollo del proyecto

EQUIPO	MARCA	REFERENCIA	CARACTERISTICAS
Molino de discos	MSI industries, inc	Massco pulverizer	Molino de discos utilizado para moler las muestras iniciales de carbón mineral
Balanza analítica	Oahus	PA214	Capacidad máx. 210g y desviación de $\pm 0,0001g$
Mufla	Industrias Terrigeno	D8	Temperatura máx. 1200 °C, peso 60 Kg, control automático programable con funciones PID, 8 rampas de calentamiento programables, 220 V

Sistema de Reactores	Diseño Propio	-	Materiales cerámica y acero Inoxidable. Resistente a altas temperaturas, una entrada y salida de gases. Capacidad máx. 120 g
Horno de secado	Memmet	BE300	Voltaje: 230V. Rango de temperatura: 30-250 °C
ASAP 2020	Micrometrics	ASAP 2020	Medidas de área superficial exacta y precisa. Integra múltiples técnicas de adsorción de gases.
AA Spectrometer	Thermo Scientific	iCE 3300 Series	Espectrómetro de absorción atómica, cuenta con atomizador individual, caja de gases
Shaker	Heidolph	Unimax 1010	Equipo de agitación indirecta con una base móvil de rpm y tiempo controlable.

4.6. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS

En total se obtuvieron 49 muestras de carbón activado a las cuales se les determinó el rendimiento másico sobre la base del peso de carbón alimentado y se les realizó una caracterización de análisis próximo y número de yodo como estimativo de la microporosidad.

La caracterización final se realizó a los carbones activados que presentaron los cinco números de yodo más bajos y más altos con el objetivo de comparar la influencia de la distribución de porosidad sobre la adsorción de oro. De igual forma esta caracterización se realizó a un carbón comercial (GRC 6X12 de la Compañía Calgon Carbon). La caracterización final se realizó a través de pruebas de adsorción de oro (con solución artificial y real) y análisis BET (Microporosidad, tamaño de poro, volumen de poro y área superficial). La nomenclatura de las muestras se organizó de la siguiente manera:

Región-Temperatura de activación- tiempo de residencia. Para los puntos centrales cada réplica se enumera del 1 al 3 en el guión final. Por ejemplo, la muestra B-775-1.5-1 se refiere al carbón de Boyacá a 775°C de temperatura de activación con 1.5 h de residencia y es la primera repetición.

4.6.1. Análisis próximo

A cada muestra de carbón se le realizó análisis próximo para conocer la pérdida de masa relacionada con el carbono fijo y la materia volátil. Estas pruebas se realizaron siguiendo las normas ASTM Standards D5832 (1998), ASTM Standards D2866, (2011), ASTM Standards D2867 (2014) que permiten determinar el contenido de materia volátil, ceniza y humedad respectivamente. El carbono fijo se calculó por diferencia.

4.6.2. Número de yodo

El número de yodo es una medida de la microporosidad de un carbón activado por lo que es una variable que puede usarse para descartar los carbones que poseen demasiados microporos y que por lo tanto, no son adecuados para la adsorción de oro (Yalcin & Arol, 2002) (Soleimani & Kaghazchi, 2008). El número de yodo es una medida de la microporosidad del carbón activado, sin embargo, no es una medida de la capacidad de adsorción de otras especies distintas a yodo puesto que puede afectarse por la presencia de volátiles adsorbidos, azufre y humedad. Estas pruebas se llevaron a cabo siguiendo la norma ASTM Standards D4607 (2006) como una medida preliminar para clasificar los carbones activados producidos y seleccionar aquellos que posean la mayor y menor cantidad de microporos y a éstos realizarles las pruebas de área superficial y de adsorción de oro.

4.6.3. Análisis de área superficial

Se realizó un análisis de área superficial con el equipo ASAP 2020 que utiliza el ajuste de la ecuación BET. A través de este análisis se determinó el área superficial de los

carbones activados, el tamaño promedio de poro, el porcentaje del área correspondiente a microporos y el volumen promedio de poro.

4.6.4. Pruebas de adsorción de oro

4.6.4.1 Pruebas de adsorción con soluciones artificiales de Au

A los carbones seleccionados se les realizaron pruebas de adsorción utilizando ocho soluciones de $\text{Au}(\text{CN})_2$ con concentraciones de 5, 10, 15, 25, 35, 50, 75 y 100 ppm. Las pruebas consistieron en adicionar 50 mL de la solución artificial de $\text{Au}(\text{CN})_2$ en medio básico de NaOH (pH de 11.6 a 11.9) a 0.0500 g $\pm$ 1mg de carbón activado. Se mantuvo una agitación constante a 250 rpm durante 8 horas en el equipo *Shaker*, tiempo en el que se alcanzó un pseudo-equilibrio y el carbón adsorbió su carga máxima de oro. Las soluciones finales se analizaron por medio de absorción atómica en el Laboratorio de Análisis y Procesos de Ingeniería Química, (LAPIQ)². La carga final en el carbón activado X/M , mg Au/g, se calculó por medio de la ecuación (4.1)

$$X/M = \frac{(C_{sin} - C_{sfin}) * V}{M_{carbón}} \quad (4.1)$$

Donde C_{sin} y C_{sfin} representan la concentración inicial y final de Au en la solución, (mg Au/L), V el volumen de la solución (L) y $M_{carbón}$, el peso del carbón activado (g).

Los datos de X/M se graficaron contra la concentración final de Au en el equilibrio C_{eq} y se ajustaron al modelo de la isoterma de Freundlich utilizando el método de mínimos cuadrados. Con la pendiente de la línea recta se obtuvo el valor de la constante K, la cual definió la carga máxima del carbón cuando la concentración en el equilibrio alcanzó el valor de 1 ppm.

² Laboratorio de Análisis y Procesos de Ingeniería Química. Edf. 336. Universidad del Valle, Sede Meléndez Tel. (57) (2) 3212100 Ext: 7028

4.6.4.2 Pruebas de adsorción con solución real de Au

Las pruebas de adsorción con solución real se realizaron utilizando una muestra proveniente una mina de Au del corregimiento Buenos Aires del Departamento del Cauca-Colombia, la cual fue donada por el Servicio Geológico Colombiano.

En estas pruebas se utilizaron 50 mL de la solución real por cada carbón activado seleccionado en cada uno de los cinco diferentes pesos de carbón: 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 y 0.25 g $\pm$ 1 mg, con el fin de obtener datos de carga máxima de oro en equilibrio en función de la concentración en el equilibrio y ajustarlos a la isoterma de Freundlich. Al igual que en las pruebas de adsorción con solución artificial, se mantuvo una agitación constante de 250 rpm por un tiempo de 8h.

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS

Las muestras se obtuvieron de siete diferentes regiones de Colombia: Antioquia (A), Boyacá (B), Guajira (G), Cundinamarca (C), Norte de Santander (NS), Santander (S) y Valle (V). En la

Tabla 5.1 se encuentra la información correspondiente a la obtención de cada muestra de carbón.

Tabla 5.1. Información sobre la obtención de las muestras de carbón mineral

Carbón	Mina	Observaciones
Antioquia	Amagá	Extraída en 05/09/2016 Suministrada por: Argos S.A.
Norte de Santander	La Florida	Extraída en 01/06/2000 Suministrada por: SGC
Santander	Mina El Destape Vereda Taguales Bajo, Municipio San Vicente de Chucurí	Extraída 19/09/2015 Suministrada por: SGC
Boyacá	-	Extraída en 2016 Suministrada por: GCTC
Valle	La Calima	Extraída en 08/08/2016 Suministrada por: Smurfit Kappa
Cundinamarca	Mina la Camila, Municipio de Nazareth	Extraída en 30/10/2012 Suministrada por: SGC
Guajira	K60, El Cerrejón manto 3.	Extraída en 2008 Suministrada por: GCTC

Todas las muestras se recibieron en diferentes granulometrías. Las muestras Boyacá, Valle, Antioquia y Cundinamarca se trituraron inicialmente en un molino de mandíbulas y posteriormente en realizó la molienda en un molino de discos.

5.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ORIGINALES

5.2.1. Análisis próximo

Los resultados del análisis próximo de los carbones originales se muestran en la

Tabla 5.2. De acuerdo a la

Tabla 5.2 los carbones Valle y Guajira presentan los más altos contenidos de ceniza (cerca al 30%). La materia mineral sometida a las condiciones de operación para la obtención de carbón activado usualmente no produce porosidad en el carbón. Pleysier et al. (2008) mostró que el complejo cianurado de oro se adsorbe sobre las imperfecciones formadas entre las capas formadas por enlaces entre carbonos, por lo que se esperaba que los carbones activados obtenidos de los muestras Valle y Guajira tendrían baja adsorción de oro.

Tabla 5.2. Análisis próximo de carbones originales, % base húmeda (% bh)

Carbón	Humedad, %	Materia volátil, %	Ceniza, %	Carbono fijo, %*
Antioquia	8.32	41.58	9.67	40.43
Boyacá	1.89	36.19	17.76	44.16
Cundinamarca	3.95	39.64	4.08	52.33
Guajira	5.14	28.93	26.53	39.40
Norte de Santander	1.14	33.8	4.53	60.53
Santander	2.42	40.78	11.96	44.84
Valle	1.19	36.12	28.17	34.51

*calculado por diferencia

Por otro lado, el contenido de materia volátil se encontró en el rango 29-42%, presentando el carbón Antioquia el mayor valor, mientras que el carbón Guajira

presentó el menor valor. En el caso del carbón fijo se encontraron valores en el rango 34-60%, lo cual indica que existen diferencias en el grado de carbonización de los carbones escogidos.

De acuerdo con Calgon Carbon Corporation (1995) los valores de carbón fijo y materia volátil son indicadores del desarrollo de la matriz porosa inicial del carbón activado, ya que en el proceso de carbonización en atmósfera inerte la materia volátil se libera formando una superficie interna que posteriormente reacciona con el agente activante durante la etapa de activación, por lo que carbones con bajos contenidos de materia volátil podrían desarrollar carbones activados con baja área superficial, asociado a una menor área formada durante la carbonización, mientras que los carbones que posean alta materia volátil podrían desarrollar alta área superficial.

El porcentaje de humedad es un valor que resulta relevante en términos del rendimiento ya que durante la etapa de carbonización se alcanzan altas temperaturas (850°C), por lo que el agua presente se evapora fácilmente antes de alcanzar dicha temperatura, sin interferir en el desarrollo de porosidad del carbón activado. En el carbón mineral el contenido de humedad suele ser menor al 10% como es el caso de los valores presentados en la Tabla 5.2. y la temperatura de desvolatilización es muy superior a la de evaporación del agua, razones por las que no se consideró el contenido de humedad como un factor en el análisis del diseño factorial.

5.2.2. Rango del carbón

Con el análisis próximo de los carbones se clasifican los carbones de acuerdo al rango, que es una medida del grado de carbonización del carbón. Esta clasificación se realiza con la norma ASTM Standards D388 (2015). En la Tabla 5.3 se presenta la clasificación de los carbones por rango.

Tabla 5.3. Clasificación del carbón mineral por rango.

Carbón	Materia volátil, %*	Carbono fijo, %	Poder calorífico, (BTU/lb)	Rango
Antioquia	50.70	49.30	11648	Bituminoso, alto en volátiles C
Boyacá	45.04	54.96	12076	Bituminoso, alto en volátiles C
Cundinamarca	43.10	56.90	13816	Bituminoso, alto en volátiles B
Guajira	42.34	57.66	9661	Sub-bituminoso tipo B
Norte de Santander	35.83	64.17	14639	Bituminoso, alto en volátiles A
Santander	47.63	52.37	12522	Bituminoso, alto en volátiles C
Valle	51.14	48.86	10386	Sub-bituminoso tipo B

*Porcentajes en base seca libre de ceniza (bslc)

Tal como se muestra en la Tabla 5.3, los carbones originales usados son de tipo bituminoso o sub-bituminoso. Las diferencias en el rango de los carbones tienen influencia sobre propiedades de carbones activados tales como la fluidez de la matriz y la capacidad de aglomeración (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006).

De acuerdo con la clasificación por rango de la ASTM Standards (D388,2015), los carbones pertenecientes al rango Bituminoso alto en volátiles C podrían producir carbones activados aglomerados, mientras que los pertenecientes al rango sub-bituminoso B tienen una menor probabilidad de producir carbones activados aglomerados. En términos de fluidez los carbones bituminosos y sub-bituminosos presentan diferencias pequeñas entre sí por lo que la influencia de esta variable no fue estudiada en la presente investigación (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006).

5.2.3. Análisis último

Los resultados de análisis último de los carbones originales se presentan en la Tabla 5.4. Diferencias se encontraron en el contenido de carbono, el cual estuvo en el rango 52.8-80.5%.

Tabla 5.4. Análisis último de los carbones originales, % libre humedad y cenizas, (%lhc)

Carbón	C, %	H, %	N, %	O, %*	S, %
Antioquia	62.02	5.57	1.4	20.88	0.45
Boyacá	66.87	5.21	1.57	7.85	0.76
Cundinamarca	78.62	5.8	1.68	9.21	0.61
Guajira	52.80	4.42	1.14	13.76	1.36
Norte de Santander	80.58	5.5	1.57	7.18	0.65
Santander	67.03	5.45	1.52	6.7	7.34
Valle	56.64	4.99	1.06	7.93	1.21

**calculado por diferencia*

Algunos estudios (Adams, McDougall, & Hancock, 1987; Ibrado & Fuerstenau, 1992; Lagerge et al., 1999) han encontrado que el contenido de carbono tiene influencia sobre la adsorción de oro teniendo en cuenta que éste se adhiere preferiblemente sobre las imperfecciones de los microporos formados por capas de enlaces grafiticos.

El mayor contenido de azufre lo presentó el carbón Santander, por lo que durante de la etapa de carbonización éste puede generar gases de efecto invernadero en una mayor proporción que el resto de los carbones, por lo que, en caso de resultar apropiado para la producción de carbón activado para adsorción de oro, se requerirían tratamientos previos u operativos con el fin de evitar la emisión de SO_x gaseoso.

Se puede observar que el mayor contenido de oxígeno lo presentan los carbones de Antioquia y Guajira. El contenido de oxígeno se relaciona con la producción de materiales porosos. Este comportamiento se debe a que los compuestos superficiales que contienen oxígenos son muy reactivos y se consumen a altas temperaturas; razón por la cual generan espacios que le permiten al agente activante entrar y ensanchar los poros al consumir el carbono de las paredes internas del carbón (Gentzis, Hirosue, & Sakaki, 2007). Por lo anterior, los carbones activados provenientes de las regiones de Antioquia y Guajira, en teoría, pueden dar paso a matrices con mayor contenido de macroporos y mesoporos que de microporos.

Por su parte, el contenido de hidrógeno se asocia con el maceral liptinita relacionándose directamente con la liberación de materia volátil (ASTM Standards D388, 2015; Gentzis et al., 2007; Niksa, 1995) . Como se observa en la Tabla 5.4 el contenido de hidrógeno no varía más de un punto porcentual entre las diferentes muestras de carbón mineral, por lo que se espera que la desvolatilización sea similar para todas ellas.

5.2.4. Análisis químico de cenizas

La materia mineral presente en los carbones afecta los procesos de carbonización y activación. De acuerdo con Linares-Solano, Martín-Gullon, Salinas-Martínez De Lecea, & Serrano-Talavera, (2000) la materia mineral, puede generar sitios inactivos en la superficie del carbón activado, reducir la transferencia de calor o generar problemas operativos en los equipos de producción de carbón activado. A pesar de que el contenido de ceniza no contribuye directamente a la formación de porosidad u otorgamiento de capacidad de adsorción, pueden ocurrir otro tipo de transformaciones de la ceniza a altas temperaturas, tales como:

- Fusión parcial o total de las partículas de sílica o cuarzo, además pueden ocurrir interacciones químicas entre los componentes de la ceniza principalmente para formar silicatos alcalinotérreos y alcalinos.
- Fusión parcial o total de aluminosilicatos.
- Descomposición de carbonatos u otras sales inorgánicas.
- Volatilización de algunos alcalinos y metales pesados.
- Fragmentación de partículas debido al choque térmico y la rápida liberación de gases de las partículas del carbón.
- Coalescencia entre las partículas minerales.

En el proceso de combustión se utiliza la razón base/ácido de los compuestos de la ceniza para prever problemas operativos como el *fouling* y el *slagging*. Aunque en el proceso de producción de carbón activado solo se utiliza un agente oxidante

durante la etapa de activación, las cenizas pueden provocar los mismos problemas aunque se trabaje a temperaturas bajas. La relación base/ácido (B/A) se calcula mediante la ecuación (4.2) (Kreulen, 1952):

$$\frac{Base (B)}{Acido (A)} = \frac{Fe_2O_3 + CaO + MgO + Na_2O + K_2O}{SiO_2 + Al_2O_3 + TiO_2} \quad (4.2)$$

En la Tabla 5.5 se muestra el análisis de elementos mayores de las cenizas y la razón Base/Ácido de cada uno de los carbones usados. El *fouling* se refiere a la volatilización de algunos compuestos alcalinos y su posterior deposición sobre las tuberías de gas (Kreulen, 1952). Para calcular la probabilidad de que esto ocurra, se utiliza el Índice Alkali (IA) según la ecuación (4.3):

$$I.A = (Ceniza) * \frac{Na_2O * K_2O}{PCS} \quad (4.3)$$

En la ecuación (4.3) tanto la ceniza, el Na₂O, como el K₂O se utilizan en porcentaje en peso en base seca y el poder calorífico superior (PCS) en GJ/Kg

Tabla 5.5 Elementos mayores, B/A e IA de cenizas de los carbones originales

Oxido, %	Carbón						
	A	B	C	G	NS	S	V
SiO ₂	36.86	86.12	52.24	62.07	59.18	25.01	46.76
Al ₂ O ₃	30.57	25.63	25.1	24.65	29.17	8.62	23.34
Fe ₂ O ₃	8.18	2.64	8.1	6.57	6.19	61.58	5.62
CaO	12.03	0.66	5.88	0.69	0.83	0.77	2.19
MgO	1.29	< 0.10	0.97	1.26	0.29	0.31	1.29
Na ₂ O	< 0.11	3	1.52	1.05	0.3	< 0.11	0.83
K ₂ O	1	0.45	0.37	2.66	0.44	0.68	0.19
TiO ₂	1.03	0.45	1.25	1.08	1.34	0.45	3.45

P ₂ O ₅	0.055	0.512	1.735	0.116	0.088	0.142	0.079
SO ₃	8.990	0.177	3.396	1.074	0.624	1.024	3.271
V [mg/Kg]	358.503	67.219	240.869	380.910	414.519	224.065	1411.607
B/A	0.330	0.061	0.214	0.139	0.090	1.862	0.138
IA	0.396	2.181	0.240	4.380	0.098	0.324	1.189

Winter, Lackner, & Agarwal, (2010) encontraron que cuando el índice álcali es menor a 0.17 kg/GJ el proceso de *fouling* probablemente puede ocurrir, mientras que cuando los valores son superiores a 0.34 kg/GJ, el proceso de *fouling* se lleva a cabo.

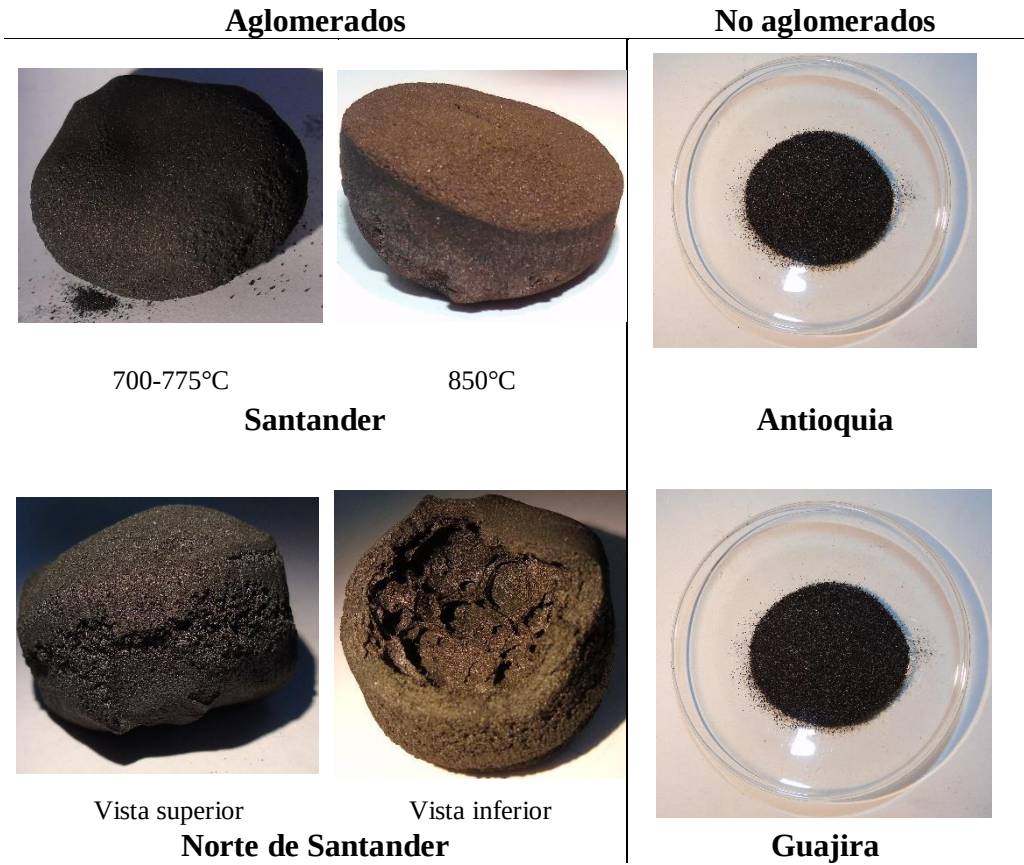
5.3. CARACTERIZACIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS

5.3.1 Caracterización Visual

En la caracterización visual inicial que se presenta en la Figura 5.1 se observó que los carbones activados Cundinamarca, Guajira y Antioquia no se aglomeraron, mientras que los carbones activados de las otras regiones se aglomeraron al usar todas las temperaturas de operación. Se presentaron tres tipos de aglomeración en los carbones, la aglomeración débil hace referencia a partículas de carbón activado unidas entre sí de tal forma que con un pequeño esfuerzo, como es el caso del tacto, se separan. La aglomeración fuerte se refiere a carbones activados cuyas partículas se encontraron adheridas entre sí de forma que se requería un esfuerzo grande, como el golpe de un mortero de tungsteno para separar las partículas. En el caso de los carbones aglomerados fuertemente, se requirió de una molienda posterior en un molino de anillos con el fin de adecuar todas las muestras a un mismo tamaño de partícula.

