

*João Sá Pereira*

# Notas de Laboratório

Bolsa de Investigação - INN4MIN

2024/2025

*Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto*

## *Projeto*

*INN4MIN Desenvolvimento de metodologias inovadoras e sustentáveis aplicadas a recuperação de ouro e elementos críticos em minérios e placas de circuito integradas utilizadas<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> ERA-MIN3/0003/2021

---

## *Plano de Trabalhos*

Lixiviação de uma amostra de ouro da mina do Numão (pré-concentrado, cerca de 15 kg)

*Preparação de amostras:* Amostragens para sacos de 200/250 g.

*Caracterização de amostras:* FRX, Digestão ABS, análise granulométrica → fazer em triplicado.

*Lixiviação:* Plano de lixiviação com Tioreia (fazer exploratório e depois preparar plano de ensaios)

*Lixiviação:* Plano de lixiviação com Citrato.

*Lixiviação:* Plano de lixiviação com Bromo.

Fazer ensaios exploratórios com os 3 reagentes e, em função dos resultados, preparar plano mais exaustivo.

---

## **Parte II: Lixiviações Preliminares**

15 Novembro 2024

Hoje realizou-se a lixiviação com **Tiosulfato** do restante material da amostra A08.3, a mesma utilizada na digestão ácida - ??.

A lixiviação será realizada com tiosulfato de sódio pentahidratado, sulfato de cobre pentahidratado e amônia a 25 %. As concentrações dos reagentes são as seguintes:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O} = 1 \text{ M}$ ;
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O} = 0,01 \text{ M}$ ;
- $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = 2 \text{ M}$ .

A lixiviação será feita com uma razão sólido/líquido de 1 para 2 ( $S/L = 1/2$ ) e será utilizado 200 g de minério.

A lixiviação foi efetuada a temperatura ambiente, com uma agitação de 450 rpm, durante 8 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 1 L.

As quantidades de reagentes utilizados foram as seguintes:

- $m_{[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}]} = 99,268 \text{ g}$
- $m_{[\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}]} = 0,9987 \approx 1 \text{ g}$
- $V_{[\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]} = 15,138 \text{ mL}$

Num balão volumétrico de 250 mL foi colocado 15 mL de amônia a 25 %, com uma pipeta de 10 mL. O volume restante foi preenchido com água destilada, até perfazer os 250 mL do balão. Num gobelé, foi medida a massa de tiosulfato de sódio pentahidratado (99,34 g) e a massa de sulfato de cobre pentahidratado (1,01 g) que vão ser utilizados. De seguida, juntou-se os conteúdos do balão volumétrico (água + amônia a 25 %) ao gobelé com o tiosulfato de sódio pentahidratado e sulfato de cobre pentahidratado, agitou-se com uma vareta de vidro até estar bem dissolvido e homogeneizado.

Foi medida a massa de minério a ser lixiviado (200,00 g), da amostra A08.3. O minério foi colocado dentro do reator de borosilicato. Adicionou-se ao reator a solução com os reagentes dissolvidos e acrescentou-se 150 mL de água de forma a perfazer os 400 mL de fase líquida, respeitando a relação S/L.

Regulou-se o agitador e definiu-se uma velocidade de rotação de 450 rpm. Deixou-se a trabalhar durante cerca de 5 minutos. De seguida, parou-se o agitador, deixou-se decantar um pouco e mediou-se o pH (7,25) e o Eh (-86,0 mV - valor medido; 133 mV - valor convertido).

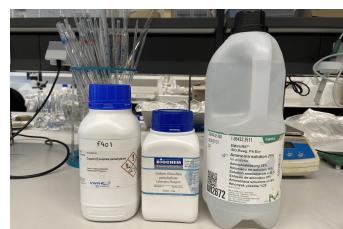


Figura 1: Reagentes utilizados na lixiviação.



Figura 2: Lixiviação a decorrer.

Uma vez registados os valores de pH e Eh, retomou-se o funcionamento do agitador.

Deixou-se a lixivar durante 8 horas. No fim da lixiviação, mediu-se novamente o pH (6,15) e o Eh (-60,5 mV - valor medido; 159 mV - valor convertido).

De seguida, montou-se o sistema de filtragem, composto por um filtro de Büchner, um Kitasato, uma bomba de vácuo e um papel de filtro. Filtrou-se e mediu-se o volume do licor de lixiviação - 369 mL.

O resíduo sólido que foi filtrado foi lavado com 500 mL de água. Colocou-se o resíduo de novo no reator, adicionou-se 500 mL de água e ligou-se o agitador, deixando lavar durante 30 minutos.

Após os 30 minutos, filtrou-se novamente o material. Mediu-se o volume de solução de água de lavagem - 490 mL.

Tanto o licor de lixiviação como a água de lavagem, foram colocados em recipientes de vidro, identificados e armazenados - Figura 3.

O material, já lavado e filtrado (Figura 4), foi colocado numa estufa a secar durante o fim-de-semana. Após estar seco, mediu-se a massa - 192,61 g (já a descontar a massa do vidro de relógio e do papel de filtro). Reservou-se.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

**CONCENTRAÇÕES EM Au:** Licor de lixiviação - 1,616 mg/L; água de lavagem - 0,255 mg/L; resíduo (média) - 9,94 ppm.

### Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Tiossulfato

Hoje realizou-se a digestão ácida do resíduo de lixiviação com tiossulfato de sódio pentahidratado, do dia **15 Novembro 2024**.

Foi seguido o mesmo procedimento do dia ??.

Utilizou-se a mesma relação de ácido sulfúrico e ácido nítrico, 1:3. Ou seja, 6 mL de HNO<sub>3</sub> e 18 mL de HCl. Foram feitos 3 ataques, com 1 hora e 30 minutos entre cada um. Totalizando em 4 horas e 30 minutos de digestão.

No fim dos 3 ataques, juntou-se 4 mL de HCl a cada um dos copos e verteu-se para balões volumétricos de 50 ml, separando o resíduo sólido do líquido. O volume restante dos balões foi preenchido com água destilada. O resíduo sólido foi colocado numa placa de Petri e reservado.

Os valores de pH e de Eh não são fidedignos. Os equipamentos de medição não estavam calibrados, portanto os valores medidos podem não ser os valores reais.



Figura 3: Licor de lixiviação e água de lavagem (Tiossulfato).



Figura 4: Resíduo sólido da lixiviação (Tiossulfato).

Ver o procedimento em detalhe para mais informação.

Posteriormente, o conteúdo dos balões volumétricos será filtrado para ser analisado na absorção atómica.

