



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

**Estudio de la recuperación de Au y Ag, mediante lixiviación  
con Tiourea**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

**PRESENTA**

**VICENTE MARTÍNEZ ARROYO**

**DIRECTOR DE TESIS**

**DR. JOSÉ ANTONIO BARRERA GODÍNEZ**

**CIUDAD DE MÉXICO, AÑO 2020**





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.

**ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:** PROFESOR: JOSÉ ANTONIO BARRERA GODÍNEZ

**VOCAL:** PROFESOR: ROSA ELVA RIVERA SANTILLÁN

**SECRETARIO:** PROFESOR: PAOLA RONCAGLIOLO BARRERA

**1ER. SUPLENTE:** PROFESOR: JOSÉ FERNANDO FLORES ÁLVAREZ

**2° SUPLENTE:** PROFESOR: JUAN CARLOS CONTRERAS GUZMÁN

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**LABORATORIO 212 METALURGIA EXTRACTIVA, DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA.**

**ASESOR DEL TEMA:**

**DR. JOSÉ ANTONIO BARRERA GODÍNEZ**

**SUSTENTANTE:**

**VICENTE MARTÍNEZ ARROYO**

## RESUMEN

En este trabajo se presenta el estudio de la influencia de 3 variables en el proceso de lixiviación de un mineral con contenidos de oro mediante el uso de tiourea. Estas tres variables son: concentración de tiourea, concentración de oxidante y densidad de pulpa.

Se realizó un diseño de experimentos con 3 factores (variables) a dos niveles, un máximo y un mínimo, con el fin de determinar la variable con mayor influencia y el valor óptimo para obtener la mayor disolución del complejo auro-tiourea.

Además, se realizó un estudio cualitativo de un proceso hidrometalúrgico normal, el cual consta de 3 etapas, lixiviación, purificación y/o concentración y recuperación. En la purificación se utilizó carbón activado y para el proceso de elución alcohol isopropílico. La recuperación se realizó mediante vía electro, utilizando electrodos.

# ÍNDICE

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN.....	5
2. OBJETIVOS .....	7
3. HIPÓTESIS .....	7
4. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	8
4.1. LIXIVIACIÓN CON TIOUREA .....	9
4.2. PURIFICACIÓN Y CONCENTRACIÓN .....	14
4.2.1. ELUCIÓN .....	15
4.3. RECUPERACIÓN .....	16
5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	21
5.1. SUSTANCIAS .....	21
5.2. EQUIPO Y MATERIALES .....	21
5.3. EXPERIMENTACIÓN CUALITATIVA .....	22
5.4. EXPERIMENTACIÓN CUANTITATIVA .....	30
6. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS.....	32
6.1 EXPERIMENTACIÓN CUALITATIVA.....	33
6.2 EXPERIMENTACIÓN CUANTITATIVA.....	45
7. CONCLUSIONES.....	57
8. RECOMENDACIONES.....	58
9. BIBLIOGRAFÍA.....	59
10. APÉNDICE A.....	60

## LISTA DE TABLAS Y FIGURAS

	Pág.
Figura 4.1 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH; tiourea-Au, actividad de tiourea 10 000 veces mayor.	12
Figura 4.2 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH, tiourea - Au, actividad de tiourea 100 veces mayor.	13
Figura 4.3 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH, tiourea - Au, misma actividad.	14
Figura 4.4 Diagrama Proceso de obtención de Au (CIP) Schulze.	19
Tabla 5.1 Variables de control, Lixiviación	22
Tabla 5.2 Condiciones y reactivos utilizados en la Lixiviación	22
Tabla 5.3 Plan de Experimentación, Lixiviación.	22
Tabla 5.4 Variables de control, utilizadas en la parte de Concentración con carbón.	23
Tabla 5.5 Condiciones y reactivos utilizados en Adsorción con carbón.	24
Tabla 5.6 Variables de control utilizadas en la Elución.	25
Tabla 5.7 Plan de Experimentación, parte Elución.	25

