



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL  
MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

# PREPARO ELETROLÍTICO DE SOLUÇÃO DE OURO

EXEMPLAR PERTENCENTE A BIBLIOTECA

STM28

CE

ex 1

Nº 28

Seção  
Metalurgia Extrativa

Nº 11

Brasília

1983

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM  
CONVÊNIO DNPM/CPRM

Tecnologia Mineral  
nº 28

Autores: Marcus Granato \*  
Luiz Gonzaga S. Sobral \*\*  
Ronaldo Luiz C. Santos \*\*\*  
Delfin da Costa Laureano \*\*\*\*

PREPARO ELETROLÍTICO  
DE SOLUÇÃO DE OURO

Execução e elaboração do trabalho pelo  
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM  
Através do convênio DNPM/CPRM

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
Cesar Cals - Ministro de Estado

DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL  
Yvan Barretto de Carvalho - Diretor Geral

DIVISÃO DE FOMENTO DA PRODUÇÃO MINERAL  
Manoel da Redenção e Silva - Diretor

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL  
Roberto C. Villas Bôas - Superintendente

- \* Engº Metalúrgico, Engº do CETEM
- \*\* Engº Químico, M.Sc. Eng. Metalúrgica  
e de Materiais, Engº do CETEM
- \*\*\* Engº Químico, M.Sc. Eng. Metalúrgica  
e de Materiais, Engº do CETEM
- \*\*\*\* Engº Metalúrgico, Engº da Casa da Moeda  
do Brasil-CMB

CT-0041-2

BRASÍLIA  
1983

Tomb: 006402

CETEM  
BIBLIOTECA

N.º 132 Data 29/01/85

PATRIMÔNIO	
17-B - 4064	
COL. DE	VOL   VOL N.º
DATA 28/04/93	
REG. N.º	
BMB	

Publicação do Departamento Nacional da Produção Mineral  
Setor de Autarquias Norte  
Quadra 01 - Bloco B - Telex (061) III 6  
70000 - Brasília (DF) - Brasil

Copyright 1983  
Reservados todos os direitos  
Permitida a reprodução, desde que mencionada a fonte

Depósito Legal  
Biblioteca Nacional do Rio de Janeiro  
Instituto Nacional do Livro

Brasil. DNPM  
Preparo eletrolítico de solução de ouro /por/  
M. Granato e outros. Brasília, 1983.  
...p. il. (Brasil. DNPM. Ser. Tecnologia Mineral,  
28. Seção Met. Ext., 11)  
"Trabalho executado pelo Centro de Tecnologia  
Mineral, através do Convênio DNPM/CPRM".  
Bibliogr.  
1. Tecnologia Mineral-Brasil. I. Granato, Mar  
cus. II. Centro de Tecnologia Mineral, Rio de  
Janeiro. III. Título. IV. Série.

CDD 622.7  
CDU 622.8 (81)

## SUMÁRIO

PÁGINAS

### RESUMO ABSTRACTS

1. INTRODUÇÃO .....	01
2. TESTES EXPLORATÓRIOS E SELEÇÃO DO MATERIAL POROSO .....	03
3. ESTUDO FATORIAL .....	04
3.1. Aparelhagem e procedimento experimental.....	04
3.2. Análise e discussão do estudo fatorial .....	05
3.2.1. Influência do efeito das variáveis sobre a quantidade de ouro desproporcionado .....	08
3.2.2. Influência do efeito das variáveis sobre a velocidade de concentração, em ouro, da solução .....	10
3.3. Conclusões do estudo fatorial .....	12
4. TESTES COMPLEMENTARES .....	13
5. CONCLUSÕES GERAIS .....	14
6. BIBLIOGRAFIA .....	16

