



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

“FACULTAD DE QUÍMICA”

“Obtención de oro a partir de muestras con baja ley, utilizando lixiviación asistida por microondas y cementación con zinc.”

**TESIS
PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

INGENIERÍA QUÍMICA METALÚRGICA.

P R E S E N T A:

ITZEL CARMEN HERNÁNDEZ JUÁREZ

Ciudad Universitaria, CD. MX., 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO

- PRESIDENTE.
 - Profesor: **Ciro Eliseo Márquez Herrera.**
- VOCAL.
 - Profesor: **Rosa Elva Rivera Santillán.**
- SECRETARIO.
 - Profesor: **Olivia Zamora Martínez.**
- 1er SUPLENTE
 - Profesor: **Blanca Paz Díaz.**
- 2do SUPLENTE
 - Profesor: **Ilse Irene Hernández Mendoza.**

- SITIO DONDE SE DESARROLLÓ DEL TEMA.

Laboratorio 208 y 209, Edificio "D". Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica, Facultad de Química.

- ASESOR DEL TEMA.
 - Profesor: **Ciro Eliseo Márquez Herrera.**
-

- SUSTETANTE.
 - **Itzel Carmen Hernández Juárez.**
-

ÍNDICE

Índice	3
Índice de tablas	6
Índice de figuras	9
1. Resumen	12
2. Marco teórico	14
2.1 Clasificación del oro	16
2.2 El oro como parte de la historia y su importancia	17
2.3 Propiedades fisicoquímicas del oro	20
2.4 Métodos de extracción	21
2.4.1 Lixiviación	21
2.4.2 Extracción en fase sólido – líquido	23
2.4.3 Factores que influyen en la velocidad de extracción	26
2.4.4 Proceso de cianuración	27
2.4.5 Reactivos sustitutos en el proceso de lixiviación	35
2.4.6 Extracción o lixiviación asistida por microondas (MAE).....	42
2.4.6.1 Calentamiento por microondas.....	43
2.4.6.2 Calentamiento por microondas en minerales	44
2.4.6.3 Lixiviación asistida por microondas en minerales.....	44
2.4.6.4 Penetración de oro refractario (refractory gold) concentrado asistido por microondas	45
2.5 Recuperación del oro	45
2.5.1 Proceso Merrill - Crowe	46
2.6 Técnicas de análisis químico	51
2.6.1 Espectroscopia de absorción atómica	53
2.6.2 Espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).....	54
2.6.3 Difracción de Rayos X	55
2.6.4 Fluorescencia de Rayos X.....	56

2.7 Escorias	57
3. Objetivo, hipótesis y metas	58
3.1 Objetivo.....	58
3.2 Hipótesis	58
3.3 Metas	58
4. Metodología de trabajo	60
4.1 Equipo de trabajo	60
4.2 Diagrama de flujo del proyecto	64
4.3 Trituración de material	65
4.4 Análisis de minerales y escorias	65
4.5 Identificación y selección de materiales	67
4.6 Análisis complementarios: difracción de Rayos X, fluorescencia de Rayos X y espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente	67
4.7 Lixiviación asistida por microondas.....	67
4.8 Cementación	68
5. Resultados y discusión.....	70
5.1 Análisis de minerales y escorias	70
5.2 Identificación y selección de materiales.....	70
5.3 Resultados de difracción de Rayos X	73
5.4 Resultados de fluorescencia de Rayos X	77
5.5 Resultados de espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente.....	79
5.6 Resultados de lixiviación asistida por microondas	86
5.6.1 Efecto de la cantidad de masa sobre la recuperación en la lixiviación de materiales	87
5.6.2 Efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de materiales	93
5.6.3 Efecto del tiempo de exposición de microondas sobre la recuperación en la lixiviación de materiales	101
5.7 Resultados de cementación.....	108
6. Discusión general	120

7. Conclusiones	121
8. Referencias (bibliografía y mesografía)	122
9. Referencias de imágenes.....	125
10. Anexo I.....	127
11. Anexo II.....	128
12. Anexo III.....	134
13. Anexo IV	136



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Ventajas y desventajas de diferentes agentes lixiviantes.....	41
Tabla 2. Reactivos usados para el desarrollo del proyecto.....	63
Tabla 3. Condiciones de potencia y tiempo del programa 4 del equipo de microondas.....	66
Tabla 4. Resultados del experimento de prueba utilizando lixiviación asistida por microondas en la mezcla de minerales y escorias	70
Tabla 5. Caracterización de minerales	71
Tabla 6. Caracterización de escorias	72
Tabla 7. Fases presentes en el mineral seleccionado	75
Tabla 8. Fases presentes en las escorias.....	77
Tabla 9. Resultados de fluorescencia de Rayos X para minerales	78
Tabla 10. Resultados de fluorescencia de Rayos X para escorias	78
Tabla 11. Condiciones de operación del equipo de ICP-OES	80
Tabla 12. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 1 gramo de mineral	81
Tabla 13. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 3 gramos de mineral	81
Tabla 14. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 3 gramos de escorias.....	84
Tabla 15. Resultados de espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).....	86
Tabla 16. Resultados de cabeza de mineral, mediante lixiviación estática	87
Tabla 17. Resultados de extracción variando el peso de la muestra de mineral	88

Tabla 18. Fracción molar obtenida en los resultados del peso de la muestra en la lixiviación de minerales	88
Tabla 19. Resultados de cabeza de escoria, mediante lixiviación estática	90
Tabla 20. Resultados de extracción variando el peso de la muestra en las escorias	90
Tabla 21. Fracción molar obtenida en los resultados del peso de la muestra en la lixiviación de escorias	91
Tabla 22. Potencia aplicada según la prueba correspondiente	94
Tabla 23. Resultados de extracción variando la potencia, para dos diferentes masas de mineral.....	95
Tabla 24. Fracción molar obtenida en los resultados a diferentes potencias en la lixiviación del mineral.....	96
Tabla 25. Resultados de extracción variando la potencia para dos diferentes masas de escoria.....	98
Tabla 26. Fracción molar obtenida en los resultados a diferentes potencias en la lixiviación de escorias	99
Tabla 27. Resultados de extracción variando el tiempo de exposición para dos diferentes masas de mineral utilizando la potencia óptima	102
Tabla 28. Fracción molar obtenida en los resultados de extracción variando el tiempo de exposición a dos diferentes masas de mineral utilizando la potencia óptima	103
Tabla 29. Resultados de extracción variando el tiempo de exposición para dos diferentes pesos de escorias utilizando la potencia óptima	105
Tabla 30. Fracción molar obtenida en los resultados de extracción variando el tiempo de exposición a dos diferentes masas de escoria utilizando la potencia óptima	106
Tabla 31. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en solución de escoria	108

Tabla 32. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en solución de escoria	109
Tabla 33. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en solución de mineral	112
Tabla 34. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en solución de mineral	113
Tabla 35. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en una solución desconocida	114
Tabla 36. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en una solución desconocida	115
Tabla 37. Volúmenes correspondientes para la preparación de estándares en EAA	127
Tabla 38. Valores de absorbancia obtenidos en cinco curvas de calibración ..	129
Tabla 39. Valores de repetibilidad y recuperación de muestras.....	130
Tabla 40. Lecturas de blanco y resultados de límite de detección	132
Tabla 41. Lecturas de blanco y resultados de límite de cuantificación.....	133
Tabla 42. Volúmenes correspondientes para la preparación de estándares en ICP-OES	135

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Minerales y compuestos de oro	15
Figura 2. Mineral: Oro nativo dendrítico	15
Figura 3. Participación mundial en la producción de oro en 2017.....	19
Figura 4. Participación nacional en la producción minera de oro en 2017	20
Figura 5. Efecto de la temperatura sobre la velocidad de disolución de oro utilizando una solución cianurada 0.25 % KCN	31
Figura 6. Diagrama de potencial – pH para el sistema de CN-H ₂ O a 25 °C	32
Figura 7. Diagrama de Eh-pH para las especies cianuradas Au [10 ⁻⁶ M], Ag [10 ⁻⁵ M], Cu [10 ⁻⁴ M], CN- [0.1 M]	32
Figura 8. Parámetros de lixiviación de la mina Yanacocha	33
Figura 9. Comparación de los resultados de extracción de oro, utilizando cianuro y tiourea	38
Figura 10. Comparación de los resultados de extracción de oro, utilizando tiosulfato de amonio y tiosulfato de sodio	40
Figura 11. Interacción de materiales con microondas	43
Figura 12. Diagrama del proceso Merrill – Crowe	47
Figura 13. Microondas MILESTONE “MLS 1200 mega”	60
Figura 14. Espectrómetro de Absorción Atómica PerkinElmer “AAAnalyts 400” .	61
Figura 15. Espectrómetro de Absorción emisión óptica PerkinElmer “Avio 500 ICP”	61
Figura 16. Rodillos de bajo perfil, marca STOVALL	62
Figura 17. Mufla convencional Thermolyne 4800	62
Figura 18. Balanza analítica Ohaus	63
Figura 19. Mineral seleccionado	73
Figura 20. Difractograma del mineral de estudio	74
Figura 21. Análisis cuantitativo de DRX para el mineral	74
Figura 22. Mineral de óxido férrico	75

Figura 23. Mineral oxhidróxido de hierro III	75
Figura 24. Ortoclasa.....	75
Figura 25. Caolinita	75
Figura 26. Difractograma de escorias	76
Figura 27. Análisis cuantitativo de DRX para escorias	77
Figura 28. Borato de sodio “bórax”	77
Figura 29. Mineral oxihidróxido de hierro III	77
Figura 30. Resultados de ICP-OES de Ca, Mg, Mn, Pb, Ti, V y Zn en ppm presentes en 1 y 3 gramos de mineral	82
Figura 31. Resultados de ICP-OES de Fe, Cu e Ir en ppm presentes en 1 y 3 gramos de mineral	83
Figura 32. Resultados de ICP-OES de Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, V, Zn, Ba y Rh en ppm presentes en 1 gramo de escorias.....	85
Figura 33. Resultados de ICP-OES de Li, B y Na en ppm presentes en 1 gramo escorias.....	85
Figura 34. Representación del efecto del peso de la muestra sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar	89
Figura 35. Representación del efecto del peso de la muestra sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar	91
Figura 36. Representación del efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar	96
Figura 37. Representación del efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar	100
Figura 38. Representación del efecto del tiempo de exposición sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar	104
Figura 39. Representación del efecto del tiempo de exposición sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar	107
Figura 40. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en solución de escoria	109
Figura 41. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en solución de escoria.....	110

Figura 42. Eficiencia del proceso de cementación utilizando granalla de zinc y solución de escoria	111
Figura 43. Eficiencia del proceso de cementación utilizando polvo de zinc y solución de escoria	111
Figura 44. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en solución de mineral	112
Figura 45. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en solución de mineral	113
Figura 46. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en una solución desconocida.....	115
Figura 47. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en una solución desconocida.....	116
Figura 48. Eficiencia del proceso de cementación utilizando polvo de zinc en una solución desconocida.....	116
Figura 49. Eficiencia del proceso de cementación utilizando granalla de zinc en una solución desconocida.....	117
Figura 50. Curva de calibración	129
Figura 51. Recuperación de muestra control 5ppm	131
Figura 52. Recuperación de muestra control 10ppm	131

1. RESUMEN

El oro es uno de los elementos más ampliamente buscados en todo el mundo por su alto valor económico. Este elemento se obtiene a partir de minerales o bien puede aparecer como oro nativo.

Actualmente, se busca su obtención a partir de materiales reciclados como es el caso de joyería, desechos electrónicos, escorias, etc.

En los yacimientos que están actualmente en explotación, generalmente el contenido de oro se encuentra abajo de 5 g/ton y en ciertos casos el valor metálico está dentro de las matrices de minerales de alta dureza, por lo que alcanzar su tamaño de liberación resulta complicado, a consecuencia de ello, su disolución es poco eficiente.

Existen diversos métodos de extracción para obtener el oro y la plata, los cuales se basan en técnicas que se han establecido siglos atrás, como el método de concentración por gravedad, la amalgamación, la cianuración, tostación y cloración, mientras que los principales métodos de recuperación son la precipitación con zinc, la adsorción con carbón, resina en el material y electroobtención. Sin embargo, en los últimos años se han buscado otros métodos de extracción más eficientes, seguros, con menor impacto al medio ambiente y de bajo riesgo para la salud, para ello, se ha hecho hincapié en la innovación e investigación de técnicas alternas.

Los métodos tradicionales de extracción usando soluciones cianuradas representan una baja eficiencia comparadas con el uso de soluciones ácidas tales como el agua regia, sin embargo, el uso del agua regia resulta riesgoso, aún más que el uso de cianuros.

En el presente trabajo se usó la técnica de lixiviación asistida con microondas como fuente de calentamiento y agitación, con el objetivo de estudiar el efecto de someter diversos materiales que contienen oro a las microondas, con ello, lograr obtener un

proceso de extracción a nivel laboratorio más eficiente, comparándolo con el proceso Merrill-Crowe.

El uso de las microondas se ha probado en otros materiales, dando excelentes resultados, por lo que se espera lo mismo para matrices de baja ley de oro.

Se plantea utilizar esta técnica y aprovechar el mecanismo de calentamiento que se genera por medio de la rotación del dipolo del agua, elevando la temperatura.

La lixiviación asistida con microondas en recipientes cerrados permite la manipulación de temperaturas en condición de sobrecalentamiento (180 - 200 °C), al manejar recipientes cerrados se pueden obtener presiones de hasta el orden de 80 bares, bajo tales condiciones se acelera la cinética de la lixiviación, por consecuencia, aumenta la recuperación del oro a tiempos muy cortos, a diferencia del proceso tradicional (Merrill Crowe) en el cual se obtienen recuperaciones de oro después de días, semanas o incluso meses.

Otra ventaja que presenta la lixiviación asistida con microondas es que la liberación de gases al medio ambiente es menor y la exposición humana es prácticamente nula, ya que, todos los gases son extraídos y liberados hacia la campana de extracción.

La disolución obtenida después del proceso de lixiviación se analizó usando espectroscopía de absorción atómica y espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente, para conocer la matriz de los materiales se realizaron pruebas de difracción de rayos X y de fluorescencia de rayos X.

Con la disolución rica de oro se realizaron pruebas de cementación con granalla de zinc y polvo de zinc de alta pureza, usando un sistema de agitación para aumentar la cinética de cementación del oro. Se probaron los parámetros; tamaño de granalla y tiempo de agitación para obtener una mayor eficiencia en la cementación de oro.

2. MARCO TEÓRICO

La metalurgia extractiva, es una de las principales ramas de la metalurgia, la cual implica el estudio y la aplicación de técnicas para la obtención de metales a partir de minerales metálicos. Los métodos de recuperación dependen en gran parte del mineral metálico involucrado, de sus propiedades físicas, químicas, del yacimiento de donde proviene y del valor metálico del mineral.

Los metales actualmente se clasifican en dos grandes grupos; ferrosos y no ferrosos o bien según contengan o no hierro y éstos a su vez se subclasifican. Los metales preciosos primarios pertenecen al grupo de los metales no ferrosos y se sitúan en el subgrupo de los metales nobles, se denominan así debido a su alta resistencia a la corrosión y a su estabilidad de conservar su composición y no reaccionar bajo la influencia de alguna especie química.

Una gran proporción de la producción de metales preciosos son subproductos de la extracción y el refinado de otros metales.

En la naturaleza, el oro se puede encontrar libre como oro nativo o bien en partículas muy finas, ya sea como compuestos o minerales como la cuarcita, granito, caliza, diorita y teluros que por lo general se encuentran acompañados de plata denominándose “electrón o electrum”, los cuales son aleaciones de Au-Ag, contiene entre 15-35 % de plata.

Algunos otros minerales en los que el oro está presente son el orocuprita (Au_2Cu_3), oroestibita (AuSb_2), rodita $\text{Au}(\text{Pt}, \text{Rh}, \text{Ir}, \text{Pd})$, calaverita (AuTe_2), silvanita $(\text{Au}, \text{Ag})\text{Te}_4$, crennerita $(\text{Au}, \text{Ag})\text{Te}_2$ y petzita (Ag_3AuTe_2), en la *figura 1*, se muestran algunos compuestos y minerales de oro.

Oro	Au
Electrum	(Au.Ag)
Cuproáureo	(Au.Cu)
Porpezita	(Au.Pd)
Rodita	(Au.Rh)
Oro irídico	(Au.Ir)
Oro platínico	(Au.Pt)
Oro bismutítico	(Au.Bi)
Amalgama	Au ₂ Hg ₃
Maldonita	Au ₂ Bi
Aurocúprico	AuCu ₃
Rozcovita	(Cu.Pd) ₃ Au ₂
Calaverita	AuTe ₂
Krenerita	(Au.Ag)Te ₂
Montbrayita	(Au.Sb) ₂ Te ₃
Petzita	Ag ₃ AuTe ₂
Muzmanita	(Ag.Au)Te
Silvanita	(Au.Ag)Te ₄
Kostovita	AuCuTe ₄
Nagiagita	Pb ₅ Au(Te.Sb) ₄ S ₅₋₈
Telurato de oro	Te O ₄ Au ₂
Uytenbogartita	Ag ₃ AuS ₂
Aurostibinita	AuSb ₂
Fischeserita	Ag ₃ AuSe ₂

Figura 1. Minerales y compuestos de oro. [1]

El oro se puede presentar en forma dendrítica, en hilos, en granos irregulares y muy escasamente se encuentra en cristales, además, el oro puede hallarse desde tamaño microscópico hasta macroscópico. Cuando el oro se encuentra en volúmenes milimétricos, coloquialmente se le denomina “pepita”, en la *figura 2*, se presenta una muestra de oro nativo de morfología dendrítica.



Figura 2. Mineral: Oro nativo dendrítico. [2]

El contenido o ley del oro se expresa en partes por mil, sin embargo, rara vez se encuentra como oro nativo, que contiene aproximadamente un 10 % de impurezas, como cobre, hierro, plata, bismuto, estaño y metales del grupo del platino.

2.1 Clasificación del oro

¹En la actualidad, los minerales de oro se clasifican de acuerdo a sus características en común. Existen varias clasificaciones de este elemento, algunas de ellas suelen hacerse por su abundancia en la naturaleza, por su composición mineralógica o bien por el proceso de tratamiento que recibe.

²Gossan de Riotinto, clasifica al mineral de acuerdo al contenido del valor metálico, es decir, se cataloga como mineral de oro a partir de 2 g/ton, mientras que al de plata es a partir de 60 g/ton.

Otra clasificación más específica es la que se realizó por Mc Quinston y Shoemaker (1975) y Adison (1980), en la cual se divide en tres grupos: oro nativo, oro combinado y oro asociado.

- Oro nativo
 - Se denomina oro nativo al oro que se encuentra libre en la naturaleza, éste sólo varía de acuerdo a su pureza y granulometría.
 - El oro fino (tamaño microscópico) se encuentra en yacimientos de tipo sedimentario o yacimientos tipo magmático.
 - El oro nativo también se encuentra en forma de trazas, presentes en algunos minerales, en el agua de mar, cenizas, algunos otros materiales, etc.

¹ Instituto Tecnológico GeoMinero de España IGME, “Minería química”, 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 154 -158 p.

² Instituto Tecnológico GeoMinero de España IGME, “Minería química”, 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 154 p.

- Oro combinado

Las principales especies mineralógicas de oro son los telururos, que contienen pequeñas cantidades de otros elementos. Estos compuestos son más difíciles de lixiviar por medio de cianuración y requieren un tratamiento previo especial, dependiendo la composición del mineral.

Algunos elementos que pueden contener son el mercurio, antimonio, plomo, azufre, selenio y bismuto.

- Oro asociado

- Sulfuros de hierro (pirita, marcasita y pirrotina)
- Sulfuros de arsénico y antimonio (arsenopirita y estibinita)
- Sulfuros de cobre (calcopirita)
- Otros sulfuros (galena, blenda, calcosina, covelina, sulfosales y niquelina)
- Óxidos de hierro (magnetita, hematita, goetita, limonita y jarosita)
- Minerales de uranio
- Minerales carbonáceos y grafiticos
- Silicatos y carbonatos
- Minerales micáceos
- Minerales de manganeso

2.2 El oro como parte de la historia y su importancia

El oro fue uno de los primeros metales nobles que conoció el ser humano, pues se comienza a hablar de éste desde la antigüedad y su historia está lejos de terminar, ya que, pocos metales han tenido un papel tan influyente e impactante en la historia de la humanidad.

El desarrollo en la tecnología sobre el proceso de extracción del oro se puede dividir en cuatro principales eras:

- La Pre – Cianuración (< 1889)
- Cianuración (1889 – 1971)
- Era moderna (1972 – 2013)
- El futuro (> 2013)

³En la era “Paleolítica” se encontraron pepitas de oro, pero no fue hasta 1000 A.C. que el oro se menciona por primera vez en la literatura india, sin embargo, Egipto fue el principal país en el cual se evidenció mayormente la interacción humana con el oro.

La producción de éste alcanzó un punto máximo alrededor de 1,300 A.C., debido a que el elemento jugó un papel sumamente importante para la elaboración de diversas esculturas, instrumentos, joyas y alhajas, lo cual era apreciado por los faraones.

El oro ha tenido un gran impacto en la sociedad a lo largo de su trayectoria, se representa como metal valioso debido a sus propiedades físicas, químicas y ornamentales, con ello se le ha dado una gran cantidad de usos.

En la actualidad, el oro desarrolla un lugar importante dentro de la rama de los metales no ferrosos, pues es apreciado por sus atributos estéticos, además, se considera una fuente de almacenamiento de fortuna, puesto que, se compra como una forma más concreta de riqueza, sin embargo, la producción varía por la influencia de la oferta y demanda, es por eso por lo que el precio ha crecido constantemente en las últimas décadas y los expertos predicen que continuará incrementándose.

⁴La CAMIMEX en el 2017 brindó un panorama internacional sobre el precio del oro y establece una cotización promedio de 1 mil 257 dólares por onza, mientras que la producción mundial en el mismo año fue de 104.4 millones de onzas, 10 países

³ Handbook of Extractive Metallurgy, Vol. III, “Precious Metals” 9^a ed., ASM Int, 1997. Handbook of Precious Metals, Fathi Habashi (Ed.). 1183 p.

⁴Informe anual 2018 / Cámara Minera de México / LXXX asamblea general ordinaria 38-39 p.

colaboraron con el 64.3 % de la producción, siendo México uno de ellos, aportando el 4 % (*figura 3*).

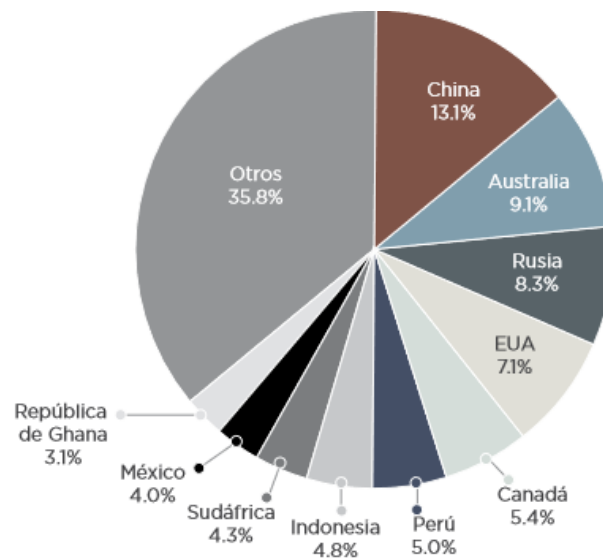


Figura 3. Participación mundial en la producción de oro en 2017. [3]

⁵Se calcula que a lo largo de la historia se ha extraído más de 125,000 toneladas de oro, mientras que la producción anual actual es de 1200 – 1600 toneladas aproximadamente.

México es uno de los países más importantes a nivel mundial dentro de la industria minera, debido a la calidad de los minerales y abundancia de éstos.

Los yacimientos de oro más importantes de la República Mexicana se encuentran en la Sierra Madre Occidental y en la Madre del Sur, mientras que las principales minas del país son: Peñasquito, la Herradura, El Limón Guajes, Pinos Altos, Los Filos, Noche Buena, Mulatos, entre otras.

En la *figura 4*, se puede apreciar la participación de los estados de México en la producción de oro en el año 2017.

⁵ L.F. Vassallo, “Yacimientos minerales metálicos” 4ta edición, 2008. Centro de Geociencias, UNAM. Querétaro, México. 97 p.

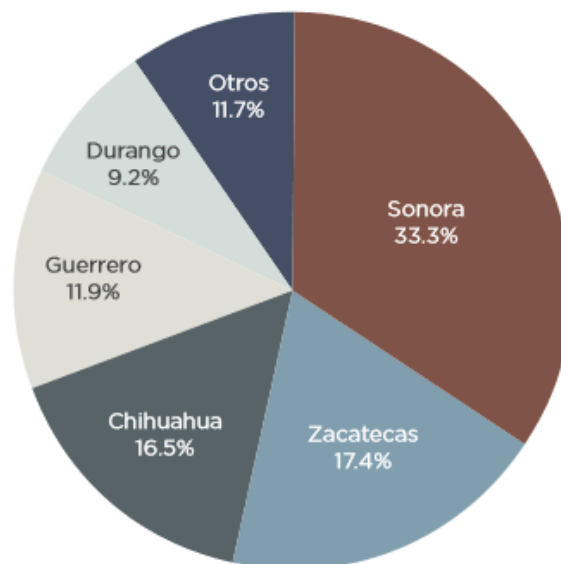


Figura 4. Participación nacional en la producción minera de oro en 2017. [3]

2.3 Propiedades fisicoquímicas del oro

⁶El “Oro” es un elemento metálico noble que pertenece al grupo 11 “grupo del cobre”, período 6 de la tabla periódica y se clasifica como metal de transición. Existen 14 isótopos de oro, sin embargo, sólo uno de ellos es estable, el 197.

Es un elemento pesado de número atómico 79, con un peso atómico relativo de 196.96 g/mol. Tiene un característico color amarillento, cuando se encuentra como partículas coloidales pequeñas, su tonalidad es marrón-rojizo.

El oro es el metal más maleable y dúctil, además, es el segundo elemento más pesado, con una densidad de 19.32 g/cm³ y una dureza entre 2.5 a 3 en la escala de Mohs. No obstante, es de los mejores elementos conductores de calor y electricidad. La temperatura de fusión es de 1064.8 °C, mientras que la de ebullición es de 2807 °C.

⁶Fathi, Habashi., “Precious Metals” Handbook of Extractive Metallurgy, Vol. III. 1183, 1186, 1190 p.

⁷Su principal estado de oxidación es “1⁺ (áuroso)” y “3⁺ (áurico). El oro es resistente a los ácidos ordinarios, es soluble en agua regia formando aniones de tetracloroaurato (III) [AuCl₄⁻] y dicloroaurato (I) [AuCl₂⁻], además, se disuelve lentamente en disoluciones cianuradas obteniendo la formación de aniones dicianoaurato (I), [Au(CN)₂⁻].

La lixiviación de oro utilizando agua regia resulta complicada, para la industria, a causa del reactivo, ya que, es altamente corrosivo para los equipos. Por otro lado, el uso de agua regia genera como producto cloro gaseoso, el cual es tóxico, el mal manejo de la sustancia puede ser peligroso para el ser humano.

La solubilidad del oro está muy influenciada por las reacciones redox, por lo que, se puede reducir fácilmente, a partir tanto de la forma monovalente como de la trivalente, sin embargo, los compuestos de oro (I) son menos estables que los de oro (III).

Como se hizo mención anteriormente, el oro “puro” es sumamente maleable y dúctil, la presencia de otros metales o impurezas lo hace más resistente.

Su estructura es una red cúbica centrada en las caras, la morfología de los cristales por lo regular es octaédrica, frecuentemente los cristales son alargados según la cara del octaedro. Los cristales irregulares presentan formas dendríticas, escamosas y filiformes.

2.4 Métodos de extracción

2.4.1 Lixiviación

⁸La lixiviación es una operación hidrometalúrgica de extracción, en la cual se emplean métodos fisicoquímicos de fase acuosa. Consiste en la disolución del valor

⁷ Arthur I. Vogel, Química analítica cualitativa., 6^o Ed. Trad. M. y E. Catalano, Buenos Aires, Kapelusz., 635 p.

⁸ M. Shamsuddin., Physical Chemistry of Metallurgical Processes. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey 2016., 425, 426 p.

metálico de interés que se encuentra dentro de un mineral por medio del suministro de un reactivo en solución acuosa en condiciones adecuadas, en este proceso también se pueden disolver muchos otros elementos presentes en el mineral. Antes del proceso de lixiviación, el mineral puede ser beneficiado mediante métodos como trituración, molienda y concentración.

⁹Existen diferentes tipos de lixiviación, el método se elige tomando en cuenta factores técnicos y factores económicos, tal como se muestra a continuación.

- Factores técnicos
 - Ley del mineral
 - Abundancia y/o reserva de la especie de interés
 - Caracterización mineralógica
 - Caracterización geológica
 - Comportamiento metalúrgico
 - Capacidad operativa

- Factores económicos
 - Relación costos de operación – capital
 - Rentabilidad económica

Actualmente en la industria minera se destacan cuatro diferentes métodos de lixiviación los cuales se citan a continuación:

- Lixiviación In-Situ
- Lixiviación en pilas o terreros
- Lixiviación en tanques o por inundación
- Lixiviación por agitación.

⁹ Fabián Cárdenas, “Lixiviación de minerales mediante pilas y bateas” Universidad de Chile 1 – 3 p.
Pág web: https://www.u-cursos.cl/usuario/27d1b90415d4029652708fa347c18e40/mi_blog/r/1_LIXIVIACION_DE_MINERALES_MEDIANTE_PILAS_Y_BATEA1.pdf Fecha de consulta: 22/11/2018.

2.4.2 Extracción en fase sólido-líquido

La lixiviación involucra una serie de reacciones entre una fase líquida y una fase sólida, en la cual la velocidad de reacción se explica por medio de modelos cinéticos para sólidos en contacto con fluidos, estos modelos o leyes se establecen para los diferentes regímenes que controlan la cinética, ya sea, régimen químico, transporte de masa, transporte de calor o mixto.

Los procesos de extracción implican reacciones químicas homogéneas y heterogéneas, transporte de masa y de calor, además, la transferencia se da a través de los límites de fases. Sin embargo, en los procesos predomina un fenómeno controlante, por ello, la velocidad puede estar determinada ya sea por fenómenos de transporte o por reacción química.

- Cinética de reacción en sistemas heterogéneos

La cinética química estudia los factores que controlan la velocidad de la reacción química.