Após a análise na absorção atómica, obteve-se a Tabela 1 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com Tiossulfato:

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,06004	1,96	9,8221
Dig. 2	0,06407	2,09	10,4402
Dig. 3	0,06463	2,11	10,5261
Dig. 4	0,05436	1,79	8,9509
Dig. 5	0,06083	1,99	9,9433

Tabela 1: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Tiossulfato.

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**1,616 mg/L**) e da água de lavagem (**0,255 mg/L**).

22 Novembro 2024

Hoje realizou-se a lixiviação com **Tioreia** ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ) de um dos restantes sacos de  $\approx 250$  g da amostra A08. O saco selecionado, aleatoriamente, foi a sub-amostra A08.4.

Para a elaboração do procedimento desta lixiviação, foi tomado em consideração o artigo “*An innovative thiourea gold leaching process*”<sup>2</sup>. A partir deste artigo foram definidas as concentrações dos reagentes a usar e o procedimento a ser tomado para a lixiviação.

Nesse sentido, as concentrações utilizadas foram as seguintes:

- Tioreia,  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$  - 100 g/kg de minério;
- Sulfato de ferro (III) penta-hidratado,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ : 0,5 g/kg de minério;
- Ácido sulfúrico,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  - o necessário para obter uma solução com  $\text{pH} = 1$ .

Foi decidido utilizar 100 g de minério da sub-amostra A08.4, para a lixiviação. A lixiviação será feita com uma razão sólido líquido de 1 para 5 (S/L = 1/5).

A lixiviação foi efetuada a temperatura ambiente, com uma agitação de 350 rpm, durante 6 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 500 mL.

Foi realizado o cálculo da quantidade de reagentes necessários, para as concentrações estipuladas. Para o caso do sulfato de

<sup>2</sup> S Ubaldini, P Fornari, R Massidda, and C Abbruzzese. An innovative thiourea gold leaching process. *Hydrometallurgy*, 48(1):113–124, 1998

ferro (III), como a concentração utilizada no artigo era muito baixa, utilizou-se sulfato de ferro (III) penta-hidratado. Portanto, ajustou-se os cálculos tendo em consideração esta alteração.

A quantidade de reagentes utilizada foi a seguinte:

- $m_{[CH_4N_2S]} = 10\text{ g};$
- $m_{[Fe_2(SO_4)_3 \cdot 5H_2O]} = 0,0612\text{ g};$
- $V_{[H_2SO_4]} = 1,85\text{ mL}.$

No reator de borossilicato, foi adicionado 500 mL de água destilada e 10 g de  $CH_4N_2S$ . Dissolveu-se a tioureia com auxílio do agitador mecânico e ajustou-se o pH, adicionando 1,85 ml de  $H_2SO_4$ , o que resultou num pH = 1,3. Após acidificar a solução, adicionou-se  $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 5H_2O$  e o minério no reator, regulando o agitador para 350 rpm e dando início à lixiviação às 10h18.

Foi-se verificando o pH ao longo da lixiviação para garantir que a solução se encontrava com um pH = 1, adicionando  $H_2SO_4$  conforme necessário.

Adicionou-se, durante as 6 horas de lixiviação, 1,465 mL de  $H_2SO_4$ . No total adicionou-se 3,315 mL de  $H_2SO_4$ , sendo que 1,85 mL foi adicionado antes da lixiviação, sem o minério na solução e 1,465 mL foi adicionado durante a lixiviação, com o minério na solução.

Foi preparada uma solução de lavagem com água destilada acidificada (pH = 1). A relação S/L para a lavagem foi de 1/2,5. Portanto, para 100 g de minério utilizou-se 250 mL de água destilada acidificada. Para acidificar 250 mL de água destilada, adicionou-se 1 mL de  $H_2SO_4$  resultando num pH = 1,046.

Uma vez terminada a lixiviação, filtrou-se o material com um sistema de filtração composto por um filtro Büchner, um balão Kitasato, um papel de filtro e uma bomba de vácuo. Filtrou-se a solução, mediu-se o volume de licor filtrado (473 mL) e mediu-se o pH do licor (1,195).

Colocou-se o sólido filtrado novamente no reator de borossilicato, adicionou-se os 250 mL de água destilada acidificada e deixou-se a lavar durante 30 minutos com o agitador mecânico a 350 rpm. Uma vez terminada a lavagem, filtrou-se novamente com o mesmo sistema de filtragem. Mediu-se o volume da água de lavagem (250 mL) e mediu-se o pH (1,118).

Tanto o licor de lixiviação como a água de lavagem, foram colocados em recipientes de vidro, identificados e armazenados - Figura 6.

O sólido filtrado foi colocado numa placa de Petri e deixado a secar na estufa a 60 °C durante 8 horas. O resíduo sólido ficou

O ácido sulfúrico foi adicionado, pouco a pouco, no reator em agitação com apenas tioureia dissolvida. Foi-se medindo o pH à medida que se ia adicionando  $H_2SO_4$  até que a solução se apresentou com pH de 1,3.



Figura 5: Lixiviação com tioureia a decorrer.

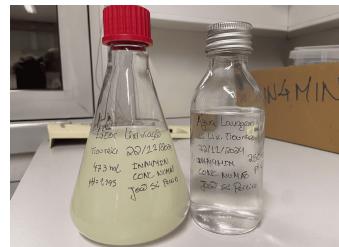


Figura 6: Licor de lixiviação e água de lavagem (Tioureia).

dentro da estufa (desligada), durante o fim de semana. O papel de filtro utilizado nas duas filtragens, pesavam 2,40 g e 2,33 g<sup>3</sup>.

Após estar seco, mediu-se a massa - 86,2 g (já a descontar a massa do vidro de relógio e do papel de filtro). Reservou-se.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

<sup>3</sup> Não esquecer de remover estes valores quando se for medir a massa do resíduo sólido seco.

O LICOR DE LIXIVIAÇÃO E A ÁGUA DE LAVAGEM precipitaram material durante os dias em que não foram analisados. Portanto, antes de se efetuar a análise por absorção atómica, deverá ser filtrado tanto o licor de lixiviação como a água de lavagem. O resíduo precipitado será armazenado para posterior análise no FRX.

CONCENTRAÇÕES EM Au: Licor de lixiviação - 1,108 mg/L; água de lavagem - 0,1071 mg/L; resíduo (média) - 8,71 ppm.

---

### *Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Tioureia*

Hoje realizaram-se as digestões ácidas do resíduo sólido proveniente da lixiviação com tioureia, do dia **22 Novembro 2024**.

O procedimento seguido para a preparação da amostra para ser colocada na mufla e da digestão ácida em si foi os do dia ?? e ??, respectivamente.

Após a análise na absorção atómica, obteve-se a Tabela 2 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com Tioureia.