## RESUMO

O preparo de solução de ouro consiste em produzir ácido tetracloro áurico ( $\text{HAuCl}_4$ ) com vistas a sua utilização como eletrólito no refino eletrolítico do ouro. O método eletrolítico para o processo baseia-se na eletrólise convencional do ouro utilizando uma cápsula de material poroso onde são colocados os catodos. Desta forma, os íons de ouro produzidos na dissolução anódica são impedidos de migrar para redução nos catodos, constituindo-se o ânodo na solução desejada. Foram realizadas três etapas de ensaios em que foram estudados respectivamente a cápsula de material poroso, o processo em si através de um estudo fatorial e o comportamento em ensaios de longa duração. As condições de processo escolhidas estão a seguir:

- densidade de corrente de  $11 \text{ A} \cdot \text{dm}^{-2}$ ;
- temperatura de  $25^\circ\text{C}$  (ambiente);
- concentração inicial de ácido clorídrico de  $220 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ ;
- concentração de cloreto de sódio de  $25 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ , produzindo as seguintes respostas:
  - velocidade de concentração, em ouro, de  $32,4 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ;
  - concentração final de ouro de  $280 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ ;
  - ganho de peso do catodo de  $0,04\%$ ;
  - ouro desproporcionado de  $0,44\%$  do ouro dissolvido.

## ABSTRACT

Preparation of a gold solution consists of producing auric tetrachlorine acid ( $\text{HAuCl}_4$ ) to be used as electrolyte in electrolytic refining of gold. The electrolytic method for the process is based on gold conventional electrolysis using a capsule of porous material where cathodes are placed. This way, gold ions produced in the anodic dissolution are prevented from migrating for reduction on the cathodes, the anolyte becoming the desired solution. Three testing series were carried out, in which there were studied respectively the porous material capsule, the process itself through a factorial study, and its behaviour in long duration tests. The process conditions chosen are the following:

- current density:  $11 \text{ Adm}^{-2}$ ;
- temperature:  $25^\circ\text{C}$  (environment);
- initial concentration of hydrochloric acid:  $220 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ ;
- sodium chloride concentration:  $25 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ , producing the following responses:
  - concentration velocity, in gold:  $32.4 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ;
  - final concentration of gold:  $280 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ ;
  - weight gain in the cathode:  $0.04\%$ ;
  - disproportionate gold:  $0.44\%$  dissolved gold.

## 1. INTRODUÇÃO

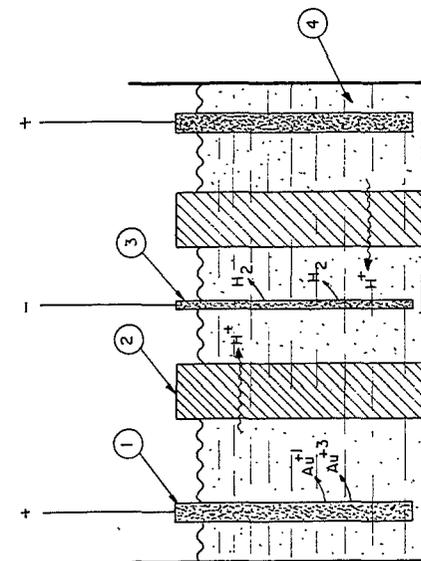
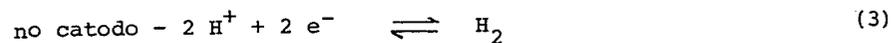
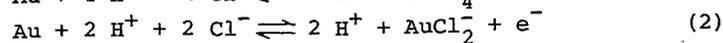
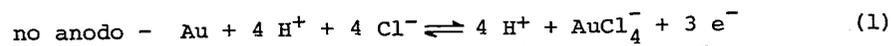
O preparo da solução-eletrólito constitui e tapa auxiliar no processo de eletrorrefino de ouro (Wohlwill). Existem três métodos que permitem a obtenção do fluido desejado (ácido tetracloro áurico- $\text{HAuCl}_4$ ), sendo dois de natureza química e um de natureza eletroquímica, a saber:

- cloração (com gás  $\text{Cl}_2$ ) do ouro, em presença de ácido clorídrico;
- dissolução do ouro com água-régia e posterior desnitração da solução;
- eletrolítico.

Na expansão da sua unidade de refino de ouro, a Casa da Moeda do Brasil optou pelo terceiro processo. Assim sendo, caracterizou-se a necessidade de um estudo sistemático, em vista da inexistência de informações detalhadas sobre o mesmo nas fontes bibliográficas consultadas.