Los carbones activados de Boyacá (obtenidos a las temperaturas usadas) y Santander (700 y 775°C) presentaron una aglomeración débil. Por su parte, los carbones activados

del Valle (en todas las temperaturas) y Santander (850°C) presentaron fuerte aglomeración. Los carbones activados de Norte de Santander presentaron un comportamiento particular en comparación con los demás carbones activados, dado que se observó que para todas las condiciones utilizadas del diseño experimental se produjeron carbones formados por capas duras y filosas, cuyas partículas se encontraban fundidas entre sí formando una cáscara cóncava con un mayor volumen que el resto de los carbones. En la Figura 5.1 se muestran las fotografías de las morfologías de los carbones activados obtenidos de diferentes regiones, en las cuales se pueden observar las diferentes aglomeraciones mencionadas.





Boyacá



Valle



Cundinamarca

Figura 5.1 Fotografías de carbones activados. Aglomerados y sin aglomeración.

Las diferencias observadas en los carbones pueden relacionarse con las propiedades elásticas del carbón mineral tales como el índice de hinchamiento y aglomeración, el cual se utiliza para estudiar el comportamiento del carbón al calentarse. Los carbones con alto índice de hinchamiento indican que las partículas del carbón se expanden para formar carbonizados porosos de bajo peso, es decir, con una mayor liberación de materia volátil (Stid & Castro, 2011). El comportamiento observado y la definición del índice de hinchamiento y aglomeración sugieren una relación entre ellos, aunque en este proyecto no fue estudiada dicha propiedad.

5.3.2 Análisis próximo

A través del análisis próximo se estableció el contenido de humedad, carbón fijo, materia volátil y ceniza de los carbones activados producidos.

En la Figura 5.2 para cada carbón se reportan el análisis próximo, en base seca, a las temperaturas de 700 y 850°C.

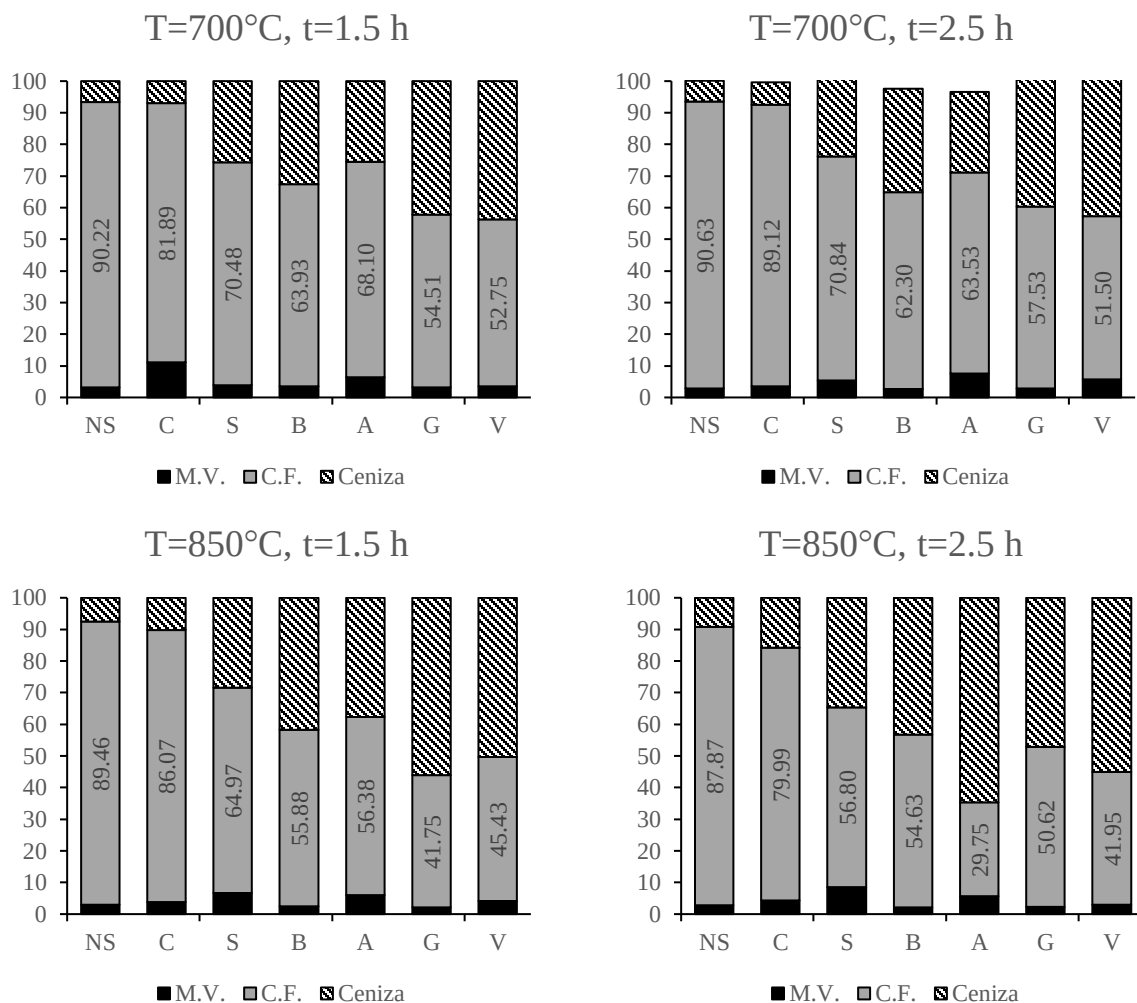


Figura 5.2 Análisis próximo de los carbones activados producidos (puntos de diseño)

Se observó que, en general para todos los carbones activados y condiciones de operación, el contenido de materia volátil no mostró diferencias. El contenido de materia volátil varió entre 3 y 12% de manera global y de hasta cuatro puntos porcentuales para cada carbón activado. Estos resultados indican que la desvolatilización de los carbones minerales fue efectiva ya que se logró reducir en más del 90% el contenido inicial de materia volátil.

Como se mencionó en la sección 5.2.3, este proceso se relaciona con el contenido de hidrógeno, cuyos valores no varían en más de un punto porcentual para los diferentes carbones, razón por la cual no se presentan diferencias importantes en el contenido de materia volátil de los carbones activados producidos.

Por otro lado, se observó que el mayor contenido de carbón fijo y el menor contenido de cenizas lo presentaron los carbones C y NS. Para el carbón activado NS, el cambio en el contenido de cenizas al aumentar la temperatura desde 700 hasta 850 °C fue de 2%, mientras que para el carbón C la diferencia fue de 5%. Estas diferencias pueden estar relacionadas con las diferencias en su reactividad, la cual a su vez se relaciona con el contenido de carbón fijo inicial: 60.53% para NS, el cual es mayor que el de Cundinamarca (52.33%) lo que indica una mayor carbonización durante su formación (Calgon Carbon Corporation, 1995). De acuerdo con la Tabla 5.2 los carbones activados producidos a partir de los carbones NS y C deberían poseer mayores sitios formados por enlaces de carbono que los carbones activados producidos de los otros carbones. Sin embargo, solo basándose en esta información, no se puede establecer un comportamiento de la distribución de la porosidad que se desarrolló durante la activación del carbón.

En general para todos los carbones activados, el contenido de cenizas se incrementó con el incremento de la temperatura para cada carbón activado. Lo anterior se relaciona con la mayor liberación de materia volátil y el consumo de carbón fijo por acción del agente activante.

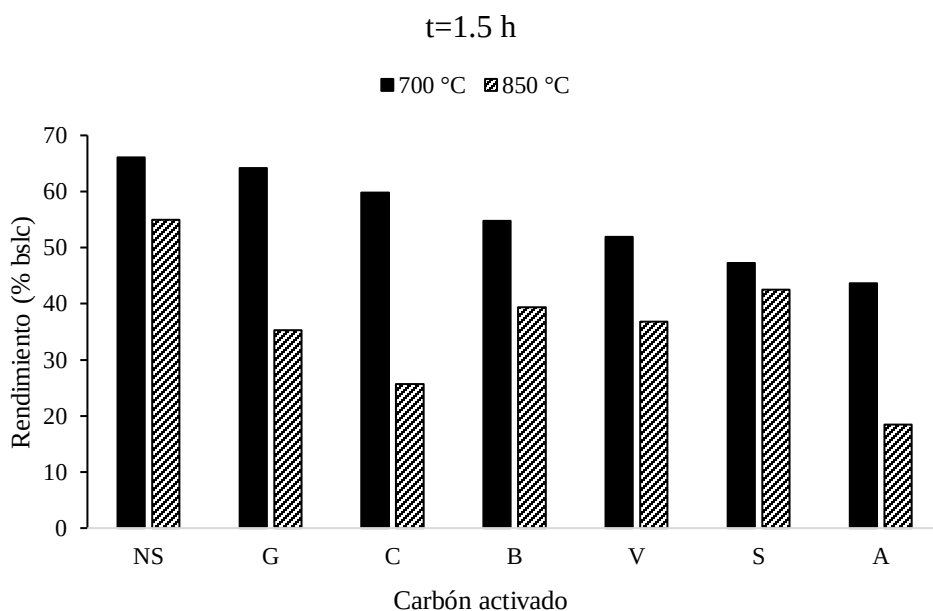
Los mayores valores de cenizas los presentaron los carbones activados V y G a la temperatura de 850°C. Cabe mencionar que estos dos carbones son los que poseen el mayor contenido de ceniza en su forma original (valores cercanos a 30%).

En el Anexo 2 se encuentran los valores de análisis próximos de todos los carbones activados, incluyendo los puntos centrales del diseño experimental.

5.3.3 Rendimiento

El rendimiento es una variable importante en términos de productividad, define el tamaño de los equipos e insumos para la producción industrial del carbón activado, y también especifica los costos operativos y de capital. El rendimiento se definió en base seca libre de cenizas (bslc) ya que, se asumió, que la ceniza no reaccionó durante el proceso de activación. Excluir el valor de ceniza de los cálculos permite obtener una visión clara de la pérdida de peso en términos de materia orgánica durante la producción de carbón activado.

En la Figura 5.3 se presentan los rendimientos de carbones activados obtenidos a las temperaturas de 700 y 850 °C y tiempos de residencia de 1.5 y 2.5 h.



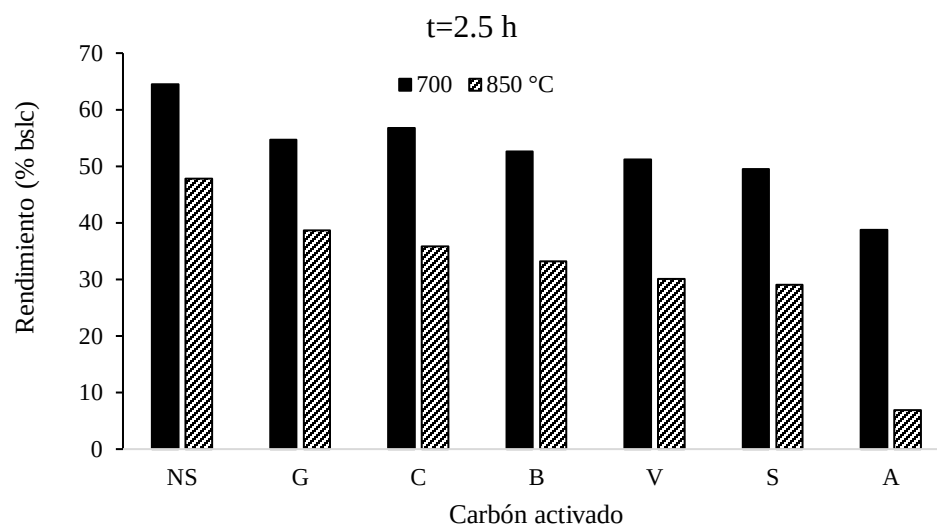


Figura 5.3 Rendimiento de carbones activados

Se observa que, en general para los dos tiempos de residencia, los carbones activados presentan una disminución de su rendimiento al aumentar la temperatura. Los valores de rendimiento se encontraron entre 12 y 65% aproximadamente. El mayor rendimiento lo presentó el carbón activado NS a 700°C de temperatura de activación, lo cual puede explicarse por la baja interacción que posiblemente se dio entre el carbón fijo y el vapor de agua, dado que este carbón NS, por ser el de mayor rango, presenta la menor reactividad. El carbón A presentó los menores valores de rendimiento usando todas las condiciones de operación, ya que como se mencionó anteriormente, este carbón tiene el porcentaje de oxígeno más alto y sus grupos funcionales en la superficie reaccionan más rápidamente con el agente activante (Ibrado & Fuerstenau, 1992), permitiendo una mayor pérdida de peso asociada con el consumo de carbón fijo .

5.3.4 Número de yodo

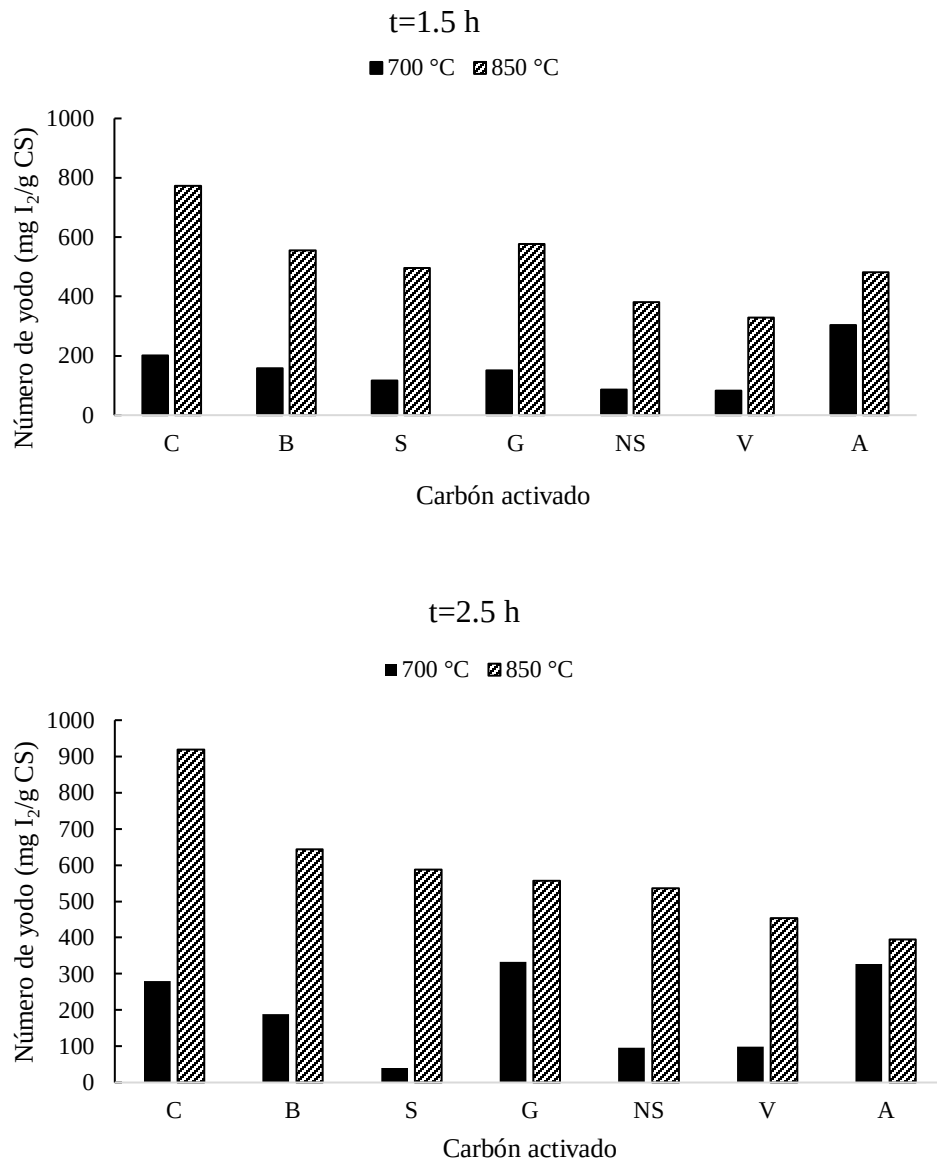


Figura 5.4 Número de yodo de los carbones activados (puntos del diseño experimental)

En la Figura 5.4 **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se presentan los valores del número de yodo para las corridas correspondientes a las dos temperaturas y dos tiempos de residencia usados en los 4 puntos del diseño experimental.

Los valores de número de yodo obtenidos para todos los carbones y condiciones de operación se presentan en el Anexo 3. El número de yodo obtenido para las diferentes condiciones de operación y tipos de carbón estuvo en el rango 40-910 mg I₂/g. La amplitud de este rango obtenido establece que las características iniciales de los carbones, bajo las mismas condiciones de activación, producen diferentes morfologías representados por los cambiantes valores de número de yodo.

Se observa que el número de yodo se incrementó a la mayor temperatura y tiempo de residencia. Kiel, Sahaglan, & Sundstrom, 1975 encontraron tendencias similares a los encontrados en este trabajo, y concluyeron que al aumentar la temperatura de activación se incrementa la cinética de reacción entre el carbón fijo y el vapor de agua. Además, se disminuye el efecto inhibitor de las moléculas de CO y H₂ que se producen en la reacción que tienden a evitar la entrada del agente activante a la porosidad que se va formando (Uribe et al., 2013).

Los mayores números de yodo se encontraron al usar el carbón C a 850°C (919 y 773 mg I₂/g). Sin embargo, a pesar de tener características similares, los carbones producidos a partir del carbón NS presentaron un máximo de número de yodo de 535 mg I₂/g. Las diferencias entre los carbones activados producidos posiblemente se relacionen con el contenido inicial de carbón fijo y de las propiedades elásticas del carbón mineral (Calgon Carbon Corporation, 1995; Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006). Los menores números de yodo se obtuvieron con el carbón V, lo cual se relaciona con el bajo contenido de carbón fijo y la alta concentración de cenizas de la muestra inicial.

Al tener en cuenta los carbones pertenecientes al rango bituminoso alto en volátiles C, los carbones activados A, B y S deberían, en teoría, producir carbones con características similares. A la mayor temperatura se produjeron carbones con números de yodo similares. Sin embargo, a la menor temperatura se observaron distintos valores de número de yodo. Esto puede relacionarse con el contenido de oxígeno de 20.88%

encontrado en el análisis último del carbón A, mientras que para los carbones B y S los valores se encuentran cercanos al 7%.

De acuerdo con Gentzis, Hirosue, & Sakaki, (2007) el oxígeno se relaciona con una mayor presencia del maceral vitrinita que en altas temperaturas se descompone más fácilmente generando un material poroso, de tal manera que para los carbones activados del carbón A se generan microporos en la temperatura 700°C, pero con la mayor temperatura, el carbón fijo de la superficie interna de los microporos se consume y genera la formación de meso y macroporos, disminuyendo el número de yodo.

Para el rango sub bituminoso B de los carbones se observó que los carbones activados del carbón V tienen menores números de yodo que los del carbón G para todas las temperaturas. Lo anterior podría deberse a que el contenido de oxígeno del carbón G (13.76%) es casi el doble que el del carbón V (7.93%) por lo que durante el tratamiento térmico de activación los compuestos superficiales de oxígeno se degradan más rápido generando una superficie interna más porosa para los carbones de Guajira.

5.3.5 Análisis estadístico y superficie de respuesta

Para estudiar el efecto de las variables estudiadas, tales como las características del carbón, la temperatura y el tiempo de residencia en la etapa de activación, se realizó un análisis de varianza con un nivel de significancia α de 0.05 (es decir, del 95% de confianza). El objetivo fue establecer la magnitud del efecto de los factores sobre las variables de respuesta número de yodo y rendimiento (bslc). Además, se buscó establecer la combinación de variables que permitan obtener un carbón activado apropiado para la adsorción de oro.

5.3.5.1 Superficie de la variable de respuesta: número de yodo

Se utilizó la estrategia de superficie de respuesta para evaluar la influencia de los factores utilizando el tipo de carbón (región) como una variable categórica. Las gráficas de residuos que comprueban los supuestos del análisis de varianza se encuentran en el

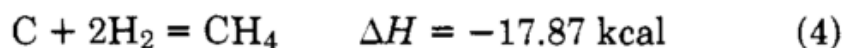
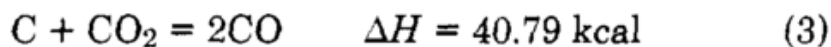
Anexo 7. En la Tabla 5.6 se muestra el análisis de varianza usando el número de yodo como variable de respuesta. El análisis se realizó utilizando el programa estadístico *Minitab 17*.