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,06242	2,04	10,2000
Dig. 2	0,04530	1,51	7,5500
Dig. 3	0,05001	1,66	8,3000
Dig. 4	0,05425	1,79	8,9500
Dig. 5	0,05173	1,71	8,5500

Tabela 2: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Tioureia.

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**1,108 mg/L**) e da água de lavagem (**0,1071 mg/L**).

---

27 Novembro 2024

Hoje realizou-se a lixiviação com **Brometo de Sódio**, NaBr, de um dos restantes sacos de  $\approx 250$  g. O saco selecionado, aleatoriamente, foi a sub-amostra A08.1.

Para a elaboração do procedimento desta lixiviação, foi tomado em consideração o artigo “*Bromine leaching as an alternative method for gold dissolution*”<sup>4</sup>. A partir deste artigo foram definidas as concentrações dos reagentes a usar e o procedimento a ser tomado para a lixiviação.

Nesse sentido as concentrações utilizadas foram as seguintes:

- Brometo de sódio, NaBr - 0,43 M ou 44 g/L;
- Ácido clorídrico a 37 %, HCl - 0,42 M;
- Hipoclorito de sódio, NaOCl - 0,23 M.

Utilizou-se 200 g de minério da amostra A08.1, para a lixiviação. A lixiviação foi realizada com uma razão sólido líquido de 1 para 1 (S/L = 1/1).

A lixiviação foi efetuada a 60 °C, em banho maria, com uma agitação de 400 rpm, durante 6 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 500 mL.

Foram realizados os cálculos das quantidades de reagentes necessários, para as concentrações estipuladas.

A quantidade de reagentes utilizada foi a seguinte:

- $m_{[NaBr]} = 8,8$  g;
- $V_{[HCl]} = 2,57$  mL;
- $V_{[NaOCl]} = 22,8$  mL.

Numa proveta de 250 mL, foi adicionado cerca de 100 mL de água destilada. De seguida, com uma pipeta de 1 mL, foi adicionado 2,57 mL de HCl a 37 %. Depois, com uma pipeta de 10 mL, foi adicionado 22,8 mL de NaOCl.

Montou-se o reator de borossilicato, com 4 aberturas. Numa das aberturas, colocou-se a coluna de condensação. Noutra abertura colocou-se o agitador mecânico. As outras duas aberturas permaneceram seladas, sendo utilizadas apenas para adicionar o NaBr e para medir o pH, quando necessário.

Uma vez montado o reator, adicionou-se 200 g de minério. Selou-se o reator. Adicionou-se a solução acidificada com ácido clorídrico e hipoclorito de sódio. Apenas depois de se ter adicionado tudo, é que se adicionou o brometo de sódio. Regulou-se a

<sup>4</sup> Rui Sousa, Aurora Futuro, António Fiúza, M.C. Vila, and M.L. Dinis. Bromine leaching as an alternative method for gold dissolution. *Minerals Engineering*, 118:16–23, 2018



Figura 7: Lixiviação com Bromo a decorrer.

Adicionou-se o NaBr em último para que quando fosse adicionado se pudesse selar o reator imediatamente, de forma a evitar fugas de bromo.

agitação para 400 rpm<sup>5</sup> e deixou-se a trabalhar durante 5 minutos. Após os 5 minutos, mediu-se rapidamente o pH (0,231) para evitar fugas de bromo. Deixou-se a lixiviação decorrer durante as 6 horas, verificando periodicamente a estabilidade do reator.

Uma vez terminada a lixiviação, filtrou-se o material com um sistema de filtração composto por um filtro de Büchner, um balão Kitasato, um papel de filtro e uma bomba vácuo. Filtrou-se a solução, mediu-se o volume de licor filtrado (93 mL) e mediu-se o pH do licor (0,934).

Colocou-se o sólido filtrado novamente no reator de borossilicato, adicionou-se 500 mL de água destilada e deixou-se a lavar durante 30 minutos com o agitador mecânico regulado a 400 rpm. Uma vez terminada a lavagem, filtrou-se novamente com o mesmo sistema de filtragem. Mediú-se o volume de água de lavagem filtrada (480 mL) e mediu-se o pH (2,034).

Tanto o licor como a água de lixiviação, foram colocados em recipientes de vidro, identificados e armazenados.

O sólido lavado e filtrado foi colocado numa placa de Petri na estufa e deixado a secar a 60 °C durante 8 horas, sendo que após este tempo ficou dentro da estufa durante a noite.

Após estar seco (Figura 8), mediu-se a massa - 181,98 g (já a descontar a massa do vidro de relógio e do papel de filtro). Reservou-se.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

**CONCENTRAÇÕES EM Au:** Licor de lixiviação - 3,694 mg/L; água de lavagem - 0,512 mg/L; resíduo (média) - 9,13 ppm.

### Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Bromo

Após se realizar as digestões ácidas<sup>6</sup> do resíduo sólido lixiviado com brometo de sódio, analisou-se na absorção atómica.

Após a análise na AAS, obteve-se a Tabela 3 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com brometo de sódio.

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**3,694 mg/L**) e da água de lavagem (**0,512 mg/L**).

<sup>5</sup> No protocolo estava estipulado uma velocidade de rotação de 450 rpm, mas com esta velocidade o sistema reator + agitador + banho maria tornava-se muito instável. Portanto, reduziu-se a velocidade o que melhorou a estabilidade.



Figura 8: Resíduo sólido lavado e filtrado, seco (Bromo).

<sup>6</sup> O procedimento para a digestão ácida foi o mesmo realizado no dia ??.

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,06447	1,82	9,0761
Dig. 2	0,06392	1,80	8,9971
Dig. 3	0,06366	1,79	8,9598
Dig. 4	0,06702	1,89	9,4425
Dig. 5	0,06505	1,83	9,1595

Tabela 3: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Brometo de sódio.

29 Novembro 2024

Hoje foi realizada a lixiviação com **Citrato de Sódio di-hidratado**,  $\text{C}_6\text{H}_7\text{NaO}_7$ , do último saco de  $\approx 250$  g da amostra A08, o saco A08.2.

A lixiviação foi realizada com citrato de sódio di-hidratado,  $\text{C}_6\text{H}_7\text{NaO}_7$ , tiosulfato de sódio penta-hidratado,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ , tiosulfato de cobre penta-hidratado,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ , e hidróxido de sódio,  $\text{NaOH}$ . As concentrações dos reagentes utilizados (Figura 9) foi a seguinte:

- $\text{C}_6\text{H}_7\text{NaO}_7 = 0,2 \text{ M}$ ;
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O} = 0,2 \text{ M}$ ;
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O} = 0,1 \text{ M}$ ;
- $\text{NaOH} = 1 \text{ M}$ .