Como ya se había mencionado con anterioridad, en la lixiviación se involucran reacciones heterogéneas, ya que, la reacción química ocurre en la interfaz que existe entre las dos fases presentes (sólido – líquido), por lo que se presentan tres pasos principales:

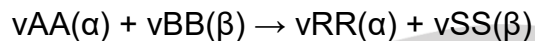
- Adsorción del reactivo en la superficie de la interfaz.
- Reacción entre los reactivos absorbidos
- Desorción de productos o formación de productos de nuevas fases en la superficie o en la interfaz

Los casos típicos de este modelo se dan en la transferencia de azufre en reacciones de escoria-metal, en las extracciones de gas-líquido como la eliminación de hidrógeno en el metal líquido y por último en las extracciones de hidrometalurgia utilizando reactivos con los cuales se da la formación de complejos.

En los procesos de extracción generalmente se involucran reacciones de tipo heterogéneas.

➤ Reacciones Heterogéneas

¹⁰Las reacciones heterogéneas ocurren en la interfase entre dos fases diferentes (α y β).



Cuando se da la transferencia del componente de la fase “ α ” a la segunda fase “ β ” (reactivo), por medio de la interfaz, ocurre un cambio en el estado químico del primer componente.

- Temperatura

La mayoría de los procesos son termoactivos, es decir, la temperatura tiene un efecto importante sobre las reacciones y la constante de velocidad de estas reacciones, está representada por la ley de Arrhenius.

Si el proceso requiere una alta energía de activación, entonces, el proceso que controla la transformación es la reacción química.

- Transporte de masa

Los procesos de extracción involucran partículas sólidas en contacto con una fase líquida, algunos de estos procesos se controlan por medio de fenómenos de transporte y suelen regirse por las leyes de la cinética de transporte de masa y de calor, los cuales dependen del tamaño de partícula, estructura de las partículas

¹⁰ Alain Vignes, “Extractive Metallurgy 1” Metallurgy Handbooks, 2011 Ed. ISTE Ltd y John Wiley & Sons, Inc. USA. 184 – 186 p.

sólidas, ya sea porosa o densa y si el proceso involucra reacciones endotérmicas o exotérmicas.

Al tener un sistema con dos o más componentes cuyas concentraciones varían, existe una tendencia natural de transferencia de materia, volviendo mínima la diferencia de concentración dentro del sistema [Welty, Wicks, Wilson, 1991]. ¹¹El término de transporte de masa, se refiere a los mecanismos en los cuales se puede distribuirse la concentración de las especies en el sistema, va acompañado de una reacción química o bien de un cambio de fase.

El diseño, operación y optimización de los procesos de obtención de materiales y procesos de manufactura, se basan en el transporte de masa como etapa controlante, por ello, es muy importante regular dichos mecanismos ya sea favoreciéndolos o bien inhibiéndolos, según sea el caso.

➤ Mecanismos de transporte de masa

Los mecanismos de transporte de masa se dividen en dos grandes grupos: por difusión y por convección, estos dependerán de la dinámica del sistema.

¹²La extracción de un sólido a partir de un reactivo (líquido), consiste en disolver uno o varios componentes que forman parte de un sólido con un disolvente adecuado, para esta operación es necesario lo siguiente:

¹¹ Bernardo Hernández Morales. “Transporte de masa”. Sem 2012-1

Pág web: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Temario_16709.pdf Fecha de consulta: 20/02/2019.

¹²Patricia G. Ullauri, “Transporte de masa en extracción fase sólido-líquido”. Universidad Central del Ecuador Quito-Ecuador 2010. Libro web:

<https://books.google.com.mx/books?id=4WbJxIh62ekC&pg=PA3&lpg=PA3&dq=Transporte+de+masa+en+extracci%C3%B3n+fase+s%C3%B3lido-l%C3%ADquido+Patricia+G.+Ullauri&source=bl&ots=PTvik-nl3N&sig=ACfU3U200LDURvxWPYXJNTYml04Sj6V9sw&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwjfya3nztrhAhXjHDOIHY36C2YQ6AEwA3oECAgQAQ#v=onepage&q=Transp>

<orte%20de%20masa%20en%20extracci%C3%B3n%20fase%20s%C3%B3lido-l%C3%ADquido%20Patricia%20G.%20Ullauri&f=false> Fecha de consulta: 20/02/2019

1. Ocurre de un cambio de fase del soluto por el contacto inmediato entre el disolvente y el sólido, con el fin de comenzar a disolver el componente de interés presente en el soluto, incluso puede ser el mismo soluto.
2. Comienzo de la difusión del disolvente en el soluto a través de los poros del sólido, ya sea, por difusión cinética o molecular sin convección.
3. La separación de la solución del resto del sólido.

Se considera que el estado está en equilibrio cuando todo el soluto ha pasado a disolución.

2.4.3 Factores que influyen en la velocidad de extracción

Existen diversos factores que afectan de manera positiva o negativa la velocidad de extracción o lixiviación en un mineral que se encuentra en contacto con una fase líquida, tal es el caso del tamaño de las partículas, del tipo de disolvente, temperatura y agitación del fluido.

- Tamaño de las partículas

Los sólidos de tamaño relativamente pequeño presentan un área interfacial “sólido-líquido” mayor, por ende, la distancia de difusión del soluto en el interior del sólido es más corta, debido a ello, es más grande la cantidad de masa transferida.

- Tipo de disolvente

Para lixiviar un material se requiere seleccionar un reactivo adecuado, generalmente de baja viscosidad, eficaz y económico. Conforme transcurre la extracción disminuye la concentración y aumenta la viscosidad del líquido. El reactivo debe ser capaz de disolver la sustancia de interés, no precisamente debe ser capaz de digerir el material.

- Temperatura

La temperatura influye positivamente en la velocidad de extracción, aumenta la solubilidad del sólido en el líquido. Pese a ello, se debe tener suma precaución debido a la explosividad o inflamabilidad de los reactivos, además, el uso de temperatura para favorecer la extracción repercute directamente en el costo del proceso, por lo que, se debe estudiar la rentabilidad.

- Agitación del fluido

La difusión del líquido hacia el soluto se puede incrementar gracias a la agitación, ya que, por una parte, se evita la sedimentación de las partículas, mientras que, incrementa el contacto y el área interfacial, mejorando la efectividad del proceso.

Es de gran importancia tomar en cuenta los modelos y las correlaciones de coeficientes de velocidad de disolución que incluyen, el número de Reynolds, Sherwood, Schmidt y factores de forma.

2.4.4 Proceso de cianuración

El ion CN^- es un gran agente lixivante independientemente del metal. Se puede obtener del cianuro sódico, potásico y cálcico, la diferencia entre éstos es la pureza. En la industria generalmente se emplea el cianuro sódico, debido a que, se fabrica con mayor delicadeza, gracias a ello, contiene un grado mayor de pureza, casi del 98 %.

El cianuro se fabrica en forma de ovoides, briquetas, granulado o en polvo, se almacenan en contenedores de plástico o de acero inoxidable y es de suma importancia regular la temperatura del medio, no se debe exponer a temperaturas por encima de los 40 °C y por debajo de los 4 °C.

La cianuración es uno de los procesos hidrometalúrgicos más importantes para la extracción de metales preciosos. El proceso consiste en realizar una disolución de los metales de interés utilizando una disolución alcalina diluida de cianuro.

El cianuro es altamente utilizado en los procesos de minería para extraer oro y plata de diferentes minerales, en particular minerales de baja ley o minerales que no pueden tratarse fácilmente mediante otros procesos.

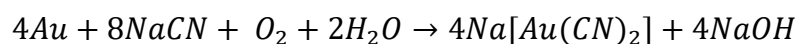
¹³Las operaciones de minería del oro utilizan disoluciones muy diluidas de cianuro de sodio (NaCN) o cianuro de potasio (KCN), típicamente entre 0.01% y 0.05 % de cianuro (100 a 500 partes por millón).

Primeramente, se diluye el cianuro de sodio o de potasio en agua donde, en condiciones oxidantes, disuelve el oro contenido en el mineral.

¹⁴La solubilidad del oro en soluciones cianuradas fue reconocida en 1783, desde entonces se ha estudiado y utilizado en diferentes partes del mundo.

El inadecuado manejo del cianuro representa un alto grado de peligrosidad, además de que genera distintos problemas ambientales, pese a ello, en la actualidad es el proceso más utilizado en la industria minera para la lixiviación de oro. Esto debido a la alta efectividad en la recuperación y eficiencia de extracción, además, del bajo costo, la simplicidad del proceso y estabilidad química del complejo formado.

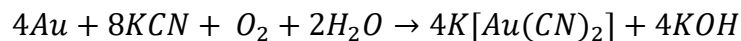
Carl Wilhelm, en 1783 descubrió el poder de disolución del oro utilizando cianuro. En 1846, Elsner propuso el mecanismo y la reacción del oro en disoluciones aireadas y con cianuros alcalinos.



¹³ Logsdon, Mark., El manejo del cianuro en la extracción del oro. Consejo Internacional de Metales y Medio Ambiente ICME. Abril 2001. 8 p.

Pág, web: <http://www.panoramaminero.com.ar/ICMME.pdf> Fecha de consulta 03/12/2018

¹⁴ Linares, N., Procesamiento Hidrometalúrgico del Oro. Capítulo III. Docente ESME/FAIN-UNJBG. Tacna 2011.



Sin embargo, no fue hasta 1890, que MacArthur y los hermanos R.V. Forrest y W. Forrest desarrollaron el proceso de cianuración. Inicialmente, el método fue introducido a la industria de Sudáfrica, posteriormente, se extendió a Australia, Estados Unidos y México, entre otros países.

Al paso del tiempo, la investigación se fue ampliando, en 1896 Bodländer modificó la reacción electroquímica al corroborar que el uso del oxígeno era necesario y, además, descubrió la formación del peróxido de hidrógeno.

Con lo mencionado anteriormente, podemos decir que el proceso de cianuración no se inventó, sino que fue un proceso evolutivo que duró aproximadamente un periodo de alrededor de 40 a 45 años, hasta alcanzar el mejor resultado exitoso.



De manera general, la lixiviación del proceso empleando cianuro, se rige por procesos electroquímicos y fisicoquímicos.

¹⁵Existen diversos factores que afectan la cinética cianuración de oro como el tamaño de partícula, concentración de cianuro, tasa de riego, temperatura, el pH, oxígeno disuelto, características del mineral y presencia de otros metales, lo que dificulta el control del proceso.

- Tamaño de partícula

El tamaño de partícula juega un papel muy importante en la cianuración del oro, ya que, repercute en la velocidad de disolución, la cual es directamente proporcional al área de contacto expuesta con el reactivo.

¹⁵ Manrique Martínez, José “Manejo de pilas de lixiviación de oro en minera Yanacocha S.R.L” Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Lima – Perú 2005. Tesis Digitales UNMSM. 9 – 12 p.

La velocidad de disolución aumentará conforme disminuya el tamaño de partícula, con ello, se tendrán partículas con tamaño de liberación total o parcial del oro, facilitando el contacto entre la partícula de interés y el cianuro.

- Concentración de cianuro

Una menor concentración de cianuro, disuelve al oro con mayor selectividad, mientras que, al tener una mayor concentración de cianuro, éste disolverá a más elementos, los cuales podrían tener un efecto negativo en los siguientes procesos.

- Taza de riego

La taza de riego influye en la cinética de lixiviación, puesto que, al incrementar la taza de riego, la velocidad de disolución aumenta, sin embargo, hay que tener en cuenta que, el contenido de oro en la disolución rica disminuirá debido al efecto de dilución, pues el riego se realiza con una solución diluida de cianuro.

- Temperatura

En la industria, generalmente la temperatura está cedida por el clima y dependerá de la región. Sin embargo, se ha estudiado esta variable y como resultado se ha obtenido que incrementa la velocidad de disolución de oro con el aumento de temperatura, tal como se muestra en la *figura 5*.

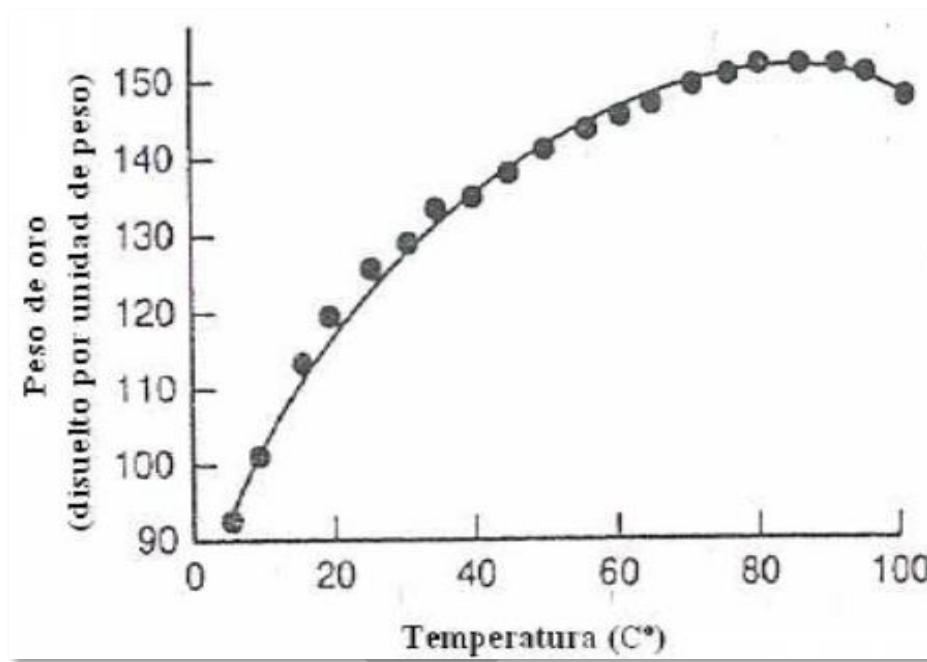


Figura 5. Efecto de la temperatura sobre la velocidad de disolución de oro utilizando una disolución cianurada 0.25 % KCN [4]

En el gráfico se puede apreciar que existe un máximo en la disolución de oro a 85 °C, por encima de esta temperatura, la solubilidad comienza a decrecer. El costo que genera mantener la temperatura es excesivo, por ello, rara vez se hace uso de esta variable, se llega a implementar en minerales de alta calidad o bien minerales que contienen una alta concentración de oro.

- pH

El control del pH es indispensable para el proceso, ya que, a pH neutros o ácidos, se da la formación de ácido cianhídrico, el cual es un líquido incoloro, muy volátil y sumamente nocivo para el ser humano, una concentración por encima de los 300 ppm en el aire letal para el ser humano. En la *figura 6*, se muestra el diagrama de potencial-pH del cianuro a 25 °C, en éste, se puede observar que a pH por debajo de 8.5, se forma ácido cianhídrico, por ello, el proceso requiere un pH elevado, regularmente se utilizan valores entre 9.5 y 11.

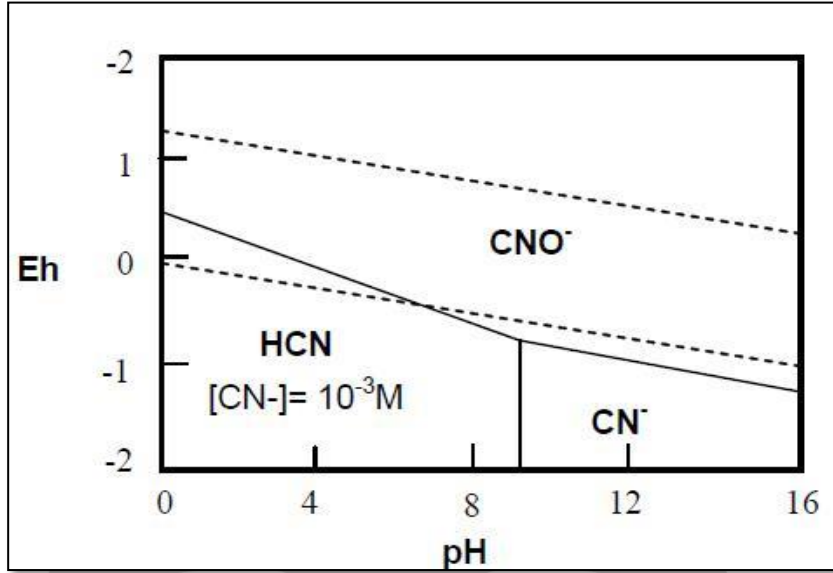


Figura 6. Diagrama de potencial – pH para el sistema de CN-H₂O a 25 °C [5].

En el siguiente diagrama de Eh-pH figura 7, se muestran las especies involucradas utilizando cianuro a concentraciones bajas.

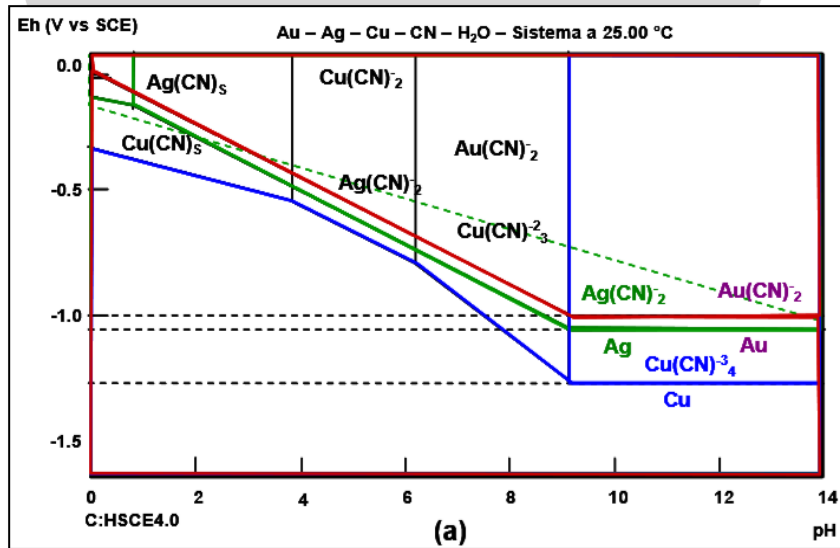


Figura 7. Diagrama de Eh-pH para las especies cianuradas Au [10^{-6} M], Ag [10^{-5} M], Cu [10^{-4} M], CN⁻ [0.1 M] [6].

Tomando en cuenta las condiciones a las que se realizó el diagrama de Pourbaix de las especies cianuradas el cual se muestra en la *figura 7*, se puede observar que la estabilidad del complejo aniónico $[Au(CN)_2^-]$ es amplia, sin embargo, sólo se considera el intervalo de pH superior a 9.5, ya que, a valores de pH inferiores se formaría ácido cianhídrico.

- Oxígeno disuelto

¹⁶No se tiene una regla definida que indique que el oxígeno disuelto en la disolución mejore la disolución de oro, sin embargo, según estudios la concentración de oxígeno que da la máxima razón de disolución de oro comprende entre 14 y 28 mg de O₂ por litro o bien entre el 31 y 62 % de saturación.

A continuación, en la *figura 8*, se muestran los parámetros de lixiviación que se emplean en la minera Yanacocha, así como las diferentes canchas de lixiviación con las que la mina cuenta.

La mina de Yanacocha está situada en la ciudad de Lima, Perú y es considerada la mina más grande de Sudamérica.

Cancha de lixiviación	Tiempo días	Concentración NaCN - ppm	Cal Kg/TM	Taza de riego Lt/H-m ²	Recuperación Oro %	Relación L/S	CNNa Kg/TM
Maqui-Maqui (cierre)	45	35	0.55	8.0	82.4	1.7	0.020
Carachugo	60	50	0.75	10.0	85.0	1.5	0.025
Yanacocha	60	50	0.75	10.0	74.7	2.5	0.030
La Quinoa	75	50	0.75	10.0	76.7	1.5	0.03

Figura 8. Parámetros de lixiviación de la mina Yanacocha. [7]

¹⁶ Instituto Tecnológico GeoMinero de España IGME, "Minería química", 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 211 p.

Si bien, el cianuro resulta un agente lixivante efectivo, éste no es selectivo, ya que, forma diversos complejos con otros iones metálicos conocidos como “cianicidas” los cuales tienen efectos negativos, ocasionando problemas en los siguientes procesos, además de que, la velocidad de cianuración es sumamente lenta y ésta dependerá de la concentración del reactivo, por ello se debe contemplar a las especies cianicidas, ya que, generan un consumo adicional de reactivo.

¹⁷Como se menciona en el párrafo anterior, existen diversos agentes y/o factores que afectan el proceso de cianuración.

- Agentes oxidantes

Los agentes oxidantes como el ion Cl^- , O_2 , O_3 , H_2O_2 , etc., son factores que afectan de manera negativa el proceso de cianuración, ya que, pueden oxidar al cianuro, disminuyendo la eficiencia del proceso.

Para contrarrestar este factor se puede añadir un agente reductor.

- Sulfuros, sulfatos y otros compuestos de azufre

Los sulfuros del mismo modo se consideran agentes cianicidas, dado que, estos pueden reaccionar con el cianuro (ion CN^-) formando tiocianatos, sobre todo en pH elevados, que, aunque la formación de estos no es perjudicial para la disolución del metal, provoca la disminución de cianuro libre generando un consumo extra de cianuro, aumentando el costo del proceso.

- Nitritos

¹⁸La presencia de nitritos es peligrosa, en caso de que la muestra contenga compuestos orgánicos, de ser así, los nitritos pueden formar ácido

¹⁷ F. Nava-Alonso. “Análisis químico de cianuro en el proceso de cianuración: revisión de los principales métodos” Revista de Metalurgia 26 de octubre de 2006. 22 - 23 p.

¹⁸ F. Nava Alonso, “Análisis químico de cianuro en el proceso de cianuración: revisión de los principales métodos” Revista de Metalurgia, Ed. Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN. Coahuila, México 2006. 21 – 22 p.

cianhídrico y para evitar la interferencia de los nitritos, se adiciona ácido sulfámico.

Esta interferencia es común en el método de cianuro total por destilación, el cual es un método de análisis químico que cuantifica la concentración de cianuro libre, la concentración de cianuros simples y la concentración de los complejos metálicos de cianuro.

- Metales en general

Elementos como el hierro, cobalto, mercurio, entre algunos otros, disminuyen la cantidad de cianuro presente en la disolución, debido a la formación de complejos estables.

2.4.5 Reactivos sustitutos en el proceso de lixiviación

A mediados de 1970, se comenzó a investigar reactivos de lixiviación alternos al cianuro, pese que el proceso de cianuración es simple y resulta industrialmente económico, los motivos que llevaron a la búsqueda de diferentes agentes de lixiviación fueron los siguientes:

- Presiones ambientales.
- Restricciones o limitaciones en el uso de cianuro.
- Reactivos que proporcionen una velocidad de lixiviación más rápida en oro y plata.
- Existencia de minerales refractarios, lo que obliga a trabajar en medios ácidos.
- Reactivos más selectivos que el cianuro para el oro y plata.

Debido al conjunto de problemas ecológicos y técnicos que conlleva el proceso de cianuración, en la industria se comenzó a generar conflictos, por ello, se optó por estudiar el uso de otros agentes lixiviantes alcalinos, ácidos y neutros, así como otros métodos de extracción que sean más rápidos, capaces de obtener

recuperaciones altas, de menor costo y con un menor grado de contaminación o bien, menos tóxicos.

Los sistemas más importantes que se han estudiado son; cloro-cloro, tiosulfato, tiocianato, tiourea, amoníaco, amoníaco-cianuro, sulfuro alcalino, bromo-bromuro, yodo-yoduro, entre algunos otros haluros. Sin embargo, todos los sistemas antes mencionados presentan desventajas y hasta el momento, ninguno cumple los estereotipos esperados.

¹⁹A continuación, se presentan otros reactivos alternativos para la lixiviación de metales preciosos, estos se seleccionan con base en:

- Características de la mena

Si la mena contiene una elevada cantidad de cianidas, el consumo de cianuro será excesivo, por ende, es mejor buscar algún otro reactivo.

Además, si la mena contiene sulfuros oxidados o es ácida, se requerirá una gran cantidad de cal para llevar la disolución a un pH básico, adecuado para la cianuración, por lo que, en este caso conviene una lixivante ácido.

O bien sí la mena es refractaria al cianuro, este reactivo no lixiviará y generará una gran cantidad de contaminantes.

- Condiciones ambientales

En caso de tener problemas u objeciones para obtener los permisos correspondientes de explotación, debido a que, el yacimiento está localizado en ambientes susceptibles a la contaminación o que pueda contaminar aguas subterráneas, superficiales y/o que puedan llegar a estar en contacto con la población, se requerirá un reactivo menos agresivo ósea, un reactivo menos tóxico.

¹⁹ Instituto Tecnológico Geominero de España ITGE, “Minería química”, 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 182 - 194 p

- Aspectos económicos

Se tiene que considerar que si el yacimiento se encuentra aislado, el suministro de cianuro será complicado debido a la distancia, por tanto, resultará excesivamente caro y es mejor considerar otros reactivos.

Actualmente, se ha estudiado el uso de la tiourea, compuestos clorados en medio ácido, tiosulfato sódico, compuestos amoniacales en medio alcalino y la combinación de yodo-yoduro como lixiviantes.

En seguida, se menciona dos de los reactivos más estudiados en la lixiviación de oro.

- o Tiourea

²⁰En 1906, Moir reconoció por primera vez la posibilidad de disolver oro con el uso de la tiourea, además, estableció las principales características del proceso, tales como; el pH ácido que requiere y la presencia de un agente oxidante adecuado, pero no fue sino hasta 1940, que Plaskin y Kozhukova emplearon la tiourea $[CS(NH_2)_2]$ como agente lixivante en las disoluciones de oro.

La tiourea forma complejos estables catiónicos (tioureatos), por lo que, es un agente altamente eficiente, ya que, se obtienen recuperaciones de lixiviación del 95.8 %, además, de ser un reactivo no tóxico.

Una ventaja que tiene el uso de tiourea con respecto al uso de cianuro es que presenta mayores velocidades de disolución, tal como se muestra en la

²⁰ Guerrero Rodríguez R. “Estudio físico – químico comparativo de la lixiviación con cianuro y tiourea en concentrados de oro, procedente de la planta de beneficio “Franromec” del cantón Camilo Ponce Enríquez, provincia del Azuay” Universidad Técnica de Machala. Ecuador, 2015. 27 – 28 p. Trabajo web:

<http://repositorio.utmachala.edu.ec/bitstream/48000/4272/2/CD000031-TRABAJO%20COMPLETO-pdf>

Fecha de consulta: 05/12/2018

figura 9, en el gráfico se puede observar que se obtiene mejores resultados de extracción a menores tiempos de trabajo.

En este proceso se forma el complejo catiónico (oro(I)-tiourea $[\text{Au}(\text{CS}(\text{NH}_2)_2]^+$), este complejo es soluble en agua, lo que permite que la recuperación selectiva sea sencilla, lo cual no es viable en el proceso de cianuración.

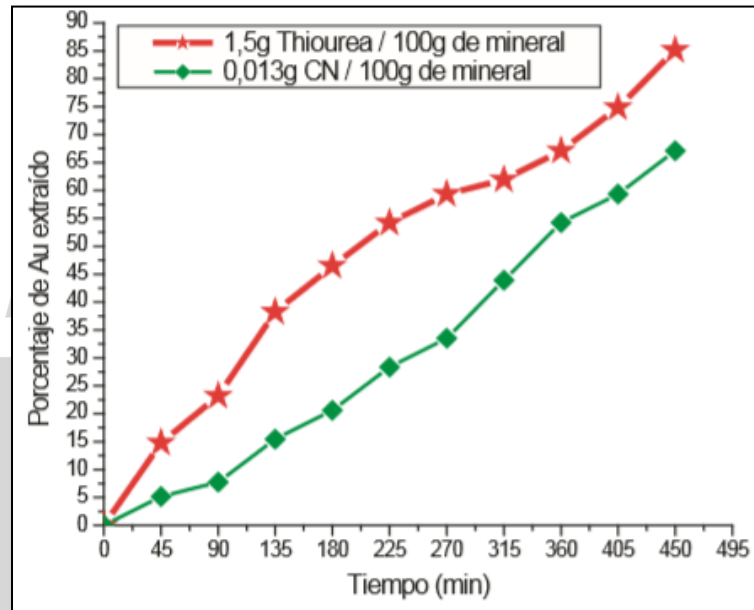
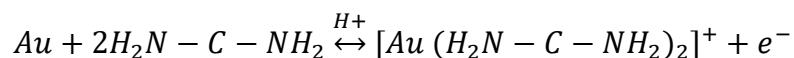


Figura 9. Comparación de los resultados de extracción de oro, utilizando cianuro y tiourea. [8]

El uso de tiourea, si bien genera un menor consumo gracias a que este reactivo no se ve afectado por otros elementos y/o minerales como lo es en el caso del cianuro, se tienen otros problemas que la industria aún no controla, como la degradación rápida de la tiourea debido a la oxidación, es por lo que el precio del proceso se eleva, además de que el reactivo es mucho más costoso que el cianuro. Sin embargo, al ser un agente lixivante para materiales ácidos, no requiere cal o sosa lo que, compensa un poco el costo del proceso.

Por estas razones y porque no se ha avanzado en el estudio de la recuperación utilizando tiourea, aún no se ha suplido el cianuro por este reactivo.

La reacción de disolución del oro en medio ácido utilizando tiourea, se expresa de la siguiente manera:



- Tiosulfato

El tiosulfato es otro reactivo que se ha estudiado para la lixiviación de oro y plata, en medios alcalinos y en los cuales está presente el cobre, asimismo el proceso se ve afectado por la temperatura.

Generalmente se emplea en minerales refractarios y con alto contenido de sulfuros y cobre, obteniendo recuperaciones de lixiviación del 80 %, añadiendo a ésto, que el reactivo es de un menor costo y es más amigable con el medio ambiente.

²¹A continuación, se muestra el resultado de la lixiviación de láminas de oro de 99.99 % de pureza, utilizando como agente lixivante tiosulfato de amonio y tiosulfato de sodio.

²¹ Ospina Correa Juan, “Mineralogía del proceso de lixiviación de oro en minerales refractarios con soluciones de tiosulfato”. 20 de Noviembre de 2016 129 – 132 p.