Tabla 5.6 Análisis de varianza usando número de yodo como variable de respuesta

Análisis de Varianza

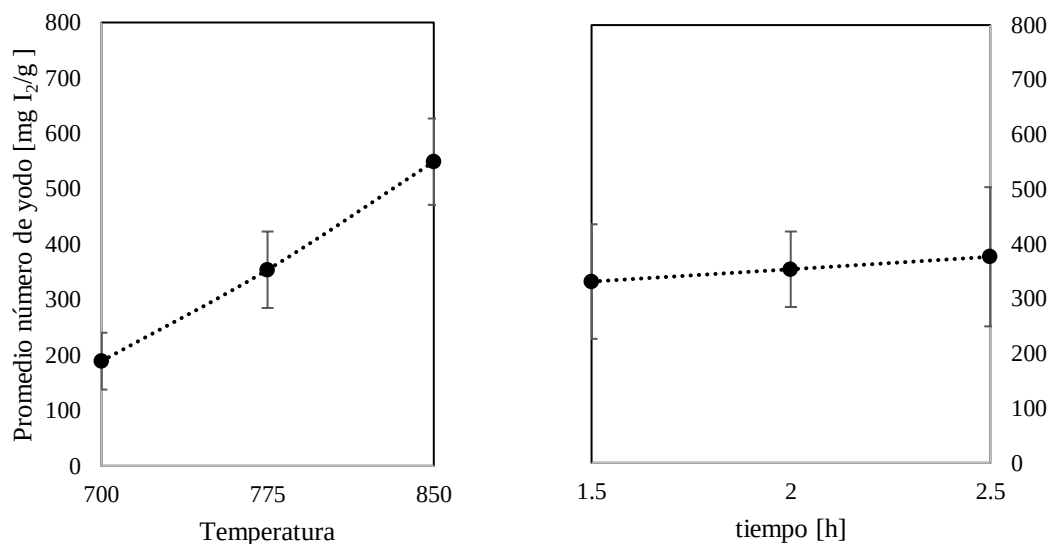
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	23	1690996	73522	19,77	0,000
Lineal	8	1212059	151507	40,74	0,000
T [°C]	1	874611	874611	235,19	0,000
t [h]	1	18878	18878	5,08	0,034
Región	6	458457	76409	20,55	0,000
Cuadrado	2	4084	2042	0,55	0,585
T [°C]*T [°C]	1	2662	2662	0,72	0,406
t [h]*t [h]	1	1787	1787	0,48	0,495
Interacción de 2 factores	13	122329	9410	2,53	0,024
T [°C]*t [h]	1	1846	1846	0,50	0,488
T [°C]*Región	6	110211	18368	4,94	0,002
t [h]*Región	6	13549	2258	0,61	0,722
Error	24	89249	3719		
Falta de ajuste	11	70457	6405	4,43	0,007
Error puro	13	18791	1445		
Total	47	1780245			

Se obtuvo que para el número de yodo los tres factores resultan significativos, al igual que la interacción entre las variables temperatura y región. En orden de importancia resulta que la temperatura es el factor más importante, seguido por la región, el tiempo de residencia y finalmente la interacción entre temperatura y región. Esto indica que si bien el precursor es importante en la producción de microporos en la estructura interna del carbón activado, ésta depende principalmente de la temperatura. Algunas de las reacciones que se involucran en la activación del carbón son (Kiel et al., 1975) :



La reacción global es de naturaleza endotérmica, razón por la cual la cinética aumenta con el aumento de temperatura (Kiel et al., 1975; Uribe et al., 2013). En el caso del tiempo de residencia la influencia es menor pero solo para el rango de valores tomados en este trabajo; por otro lado el tipo de carbón (región de procedencia) contiene una serie de variables relacionadas con las características iniciales del carbón, tales como humedad, cenizas, carbón fijo y materia volátil. Por esta razón, se realizaron gráficas de efectos fijos con el fin de estudiar la influencia de algunas de estas variables.

Las gráficas de efectos fijos se realizan tomando los promedios de los valores entre los diferentes tratamientos en cada nivel de un factor. En estas gráficas se aprecia de forma más intuitiva la magnitud de la influencia de las diferentes variables. Se tomó como variable el carbón fijo en base seca libre de cenizas dado que es la forma en la que se utiliza en la norma ASTM Standards D388, (2015) en la que se clasifica el carbón por rango. En la Figura 5.5 se pueden observar los efectos principales de las variables sobre el número de yodo.



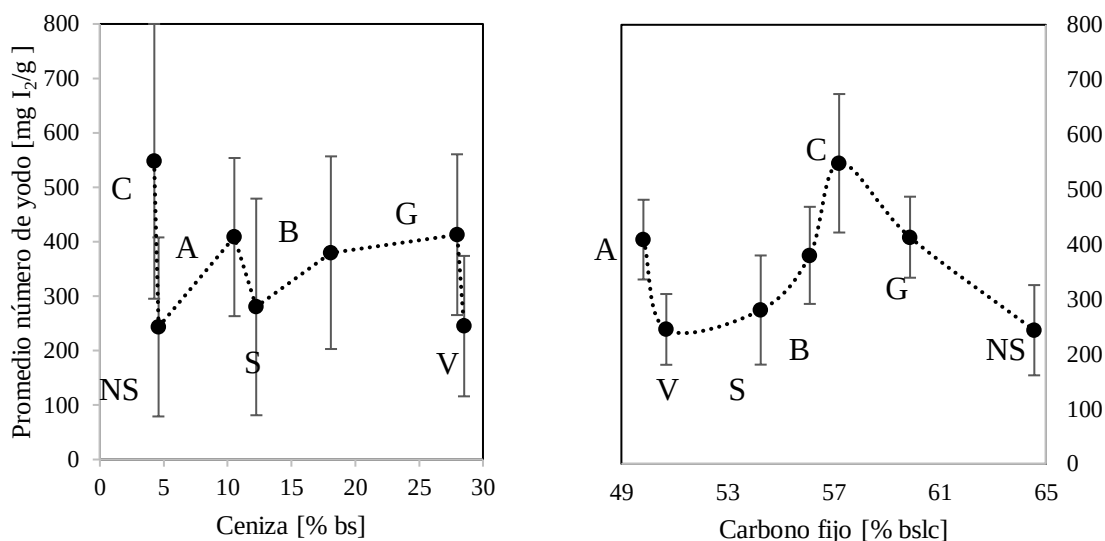


Figura 5.5 Efectos principales de las variables sobre el número de yodo. Barras de error: desviación estándar.

En la Figura 5.5 se puede observar que el efecto de incrementar la temperatura incrementa el número de yodo. El tiempo de residencia (en el rango estudiado) no establece un patrón claro dado que las barras de error se superponen, comportamiento que se repite para el contenido inicial de ceniza. El carbón fijo (% bscl) tiene un efecto positivo desde 49% hasta 57% y luego se observa una disminución del número de yodo.

El efecto inicial positivo se debe a la disponibilidad del carbón fijo para formar microporos y a la reactividad, pues el carbón sub-bituminoso (correspondiente a los porcentajes de carbón fijo más bajos) es más reactivo que el carbón bituminoso por lo que reacciona mejor con el vapor generando un mayor consumo del carbono de la superficie interna de los poros del carbón produciendo una menor cantidad de microporos, y por lo tanto, menores números de yodo.

En el caso del carbón A, éste desarrolló más microporos que los carbones de V, S y B, lo cual puede estar relacionado con un efecto de barrera de la ceniza de estos carbones que impide la entrada del vapor de agua. Se observa que el carbón V, cuyo contenido

de ceniza es 30%, tuvo los menores números de yodo. El comportamiento negativo corresponde a los carbones con mayor carbón fijo dado que para éstos, la reactividad y elasticidad son las más bajas (Gentzis et al., 2007).

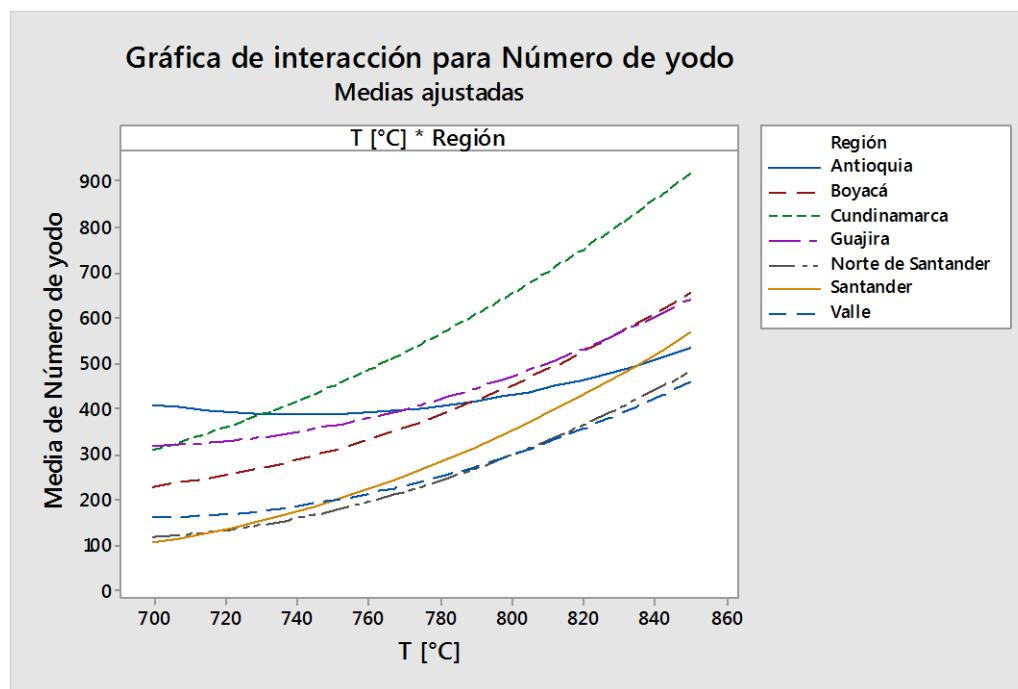


Figura 5.6 Interacción Temperatura*Región para el número de yodo

Para estudiar la interacción temperatura –tipo de carbón se utilizaron medias ajustadas. En la Figura 5.6 se presenta la gráfica de interacción. Se observó que el comportamiento es similar en todos los niveles del factor región exceptuando el carbón A por lo que se concluye que esta interacción es negativa, es decir que disminuye el valor final del número de yodo.

Al generar la superficie de respuesta (Figura 5.7) para el carbón A, se observó una superficie cóncava con un alto valor del número de yodo a la mayor temperatura y mayor tiempo de residencia. A diferencia de las superficies de respuesta de los demás carbones en las que se observa un máximo en el tiempo y temperatura más altos. La diferencia en el comportamiento de la superficie de respuesta de A se relaciona con la interacción de las variables además de la influencia del contenido inicial de oxígeno en

éste carbón, que lo hace más reactivo (Gentzis et al., 2007) a más bajas temperaturas en comparación con los demás carbones.

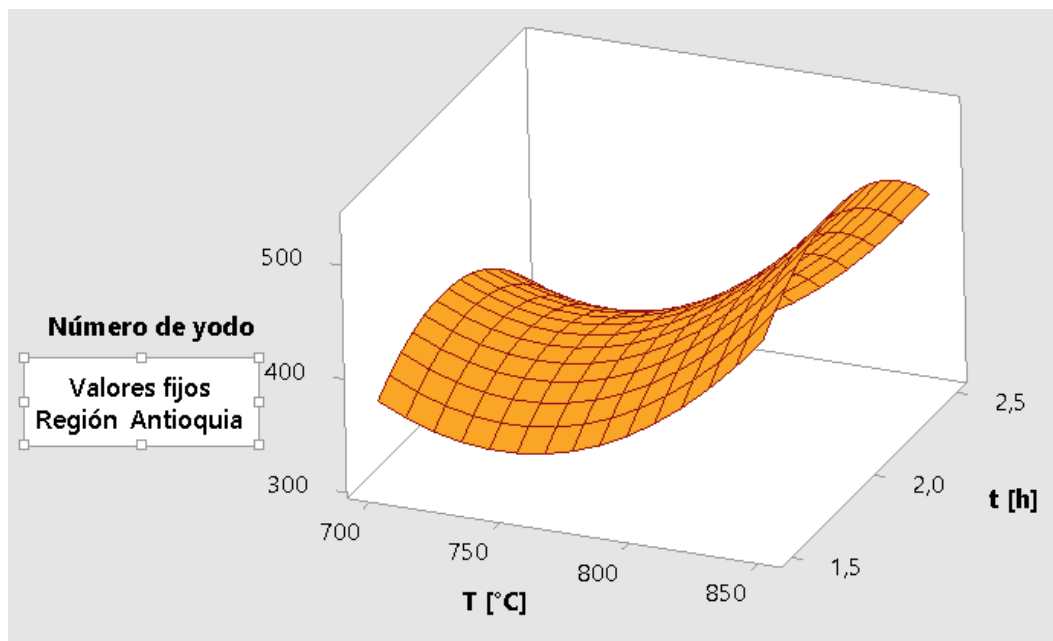


Figura 5.7 Superficie de respuesta de número de yodo para el carbón Antioquia

Las superficies de respuesta de las demás regiones se encuentran en el Anexo 5.

5.3.5.2 Superficie de respuesta de la variable: Rendimiento (% bsic)

Se realizó el análisis de varianza con el fin de averiguar el efecto de diferentes factores sobre el rendimiento de los carbones activados producidos. Este análisis también se realizó con el paquete estadístico de *Minitab 17*.

De acuerdo con la Tabla 5.6 se obtuvo que los tres factores resultan significativos, al igual que la interacción entre temperatura y región. En orden de importancia se encuentra la temperatura, la región de procedencia del carbón, el tiempo de residencia y finalmente la interacción temperatura-tipo de carbón.

Tabla 5.6 Análisis de varianza usando rendimiento como variable de respuesta

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	23	7096,43	308,54	19,89	0,000
Lineal	8	6456,72	807,09	52,03	0,000
T [°C]	1	2661,64	2661,64	171,60	0,000
t [h]	1	109,49	109,49	7,06	0,014
Región	6	3613,64	602,27	38,83	0,000
Cuadrado	2	142,47	71,24	4,59	0,020
T [°C]*T [°C]	1	5,31	5,31	0,34	0,564
t [h]*t [h]	1	22,75	22,75	1,47	0,238
Interacción de 2 factores	13	334,28	25,71	1,66	0,137
T [°C]*t [h]	1	11,59	11,59	0,75	0,396
T [°C]*Región	6	250,91	41,82	2,70	0,038
t [h]*Región	6	28,66	4,78	0,31	0,927
Error	24	372,26	15,51		
Falta de ajuste	11	246,59	22,42	2,32	0,076
Error puro	13	125,66	9,67		
Total	47	7468,69			

Al igual que para el número de yodo, la influencia de la temperatura se relaciona con la reacción entre el carbón fijo y el vapor de agua, ya que la temperatura influye directamente sobre la cinética de la reacción que es de naturaleza endotérmica. En el caso del tiempo de residencia, para los valores tomados en este trabajo no resulta tan relevante en comparación con los demás factores. El efecto de la temperatura al igual que el de la región es menor sobre el rendimiento que sobre el número de yodo, tal y como se observa en la magnitud de los valores de F reportados en la Tabla 5.6. Esto puede explicarse debido al tamaño de los poros que se forman, ya que una pequeña diferencia en el rendimiento puede relacionarse con un gran aumento en la microporosidad.

Nuevamente, se presentan los gráficos de efectos fijos o principales para establecer una comparación visual del efecto de los factores en las gráficas de la Figura 5.8, se utiliza la desviación estándar de los datos para establecer las barras de error.

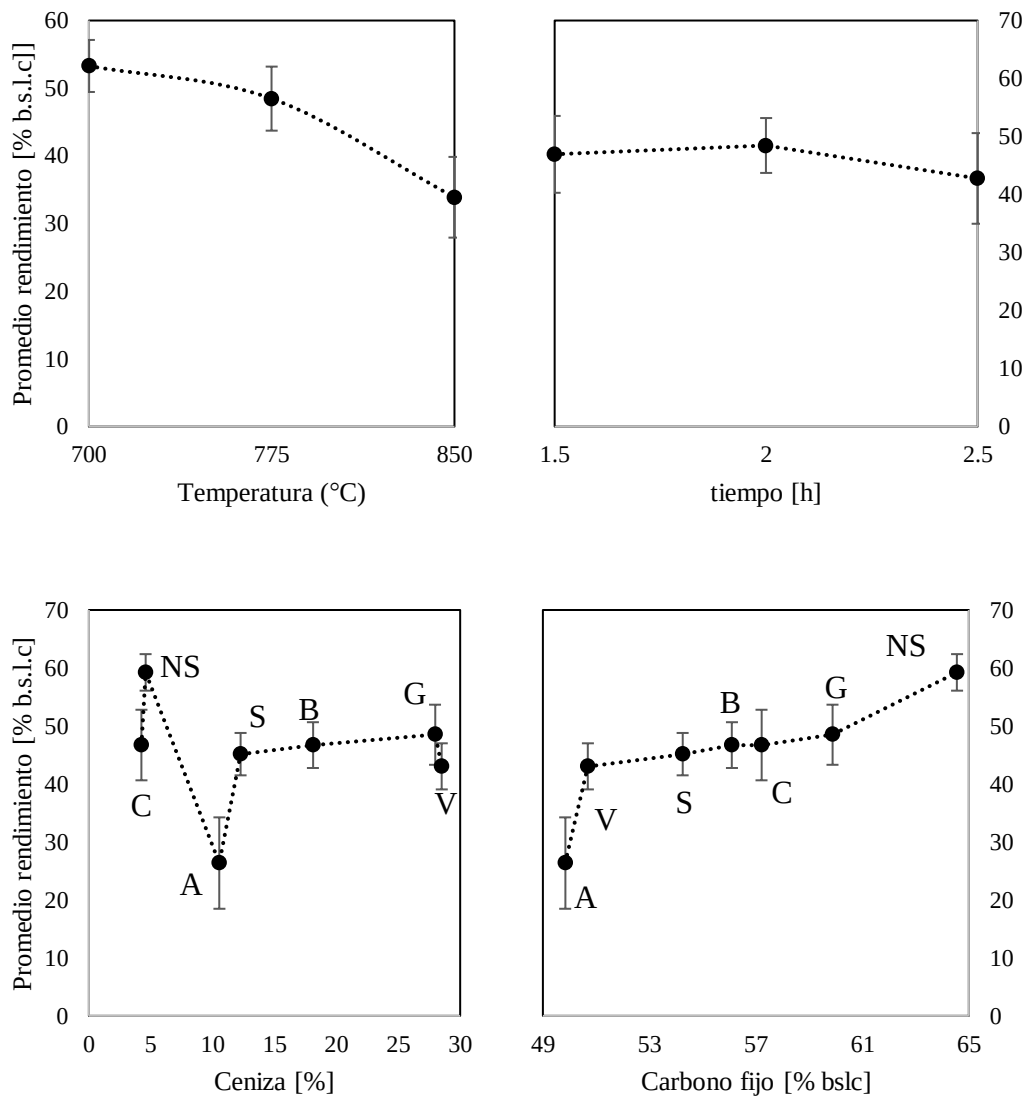


Figura 5.8 Efectos principales usando rendimiento como variable de respuesta

En la Figura 5.8 se observa que el rendimiento disminuye con el aumento de temperatura y permanece casi constante con la variación del tiempo de residencia. Al aumentar el carbón fijo también aumenta el rendimiento dado que la reactividad de los carbones disminuye con la disminución de la materia volátil, que corresponde a mayor tiempo de carbonificación o sometimiento a procesos térmicos, geológicos y químicos

durante su formación. De acuerdo con ello, el carbón NS presentó el mayor rendimiento debido a que posee la menor reactividad.

Con respecto al contenido de ceniza, en concordancia con los resultados obtenidos por Linares-Solano et al., (2000) se observó una disminución del rendimiento con el aumento de ceniza, lo cual puede relacionarse con un efecto inhibitor de la ceniza sobre la superficie del carbón impidiendo la reacción entre el carbón fijo y el agente activante. Sin embargo, este efecto es pequeño en comparación con el efecto de la temperatura y del carbón fijo.

Con el fin de estudiar la interacción entre el tipo de carbón de diferentes regiones colombianas y la temperatura sobre la media de rendimiento, se usó un gráfico de interacción como el que se muestra en la Figura 5.9.

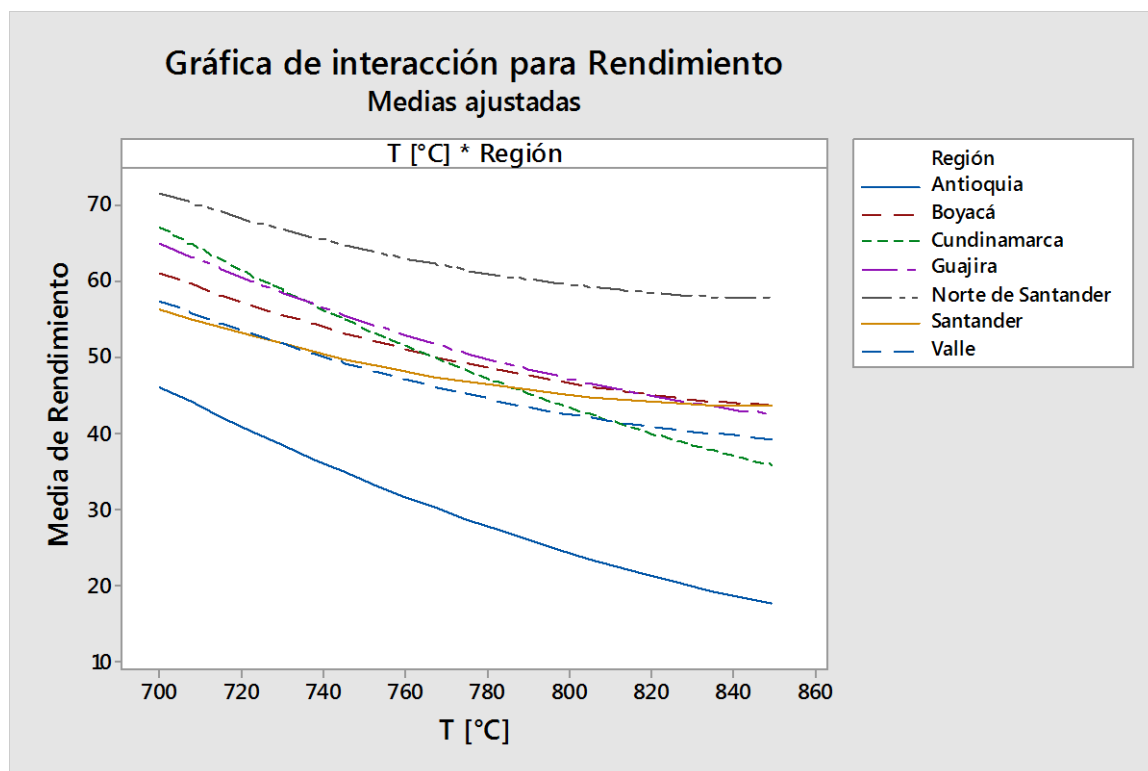


Figura 5.9 Efecto de interacción temperatura y región usando rendimiento como variable de respuesta

En la Figura 5.9 se observa la mayor disminución en el rendimiento de carbón activado para el carbón C, ya que se cruza con las líneas de las demás regiones que tienen un comportamiento similar entre sí. Sin embargo, se puede observar que la magnitud de la interacción es pequeña y negativa sobre el rendimiento del carbón C.

Al generar la superficie de respuesta para las distintas regiones se observó que el rendimiento tiene un valor máximo al usar un tiempo de residencia de 2 h y una temperatura de 700°C. Las superficies de respuesta de las demás regiones se encuentran en el Anexo 6.