O método eletrolítico consiste em promover a eletrólise, numa solução de ácido clorídrico, entre anodos de ouro puro (99,99%) e catodos que podem ser constituídos de ouro (99,99%), prata, ou titânio recoberto por uma fina camada de platina. Os anodos e os catodos encontram-se separados entre si por uma cápsula de material poroso destinada a evitar a migração dos íons de ouro, formados na dissolução anódica, para redução nos catodos. A Figura I permite visualizar o esquema do método ensaiado.

As reações eletródicas aparecem abaixo:

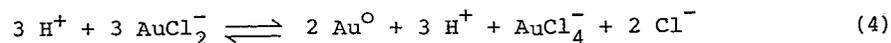


### LEGENDA

- ① - ANODO DE OURO PURO
- ② - FILTRO IMPERMEÁVEL A ÍONS DE OURO
- ③ - CATODO DE OURO PURO
- ④ - SOLUÇÃO DE HCl

FIG. I - MECANISMO DO PREPARO ELETROLÍTICO DE SOLUÇÃO DE OURO

O equilíbrio de cargas é satisfeito, no ca todo, pela redução de íons  $H^+$  (reação 3), promovendo um decrêscimo na acidez livre da solução com o decorrer do tempo de processo. A reação de dissolução do ouro, que origina o íon  $Au^{3+}$ , é a predominante no processo anódico. A formação dos íons monovalentes (reação 2) deve ser minimizada, visto que estes são instáveis em meio cloreto e podem passar a ouro elementar através de uma reação de dismutação (reação 4), que diminui a eficiência do método. O anólito, concentrado em ouro, constitui a solução desejada.



## 2. TESTES EXPLORATÓRIOS E SELEÇÃO DO MATERIAL POROSO

Para a execução dos testes exploratórios foram selecionadas quatro amostras diferentes de materiais cerâmicos disponíveis no mercado nacional. Os testes de imersão das câpsulas em solução de ácido clorídrico, por oito horas, permitiram constatar que apenas uma delas apresentou modificação de peso, mostrando não ser, o material, inerte à solução utilizada. A porosidade das três câpsulas restantes foi avaliada em testes de eletrólise (A, B e C) sob iguais condições de ensaio (2 horas, com  $10A.dm^{-2}$  de densidade de corrente). As respostas analisadas foram: a tensão desenvolvida nos terminais da célula (22,8V; 11,9V e 1,7V, respectivamente) e os respectivos ganhos de peso do catodo (0,00%, 0,00% e 0,02% em relação à quantidade de ouro dissolvida). Em vista de a solução-eletrólito ter sido suficientemente condutora (HCl a 37%) e os eletrodos constituídos de ouro puro, o fator determinante na diferença entre os valores de tensão referidos foi resultante da diferença entre as porosidades das paredes das câpsulas testadas. Quanto mais compacta for a parede, maior o impedimento para a migração dos íons

e, portanto, maior a tensão resultante. A câpsula de ensaio C foi a de melhor comportamento, apresentando uma deposição de ouro no catodo muito pequena, mostrando a sua eficiência. Amostras idênticas foram utilizadas nos testes posteriores. Os principais constituintes da sua composição são a alumina (30%), a sílica (50%) e o óxido de magnésio (13%), e os restantes (7%) representados por óxidos de sódio, cálcio, potássio, chumbo e traços de titânio e zircônio (análise realizada pela Casa da Moeda do Brasil).

## 3. ESTUDO FATORIAL

A técnica do planejamento fatorial foi escolhida por permitir que se obtenham os efeitos dos parâmetros que se deseja estudar, inclusive os sinérgicos, realizando um número mínimo de ensaios com o mínimo de erro. As técnicas envolvidas no planejamento fatorial estão descritas na literatura (1, 2).