A lixiviação será feita com uma razão sólido líquido de 1 para 5 ( $S/L = 1/5$ ) e será utilizado 100 g de minério.

A lixiviação foi efetuada a  $90^\circ\text{C}$ , com uma agitação de 450 rpm, durante 9 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 500 mL.

As quantidades de reagentes adicionadas foram as seguintes:

- $m_{[\text{C}_6\text{H}_7\text{NaO}_7]} = 21,41 \text{ g}$ ;
- $m_{[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}]} = 24,83 \text{ g}$ ;
- $m_{[\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}]} = 12,48 \text{ g}$ .

Num gobelé, foi medida a massa de citrato de sódio di-hidratado (21,41 g), a massa de tiosulfato de sódio penta-hidratado (24,83 g) e a massa de sulfato de cobre penta-hidratado (12,48 g) que vão ser utilizados. Num balão volumétrico de 500 mL foi medido o volume de água destilada de forma a respeitar a relação sólido líquido (500 mL). Colocou-se um pouco dessa água num gobelé com os reagentes e agitou-se com uma vareta de vidro, de forma a dissolver os reagentes e homogeneizar a solução.



Figura 9: Reagentes utilizados na lixiviação (citrato).

Será preparada uma solução de  $\text{NaOH}$  a 1 M, para ser adicionado pouco a pouco à solução de lixiviação para garantir um pH de 11.

Uma vez dissolvidos os reagentes, foi medida a massa de minério a ser lixiviado (100 g), da amostra A08.2. O minério foi colocado no reator de borossilicato com 4 aberturas, montou-se o agitador mecânico e colocou-se a solução de lixiviação com os reagentes dissolvidos no reator. Definiu-se uma rotação de 450 rpm e deu-se início à lixiviação às 10h15. Passado 2 minutos, mediu-se o pH (1,704).

Adicionou-se 2,5 mL de NaOH a 1 M com uma pipeta de 1 mL. **Não houve alterações no valor de pH.**

Preparou-se uma solução de NaOH a 5 M, adicionou-se 22 gotas com uma pipeta *Pasteur*. **Não houve alterações no valor de pH.**

Preparou-se uma solução de NaOH a 10 M, adicionou-se 14 gotas com uma pipeta *Pasteur*. **Não houve alterações no valor de pH.**

Foi-se medindo o pH de hora em hora. O valor de pH não subiu nem desceu durante as 9 horas de lixiviação, manteve-se sempre perto de 1,7.

No fim das 9 horas de lixiviação, mediu-se novamente o pH (1,633). De seguida, montou-se o sistema de filtragem, composto por um filtro de Büchner, um Kitasato, uma bomba de vácuo e um papel de filtro. Filtrou-se e mediu-se o volume do licor de lixiviação - 500 mL.

O resíduo sólido filtrado foi lavado com 250 mL de água<sup>7</sup>. Colocou-se o resíduo de novo no reator, adicionou-se 250 mL de água destilada e ligou-se o agitador, deixando-se a lavar durante 30 minutos com uma velocidade de agitação de 450 rpm.

Após os 30 minutos, filtrou-se novamente o material agora lavado. Mediu-se o volume de solução de água de lavagem - 249 mL e mediu-se o pH - 2,794.

Tanto o licor de lixiviação como a água de lavagem, foram colocados em recipientes de vidro, identificados e armazenados.

O material, já lavado e filtrado, foi colocado numa estufa a 60 °C secar durante 8 horas. Deixou-se dentro da estufa durante o fim de semana.

Após estar seco (Figura 10), mediu-se a massa - 90,21 g (já a descontar o vidro de relógio e o papel de filtro). Reservou-se.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

**CONCENTRAÇÕES EM Au:** Licor de lixiviação - 1,00 mg/L; água de lavagem - 0,110 mg/L; resíduo (média) - 5,11 ppm.

Após se ter adicionado uma quantidade significativa de NaOH a diferentes concentrações e não se ter verificado alterações no valor de pH, decidiu-se continuar com a lixiviação com um pH ácido (cerca de 1,7) para não alterar mais a relação sólido líquido.

<sup>7</sup> Relação sólido líquido para a lavagem, S/L = 1/2,5.



Figura 10: Resíduo sólido da lixiviação seco (citra).

### Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Citrato

Após se realizar as digestões ácidas<sup>8</sup> do resíduo sólido lixiviado com citrato, analisou-se na absorção atómica.

Após a análise na AAS, obteve-se a Tabela 4 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com Citrato:

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,03469	0,96	4,7974
Dig. 2	0,03751	1,04	5,2026
Dig. 3	0,04389	1,22	6,1193
Dig. 4	0,03482	0,96	4,8161
Dig. 5	0,03338	0,92	4,6092

<sup>8</sup> O procedimento para a digestão ácida foi o mesmo realizado no dia ??.

Tabela 4: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Citrato.

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**1,00 mg/L**) e da água de lavagem (**0,11 mg/L**).

### Resultados das Lixiviações Preliminares

#### Tiossulfato

Após analisar o licor de lixiviação, a água de lavagem e as digestões ácidas dos resíduos sólidos da lixiviação na absorção atómica, obteve-se os seguintes resultados para a primeira lixiviação realizada com Tiossulfato (dia **15 Novembro 2024**):

Teor Alim. (ppm)	Rendimento fase líquida	Rendimento fase sólida	Teor Resíduo (ppm)
9,87	36,54 %	-0,71 %	9,94

Tabela 5: Teor da alimentação original (Tiossulfato).

O teor em Au do resíduo de lixiviação é superior ao teor em Au da alimentação. Isto indica que houve erros, ou na digestão ácida da alimentação, ou na amostragem do material.

Como o ouro está presente numa quantidade muito pequena, a probabilidade de erros durante a amostragem é elevada. Provavelmente, durante a separação, a parte da amostra que continha menos Au foi utilizada na digestão ácida.

Aliás, isto é ainda mais comprovado pelo facto de que o saco A08.3 foi utilizado para a lixiviação com Tiossulfato e para a digestão ácida da alimentação. Ou seja, os valores deveriam ser iguais, visto que se trata do mesmo material.

Dessa forma, calculou-se o teor da alimentação de acordo com os valores do teor em Au do resíduo de lixiviação e do licor e água de lavagem, obtendo-se a Tabela 6.

Teor Alim. compatibilizado (ppm)	Rendimento fase líquida
13,55	26,62 %

Tabela 6: Teor da alimentação compatibilizado (Tiosulfato).