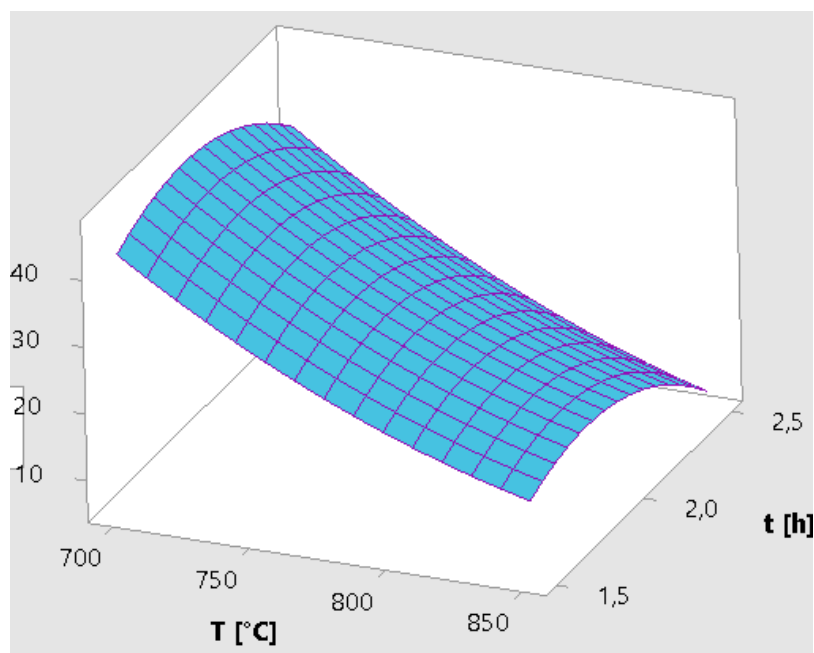


Figura 5.10 Superficie de respuesta de Antioquia, usando rendimiento (% bsic) como variable de respuesta

5.4 CARACTERIZACIÓN FINAL DE CARBONES ACTIVADOS SELECCIONADOS

5.4.1 Selección de carbones activados

Con el fin de realizar la caracterización final, 10 carbones activados se seleccionaron de acuerdo a los 5 que tuviesen los mayores y menores números de yodo. Los carbones activados que presentaron mayor número de yodo corresponden a una mayor presencia de microporos, mientras que los carbones con menor número de yodo corresponden a menor presencia de microporos. Se realizó esta selección con el fin de comparar la influencia del desarrollo de macro y mesoporos en la estructura del carbón activado sobre la adsorción de oro. Además, se caracterizó un carbón comercial GRC 22 10x12 (pasante malla 10, retenido malla 12 serie de Tyler) producido por la empresa *Calgon Carbon* con el fin de comparar los carbones activados producidos en nuestro trabajo con un carbón que se comercializa para la adsorción de oro.

En la Tabla 5.7 se presentan los carbones activado escogidos donde se observa que los mayores números de yodo corresponden a los carbones activados producidos a la mayor temperatura y los que presentan menores números de yodo, a los que se produjeron con menor temperatura.

Tabla 5.7 Muestras de carbón activado escogidos para la caracterización final

Muestras	Número de yodo [mg I ₂ /g]	Nivel
C-850-2.5	919.0	Alto Número de Yodo
C-850-1.5	773.1	
B-850-2.5	643.6	
S-850-2.5	587.8	

G-850-1.5	576.4	Bajo Número de Yodo
V-700-2.5	99.1	
NS-700-2.5	96.6	
NS-700-1.5	86.4	
V-700-1.5	82.6	
S-700-2.5	39.5	

5.4.2 Área superficial

En la Tabla 5.8 se presentan los resultados del área superficial, volumen y tamaño de microporos para las muestras de carbón activado seleccionadas de acuerdo al número de yodo. Las muestras analizadas se encuentran organizadas en orden descendente del número de yodo. También, al final de la Tabla 5.8 se presenta el análisis correspondiente al carbón comercial GRC 22 6x12 (pasante malla 6, retenido malla 12 de la serie Tyler) el cual se comercializa por la empresa *Calgon Carbon*³ para uso específico de adsorción de oro. Este carbón se elabora a partir de cuesco de coco.

Tabla 5.8 Análisis BET para los carbones activados producidos

Carbón activado	Área BET [m ² /g]	Área microporos [m ² /g]	Microporos [%]	Tamaño de poro [Å]	Volumen de poro [cm ³ /g]
C-850-2.5	773.2	369.2	47.7	36.5	0.7058
C-850-1.5	588.9	328.4	55.8	29.0	0.4265
B-850-2.5	474.9	339.3	71.5	19.9	0.2360
S-850-2.5	507.0	362.5	71.5	21.6	0.2737
G-850-1.5	427.1	363.2	85.0	20.4	0.2177
V-700-2.5	38.6	31.9	82.6	20.7	0.0199
NS-700-2.5	41.5	32.7	78.8	20.4	0.0211
NS-700-1.5	21.6	16.9	78.4	19.7	0.0106
V-700-1.5	19.3	15.2	78.7	20.1	0.0097
S-700-2.5	22.6	19.4	85.8	26.5	0.0150
GRC 22 6x12	880.2	654.0	74.3	21.5	0.4735

³ <http://www.calgoncarbon.com/>

Tal como se observa en la Tabla 5.9, en general, existe una tendencia de incremento del número de yodo con el incremento del área superficial, lo que confirma que el número de yodo es un parámetro indicador de la presencia de microporos en la muestra. Sin embargo, este parámetro no puede utilizarse para cuantificar la distribución de porosidad, debido a que el área correspondiente a microporos es similar para todos los carbones con mayores números de yodo, cuyo valor es cercano a $350 \text{ m}^2/\text{g}$.

De acuerdo con Navarro & Vargas (2010), el volumen de los poros en el carbón activado es alto cuando su valor es mayor a $0.2 \text{ cm}^3/\text{g}$ con áreas superficiales internas de entre 400 y $1500 \text{ m}^2/\text{g}$. Por lo que sólo los carbones con mayor número de yodo pueden considerarse de calidad comercial. Los carbones activados que presentaron bajo número de yodo mostraron un incremento en la porosidad, dado que la superficie específica de una esfera de carbón sin porosidad es de $0.00039 \text{ m}^2/\text{g}$. Además, a pesar de tener un área superficial pequeña, la mayor parte de la porosidad desarrollada corresponde a microporos, con porcentajes totales mayores al 78%. Estos carbones podrían tener una baja carga de oro en el carbón activado en el equilibrio debido a su reducida área superficial y presencia de microporos.

En la parte superior de la Tabla 5.8 se observa otra tendencia de incremento del área superficial con el aumento del tamaño promedio de poro y del volumen de poro. Sin embargo, existe una disminución del área superficial con el incremento del porcentaje total de microporos en el carbón activado. A excepción del comportamiento entre los carbones B-850-2.5 y S-850-2.5 éstos tienen la misma proporción de microporos y las diferencias en el área superficial es pequeña, por lo que puede deberse a errores asociados al experimento y no a un comportamiento generalizado.

Con respecto al carbón comercial, se puede observar que éste tiene mayor área superficial que todos los carbones activados producidos, con una proporción de microporos mayor al 70%. Ya que este carbón se comercializa con el propósito

específico de adsorción de oro, se espera que el valor de carga en el equilibrio sea más alto que para los carbones activados producidos en este trabajo, aunque es posible que debido a la presencia de microporos en exceso y a la granulometría del carbón, se presenten problemas difusionales desde la superficie externa del carbón hasta los microporos en la superficie interna del carbón.

De acuerdo con Navarro, Vargas, & Aguayo (2009) y Seke, Sandenbergh, & Vegter (2000), el volumen de poro apropiado para la adsorción de oro debe ser mayor a $0.4 \text{ cm}^3/\text{g}$ y con este criterio, solamente los carbones C-850-2.5, C-850-1.5 y el carbón comercial resultarían útiles para esta aplicación. Por lo anterior se esperaría que el carbón con mayor área superficial C-850-2.5 o el carbón con mayor proporción de microporos CA-850-2.5 presenten la mayor carga de oro en el equilibrio. En el caso del carbón C-850-2.5, la distribución del total del área superficial con un valor cercano al 50% de microporos indicaría que existen meso y macroporos sobre la superficie que permitirían la entrada del ión aurocianurado a la superficie interna del carbón.

Por otro lado, en el caso del carbón activado CA-850-2.5, la mayor proporción de microporos podría indicar que tiene una mayor capacidad de carga ya que sobre éstos ocurre la adsorción de oro.

5.4.3 Adsorción de oro

Las pruebas de adsorción de oro se realizaron con soluciones artificiales siguiendo la metodología descrita en la sección 4.6.4 y una solución real proveniente de la zona minera Suárez- Buenos Aires ubicada en el Departamento del Cauca-Colombia, la cual fue proporcionada por el SGC.

5.4.3.1 Adsorción de oro en soluciones artificiales en carbones activados

Los datos experimentales de carga en equilibrio en función de la concentración de oro en las soluciones en el equilibrio se graficaron para 13 carbones activados representados por doce producidos en este trabajo y el carbón comercial GRC 22. Al

realizar el ajuste de los datos experimentales (ver Anexo 7) a la isoterma de Freundlich se encontró que para los carbones activados con los cinco menores números de yodo, el valor de la constante de equilibrio es muy pequeña y la concentración en el equilibrio mostró que estos carbones adsorbieron menos del 5% del oro disponible en la solución, razón por la cual solo se muestran las isothermas obtenidas para los carbones activados de mayor número de yodo y el carbón comercial.

En general, las isothermas muestran una forma tipo II (Figura 3.1 Tipos de adsorción, clasificación IUPAC) que indica que a mayores concentraciones iniciales de la solución, el carbón activado puede presentar mayor adsorción de oro; sin embargo, en los procesos industriales difícilmente se encuentran soluciones con concentraciones mayores, razón por la cual no es aplicable utilizar soluciones de mayor concentración que 100 ppm (Fleming et al., 2011).

Yalcin & Arol, (2002) reportaron que los valores típicos de la constante de adsorción se encuentran en el rango de 23-100 mg Au/g. Generalmente se utiliza un método de determinación basado en la prueba comercial de la empresa *Calgon Carbon* (Calgon Carbon, 2016), el cual consiste en utilizar hasta diez soluciones de 100 mL con concentración constante de 100 mg Au/L (en una solución buffer de pH 10), poniendo cada una en contacto con diferentes cantidades de carbón activado (típicamente granular) por ocho horas y se utiliza absorción atómica para la determinación de oro en solución al final de este período de tiempo. Sin embargo, en este trabajo las condiciones que se utilizaron incluyeron una diversificación de las concentraciones de las soluciones y un valor más alto de pH. Por lo tanto, con el fin de establecer una comparación adecuada del valor de la constante de adsorción, se realizó la prueba de adsorción de oro con las mismas condiciones para el carbón comercial *GRC 22 6x12*.

En la Figura 5.11 se observan las curvas de adsorción en equilibrio para los carbones activados producidos con los números de yodo más alto. Las líneas punteadas corresponden a los ajustes de las isothermas de Freundlich correspondiente, ya que se

realizaron regresiones utilizando la herramienta *solver* de Microsoft Excel 2013 (licenciado).

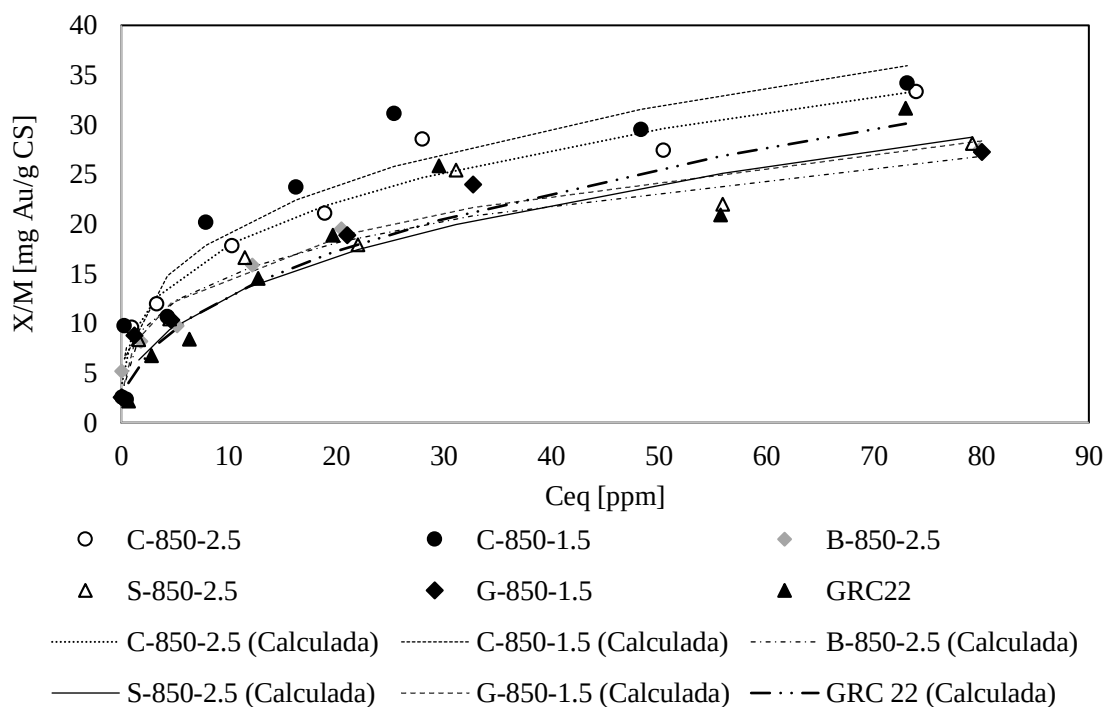


Figura 5.11 Curvas de adsorción en equilibrio ajustadas a la isoterma de Freundlich

Se observa que la curva que corresponde al carbón *GRC 22 6x12* se encuentra por debajo de las curvas obtenida para los carbones C-850-2.5 y C-850-1.5, lo cual significa que, bajo las condiciones utilizadas, estos presentaron una mayor adsorción de oro que el carbón que se comercializa para esta aplicación.

En la Tabla 5.9 se presentan los valores obtenidos las constantes de equilibrio de adsorción K (ajustados con la isoterma de Freundlich) para los carbones activados seleccionados y sus respectivos coeficientes de regresión, R^2 y de ajuste con la prueba chi cuadrado. Se observa que el factor de correlación de Pearson, entre los valores estimados y los valores reales para la carga de oro en el carbón, fue mayor a 0.9, lo cual puede considerarse un buen ajuste. Por otro lado, los valores de la prueba chi cuadrado

(entre más cercano esté su valor de 1, mayor es el ajuste de los datos con el modelo teórico) muestra que para los carbones de menor número de yodo el modelo de la isoterma de Freundlich no es aplicable, esto se debe a que, con una adsorción pequeña, los valores de la carga de oro son bajos y muy similares entre sí. Para los carbones activados con alto número de yodo se observa que para el carbón C-850-1.5 la isoterma de Freundlich no es el modelo más adecuado, lo cual es un indicador que la forma de la isoterma correspondiente es de tipo III (Figura 3.1) y no de tipo II, es decir que la adsorción ocurre en una multicapa que no alcanza un valor estable en la carga del carbón como lo describe la isoterma de Freundlich; para efectos de comparar los valores de la constante de adsorción se tomaron los valores de la isoterma ajustada de Freundlich pero para un mejor entendimiento posterior del proceso, se sugiere establecer un modelo distinto.

Tabla 5.9 Constantes de equilibrio de adsorción de Freundlich para los carbones activados producidos

Carbón activado	K, [mg Au/g]	n	Factor de correlación Pearson*	Prueba chi cuadrado*
C-850-2.5	8.733	3.2	0.985	0.9847
C-850-1.5	9.356	3.2	0.947	0.6031
B-850-2.5	7.734	3.5	0.947	0.7905
S-850-2.5	5.204	2.6	0.942	0.7596
G-850-1.5	7.601	3.3	0.989	0.9862
V-700-2.5	0.001	0.6	0.922	0.0108
NS-700-2.5	0.994	8.2	0.844	0.3893
NS-700-1.5	0.419	2.7	0.909	0.7630
V-700-1.5	0.000	0.2	0.943	0.0000
S-700-2.5	0.036	1.1	0.975	0.9911
GRC22 6x12	4.744	2.3	0.944	0.7422

*Entre los datos experimentales y los datos del ajuste a la isoterma de Freundlich

El mayor valor de K (9.356 mg Au/g) se obtuvo para el carbón C-850-1.5. En general los carbones activados con mayores números de yodo fueron los que tuvieron los valores de K más altos. Esto se debe a que esos carbones activados poseen alto contenido de microporos, los cuales son responsables de la capacidad de adsorción del carbón. Por otro lado, los carbones con menor número de yodo presentaron valores de la constante K pequeños, es decir que estos no fueron apropiados para adsorber oro presente en las soluciones.

A pesar de que carbón activado C-850-2.5 tuvo la mayor área superficial (773.17 m²/g) y el mayor número de yodo (919 mg I₂/g), este presentó un menor valor de K (8.733 mg Au/ g CS) en comparación con el carbón activado C-850-1.5. Esta diferencia comprueba que un tiempo de activación más extenso incrementa la concentración de cenizas, las cuales se distribuyen sobre la superficie interna disponible para la adsorción de oro, disminuyendo la cantidad de sitios activos (Linares-Solano et al., 2000). Además, de acuerdo con la Tabla 5.8, el carbón C-850-1.5 tiene mayor proporción de microporos (55.8%) que el carbón C-850-2.5 (47.7%), lo cual confirma que son éstos los encargados de proveer la capacidad de adsorción de oro a los carbones activados. Sin embargo, cabe resaltar que el total de área proporcionada por microporos para el carbón C-850-1.5 es la más pequeña (comparando solo los primeros cinco carbones), esto sugiere que es más importante una distribución adecuada entre los distintos tipos de poro que la cantidad de microporos para la adsorción de oro.

El carbón G-850-1.5 que presentó la mayor proporción de microporos (85%) no produjo el mayor valor de adsorción. Este comportamiento podría deberse a la dificultad de las moléculas del ión aurocianurado para acceder a la superficie interna del carbón activado, por lo que se evidencia la importancia de la presencia no sólo de microporos sino de macro y mesoporos.

Los valores de K más bajos corresponden a los carbones activados con menores números de yodo, cuya porosidad reducida impide mayores cargas de carbón a pesar de que su distribución corresponde principalmente a microporos.

Entre los carbones de menor número de yodo se destaca el valor de K del carbón NS-700-2.5 (0.994 mg Au/g). Este resultado se relaciona con el valor del área superficial, que a pesar de ser pequeña, es la más alta en comparación con los carbones activados de menor número de yodo.

En general, todos los carbones activados que presentaron altos números de yodo exhibieron mayores valores de K que el mostrado por el carbón comercial GRC 22. Esto concierne con la alta concentración de microporos y la alta área superficial del carbón comercial. El exceso de microporos causa que en el equilibrio las moléculas del ión aurocianurado que se adsorben sobre la superficie impidan la difusión de las moléculas hacia el interior de los gránulos del carbón activado (El Qada, Allen, & Walker, 2008; Gloria J. McDougall & Hancock, 1981).

5.4.3.2 Adsorción de oro presente en solución real

La solución real utilizada presentaba la siguiente concentración: Au 21 ppm, Cu 3800 ppm y CN 3000 ppm. La obtención de la muestra y su caracterización se llevó a cabo por el SGC.

A diferencia de las pruebas realizadas con soluciones artificiales de Au, el valor máximo de concentración fue 21 ppm, por lo que las curvas de adsorción no alcanzaron a tener la forma típica de las curvas de adsorción en el equilibrio.

De acuerdo con el modelo *Adsorption Isotherm Regional Analysis (ARIAN)* descrito por Abdollahi (2015) y debido a que las interacciones entre el adsorbato y el adsorbente cambian, las isothermas de adsorción se dividen en cuatro regiones, definidas por el rango de concentraciones en equilibrio obtenidas. En la Figura 5.12 se presentan esas regiones. En la región I, la adsorción obedece la Ley de Henry, en la región II ocurre

la formación de una monocapa, representada por los modelos de Langmuir o Temkin. En las regiones III y IV ocurre una adsorción en multicapa que puede representarse por el modelo de Freundlich.

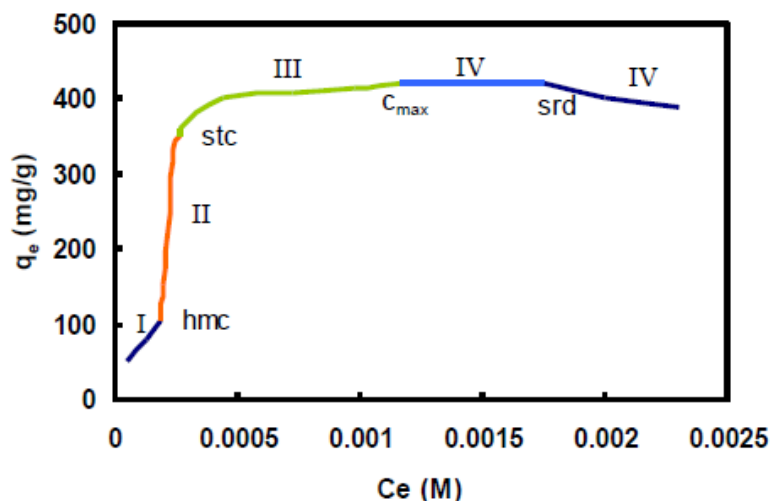


Figura 5.12 Regiones de isothermas de equilibrio de adsorción de acuerdo con el modelo ARIAN

Fuente: (Abdollahi, 2015)

En la Figura 5.13 se presentan los datos de carga de oro en el carbón versus concentración de la solución real en equilibrio. Se observa que el comportamiento de las curvas no alcanza un valor máximo, dado que la adsorción se encuentra limitada por el valor de la concentración de la solución inicial, además de la presencia en exceso de cobre (180 veces más concentrada). Por lo anterior, teniendo en cuenta la descripción dada por el modelo ARIAN, se puede decir que las curvas de adsorción utilizando la solución real solo alcanzan las regiones I y II en donde solo se forma una monocapa sobre el carbón activado. En el caso de los carbones activados de menor número de yodo, se observó una adsorción menor a 2% del oro presente en la solución utilizada, razón por la cual no se presentan las curvas obtenidas para estos carbones.