### 3.1. - Aparelhagem e Procedimento Experimental

O tempo de ensaio foi de 2 horas, medido com cronômetro. A intensidade de corrente e a tensão nos terminais de célula foram indicadas em multímetros digitais. Os volumes de anólito e católito foram aferidos por pipetas e nivelados quando necessário. O ácido clorídrico, utilizado para o preparo das soluções, foi de grau analítico, e a água para as diluições foi bidestilada.

As soluções eletrolíticas foram preparadas a partir de soluções estoques contendo 200 e  $400g.l^{-1}$ , em ácido clorídrico. O acompanhamento dos valores destas concentrações foi efetuado diariamente, pelo método de titulação potenciométrica. A temperatura foi mantida constante, nos níveis estuda

dos, por termômetro controlador. Os eletrodos, de ouro 99,99% de pureza, apresentaram as seguintes dimensões totais em centímetros (comprimento x largura x espessura):

catodos (1 por ensaio) - (5,0 x 1,5 x 0,2)  
 anodos (2 por ensaio) - (4,0 x 1,5 x 0,1)  
 relação de áreas (anódica/catódica) - 1,8

A célula eletrolítica, em vidro pyrex, possuía volume útil de 150ml, com suporte para os eletrodos em acrílico. Os contatos de prata (88% em prata) foram soldados nos eletrodos e a região isolada com resina alquídica. Antes e após cada ensaio o catodo era pesado para o cálculo do seu ganho percentual de peso e os anodos para o cálculo da eficiência de dissolução anódica. Foram utilizadas 8 cápsulas porosas de um mesmo material, ou seja, uma para cada condição do fatorial. Não foi utilizada agitação. Ao final de cada teste, foram retiradas alíquotas do anólito e católito, para análise da concentração de ouro, por absorção atômica, e da acidez livre, por titulação potenciométrica.

### 3.2. - Análise e Discussão do Estudo Fatorial

O quadro 1, a seguir, permite a observação das variáveis e dos níveis de variação estudados.

VARIÁVEIS	NÍVEIS DE VARIAÇÃO	
	Inferior	Superior
A - Ácido clorídrico (g.l <sup>-1</sup> )	200	400
B - Densidade de corrente (A.dm <sup>-2</sup> )	4,0	11,0
C - Temperatura (°C)	25	50

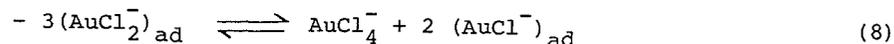
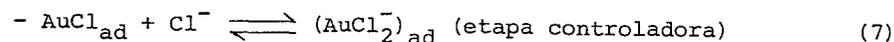
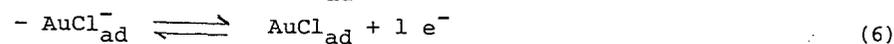
Quadro 1 - Variáveis Estudadas e seus Níveis.

A tabela 1, adiante, resume as condições de cada ensaio e as respostas obtidas. As análises fatoriais foram realizadas com os valores de velocidade de concentração em ouro no anólito e de percentagem de ouro desproporcionado.

Os resultados do ganho de peso dos catodos foram sempre baixos, totalizando, na maioria dos testes, menos de 0,04% da massa de ouro dissolvida, o que demonstrou a eficiência da cápsula utilizada. Não foi detectado ouro, ao final dos ensaios, em nenhuma das soluções do interior das cápsulas (católito).

A eficiência de corrente anódica experimental foi sempre superior a 100%, visto que os cálculos teóricos foram realizados considerando somente o íon trivalente de ouro presente. Quanto maior for a quantidade de Au<sup>3+</sup> formado, maior a eficiência da corrente anódica (3).

O mecanismo de reação da dissolução do ouro em meio clorídrico foi estudado por J. Herrera Gallego et alii (4), mostrando que a reação global é dividida em etapas, e observando-se, na polarização anódica do eletrodo de ouro, três espécies iônicas diferentes adsorvidas. Este esclarecimento servirá para um melhor entendimento da análise do fatorial. As reações 5, 6, 7, 8 e 9 são conclusões do estudo de Gallego (4).