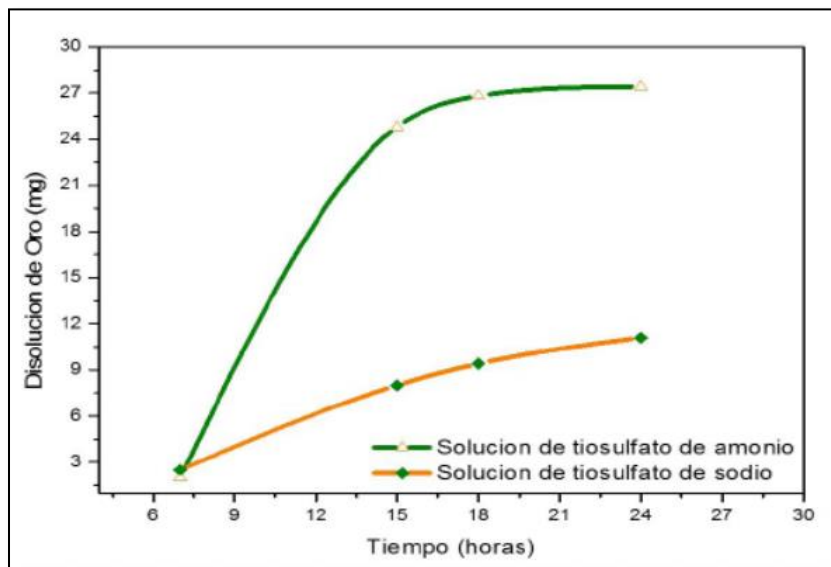
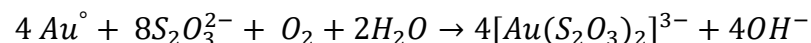


Figura 10. Comparación de los resultados de extracción de oro, utilizando tiosulfato de amonio y tiosulfato de sodio. [9]

En el gráfico (figura 10) se puede observar que en la disolución de tiosulfato de amonio se recuperó tres veces más que en la disolución de tiosulfato de sodio, en diferentes estudios se demuestra que para aumentar la velocidad de disolución y que ésta supere la velocidad de cianuración, se ²²requiere la presencia de amoníaco y del ion cúprico, ya que, éstos forman el complejo cuprotetramina el cual funciona como catalizador en la disolución del oro. La cuprotetramina oxida el oro metálico que se encuentra dentro de los minerales, formando el complejo (diaminoauroso), además el ion cúprico es reducido a ion cuproso el cual se vuelve a oxidar con la ayuda del oxígeno disuelto en disolución, mientras que el complejo diaminoauroso reacciona con el tiosulfato y produce el complejo de oro-tiosulfato.

La reacción global del proceso es la siguiente:



²² Gámez S. “Recuperación de oro a partir de minerales polisulfurados con soluciones amoniacales de tiosulfato de sodio” Revista Politécnica, Ecuador Septiembre 2015, Vol 36.

Para establecer el complejo cuprotetramina se requiere un valor de pH comprendido entre 9.6 y 11.

De igual forma, se debe controlar la cantidad de iones cúpricos, si bien, estos iones junto con el amoníaco forman el complejo cuprotetramina y con ello se consigue una lixiviación más rápida, la adición excesiva de iones cúpricos provoca la oxidación del tiosulfato en politionatos lo que causa una disminución en la concentración de tiosulfato.

Cabe destacar, que la presencia de algunos elementos en la matriz del mineral como hierro y cobre pueden transformar el tiosulfato a politionatos. Como se señala en el párrafo anterior, uno de los principales problemas que presenta el proceso, es la descomposición del tiosulfato, aparte de tener diversas dificultades para recuperar el oro de la disolución de lixiviación, por ello, este proceso no se ha considerado a nivel industrial.

En la *tabla 1*, se señala de manera general las ventajas y desventajas que presentan algunos de los agentes lixiviantes de oro.

Tabla 1. Ventajas y desventajas de diferentes agentes lixiviantes.

Agente Lixivante	Ventajas	Desventajas
Cianuro	Agente lixivante eficaz para la extracción de oro en concentraciones que van de 1 a 3 g/ton. Es económico y estable.	Grandes problemas ambientales por alta toxicidad.
Tiosulfato	Bajo costo y rápida velocidad de extracción. Es más amigable al medio ambiente.	Baja estabilidad química.
Tiourea	Rápida velocidad de extracción.	Baja estabilidad química. Cancerígeno.
Haluros	Relativamente saludable y seguro. Alta estabilidad química. Extracción rápida.	Difícil de aplicar. No hay gran desarrollo en el tema.

2.4.6 Extracción o lixiviación asistida por microondas (MAE)

La extracción o lixiviación asistida por microondas es un proceso en el cual se hace uso de la energía de microondas para irradiar y así elevar la temperatura del disolvente el cual está en contacto con una muestra.

²³Esta técnica permite la extracción rápida de solutos que se encuentran en diferentes matrices, obteniendo extracciones de una alta eficiencia comparables con las técnicas clásicas, pero con cierta ventaja, ya que, disminuye la cantidad de disolvente empleado, la liberación de gases al medio ambiente es menor y la exposición humana es prácticamente nula.

²⁴La energía de microondas es convertida a partir de energía eléctrica y se define como una radiación electromagnética no ionizante con frecuencias desde 300 MHz hasta 300 GHz y de longitudes más largas que otras formas de energía electromagnética, como la luz visible, infrarrojo, ultravioleta, rayos X, etc.

El calentamiento que ofrecen las microondas es único y ventajoso en comparación al calentamiento convencional, éste proporciona:

- Calentamiento sin contacto.
- Transferencia de energía.
- Calentamiento rápido.
- Calentamiento selectivo del material.
- Calentamiento volumétrico.
- El calentamiento inicia desde el interior del cuerpo del material.

²³ Emili, Destandau., Microwave-assisted Extraction. Instituto de química orgánica y Analítica. Universidad de Orleans. Artículo publicado por "The Royal Society of Chemistry". Francia 2013.

²⁴ Kazi, E. Haque, "Microwave energy for mineral treatment processes" International Journal of Mineral Processing". Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.

2.4.6.1 Calentamiento por microondas

²⁵Las microondas provocan el movimiento molecular gracias a la migración de iones y/o la rotación de especies dipolares.

El calentamiento de un material por microondas dependerá en gran parte del factor de disipación, qué define la relación de pérdida dieléctrica, en otras palabras, el factor de pérdida representa la cantidad de energía de microondas que se pierde en el material por ser disipada como calor, por tanto, un material con alto factor de pérdida es calentado fácilmente.

Por lo general, los metales tienen una alta conductividad y se clasifican como conductores, además, conducen las microondas. Existen otros materiales que son transparentes a las microondas y se clasifican como aislantes, estos materiales se usan en los hornos de microondas para soportar el material a calentar.

Por último, se tiene los materiales absorbentes de energía, que se calientan fácilmente, a estos materiales se les denomina dieléctricos.

En la *figura 11*, se muestra la interacción de las microondas con los tres diferentes tipos de materiales.

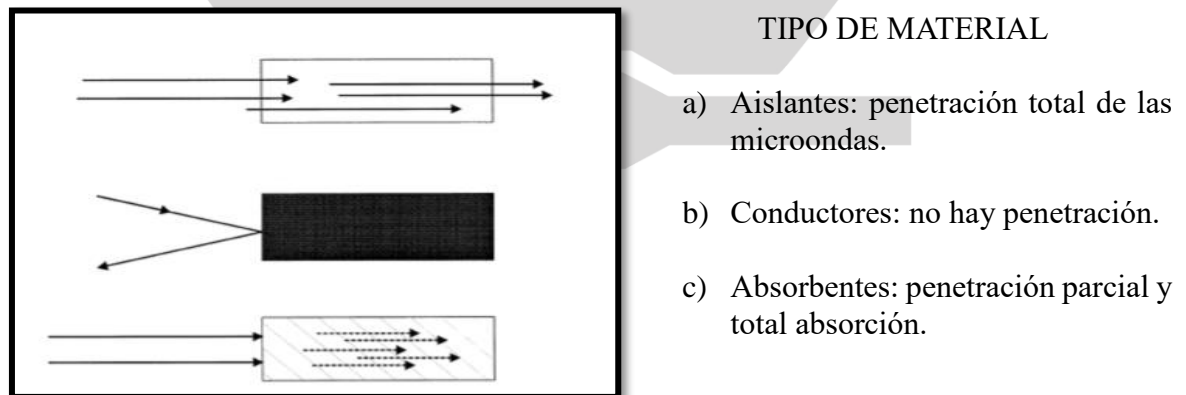


Figura 11. Interacción de materiales con microondas. [10]

²⁵ Kazi, E. Haque, "Microwave energy for mineral treatment processes" International Journal of Mineral Processing". Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.

El sistema de calentamiento por microondas es similar al de un horno doméstico, en el cual el material se retira del horno cuando se completa el calentamiento.

El sistema consta de cuatro componentes básicos; la fuente de alimentación la cual suministra la potencia del microondas, un magnetrón, un aplicador que tiene como objetivo calentar el material y una guía de ondas que transporta la energía de microondas al aplicador.

2.4.6.2 Calentamiento de minerales con microondas

²⁶La oficina de minas de EE. UU. realizó pruebas de calentamiento por microondas a diferentes minerales, en función de la potencia y de la velocidad de calentamiento durante un periodo de tiempo constante, se determinó que a medida que se aumenta la potencia, aumenta la velocidad de calentamiento de los materiales.

En 1990 Chunpeng realizó pruebas tomando 50 g de diferentes minerales (óxidos, sulfuros y carbonatos) a 200 mallas y con una potencia inicial de 500 W, frecuencia de 2450 MHz y un tiempo de exposición de 4 minutos. Encontró que la mayoría de estos minerales se calientan de manera satisfactoria.

En 1991 Standish informó que el tamaño de partícula es un factor por considerar, sin embargo, no es un factor consistente en el calentamiento del material.

2.4.6.3 Lixiviación de minerales asistida por microondas

²⁷El calentamiento por microondas a pesar de que es específico del material, ofrece una velocidad de calentamiento muy rápida y, por tanto, una velocidad de disolución igualmente rápida. Dicha disolución se ha aplicado a la lixiviación de minerales.

²⁶ Kazi, E. Haque, "Microwave energy for mineral treatment processes" International Journal of Mineral Processing". Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.

²⁷ Kazi, E. Haque, "Microwave energy for mineral treatment processes" International Journal of Mineral Processing". Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.

En 1986, se realizaron las primeras pruebas de lixiviación asistida por microondas de minerales que contenían óxidos de níquel, cobalto y hierro, empleando 1200 W, 2450 MHz y atmósfera controlada de nitrógeno, entre otras condiciones.

Los resultados fueron eficientes, ya que, las recuperaciones fueron del 70 % y 85 % de níquel y cobalto respectivamente. De manera similar se realizaron estudios en otros minerales de cobre en los cuales se obtuvo una recuperación del 96 %.

En todas las pruebas realizadas se utilizó un reactor rotatorio cilíndrico revestido de teflón.

2.4.6.4 Penetración de oro refractario (refractory gold) concentrado asistido por microondas

²⁸Cuando el mineral de oro no puede recuperarse por lixiviación alcalina (cianuración), se conoce como refractario a la cianuración, generalmente se trata con tostación, lixiviación a presión o lixiviación bacteriana, para que se pueda recuperar posteriormente por medio de cianuración.

2.5 Recuperación del oro

²⁹La precipitación de un metal o de sus sales a partir de una disolución acuosa mediante otro metal se conoce como *cementación*, debido a que, el metal precipitado generalmente se deposita o bien, se “cementa” en el metal introducido en la disolución.

Este método se basa en el principio de la reducción electroquímica, es decir, involucra la captación y cesión de electrones, pues se obtiene una diferencia de potencial entre el agente cementante y del elemento a cementar.

La cementación es un método clásico para la recuperación de metales preciosos, sobre todo en disoluciones de lixiviación con cianuro. El oro y la plata son

²⁸ Kazi, E. Haque, “Microwave energy for mineral treatment processes” International Journal of Mineral Processing”. Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.

²⁹ M. Shamsuddin., Physical Chemistry of Metallurgical Processes. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey 2016., 495, 496, 497 p.

electronegativos respecto al zinc, lo que puede provocar un reemplazo electroquímico del oro y la plata por el zinc, en otras palabras, las disoluciones ricas que contienen oro pueden ser cementadas utilizando polvo de zinc. Cabe destacar que el proceso se desarrolló en 1890 y se ha usado hasta la actualidad, estudiando y mejorando las variables de operación.

2.5.1 Proceso Merrill-Crowe

³⁰El proceso Merrill Crowe es un método de recuperación de metales preciosos por cementación con zinc a partir de disoluciones cianuradas.

Las principales etapas del proceso son la clarificación, la desaireación, la cementación con zinc y la filtración, estas etapas se muestran en la *figura 12*. A continuación, se señalan a detalle las etapas del proceso:

- Separación de sólidos residuales del líquido utilizando espesantes o filtración al vacío.
- Clarificación de la disolución rica, generalmente la concentración de ésta varía de 1 ppm a 5 ppm.
- Desaireación de la disolución clarificada utilizando torres al vacío.
- Se agrega zinc en polvo.
- El oro comienza a precipitarse en las tuberías, lo cual se dirige a las bombas de alimentación que se encuentran en la prensa de filtrado.
- El precipitado pasa al área de fundición para fabricar el doré y posteriormente se refina el metal precioso.

³⁰ Andrew L. Mular “Mineral Processing Plant Design, Practice and Control: Proceedings”. Vol. 2 Ed. Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Inc. (SME). USA, 2002. 1663 – 1667 p.

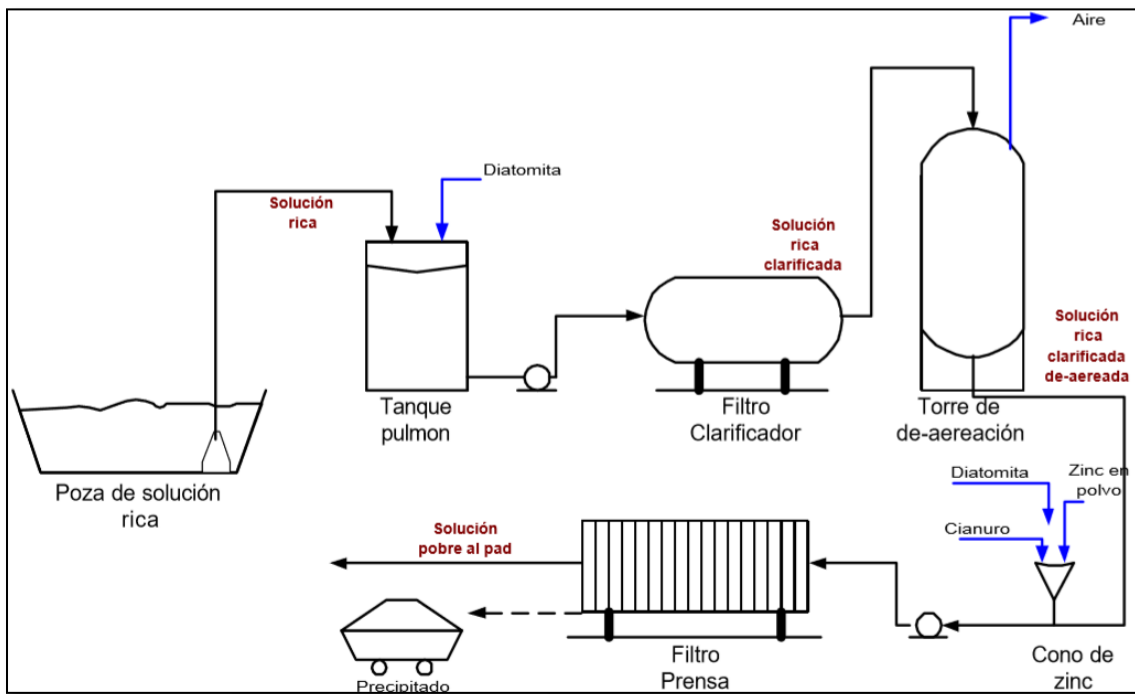


Figura 12. Diagrama del proceso Merrill-Crowe. [7]

En el proceso Merrill-Crowe se debe considerar que la disolución rica contiene diferentes elementos disueltos además de los metales preciosos, por ello, se debe tomar en cuenta la existencia de “*reacciones parásitas*” que son reacciones secundarias o laterales, las cuales llevan a cabo simultáneamente con la reacción principal, pero tienen una influencia particular sobre la misma. Los reactivos o productos resultantes de la reacción principal pueden o no participar en la reacción secundaria.

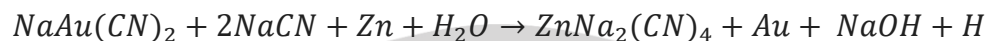
El oxígeno disuelto promueve una reacción secundaria en el caso de la cementación de oro a partir de zinc metálico, ya que, consume zinc oxidándolo lo que provoca reducción de la cinética de precipitación y disminución de la eficiencia, por lo que es importante disminuir la concentración de oxígeno disuelto en la disolución.

La presencia de ciertos elementos es perjudicial, ya que, éstos inhiben la cementación del oro a causa de un recubrimiento o formación de película en el zinc. Algunas de estas impurezas son el plomo, estaño, níquel, cobalto, cadmio, cobre, entre otras, debido a que tienen un potencial de reducción afín al zinc.

En el caso del plomo, se ha demostrado que en mínimas concentraciones beneficia en la precipitación del oro.

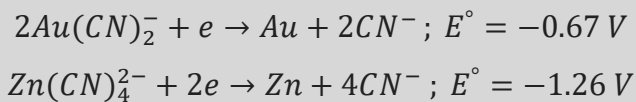
La recuperación de oro a partir de lixiviación con cianuro se realiza mediante la cementación por polvo de zinc.

El zinc en contacto con las disoluciones de cianuro, desplaza electroquímicamente al oro, ³¹Mac Farren, supone que la precipitación de oro con zinc es de la siguiente manera:



Las reacciones involucradas son impulsadas por las diferencias del potencial electroquímico. Los metales más electropositivos que el zinc, se reducirán a sus estados metálicos mientras que el zinc se disolverá.

Reacciones de cementación:



La velocidad de reacción en la cementación depende de la concentración del complejo $Au(CN)_2^-$, además la velocidad será directamente proporcional al área superficial disponible de zinc.

La velocidad se controla mediante la difusión de $Au(CN)_2^-$ hacia la partícula de zinc y se limita por la cantidad de superficie catódica disponible.

³²Existen diversos parámetros que afectan la cementación de oro utilizando zinc, como el pH, la concentración de CN^- libre, el oxígeno disuelto en la disolución, la

³¹ Elvis J. Oyarce “Proceso de lixiviación a nivel artesanal para la obtención de los parámetros óptimos en la recuperación de plata y oro en el distrito de Simbrón de la provincia de Gran Chimú” Facultad de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Trujillo, Perú, 2015. 35 – 41 p.

³² Andrew L. Mular. “Mineral Processing plant Design, Practice and control: Proceedings” Vol 2 Society for Mining Metallurgy and Exploration, Inc. 1663 – 1671 p.

temperatura, la concentración de otros metales, la concentración de plomo añadida y el tamaño de la partícula de zinc. A continuación, se describe cada uno de estos parámetros.

- pH

Al utilizar cianuro en todo momento se requiere tener valores de pH elevados para evitar la formación de ácido cianhídrico, sin embargo, se debe controlar, ya que un pH sumamente elevado tenderá a promover la formación de hidróxido de zinc, y por otro lado, un pH ácido sólo disolverá en zinc impidiendo que éste cumpla la función de cementar.

- Concentración de CN^- libre

El exceso de cianuro libre disminuirá la formación de hidróxido de zinc, aunque aumentará el consumo de zinc.

Por otro lado, una concentración muy baja de CN^- , tendrá como resultado la formación de $\text{Zn}(\text{OH})_2$, debido a ello, se inhibe el proceso de cementación.

- Oxígeno disuelto en la disolución

La cementación disminuye conforme aumenta la concentración de oxígeno, además promueve la cantidad de reacciones de disolución del zinc, formando compuestos indeseables y sólo reducirá la cantidad de zinc libre para cementar.

Asimismo, la redisolución del oro aumenta conforme se incrementa la concentración de oxígeno.

Por estas razones, la disolución rica debe pasar a las torres de desaireación, para la eliminación de oxígeno.

- Temperatura

Se ha demostrado que un incremento en la temperatura resulta beneficioso para el proceso, pues, aumenta la tasa de reacción de precipitación de los metales preciosos, sin embargo, el proceso de cementación es sumamente rápido a temperatura ambiente, por lo que, el aumento de temperatura resulta innecesario y costoso.

Por otra parte, el aumento de temperatura disminuye la solubilidad del oxígeno, lo que reduce la necesidad de desairar la disolución.

- Concentración de otros metales

La presencia de otras especies metálicas en la disolución reduce la precipitación de metales preciosos, sobre todo si estos son más nobles que el metal de interés, ya que, son grandes consumidores de zinc.

- Concentración de plomo añadida

Añadir concentraciones mínimas de nitrato de plomo (10 a 15 ppm) ha mostrado que aumenta la actividad del zinc. Debido a que, el plomo precipita en la superficie del zinc formando áreas catódicas, mientras que el área restante del zinc serán áreas anódicas. Asimismo, los metales preciosos precipitan preferentemente en las superficies catódicas del plomo. Sin embargo, la adición excesiva del nitrato de plomo reduce la cementación por completo, esto es porque recubrirá toda la superficie del zinc.

Además, el plomo reduce la pasivación del zinc, a medida que disminuye la concentración del cianuro.

- Tamaño de la partícula de zinc

La velocidad de las reacciones de cementación aumenta conforme disminuye el tamaño de las partículas de zinc, del mismo modo aumenta la velocidad de disolución del zinc al disminuir el tamaño.

Otra ventaja de tener partículas pequeñas de zinc es que el proceso resulta más fácil, debido a que, la filtración se vuelve factible.

2.6 Técnicas de análisis químico

³³En química analítica se utilizan métodos para caracterizar la materia y suelen clasificarse en métodos químicos y métodos instrumentales, los cuales a su vez se dividen de la siguiente manera:

- Métodos químicos:
 - o Análisis cualitativo
 - o Análisis cuantitativo

- Métodos instrumentales:
 - o Ópticos
 - o Electroquímicos

Los métodos ópticos de análisis son sumamente utilizados por la rapidez del proceso y por su precisión analítica. Se encargan de medir la interacción y la radiación electromagnética emitida por la materia.

Cabe destacar que todos los métodos ópticos utilizan la radiación electromagnética, cuando dicha radiación impacta sobre una muestra, ésta puede absorber parcialmente la energía, transformándola en energía térmica. En otras ocasiones la radiación se dispersa o es re-emitida.

O bien, la muestra puede emitir radiaciones electromagnéticas siempre y cuando se le excite bajo determinadas condiciones.

³³ Hernández, L. Introducción al análisis instrumental. 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 40 – 41 p.

Los métodos ópticos se clasifican en dos; métodos ópticos espectroscópicos y métodos ópticos no espectroscópicos.

➔ Métodos ópticos espectroscópicos.

Estos métodos involucran la interacción entre la energía electromagnética y la materia.

Se basan en el fundamento de absorción y emisión, así mismo, las transiciones pueden ser a nivel atómico o molecular.

- Absorción
 - Niveles moleculares: UV-visible, IR, microondas
 - Niveles atómicos: Absorción atómica, rayos X.

- Emisión
 - Niveles moleculares: Luminiscencia tales como fluorescencia y fosforescencia.
 - Niveles atómicos: Espectrometría de emisión, fotometría de llama denominada ICP, fluorescencia de rayos X y fluorescencia atómica.

➔ Métodos ópticos no espectroscópicos

En estos procesos no se producen transiciones entre los estados energéticos, lo que ocurre son cambios en la dirección o en las propiedades físicas de la radiación electromagnética, mientras que los mecanismos de interacción son la dispersión, difracción, refracción y polarización.

- Dispersión: Turbidimetría, nefelometría
- Refracción: Refractometría e interferometría

- Difracción: Rayos X
- Rotación óptica: Polarimetría y dicroísmo circular

2.6.1 Espectroscopía de absorción atómica (EAA)

³⁴La espectroscopía de absorción atómica (EAA) es una técnica instrumental de Química Analítica que detecta y determina la concentración de una gran variedad de elementos en estado fundamental. La técnica aparece en 1955 con los estudios científicos de A. Walsh demostrando la base teórica y aplicación, sin embargo, en 1860 Kirchhoff describe los principios básicos de los espectros de absorción atómica.

³⁵Pertenece al grupo de métodos espectroscópicos, en los cuales existe un intercambio de energía entre la radiación electromagnética y la materia. En estos métodos se miden espectros, siendo éstos debidos a transiciones entre distintos niveles energéticos.

El fundamento de EAA reside en el hecho de que cuando una radiación de una determinada longitud de onda se pone en contacto con átomos en fase vapor, éstos absorben radiaciones energéticas correspondientes a sus líneas de resonancia, pasando a estados excitados en cantidad proporcional a su concentración.

³⁶Primero se debe realizar la atomización del analito en matriz líquida generalmente acuosa, la atomización se produce con frecuencia en una llama, se utiliza comúnmente un nebulizador pre-quemador (o cámara de nebulización) para crear una niebla de la muestra. Entonces el nebulizador y la llama se usan para desolvatar y atomizar la muestra, pero la excitación de los átomos del analito es hecha por el uso de lámparas que emiten a través de la llama a diversas longitudes de onda para cada tipo de analito.

³⁴ Harold, F. "Análisis químico e instrumental moderno". Ed. Español: Reverté, S.A., 1983. 243 p.

³⁵ "Hernández, L. Introducción al análisis instrumental". 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 40 – 41 p.

³⁶ Rocha Castro, E. "Espectroscopia de absorción atómica" Facultad de Ciencias Químicas. Lectura No 9. PDF 4-10 p.

Una vez que la niebla atómica es desolvatada, se expone a una energía de determinada longitud de onda. La radiación o energía incidente es emitida ya sea por una lámpara de cátodo hueco construida con el mismo analito o elemento a determinar o una lámpara de descarga de electrones (EDL).

En AA la cantidad de luz absorbida después de pasar a través de la llama, determina la cantidad de analito existente en la muestra.

2.6.2 Espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

Los métodos de emisión son de los métodos destructivos más empleados, utilizan la radiación electromagnética emitida por la materia.

³⁷En la espectrometría de emisión, la excitación de la muestra se lleva a cabo mediante un arco o una chispa eléctrica. La energía necesaria para la excitación es tan alta que las especies moleculares se disocian, con lo cual se emiten espectros atómicos o iónicos característicos.

³⁸En ICP-OES, la luz emitida por los átomos y iones excitados en el plasma se mide para obtener información de la composición de la muestra. La mayor parte de los espectrómetros modernos pueden realizar las medidas trabajando con el plasma en modo axial o radial.

Cuando se trabaja en modo radial, la radiación emitida por los analitos se mide perpendicularmente a la posición del plasma, mientras que, en el modo axial, la radiación emitida por los analitos se mide en la misma dirección en la que se encuentra el plasma.

³⁷ Hernández, L. Introducción al análisis instrumental. 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 42 p.

³⁸ Otero, Jacobo. Desarrollo de nuevos métodos de extracción en fase sólida para la preconcentración de metales traza en el agua de mar. Santiago de Compostela, 2009. 55, 58, 59 p.

La emisión del plasma es policromática, debido a que las especies excitadas emiten a longitudes de onda diferentes. Esta radiación policromática debe ser separada en longitudes de onda individuales para identificar la emisión de cada especie excitada y medir su intensidad sin interferencia de otras longitudes de onda.

Cuando se utiliza un plasma como fuente de excitación (ICP), se presentan indudables ventajas relacionadas con su alta sensibilidad, un gran intervalo de linealidad y una buena selectividad.

Esta técnica no necesita una fuente de luz y es capaz de medir unos 70 elementos simultáneamente con un detector de inyección de carga.

2.6.3 Difracción de Rayos X

Es una técnica no destructiva comúnmente utilizada que permite la identificación de la estructura cristalina de la materia sólida.

Se hace incidir un haz de rayos X sobre la muestra, los átomos interactúan con la onda incidente dispersándola mediante procesos elásticos o inelásticos.

La mayoría de las veces la radiación es dispersada de modo elástico y como resultado se obtiene un espectro de rayos X difractados característicos.

El diagrama de difracción dependerá de la estructura del compuesto y de sus fases cristalinas. Si bien, una fase cristalina produce un patrón de difracción característico, por ello, el análisis cualitativo se realiza mediante la identificación del patrón de la misma fase.

Una ventaja que tiene esta técnica sobre las demás, es que no requiere un tratamiento o proceso específico de preparación sobre las muestras.

Además de identificar las fases que componen al material, la difracción de rayos X, puede utilizarse para identificar el grado de pureza o bien las impurezas que contiene un material.

2.6.4 Fluorescencia de Rayos X

El análisis químico por fluorescencia de rayos X es una técnica de química analítica no destructiva, por tanto, la muestra no sufre daño alguno durante el análisis. Sin embargo, los materiales comienzan a deteriorarse después de estar sometidos durante largos periodos de tiempo a la radiación X.

Una de las grandes ventajas de este método es que analiza materiales como metales, minerales, cerámicos, vidrios, plásticos, polímeros, etc., en diferentes formas, tales como, pastillas, polvos, películas finas, líquidos o incluso gases.

Esta técnica consiste en irradiar rayos X a una muestra, al realizar esto, los electrones que se encuentran en los átomos en estado fundamental se ven bombardeados por los fotones de rayos X y se da la formación del espectro característicos de los elementos que componen la muestra.

El espectro se puede esquematizar de las siguientes maneras:

- Excitación.
- Emisión.

³⁹A la radiación X producida por la excitación de otra radiación X, se denomina radiación X secundaria o radiación de fluorescencia. Esta radiación de fluorescencia se emplea para realizar el análisis químico y obtener los espectros característicos de la muestra excitada.

Se aplica para muestras cuyo intervalo de concentración varía entre el 100 % y el 0.0001 %, además, las interferencias espectrales que se presentan son escasas y existen diversas maneras de corregirlas y en ciertos casos es posible evitarlas. Pese a estas cualidades beneficiosas, la técnica presenta ciertas limitaciones, ya que, se requiere de patrones, además, en elementos ligeros presenta problemática debido

³⁹ Espectrometría de fluorescencia de rayos X, Pág. Web: http://www.usc.es/export9/sites/webinstitucional/gl/investigacion/riaidt/raiosx/descargas/UNED_Curso_Fluorescencia.pdf Fecha de consulta: 08/01/2019

a la baja sensibilidad. No obstante, el costo de la técnica es elevado y requiere equipos sofisticados y adicionales.

2.7 Escorias

En la mayoría de los procesos metalúrgicos para la obtención y recuperación de metales se genera cierta cantidad de escoria. Anteriormente, estas escorias eran consideradas materiales de desecho, sin embargo, con el paso del tiempo y la disminución de la ley de los minerales, se comenzó a estudiar otros métodos de recuperación de metales, sobre todo en los enfocados en los metales preciosos presentes en las escorias.

La escoria se define como una sustancia vítrea subproducto de un proceso metalúrgico para la obtención de metales, generalmente las escorias contienen diferentes metales, así como, diversos óxidos metálicos como SiO_2 , CaO , MgO , Al_2O_3 y FeO , entre otros.

Un problema actual en la industria es el arrastre de metales preciosos a las escorias, debido a que las escorias contienen componentes que captan elementos de interés. La concentración del valor metálico de interés dependerá de la eficiencia del proceso y de las condiciones de operación comprensiblemente se busca que el contenido sea el menor posible.

En los procesos de fundición, para la fabricación del doré, existen pérdidas importantes debido al atrapamiento metales preciosos en la escoria. Esto depende en gran medida de las condiciones de operación del proceso, por ello, en cada planta la pérdida varía.

Por lo que en diferentes materiales y en escorias se busca recuperar la máxima cantidad de oro y plata posible, para ello, se utilizan procesos metalúrgicos convencionales aplicables en la extracción de minerales.