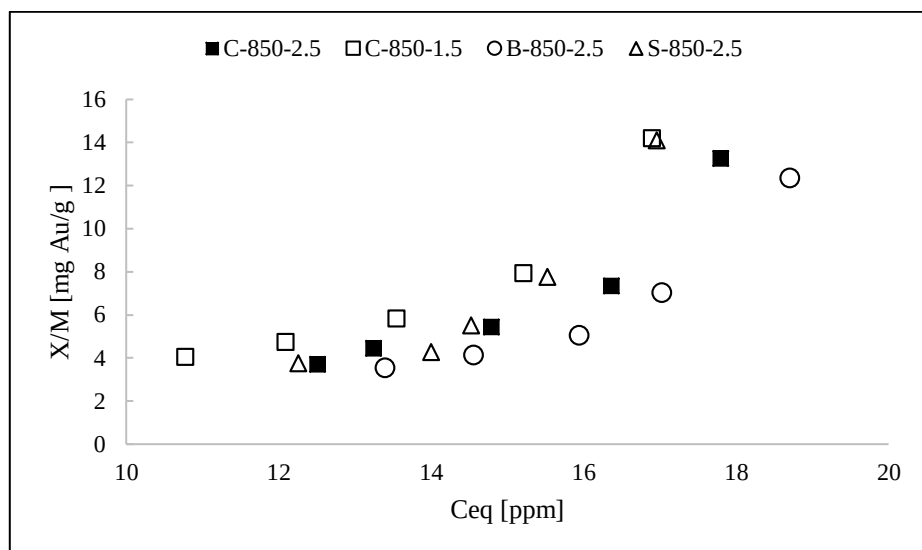


Figura 5.13 Curvas de equilibrio de adsorción de oro utilizando una solución real para los carbones activados producidos

Se realizó un ajuste de los datos presentados en la Figura 5.13 con el modelo de Langmuir en la forma linealizada, estos ajustes se presentan en la

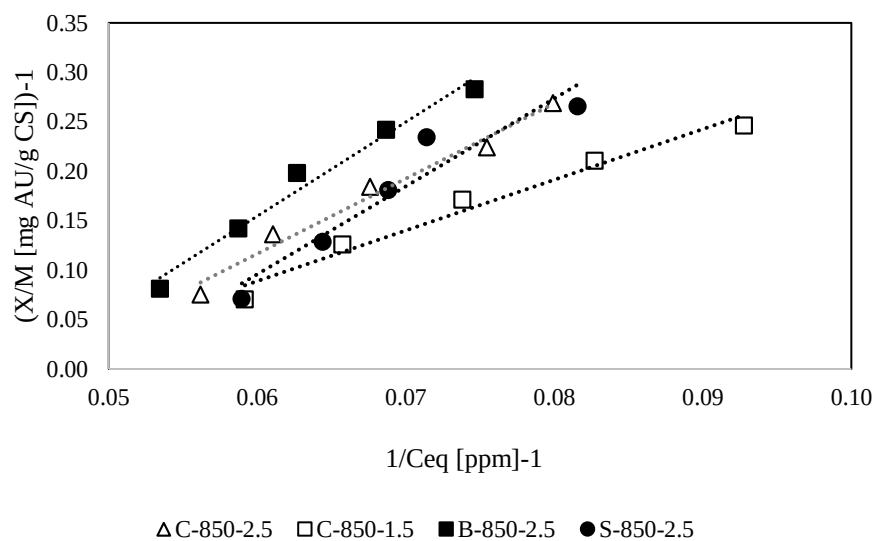


Figura 5.14 Adsorción de oro de una solución real, forma linealizada de Langmuir

Se obtuvo que el carbón C-850-1.5 presentó el mayor valor de capacidad de adsorción teniendo en cuenta que la carga del carbón es mayor que para los demás carbones. En la Figura 5.14 se observa que el inverso de la carga es mayor para el carbón C-850-1.5, lo que confirma que las pruebas realizadas con la solución artificial son un buen indicador de la capacidad de carga de los carbones activados en el equilibrio. Se puede observar también que el carbón S-850-2.5 es el que tiene el menor ajuste, lo cual puede deberse al exceso de grupos básicos sobre la superficie, los cuales están asociados con la ceniza y pueden interactuar con el cobre presente en exceso en la solución real (Bastidas, Buelvas, Márquez, & Rodríguez, 2010; C. Y. Yin et al., 2014) . En el Anexo 8 se encuentran los datos completos de las pruebas de adsorción con soluciones reales.

Con el fin de establecer una comparación entre el desempeño de los carbones, en la Figura 5.15 se muestra el porcentaje de oro adsorbido versus el peso de carbón añadido. El carbón C-850-1.5 es el que presenta el mayor porcentaje para todos los pesos de carbón, y el GRC 22 es el de menor porcentaje adsorbido. Este resultado puede deberse a la naturaleza microporosa del mismo, puesto que, al existir cobre en la solución, pueden saturar las entradas a la superficie interna del carbón impidiendo una mayor adsorción.

En general todos los carbones producidos presentan una adsorción cercana al 40% con el menor peso del carbón y cerca al 60% con el mayor peso, mientras que para el carbón comercial GRC 22 6x12 la adsorción alcanza un máximo del 42% para el mayor peso de carbón. Estos resultados permiten afirmar que los carbones activados producidos C-850-1.5, C-850-2.5, B-850-2.5 y S-850-2.5 son apropiados para usarse en procesos de adsorción de oro de soluciones cianuradas.

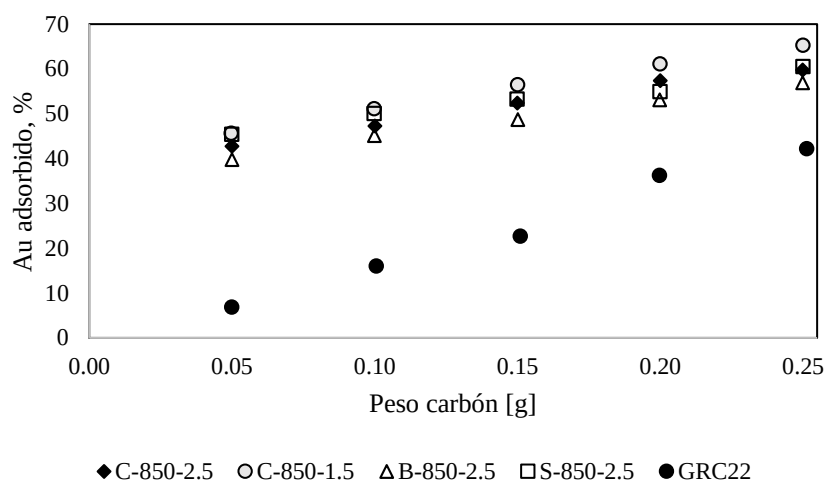


Figura 5.15 Porcentaje adsorbido para cada carga de carbón activado añadida

5.4.3.3 Pruebas adicionales: efecto del tamaño de partícula entre C-850-1.5 y GRC22

Con el fin de realizar una comparación entre el carbón C-850-1.5 y el carbón comercial GRC 22 6x12 excluyendo los fenómenos difusionales relacionados con la diferencia de tamaño de partícula entre los carbones activados, se realizaron pruebas adicionales acondicionando ambos carbones a un tamaño de partícula 10x16 (pasante malla 10, retenido malla 16) y repitiendo las pruebas con soluciones artificiales como se describen en el numeral 4.6.4.1.

El carbón C-850-1.5 fue preparado nuevamente utilizando el tamaño de partícula indicado y las condiciones de activación de 850 °C y 1.5 h de tiempo de residencia.

Con los datos de la Tabla 5.10 se realizaron ajustes a través del método de mínimos cuadrados para un ajuste no lineal utilizando la herramienta *Solver* de Microsoft Excel 2013 (licenciado).

Tabla 5.10 Adsorción artificial con los carbones C-850-1.5 y GRC 22 en tamaño de partícula 10x16

Carbón	Concentración inicial (ppm)	Concentración final (ppm)	X/M (mg Au/ g CS)
C-850-1.5 10x16	11.74	4.89	6.8
	16.60	6.7	9.9
	29.86	12.89	16.9
	43.66	26.71	17.0
	59.80	38.34	21.5
	88.65	61.36	27.3
	117.07	87.66	29.4
GRC22 10x16	5.48	1.51	4.0
	11.74	3.00	8.7
	16.60	6.33	10.3
	29.86	11.73	18.2
	43.66	24.03	19.8
	88.65	53.65	34.5
	117.07	78.04	38.5

En la Figura 5.16 se muestran los datos experimentales y las curvas ajustadas a la isoterma de Freundlich.

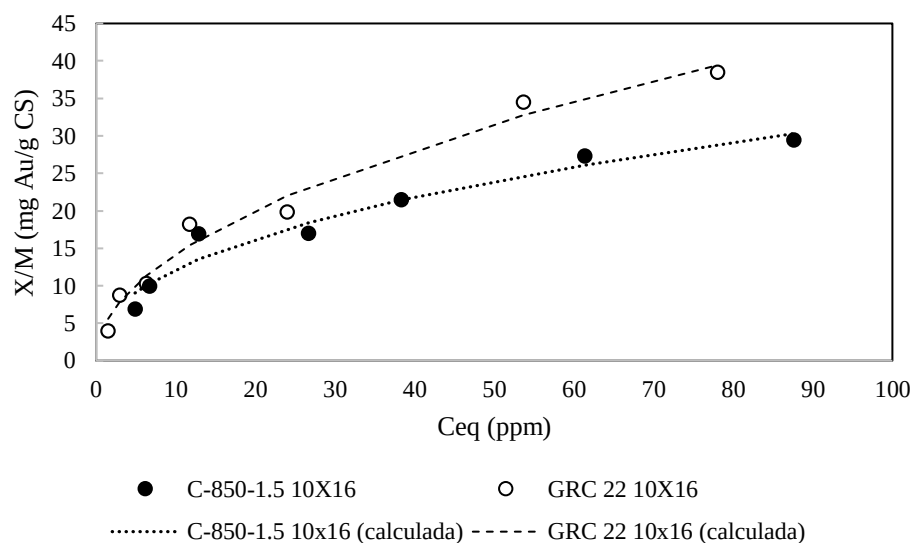


Figura 5.16 Adsorción de oro utilizando carbones activados (10x16)

En la Figura 5.16 se puede observar que la curva del carbón GRC 22 10x16 se encuentra por encima de la curva obtenida para el carbón C-850-1.5 10x16, lo cual es un comportamiento contrario al observado con las pruebas de adsorción utilizando granulometría menor (60x120). Este resultado es un indicador que la granulometría del carbón activado afecta la carga final en el equilibrio o el valor K. Los datos de los valores K de los ajustes se presentan en la Tabla 5.11.

Tabla 5.11 Datos de ajustes para las pruebas adicionales con carbón activado (10x16)

Carbón	K (mg Au/ g CS)	n	Prueba chi cuadrado	R²
C-850-1.5 10x16	4.6448	2.3851	0.9605	0.9755
GRC 22 10x16	4.5578	2.0194	0.9587	0.9864

En la Tabla 5.11 los valores de la prueba chi cuadrado demuestran que el ajuste realizado por el método de mínimos cuadrados con el modelo de isoterma de Freundlich se ajusta a los datos experimentales, es decir, que el modelo teórico representa los datos obtenidos de adsorción de oro. A pesar de que la curva del carbón GRC 22 10x16 se encuentra por encima de la curva C-850-1.5 10x16 se obtuvo un mayor valor de K para el carbón preparado en este proyecto, aunque la diferencia entre los dos carbones es pequeña. Los resultados obtenidos sugieren la necesidad de profundizar en el estudio del efecto de la granulometría sobre la capacidad de carga de oro de los carbones activados.

Con el fin de establecer las diferencias entre las superficies de los carbones que pueden influir las diferencias en la adsorción de oro se realizó una caracterización en el

Laboratorio de microscopía electrónica de barrido⁴. Se tomaron tres fotografías con tamaños 100, 10 y 5 μm a cada carbón activado.

En las imágenes del análisis SEM (Figura 5.15) obtenidas para estos carbones se puede apreciar que el carbón C-850-1.5 10x16 presenta mayor cantidad de irregularidades estructurales y menor separación entre las capas que forman los poros que para el carbón GRC 22 10x16. De acuerdo con Pleysier et al., (2008) el oro se adsorbe preferiblemente sobre las imperfecciones de la superficie formadas por capas de grafeno, por lo que al tener una estructura más cerrada es posible que para el carbón C-850-1.5 10x16 ocurra una saturación sobre la superficie externa del carbón y se desaproveche el área interna del carbón activado, mientras que para el carbón comercial los compuestos aurocianurados pueden viajar más fácilmente desde la solución hacia la estructura interna. Sin embargo, las diferencias observadas en la superficie que facilitan la entrada de los compuestos a la estructura del carbón comercial parecen compensarse con el exceso de imperfecciones en el carbón C-850-1.5 pues finalmente los valores de la constante de adsorción de Freundlich no difieren mucho entre los carbones estudiados.

⁴ Universidad del Valle, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería de Materiales Edificio 349, Primer Piso. Teléfonos: (57) (2) 321 21 00 Ext. 2808. Correo: laboratorio.microscopia@correounivalle.edu.co

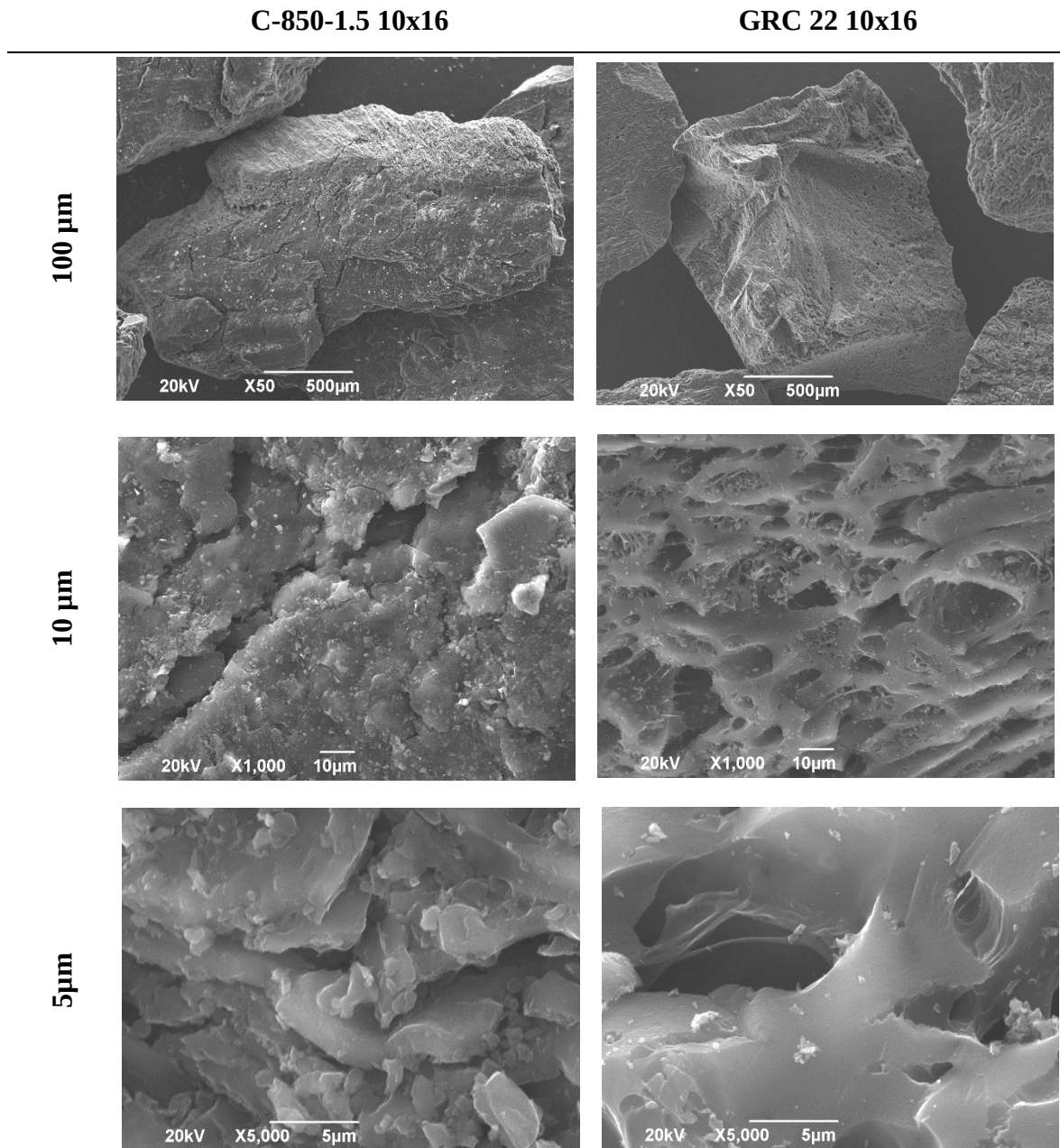


Figura 5.15 Imágenes SEM carbones 10x16 C-850-1.5 y GRC 22

5.4. Análisis SEM

Con el fin de establecer las diferencias entre las superficies de los carbones que pueden influir las diferencias en la adsorción de oro se realizó una caracterización en el Laboratorio de microscopía electrónica de barrido⁵. Se tomaron tres fotografías con tamaños 100, 10 y 5 μm a cada carbón activado. Cabe aclarar que con estos valores no es posible observar la distribución de porosidad ya que un microporo se encuentra en el rango de 2 nanómetros.

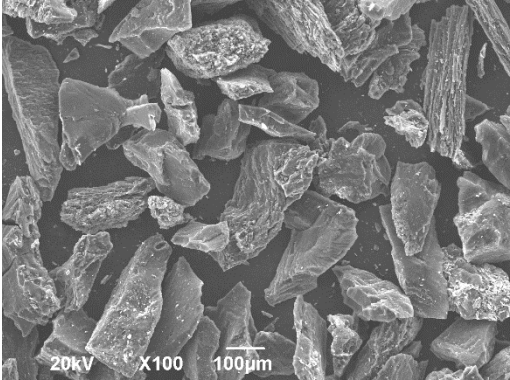
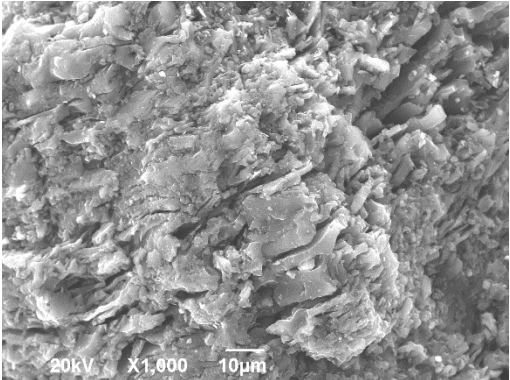
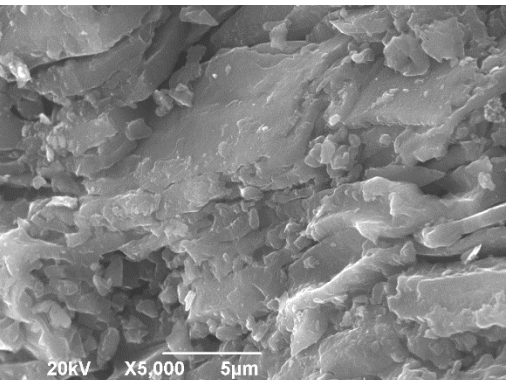
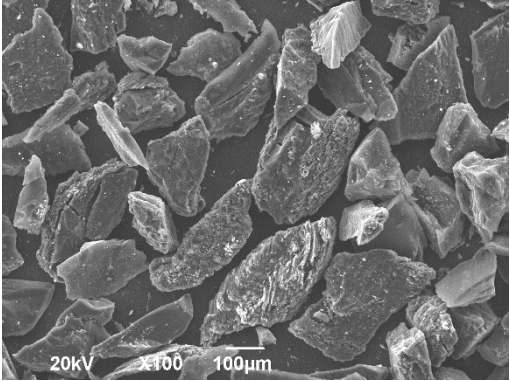
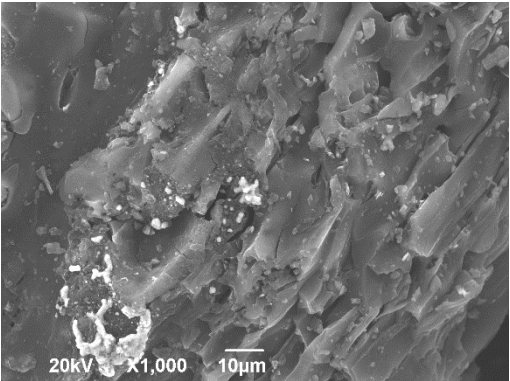
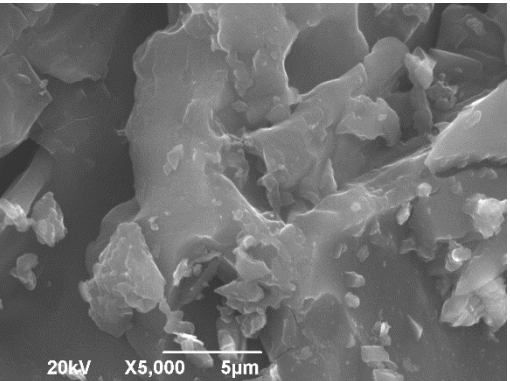
En la se Tabla 5.12 se presentan las imágenes obtenidas para los carbones C-850-1.5, C-850-2.5, G-850-2.5, B-850-2.5 y V-700-1.5. No se tomaron imágenes de los demás carbones debido a su baja adsorción de oro. Se observa que para el carbón C-850-1.5 en las tres imágenes existe una textura más irregular que para los demás carbones. Se observa que la porosidad disminuye en las imágenes y para el carbón V-700-1.5 se observa una estructura prácticamente plana a 5 μm , lo que indica un bajo desarrollo de porosidad durante el proceso de activación.

Entre los carbones C-850-1.5 y C-850-2.5 a 5 μm se observa que el tiempo de residencia más extenso genera un mayor consumo de las paredes irregulares del carbón, provocando que la superficie tenga menos espacios disponibles para la adsorción y una mayor distancia entre una capa de grafeno y otra, es decir, que se comprueba que al aumentar el tiempo de residencia se genera un efecto negativo sobre el desarrollo de la porosidad.