CÓDIGO DOS ENSAIÇOS	CONDIÇÕES INICIAIS			TENSÃO DA CÉLULA (V)		VELOCIDADE DE CONCENTRAÇÃO (g.l <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup> x10 <sup>-3</sup> )		CONCENTRAÇÃO FI-NAL DE OURO (g.l <sup>-1</sup> )		EFICIÊNCIA DE CORRENTE ANÓ-DICA** (%)		AUMENTO DE PESO DO CATODO (g)		OURO DESPRO- PORCIONADO (%)	
	HCl (g.l <sup>-1</sup> )	J (A.dm <sup>-2</sup> )	θ (°C)												
1	200	4	25	1,593	1,668	3,11	3,16	22,36	22,27	105,8	107,6	0,022	0,002	0,28	0,58
a	400	4	25	1,896	1,818	3,09	3,05	22,24	21,92	104,9	103,7	0,000	0,000	0,49	0,79
b	200	11	25	2,288	2,190	6,73	6,76	48,44	48,64	103,7	103,9	0,001	0,002	0,36	0,18
ab	400	11	25	2,268	2,167	6,61	6,61	47,64	47,63	102,0	101,9	0,020	0,000	0,14	0,28
c	200	4	50	1,646	1,459	3,61	3,53	25,43	25,96	127,1	129,6	0,000	0,004	6,10	5,90
ac	400	4	50	1,529	1,420	3,30	3,26	23,76	23,44	119,5	118,3	0,005	0,002	6,60	6,95
bc	200	11	50	2,049	1,943	7,00	7,04	50,37	50,75	114,3	113,3	0,126	0,006	4,69	4,40
abc	400	11	50	1,833	1,748	6,96	6,93	50,13	49,87	113,0	112,0	0,007	0,007	5,30	4,95
A <sub>1</sub> *	200	11	50	1,789	-	7,30	-	52,40	-	117,4	-	0,009	-	4,61	-
A <sub>2</sub> *	200	11	25	2,256	-	7,20	-	51,80	-	107,2	-	0,006	-	0,30	-
A <sub>3</sub> *	220	11	25	2,541	2,521	9,10	9,20	273,00	278,00	106,0	106,8	0,200	0,210	0,44	0,45

\* - Testes com 25 g. l<sup>-1</sup> de NaCl

\*\* - Calculado com base na formação do íon Au<sup>3+</sup>

Tabela 1. - Condições de Operação e Respostas Obtidas.

3.2.1. - Influência do efeito das variáveis sobre a quantidade de ouro desproporcionado.

A tabela 2, a seguir, permite observar as influências das variáveis sobre a quantidade porcentual de ouro desproporcionado, conforme pode ser visto abaixo. Todos os efeitos individuais de aumento das variáveis foram significativos.

Código	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Diferença Média (DM)	Significância
1	0,28	0,58	3,00	-
a	0,49	0,79	0,38	S.
b	0,36	0,18	-0,92	S.
ab	0,14	0,28	-0,12	N.S.
c	6,10	5,90	5,22	S.
ac	6,60	6,95	0,30	N.S.
bc	4,69	4,40	-0,62	S.
abc	5,30	4,98	0,02	N.S.

S - Significativo N.S. - Não-Significativo  
R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> - Resultados Obtidos

Tabela 2. - Resultados da Análise Fatorial da Quantidade Porcentual de Ouro Desproporcionado.

O efeito do aumento da concentração de ácido clorídrico mostrou-se significativo, atuando de forma a aumentar a desproporcionação do ouro, em média, de 0,38%. Dados da literatura (3) estão de acordo com este resultado, qualitativamente.

Os efeitos individuais da densidade de cor

rente e da temperatura foram significativos, porém de caráter oposto. A análise para estas variáveis deve ser realizada em conjunto, visto que, da sua interação (bc), também resultou um efeito significativo na resposta. A tabela 3 permite uma melhor visualização dos efeitos. Os números apresentados são os valores médios das respostas para cada condição. Assim, o valor referente à condição em que a densidade de corrente e a temperatura estão em seus níveis inferiores é calculado pela média dos valores das respostas dos ensaios de códigos (1) e (a).

c (°C)	b (A.dm <sup>-2</sup> )	
	4	11
25	0,54	0,24
50	6,39	4,84

Tabela 3. - Interação da Densidade de Corrente com a Temperatura.