Tabla 5.8	Condiciones y reactivos utilizados en la Elución.	26
Tabla 5.9	Variabes de control, utilizadas en Electrowinning.	26
Tabla 5.10	Plan de experimentación, Electrowinning.	27
Figura 5.1	Sistema utilizado en el proceso de electrowinning.	28
Tabla 5.11	Condiciones de experimentación, Electrorecuperación, Mine - 1.	28
Tabla 5.12	Diseño de experimentos utilizados.	29
Tabla 5.13	Plan de experimentación.	30
Tabla 6.1	Caracterización del mineral.	31
Tabla 6.2	Corrida 1; Mine - 1.	32
Tabla 6.3	Corrida 2; Mine - 1.	32
Figura 6.1	Gráfico Masa vs tiempo; Mine – 1. Corrida 2 con mayor depósito de oro (Experimento 2)	33
Figura 6.2	Cátodos Mine-1: De lado izquierdo experimento 2; de lado derecho experimento 1.	34
Figura 6.3	Cátodo Mine-1: experimento 2; Mayor presencia de oro.	35
Tabla 6.4	Condiciones de experimentación, Electrowinning Mine – 2.	36
Tabla 6.5	Corrida 1; Mine - 2.	36

Tabla 6.6	Corrida 2; Mine - 2.	37
Figura 6.4	Gráfico Masa vs tiempo; Mine – 2	38
Figura 6.5	Cátodos Electrowinning, Mine-2; de lado izquierdo experimento 2; de lado derecho experimento 1	38
Figura 6.6	Cátodo de acero inoxidable, experimento 2, Mine-2, mayor presencia de oro.	39
Figura 6.7	Cátodo de acero con oro (izquierda) y ánodo de Plomo (derecha). Placas utilizadas para la corrida 3	41
Figura 6.8	Cátodo de acero, con depósito de oro	44
Tabla 6.7	Porcentajes de disolución de Au en cada lixiviación.	45
Figura 6.9	Gráfica %Au disuelto vs Tiempo[h], lixiviaciones.	47
Tabla 6.8	Diseño de Experimentos e influencia entre factores.	48
Figura 6.10	Efecto en la concentración de Oxidante (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ).	49
Figura 6.11	Efecto en la concentración de Tiourea.	50
Figura 6.12	Efecto en la densidad de pulpa.	51
Figura 6.13	Agitador magnético con Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .	54

# 1. INTRODUCCIÓN

En el año 2018 México fue el 8° productor de oro a nivel internacional, aportando el 3.8% del valor total, teniendo una producción total de 3.8 millones de onzas, siendo el estado de Sonora el principal productor con un 34%. Por otro lado, respecto a la producción de plata, México continúa siendo el producto líder, con un 23% de la producción total, con una producción de 194.5 millones de onzas, siendo Zacatecas el primer estado productor de plata con un 37%.

El oro y la plata son metales muy importantes en la economía nacional, ya que aportaron un 49.3% de la producción minera en el año 2018, lo cual representa un valor de 119 mil 76 millones de pesos. [INEGI]

El oro es un metal muy valioso y escaso, ya que tiene una gran cantidad de usos, que van desde la joyería hasta la industria electrónica, es por esto que existe un interés mundial en la extracción de este metal.

El método de producción más importante de oro es mediante el tratamiento del mineral con soluciones de cianuro, pueden ser de sodio, potasio o calcio. Desafortunadamente, el cianuro representa un gran problema por su alta toxicidad, y los daños que pueden provocar al medio ambiente, si los residuos no son tratados de una manera adecuada. Estas son las razones por las cuales se han investigado distintas alternativas para su extracción, por ejemplo, el uso de soluciones con cloro o yodo, tiosulfatos, tiourea, etc.