O rendimento compatibilizado é muito baixo (26,62 %). Deverão ser averiguados os fatores que podem ter influenciado os resultados obtidos e desenvolver um plano de lixiviação que permita obter melhores rendimentos.

### Tioureia

Após analisar o licor de lixiviação, a água de lavagem e as digestões ácidas dos resíduos sólidos da lixiviação na absorção atómica, obteve-se os seguintes resultados para a primeira lixiviação realizada com Tioureia (dia 22 Novembro 2024):

Teor Alim. (ppm)	Rendimento fase líquida	Rendimento fase sólida	Teor Resíduo (ppm)
9,87	59,98 %	11,75 %	8,71

Tabela 7: Teor da alimentação original (Tioureia).

Realizou-se também a compatibilização do teor da alimentação, tendo em conta os valores de teor em Au obtidos pelas análises do licor, da água de lavagem e do resíduo sólido da lixiviação:

Teor Alim. compatibilizado (ppm)	Rendimento fase líquida
14,63	40,47 %

Tabela 8: Teor da alimentação compatibilizado (Tioureia).

Neste ensaio já se observa rendimentos mais elevados, no entanto continuam a ser inferiores aos rendimentos obtidos no artigo científico<sup>9</sup> utilizado para elaborar o procedimento. Obtivemos um rendimento (compatibilizado) de 40,47 %, enquanto que no artigo obtêm rendimentos de 85 %.

Existem vários fatores que se pensa terem influenciado estes resultados. O primeiro é que não se tem a certeza se a concentração de ferro se refere à concentração de Fe ou de  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ .

O segundo é que se suspeita de uma quantidade de reagente insuficiente. Pode ser que a quantidade de tioureia utilizada seja insuficiente para lixiviar o material. Uma solução será aumentar a quantidade de Tioureia adicionada.

<sup>9</sup> S Ubaldini, P Fornari, R Massidda, and C Abbruzzese. An innovative thiourea gold leaching process. *Hydrometallurgy*, 48(1):113–124, 1998

Outro fator pode ser a temperatura. No artigo são realizadas lixiviações a diferentes temperaturas ( $20^{\circ}\text{C}$ ,  $40^{\circ}\text{C}$  e  $60^{\circ}\text{C}$ ). Apesar de estar claro no artigo que a lixiviação a diferentes temperaturas não apresentam aumentos significativos no rendimento.

### Bromo

Após analisar o licor de lixiviação, a água de lavagem e as digestões ácidas dos resíduos sólidos da lixiviação na absorção atómica, obteve-se os seguintes resultados para a primeira lixiviação realizada com Brometo de sódio (dia **27 Novembro 2024**).

Teor Alim. (ppm)	Rendimento fase líquida	Rendimento fase sólida	Teor Resíduo (ppm)
9,87	29,85 %	7,53 %	9,127

Tabela 9: Teor da alimentação original (Brometo de Sódio).

Realizou-se também a compatibilização do teor da alimentação, tendo em conta os valores de teor em Au obtidos pelas análises do licor, da água de lavagem e do resíduo sólido da lixiviação:

Teor Alim. compatibilizado (ppm)	Rendimento fase líquida
10,79	15,41 %

Tabela 10: Teor da alimentação compatibilizado (Brometo de Sódio).

Novamente, observa-se valores de rendimento muito baixos comparados aos obtidos no artigo científico<sup>10</sup> seguido. Obteve-se um rendimento (compatibilizado) de 15,41 %, enquanto que no artigo obtém rendimentos de 73 %.

Relativamente a fatores que possam ter influenciado os valores obtidos, coloca-se a hipótese de fuga de bromo quando se realizou a medição do pH (apesar de não se ter verificado “vapor laranja” a sair do reator de borossilicato). Outra hipótese pode ser a fuga gradual de bromo pela abertura entre a rolha e o agitador mecânico. Mesmo tendo sido utilizada uma rolha nova, verificou-se que com a rotação do agitador, a abertura da rolha foi gradualmente aumentando. Verificou-se, também, resíduo que escorreu pela parte de fora do reator quando se retirou este do banho maria para realizar a filtração. Não se sabe<sup>11</sup> como é que foi possível a fuga de qualquer tipo de material (gás ou líquido), tendo-se selado fortemente o reator de borossilicato.

<sup>10</sup> Rui Sousa, Aurora Futuro, António Fiúza, M.C. Vila, and M.L. Dinis. Bromine leaching as an alternative method for gold dissolution. *Minerals Engineering*, 118:16–23, 2018

<sup>11</sup> Apenas a colocar hipóteses.

*Citrato*

Após analisar o licor de lixiviação, a água de lavagem e as digestões ácidas dos resíduos sólidos da lixiviação na absorção atómica, obteve-se os seguintes resultados para a primeira lixiviação realizada com Citrato (dia **29 Novembro 2024**).

<b>Teor Alim. (ppm)</b>	<b>Rendimento fase líquida</b>	<b>Rendimento fase sólida</b>	<b>Teor Resíduo (ppm)</b>
9,87	53,43 %	48,24 %	5,11

Tabela 11: Teor da alimentação original (Citrato).

Realizou-se também a compatibilização do teor da alimentação, tendo em conta os valores de teor em Au obtidos pelas análises do licor, da água de lavagem e do resíduo sólido da lixiviação:

<b>Teor Alim. compatibilizado (ppm)</b>	<b>Rendimento fase líquida</b>
15,78	67,63 %

Tabela 12: Teor da alimentação compatibilizado (Citrato).

No caso do citrato, surpreendentemente, obtivemos rendimentos superiores aos outros três ensaios. Surpreendentemente porque devido ao que ocorreu durante o ensaio<sup>12</sup>, esperava-se piores resultados. Supõe-se que a alteração da cor durante a lixiviação seja devido à presença de reagentes utilizados no tratamento anterior a que o minério foi sujeito<sup>13</sup>. No entanto, foi o ensaio que até agora apresentou melhores resultados relativamente ao rendimento (67,63 %).

De notar que o rendimento de 67,63 % obtido é para o teor da alimentação compatibilizado, que tem um valor de 15,78 ppm, consideravelmente superior ao teor da alimentação original (9,87 ppm). Possivelmente, a amostra utilizada (A08.2) na lixiviação com citrato tenha uma concentração em Au superior às restantes. Sobrou cerca de 159 g de material dessa amostra que não foi lixiviado. Será prudente realizar uma outra lixiviação com citrato dessa mesma amostra, para confirmar os resultados obtidos e verificar se ocorre novamente a alteração da cor.

<sup>12</sup> Alteração da cor da polpa para preto. Ver resíduo sólido da lixiviação, Figura 10.