O aumento da densidade de corrente produziu, na interação com a temperatura, um efeito que resulta na diminuição da percentagem de ouro desproporcionado. O efeito, por centualmente, foi mais acentuado quando a temperatura esteve em seu nível inferior. Isto é explicado em função do efeito individual da temperatura que foi o mais significativo e de caráter positivo. A interação com a densidade de corrente atenua, no entanto, este efeito, que é o mais crítico ao nível inferior da mesma. A maior tensão resultante, em seu nível superior, pode ter promovido a oxidação da espécie Au<sup>+</sup> para Au<sup>3+</sup> (reação 8) com maior rapidez, diminuindo assim a concentração dos íons monovalentes de ouro disponíveis para a reação de dismutação. A temperatura elevada promoveu uma mobilidade iônica maior, intensificando, portanto, a reação 9. Foram observadas correntes de arraste na superfície dos anodos, causadas pelos gradientes de

temperatura e de concentração, formados naqueles ensaios com temperatura elevada. Acredita-se que estes fatores tenham sido decisivos para o aumento da percentagem de ouro desproporcionado.

Analisando estas respostas, ficou caracterizado que qualquer condição de ensaio no nível inferior de temperatura fornece bons resultados, sendo melhores aqueles nos quais a densidade de corrente está em seu valor elevado.

3.2.2. - Influência do efeito das variáveis sobre a velocidade de concentração, em ouro, da solução.

A tabela 4. mostra o efeito das variáveis sobre a resposta estudada.

Código	R <sub>1</sub> x 10 <sup>3</sup>	R <sub>2</sub> x 10 <sup>3</sup>	DM x 10 <sup>3</sup>	Significância
1	3,11	3,16	5,05	-
a	3,09	3,05	-0,15	S.
b	6,73	6,76	3,58	S.
ab	6,61	6,61	0,02	N.S.
c	3,61	3,53	0,30	S.
ac	3,26	3,30	-0,03	N.S.
bc	7,00	7,04	-0,02	N.S.
abc	6,93	6,96	0,08	S.

S - Significativo                      N.S. - Não-Significativo

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> - Resultados obtidos

DM - Diferença média

Tabela 4. - Efeito das Variáveis sobre a Velocidade de Concentração, em Ouro, da Solução.

A análise fatorial mostrou que todas as variáveis individualmente exerceram influências significativas na resposta. A análise destes efeitos torna-se mais clara com o auxílio da figura 2, visto que a interação de segunda ordem (abc) resultou também significativa. Nesta figura, cada direção representa o efeito de cada uma das variáveis estudadas. As faces paralelas do cubo representam respectivamente as respostas para os níveis inferior e superior da variável cuja direção lhes é perpendicular. Os valores anotados nos vértices do cubo são as médias aritméticas dos resultados para cada condição.

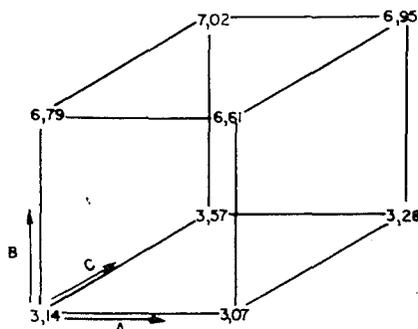


Fig. 2 - INTENSIDADE ENTRE ACIDEZ LIVRE, DENSIDADE DE CORRENTE E TEMPERATURA

O efeito de maior influência nesta resposta foi aquele resultante do aumento da densidade de corrente. Com uma densidade de corrente 175% maior que a do nível inferior, obtiveram-se aumentos na velocidade de concentração de mais de 100%, como podemos observar pela comparação entre as faces inferior e superior do cubo na figura 2.