3. OBJETIVO, HIPÓTESIS Y METAS

3.1 OBJETIVOS

- Desarrollar un procedimiento con las mejores condiciones de trabajo para lixiviar materiales de baja ley de oro empleando lixiviación asistida por microondas en un medio ácido, optimizando parámetros tales como; potencia, tiempo y peso de muestra.
- Realizar mediante dos técnicas de análisis químico; Espectroscopia de Emisión Óptica con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-OES) y Espectroscopia de Absorción Atómica (AA), un análisis completo sobre las digestiones de minerales y materiales que contienen oro en baja ley, así como optimizar los parámetros de operación, tales como; flujos de argón, flujo de bomba, potencia, entre otros.
- Estudiar y optimizar parámetros de cementación de oro tales como: área superficial y tiempo de cementación usando zinc.

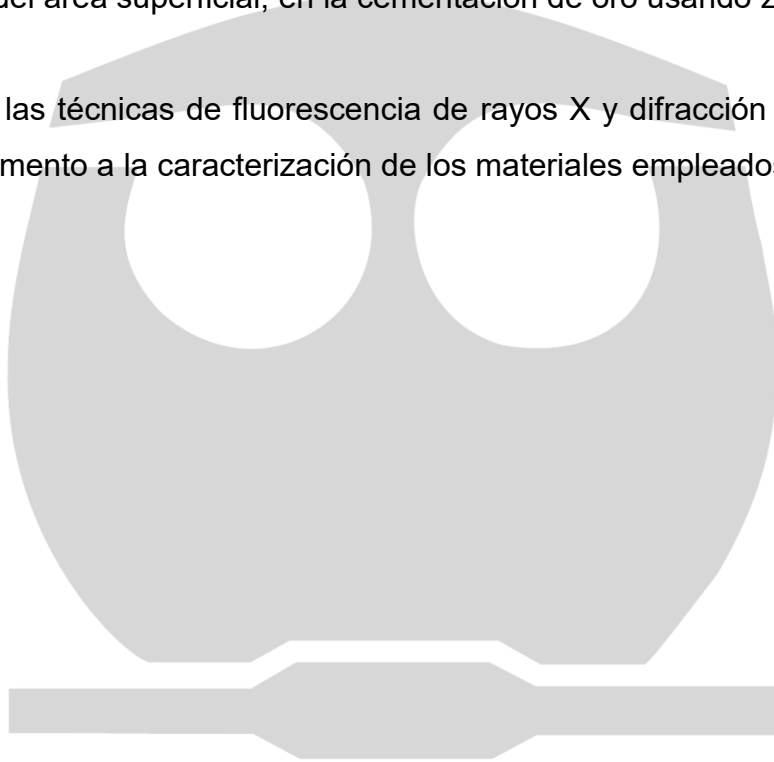
3.2 HIPÓTESIS

Si se logra la extracción de oro en materiales y minerales de baja ley usando lixiviación asistida con microondas y si se mejora la cinética de cementación, será posible aumentar la eficiencia de recuperación de disoluciones de bajo contenido de oro.

3.3 METAS

- Obtener las mejores condiciones para la lixiviación asistida por microondas de minerales y/o materiales de baja ley de oro.

- Operar los equipos de EAA y de ICP-OES y con ello desarrollar un procedimiento de operación para el análisis de oro en materiales/minerales de baja ley.
- Obtener una metodología para el análisis de minerales/materiales de baja ley de oro usando espectroscopía de emisión óptica con plasma ICP-OES y espectroscopía de absorción atómica.
- Obtener las mejores condiciones de tiempo de cementación y evaluar el efecto del área superficial, en la cementación de oro usando zinc.
- Utilizar las técnicas de fluorescencia de rayos X y difracción rayos X como complemento a la caracterización de los materiales empleados.



4 METODOLOGÍA DE TRABAJO

4.1 Equipo de trabajo

- Horno de microondas MILESTONE

El horno de microondas utilizado para la extracción fue un modelo “MLS 1200 mega”, marca “MILESTONE MDR TECHNOLOGY” el cual presenta un contenedor (*carrusel*) con seis vasos de teflón, tal como el que se muestra en la *figura 13*.



Figura 13. Microondas MILESTONE “MLS 1200 mega”. [11]

- Espectrómetro de absorción atómica

El equipo que se empleó para el análisis químico de todas las muestras fue un espectrómetro de absorción atómica marca Perkin Elmer, modelo “AAAnalyst 400” *figura 14*.



Figura 14. Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer “AAnalys 400”. [12]

- Espectrómetro de emisión

El espectrómetro de emisión óptica empleado para analizar elementos en las muestras de escorias y minerales fue el modelo “Avio 500 ICP Optical Emission Spectrometer”, marca Perkin Elmer *figura 15*.



Figura 15. Espectrómetro de emisión óptica Perkin Elmer “Avio 500 ICP”. [13]

- Rodillo de bajo perfil

Para las pruebas de cementación se utilizó un rodillo marca STOVALL, modelo “The stovall low profile roller”, *figura 16*.



Figura 16. Rodillos de bajo perfil, marca STOVALL. [14]

- Mufla

Para la fabricación de granalla de zinc se utilizó una mufla Thermolyne 4800, similar a la que se muestra en la *figura 17*.



Figura 17. Mufla convencional Thermolyne 4800. [15]

- Balanza analítica

Se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, modelo “analytical plus”, *figura 18*.



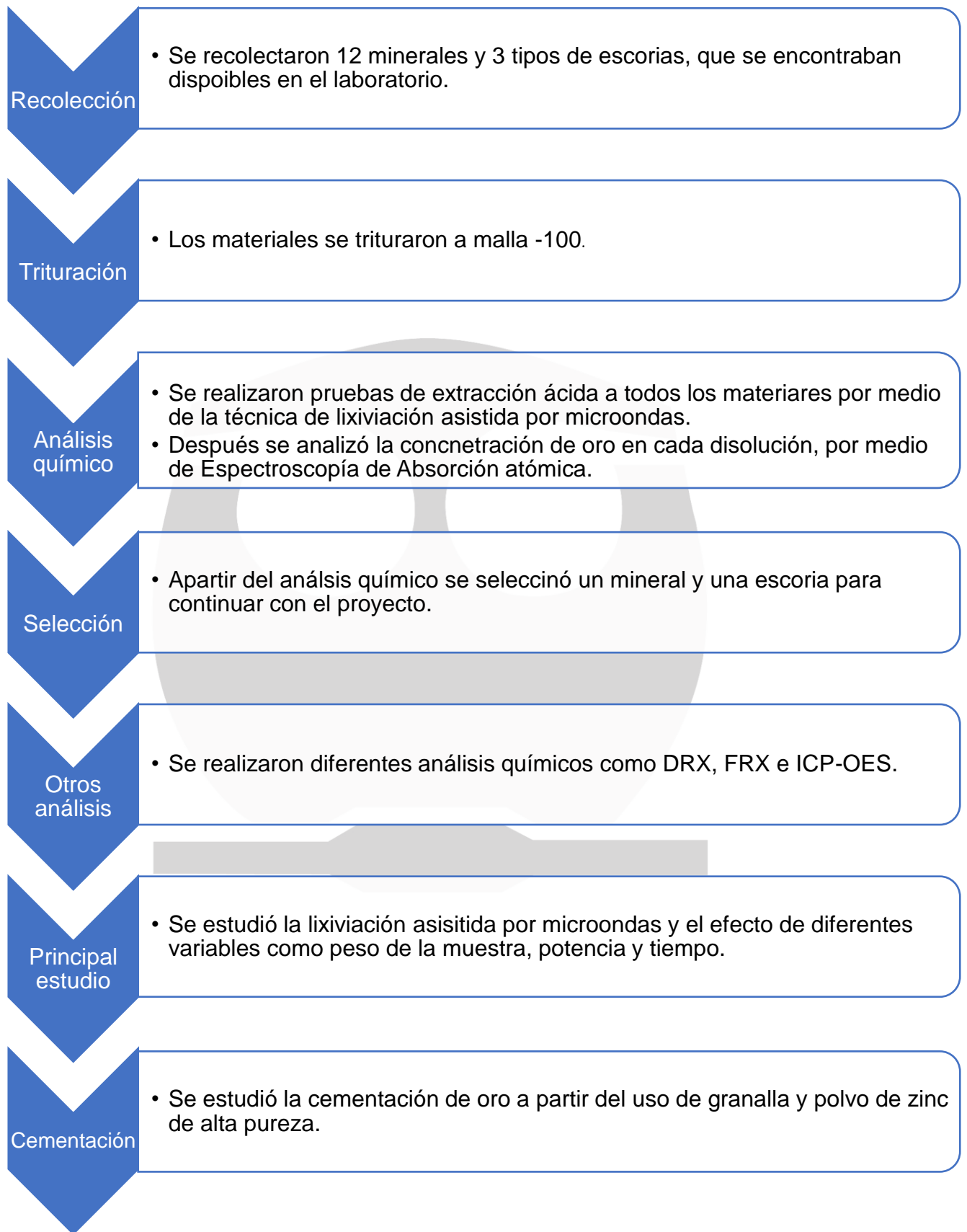
Figura 18. Balanza analítica Ohaus. [16]

- Reactivos

Tabla 2. Reactivos usados para el desarrollo del proyecto.

Reactivo	Características
Ácido clorhídrico	36.5-38.0 % Marca J.T. Baker
Ácido nítrico	65.5 % Marca J.T. Baker
Agua destilada	-
Agua desionizada	ASTM tipo 1 (conductividad eléctrica a 25 °C, 0.056 μ S/cm).
Hidróxido de sodio	99 % Marca Merck

4.2 Diagrama de flujo del proyecto



4.3 Trituración de material

A todos los materiales utilizados se les realizó una trituración con ayuda de un mortero de ágata, con la finalidad de obtener un tamaño de malla -100. Para ello, se tomó una muestra representativa de cada material empleando la técnica de cuarteo.

Una vez, que se analizaron los materiales se seleccionó el más adecuado de acuerdo con la ley de oro, para continuar trabajando con él el resto de las pruebas, por lo que, el material se mandó a triturar en un molino especial, obteniendo un tamaño de malla -100.

4.4 Análisis de minerales y escorias

Para la elaboración del presente trabajo se usaron diferentes muestras obtenidas de la industria, por lo que, se tomaron doce minerales y tres tipos de escorias (de diversa procedencia) disponibles en el laboratorio a los cuales se les realizaron pruebas de extracción ácida.

En una primera fase se analizaron todos los materiales disponibles y a partir de los resultados obtenidos se seleccionó por su mayor contenido de oro un mineral y una escoria con la única finalidad de continuar trabajando con ellos.

Cabe mencionar que todas las lixiviaciones realizadas se hicieron por medio de la técnica de extracción asistida por microondas (MAE), mientras que los análisis químicos se realizaron por medio de espectroscopía de absorción atómica (EAA).

El programa de lixiviación se seleccionó de acuerdo con la matriz a lixiviar, por lo que, se eligió el programa No 4 parte del software del equipo de microondas “MLS 1200 mega”, para muestras inorgánicas (silicatos, rocas, escorias, minerales, óxidos, etc.), las condiciones del programa se muestran en la *tabla 3*.

Tabla 3. Condiciones de potencia y tiempo del programa 4 del equipo de Microondas.

	1era Etapa	2da Etapa	3ra Etapa
<i>Potencia</i>	250 W	400 W	500 W
<i>Tiempo</i>	5 min	5 min	10 min

Con la finalidad de conocer el equipo, apreciar el proceso de extracción por microondas y el efecto sobre los materiales de estudio, se realizó un primer experimento de prueba.

Para ello, se tomó una muestra representativa de cada material, se mezclaron homogéneamente, obteniendo dos mezclas, una mezcla de los minerales y otra de escorias.

En tres vasos de teflón se pesaron 4, 6 y 8 gramos de la mezcla de mineral, mientras que en los tres vasos restantes se pesó del mismo modo 4, 6 y 8 gramos de la mezcla de escorias. A cada uno de los vasos se les añadieron 20 mL de agua regia (3:1), los vasos se introdujeron en el carrusel y éste se colocó al interior del microondas, iniciando el proceso de lixiviación.

Una vez terminado el ciclo de lixiviación, se sacó el carrusel del microondas y se dejó enfriar en agua recirculada durante 15 minutos.

Posteriormente, se filtró y la disolución resultante se aforó a 45 mL, de ésta se tomó una alícuota de 10 mL para determinar la concentración de oro de cada muestra, por medio de la técnica de espectrometría de absorción atómica (EAA) utilizando estándares de 5, 10, 20, 40 y 80 mg/L (la elaboración de estándares se presenta en el ANEXO I), el procedimiento de análisis se presenta en el ANEXO II y los resultados de esta prueba se presentan en la *tabla 4*.

4.5 Identificación y selección de materiales

Utilizando los resultados y condiciones de la prueba anterior de extracción por microondas, cada uno de los materiales recolectados se lixivió por duplicado y se analizó la concentración de oro por medio de espectroscopía de absorción atómica, con base en ello se seleccionó el mineral más adecuado, tal como se muestra en la *Tabla 5*.

Del mismo modo se realizó la identificación y selección para escorias *Tabla 6*.

4.6 Análisis complementarios: difracción de rayos X, fluorescencia de rayos X y espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente

Con el fin de complementar el estudio, al mineral seleccionado y a las escorias se les realizaron diferentes análisis químicos destructivos y no destructivos.

Se usó la técnica de DRX (*difracción de rayos X*) con el objetivo de identificar las fases que componen a los materiales, además se efectuó la técnica de FRX (*fluorescencia de rayos X*) para determinar la concentración de otros elementos metálicos.

Para estos análisis no destructivos, se homogenizó perfectamente los materiales y se tomó una muestra representativa de 5 gramos utilizando la técnica de cuarteo.

La técnica de espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) se aplicó con la finalidad de determinar otros elementos que componen los materiales, para ello, antes de comenzar con el análisis, se tuvo que calibrar el equipo y optimizar los parámetros de operación, el procedimiento de análisis se muestra en el ANEXO III.

4.7 Lixiviación asistida por microondas

En esta parte se experimentó con el mineral seleccionado (mineral C), en el caso de escorias al ser muy poca la cantidad de material se tomó la decisión de trabajar

con los tres tipos de escorias, por lo que, se realizó una mezcla homogénea. Con ambos materiales (mineral C y mezcla de escorias), se estudió el efecto de diferentes variables tales como el tipo de muestra, peso de muestra, potencia aplicada y tiempo de lixiviación.

En las primeras pruebas se determinó la influencia de la cantidad de materia a lixiviar, tanto de minerales como en escorias, empleando 1, 2, 3, 4, 5, y 6 gramos a condiciones de potencia y tiempo establecidas por el programa No 4. (*tabla 3*).

Al tener los resultados de lixiviación variando la masa de minerales y de escorias se eligieron las condiciones de mayor eficiencia de extracción de oro y con ellas se analizó el efecto de la potencia aplicada.

Posteriormente, se complementó el estudio evaluando el tiempo de lixiviación con la potencia óptima.

4.8 Cementación

Se colectó cada una de las disoluciones resultantes del proceso de lixiviación de mineral y de escoria, con estas se estudió el proceso de cementación con zinc.

Para la cementación se utilizó zinc de alta pureza, en dos diferentes tamaños: en granalla de diámetro promedio de 4 mm y en polvo malla -100.

En este proceso además de variar el tamaño, se modificó el tiempo de cementación a 5, 10, 15, 20, 30 y 60 minutos.

La producción de granalla se realizó por medio de la fusión de zinc y su enfriamiento en forma controlada.

Con la finalidad obtener una mayor concentración de oro en las soluciones resultantes de lixiviación, se evaporó el agua disminuyendo el volumen de la solución un 75 %, obteniendo un valor de aproximado de 50 mg/L y 0.5 mg/L en escorias y mineral respectivamente.

En el proceso de cementación se requieren pH básicos, por lo que, fue necesario neutralizar las disoluciones de lixiviación con una solución de NaOH 3 M.



5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Análisis de minerales y escorias

A continuación, se presentan los primeros resultados de extracción asistida por microondas en mg/L y en g/ton.

Tabla 4. Resultados del experimento de prueba utilizando lixiviación asistida por microondas en la mezcla de minerales y escorias.

Muestra	Masa (g)	[Au] mg/L	Au ppm [g/ton]
Mezcla 1 de mineral	4.0426	3.448	38.381
Mezcla 2 de mineral	6.2991	3.479	24.139
Mezcla 3 de mineral	8.1987	4.477	24.572
Mezcla 4 de escoria	4.0444	102.8	1143.804
Mezcla 5 de escoria	6.1575	162.4	1186.845
Mezcla 6 de escoria	8.0132	178.9	1004.655

Observando la *tabla 4*, se llegó a la decisión de tomar 6 gramos para la caracterización de cada material, ya que, se obtuvo buena eficiencia sobre todo en escorias y no se utiliza gran cantidad de sustancia.

5.2 Identificación y selección de materiales

En las siguientes *tablas (tabla 5 y tabla 6)*, se presentan los resultados realizados por duplicado, la desviación estándar y el coeficiente de variación de los promedios de las pruebas de MAE que se hicieron a cada uno de los materiales recolectados del laboratorio para evaluar el contenido de oro.

Tabla 5. Caracterización de minerales.

Muestra	Masa (g)	[Au] mg/L	Au ppm [g/ton]	Au ppm [g/ton] Promedio	σ	%CV
<i>Mineral desconocido "A"</i>	6.1003	5.831	43.013	43.497	0.684	1.573
<i>Mineral desconocido "A"</i>	6.0152	5.879	43.981			
<i>Mineral desconocido "B"</i>	6.0032	1.877	14.070	15.265	1.690	11.071
<i>Mineral desconocido "B"</i>	6.1239	2.24	16.460			
<i>Mineral desconocido "C"</i>	6.1000	2.908	21.773	24.300	3.574	3.066
<i>Mineral desconocido "C"</i>	6.0218	3.590	26.827			
<i>Mineral desconocido "D"</i>	6.0505	0.726	5.400	5.224	0.250	4.786
<i>Mineral desconocido "D"</i>	6.0986	0.684	5.047			
<i>Mineral desconocido "E"</i>	6.0827	1.028	7.605	6.983	0.880	12.602
<i>Mineral desconocido "E"</i>	6.0706	0.858	6.360			
<i>Mineral desconocido "F"</i>	6.4128	1.068	7.494	6.724	1.090	16.211
<i>Mineral desconocido "F"</i>	6.2367	0.825	5.953			
<i>Mineral desconocido "G"</i>	6.0265	0.976	7.288	9.685	3.390	35.003
<i>Mineral desconocido "G"</i>	6.1528	1.652	12.082			
<i>Mineral desconocido "H"</i>	6.0988	1.659	12.241	10.002	3.166	31.654
<i>Mineral desconocido "H"</i>	6.9040	1.191	7.763			
<i>Mineral desconocido "I"</i>	6.0144	1.057	7.909	7.309	0.849	11.616
<i>Mineral desconocido "I"</i>	6.0498	0.902	6.709			
<i>Mineral desconocido "J"</i>	6.0726	1.418	10.508	10.813	0.431	3.986
<i>Mineral desconocido "J"</i>	6.1002	1.507	11.117			
<i>Mineral desconocido "K"</i>	6.0436	0.693	5.160	5.456	0.431	7.900
<i>Mineral desconocido "K"</i>	6.1847	0.793	5.770			
<i>Mineral desconocido "L"</i>	6.2727	0.057	0.408	0.509	0.142	27.898
<i>Mineral desconocido "L"</i>	6.1262	0.083	0.609			

De acuerdo con los resultados obtenidos, se concluyó que la mayoría de los minerales recolectados contenían oro, a excepción del mineral desconocido “L”, pues no contenía un valor de interés.

Además, se puede observar que, con esta técnica se extrae una gran cantidad de oro, pese a ser minerales de baja ley y/o minerales cuya extracción resulta no rentable.

Tabla 6. Caracterización de escorias.

Muestra	Masa (g)	[Au] mg/L	Au ppm [g/ton]	Au ppm [g/ton] promedio	σ	%CV
Escoria rojiza	6.1717	1.119	8.159	7.612	0.774	10.172
Escoria rojiza	6.0008	0.942	7.064			
Escoria porosa	6.2568	34.86	250.719	215.583	49.691	23.049
Escoria porosa	6.0126	24.11	180.446			
Escoria vítrea	6.0078	28.93	216.693	204.861	16.733	8.168
Escoria vítrea	6.0263	25.85	193.029			

En el caso de las escorias al ser productos de joyería, se sabe que contienen una alta concentración de oro, lo que indica que el proceso presenta deficiencia de lixiviación, sin embargo, esto resulta muy beneficioso para el presente estudio.

En ambos materiales se puede observar que el porcentaje de coeficiente de variación es homogéneo, pues en la mayoría de las pruebas se obtuvo un % CV menor al 20 %, lo que indica que el promedio obtenido de las dos replicas que se hicieron de cada prueba es representativo. Por otro lado, se obtuvo cuatro casos, de los cuales el % CV supera el 20 %, dando como resultado que los promedios obtenidos no sean representativos, esto no quiere decir que el equipo sea poco preciso, sino el error se puede atribuir a que las muestras tomadas no eran homogéneas.

Con base en la cantidad de mineral que había y el grado de concentración, se seleccionó el mineral desconocido “C” (*figura 19*) para los siguientes estudios.

El mineral "A", tiene un mayor contenido de oro, sin embargo, la cantidad de este mineral con la que se contaba no era la suficiente para realizar los demás estudios.



Figura 19. Mineral seleccionado.

5.3 Resultados de difracción de Rayos X

- Mineral

El análisis de DRX arrojó diferentes fases presentes en el mineral, así como la fracción de cada una de éstas.

A continuación, en las *figuras 20 y 21* se presenta el difractograma del estudio y el resumen del análisis cuantitativo obtenido en DRX del mineral, respectivamente.

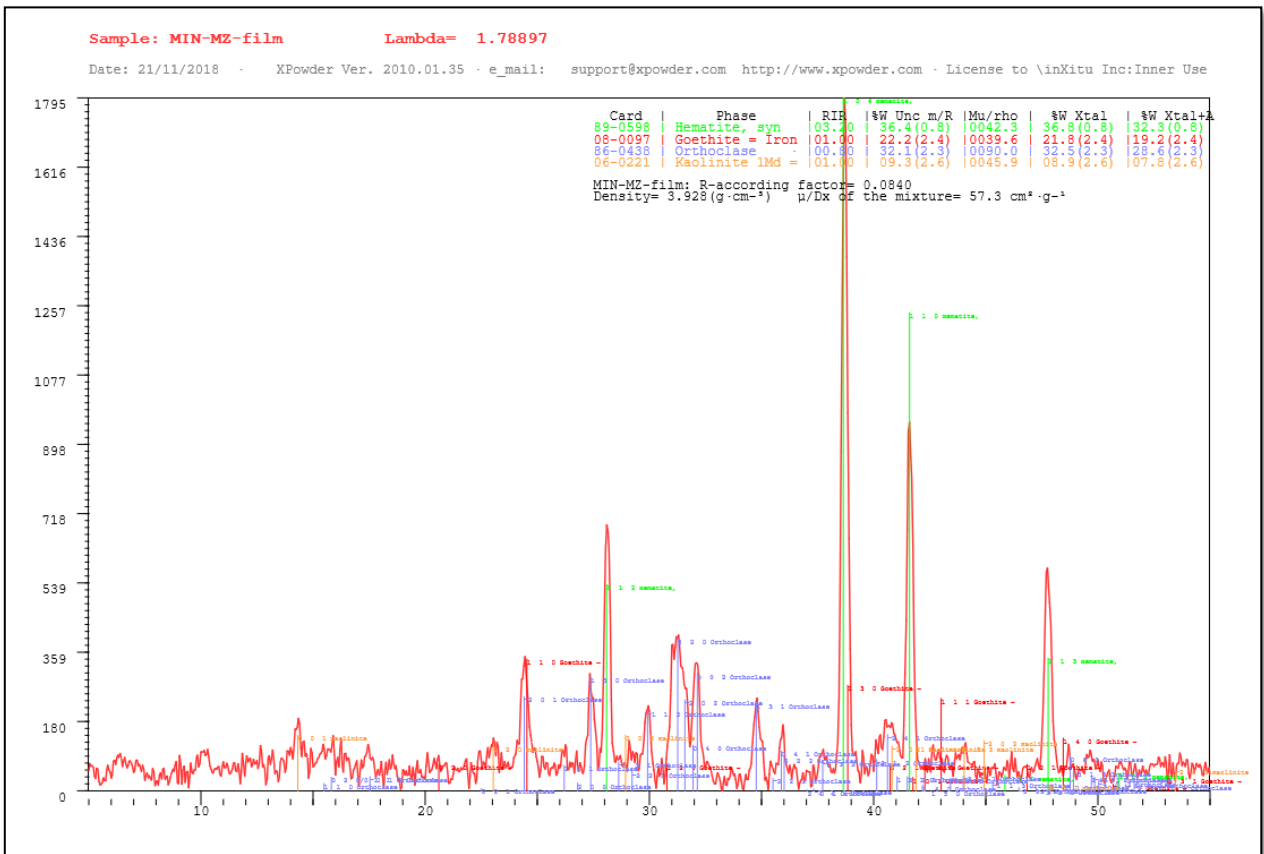


Figura 20. Difractograma de RX del mineral de estudio.

Quantitative (L.S. PDF cards based analysis with RIR/absorption/amorphous correction)

Card	Phase	RIR	%W Unc m/R	Mu/rho	%W Xtal	%W Xtal+A
89-0598	Hematite, syn	03.20	36.4(0.8)	0042.3	36.8(0.8)	32.3(0.8)
08-0097	Goethite = Iron	01.00	22.2(2.4)	0039.6	21.8(2.4)	19.2(2.4)
86-0438	Orthoclase	00.80	32.1(2.3)	0090.0	32.5(2.3)	28.6(2.3)
06-0221	Kaolinite 1Md =	01.00	09.3(2.6)	0045.9	08.9(2.6)	07.8(2.6)
Global amorphous stuff		01.00	13.8(3.4)	12.1(2.7)

MIN-MZ-film: R-according factor= 0.0840
 Density= 3.928(g·cm⁻³) μ/Dx of the mixture= 57.3 cm²·g⁻¹

Figura 21. Análisis cuantitativo de DRX para el mineral.

Tabla 7. Fases presentes en el mineral seleccionado.

FASES			
Hematita	Goethita	Ortoclasa	Caolinita
Fe_2O_3	$\alpha-Fe^{3+}O(OH)$	$KAlSi_3O_8$	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$.
Fig. 22 Mineral de óxido férrico [17]	Fig 23. Mineral oxihidróxido de hierro III. [18]	Fig 24. Ortoclasa [19]	Fig 25. Mineral de arcilla, tipo silicato estratificado. [20]
			

Al mineral seleccionado (mineral C) se le realizaron diferentes análisis químicos. Primeramente, el utilizar la técnica de difracción de rayos-X, permitió identificar las fases cristalinas que componen el mineral. Obteniendo como resultado la presencia de dos minerales de hierro, la hematita y la goethita.

La goethita tiene una dureza de 5 a 5.5, la hematita tiene un intervalo de dureza de 5 y 6 y la ortoclasa suele ser más dura y ésta oscila entre 6 y 6.5 en la escala de Mohs. Como se muestra en la *figura 21*, estas tres fases son los minerales mayoritarios que componen la mena, como resultado de ello, se obtiene un mineral duro, ésto en la industria genera dificultades, dado que, al ser un material duro, la energía necesaria para la trituración es mayor, por tanto, el costo energético aumenta.

Además, ya que, el mineral es compacto y no poroso en comparación a las escorias, el emplear el proceso de cianuración en este mineral resulta complejo debido a que la lixiviación del oro se vuelve más retardada, ya que, la difusión se complica por la

transferencia de materia que va desde el seno de la disolución y debe atravesar el material duro hasta llegar al metal de interés.

Por otro lado, el material de estudio se compone también de ortoclasa, un mineral del grupo de los silicatos, por lo que, si el oro y/o plata se encuentran diseminados en la matriz cuarcítica, el mineral presentará una alta resistencia a la recuperación de los metales valiosos, debido a la dureza del componente, por lo que, la liberación de éstos elevará el costo energético, dando resultados no rentables, por este motivo se buscan otros procesos metalúrgicos más apropiados.

Teniendo en cuenta lo anterior, el mineral no sería susceptible al proceso Merrill Crowe, por lo que, la estrategia de elegir otro proceso y otro agente de lixiviación para el mineral resulta más útil y beneficioso.

- Escoria.

En la figura 26 se presenta el difractograma obtenido a partir del análisis de difracción de rayos-X que se efectuó en las escorias, mientras que en la *figura 28*, se puede ver el análisis cuantitativo de las fases presentes en las escorias.

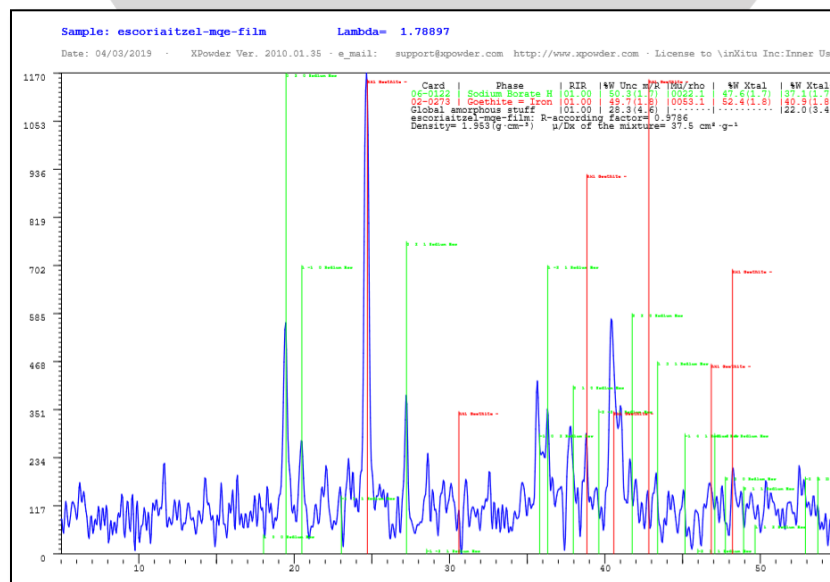


Figura 26. Difractograma de DRX de escorias.

Quantitative (L.S. PDF cards based analysis with RIR/absorption/amorphous correction)						
Card	Phase	RIR	%W Unc m/R	Mu/rho	%W Xtal	%W Xtal+A
06-0122	Sodium Borate H	01.00	50.3(1.7)	0022.1	47.6(1.7)	37.1(1.7)
02-0273	Goethite = Iron	01.00	49.7(1.8)	0053.1	52.4(1.8)	40.9(1.8)
Global amorphous stuff		01.00	28.3(4.6)	22.0(3.4)
escoriaitzel-mqe-film: R-according factor= 0.9786						
Density= 1.953(g·cm ⁻³) μ/Dx of the mixture= 37.5 cm ² ·g ⁻¹						

Figura 27. Análisis cuantitativo de DRX para escorias.