⁵ Uniersidad del Valle, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería de Materiales Edificio 349, Primer Piso. Teléfonos: (57) (2) 321 21 00 Ext. 2808. Correo: laboratorio.microscopia@correounivalle.edu.co

A pesar de que el carbón C-850-2.5 tiene un mayor número de yodo y por lo tanto, un mayor número de microporos, éstos parecen encontrarse en la superficie interna del carbón mientras que para el carbón C-850-1.5 éstos se encuentran sobre la superficie externa, por lo que, en términos de adsorción de oro, éste último tiene un mejor desempeño ya que se reducen las limitaciones difusionales de los complejos de oro.

Tabla 5.12 Imágenes SEM de carbones activados

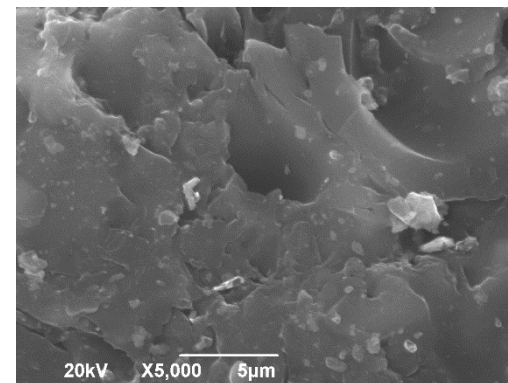
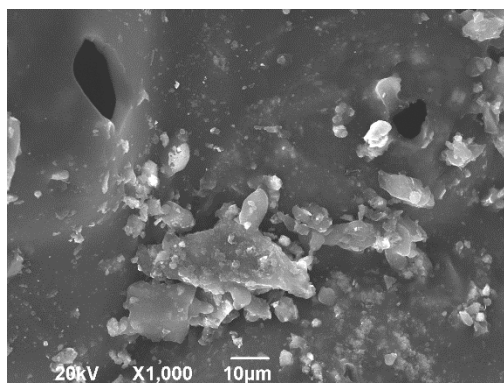
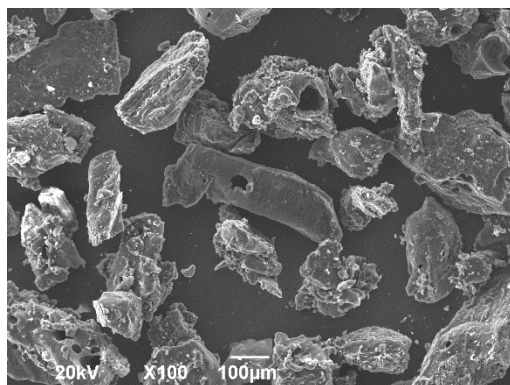
	100 μm	10 μm	5 μm
C-850-1.5			
C-850-2.5			

100 μm

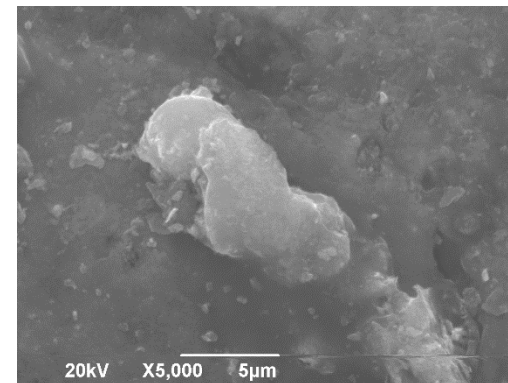
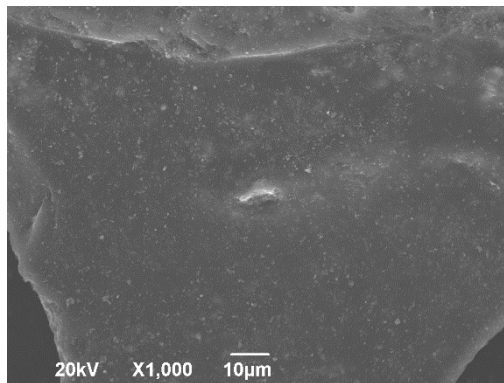
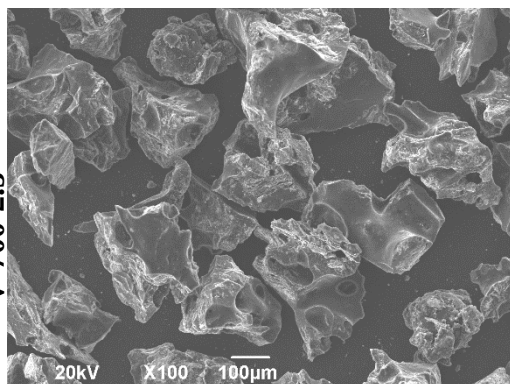
10 μm

5 μm

B-850-2.5



V-700-2.5



6. CONCLUSIONES

Las conclusiones del presente trabajo de investigación son las siguientes:

- Fue posible producir carbones activados a partir de carbón mineral colombiano que puede aplicarse a procesos de adsorción de oro, ya que sus características son comparables con el carbón activado comercial.
- La caracterización del carbón precursor para la producción del carbón activado es importante puesto que permite inferir el comportamiento del mismo durante las distintas etapas de la activación física. Un componente determinante en la etapa de activación es el contenido de oxígeno puesto que influye sobre el consumo de carbón fijo de la superficie del carbón mineral haciendo que el proceso de activación y en consecuencia, la formación de la porosidad, ocurra más rápidamente.
- El contenido de carbono fijo determinó la reactividad del carbón, por lo que esta variable puede relacionarse con la magnitud de la interacción de la superficie del carbón mineral con el agente activante y el consumo del mismo durante la etapa de activación.
- Aunque las cenizas no contribuyeron a la formación de una superficie apropiada para la adsorción de oro, su presencia afectó de forma negativa el desarrollo de la misma al formar sitios inactivos o generar gases que pueden depositarse en las tuberías de los equipos utilizados en el proceso de producción de carbón activado.
- Al utilizar el número de yodo como una variable de pre-selección de carbón activado de acuerdo a su magnitud se logró establecer una predicción acerca de la capacidad de adsorción de los carbones. Sin embargo, es necesario realizar pruebas directamente relacionadas con la adsorción de oro con el fin de cuantificar adecuadamente la capacidad de adsorción de los mismos.

- Se comprobó que el mayor número de yodo no está relacionado con la máxima capacidad de adsorción dado que no es posible establecer la distribución de la porosidad a partir de esta variable. El número de yodo correspondiente al carbón con mayor capacidad de adsorción C-850-1.5 fue de 775 mg I₂/ g CS.
- La variable de proceso más importante en la activación, en términos del número de yodo fue la temperatura de activación, ya que afectó directamente la constante cinética de las reacciones involucradas entre la superficie del carbón y el agente activante (vapor de agua). Por su parte, el tiempo de residencia afectó principalmente el rendimiento del proceso, por lo que fue importante que ambas variables de respuesta se relacionaron para hacer el proceso técnica y económicamente viable.
- Se encontró que el tiempo de activación adecuado corresponde a 2 h, mientras que la temperatura debería ser de 850°C ya que, con estos valores, se maximizan tanto el número de yodo como el rendimiento
- La capacidad máxima de adsorción de oro se relacionó con la distribución de micro, meso y macroporos. Un exceso de microporos dificultó la difusión de las moléculas aurocianuradas desde la superficie hacia los poros internos, por lo que aunque los microporos suelen proveer mayor área superficial y mayores sitios activos, fue necesario la presencia de mesoporos y macroporos para aumentar la capacidad de adsorción de oro de los carbones activados.
- El carbón activado con mayor capacidad de adsorción fue el C-850-1.5 con un valor de K (constante de equilibrio de adsorción de la isoterma de Freundlich) de 9.356 mg Au/g CS. Aunque este valor no es comparable con los valores reportados para carbones activados comerciales (23-100 mg Au/g CS) éste puede estar relacionado con las condiciones utilizadas puesto que en comparación el carbón comercial GRC 22 6x12 estudiado bajo las mismas condiciones, el valor de K es casi el doble.

- El tamaño de partícula del carbón tiene una influencia sobre la capacidad de adsorción de los carbones activados. Al comparar el carbón C-850-1.5 con el carbón comercial GRC 22 al mismo tamaño de partícula se obtuvieron valores similares de K para ambos, lo que indica que el carbón activado producido reúne las características de un carbón comercial utilizado en adsorción de oro.
- El carbón mineral como materia prima para la producción de carbón activado empleado en soluciones cianuradas resultó adecuado puesto que la estructura de este material posee mayores sitios formados por imperfecciones entre las placas de grafito formadas en la carbonización y activación que el carbón activado producido a partir de biomasa, gracias a lo que las fuerzas de London que proveen al carbón de su capacidad de adsorción son mayores para los carbones producidos a partir de carbón mineral que a partir de biomasa.

7. RECOMENDACIONES

Las recomendaciones para trabajos futuros son las siguientes:

- Estudiar la capacidad de adsorción de los carbones activados con pruebas cinéticas para establecer una estimación del escalamiento del proceso.
- Utilizar carbón beneficiado con el fin de disminuir la ceniza del carbón mineral, la cual tiene un efecto negativo sobre la producción de microporos en la estructura interna del carbón activado.
- Evaluar la factibilidad económica del proceso de producción de carbón activado a partir de carbón mineral colombianos a pequeña y mediana escala en comparación con el proceso de Meryll-Crawe.
- Realizar estudios de las variables de proceso involucradas en un proceso de adsorción de oro con carbón activado en un estado transitorio, tales como pH, tamaño de partícula del carbón activado, velocidad de agitación, etc.

8. REFERENCIAS

- Abdollahi, S. B. (2015). A New Approach for Analysis of Adsorption from Liquid Phase: A Critical Review. *Journal of Pollution Effects & Control*, 3(2). <http://doi.org/10.4172/2375-4397.1000139>
- Adams, M. D. (1989). *The chemistry of the carbon-in-pulp process*. University of Witwatersrand.
- Adams, M. D. (1990). The mechanism of adsorption of aurocyanide onto activated carbon, 1. Relation between the effects of oxygen and ionic strength. *Hydrometallurgy*, 25(2), 171–184. [http://doi.org/10.1016/0304-386X\(90\)90037-3](http://doi.org/10.1016/0304-386X(90)90037-3)
- Adams, M. D., McDougall, G. J., & Hancock, R. D. (1987). Models for the adsorption of aurocyanide onto activated carbon. Part III: Comparison between the extraction of aurocyanide by activated carbon, polymeric adsorbents and 1-Pentanol. *Hidrometallurgy*, 19, 95–115.
- ASTM Standards D2866. (2011). Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon. *ASTM Standards*. ASTM Committee on Standards. <http://doi.org/10.1520/D2866-11.2>
- ASTM Standards D2867. (2014). Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon. In *ASTM Standards* (Vol. 15, pp. 1–6). Philadelphia: ASTM Committee on Standards. <http://doi.org/10.1520/D1348-94R08.loose>
- ASTM Standards D3172. (2013). Standard Practice for Proximate Analysis of Coal and Coke. *ASTM Standards*. Philadelphia: ASTM Committee on Standards. <http://doi.org/10.1520/D3172-13.2>
- ASTM Standards D3176. (2015). Standard Practice for Ultimate Analysis of Coal and Coke. *Annual Book of ASTM Standards*. <http://doi.org/10.1520/D3176-15.2>
- ASTM Standards D388. (2015). *Standard Classification of Coals by Rank*. *ASTM Standards* (Vol. D388 – 15). Philadelphia.
- ASTM Standards D4607. (2006). Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon 1. *ASTM International*, 94(Reapproved), 1–5. <http://doi.org/10.1520/D4607-14.2>
- ASTM Standards D5832. (1998). Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples. *ASTM Standards*. <http://doi.org/10.1520/D5832-98R08.2>
- Bastidas, M., Buelvas, L. M., Márquez, M. I., & Rodríguez, K. (2010). Producción de carbón activado a partir de precursores carbonosos del Departamento del Cesar, Colombia. *Información Tecnológica*, 21(3), 87–96. <http://doi.org/10.1612/inf.tecnol.4289it.09>

- Benabithé, Z. Z., Giraldo, C. L., Rodríguez, D., Castiblanco, E., Janna, F., & Schile, J. (2005). Activated Carbon Production From Subbituminous Coal in Fluidized Bed Reactors By Autothermal Process. *Dyna*, 147, 47–56.
- Calgon Carbon. (2016). Carbon for Gold Recovery: The value of activated carbon.
- Calgon Carbon Corporation. (1995). *Effects of Starting Material on Activated Carbon Characteristics and Performance*.
- Danús, H., & Vera, S. (2010). *Carbon. Protagonista del presente, pasado y futuro*. (R. Editores, Ed.) (Primera ed). Chile: Instituto de ingenieros de minas de Chile.
- Davidson, R. J., Veronese, V., & Nkosi, M. V. (1979). The use of activated carbon for the recovery of gold and silver from gold-plant solutions. *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy*, 79(10), 281–297.
- El Qada, E. N., Allen, S. J., & Walker, G. M. (2008). Influence of preparation conditions on the characteristics of activated carbons produced in laboratory and pilot scale systems. *Chemical Engineering Journal*, 142(1), 1–13. <http://doi.org/10.1016/j.cej.2007.11.008>
- Fleming, C. A., Mezei, A., Bourricaudy, E., Canizares, M., & Ashbury, M. (2011). Factors influencing the rate of gold cyanide leaching and adsorption on activated carbon, and their impact on the design of CIL and CIP circuits. *Minerals Engineering*, 24(6), 484–494. <http://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.03.021>
- Gentzis, T., Hirose, H., & Sakaki, T. (2007). Effect of Rank and Petrographic Composition on the Swelling Behavior of Coals. *Energy Sources*, 18(February 2015), 131–141. <http://doi.org/10.1080/00908319608908754>
- Gomez Rojas, O. Patricia. (2006). *Separación de los grupos macerales del carbón: El uso de flotación en columna*. Universidad Nacional de Colombia.
- Honaker, R. Q., Ozsever, A. V., & Parekh, B. K. (2006). Selective detachment process in column flotation froth. *Minerals Engineering*, 19(6–8), 687–695. <http://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.09.019>
- Ibrado, A. S., & Fuerstenau, D. W. (1992). Effect of the structure of carbon adsorbents on the adsorption of gold cyanide. *Hydrometallurgy*, 30(1–3), 243–256. [http://doi.org/10.1016/0304-386X\(92\)90087-G](http://doi.org/10.1016/0304-386X(92)90087-G)
- INGEOMINAS. (2004). El carbón colombiano: recursos, reservas y calidad. (p. 470). Bogotá, Colombia.
- Jia, Y. F., Steele, C. J., Hayward, I. P., & Thomas, K. M. (1998). Mechanism of adsorption of gold and silver species on activated carbons. *Carbon*, 36(9), 1299–1308. [http://doi.org/10.1016/S0008-6223\(98\)00091-8](http://doi.org/10.1016/S0008-6223(98)00091-8)
- Kiel, H. E., Sahaglan, J., & Sundstrom, D. W. (1975). Kinetics of the Activated Carbon-Steam Reaction. *Industrial and Engineering Chemistry Process Design and Development*, 14(4), 470–473. <http://doi.org/10.1021/i260056a020>

- Kreulen, D. J. W. (1952). *Elementos de química del carbón*. España: Editorial Aguilar.
- Lagerge, S., Zajac, J., Partyka, S., & Groszek, A. J. (1999). Comparative study on the adsorption of cyanide gold complexes onto different carbonaceous samples: Measurement of the reversibility of the process and assessment of the active surface inferred by flow microcalorimetry. *Langmuir*, 15(14), 4803–4811. <http://doi.org/10.1021/la980243t>
- Linares-Solano, a., Martín-Gullon, I., Salinas-Martínez De Lecea, C., & Serrano-Talavera, B. (2000). Activated carbons from bituminous coal: Effect of mineral matter content. *Fuel*, 79(6), 635–643. [http://doi.org/10.1016/S0016-2361\(99\)00184-2](http://doi.org/10.1016/S0016-2361(99)00184-2)
- M., J. R. (2002). El carbon y su problemática ambiental. *Revista Académica Colombiana de Ciencias*, XXVI, Junio numero 99.
- Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006). *Activated carbon*. (Elsevier, Ed.) (First edit). Elsevier Ltd.
- McDougall, G. J., Hancock, R. D., Nicol, M. J., Wellington, O. L., & Copperthwaite, R. G. (1980). The mechanism of the adsorption of gold cyanide on activated carbon. *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy*, 344–356. <http://doi.org/10.1007/BF02666425>
- McDougall, G. J., & Hancock, R. D. (1981). Gold complexes and activated carbon - A literature review. *Gold Bulletin*, 14(4), 138–153. <http://doi.org/10.1007/BF03216558>
- Ministerio de minas y energia. (2012). *Cadena del Carbón*. (J. J. Manrique Galvis, Ed.) (UPME). Colombia: UPME.
- Murillo-Martínez, C. A., Gómez, O. A., Ortiz Cancino, O. P., & Muñoz Navarro, S. F. (2015). Aplicación de modelos para la generación de la isoterma de adsorción de metano en una muestra de Shale y su impacto en el cálculo de reservas. *Fuentes. El Reventón Energético*, 13(Jul/Dic), 131–141. <http://doi.org/http://dx.doi.org/10.18273/revfue.v13n2-2015012>
- 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), 227–239. <http://doi.org/10.3989/revmetalm.0929>
- Navarro, P., Vargas, C., & Aguayo, C. (2009). Efecto de las propiedades físicas del carbon activado en la absorcion de oro en medio cianuro, 1(2), 829–838.
- Navarro, P., & Wilkomirsky, I. (1999). Efecto del oxígeno disuelto en la adsorción de oro en carbón activado. *Rev. Metal.*, 35(CIL), 301–307.
- Niksa, S. (1995). Predicting the Devolatilization Behavior of any coal from its ultimate analysis. *Combustion and Flame*, 100(3), 384–394. [http://doi.org/10.1016/0010-2180\(94\)00060-6](http://doi.org/10.1016/0010-2180(94)00060-6)

- Piraján, J. C. (2007). *Sólidos porosos: preparación, caracterización y aplicaciones*. (J. C. Moreno-Piñarán, Ed.) (Primera ed). Bogotá, Colombia: Universidad de los Andes.
- Pleysier, R., Dai, X., Wingate, C. J., & Jeffrey, M. I. (2008). Microtomography based identification of gold adsorption mechanisms, the measurement of activated carbon activity, and the effect of frothers on gold adsorption. *Minerals Engineering*, 21(6), 453–462. <http://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.12.007>
- Rees, K. ., & van Deventer, J. S. . (2000). The mechanism of enhanced gold extraction from ores in the presence of activated carbon. *Hydrometallurgy*, 58(2), 151–167. [http://doi.org/10.1016/S0304-386X\(00\)00130-4](http://doi.org/10.1016/S0304-386X(00)00130-4)
- Rincón, J., Rincón, S., Guevara, P., Ballén, D., Morales, J. C., & Monroy, N. (2015). Producción de carbón activado mediante métodos físicos a partir de carbón de El Cerrejón y su aplicación en el tratamiento de aguas residuales provenientes de tintorerías, 39(151), 171–175.
- Seke, M. D., Sandenbergh, R. F., & Vegter, N. M. (2000). Effects of the textural and surface properties of activated carbon on the adsorption of gold di-cyanide. *Minerals Engineering*, 13(5), 527–540. [http://doi.org/10.1016/S0892-6875\(00\)00033-9](http://doi.org/10.1016/S0892-6875(00)00033-9)
- Sheya, S. a N., & Palmer, G. R. (1989). Effect of metal impurities on adsorption of gold by activated carbon in cyanide solutions.
- Soleimani, M., & Kaghazchi, T. (2008). Adsorption of gold ions from industrial wastewater using activated carbon derived from hard shell of apricot stones – An agricultural waste, 99, 5374–5383. <http://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.11.021>
- Stid, F., & Castro, A. (2011). Evaluación del comportamiento térmico de carbones del Cerrejón, carbones coquizantes y sus mezclas en la producción de coque metalúrgico.
- Uribe, L. M., López, M. E., & Gonzáles, A. G. (2013). Activación de carbón mineral mediante proceso físico en horno tubular horizontal y atmósfera inerte. *Revista Colombiana de Materiales*, 4(Abril), 93–108.
- Winter, F., Lackner, M., & Agarwal, A. K. (2010). *Handbook of combustion. Vol. 4*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Yalcin, M., & Arol, A. I. (2002). Gold cyanide adsorption characteristics of activated carbon of non-coconut shell origin. *Hydrometallurgy*, 63(2), 201–206. [http://doi.org/10.1016/S0304-386X\(01\)00203-1](http://doi.org/10.1016/S0304-386X(01)00203-1)
- Yin, C., Ng, M., Saunders, M., Goh, B., Senanayake, G., Sherwood, A., & Hampton, M. (2014). New Insights into the Adsorption of Aurocyanide Ion on Activated Carbon Surface : Electron Microscopy Analysis and Computational Studies Using Fullerene-like Models, (eq 2).

Yin, C. Y., Ng, M. F., Saunders, M., Goh, B. M., Senanayake, G., Sherwood, A., & Hampton, M. (2014). New insights into the adsorption of aurocyanide ion on activated carbon surface: Electron microscopy analysis and computational studies using fullerene-like models. *Langmuir*, 30(26), 7703–7709. <http://doi.org/10.1021/la501191h>

9. ANEXOS

Anexo 1. Descripción detallada de equipos y sistema de reactores

- **Molino de discos:** El tamaño de partícula deseado para el carbón mineral inicial se obtuvo mediante molienda usando el molino que aparece en la Figura 9.1



Figura 9.1 Molino de discos

- **Mufla:** Horno eléctrico con temperatura hasta 1200°C, esta posee resistencias en espiral las cuales se encuentran ubicadas en las paredes del equipo y un aislamiento en ladrillo. Cuenta con una termocupla tipo K recubierta en material cerámico y controles de temperatura programables. Además tiene una abertura en la parte superior para permitir la salida de gases. La mufla se utilizó en conjunto con el sistema de reactores de cerámica para la producción de los carbones activados.