O aumento da temperatura apresentou um efeito também positivo na velocidade de concentração em ouro na solução. As faces frontal e posterior do cubo resumem os resulta

dos relacionados. O efeito individual do aumento da temperatura representou a maior variação porcentual entre os valores das respostas. As modificações são mais sensíveis quando a densidade de corrente está no seu nível inferior, face a sua influência predominante na resposta. Um aumento da temperatura favoreceu as reações químicas envolvidas, acelerando a dissolução e diminuindo as energias de ativação para o sistema.

A concentração de ácido clorídrico na solução apresentou um efeito contrário ao das outras variáveis. Foi o menos influente dos três efeitos individuais. Em seu nível superior, uma menor dissociação do ácido parece ser responsável pela menor disponibilidade de íons  $\text{Cl}^-$  a serem adsorvidos, no anodo, para reação.

Em face dos resultados observados, quanto à velocidade de concentração, a melhor condição de ensaio foi aquela resultante da interação (bc) onde a densidade de corrente e a temperatura estão nos seus níveis mais elevados e a concentração de ácido clorídrico na solução, em seu nível inferior.

### 3.3. - Conclusões do Estudo Fatorial

Correlacionando as duas análises e objetivando a necessidade de se ter um mínimo de desproporcionamento e uma alta velocidade de concentração de ouro na solução, escolheu-se a melhor condição que seria a do ensaio de código (b); portanto, recomenda-se para o preparo do eletrólito a utilização de:

- densidade de corrente elevada ( $11\text{A.dm}^{-2}$ );
- temperatura ambiente ( $25^\circ\text{C}$ );
- concentração de ácido clorídrico inicial de  $200\text{g.l}^{-1}$

O planejamento fatorial permite obter equações empíricas que o representam dentro dos níveis estudados. A

sua utilização para previsão das respostas necessita que os parâmetros estejam dentro dos níveis referidos e sejam codificados como a seguir:

$$X_A = \frac{H^+ - 300}{100}, \quad X_B = \frac{i - 7,5}{3,5}, \quad X_C = \frac{\theta - 37,5}{12,5}$$

e as equações resultantes para as respostas são:

$$X_1 = (5,0 - 0,75 X_A + 1,79 X_B + 0,151 X_C + 0,04 X_A X_B X_C \pm 0,39) \times 10^{-3}$$

$$X_1 = \text{velocidade de concentração (em g.l}^{-1}\text{.s}^{-1}\text{)}$$

$$X_2 = 3,00 + 0,19 X_A - 0,46 X_B + 2,61 X_C - 0,31 X_B X_C \pm 0,63$$

$$X_2 = \text{porcentagem de ouro desproporcionado (em \%)}$$

#### 4. TESTES COMPLEMENTARES

Os resultados obtidos nos testes complementares estão listados na tabela 1, com os códigos  $A_1$ ,  $A_2$  e  $A_3$ . O esquema dos ensaios foi o mesmo utilizado no estudo fatorial. As condições então determinadas não representam aquelas referentes à condição que resultou em maior velocidade de concentração de ouro na solução, em razão da alta porcentagem de ouro desproporcionado a ela relacionado. Foi observado, então, o efeito da adição de cloreto de sódio (NaCl) ao eletrólito, visto que Schalch e Nicol<sup>(3)</sup> fazem referência a um efeito estabilizador deste sal sobre o íon  $Au^+$ . Repetiram-se os ensaios realizados nas condições de códigos (bc) e (b), com uma alteração, que foi a utilização de uma concentração de  $25\text{g.l}^{-1}$  de cloreto de sódio nas soluções-eletrólitos.

Observou-se que o efeito restringiu-se, no caso, a um aumento da condutividade do eletrólito, permanecendo a desproporção do ouro nos níveis anteriormente obtidos. A velocidade de concentração, no entanto, elevou-se substancialmente, ultrapassando o valor máximo obtido no estudo fatorial. Caracterizou-se a ação do sal como a de um eletrólito suporte.