Tabla 8. Fases presentes en las escorias.

Borato de Sodio	Goethita
Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	α-Fe ³⁺ O(OH)
Fig 28. Borato de sodio "Bórax" [21]	Fig 29. Mineral oxihidróxido de hierro III [18]
	

En el caso de las escorias, la composición obtenida por medio de difracción de rayos X, muestra que se divide en tres fases: borato de sodio, goethita y en general material amorfo.

El borato de sodio o bórax es utilizado como fundente en la recuperación de oro, es por ello, que en las escorias se encuentra en gran cantidad, otro de los componentes que se encontró en gran cantidad es la goethita, posiblemente, el material es producto de algún mineral de hierro.

5.4 Resultados de fluorescencia de Rayos X

- Mineral

En la siguiente tabla, podemos apreciar algunos de los elementos que componen al mineral de estudio (en g/ton), obtenidos por medio de la técnica de fluorescencia de rayos X.

Tabla 9. Resultados de fluorescencia de Rayos X para minerales.

Elemento	Concentración g/ton	Elemento	Concentración g/ton
Plata (Ag)	17.74	Cobre (Cu)	7641.00
Titanio (Ti)	1823.05	Zinc (Zn)	82.88
Hierro (Fe)	846789.92	Plomo (Pb)	84.46

Al emplear la técnica de fluorescencia de rayos X, se corroboró la gran cantidad de hierro contenido en el mineral, del mismo modo, en la *tabla 9*, se muestran algunos otros elementos de alta concentración presentes en el mineral, tal es el caso de la plata, titanio, zinc, plomo y cobre.

- Escorias

En esta etapa se muestran los componentes en gramos por tonelada presentes en las escorias, según los resultados de fluorescencia de rayos X.

Tabla 10. Resultados de fluorescencia de Rayos X para escorias.

Elemento	Concentración g/ton	Elemento	Concentración g/ton
Zr	67	Zn	686
Au	4	Cu	635
Pb	347	Fe	1774
Sr	347	Cr	70

Como puede observarse, en las escorias se encontró un porcentaje de algunos otros elementos, como plomo, zinc, cobre y una alta concentración de hierro, entre ellos, se encontró una pequeña cantidad de oro.

- Análisis complementarios

En las pruebas de difracción de rayos-X realizadas al mineral y a las escorias no se encontró rastro alguno del elemento de interés, oro, sin embargo, hay que tener en cuenta que en este tipo de técnicas no tienen la misma sensibilidad que los métodos ópticos espectroscópicos.

Al utilizar la técnica de fluorescencia de Rayos X en las escorias, se encontró una mínima cantidad de oro, en comparación a la concentración que brinda la técnica de absorción atómica, es puede ser debido a la misma razón, FRX y DRX no tienen la misma sensibilidad que la técnica de espectroscopía de absorción atómica, otra posible razón, puede ser debido a que no se realizó una homogenización adecuada, por consecuencia los materiales no presentarán la misma concentración y al ser analizados por diferentes técnicas se obtuvieron resultados variados.

Es por ello que los resultados obtenidos en FRX y en DRX no se rechazan como resultados erróneos, ya que, estos nos brindan un panorama general de la composición y fases presentes en las muestras.

5.5 Resultados de espectroscopia de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente

La técnica de ICP-OES se realizó con la finalidad de obtener un análisis completo y saber de manera cuantitativa la concentración de los elementos que componen las muestras.

Primeramente, se calibró el equipo obteniendo parámetros óptimos, los cuales se muestran en la *tabla 11*.

Tabla 11. Condiciones de operación del equipo de ICP-OES.

Parámetro		Condición
Potencia		1300 W
Flujo de bomba peristáltica		2.0 mL/min
Flujo de argón	Plasma	15 L/min
	Auxiliar	0.2 L/min
	Nebulizador	0.78 L/min

Para la curva de calibración se utilizaron tres diferentes estándares, para lograr una mayor identificación de elementos químicos presentes en las muestras de trabajo (ANEXO III).

- Quality Control Standard 7A (1000 mg/L K, 500 mg/L Si, 100 mg/L Al, B, Ba, Na, 50 mg/L Ag), Marca Perkin Elmer.
- Quality Control Standard 21 (100 mg/L As, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sr, Ti, Tl, V, Zn), Marca Perkin Elmer.
- Quality Control Standard 4 (10 mg/L, Au, Hf, Ir, Pd, Pt, Rh, Ru, Sb, Te) Marca Perkin Elmer.

- Mineral

En esta parte, se presentan los resultados de ICP-OES en ppm realizados a las muestras del mineral de estudio, cada muestra se realizó por triplicado.

Tabla 12. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 1 gramo de mineral.

	1ra	2da	3ra				
	Muestra	Muestra	Muestra				
Elemento	ppm	ppm	ppm	Promedio	σ	% CV	% RSD
	[g/ton]	[g/ton]	[g/ton]				
Ca	587.092	494.084	513.682	531.619	49.030	9.223	9.223
Mg	< lim det	< lim det	< lim det	< lim det	-	-	-
Mn	97.638	80.052	89.534	89.075	8.802	9.882	9.882
Pb	91.320	76.308	78.493	82.040	8.110	9.885	9.886
Ti	< lim det	< lim det	< lim det	< lim det	-	-	-
V	59.973	50.148	53.913	54.678	4.957	9.066	9.066
Zn	< lim det	< lim det	< lim det	< lim det	-	-	-
Fe	587.092	494.084	513.682	531.619	49.030	9.223	9.223
Cu	< lim det	< lim det	< lim det	< lim det	-	-	-
Ir	97.638	80.052	89.534	89.075	8.802	9.882	9.882

Tabla 13. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 3 gramos de mineral.

	1ra	2da	3ra				
	Muestra	Muestra	Muestra				
Elemento	ppm	ppm	ppm	Promedio	σ	% CV	% RSD
	[g/ton]	[g/ton]	[g/ton]				
Ca	366.597	406.434	401.774	391.602	21.780	5.562	5.562
Mg	1231.819	1448.135	1398.213	1359.389	113.263	8.332	8.332
Mn	65.153	75.594	71.304	70.684	5.248	7.425	7.425
Pb	57.532	66.243	63.159	62.312	4.417	7.089	7.088
Ti	331.809	362.522	343.247	345.859	15.522	4.488	4.488
V	< lim det	< lim det	< lim det	< lim det	-	-	-
Zn	28.841	27.811	26.708	27.787	1.067	3.840	3.838
Fe	366.597	406.434	401.774	391.602	21.780	5.562	5.562

Cu	1231.819	1448.135	1398.213	1359.389	113.263	8.332	8.332
Ir	65.153	75.594	71.304	70.684	5.248	7.425	7.425

En las siguientes figuras, se muestran las representaciones gráficas que relacionan la concentración en partes por millón (m/m) de diferentes elementos obtenidos por ICP-OES en una matriz de mineral a 1 y 3 gramos.

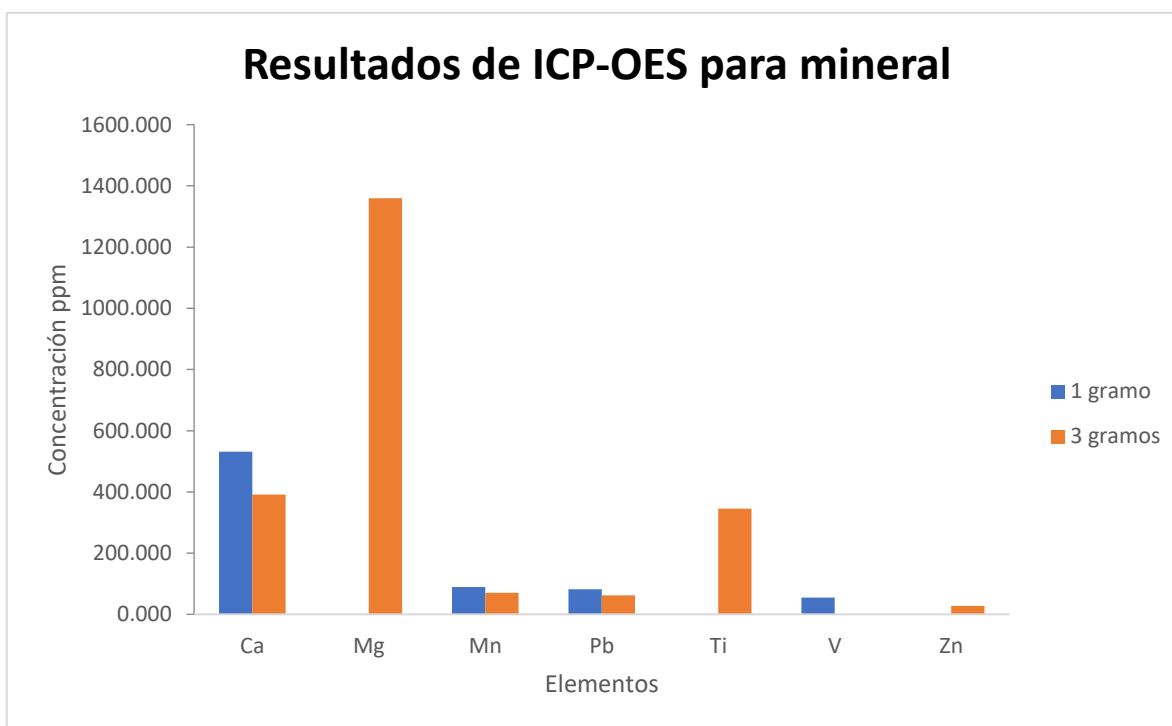


Figura 30. Resultados de ICP-OES de Ca, Mg, Mn, Pb, Ti, V y Zn en ppm presentes en 1 y 3 gramos de mineral.

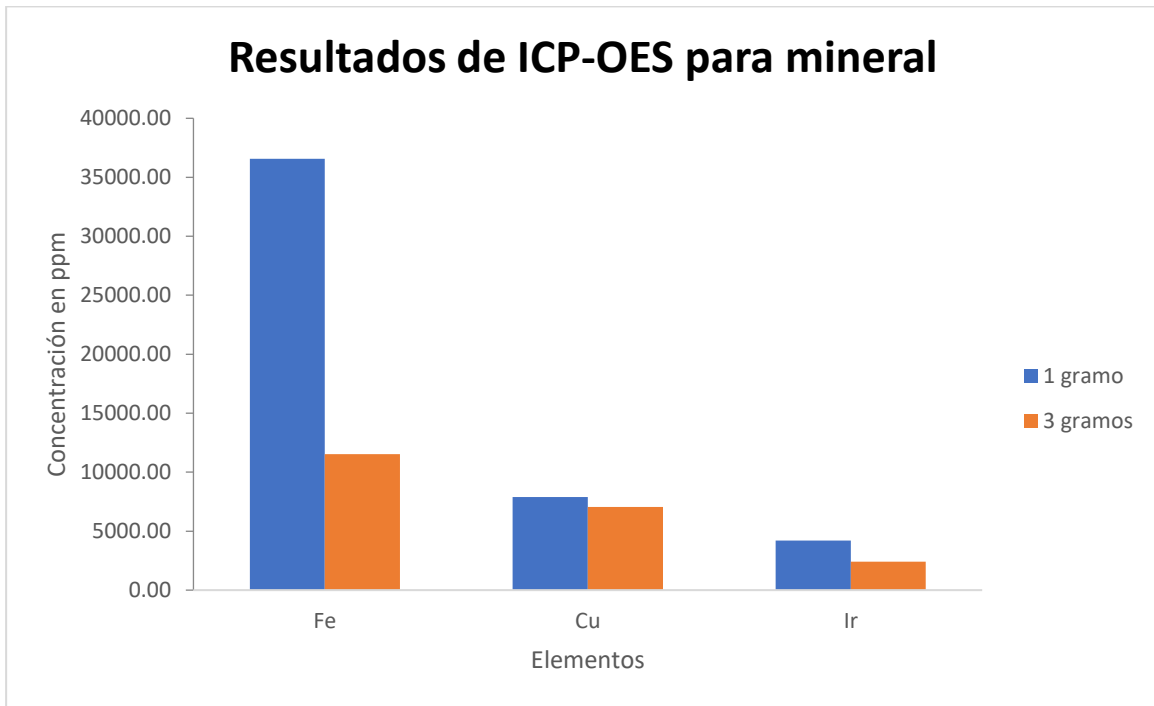


Figura 31. Resultados de ICP-OES de Fe, Cu, e Ir en ppm presentes en 1 y 3 gramos de mineral.

Podemos observar que los resultados de ICP-OES arrojan que la mayoría de los elementos presentes en el mineral son variados, pues existen concentraciones de elementos que a un gramo se aprecian, mientras que a tres gramos no y viceversa. En el estudio no existe una relación sobre la concentración de los elementos y la cantidad de muestra, sin embargo, el coeficiente de variación es menor del 10 % en todos los casos, lo que indica que el promedio es representativo o bien, la muestra es representativa, sin embargo, se requiere realizar más replicas para determinar una relación entre el peso y la concentración de la muestra.

- Escorias

En la siguiente sección se presentan los resultados de ICP-OES en ppm realizados a las muestras de escorias, cada muestra se realizó por triplicado.

Tabla 14. Resultados en ppm obtenidos por ICP-OES en las muestras de 3 gramos de escoria.

	1ra Muestra	2da Muestra	3ra Muestra	Promedio	σ	% CV	% RSD
Elemento	ppm [g/ton]	ppm [g/ton]	ppm [g/ton]				
Ca	8610.512	8399.777	8435.963	8482.084	112.684	1.328	1.328
Cr	775.327	822.916	769.967	789.403	29.146	3.692	3.692
Cu	8041.784	7955.179	6938.621	7645.195	613.441	8.024	8.024
Fe	6625.767	6623.027	6440.057	6562.950	106.438	1.622	1.622
Mg	1466.755	1455.360	1442.368	1454.828	12.202	0.839	0.839
Mn	187.199	186.042	179.615	184.285	4.086	2.217	2.217
Ni	289.338	270.860	239.872	266.690	24.996	9.372	9.372
Pb	1686.288	1546.904	1530.360	1587.850	85.649	5.394	5.394
V	15.586	15.257	17.219	16.021	1.050	6.559	6.556
Zn	2699.387	2616.727	2552.250	2622.788	73.755	2.812	2.812
Ba	96.501	98.205	93.654	96.120	2.299	2.392	2.392
Rh	353.175	352.069	346.518	350.587	3.567	1.018	1.017

A continuación en las *figuras 32 y 33* se muestran las representaciones gráficas que relacionan la concentración en partes por millón de diferentes elementos obtenidos por ICP-OES en una matriz de escorias a 1 gramo.

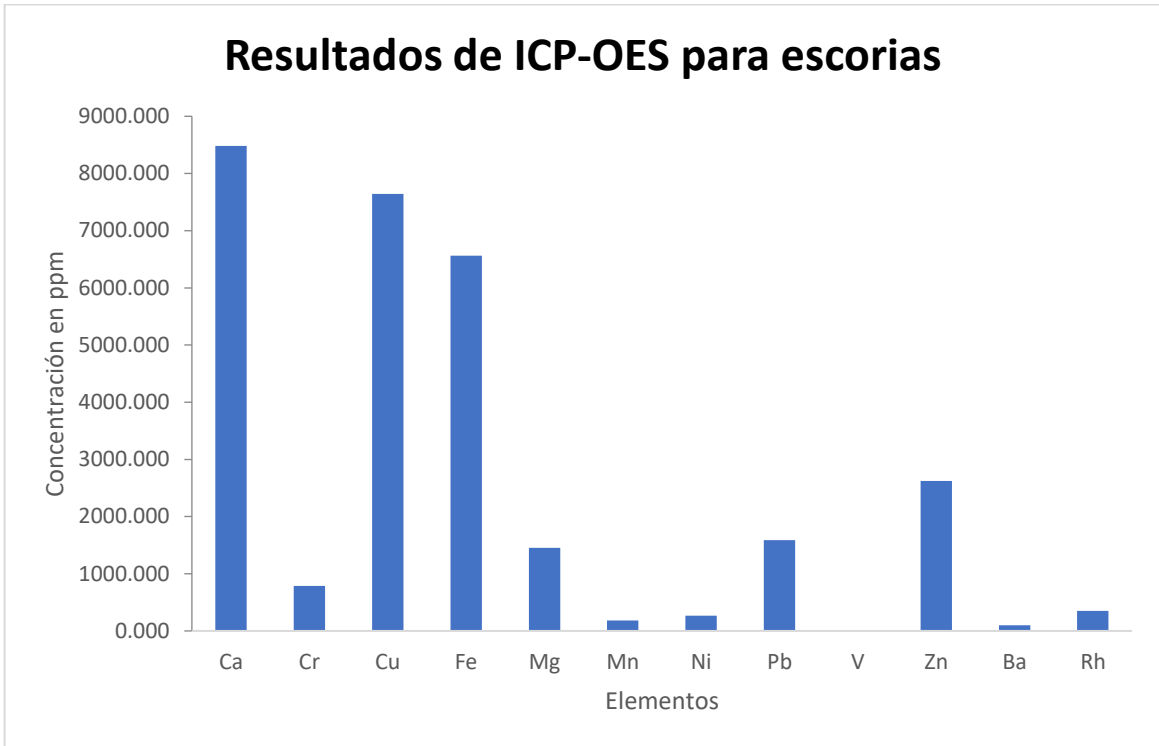


Figura 32. Resultados de ICP-OES de Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, V, Zn, Ba y Rh en ppm presentes en 1 gramo de escoria.

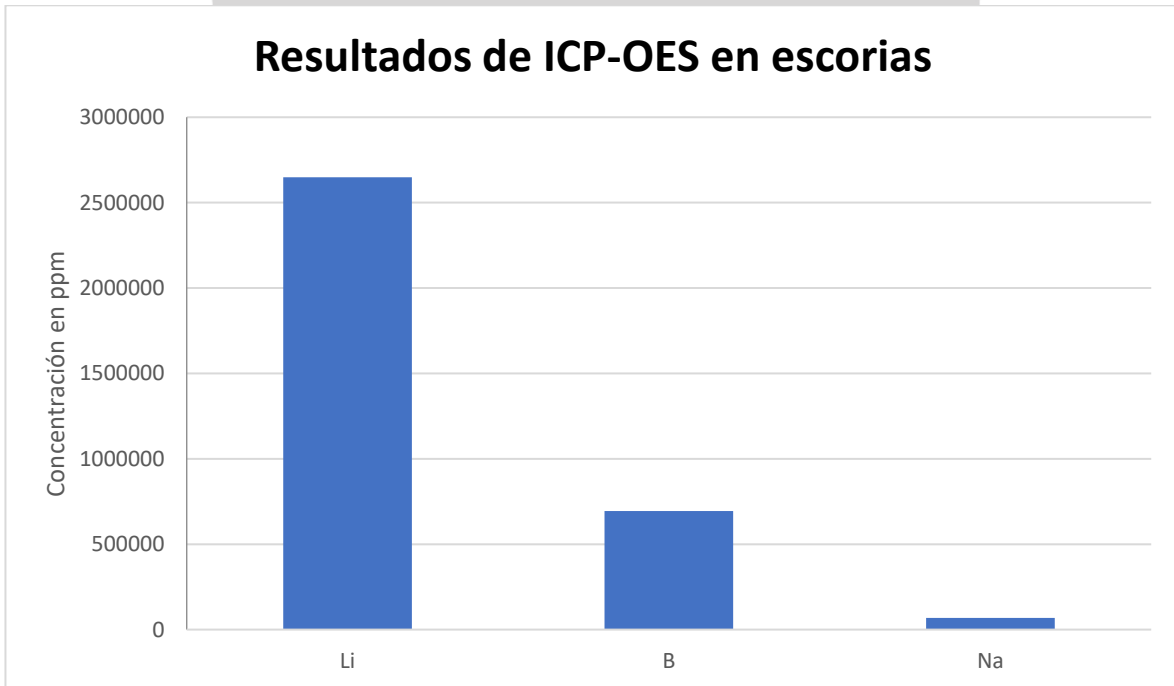


Figura 33. Resultados de ICP-OES de Li, B y Na en ppm presentes en 1 gramo de escoria.

De acuerdo con el coeficiente de variación que se obtuvo en la anterior prueba (*tabla 14*), se puede observar que el porcentaje obtenido es menor al 10 % en todos los casos, lo que indica que los valores obtenidos por ICP-OES son aceptados, pues la muestra resulta representativa, de igual manera, lo más conveniente sería realizar diversas replicas.

Los resultados entre ambos materiales, son muy diferentes, lo cual es de esperarse, ya que, son matrices completamente diferentes, una matriz es un mineral, mientras que la otra proviene de un proceso tratado, es por ello, que la concentración de elementos es variada.

Existen elementos en ambas matrices que son de interés sin embargo, no cuentan con la concentración necesaria para buscar una recuperación.

Tabla 15. Resultados de espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).

	Au 267.595	Ag 328.068
<i>Escoria</i>	21.73 mg/L	44.0 mg/L
<i>Mineral</i>	0.625 mg/L	< 0.0367 mg/L

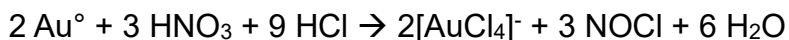
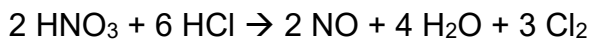
Respecto a la técnica de ICP-OES, los resultados de oro presentan valores más bajos que los obtenidos por absorción atómica, esto es probablemente debido a interferencia por la presencia de grandes cantidades de otros elementos, dentro de los que se encuentra el hierro principalmente (para mineral), el cual deprime la señal del oro, por esta razón, se empleó la técnica de espectroscopía de absorción atómica para leer las demás muestras, dado que esta técnica debido a su selectividad no presenta este tipo de interferencias.

5.6 Resultados de lixiviación asistida por microondas

Primeramente, se busca la oxidación de oro metálico que se encuentra como trazas en los materiales seleccionados, por medio de una disolución ácida de HCl y HNO₃

(3:1). A consecuencia de ello, en el proceso electroquímico se involucran las siguientes reacciones:

⁴⁰El mecanismo de reacción se muestra a continuación:



Durante este procedimiento el oro se oxida formando complejos con el cloro del reactivo, “tetracloroaurato”.

5.6.1 Efecto del peso de muestra sobre la recuperación en la lixiviación de materiales

En la primera prueba se estudió el efecto del peso de muestra empleada sobre la lixiviación del mineral desconocido “C” y sobre la mezcla de escorias, respectivamente, utilizando las condiciones de potencia y tiempo que establece el programa No 4 del software del horno de microondas (250 W por 5 min, 400 W por 5 min y la última etapa de 500 W por 10 min).

- Mineral

Para el estudio es necesario conocer la cabeza del mineral “C₀”, en la siguiente tabla se muestran los valores de la cabeza, los cuales se obtuvieron mediante una lixiviación estática de 6 días usando agua regia y un gramo de muestra.

El cálculo de las μmoles se encuentra en el ANEXO IV.

Tabla 16. Resultados de cabeza de mineral, mediante lixiviación estática.

Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] g/ton	[Au] μmol
1.0583	0.276	11736	0.063

⁴⁰ Sheng, P.P., Etsell, T.H., 2007. Recovery of gold from computer circuit board scraps using aqua regia. Waste Manage. Res.25 (4) Pp 380-383

Los resultados al ir variando el peso de la muestra en el proceso de lixiviación se observan en la *tabla 18*.

Tabla 17. Resultados de extracción variando el peso de la muestra de mineral.

Material	Masa (g)	[Au] mg/L	Au [g/ton]
<i>Mineral desconocido</i> "C"	1.0892	2.258	93.289
	2.0253	2.269	50.415
	3.0080	3.165	47.349
	4.0484	3.193	35.492
	5.0235	3.428	30.708
	6.0067	3.569	26.738

Los resultados mostrados en la *tabla 17*, se transformaron a μmoles , con ello, se obtuvo la fracción extraída X, correspondiente a la diferencia entre la concentración final y la cabeza del mineral.

De tal forma que, se puede apreciar la concentración de oro en las muestras con respecto a la condición a la que se trabajó.

Tabla 18. Fracción molar obtenida en los resultados del peso de la muestra en la lixiviación de minerales.

Muestra	C₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Fracción X [μmol] [C₁ – Co]
1.	0.516	0.063	0.391
2.	0.518		0.394
3.	0.723		0.599
4.	0.730		0.605
5.	0.783		0.659
6.	0.815		0.691

En seguida en la *figura 34*, se muestra la representación gráfica que se obtuvo al ir incrementando la cantidad de masa en el proceso de lixiviación asistida por microondas para el mineral.

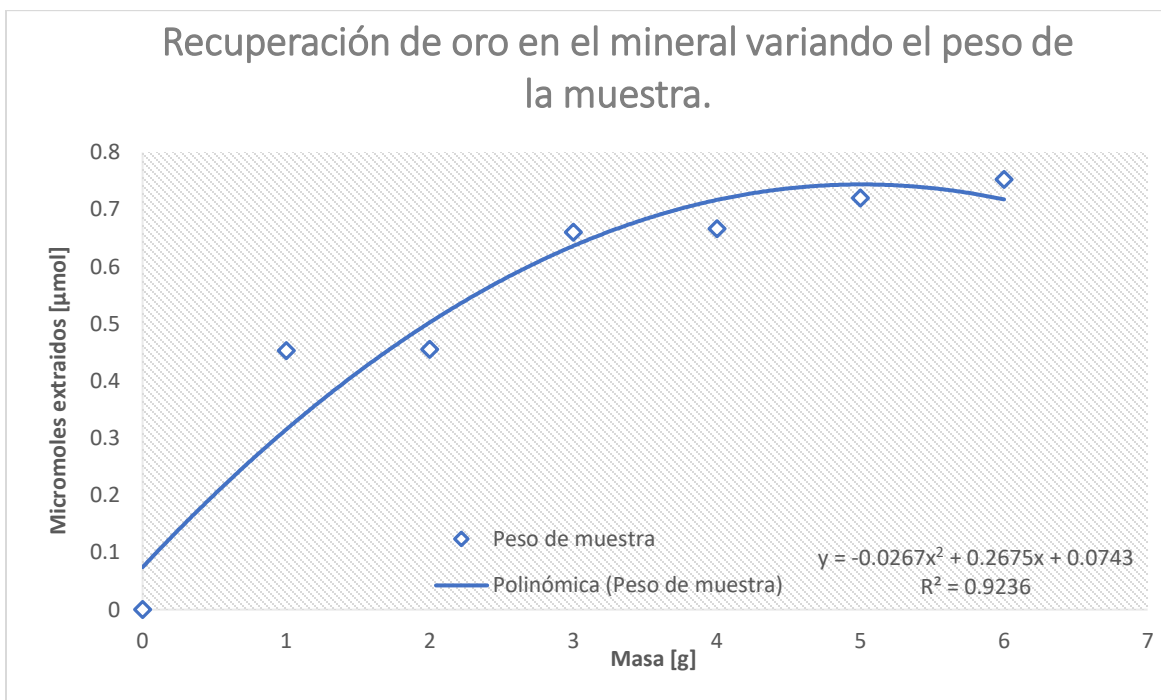


Figura 34. Representación del efecto del peso de la muestra sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar.

- Efecto de la masa en escorias

De acuerdo a la *figura 34*, podemos observar el efecto del peso de la muestra del mineral sobre el proceso de lixiviación asistida por microondas, en esta parte se graficó la concentración de oro que está presente en cada una de las muestras, como se puede observar conforme aumenta la cantidad de masa del mineral se incrementó la fracción obtenida de oro.

Esto puede ser debido a que al tener la misma cantidad de reactivo en cada uno de los recipientes e ir aumentando la cantidad de masa del material de estudio, existe una mayor relación superficial entre el ácido y el material, lo que favorece la reacción e incrementa la interacción entre reactivo-metal de interés, en otras palabras, incrementa el área reaccionante.

- Escorias

Del mismo modo en el caso de las escorias, se requiere una base (cabeza de escoria), es por ello que, se realizó de igual manera una lixiviación estática de 6 días con agua regia y un gramo de material. Estos resultados se muestran en la siguiente tabla (*tabla 19*).

Tabla 19. Resultados de cabeza de escoria, mediante lixiviación estática.

Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] g/ton	[Au] μmol
1.0286	0.1865	8.159	0.0426

Posteriormente, se muestran los resultados de estudio del efecto del peso de la muestra de escoria sobre la extracción.

Tabla 20. Resultados de extracción variando el peso de la muestra en las escorias.

Material	Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] g/ton
	1.0161	11.54	511.072
	2.0005	18.68	420.195
<i>Mezcla de escoria</i>	3.0077	25.59	382.867
	4.0128	28.55	320.163
	5.0423	29.41	262.470
	6.0607	28.79	213.762

En la siguiente tabla (*tabla 21*), se aprecian los resultados en micromoles, los cuales se calcularon a partir de los resultados mostrados en la *tabla 19*.

Tabla 21. Fracción molar obtenida en los resultados del peso de la muestra en la lixiviación de escorias.

Muestra	C ₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Fracción X [μmol] [C ₁ – Co]
7.	2.637	0.0426	2.597
8.	4.268		4.229
9.	5.847		5.807
10.	6.523		6.484
11.	6.719		6.680
12.	6.578		6.538

En el siguiente gráfico (figura 35), se presenta la representación del efecto del peso de la muestra sobre la recuperación de oro en escorias.

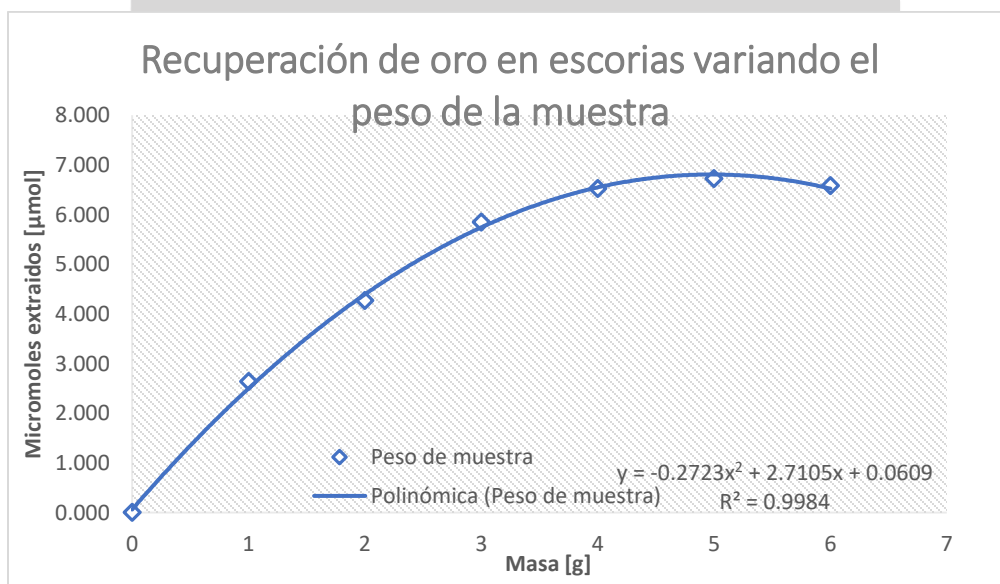


Figura 35. Representación del efecto del peso de la muestra sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar.