Figura 9.2 Mufla de calentamiento por resistencias

- **AA spectrometer:** Este equipo fue utilizado para medir mediante absorción atómica la concentración de oro en diferentes soluciones. Con los resultados obtenidos se calculó el porcentaje de adsorción de los carbones activados. El equipo tiene una incertidumbre del 2% sobre el valor registrado en ppm. Además, el equipo tiene un

límite de mínima concentración en 0.5 ppm. En la Figura 9.3 se puede observar el equipo usado.



Figura 9.3 Equipo de absorción atómica

- **Shaker** : Utilizado para la agitación constante en las pruebas de adsorción de oro. Sobre la base móvil se disponen las muestras a agitar, se controlan la velocidad de agitación y el tiempo. Equipo disponible en el laboratorio del grupo GAOX⁶.



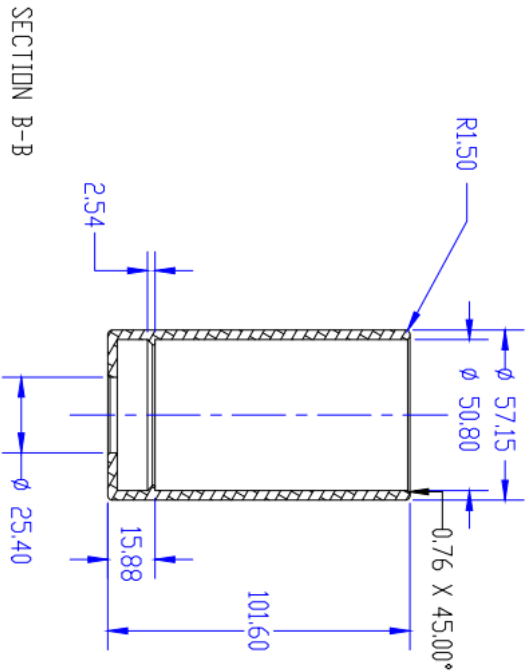
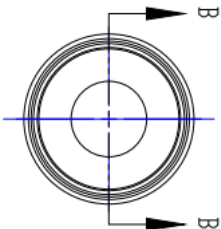
Figura 9.4 Shaker Heidolph 1010

- **Sistema de reactores:** Sistema de seis reactores cerámicos de lecho fijo, posee una base en acero inoxidable que cuenta con entrada y salida de gases, en el fondo de los reactores se ubican mallas en acero inoxidable para permitir el flujo de gases (en este

⁶ Laboratorio de Procesos Avanzados de oxidación. Edf. 334. Universidad del Valle, Sede Meléndez Tel. (57) (2) 3212100 Ext: 7028

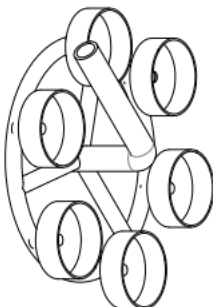
caso nitrógeno o vapor de agua) por el lecho. Los reactores se pueden desacoplar de la base para permitir un retiro total de las muestras y una fácil limpieza. A continuación, se encuentran los planos de este sistema.

REACTORES EN PORCELANA PARA ALTAS TEMPERATURAS

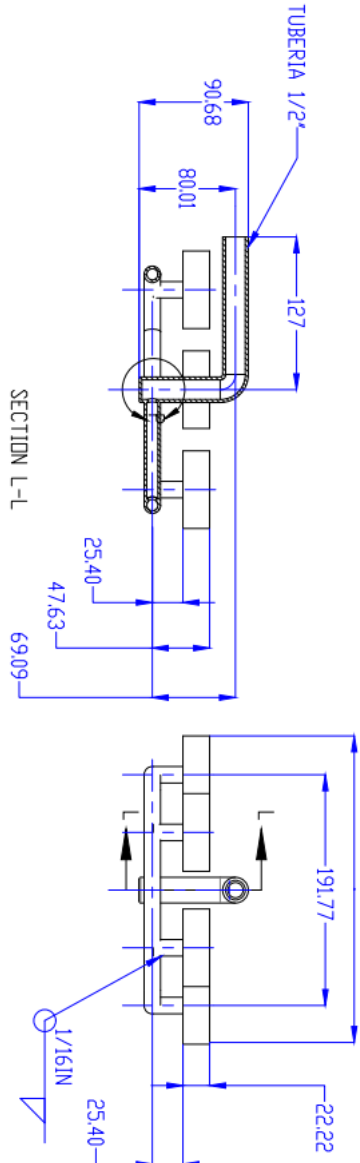
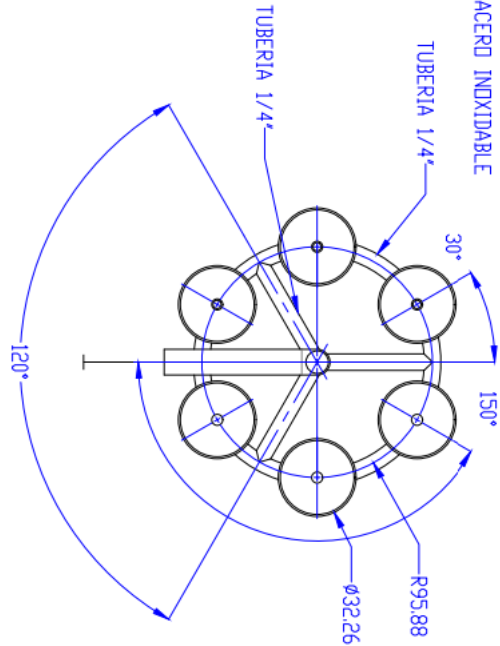
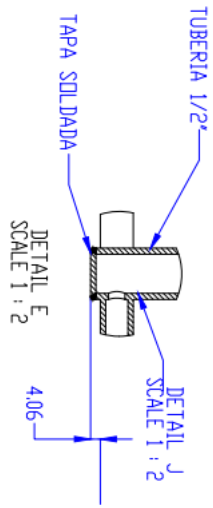


SE NECESITAN 8 UNIDADES

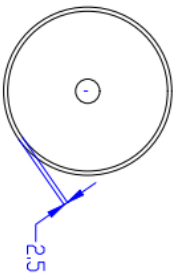
		UNLESS OTHERWISE SPECIFIED		DRAWN		NAME		DATE	
		DIMENSIONS ARE IN MM		CHECKED					
		TOLERANCES UNLESS OTHERWISE SPECIFIED		ANALYST		MATERIAL		DATE	
		FRACTIONS: 1/16, 1/8, 1/4, 1/2, 3/4, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12, 16, 20, 24, 30, 36, 48, 60, 72, 96, 120, 144, 180, 216, 240, 288, 360, 432, 480, 576, 720, 864, 1008, 1296, 1512, 1814, 2160, 2592, 3168, 3888, 4752, 5832, 7166, 8784, 10752, 13200, 16128, 19660, 23904, 29184, 35424, 43008, 52032, 63456, 77472, 94368, 114432, 139776, 170496, 207600, 251520, 303360, 364032, 443520, 542784, 662880, 804864, 980736, 1192512, 1450224, 1754880, 2116416, 2544864, 3051200, 3645312, 4427232, 5407872, 6589248, 7981440, 9694560, 11748672, 14253888, 17320224, 20957760, 25277504, 30390432, 36406560, 43426880, 52451200, 63480000, 76513280, 91651840, 109905600, 131375040, 157060224, 187971200, 224117760, 266509824, 315247296, 371330176, 444758400, 536532224, 646652416, 776109184, 925902528, 1097032704, 1299500224, 1543305216, 1838437888, 2184896768, 2592781056, 3073092096, 3635929856, 4292395328, 5052488704, 5926210048, 6923560384, 8054639744, 9329448128, 10758005504, 12340227840, 14086114272, 15995675776, 18078912256, 20345823744, 22806410240, 25470671744, 28348708224, 31450519744, 34786196224, 38356737728, 42163144256, 46206415808, 50587552384, 55306485008, 60364203648, 65761708320, 71500000000, 77579978880, 83992644224, 90738987136, 97819907584, 105236405696, 113089291456, 121289564864, 129837225856, 138732274496, 147974710688, 157564632512, 167502039936, 177786932928, 188419311488, 199400175616, 210729525216, 222407360288, 234433680832, 246808487872, 259531681408, 272603261440, 286023227904, 299791680768, 313909019936, 328575245408, 343589357184, 358951355200, 374661240384, 390719012736, 407134672256, 423908229952, 441040794880, 458532367104, 476382946624, 494592533440, 513061127616, 531788729184, 550775337216, 569920951808, 589225572960, 608699200672, 628341934944, 648153675728, 668134423040, 688284176896, 708602937312, 729090704288, 749747477824, 770573247936, 791568014624, 812731777888, 834064537728, 855566294144, 877237047136, 899076796704, 921085542848, 943263285568, 965609924864, 988125460736, 1010809893184, 1032663312224, 1054685717856, 1076877110080, 1099137488896, 1121466854224, 1143865206048, 1166332554368, 1188868900192, 1211474253504, 1234148614304, 1256891982592, 1279695358368, 1302558741632, 1325482132384, 1348465530624, 1371508936352, 1394612349568, 1417775770176, 1440999198176, 1464282633568, 1487626076352, 1510929526528, 1534292984096, 1557716449152, 1581199921696, 1604743401728, 1628346889248, 1651910384256, 1675533886752, 1699117396736, 1722760914208, 1746364439168, 1769927971616, 1793551511552, 1817135058976, 1840778613888, 1864382176288, 1887945746176, 1911469323552, 1934952908416, 1958396499776, 1981799997632, 2005163492976, 2028486985808, 2051760476128, 2074993963936, 2098187449248, 2121340932064, 2144454412384, 2167527890208, 2190561365536, 2213554838368, 2236508308688, 2259431776496, 2282325241792, 2305188704576, 2328012164848, 2350795622608, 2373539077856, 2396242530592, 2418905980816, 2441529428428, 2464112873428, 2486656315808, 2509159755568, 2531623192704, 2554046627216, 2576429959104, 2598773188368, 2621076315008, 2643339339024, 2665562260416, 2687745089184, 2709887825328, 2731990468848, 2754053019744, 2776075478016, 2798057843648, 2819999916640, 2841901696992, 2863763184608, 2885584379376, 2907365281296, 2929105890368, 2950806206496, 2972466229680, 2994085959920, 3015665387216, 3037204511568, 3058703332976, 3080161851440, 3101580066960, 3122957979536, 3144294589168, 3165590895856, 3186846909504, 3208062630112, 3229238056688, 3250373189232, 3271468027744, 3292522572208, 3313536822624, 3334510779088, 3355444441600, 3376337809152, 3397190881744, 3418003669376, 3438776172048, 3459508390768, 3480190325536, 3500832076352, 3521433643216, 3541995026128, 3562516225088, 3582997240096, 3603438071248, 3623838718448, 3644199181696, 3664519450992, 3684799526336, 3705039407728, 3725239095168, 3745398588656, 3765517888192, 3785596993776, 3805635905408, 3825634623088, 3845593146816, 3865511476576, 3885389612368, 3905227553184, 3925025299024, 3944782850896, 3964499208800, 3984174372736, 4003808342704, 4023401118704, 4042952700736, 4062463088800, 4081932282912, 4101360283072, 4120747089280, 4140092691520, 4159397099808, 4178660314048, 4197882334256, 4217063160432, 4236202792576, 4255301230688, 4274358474768, 4293374524816, 4312349380832, 4331283042816, 4350175509776, 4369026781712, 4387836858624, 4406605740512, 4425333427376, 4444020919216, 4462668216032, 4481275316832, 4500842221616, 4519368930384, 4537855343136, 4556301460768, 4574707292288, 4593072837696, 4611398096992, 4629683070080, 4647927756864, 4666132157328, 4684296271472, 4702419999200, 4720503340512, 4738546295408, 4756548863888, 4774510945936, 4792432541552, 4810313650736, 4828154273488, 4845954410816, 4863714062720, 4881433229200, 4899111910256, 4916750105888, 4934347816096, 4951905040880, 4969421779248, 4986897931184, 5004333496688, 5021728475744, 5039082868352, 5056396674512, 5073669894224, 5090902527488, 5108094574304, 5125245934672, 5142356608584, 5159426596032, 5176455896016, 5193444508528, 5210392433568, 5227299571136, 5244165921232, 5261001483856, 5277796259008, 5294550246688, 5311263446896, 5327935859632, 5344567484896, 5361158322688, 5377708373008, 5394217635840, 5410686111200, 5427113799088, 5443500600512, 5459846515472, 5476151543968, 5492415685992, 5508638941536, 5524821310600, 5540972793184, 5557083389280, 5573153098896, 5589181921024, 5605170855664, 5621119902816, 5637029062480, 5652898334656, 5668727719344, 5684517216544, 5699266825264, 5714976546592, 5730646379424, 5746276323760, 5761866379600, 5777416546944, 5792926825792, 5808397216144, 5823827718000, 5839218331360, 5854569056224, 5869880892688, 5885152840752, 5900384900416, 5915577071680, 5930729353536, 5945841745984, 5960914248928, 5975946862368, 5990939586304, 6005892420736, 6020805365664, 6035678421088, 6050511587000, 6065304863408, 6080058250288, 6094770747648, 6109442355488, 6124073073808, 6138662902608, 6153211841888, 6167719891632, 6182187051840, 6196613322512, 6210998693648, 6225343165248, 6239646737312, 6253909409840, 6268131182832, 6282312056288, 6296452030208, 6310551104584, 6324609279424, 6338626554624, 6352602930176, 6366538406080, 6380433082336, 6394286958944, 6408099935904, 6421872013216, 6435603190880, 6449293468896, 6462942847264, 6476551326080, 6490118905328, 6503645585040, 6517131365200, 6530576245808, 6543980226864, 6557343308368, 6570665490320, 6583946772720, 6597187155568, 6610386638864, 6623545222608, 6636662906784, 6649739691392, 6662775576432, 6675770561904, 6688724647808, 6701637834144, 6714509120912, 6727338508112, 6740125995744, 6752871583808, 6765576272288, 6778239961184, 6790862650496, 6803444340224, 6815985030368, 6828484720928, 6840943411904, 6853361103296, 6865737795008, 6878073487040, 6890368179392, 6902621872048, 6914834565072, 6926996258464, 6939116952224, 6951196646352, 6963235340848, 6975233035712, 6987189730944, 6999105426544, 7010980122512, 7022813818848, 7034606515552, 7046358212624, 7058068910064, 7069738607872, 7081367306048, 7092955004584, 7104491703488, 7116077402752, 7127612102384, 7139105802384, 7150558502752, 7161969203488, 7173337904592, 7184664606064, 7195949307888, 7207192009056, 7218392710576, 7229551412448, 7240668114672, 7251742817232, 7262775520128, 7273766223352, 7284714926904, 7295621630784, 7306486334992, 7317309039520, 7328089744368, 7338828449536, 7349525155024, 7360179860832, 7370792566960, 7381363273408, 7391891980176, 7402378687264, 7412823393672, 7423226099392, 7433586804424, 7443905508768, 7454182212424, 7464416915392, 7474609617664, 7484760319232, 7494869020096, 7504935721248, 7514959422688, 7524940124416, 7534877826424, 7544772527712, 7554624228272, 7564432929088, 7574198630160, 7583921331488, 7593601032960, 7603237734576, 7612831436320, 7622382138208, 7631889840224, 7641354542368, 7650776244640, 7660154947040, 7669490649568, 7678783352224, 7688033055008, 7697239757912, 7706403460928, 7715524164048, 7724601867264, 7733636570576, 7742628273984, 7751576977488, 7760482681088, 7769345384784, 7778165088576, 7786941792464, 7795675496448, 7804366200520, 7813013904672, 7821618608904, 7830180313216, 7838699017600, 7847174722048, 7855607426560, 7863997131136, 7872343835776, 7880647540480, 7888908245248, 7897125950080, 7905300654976, 7913432359920, 7921521064912, 7929567769952, 7937572475040, 7945535180176, 7953455885352, 7961334590568, 7969171295816, 7976965991088, 7984718686376, 7992429381680, 7999998076992, 8007524772304, 8014909467616, 8022252162928, 8029552858240, 8036811553552, 8044028248864, 8051202944176, 8058335639488, 8065426334792, 8072475030096, 8079481725392, 8086446420688, 8093369115984, 8100249811280, 8107088506576, 8113885201872, 8120638897168, 8127349592464, 8134017287760, 8140641983056, 8147223678352, 8153762373648, 8160259068944, 8166712764240, 8173123459536, 8179491154832, 8185815850128, 8192097545424, 8198336240720, 8204531936016, 8210684631312, 8216794326608, 8222861021904, 8228884717200, 8234865412496, 8240803107792, 8246697803088, 8252549498384, 8258358193680, 8264123888976, 8269846584272, 8275526279568, 8281162974864, 8286756670160, 8292307365456, 8297815060752, 8303279756048, 8308701451344, 8314080146640, 8319415841936, 8324708537232, 8329958232528, 8335164927824, 8340328623120, 8345449318416, 8350527013712, 8355561709008, 8360553404304, 8365502099592, 8370407794880, 8375270490176, 8380090185472, 8384866880768, 8389599576064, 8394288271360, 8398932966656, 8403533661952, 8408090357248, 8412603052544, 8417071747840, 8421496443136, 8425877138432, 8430213833728, 8434506529024, 8438755224320, 8442959919616, 8447120614912, 8451237310208, 8455300005504, 8459318699800, 8463293394096, 8467224088392, 8471110782688, 8474953476984, 8478752171280, 8482506865576, 8486217559872, 8489884254168, 8493506948464, 8497085642760, 8500619337056, 8504108031352, 8507551725648, 8510950420944, 8514304115240, 8517612809536, 8520876503832, 8524095198128, 8527268892424, 8530397586720, 8533481281016, 8536519975312, 8539513669608, 8542462363904, 8545366058200, 8548224752496, 8551038446792, 8553807141088, 8556530835384, 8559209529680, 8561843223976, 8564431918272, 8566975612568, 8569474306864, 8571927991160, 8574336685456, 8576699379752, 8579016074048, 8581286768344, 8583511462640, 8585690156936, 8587822851232, 8589909545528, 8591950239824, 8593944934120, 8595893628416, 8597796322712, 8599653017008, 8601463711304, 8603228405600, 8604947099896, 8606619794192, 8608246488488, 8609827182784, 8611361877080, 8612850571376, 8614293265672, 8615690959968, 8617042654264, 8618348348560, 8619608042856, 8620871737152, 8622039431448, 8623211125744, 8624286820040, 8625266514336, 8626150208632, 8626937902928, 8627629597224, 8628235291520, 8628754985816, 8629188680112, 8629536374408, 8629798068704, 8629973763000, 8630063457296, 8630067151592, 8630084845888, 8630116540184, 8630162234480, 8630221928776, 8630295623072, 8630383317368, 8630485011664, 8630599705960, 8630727400256, 8630868094552, 8631021788848, 8631188483144, 8631368177440, 8631560871736, 8631766566032, 8631985260328, 8632216954624, 8632461648920, 8632719343216, 8632989937512, 8633273431808, 8633569826104, 8633879120400, 8634191314696, 8634516408992, 8634854403288, 8635205297584, 8635569091880, 8635945786176, 8636335380472, 8636737874768, 8637153269064, 8637581563360, 8638022757656, 8638476851952, 8638943846248, 8639423740544, 8639916534840, 8640422229136, 8640940823432, 8641472317728, 8642016712024, 8642574006320, 8643144199616, 8643727293912, 8644323288208, 8644932182504, 8645553976800, 8646188671096, 8646836265392, 8647496759688, 8648169153984, 8648853448280, 8649549642576, 8650257736872, 8650977731168, 8651709625464, 8652453419760, 8653209114056, 8653976708352, 8654756202648, 8655547696944, 8656351191240, 8657166685536, 8657994179832, 8658833674128, 8659685168424, 8660548662720,							



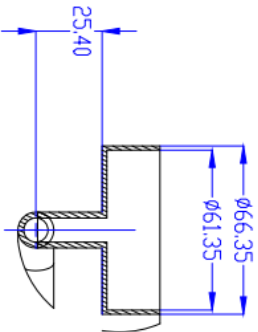
TUBERIA EN ACERO INOXIDABLE



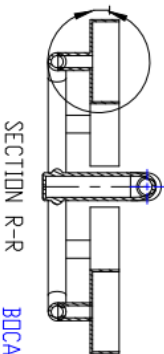
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED				TITLE			
DIMENSIONS ARE IN MM	BRAIN	NAME	DATE	DISTRIBUIDOR			
1. DIMENSIONS ARE IN MM	CHECKED	GAR.		DE GASES			
2. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
3. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
4. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
5. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
6. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
7. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
8. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
9. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
10. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
11. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
12. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
13. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
14. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
15. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
16. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
17. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
18. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
19. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
20. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
21. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
22. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
23. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
24. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
25. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
26. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
27. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
28. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
29. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
30. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
31. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
32. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
33. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
34. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
35. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
36. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
37. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
38. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
39. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
40. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
41. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
42. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
43. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
44. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
45. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
46. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
47. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
48. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
49. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
50. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
51. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
52. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
53. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
54. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
55. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
56. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
57. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
58. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
59. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
60. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
61. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
62. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
63. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
64. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
65. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
66. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
67. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
68. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
69. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
70. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
71. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
72. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
73. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
74. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
75. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
76. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
77. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
78. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
79. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
80. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
81. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
82. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
83. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
84. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
85. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
86. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
87. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
88. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
89. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
90. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
91. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
92. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
93. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
94. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
95. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
96. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
97. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
98. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
99. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			
100. DIMENSIONS ARE IN MM	DESIGNED			REV			



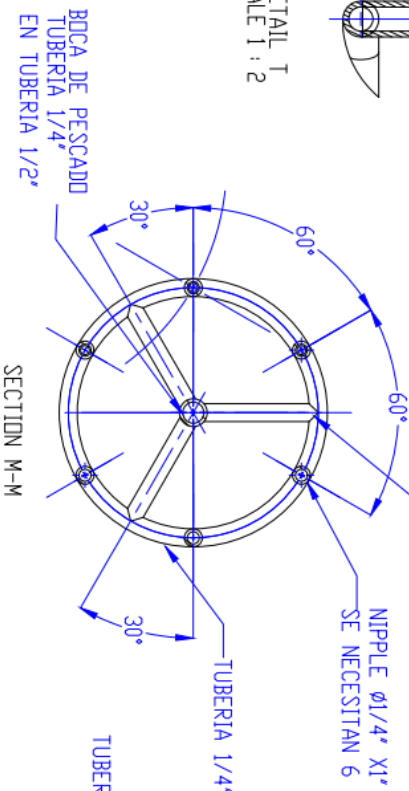
DETAIL K
SCALE 1 : 2



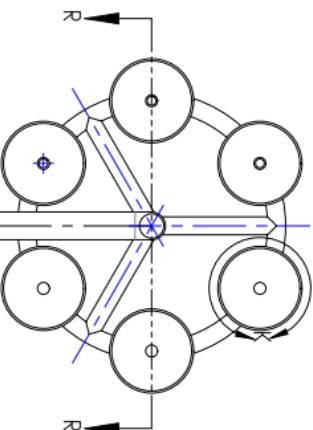
DETAIL T
SCALE 1 : 2



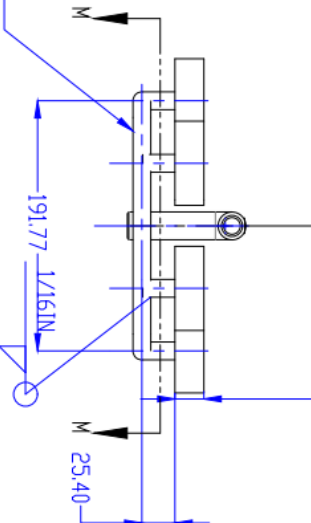
BOCA DE PESCADDO
TUBERIA 1/4"



SECTION M-M



22.23



TUBERIA 1/4"

PERMANENT AND CONFIDENTIAL.
THE INFORMATION CONTAINED IN THIS
DRAWING IS THE SOLE PROPERTY OF
THE COMPANY AND IS NOT TO BE
REPRODUCED IN ANY MANNER
WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF
THE COMPANY. ANY VIOLATION OF
THIS POLICY WILL BE PROSECUTED
TO THE FULL EXTENT OF THE
LAW.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED		NAME		DATE	
DRAWING		SCALE		DATE	
TOLERANCES		CHECKED		DATE	
FRACTIONAL 1/16"		ENG. APPR.		DATE	
DECIMAL 0.005"		MFG. APPR.		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		QA		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		COMMENTS		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		TITLE		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		DISTRIBUTOR		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		DE GASES		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		REV		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		SIZE DWG. NLT		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		B		DATE	
HOLE PLACES DECIMAL 1/16"		SHEET 3 OF 3		DATE	

Anexo 2 Análisis próximo de los carbones activados producidos

Tabla 9.1 Análisis próximo en porcentajes en base seca (b.s.)