El uso de tiourea ha atraído un gran interés ya que este reactivo presenta ciertas ventajas sobre el uso de cianuro; una de ellas es que tiene una cinética de lixiviación más rápida;

además de que es un reactivo que no presenta algún riesgo para el medio ambiente. Lamentablemente el uso de la tiourea tiene sus desventajas frente al proceso de cianuración, y es en el ámbito económico, la tiourea es un reactivo más caro que el cianuro. Es por esto, que se debe buscar mejorar las condiciones de la lixiviación utilizando tiourea.

## **2. OBJETIVOS**

- Obtener una solución concentrada del complejo auro - tiourea, mediante el proceso de lixiviación.
- Determinar la viabilidad del proceso de lixiviación mediante el uso de agua oxigenada como oxidante.
- Establecer condiciones óptimas de operación en la lixiviación.
- Evaluar el efecto de la concentración de tiourea en la recuperación de oro, a partir de la lixiviación.
- Determinar la variable que tiene mayor efecto en la lixiviación, así como la interacción entre variables (densidad de pulpa, concentración de tiourea y concentración de agua oxigenada).

## **3. HIPÓTESIS**

Existe una interacción entre la densidad de pulpa, concentración de tiourea y concentración de agua oxigenada en el proceso de lixiviación de un mineral con contenidos de oro.

## 4. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La producción de oro y plata en la actualidad se realiza típicamente por el proceso de cianuración, este proceso se ha utilizado por más de un siglo, ya que el cianuro es considerado un buen agente lixivante, por su alta eficiencia y su costo relativamente bajo. No obstante, este proceso tiene una cinética lenta, y el cianuro es altamente tóxico. Por estas razones, se han buscado otras alternativas. Una de éstas ha sido el uso de tiourea como agente lixivante.

De acuerdo con su naturaleza, los factores que afectan la selección de un proceso de lixiviación se clasifican en: geológicos, mineralógicos, metalúrgicos, ambientales, geográficos, económicos y políticos. Algunos de estos factores tienen un impacto directo en la química y la selección del reactivo para la extracción de oro y su tratamiento posterior. Desde el punto de vista metalúrgico, se busca lo siguiente: recuperar el oro y su separación de otros metales valiosos, optimizar las etapas del proceso, minimizar la necesidad de tratamiento y/o etapas posteriores, tener una elevada velocidad de tratamiento, con bajos costos de operación y un impacto ambiental mínimo. <sup>[1]</sup>

Los minerales de oro y plata se clasifican como refractarios cuando una porción significativa de estos metales no se puede extraer eficientemente de los sólidos usando métodos convencionales. Los depósitos de minerales refractarios se clasifican geoquímicamente como sedimentarios los que tienen oro libre, y como hidrotermales aquellos en los que el oro está asociado con sulfuros carbonosos y compuestos de sílice. Estos últimos depósitos se consideran de difícil recuperación. <sup>[2]</sup>

La causa más común de la refractariedad es la oclusión o diseminación de finas partículas submicroscópicas de oro encapsuladas, típicamente en los minerales de tipo sulfuro, como la pirita y la arsenopirita, aunque también como micro-inclusiones en cuarzo. Otras posibles causas de refractariedad son la insolubilidad de minerales auríferos; la existencia de capas de óxidos o de compuestos de hierro, plomo, arsénico y antimonio. También, la presencia de minerales de carbón amorfo, materia carbonácea o materia orgánica que pueden tener propiedades reductoras y actúan como sustratos para la pre - depositación de Au. [2, 3]

Entre los elementos que acompañan a los diferentes minerales auríferos están el antimonio, arsénico, bismuto, carbón, cobalto, cobre, hierro, plomo, mercurio, níquel, plata y zinc; y éstos se llegan a encontrar en forma de sulfuros, arseniuros, antimoniuros, seleniuros y telurios. [1]

#### **4.1 LIXIVIACIÓN CON TIOUREA**

En la etapa de lixiviación se ha implementado, el uso de la tiourea ( $\text{NH}_2\text{CSNH}_2$ ), debido a que permite alcanzar una alta recuperación. Las condiciones utilizadas en el proceso de lixiviación con tiourea son: un medio ácido, el pH debe de estar entre 1-2. Además de que se forma un complejo catiónico con el oro; la tiourea es termodinámicamente muy estable en medios ácidos y neutros, pero en medios básicos se descompone muy rápido.