- Efecto de la masa en escorias

En la *figura 34*, podemos observar el efecto del peso de la muestra del mineral sobre el proceso de lixiviación asistida por microondas, en esta parte se graficó la concentración de oro que está presente en cada una de las muestras, como se puede observar conforme aumenta la cantidad de masa del mineral se incrementó la fracción obtenida de oro.

Esto puede ser debido a que al tener la misma cantidad de reactivo en cada uno de los recipientes e ir aumentando la cantidad de masa del material de estudio, existe una mayor relación superficial entre el ácido y el material, lo que favorece la reacción e incrementa la interacción entre reactivo-metal de interés, en otras palabras, incrementa el área reaccionante.

En la segunda matriz de estudio (escorias), se analizó de la misma manera la concentración extraída en micromoles, con respecto a la cantidad de masa, tal como se muestra en la *Figura 35*, podemos apreciar un gráfico con tendencia similar al de minerales, en ambos casos se dio un aumento en la concentración del oro conforme incrementa la cantidad de masa de material en el proceso de lixiviación.

Como ya se mencionó anteriormente, este aumento de concentración extraída puede ser a que se magnifica la interacción entre el reactivo y el oro.

En esta prueba se considerarán las concentraciones obtenidas como la recuperación de oro y pese a que esta recuperación es mayor al aumentar la masa expuesta a las microondas, el efecto de la masa no es tan crítico, aunque si bien se obtuvo una recuperación máxima de 0.691 y 6.538 μmol para minerales y escorias respectivamente, se puede observar en los gráficos que a partir de tres gramos el aumento no es significativo, es por ello, que para las siguientes pruebas experimentales, se optó por seleccionar una masa de un gramo y una de tres gramos.

Pese a que en ambos materiales se obtuvo gráficos de tendencia similar, el caso de las escorias de adapta más al modelo matemático, esto se ve reflejado en el

coeficiente de determinación (R^2), con ello, podemos determinar que los resultados de minerales son más variados que los resultados obtenidos en escorias, esto puede ser debido a que la matriz del mineral es más compleja, otro factor puede ser que la homogenización de minerales no fue tan efectiva como la de escorias.

Para ambos casos al aumentar la cantidad de material, se incrementa la concentración extraída, sin embargo, después de tres gramos, el incremento es menor, esto puede ser debido a que nos acercamos a un punto máximo de la extracción, o bien, el reactivo limitante comienza a ser el ácido, por tanto, el material no tiene reactivo con el cual reaccionar. Es por ello, que el material no presenta linealidad, sin embargo, no quiere decir que la tendencia obtenida a partir del estudio mala, ya que, en extracción de materiales se busca obtener un panorama general del comportamiento de los materiales, lo ideal sería obtener intervalos en los cuales se apreciara una función creciente, un máximo y un área decreciente, con la finalidad de determinar un punto óptimo.

5.6.2 Efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en lixiviación de materiales

Con base en los resultados que se obtuvieron en la sección anterior, se seleccionaron dos masas (1 y 3 gramos), las cuales se trabajaron por triplicado, para el estudio del efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de materiales.

Para esta prueba, se modificaron las condiciones de potencia del programa que hasta ahorita se habían utilizado, se evaluaron tres potencias: baja, intermedia y alta. En la siguiente tabla (*tabla 22*), se presentan las condiciones seleccionadas para evaluar esta variable.

Tabla 22. Potencia aplicada según la prueba correspondiente.

Prueba		1era Etapa	2da Etapa	3ra Etapa
Prueba 1.	Potencia	250 W	400 W	500 W
	Tiempo	5 min	5 min	10 min
Prueba 2.	Potencia	120 W	200 W	250 W
	Tiempo	5 min	5 min	10 min
Prueba 3.	Potencia	100 W	150 W	200 W
	Tiempo	5 min	5 min	10 min

Las condiciones de la *tabla 22*, se utilizaron para el tratamiento de ambas matrices, donde la tercera etapa es la más influyente del proceso, ya que, las dos primeras etapas, funcionan como ciclos de control y precalentamiento, las cuales son necesarias para preservar en buenas condiciones el procedimiento, de lo contrario al someter los recipientes directamente a la tercera etapa sería un golpe brusco y perjudicial tanto para el material de trabajo como para el equipo.

- Mineral

A continuación, en la *tabla 23* se muestran los resultados de lixiviación, el promedio, la desviación estándar y el % de coeficiente de variación que se obtuvo a diferentes potencias utilizando el mineral seleccionado.

Tabla 23. Resultados de extracción variando la Potencia, para dos diferentes masas de mineral.

Material	Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] [g/ton]	Au Promedio [g/ton]	σ	% CV
Prueba 1. Máxima potencia 200 W	1.0155	0.366	16.219	17.108	1.368	7.995
	1.0002	0.365	16.422			
	1.0574	0.439	18.683			
	3.0284	0.838	12.452	12.593	0.189	1.502
	3.0050	0.836	12.519			
	3.0039	0.855	12.808			
Prueba 2. Máxima potencia 250 W	1.1090	0.609	24.711	27.436	3.021	10.010
	1.0134	0.691	30.684			
	1.0083	0.603	26.912			
	3.0577	1.098	16.159	16.167	0.205	1.266
	3.0129	1.069	15.966			
	3.0092	1.095	16.375			
Prueba 3. Máxima potencia 500 W	1.0819	2.579	107.270	101.132	5.820	5.755
	1.0924	2.323	95.693			
	1.0068	2.247	100.432			
	3.0323	3.233	47.978	51.294	4.178	8.145
	3.0873	3.841	55.986			
	3.0281	3.359	49.917			

A partir de los resultados que se muestran en la *tabla 23*, se puede determinar que los resultados son aceptados, debido a que, el % CV dio valores por debajo del 10%, lo cual indica que los resultados son confiables pues la variación entre los resultados de replica es baja.

En seguida en la *tabla 24*, se convirtieron los resultados anteriores a fracción molar, utilizando como base la cabeza del mineral.

Tabla 24. Fracción molar obtenida en los resultados a diferentes potencias en la lixiviación del mineral.

Prueba	C ₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Masa 1 (1 g) Fracción X [μmol] [C ₁ - Co]
Masa 1 (1 gramo)			
Prueba 1.	0.089		0.026
Prueba 2.	0.145	0.063	0.082
Prueba 3.	0.544		0.481
Masa 2 (3 gramos)			
Prueba 1.	0.193		0.13
Prueba 2.	0.248	0.063	0.185
Prueba 3.	0.795		0.731

Con los datos de la tabla anterior, se graficó la recuperación de oro en el mineral a diferentes potencias, tal como se ve en la figura 36.

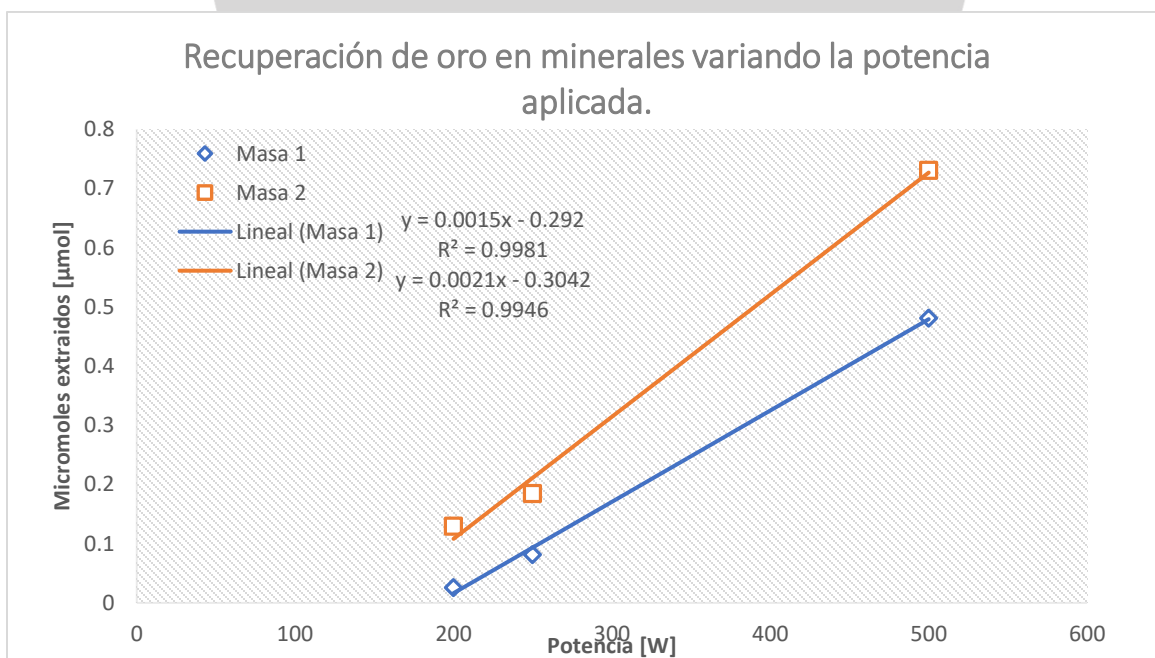


Figura 36. Representación del efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar.

En la *figura 36*, se presenta la representación gráfica que se obtiene al estudiar el efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación de oro en la lixiviación asistida por microondas a dos masas de mineral, (1 y 3 gramos).

Se aprecia un aumento en la extracción obtenida conforme se aumenta la potencia. Al trabajar en la matriz del mineral, se observa que a potencias bajas no se logra una buena extracción, ya que, los valores de las concentraciones obtenidas son similares a la concentración en la cabeza del mineral, en cambio, cuando se trabajó a la máxima potencia, se observa un cambio abrupto.

Los valores del coeficiente de determinación (R^2) para ambas muestras (1 y 3 gramos) indican la calidad de los resultados o bien, que los valores presentan menor variación entre ellos, ya que, se obtuvo valores cercanos al 1, es por ello, que los valores se adaptan de mejor manera al modelo matemático.

- Escorias

En la siguiente sección se muestran los resultados de las escorias empleando diferentes potencias, el promedio, la desviación estándar y el % de coeficiente de variación.

Tabla 25. Resultados de extracción variando la potencia para dos diferentes masas de escoria.

Material	Masa (g)	[Au] mg/L	ppm [g/ton]	Au Promedio ppm [g/ton]	σ	% CV
Prueba 1. Máxima potencia 200 W	1.0990	8.879	395.638	277.746	102.113	36.765
	1.0126	4.964	220.600			
	1.0238	4.937	217.000			
	3.0561	16.363	240.946	243.673	4.937	2.026
	3.0216	16.162	240.702			
	3.0543	16.744	249.372			
Prueba 2. Máxima potencia 250 W	1.0230	8.427	370.689	285.654	80.116	28.046
	1.0351	4.867	211.588			
	1.0452	6.380	274.684			
	3.0326	16.040	238.014	246.106	21.782	8.850
	3.0180	18.161	270.775			
	3.0408	15.511	229.528			
Prueba 3. Máxima potencia 500 W	1.0433	12.020	518.451	401.187	103.052	25.687
	1.0572	8.459	360.060			
	1.0156	7.336	325.049			
	3.0497	16.150	238.302	296.625	66.812	22.524
	3.0177	24.780	369.520			
	3.0489	19.110	282.053			

Con base en los resultados del % CV se puede determinar que los resultados de escorias son muy variados entre ellos, pues el % de CV es elevado en la mayoría de los casos, por encima del 20 %, por tanto, los resultados son poco precisos, sin embargo, se decidió utilizarlos con fines descriptivos y así poder apreciar el comportamiento del material.

Una vez obtenidos los resultados de lixiviación en mg/L, se transformaron a fracción molar, tal como se muestra en la *tabla 26*.

Tabla 26. Fracción molar obtenida en los resultados a diferentes potencias en la lixiviación de escorias.

Prueba	C₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Masa 1 (1 g) Fracción X [μmol] [C₁ – Co]
Masa 1 (1 gramo)			
Prueba 1.	1.430	0.0426	1.388
Prueba 2.	1.498		1.456
Prueba 3.	2.118		2.076
Masa 2 (3 gramos)			
Prueba 1.	3.752	0.0426	3.710
Prueba 2.	3.785		3.743
Prueba 3.	4.572		4.530

Utilizando los datos de la *tabla 26*, se realizó la representación gráfica sobre la recuperación de oro en escorias a diferentes potencias, tal como se observa en la *figura 37*.



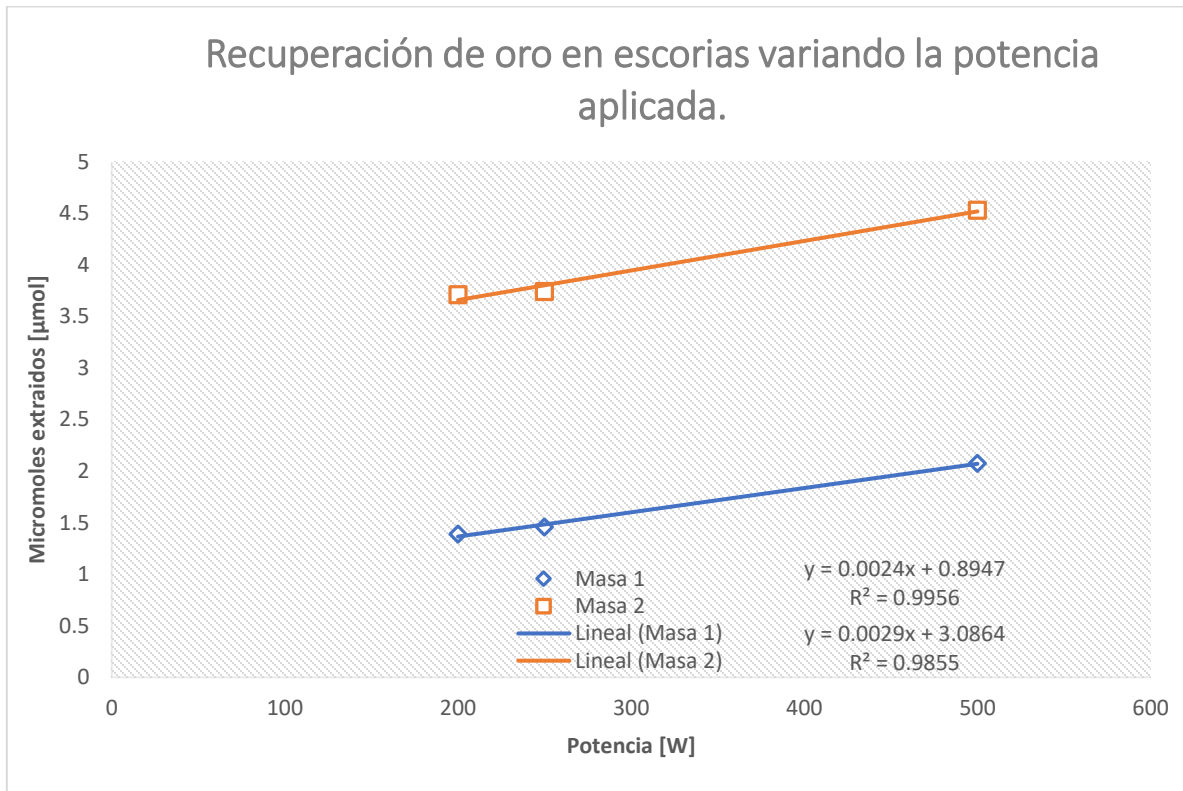


Figura 37. Representación del efecto de la potencia aplicada sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar.

- Efecto de la potencia aplicada

En el caso de las escorias (*figura 37*), presenta una tendencia similar al del mineral, ya que, al trabajar con la potencia de 500 W es cuando se observa un cambio preponderante, prácticamente de una unidad en μmol .

Existe un incremento elevando en la extracción del oro al aplicar 500 W, lo cual se puede observar en ambas matrices, esto puede deberse a que la potencia está relacionada con la energía de activación de la reacción.

La potencia aplicada promueve el movimiento de las moléculas sea eficiente, a consecuencia de ello, se eleva la temperatura del material y con ello se obtiene la energía necesaria para dar inicio a la reacción química.

A partir de este estudio, sería recomendable continuar incrementando la potencia hasta que el efecto sea constante y poder así determinar la potencia óptima, previendo que el horno ni los recipientes se dañen.

Comparando los resultados obtenidos entre los materiales, se puede concluir que el efecto de la potencia se ve más reflejado en la matriz de mineral, esto se puede atribuir a la composición del material, pues, al someter el mineral a una elevada potencia (500 W), se logra destruir la matriz en la cual se encuentra diseminado el oro, logrando la liberación de éste y obteniendo así un incremento en la extracción. Mientras que, en el caso de las escorias al presentar una matriz menos resistente, el efecto de la potencia no se prepondera tanto como en el mineral.

5.6.3 Efecto del tiempo de exposición de microondas sobre la recuperación en lixiviación de materiales

En estas pruebas se buscó estudiar el tiempo de exposición utilizando la potencia óptima de la prueba anterior, en la *tabla 27* y *tabla 29* se muestran los resultados por triplicado correspondientes a los minerales y a escorias respectivamente utilizando tres tiempos.

- Mineral

A continuación, se muestran los resultados de lixiviación, el promedio y la desviación estándar que se obtuvo al trabajar con el mineral a cinco tiempos de exposición, con la finalidad de complementar el estudio.

Tabla 27. Resultados de extracción variando el tiempo de exposición para dos diferentes masas de mineral utilizando la potencia óptima.

	Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] g/ton	Au Promedio ppm [g/ton]	σ	% CV
Prueba 1.	1.0495	0.852	36.532	63.669	32.012	50.279
	1.9540	2.410	55.502			
5 min	1.0671	2.347	98.974	46.172	36.838	79.785
	3.0248	5.963	88.712			
500 W	3.0425	1.678	24.828	51.2940	4.178	8.145
	3.0835	1.712	24.985			
Prueba 2.	1.0819	2.579	107.270	101.132	5.820	5.755
	1.0924	2.323	95.6930			
10 min	1.0068	2.247	100.432	73.974	5.017	6.782
	3.0323	3.233	47.9780			
500 W	3.0873	3.841	55.9860	136.276	19.520	14.816
	3.0281	3.359	49.9170			
Prueba 3.	1.0337	2.979	129.685	191.944	8.311	4.330
	1.0943	3.848	158.238			
15 min	1.0053	2.701	120.904	65.089	0.257	0.394
	3.0263	4.682	69.619			
500 W	3.0780	5.435	79.459	263.724	33.837	12.830
	3.0382	4.918	72.842			
Prueba 4.	1.0048	4.499	201.507	65.089	0.257	0.394
	1.0732	4.447	186.462			
20 min	1.0631	4.438	187.863	65.089	0.257	0.394
	3.1487	4.539	64.867			
500 W	3.0582	4.443	65.370	263.724	33.837	12.830
	3.0833	4.456	65.029			
Prueba 5.	1.3149	6.596	225.735	263.724	33.837	12.830
	1.0091	6.517	290.629			

25 min	1.0758	6.570	274.807			
	3.2174	6.097	85.275			
500 W	3.0623	6.163	90.559	86.433	3.686	4.264
	3.0559	5.668	83.466			

De acuerdo con la tabla anterior se observa que los resultados son confiables en casi todos los casos, a excepción de los valores obtenidos en la prueba 1, pues en este caso, se obtuvieron valores distantes entre sí, tanto en la prueba de un gramo y en la de tres gramos. Para ambos estudios se obtuvieron valores de % CV elevados, esto pudo deberse a una mala homogenización en la muestra.

En el resto de las pruebas se obtuvieron valores aceptados, debido a que, el % CV dieron valores por debajo del 20 %, con lo cual se puede decir que los resultados son confiables pues la variación entre ellos es baja.

Con la cabeza del mineral y los resultados anteriores se calculó la fracción molar extraída, la cual se presenta en la *tabla 28*.

Tabla 28. Fracción molar obtenida en los resultados de extracción variando el tiempo de exposición a dos diferentes masas de mineral utilizando la potencia óptima.

Prueba	C₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Masa 1 (1 g) Fracción X [μmol] [C₁ – Co]
Masa 1 (1 gramo)			
Prueba 1.	0.427	0.063	0.364
Prueba 2.	0.544		0.481
Prueba 3.	0.726		0.663
Prueba 4.	1.019		0.956
Prueba 5.	1.499		1.436
Masa 2 (3 gramos)			
Prueba 1.	0.712		0.649

Prueba 2.	0.795	0.063	0.731
Prueba 3.	0.753		0.690
Prueba 4.	1.023		0.960
Prueba 5.	1.365		1.302

Los valores de la tabla anterior se graficaron, dicha representación se puede observar en la *figura 38*.

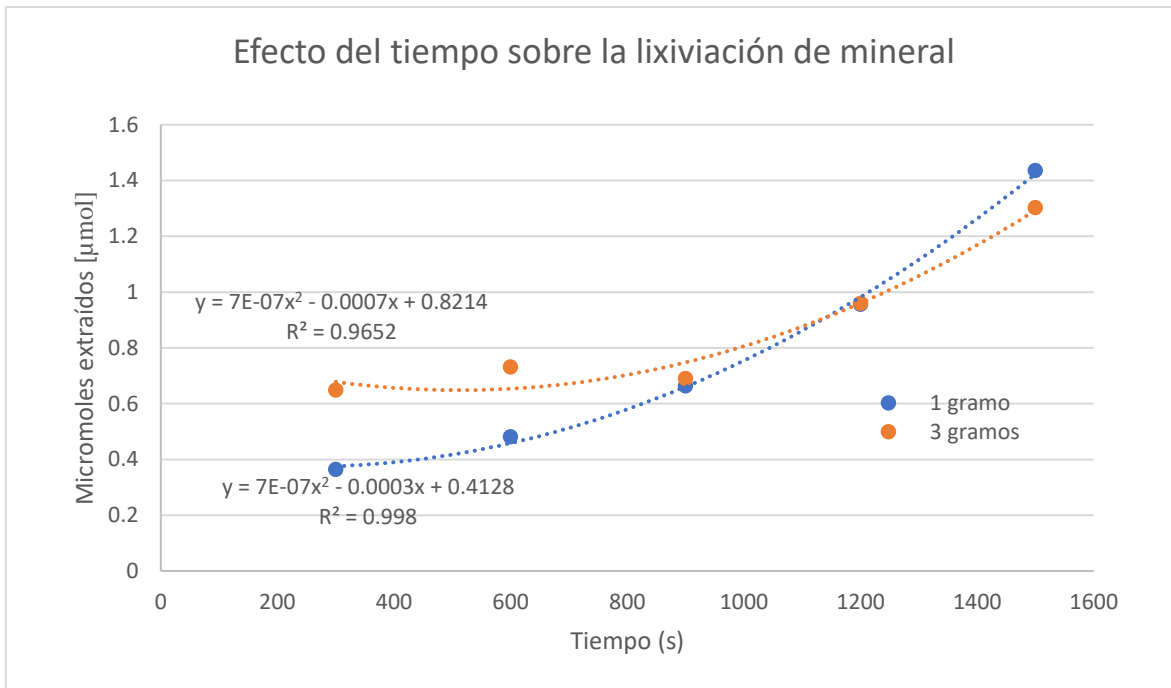


Figura 38. Representación del efecto del tiempo de exposición sobre la recuperación en la lixiviación de minerales expresada en fracción molar.

○ Escorias

En seguida, se presenta el efecto de diferentes tiempos de exposición de microondas en las escorias, las condiciones se realizaron por triplicado, en la *tabla 29*, se muestran los resultados de lixiviación a diferentes tiempos, el promedio y la desviación estándar.

Tabla 29. Resultados de extracción variando el tiempo de exposición para dos diferentes pesos de escorias utilizando la potencia óptima.

Material	Masa (g)	[Au] mg/L	[Au] g/ton	Au Promedi o ppm [g/ton]	σ	%CV
Prueba 1. 5 min 500 W	1.0381	6.207	269.064	338.674	65.925	19.465
	1.0293	9.153	400.160			
	1.0055	7.749	346.798	274.058	18.523	6.759
	3.0200	19.090	284.454			
	3.0500	19.320	285.049			
	3.0312	17.020	252.672			
Prueba 2. 10 min 500 W	1.0433	12.020	518.451	401.187	103.05	25.687
	1.0572	8.459	360.060			
	1.0156	7.336	325.049	296.625	66.812	22.524
	3.0497	16.150	238.302			
	3.0177	23.780	369.520			
	3.0489	19.110	282.053			
Prueba 3. 15 min 500 W	1.0078	6.577	293.674	339.772	55.597	16.363
	1.0618	9.474	401.516			
	1.0153	7.313	324.126	444.137	102.00	22.968
	3.0097	31.450	470.230			
	3.0525	35.990	530.565			
	3.0098	22.180	331.617			
Prueba 4. 20 min 500 W	1.0125	11.648	575.220	549.365	24.777	4.510
	1.0443	10.982	525.830			
	1.0092	11.042	547.046	596.666	0.822	0.138
	3.0038	35.886	597.345			
	3.0133	35.973	596.900			
	3.0158	35.933	595.752			
Prueba 5.	1.0500	12.676	603.636			

25 min	1.0223	13.208	646.001	614.087	28.181	4.589
	1.0160	12.042	592.625			
500 W	3.0155	59.549	987.380	939.040	42.078	4.481
	3.0477	56.023	919.108			
	3.0287	55.161	910.632			

Con base en los resultados anteriores, se puede ver que los resultados son aceptados, ya que, el % CV no es superior al 30 %, lo que indica que los valores obtenidos son confiables, pues la variación no es significativa, lo que indica que las muestras sí son representativas.

Tabla 30. Fracción molar obtenida en los resultados de extracción variando el tiempo de exposición a dos diferentes masas de escoria utilizando la potencia óptima.

Prueba	C₁ [Au] μmol	Co [Au] μmol	Masa 1 (1 g) Fracción X [μmol] [C₁ – Co]
Masa 1 (1 gramo)			
Prueba 1.	1.760	0.0426	1.717
Prueba 2.	2.118		2.076
Prueba 3.	2.165		2.112
Prueba 4.	2.849		2.806
Prueba 5.	3.209		3.166
Masa 2 (3 gramos)			
Prueba 1.	4.221	0.0426	4.179
Prueba 2.	4.496		4.454
Prueba 3.	6.825		6.783
Prueba 4.	9.121		9.078
Prueba 5.	14.400		14.38

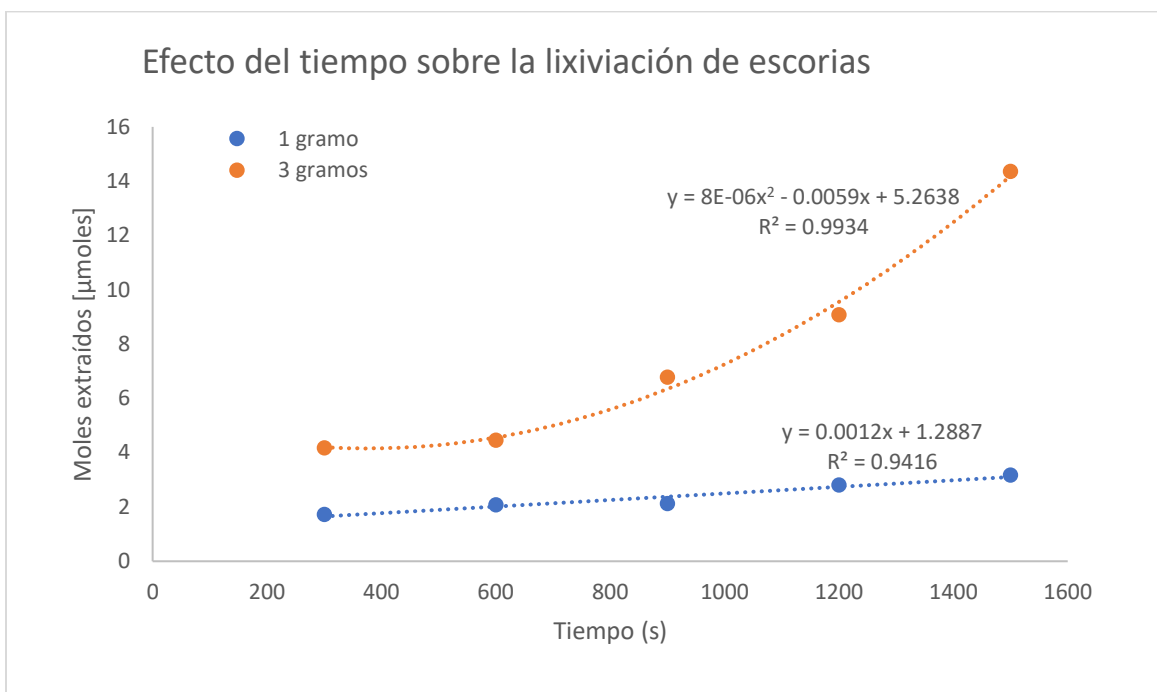


Figura 39. Representación del efecto del tiempo de exposición sobre la recuperación en la lixiviación de escorias expresada en fracción molar.

- Efecto del tiempo de exposición

Se estudiaron tres tiempos de exposición 5, 10, 15, 20 y 25 minutos, de los cinco tiempos estudiados el de 25 minutos en ambas muestras presenta la mejor recuperación, (*figura 38 y figura 39*). Probablemente debido a que le permite a la cinética de la reacción desarrollarse por completo, dando mayor tiempo para que esta suceda.

De las pruebas realizadas, se encontró que las mejores condiciones son 25 minutos y 500 W de potencia, con ello, se obtuvieron las máximas recuperaciones.

Con base en los resultados obtenidos de la lixiviación asistida por microondas en función de la concentración, se puede sugerir que el efecto sigue un comportamiento que se puede describir mediante el modelo cinético de reacciones químicas heterogéneas explicado en la referencia número 9.

5.7 Resultados de cementación

A continuación, se presentan las pruebas de cementación que se realizaron a las disoluciones obtenidas de escoria, mineral y se utilizó una tercera disolución de procedencia desconocida, el material de cementación empleado fue granalla y polvo de zinc de alta pureza. De cada prueba se realizó una sola replica debido a la poca cantidad de disolución que se tenía.

- Escoria

Primeramente, se muestran los resultados de la cementación con una disolución rica de escoria y granalla de zinc, a diferentes tiempos de cementación, tal como se muestra en la *tabla 31*.

Tabla 31. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en solución de escoria.

Tipo de Material	Agitación RPM	Tiempo (s)	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Granalla de Zinc	50	300	56.440	24.630
		600	53.850	17.490
		900	52.460	11.220
		1200	53.970	8.995
		1800	49.890	3.807
		3600	45.950	0.815

La representación gráfica de los resultados obtenidos por medio de espectroscopía de absorción atómica, se muestran en la *figura 40*, donde la curva en color azul son los valores iniciales de concentración y los datos finales son los representados por la curva naranja.