<sup>13</sup> O minério da mina do Numão com que se está a trabalhar é um pré-concentrado que foi submetido a tratamentos hidrometalúrgicos anteriores, como a flutuação.

### **Parte III: Segunda Etapa de Lixiviações**

### Digestão ácida de um novo saco de material

Nesta segunda etapa de lixiviações irá ser utilizado um novo saco de material, pois o material restante do saco A08 foi utilizado nos ensaios preliminares.

Para isso, é necessário selecionar um saco aleatório e analisar a teor em ouro desta nova “alimentação”.

Selecionou-se o saco A04.3 e procedeu-se à digestão ácida do material, seguindo o procedimento do dia ?? e do dia ??.

Após a digestão ácida, procedeu-se à análise na absorção atómica. Da qual se obteve a seguinte tabela referente às concentrações em Au do saco A04.3.

Uma das digestões ácidas partiu-se e portanto apenas foi possível analisar 4 das 5 digestões efetuadas. No entanto, como os valores obtidos são bastante próximos, considerou-se que a média dos teores em Au é representativa.

Amostra	Conc. (mg/L)	Qt. metal na sol. (mg)	Teor Au (mg/g)	Teor Au (%)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	1,91	0,0955	0,0096	0,0010	9,550
Dig. 2	1,85	0,0925	0,0093	0,0009	9,250
Dig. 3	1,99	0,0995	0,0100	0,0010	9,950
Dig. 4	1,77	0,0885	0,0089	0,0009	8,850

Sendo que a média dos teores em Au é de 9,40 ppm.

4 Dezembro 2024

Hoje realizou-se o segundo ensaio de lixiviação com Tioureia. Utilizou-se o material restante do saco A08.4, o mesmo material utilizado na lixiviação com Tioureia do dia **22 Novembro 2024**.

Como dito anteriormente, suspeita-se que os resultados não satisfatórios obtidos no ensaio preliminar com Tioureia sejam consequência de uma quantidade de reagentes insuficiente. Nesse sentido, neste segundo ensaio, colocou-se o dobro da concentração de cada um dos reagentes para que se possa verificar se esse foi o problema.

Portanto, as concentrações utilizadas foram as seguintes:

- Tioureia,  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$  - 200 g/kg de minério;
- Sulfato de ferro (III) penta-hidratado,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ : 0,5 g/kg de minério;
- Ácido sulfúrico,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  - o necessário para obter uma solução com  $\text{pH} = 1$ .

Utilizou-se 100 g de material restante do saco A08.4, para a lixiviação. Foi utilizada uma relação sólido-líquido de 1 para 5 ( $\text{S/L} = 1/5$ ), portanto para 100 g de sólido teremos 500 mL de líquido.



Figura 11: Reagentes utilizados na lixiviação com Tioureia, ensaio 2.

A lixiviação foi efetuada a uma temperatura ambiente, com uma agitação de 350 rpm, durante 6 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 500 mL.

A quantidade de reagentes adicionada foi a seguinte:

- $m_{[CH_4N_2S]} = 20\text{ g};$
- $m_{[Fe_2(SO_4)_3 \cdot 5H_2O]} = 0,123\text{ g};$
- $V_{[H_2SO_4]} = 1,7\text{ mL para ajustar pH} = 1.$

No reator de borossilicato, foi adicionado 500 mL de água destilada e 20 g de  $CH_4N_2S$ . Dissolveu-se a  $CH_4N_2S$  e ajustou-se o pH, adicionando 1,7 mL de  $H_2SO_4$ , que resultou num pH = 1,251. Após acidificar a solução, adicionou-se  $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 5H_2O$  e o minério no reator, regulando o agitador para 350 rpm e dando início à lixiviação às 10h40.

Após 5 minutos de lixiviação, interrompeu-se a agitação e mediu-se o pH (1,315). Foi-se verificando o pH ao longo da lixiviação, para garantir que a solução se encontrava com pH = 1, adicionando  $H_2SO_4$  sempre que necessário.

Adicionou-se, durante as 6 horas de lixiviação, 0,6 mL de  $H_2SO_4$ . No total, adicionou-se 2,3 mL de  $H_2SO_4$ , sendo que 1,7 mL foram adicionados antes da lixiviação e 0,6 mL durante a lixiviação para manter o pH = 1.

Foi preparada uma solução de lavagem com água destilada acidificada (pH = 1,099). A relação S/L para lavagem foi de 1/1,5, ou seja, 150 mL de solução de lavagem para 100 g de minério.

Uma vez terminada a lixiviação, filtrou-se o material com um sistema de filtragem composto por um filtro de Büchner, um balão Kitasato, papel de filtro e bomba de vácuo. Filtrou-se a solução, mediu-se o volume de licor filtrado (495 mL) e mediu-se o pH do licor (1,801).

Irão ser efetuadas duas lavagens, portanto colocou-se o sólido filtrado novamente no reator de borossilicato e adicionou-se 150 mL de solução de lavagem. Deixou-se a lavar durante 30 minutos, com agitação de 350 rpm. Uma vez terminada a lavagem, filtrou-se novamente com o mesmo sistema de filtragem. Mediu-se o volume da água de lavagem (150 mL) e mediu-se o pH da água de lavagem (pH = 1,232).

Colocou-se o sólido filtrado novamente no reator de borossilicato e adicionou-se 150 mL de solução de lavagem, para efetuar a segunda lavagem. Deixou-se a lavar durante 30 minutos, com agitação de 350 rpm. Uma vez terminada a lavagem, filtrou-se novamente com o mesmo sistema de filtragem. Mediu-se o volume da água de lavagem (150 mL) e mediu-se o pH da água de lavagem (pH = 1,216).

As alterações feitas em relação ao ensaio preliminar foram a temperatura (de 60 °C para temperatura ambiente), a concentração de tioureia (de 100 g/kg para 200 g/kg) e a concentração de sulfato de ferro (III) penta-hidratado (de 0,5 g/kg para 1 g/kg).



Figura 12: Licor de lixiviação e águas de lavagem da lixiviação com Tioureia, ensaio 2.

Ocorreu novamente precipitação de sólido nos frascos de armazenamento do licor de lixiviação e das águas de lavagem. Ver Figura 13.

Tanto o licor de lixiviação como as águas de lavagem foram guardados em frascos devidamente identificados para posterior análise.

O sólido filtrado foi colocado numa placa de Petri e deixado a secar na estufa a 60 °C durante 10 horas.

Após estar seco, mediu-se a massa do resíduo de lixiviação, subtraindo as massas dos papéis de filtro - 89,49 g.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

**CONCENTRAÇÕES EM Au:** Licor de lixiviação - 1,088 mg/L; Água de lavagem 1 - 0,64 mg/L; Água de lavagem 2 - 0,13 mg/L; resíduo (média) - 6,90 ppm.