Muestra	M.V	Ceniza.	C.F.
A-700-1.5	6.38	25.52	68.10
A-700-2.5	7.62	28.85	63.53
A-775-2-1	7.33	31.64	61.03
A-775-2-2	5.54	33.93	60.54
A-775-2-3	6.81	38.04	55.15
A-850-1.5	5.99	37.63	56.38
A-850-2.5	5.62	64.63	29.75
B-700-1.5	3.44	32.63	63.93
B-700-2.5	2.59	35.11	62.30
B-775-2-1	2.99	36.32	60.69
B-775-2-2	3.04	32.22	64.74
B-775-2-3	2.50	35.10	62.40
B-850-1.5	2.45	41.68	55.88
B-850-2.5	2.18	43.19	54.63
C-700-1.5	11.08	7.03	81.89
C-700-2.5	3.51	7.38	89.12
C-775-2-1	3.97	7.95	88.08
C-775-2-2	4.24	8.12	87.64
C-775-2-3	3.41	8.33	88.26
C-850-1.5	3.78	10.15	86.07
C-850-2.5	4.27	15.74	79.99
G-700-2.5	3.23	42.26	54.51
G-700-1.5	2.88	39.59	57.53
G-775-2-1	2.63	44.80	52.57
G-775-2-2	3.14	45.20	51.67
G-775-2-3	3.09	39.74	57.17
G-850-1.5	2.20	56.04	41.75
G-850-2.5	2.34	47.05	50.62
NS-700-1.5	3.20	6.58	90.22
NS-700-2.5	2.90	6.47	90.63
NS-775-2-1	2.59	6.72	90.69
NS-775-2-2	3.44	6.68	89.87
NS-775-2-3	2.89	6.76	90.36
NS-850-1.5	2.96	7.58	89.46

NS-850-2.5	2.88	9.25	87.87
S-700-1.5	3.81	25.72	70.48
S-700-2.5	5.30	23.86	70.84
S-775-2-1	7.58	24.43	68.00
S-775-2-2	5.69	24.63	69.68
S-775-2-3	8.57	24.63	66.80
S-850-1.5	6.68	28.35	64.97
S-850-2.5	8.58	34.62	56.80
V-700-1.5	3.49	43.76	52.75
V-700-2.5	5.72	42.78	51.50
V-775-2-1	5.34	45.25	49.41
V-775-2-2	4.75	49.66	45.59
V-775-2-3	3.63	46.07	50.30
V-850-1.5	4.20	50.37	45.43
V-850-2.5	2.95	55.10	41.95

Anexo 3 Orden de los ensayos, número de yodo y rendimiento (b.s.l.c) para los carbones activados producidos

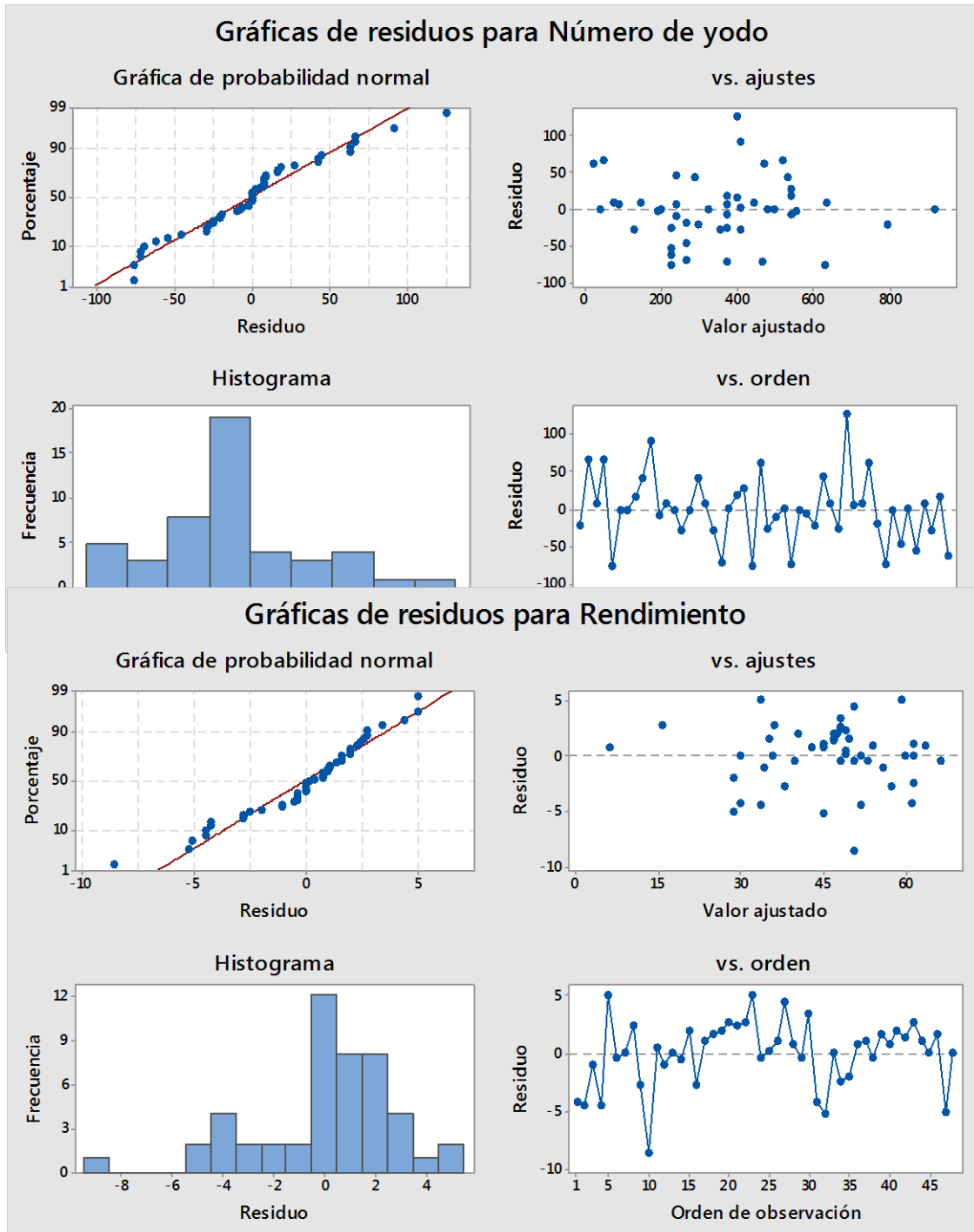
La nomenclatura de la Tabla 9.2 se organiza de la siguiente manera: Región- Temperatura de activación- tiempo de residencia. En el caso de los puntos centrales se enumeran las repeticiones al final con los números 1,2 o 3 según corresponda.

Tabla 9.2 Valores de las variables de respuesta obtenidos para los carbones activados producidos

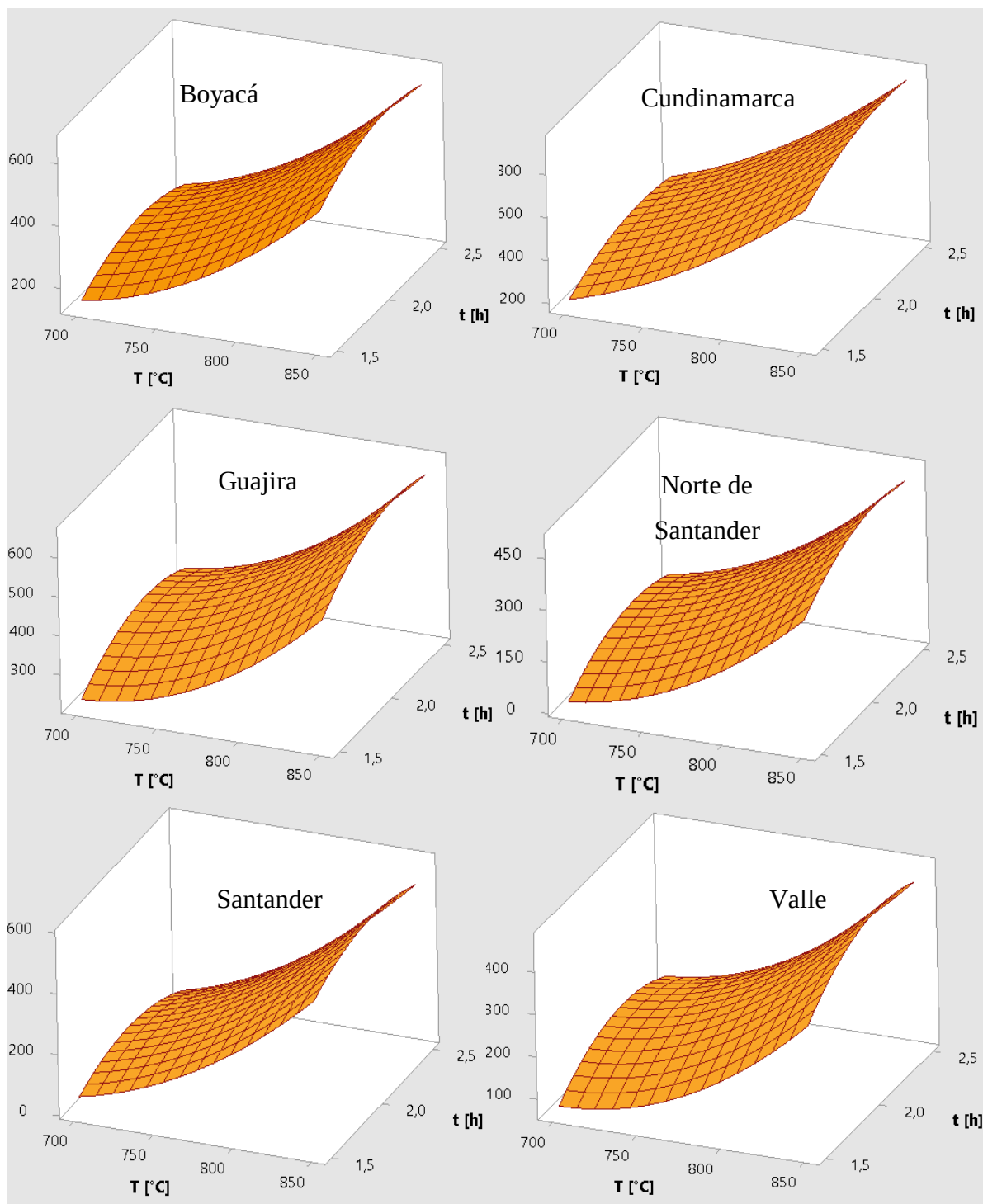
Orden	Nombre	Número de yodo [mg I₂/g]	Rendimiento [%] b.s.l.c
28	A-700-1.5	303.5	43.65
44	A-700-2.5	326.3	38.72
33	A-775-2-1	490.1	52.58
36	A-775-2-2	526.9	26.77
48	A-775-2-3	417.7	23.62
20	A-850-1.5	482.4	18.47
41	A-850-2.5	394.9	6.87
12	B-700-1.5	157.5	54.77
29	B-700-2.5	189.2	52.60
25	B-775-2-1	346.6	49.34
8	B-775-2-2	388.5	51.51
11	B-775-2-3	364.4	49.62
6	B-850-1.5	556.0	39.34
3	B-850-2.5	643.6	33.16
13	C-700-1.5	200.7	59.77
31	C-700-2.5	279.3	56.77
21	C-775-2-1	562.4	50.73
22	C-775-2-2	571.3	50.89
30	C-775-2-3	537.1	51.71
1	C-850-1.5	773.1	25.66
7	C-850-2.5	919.0	35.82
5	G-700-1.5	151.2	64.22
16	G-700-2.5	332.7	54.71
10	G-775-2-1	500.2	42.05
14	G-775-2-2	380.9	50.08
27	G-775-2-3	411.4	54.99
9	G-850-1.5	576.4	35.25

23	G-850-2.5	556.1	38.64
39	NS-700-1.5	86.4	66.04
38	NS-700-2.5	96.6	64.47
35	NS-775-2-1	203.2	59.05
45	NS-775-2-2	174.0	62.61
49	NS-775-2-3	166.4	61.55
17	NS-850-1.5	380.3	54.92
24	NS-850-2.5	535.7	47.85
4	S-700-1.5	116.9	47.23
42	S-700-2.5	39.5	49.47
19	S-775-2-1	195.6	48.77
40	S-775-2-2	246.4	48.39
43	S-775-2-3	219.7	48.17
15	S-850-1.5	496.4	42.46
2	S-850-2.5	587.8	29.07
46	V-700-1.5	82.6	51.95
47	V-700-2.5	99.1	51.16
26	V-775-2-1	229.9	46.29
32	V-775-2-2	284.4	39.98
37	V-775-2-3	245.1	45.94
18	V-850-1.5	328.8	36.80
34	V-850-2.5	453.2	30.12

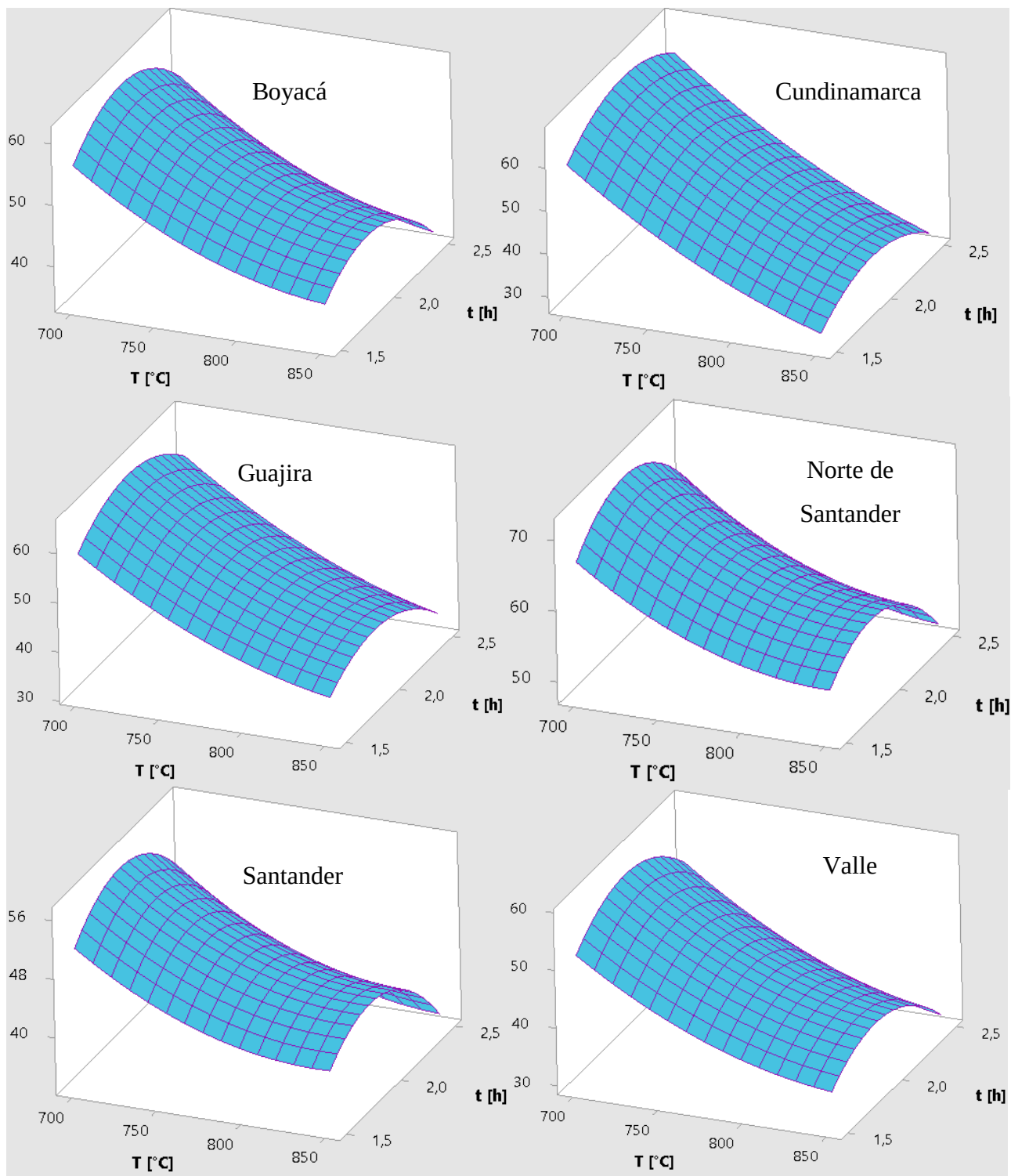
Anexo 4 Gráficas de residuos del análisis estadístico



Anexo 5. Superficies de respuesta para los carbones activados de las distintas regiones usando número de yodo en mg I₂/g CS (eje Z) como variable de respuesta.



Anexo 6. Superficies de respuesta para los carbones activados de las distintas regiones usando rendimiento en % b.s.l.c (eje Z) como variable de respuesta.



Anexo 7 Datos experimentales de adsorción artificial

Nombre	Concentración final (ppm)	X/M (mg Au/gCS)
C-850-2.5	0.08	2.6
	1	9.6
	3.3	11.9
	10.32	17.8
	18.92	21.1
	28.03	28.6
	50.44	27.4
	73.95	33.3
C-850-1.5	0.5	2.4
	0.3	9.7
	4.33	10.6
	7.88	20.1
	16.25	23.7
	25.41	31.1
	48.35	29.5
	73.11	34.2
B-850-2.5	0.03	5.2
	1.84	8.2
	5.21	9.8
	12.2	15.9
	20.49	19.5
	32.64	24.0
	79.86	27.5
	1.64	8.3
S-850-2.5	4.53	10.4
	11.51	16.6
	22.01	17.9
	31.15	25.4
	55.95	22.0
	79.15	28.1
	0.04	2.6
	1.21	8.8
G-850-1.5	4.64	10.3
	21.04	18.9

	32.71	24.0
	80.06	27.3
	4.31	0.4
	9.99	0.0
V-700-2.5	14.54	0.5
	27.45	0.6
	56.29	0.4
	103.69	3.6
	3.46	0.9
	9.48	0.5
NS-700-2.5	14.21	0.8
	25.49	2.6
	37.78	2.2
	52.71	3.9
	4.6	0.3
	14.8	0.2
NS-700-1.5	26.25	1.8
	37.54	2.4
	54.18	2.5
	4.71	0.2
V-700-1.5	27.2	0.9
	56.63	0.0
	104.44	2.9
	14.51	0.5
	38.7	1.3
S-700-2.5	55.44	1.2
	104.56	2.7
	0.67	2.2
	2.82	6.7
	6.35	8.4
GRC22	12.75	14.5
	19.71	18.9
	29.55	25.8
	55.76	20.9
	72.98	31.7

Anexo 8 Datos de adsorción desde soluciones reales

Tabla 9.3 Pruebas de adsorción de oro con soluciones reales

Nombre	Concentración final solución real (ppm)	X/M (mg Au/ g CS)	% Adsorbido
C-850-2.5	17.8	13.26	42.75
	16.37	7.35	47.35
	14.79	5.43	52.43
	13.25	4.46	57.38
	12.51	3.72	59.76
C-850-1.5	16.9	14.22	45.64
	15.21	7.94	51.08
	13.55	5.84	56.42
	12.09	4.75	61.11
	10.78	4.06	65.33
B-850-2.5	18.71	12.36	39.82
	17.03	7.04	45.22
	15.95	5.04	48.70
	14.56	4.13	53.17
	13.4	3.54	56.90
S-850-2.5	16.96	14.10	45.45
	15.53	7.78	50.05
	14.53	5.52	53.26
	14.00	4.27	54.97
	12.26	3.76	60.57
GRC22 ⁷	4.24	0.31	6.81
	3.82	0.36	16.04
	3.52	0.34	22.64
	2.9	0.41	36.26
	2.63	0.38	42.20

⁷ Debido a la cantidad de solución disponible para las pruebas de adsorción con solución real, se utilizó un lote diferente para este carbón, cuya concentración inicial era de 4.55 ppm.