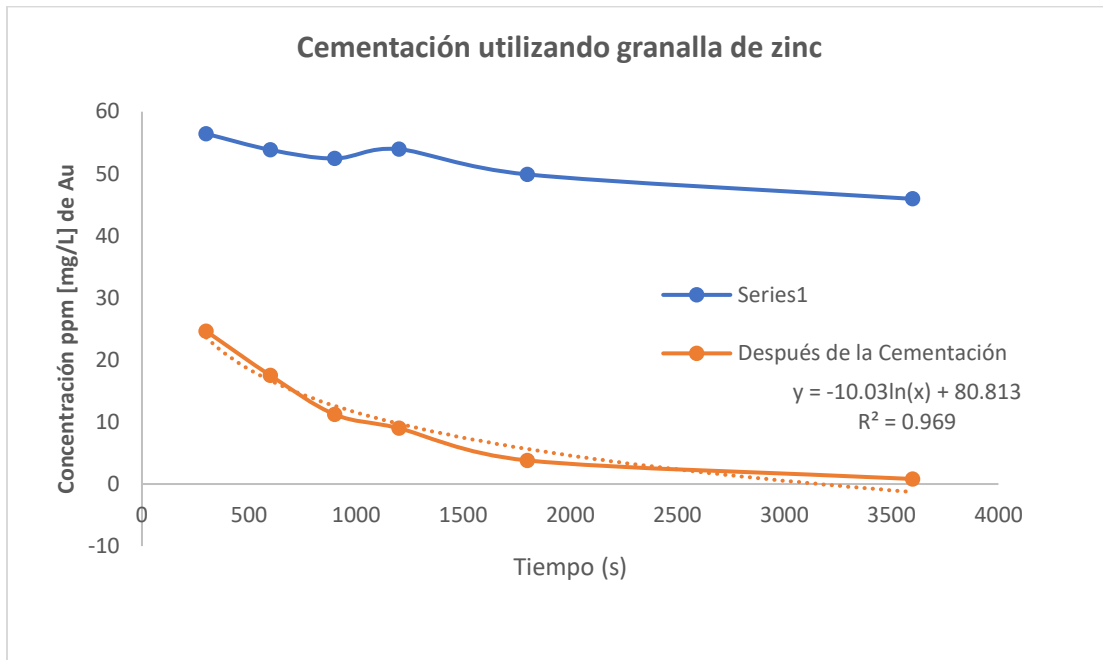


Figura 40. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en la disolución de escoria.

A continuación, en *tabla 32*, se muestran los resultados de cementación, utilizando solución rica de escoria y polvo de zinc.

Tabla 32. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en disolución de escoria.

Tipo de Material	Agitación RPM	Tiempo (s)	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Polvo de Zinc	50	300	56.160	0.940
		600	55.120	0.910
		900	53.990	0.839
		1200	54.000	0.742
		1800	50.190	0.695
		3600	43.890	0.658

En la *figura 41*, los datos representados en color azul son los valores obtenidos antes de la cementación, mientras que la curva en color naranja representa los valores obtenidos después de la cementación.

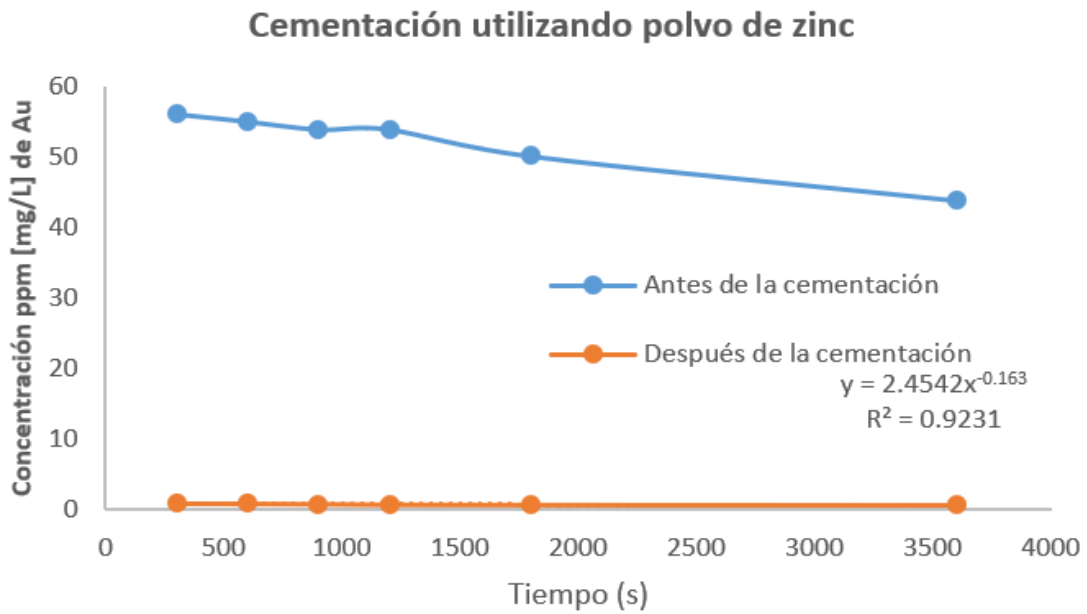


Figura 41. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en la disolución de escoria.

De acuerdo con los resultados anteriores, se obtuvo la eficiencia para ambas cementaciones, la representación gráfica se puede observar en las *figuras 42 y 43*.

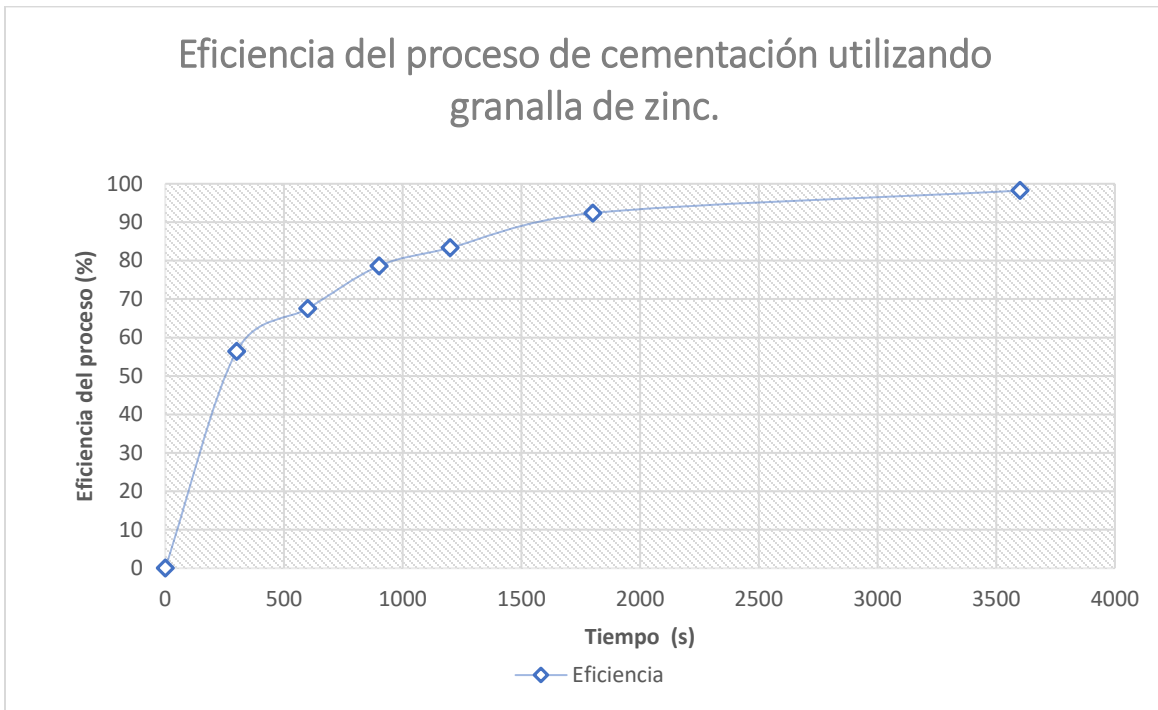


Figura 42. Eficiencia del proceso utilizando granalla de zinc y la disolución de escoria.

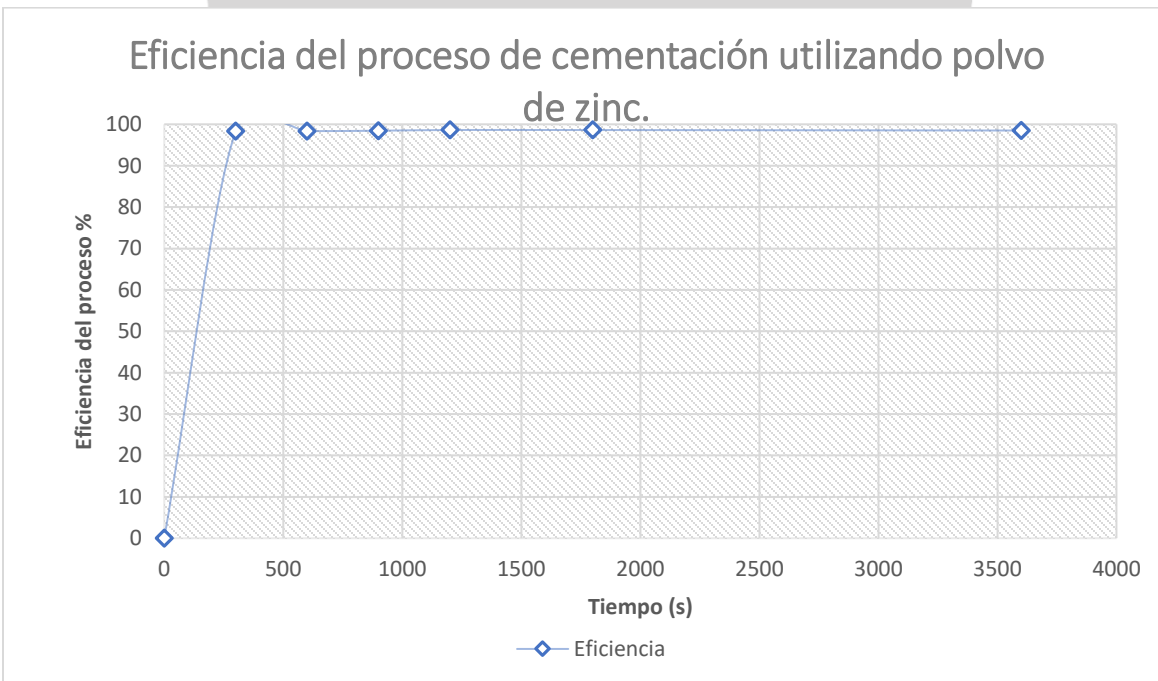


Figura 43. Representación gráfica de la eficiencia del proceso utilizando polvo de zinc y la disolución de escoria.

- Mineral

A continuación, se presentan los resultados de las pruebas de cementación para la solución rica del mineral de estudio, utilizando granalla y polvo de zinc.

Tabla 33. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en disolución de mineral.

Tipo de Material	Agitación	Tiempo	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Granalla de Zinc	Agitación 50 RPM	300	0.398	0.616
		600	0.503	0.613
		900	0.456	0.575
		1200	0.464	0.706
		1800	0.467	0.682
		3600	0.445	0.625

En la *figura 44*, se muestra la representación gráfica de los resultados de antes y después de la cementación (curva en azul y naranja respectivamente).

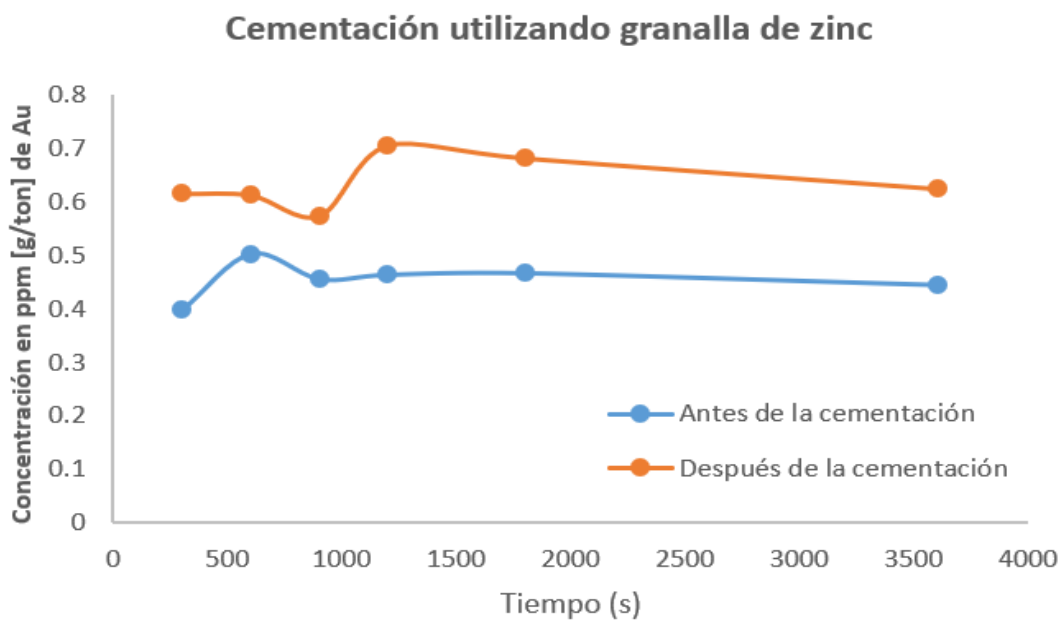


Figura 44. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en solución de mineral.

Una vez realizadas las pruebas de cementación con granalla, se presentan los resultados y las condiciones de cementación utilizando polvo de zinc.

Tabla 34. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en solución de mineral.

Tipo de Material	Agitación RPM	Tiempo (s)	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Polvo de Zinc	50	300	0.711	0.677
		600	0.659	0.674
		900	0.539	0.654
		1200	0.412	0.614
		1800	0.523	0.619
		3600	0.507	0.611

Con los resultados anteriores se realizó la gráfica antes de la cementación y después de la cementación, la cual se observa en la *figura 45*.

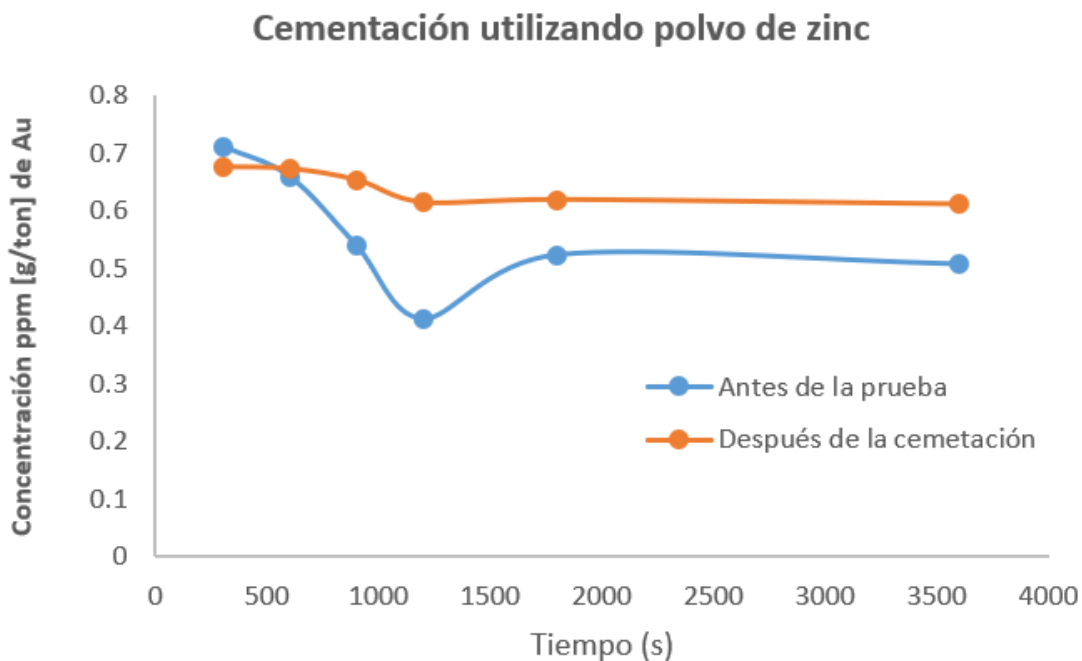


Figura 45. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en solución de mineral.

Se puede apreciar en las *figuras 44 y 45* que el proceso de cementación no se logró efectuar en la disolución rica de mineral, ni al utilizar granalla de zinc ni polvo de zinc. Es por ello, que se repitió la prueba, sin embargo, nuevamente los resultados no fueron los esperados.

- Disolución desconocida

Debido a los resultados anteriores, se optó por utilizar otra matriz (desconocida) para cementar, cuyo valor del metal de interés era elevado.

A continuación, en la *tabla 35*, se muestran los resultados y las condiciones que se usaron en la prueba.

Tabla 35. Resultados de cementación utilizando polvo de zinc en una solución desconocida.

Tipo de Material	Agitación RPM	Tiempo (s)	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Polvo de Zinc	50	600	69.520	23.470
		1200	69.240	6.156
		1800	68.590	3.365
		3600	68.710	< lim det

Con los resultados de la *tabla 35*, se realizó la representación gráfica de la cementación antes y después de la prueba.

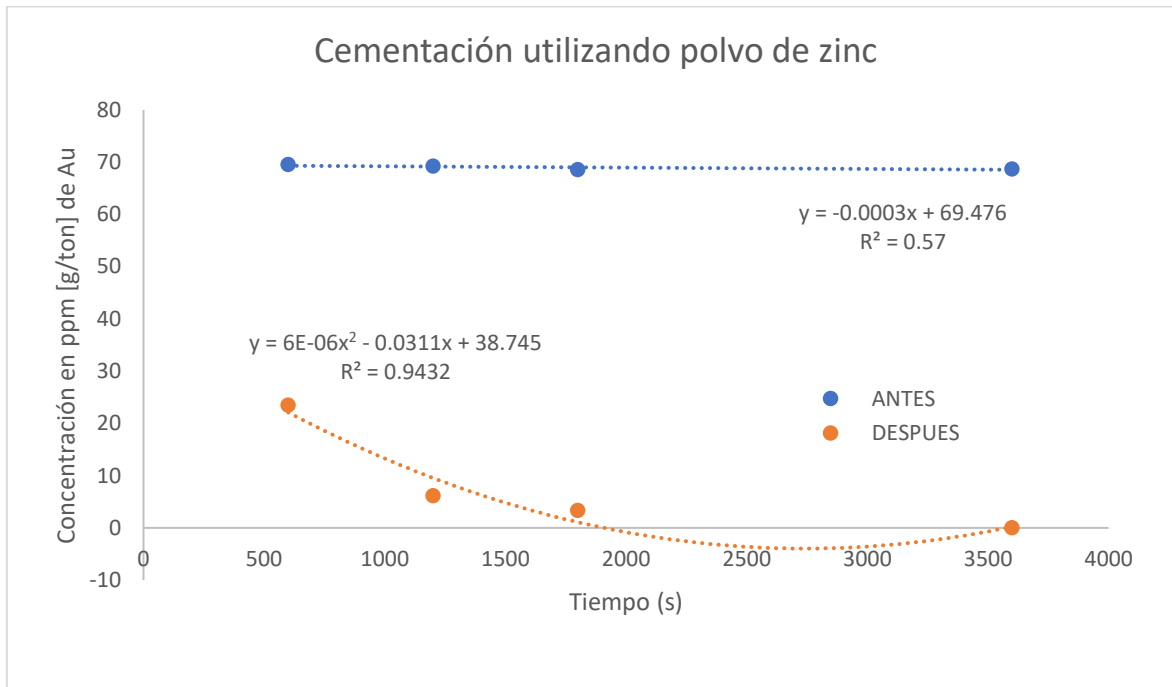


Figura 46. Cementación utilizando polvo de zinc a diferentes tiempos en una disolución desconocida.

En seguida, se presentan los resultados de cementación utilizando una disolución desconocida y granalla de zinc.

Tabla 36. Resultados de cementación utilizando granalla de zinc en una disolución desconocida.

Tipo de Material	Agitación RPM	Tiempo (s)	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/L]
Granalla de Zinc	Agitación 50 RPM	600	68.81	54.92
		1200	68.59	22.88
		1800	68.78	13.02
		3600	68.52	< lim det

Con los valores de la *tabla 36*, se realizó la curva antes de la prueba (curva azul) y después de la prueba (curva naranja), tal como se muestra en la *figura 47*.

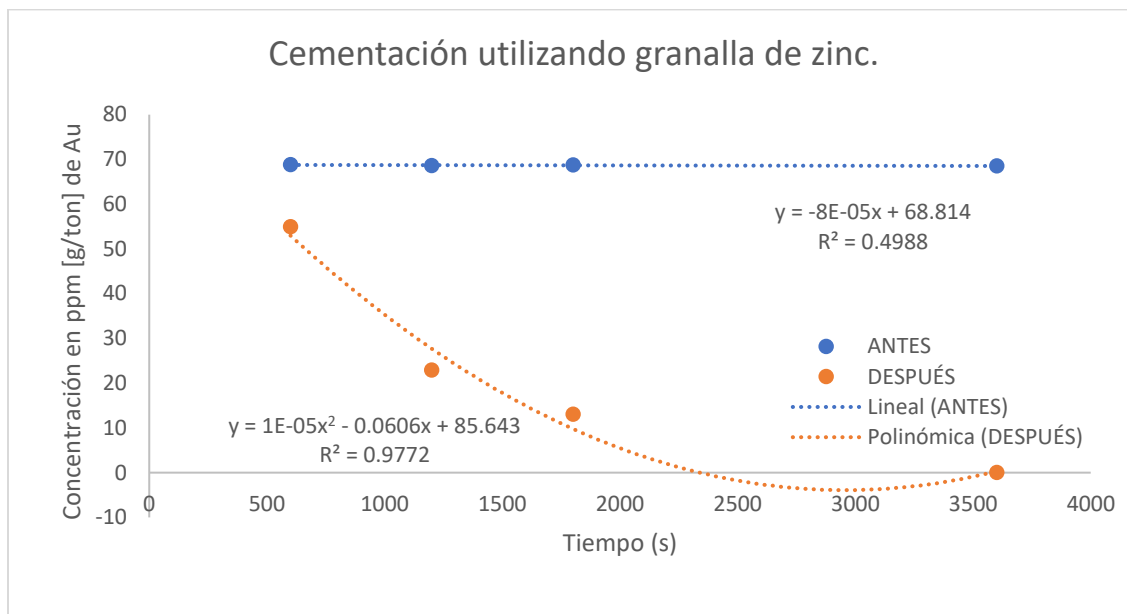


Figura 47. Cementación utilizando granalla de zinc a diferentes tiempos en una disolución desconocida.

Con los valores iniciales de concentración y los valores finales, se obtuvo la eficiencia utilizando polvo de zinc y granalla de zinc, tal como se muestra en la *figura 48 y 49* respectivamente.

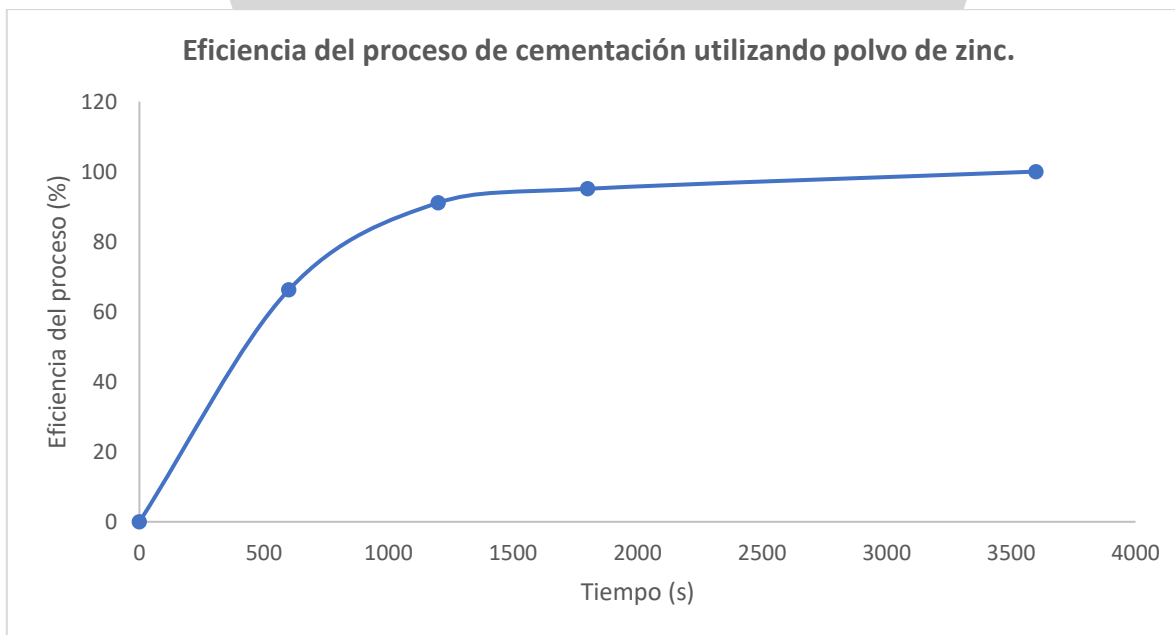


Figura 48. Eficiencia del proceso de cementación utilizando polvo de zinc en una disolución desconocida.

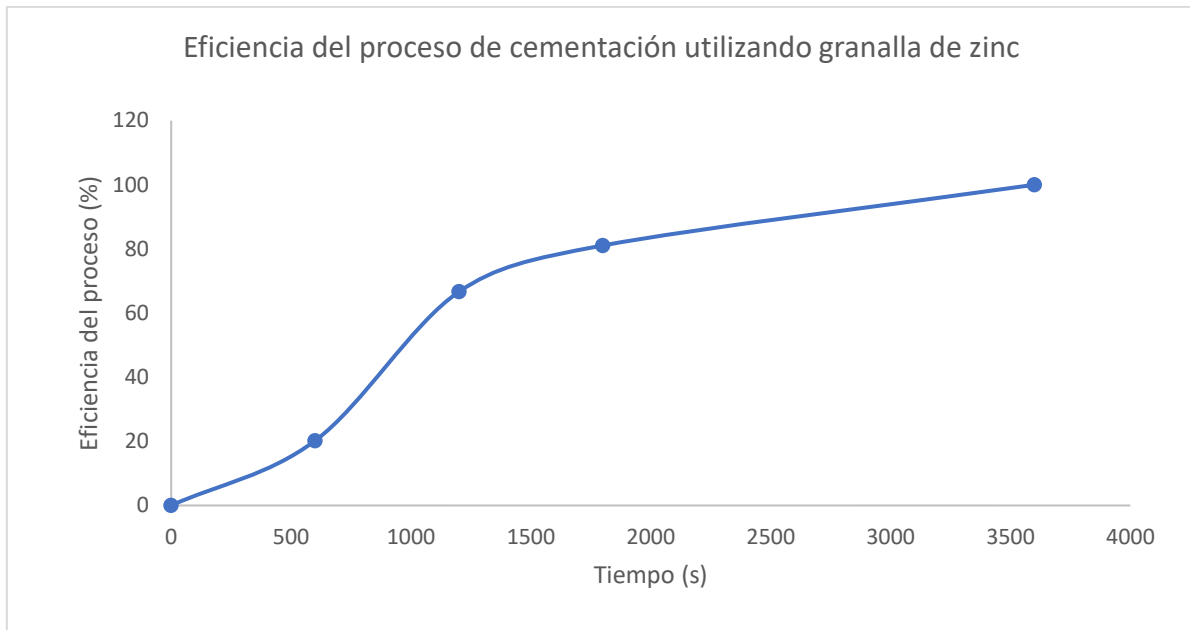


Figura 49. Eficiencia del proceso de cementación utilizando granalla de zinc en una disolución desconocida.

- **Pruebas de cementación**

Las pruebas de cementación en escorias dieron excelentes resultados, pues se logró cementar la mayor cantidad de oro posible, ésto lo podemos observar en la *figura 40 y 41*, ya que, se aprecia el estudio de la cementación utilizando granalla y polvo de zinc de alta pureza en las disoluciones provenientes de escorias.

En ambos casos se observa como decrece la cantidad de oro en disolución, en las pruebas que se utilizó polvo para cementar, la cantidad de oro decrece drásticamente en cuestión de pocos segundos esto puede ser debido a que existe una gran área de contacto entre las partículas de zinc y la disolución de trabajo, lo que genera que la reacción de cementación sea sumamente eficiente, mientras que al emplear granalla la disminución de la concentración del Au en la disolución es menor.

A 3600 segundos prácticamente la disolución queda sin concentración de oro. El utilizar granalla de zinc, aunque se requiere más tiempo de cementación para igualar el resultado de polvo de zinc, es más recomendable, ya que, la granalla de zinc se puede reutilizar varias veces, sólo se requiere darle un baño en ácido clorhídrico diluido, mientras que el polvo ya no se puede reutilizar, generando costos excesivos, ya que, la cementación consume una gran cantidad de este material.

La eficiencia que se tuvo a los 3600 segundos utilizando granalla de zinc en las disoluciones de escorias fue del 98.23 %, 0.04 % por debajo de la máxima eficiencia obtenida utilizando polvo de zinc, la diferencia en recuperación es prácticamente nula, mientras que las ventajas de usar granalla de zinc son considerables debido a que el proceso se vuelve menos costo y más amigable con el medio, ya que, los desechos son menores.

⁴¹Cabe mencionar que la cementación en el proceso Merrill-Crowe utilizando polvo de zinc, presenta recuperaciones del 70 – 95 %, mientras que, en el proceso empleado, utilizando granalla de zinc se obtuvieron eficiencias del 98.23 %, esto puede deberse a diversos factores, el principal de ellos es que la disolución utilizada no involucra complejos cianurados.

Al utilizar la disolución rica del mineral en la cementación, se presentaron diversas dificultades, tanto al utilizar granalla de zinc, como zinc en polvo. Esto pudo ser causado por varios factores, uno de ellos es el efecto del pH, ya que, se requieren pH básicos para que el zinc cimente al oro, en caso de tener pH ácidos lo que ocurrirá será que el zinc se atacará disolviéndose antes de poder lograr cementar al oro, además, hay que tener en cuenta que en estos experimentos no se desoxigenó la disolución, lo que puede provocar la oxidación del zinc, creando una capa de óxido o bien capa pasiva, evitando la reacción de cementación.

⁴¹ Azañero, Ángel., Revista del instituto de investigación de la facultad de geología, minas, metalurgia y ciencia geográficas. “Recuperación de oro y plata de minerales por Heap Leaching”. Vol. 4 N°07. Enero-Junio 2001. Sitio web: http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/publicaciones/geologia/v04_n7/recup_oro_plata.htm. Fecha de consulta: 26 de Nov de 2018.