Figura 13: Precipitado no licor de lixiviação com Tioureia, ensaio 2.

#### *Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Tioureia, ensaio 2*

Hoje realizou-se as digestões ácidas do resíduo sólido proveniente da lixiviação com Tioureia, ensaio 2, do dia **4 Dezembro 2024**.

O procedimento seguido para a preparação da amostra para ser colocada na mufla e da digestão ácida em si foi os do dia ?? e ??, respetivamente.

Após a análise na absorção atómica, obteve-se a Tabela 13 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com Tioureia, ensaio 2.

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,02813	1,01	5,0587
Dig. 2	0,04310	1,54	7,7224
Dig. 3	0,04126	1,48	7,3950
Dig. 4	0,04119	1,48	7,3826
Dig. 5	0,03875	1,39	6,9484

Tabela 13: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Tioureia, ensaio 2.

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**1,088 mg/L**), da água de lavagem 1 (**0,64 mg/L**) e da água de lavagem 2 (**0,13 mg/L**).

**11 Dezembro 2024**

Hoje realizou-se a segunda lixiviação com Citrato de Sódio dihidratado,  $C_6H_7NaO_7$ . Utilizou-se o material que sobrou do ensaio preliminar, realizado no dia **29 Novembro 2024**, o saco A08 .2.

Utilizou-se os mesmos reagentes: citrato de sódio di-hidratado,  $C_6H_7NaO_7$ ; tiosulfato de sódio penta-hidratado  $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$ ; sulfato de cobre penta-hidratado,  $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ ; hidróxido de sódio,  $NaOH$ . As concentrações de cada um dos reagentes foi a seguinte:

- $C_6H_7NaO_7 = 0,2\text{ M}$ ;
- $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O = 0,1\text{ M}$ ;
- $CuSO_4 \cdot 5 H_2O = 0,1\text{ M}$ ;
- $NaOH = 5\text{ M e }15\text{ M}$ .

A lixiviação foi realizada com uma relação sólido-líquido de 1 para 5 ( $S/L = 1/5$ ) e foi utilizado 100 g de minério.

A lixiviação foi efetuada a  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com uma agitação de 400 rpm, durante 9 horas.

As quantidades de reagentes adicionadas foram as seguintes:

- $m_{[C_6H_7NaO_7]} = 21,41\text{ g}$ ;
- $m_{[Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O]} = 12,41\text{ g}$ ;
- $m_{[CuSO_4 \cdot 5 H_2O]} = 12,48\text{ g}$ .

Num gobelé, foi medida a massa de citrato de sódio di-hidratado (21,41 g), a massa de tiosulfato de sódio penta-hidratado (12,41 g) e a massa de sulfato de cobre penta-hidratado (12,48) que vão ser utilizados. Num balão volumétrico de 500 mL foi medido o volume de água necessário para respeitar a relação sólido-líquido.

Colocou-se, no reator de borossilicato, os 500 mL de água destilada e juntou-se os reagentes sólidos. Colocou-se o agitador mecânico, regulado a 400 rpm e dissolveu-se os reagentes na água destilada, antes de se colocar o minério.

Mediu-se o pH da solução de lixiviação, sem o minério ( $pH = 2,895$ ). Adicionou-se uma solução<sup>14</sup> de  $NaOH$ , para que o pH da solução de lixiviação estivesse dentro do intervalo [7; 11]. O pH medido da solução de lixiviação sem o minério, após a adição de 3,4 mL de  $NaOH$  a 5 M e 2,15 mL de  $NaOH$  a 15 M, foi de 11,85.

Uma vez ajustado o pH, adicionou-se as 100 g de minério à solução de lixiviação e deu-se início à lixiviação, pelas 10h30. Deixou-se lixiviar durante 5 minutos e mediu-se novamente o pH (5,8). Ajustou-se novamente o pH, pela adição 1,85 mL de  $NaOH$  a 15 M, até que o pH fosse de 7,246.

Foi-se medindo o pH de hora em hora. O valor de pH manteve-se constante, pelo que não foi necessário adicionar mais  $NaOH$  durante a lixiviação.

As alterações feitas em relação ao ensaio preliminar foram a concentração do tiosulfato de sódio penta-hidratado (de 0,2 M para 0,1 M) e a temperatura de lixiviação (de  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  para  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).



Figura 14: Reagentes utilizados na segunda lixiviação (citrato).

<sup>14</sup> Na verdade, foram adicionadas duas soluções com diferentes concentrações. Primeiramente uma solução de  $NaOH$  a 5 M, mas como o pH continuava fora do intervalo desejado após se adicionar uma quantidade considerável, trocou-se para uma solução a 15 M, para prevenir alterações na relação sólido-líquido.

No fim das 9 horas de lixiviação, filtrou-se a solução com um sistema de filtragem composto por um filtro de Büchner, um balão Kitasato, papel de filtro e bomba de vácuo. Filtrou-se e mediu-se o volume de licor de lixiviação (487 mL). Mediú-se o pH (6,719) e guardou-se o licor de lixiviação num frasco devidamente identificado.

O bolo de minério foi lavado com 150 mL de água destilada. Foi utilizada uma relação de lavagem de 1 para 1,5 ( $S/L = 1/1,5$ ) e efetuaram-se duas lavagens, de 30 minutos cada.

Após a primeira lavagem, filtrou-se o material e mediu-se o volume da água da 1<sup>a</sup> lavagem (112 mL) e o pH (pH = 6,970)<sup>15</sup>. O volume de água filtrada da 2<sup>a</sup> lavagem foi de 156 mL e o pH medido foi de 7,676. As águas de lavagem foram devidamente identificadas e colocadas em recipientes de vidro.

O material, já lavado e filtrado, foi colocado numa placa de Petri e deixado a secar na estufa a 60 °C durante 10 horas.

Após estar seco, mediu-se a massa do resíduo de lixiviação, subtraindo as massas dos papéis de filtro - 90,29 g.

O resíduo sólido seco foi desagrado no moinho de anéis, e colocado na mufla para se proceder à digestão ácida.

**CONCENTRAÇÕES EM Au:** Licor de lixiviação - 1,34 mg/L; Água de lavagem 1 - 0,31 mg/L; Água de lavagem 2 - 0,30 mg/L; resíduo (média) - 6,67 ppm.

---

#### *Digestões ácidas dos resíduos de lixiviação - Citrato, ensaio 2*

Realizou-se a digestão ácida do resíduo sólido proveniente da lixiviação com citrato de sódio di-hidratado, ensaio 2, do dia ???. O procedimento seguido foi o mesmo que o do dia ?? e ??.