Com o objetivo de observar possíveis modificações no comportamento do método no decorrer do tempo, foram realizados dois testes de maior duração. As condições foram as mesmas que as indicadas pelo estudo fatorial (b), com adição de  $25\text{g.l}^{-1}$  de NaCl à solução inicial. A concentração de HCl inicial foi recalculada de forma a permitir alcançar a concentração desejada de ouro na solução ( $220\text{g.l}^{-1}$ ). A duração dos testes foi calculada em 10 horas, sendo suficiente para alcançar  $280\text{g.l}^{-1}$  de ouro no anólito. O tempo real dos testes foi, no entanto, de 8h20min., em média, caracterizando-se o final do processo por uma evolução de gás cloro nos anodos. A velocidade de concentração elevou-se substancialmente, permanecendo, proporcionalmente, o aumento do peso do catodo e a porcentagem de ouro desproporcionado, nos níveis observados anteriormente. A acidez da solução ao final do ensaio foi de  $8\text{g.l}^{-1}$ , em média.

#### 5. CONCLUSÕES GERAIS

- O aumento percentual de peso dos catodos foi baixo, 0,04% na maioria dos testes, refletindo o bom nível de porosidade da cápsula selecionada para os ensaios de laboratório.
- O aumento da concentração de ácido clorídrico na solução promoveu melhores resultados de quantidade percentual de ouro desproporcionado; entretanto, diminuiu a velocidade de concentração de ouro na solução.
- A temperatura foi a variável de maior influência sobre a

quantidade porcentual de ouro desproporcionado. O efeito foi muito prejudicial, limitando o processo à utilização de temperatura ambiente (25°C).

- O processo de dissolução do ouro foi acelerado com o aumento da temperatura; no entanto, relativamente, foram produzidos mais íons monovalentes de ouro.
- A densidade de corrente exerceu influências sempre benéficas nas respostas analisadas. Foi a de efeito mais significativo sobre a velocidade de concentração de ouro na solução.
- As melhores respostas obtidas no estudo fatorial (ensaio de código bc) foram  $7,02 \times 10^{-3} \text{ g.l}^{-1}.\text{s}^{-1}$  de velocidade de concentração e 0,22% de ouro desproporcionado.
- A adição de cloreto de sódio à solução, em concentração de  $25\text{g.l}^{-1}$ , aumentou a eficiência de dissolução anódica, não influenciando sobre a quantidade porcentual de ouro desproporcionado.
- De acordo com o estudo fatorial e com os testes complementares realizados, aconselha-se a utilização de: concentração de ácido clorídrico na solução em torno dos  $200\text{g.l}^{-1}$ , densidade de corrente de  $11\text{A.dm}^{-2}$ , temperatura ambiente (25°C) e  $25\text{g.l}^{-1}$  de concentração de cloreto de sódio.
- Utilizando os parâmetros nos níveis acima citados, em testes com duração para alcançar  $280\text{g.l}^{-1}$  de concentração de ouro, a velocidade de concentração foi de  $9,02 \times 10^{-3}\text{g.l}^{-1}.\text{s}^{-1}$  (ou  $32,4\text{g.l}^{-1}.\text{h}^{-1}$ ) e o ouro desproporcionado somou 0,44% do dissolvido.

## 6. BIBLIOGRAFIA

1. DUCKWORTH, W.E. Statistical techniques in technological research. Londres, Methuen, 1968.
2. BOX, E.E.P.; HUNTER, E.G.; HUNTER, S.S. Statistics for experimenters. Londres, 1978.
3. SCHALCH, E. & NICOL, M.J. A study of certain problems associated with electrolytic refining of gold. Gold Bulletin, 11 (4): 117 - 23, 1978.
4. GALLEGO, J.H. et alii. The electrochemistry of gold in acid solutions containing chloride ions. J. Electroanal. Chem. 66: 270 - 30, 1975.
5. GRANATO, M. & VILLAS BÔAS, R.C. Estudo de alguns parâmetros no eletrorrefino de ouro. Brasília, 1980 (CETEM. STM, n. 14).
6. BARBOSA, J.P.; Filisetti, I.B.A.; VILLAS BÔAS, R.C. Projeto refino de ouro; relatório da primeira fase. Rio de Janeiro, CETEM, 1979.