Otra posible causa es que existen elementos perjudiciales que se cementan más fácilmente y evitan la reacción con el oro, la presencia de cobre en la disolución de cementación disminuye la eficiencia de precipitación debido a que se produce la formación de precipitados de cobre pasivantes que inhiben la cinética de cementación de oro sobre zinc, esto además de entorpecer la cementación puede volver lento el proceso de cementación. Otro elemento perjudicial es el plomo, ya que, si las concentraciones de plomo superan las 20 ppm, inhibirá la cementación del zinc, en la práctica para contrarrestar este efecto, se requiere un exceso en el consumo del zinc por encima de la demanda teórica, para compensar este suceso. El zinc como impureza en la disolución de cementación provoca que se generen hidróxidos y óxidos de zinc, lo que produce la pasivación de la superficie del zinc. De acuerdo con el estudio de fluorescencia de rayos X, se puede observar que el mineral contiene una alta concentración de plomo, cobre y zinc, elementos perjudiciales en el proceso de cementación, es por esta razón que probablemente no se logró la cementación del oro.

Existen otros elementos que provocan un efecto negativo en la cementación de oro como lo es el arsénico y el antimonio.

En este caso se trabajó con minerales de matriz desconocida los cuales, durante la lixiviación ácida con microondas, lixivian a más elementos y en el caso del proceso usando cianuro sólo se lixivian al Au y la Ag.

Al utilizar otra matriz diferente al mineral, no se presenta el problema que se tuvo anteriormente, por lo que, podemos decir que probablemente la principal causa de que no se cementó el oro en el mineral es por la presencia de elementos más afines al zinc.

En la industria, el zinc en polvo se agrega en una proporción que varía de 0.6 a 1.5 partes por parte de oro, esta cantidad es muy alta, debido a lo anterior en este proyecto se pretende proponer el uso de granalla de zinc.

6. DISCUSIÓN GENERAL

El proceso de lixiviación asistida por microondas en materiales de baja ley dio resultados exitosos, se obtuvieron considerables recuperaciones de concentración de oro a tiempos cortos, en comparación a los procesos convencionales como el de ⁴² Merrill-Crowe, que obtiene la lixiviación a tiempos largos, de 20 días hasta varios meses, dependiendo la ley del mineral.

Además, el proceso Merrill-Crowe presenta diferentes deficiencias, pues no todos los minerales que contienen oro y plata en trazas son aptos para un tratamiento de cianuración, ya que, la mayoría de ellos contienen elementos cianicidas que consumen grandes cantidades de cianuro y estos se complejan antes que el oro como el As, Sb, Zn, Fe y Cu.

En la industria para contrarrestar este efecto, se utiliza un exceso de reactivo, elevando el costo del proceso.

El mineral de estudio contiene una gran cantidad de hierro (cianicida), sin embargo, al realizar el proceso con agua regia no se presenta el problema que en la cianuración sí.

Pese a la toxicidad de los gases producidos por el empleo del agua regia, la exposición a ellos fue prácticamente nula, ya que, se usó la campana de extracción.

⁴² Azañero, Ángel., Revista del instituto de investigación de la facultad de geología, minas, metalurgia y ciencia geográficas. “Recuperación de oro y plata de minerales por Heap Leaching”. Vol. 4 N°07. Enero-Junio 2001. Sitio web: http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/publicaciones/geologia/v04_n7/recup_oro_plata.htm. Fecha de consulta: 26 de Nov de 2018.

7. CONCLUSIONES

- Se logró establecer un procedimiento capaz de extraer oro en materiales de baja ley utilizando microondas, los parámetros óptimos que se encontraron fueron utilizando 3 gramos, 500 W de potencia y 25 minutos de tiempo de exposición.
- Se logró realizar análisis complementarios en los materiales, empleando diferentes técnicas como Espectroscopía de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente (ICPO-ES), Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA). Además, se complementó el estudio con técnicas de fluorescencia de rayos X (FRX) y difracción de rayos X (DRX).
- Se logró cementar el elemento de interés, obteniendo eficiencias de cementación del 98.23 % a 3500 segundos y 50 rpm, además se comprobó que utilizar granalla de zinc resulta más beneficioso que utilizar polvo de zinc.

8. REFERENCIAS (bibliografía y mesografía)

1. Instituto Tecnológico GeoMinero de España IGME, “Minería química”, 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 154 -158 p.
2. Fathi, Habashi., “Precious Metals” Handbook of Extractive Metallurgy, Vol. III 1183 p.
3. Informe anual 2018 / Cámara Minera de México / LXXX asamblea general ordinaria 38-39 p.
4. L.F. Vassallo, “Yacimientos minerales metálicos” 4ta edición, 2008. Centro de Geociencias, UNAM. Querétaro, México. 97 p.
5. Fathi, Habashi., “Precious Metals” Handbook of Extractive Metallurgy, Vol. III. 1183, 1186, 1190 p.
6. Arthur I. Vogel, Química analítica cualitativa., 6° Ed. KAPELUSZ., 635 p.
7. M. Shamsuddin., Physical Chemistry of Metallurgical Processes. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey 2016., 425, 426 p.
8. Fabián Cárdenas, “Lixiviación de minerales mediante pilas y bateas” Universidad de Chile 1 – 3 p.
Pág web: https://www.u-cursos.cl/usuario/27d1b90415d4029652708fa347c18e40/mi_blog/r/1_LIXIVIACION_DE_MINERALES_MEDIANTE_PILAS_Y_BATEA1.pdf Fecha de consulta: 22/11/2018.
9. Alain Vignes, “Extractive Metallurgy 1” Metallurgy Handbooks, 2011 Ed. ISTE Ltd y John Wiley & Sons, Inc. USA. 184 – 186 p.
10. Bernardo Hernández Morales. “Transporte de masa”. Sem 2012-1
Pág web: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Temario_16709.pdf
Fecha de consulta: 20/02/2019.
11. Patricia G. Ullauri, “Transporte de masa en extracción fase sólido-líquido”. Universidad Central del Ecuador Quito-Ecuador 2010. Libro web: <https://books.google.com.mx/books?id=4WbJxIh62ekC&pg=PA3&lpg=PA3&dq=Transporte+de+masa+en+extracci%C3%B3n+fase+s%C3%B3lido-l%C3%ADquido+Patricia+G.+Ullauri&source=bl&ots=PTvik-nl3N&sig=ACfU3U200LDURvxWPYXJNTYml04Sj6V9sw&hl=es->

[419&sa=X&ved=2ahUKEwjfya3nztrhAhXjHDQIH36C2YQ6AEwA3oECAgQAQ#v=onepage&q=Transporte%20de%20masa%20en%20extracci%C3%B3n%20fase%20s%C3%B3lido-
%C3%ADquido%20Patricia%20G.%20Ullauri&f=false](https://www.repositorio.utmachala.edu.ec/bitstream/48000/4272/2/CD000031-TRABAJO%20COMPLETO-pdf) Fecha de consulta:
20/02/2019

12. Logsdon, Mark., El manejo del cianuro en la extracción del oro. Consejo Internacional de Metales y Medio Ambiente ICME. Abril 2001. 8 p.
13. Linares, N., Procesamiento Hidrometalúrgico del Oro. Capítulo III. Docente ESME/FAIN-UNJBG. Tacna 2011.
14. Manrique Martínez, José “Manejo de pilas de lixiviación de oro en minera Yanacocha S.R.L” Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Lima – Perú 2005. Tesis Digitales UNMSM. 9 – 12 p.
15. F. Nava-Alonso. “Análisis químico de cianuro en el proceso de cianuración: revisión de los principales métodos” Revista de Metalurgia 26 de octubre de 2006. 22 - 23 p.
16. Instituto Tecnológico Geominero de España ITGE, “Minería química”, 1991 Ed. Artes Gráficas MV. S.A. 182 - 194 p
17. Guerrero Rodríguez R. “Estudio físico – químico comparativo de la lixiviación con cianuro y tiourea en concentrados de oro, procedente de la planta de beneficio “Franromec” del cantón Camilo Ponce Enríquez, provincia del Azuay” Universidad Técnica de Machala. Ecuador, 2015. 27 – 28 p. Trabajo web:
<http://repositorio.utmachala.edu.ec/bitstream/48000/4272/2/CD000031-TRABAJO%20COMPLETO-pdf> Fecha de consulta: 05/12/2018
18. Ospina Correa Juan, “Mineralogía del proceso de lixiviación de oro en minerales refractarios con soluciones de tiosulfato”. 20 de Noviembre de 2016 129 – 132 p.
19. Gámez S. “Recuperación de oro a partir de minerales polisulfurados con soluciones amoniacaes de tiosulfato de sodio” Revista Politécnica, Ecuador Septiembre 2015, Vol 36.

- 20.Emili, Destandau., Microwave-assisted Extraction. Instituto de química orgánica y Analítica. Universidad de Orleans. Artículo publicado por “The Royal Society of Chemistry”. Francia 2013.
- 21.Kazi, E. Haque, “Microwave energy for mineral treatment processes” International Journal of Mineral Processing”. Vol 57, Julio 1999. 3-8 p.
- 22.M. Shamsuddin., Physical Chemistry of Metallurgical Processes. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey 2016., 495, 496, 497 p.
- 23.Andrew L. Mular. “Mineral Processing plant Design, Practice and control: Proceedings” Vol 2 Society for Mining Metallurgy and Exploration, Inc. 1663 – 1671 p.
- 24.Hernández, L. Introducción al análisis instrumental. 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 40 – 41 p.
- 25.Harold, F. “Análisis químico e instrumental moderno”. Ed. Español: Reverté, S.A., 1983. 243 p.
- 26.“Hernández, L. Introducción al análisis instrumental”. 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 40 – 41 p.
- 27.Rocha Castro, E. “Espectroscopia de absorción atómica” Facultad de Ciencias Químicas. Lectura No 9. PDF 4-10 p.
- 28.Hernández, L. Introducción al análisis instrumental. 1º Ed. enero 2002: Ariel, S.A., 42 p.
- 29.Otero, Jacobo. Desarrollo de nuevos métodos de extracción en fase sólida para la preconcentración de metales traza en el agua de mar. Santiago de Compostela, 2009. 55, 58, 59 p.
- 30.Espectrometría de fluorescencia de rayos X, Pág. Web: http://www.usc.es/export9/sites/webinstitucional/gl/investigacion/riaidt/raiosx/descargas/UNED_Curso_Fluorescencia.pdf Fecha de consulta: 08/01/2019

9. REFERENCIAS DE IMÁGENES

- [1] Pérez Dominguez J. “Análisis termodinámico de especies cianuradas de oro, plata, y cobre sometidas a cementación con zinc y aluminio”. Enero 2008. Universidad tecnológica de Pereira
- [2] FDMINERALS, “Minerales de la mina a tu mano”. ORO NATIVO. Pág web: <https://www.fDMINERALS.es/2017/11/19/oro-nativo/> Fecha de consulta: 18/02/2019.
- [3] Informe anual 2018 / Cámara Minera de México / LXXX asamblea general ordinaria. Pág web: <https://camimex.org.mx/files/1015/3073/8596/Info2018.pdf> Fecha de consulta: 02/01/2019.
- [4] Santamaría Roncancio, J. “Comparación de cianuro y tiourea como agentes lixiviantes de un mineral aurífero colombiano”. Revista Facultad de Ingeniería, UPTC. Enero – Junio 2013 Vol 22. No 34.
- [5] Pérez Dominguez J. “Comportamiento electroquímico del cianuro”. Revista Científica Ingeniería y Desarrollo, No 24 (2008). Pág web: <http://rcientificas.uninorte.edu.co/index.php/ingenieria/article/viewArticle/1729/4472%20%20%20%20%20%20%0bF> Fecha de consulta 09/01/2019
- [6] Pérez Dominguez J. “Análisis termodinámico de especies cianuradas de oro, plata, y cobre sometidas a cementación con zinc y aluminio”. Enero 2008. Universidad tecnológica de Pereira
- [7] Manrique Martínez, José “Manejo de pilas de lixiviación de oro en minera Yanacocha S.R.L” Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Lima – Perú 2005. Tesis Digitales UNMSM. 9 – 12 p.
- [8] Santamaría Roncancio, J. “Comparación de cianuro y tiourea como agentes lixiviantes de un mineral aurífero colombiano”. Revista Facultad de Ingeniería, UPTC. Enero – Junio 2013 Vol 22. No 34.
- [9] Ospina Correa, J. “Mineralogía del proceso de lixiviación de oro en minerales refractarios con soluciones de tiosulfato”. Informador Técnico Colombia, Julio – Diciembre 2016.

- [10] Kazi, E. Haque, "Microwave energy for mineral treatment processes" International Journal of Mineral Processing". Vol 57, Julio 1999.
- [11] Milestone MLS 1200 Mega. Pág web "Gemini" <https://www.geminibv.nl/labware/milestonemls1200mega-en> Fecha de consulta: 19/01/2019
- [12] Espectroscopía de Absorción Atómica (AA) Pág web: <http://absorcion-atmica.blogspot.com/> Fecha de consulta 19/01/2019
- [13] Avio 500 ICP-OES Scott/Cross – Flow Configuration. Pág. Web: <http://www.perkinelmer.com/product/avio-500-scott-cross-flow-configuration-n0810010> Fecha de consulta 19/01/2019
- [14] The Stovall, Low Profile Roller Pág web: <http://photos.labwrench.com/equipmentManuals/13055-5121.pdf> Fecha de consulta 19/01/2019
- [15] Thermo Scientific Furnaces Pág web: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/LED/brochures/LED-FurnacesBrochure-BRFURNACE0316-EN.pdf> Fecha de consulta 19/01/2019
- [16] SIGMA – ALDRICH "Ohaus Analytical Plus balance" Pág web: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/z622761?lang=es®ion=MX> Fecha de consulta: 19/01/2019
- [17] Ematite – minerale di sangue – imagine stock. Pág web: <https://it.depositphotos.com/3850119/stock-photo-hematite-blood-ore.html> Fecha de consulta 19/01/2019
- [18] Geothita Pág web: <https://es.wikipedia.org/wiki/Goethita> Fecha de consulta 19/01/2019
- [19] Minerales Pág web: <https://www.mineral-s.com/ortoclasa.html> Fecha de consulta 19/01/2019
- [20] Caolinita Pág web: <https://es.wikipedia.org/wiki/Caolinita> Fecha de consulta 19/07/2019
- [21] Bórax Pág web: <https://es.wikipedia.org/wiki/Bórax> Fecha de consulta 19/07/2019

Elaboración de estándares.

1. Hacer los cálculos correspondientes al volumen necesario a tomar del estándar concentrado de oro.

Tabla 37. Volúmenes correspondientes para la preparación de estándares en EAA.

Concentración	Volumen *estándar 1000 ppm [ml]	Volumen de aforo [ml]
5	0.5	100
10	0.5	50
20	0.5	25
40	4	100
80	4	50

- *Estándar Perkin Elmer Oro 1000 ppm.*
2. Elegir la pipeta adecuada de acuerdo al volumen calculado.
 3. Practicar con la ayuda de una balanza analítica la repetibilidad de la toma de muestra.
 4. Tomar el volumen calculado de estándar y verterlo en un matraz aforado previamente lavado.
 5. Llevar a la marca de aforo.
 6. Validar la señal del estándar en el equipo de absorción atómica.

Procedimiento de análisis por espectroscopía de absorción atómica.

1. Antes de comenzar a utilizar el equipo de absorción atómica, se debe encender la campana de extracción de gases.
2. Abrir los gases de trabajo acetileno a 15 psig y aire 80 psig.
3. Encender el equipo y abrir el software PerkinElmer WinLab.
4. Se coloca la lámpara de cátodo huevo y se enciende desde el software, revisando la señal.
5. Se verifica que la posición de la cabeza del quemador se alinee con el haz de luz.
6. Se enciende la flama desde el software.
7. Se crea la base de datos.
8. Se aspiran los diferentes estándares para la curva de calibración.
9. Se inician las lecturas de las muestras por triplicado.
10. Se revisan los resultados y si el RSD es >10 se repiten los resultados.
11. Cada 6 muestras se verifica la concentración con un estándar de control, en caso de ser necesario, se recalibra.
12. Al concluir el proceso de análisis, se apaga la lámpara y se purgan los gases para posteriormente cerrar los tanques.

Validación parcial del análisis de oro por espectroscopía de absorción atómica.

1. Linealidad:

En la *tabla 39*, se muestran los resultados de cinco corridas de la curva de calibración con lo cual se creó la *figura 51*, donde se observa una linealidad expresada como R^2 de 0.9993 y lecturas promedio de 0.0548, 0.1087, 0.2154, 0.4426 y 0.8436, correspondientes a cada estándar respectivamente.

La repetibilidad se obtuvo como el porcentaje de RSD y se presenta en la *tabla 39*, donde todos los casos el RSD fue menor del 10 %

Tabla 38. Valores de absorbancia obtenidos en cinco curvas de calibración.

Concen- tración	Abs. 1	Abs. 2	Abs. 3	Abs. 4	Abs. 5	Promedio	σ	RSD
5	0.0492	0.0586	0.0587	0.0550	0.0524	0.0548	0.0037	6.6633
10	0.1029	0.1150	0.1155	0.1063	0.1040	0.1087	0.0054	4.9910
20	0.2036	0.2300	0.2300	0.2097	0.2037	0.2154	0.0121	5.6273
40	0.4108	0.4571	0.4574	0.4157	0.4719	0.4426	0.0246	5.5533
80	0.8228	0.9131	0.9134	0.8277	0.7408	0.8436	0.0647	7.6745

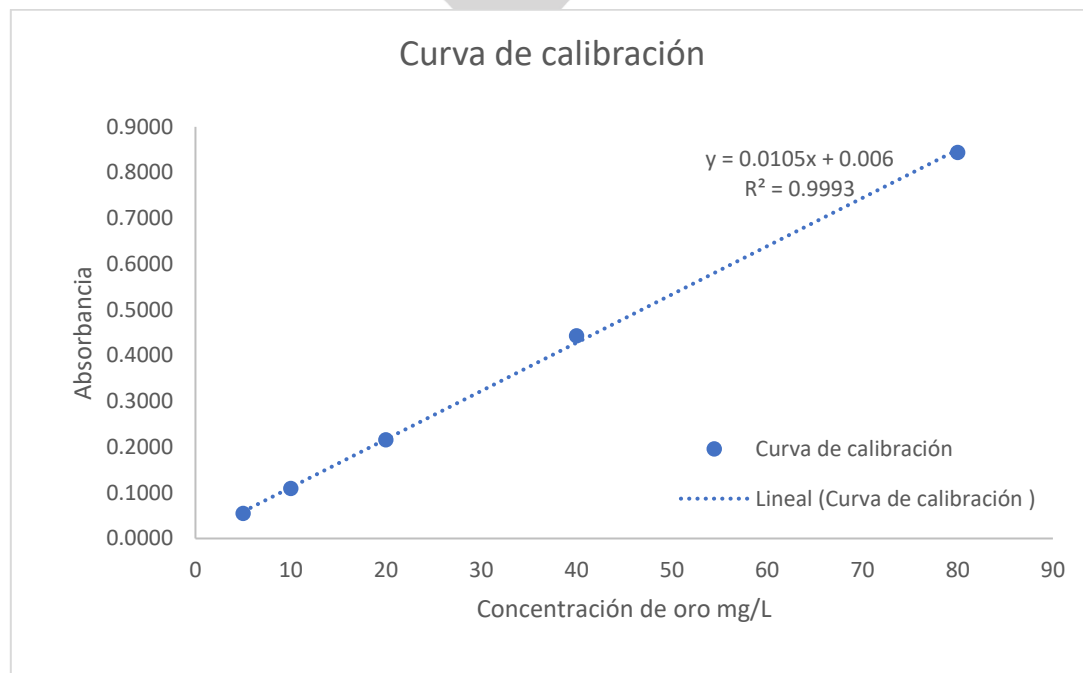


Figura 50. Curva de calibración de absorción atómica.

2. Repetibilidad y recuperación.

Durante todos los casos, el análisis se verificó con un estándar control de 5ppm y 10 ppm de Oro, recuperando entre un 90 y 110 % del valor, también se muestran los valores de repetibilidad calculados como la desviación

estándar relativa de 10 lecturas tal como se observa en la *figura 53 y 54 y tabla 40*.

Tabla 39. Valores de repetibilidad y recuperación de muestras.

Estándar control	% Recuperación	Estándar control 10ppm	% Recuperación
4.725	94.5	9.884	98.84
4.618	92.36	10.03	100.3
4.58	91.6	9.854	98.54
4.982	99.64	9.36	93.6
4.846	96.92	9.797	97.97
4.92	98.4	9.424	94.24
4.713	94.26	9.668	96.68
4.746	94.92	9.632	96.32
4.808	96.16	10.08	100.8
4.597	91.94	9.93	99.3
Promedio	4.7535	Promedio	9.7659
Desviación estándar	0.1362	Desviación estándar	0.2420
% RSD	2.8650	% RSD	2.4782

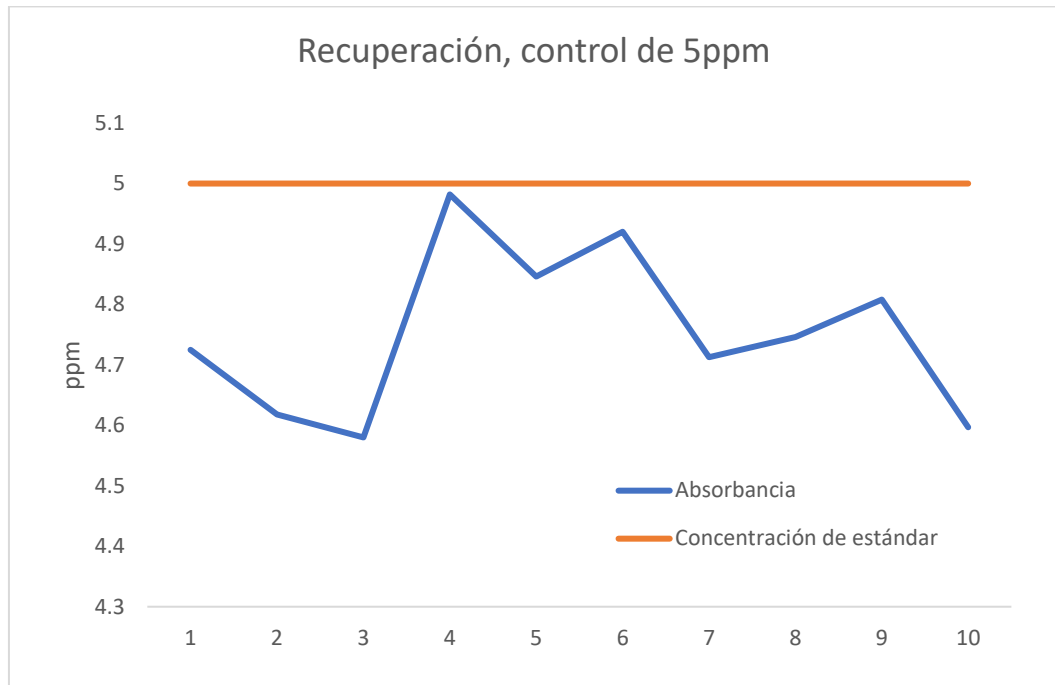


Figura 51. Recuperación de muestra control 5 ppm

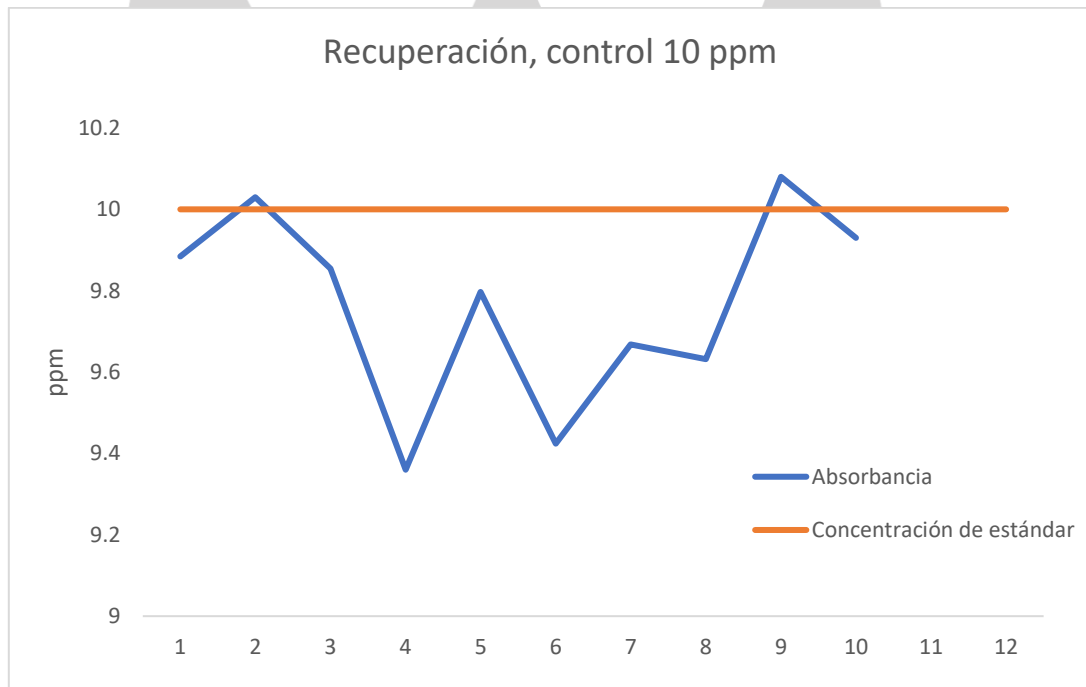


Figura 52. Recuperación de muestra control 10 ppm

3. Límite de detección.

Se obtuvo leyendo 28 veces el blanco, obteniendo la desviación estándar y multiplicando el valor obtenido por 3.

Tabla 40. Lecturas de blanco y resultados de límite de detección.

Blanco	Blanco	Blanco	Blanco
0.0639	0.0456	0.0602	0.0302
0.0514	0.0607	0.0392	0.0517
0.0774	0.0674	0.0703	0.0600
0.0403	0.0883	0.0446	0.0697
0.0048	0.0584	0.0453	0.0620
0.0548	0.0699	0.0534	0.0524
0.0625	0.0509	0.0547	0.0485
Promedio		0.0549	
Desviación estándar		0.0158	
Límite de detección		0.0473	

4. Límite de cuantificación.

Se obtuvo multiplicando por 10 la desviación estándar

Tabla 41. Lecturas de blanco y resultados de límite de cuantificación.

Blanco	Blanco	Blanco	Blanco
0.0639	0.0456	0.0602	0.0302
0.0514	0.0607	0.0392	0.0517
0.0774	0.0674	0.0703	0.0600
0.0403	0.0883	0.0446	0.0697
0.0048	0.0584	0.0453	0.0620
0.0548	0.0699	0.0534	0.0524
0.0625	0.0509	0.0547	0.0485
Promedio		0.0549	
Desviación estándar		0.0158	
Límite de detección		0.1575	

12. ANEXO III

Procedimiento de análisis espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente.

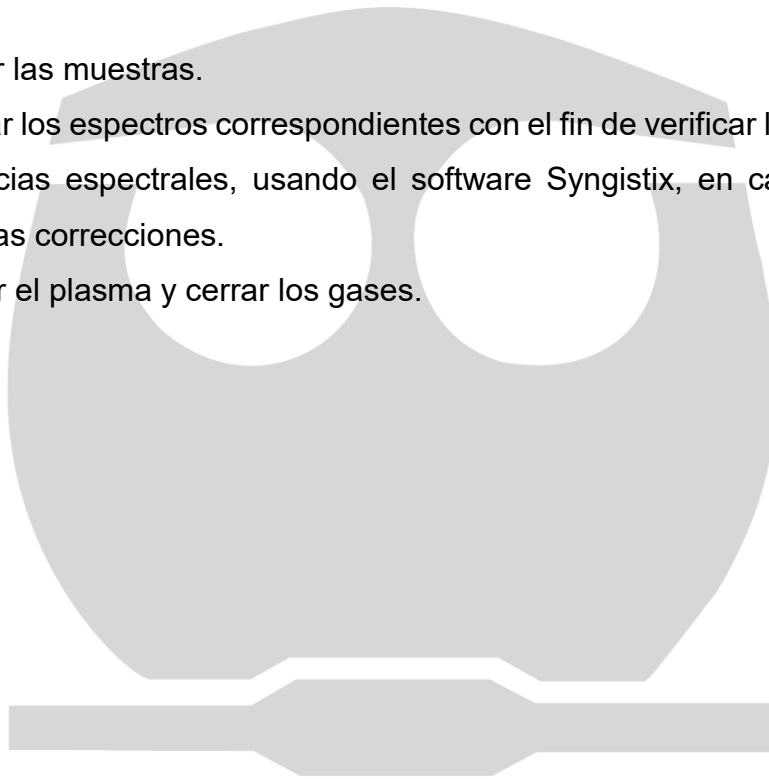
1. Abrir los gases Argón (grado alta pureza) 80 psig y aire 80 psig.
2. Encender el plasma y la computadora con el software Syngistix, esperar el tiempo adecuado de enfriamiento, generalmente es de 80 a 120 minutos.
3. Una vez transcurrido ese tiempo, encender el sistema de extracción de gases.
4. Encender el plasma desde el software Syngistix.
5. Después de 15 minutos de calentamiento, alinear la óptica del equipo usando una solución de manganeso de 1 mg/L para la visión axial y de 10 mg/L para la visión radial.
6. Verificar las condiciones de operación; flujo de nebulizador, potencia, flujo de la bomba peristáltica.
7. Recuperar el método de análisis donde fueron previamente ingresados los datos de longitud de onda de los elementos a analizar, las condiciones del plasma mencionadas en el punto anterior y las concentraciones de los estándares correspondientes.
8. Generar una base de datos para el almacenamiento de los resultados y una base de datos con los valores de las muestras.
9. Aspirar los estándares correspondientes para la creación de la curva de calibración.

Tabla 42. Volúmenes correspondientes para la preparación de estándares en ICP-OES.

Concentración	Vol. de estándar (1000 mg/L) No.7	Vol. de estándar (1000 mg/L) No. 21	Vol. aforo
0.1	0.01	0.01	100
1	0.1	0.1	100
5	0.25	0.25	50
10	0.1	0.1	10

○ *Nota: Para el caso del oro, se usa el estándar 4 directo.*

10. Aspirar las muestras.
11. Revisar los espectros correspondientes con el fin de verificar la presencia de inferencias espectrales, usando el software Syngistix, en caso necesario, hacer las correcciones.
12. Apagar el plasma y cerrar los gases.



13. ANEXO IV

- Cálculo para determinar las partes por millón a partir de mg/L y el peso de la muestra.

$$ppm = \frac{\frac{mg}{L} * mL \text{ de aforo}}{\text{peso de muestra (g)}}$$

- Cálculo para transformar los valores a μ moles, a partir de ppm.

$$ppm = \frac{g}{ton} = \frac{mg}{kg} = \frac{\mu g}{g}$$

$$\text{Peso de muestra (g)} * \frac{\mu g}{g} = \mu g$$

$$\mu g * \frac{1 \mu mol}{196.96 \mu g} = \mu moles$$