Após a digestão ácida, procedeu-se à análise na absorção atómica. Após essa análise, obteve-se a Tabela 14 referente às concentrações em Au no resíduo de lixiviação com citrato de sódio di-hidratado, ensaio 2.

<sup>15</sup> O volume de água de lavagem filtrada é muito inferior aos 150 mL de água de lavagem adicionada, porque o filtro de papel colmatou e não se conseguiu filtrar os 38 mL de água restante. Colocou-se o bolo com a água de novo no reator e procedeu-se à segunda lavagem, adicionando na mesma os 150 mL de água destilada.

Amostra	Absorção	Conc. (mg/L)	Teor Au (ppm)
Dig. 1	0,04577	1,32	6,5853
Dig. 2	0,04538	1,31	6,5289
Dig. 3	0,04684	1,35	6,7399
Dig. 4	0,04634	1,33	6,6676
Dig. 5	0,04762	1,37	6,8526

Da absorção atómica também se determinou a concentração em Au do licor de lixiviação (**1,34 mg/L**), da água de lavagem 1 (**0,31 mg/L**) e da água de lavagem 2 (**0,30 mg/L**).

9 Janeiro 2025

Hoje realizou-se o **segundo ensaio de lixiviação com Tiossulfato**. Utilizou-se minério de um novo saco, o saco A04.3, que já foi submetido a digestão ácida e analisado na *AAS*, apresentando um teor (médio) de **9,40 ppm**. Este saco é a nova alimentação que será utilizada para os restantes ensaios nesta segunda etapa de lixiviações.

Utilizou-se os mesmos reagentes que no ensaio preliminar, realizado no dia **15 Novembro 2024**: tiossulfato de sódio penta-hidratado,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ; sulfato de cobre penta-hidratado,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ; amónia a 25 %,  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . As concentrações de cada um dos reagentes foi a seguinte:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0,1\text{ M}$ ;
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0,01\text{ M}$ ;
- $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = 1\text{ M}$ .

A lixiviação foi realizada com uma relação sólido-líquido de 1 para 4 ( $S/L = 1/4$ ) e foi utilizado 100 g de minério.

A lixiviação foi efetuada a  $50^\circ\text{C}$ , com uma agitação de 400 rpm, durante 7 horas. Foi utilizado um reator de borossilicato de 500 mL.

As quantidades de reagentes adicionadas foram as seguintes:

- $m_{[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]} = 9,99265 \approx 10\text{ g}$ ;
- $m_{[\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]} = 0,09976 \approx 1\text{ g}$ ;
- $V_{[\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]} = 15,58\text{ mL}$ .

Numa bureta de 500 mL, colocou-se cerca de 200 mL de água destilada e juntou-se 15,38 mL de amónia a 25 %. Perfez-se o volume restante com água destilada, obtendo-se uma solução de

Tabela 14: Concentração em Au no resíduo de lixiviação com Citrato, ensaio 2.

As alterações relativamente ao ensaio preliminar foram a concentração de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (de 1 M para 0,1 M), a concentração de  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (de 2 M para 1 M), a temperatura (de ambiente para  $50^\circ\text{C}$ ), a quantidade de minério (de 200 g para 100 g), o tempo de lixiviação (de 8 horas para 7 horas), o pH (de  $\pm 7$  para  $\pm 11$ ), a relação sólido-líquido (de 1/2 para 1/4) e a utilização de NaOH para ajustar o pH.



Figura 15: Lixiviação com Tiossulfato a decorrer, ensaio 2.

400 mL, respeitando a relação sólido-líquido. Juntou-se à solução preparada os reagentes sólidos ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) e dissolveu-se os reagentes na água destilada, antes de se colocar o minério.

As 100 g de minério foram colocadas dentro do reator de borosilicato, juntou-se a solução de lixiviação e regulou-se o agitador mecânico para uma velocidade de rotação de 400 rpm, dando inicio à lixiviação às 10h20. Passado 5 minutos, mediu-se o pH (9,3) e ajustou-se<sup>16</sup> com NaOH a 15 M, até que o pH fosse de 11,002. Uma vez ajustado o pH, deixou-se a lixiviar durante 7 horas, medindo-se o pH de hora a hora. Não foi necessário ajustar o pH durante a lixiviação.

No fim das 7 horas de lixiviação, filtrou-se a solução com um sistema de filtragem composto por um filtro de Büchner, um balão Kitasato, papel de filtro e bomba de vácuo. O volume de licor de lixiviação filtrado foi de 380 mL. O pH do licor de lixiviação foi de 11,172. O licor de lixiviação foi guardado num frasco devidamente identificado.

O bolo de minério foi lavado com 150 mL de água destilada (S/L = 1/1,5), durante 30 minutos. Após a lavagem, mediu-se o volume da água de lavagem 1 (142,5 mL) e o pH (10,990).

O bolo foi lavado uma segunda vez com 150 mL de água destilada durante 30 minutos. Após a lavagem, mediu-se o volume da água de lavagem 2 (149 mL) e o pH (10,828).

As águas de lavagem foram guardadas em recipientes de vidro devidamente identificados.

O material, já lavado e filtrado, foi colocado numa placa de Petri e deixado a secar na estufa a 60 °C durante 10 horas. Após estar seco mediu-se a massa do resíduo sólido de lixiviação, subtraindo as massas dos papéis de filtro - 90,50 g.

O resíduo sólido será submetido a digestão ácida para análise posterior na absorção atómica.

<sup>16</sup> Adicionou-se 45 gotas de uma solução de NaOH a 15 M, com uma pipeta *pasteur*. Cada gota tem aproximadamente 0,05 mL, ou seja, adicionou-se cerca de 2,0 mL de NaOH a 15 M para ajustar o pH a  $\pm 11$ .

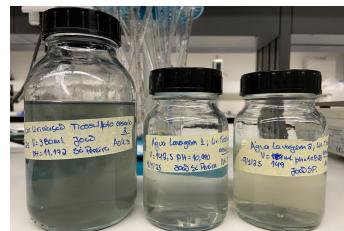


Figura 16: Licor de lixiviação e águas de lavagem da lixiviação com Tiossulfato, ensaio 2.

## *Referências*

- Rui Sousa, Aurora Futuro, António Fiúza, M.C. Vila, and M.L. Dinis. Bromine leaching as an alternative method for gold dissolution. *Minerals Engineering*, 118:16–23, 2018.
- S Ubaldini, P Fornari, R Massidda, and C Abbruzzese. An innovative thiourea gold leaching process. *Hydrometallurgy*, 48(1): 113–124, 1998.