Por lo tanto, los parámetros principales que deben controlarse en un proceso de lixiviación con tiourea son los siguientes: pH (1-2), potencial Redox (0.4 – 0.6 V), concentración de tiourea (5g/kg – 100g/kg), y el tiempo de lixiviación (2-8 h).

Respecto a la lixiviación con tiourea, se ha encontrado lo siguiente:

- El sistema más efectivo involucra el uso de ion férrico en un medio de ácido sulfúrico, para la formación de complejos.
- La velocidad de reacción de la tiourea depende de las concentraciones de tiourea y de oxidante.
- La velocidad de la disolución de oro es fuertemente determinada por el pH.

El oro puede ser recuperado de la solución de lixiviación con tiourea por medio de cementación (usando polvos de hierro o aluminio), por absorción con carbón activado, mediante electrowinning o a través de resinas de intercambio iónico.<sup>[3]</sup> Comparado con la cianuración, el uso de la tiourea tiene ciertas ventajas, como la baja sensibilidad en los metales base (Pb, Cu, Zn, As), baja sensibilidad en el sulfuro residual y alta recuperación de oro en concentrados de pirita y calcopirita.<sup>[4]</sup>

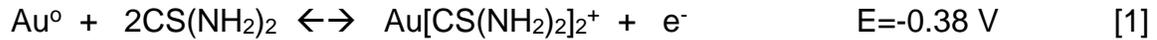
Aunque la alta efectividad de la tiourea como reactivo lixivante de oro ha sido estudiada, su uso industrial no se ha adaptado todavía por 3 principales razones:

- La tiourea es más cara que el cianuro.
- El consumo de tiourea es excesivo en presencia de oro.
- Se necesitan más desarrollos en los procesos alternos de obtención de oro.

Como ya se mencionó la tiourea reacciona más rápido que el cianuro; formando complejos catiónicos y se ha utilizado especialmente en minerales refractarios, y el costo del proceso puede resultar caro. El alto consumo de tiourea y una baja velocidad de disolución se le

pueden atribuir a una capa de sulfuro formada en la superficie de las partículas de oro, formadas por la degradación de la tiourea.

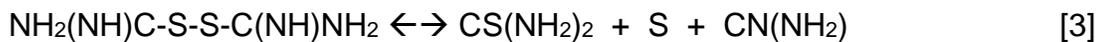
La tiourea es un compuesto orgánico que compleja fácilmente el oro en solución ácida formando un complejo estable, la reacción general es:



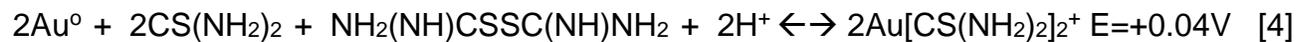
Paralelamente, la tiourea fácilmente se oxida formando disulfuro de formamidina:



De acuerdo con la reacción 2 el disulfuro de formamidina se forma lentamente en presencia de oxígeno, pero es fuertemente acelerado con el uso de agentes oxidantes, como lo son: el ion férrico, el peróxido de hidrógeno y el ozono, se observa en la reacción 4. No obstante, esta reacción es reversible y la formación del disulfuro de formamidina puede ser limitada a partir del control del potencial redox de la solución: Esto es importante porque el disulfuro de formamidina se desproporciona irreversiblemente en tiourea y un compuesto sulfúrico, el cual se descompone a su vez en sulfuro elemental y cianamida (reacción 3):

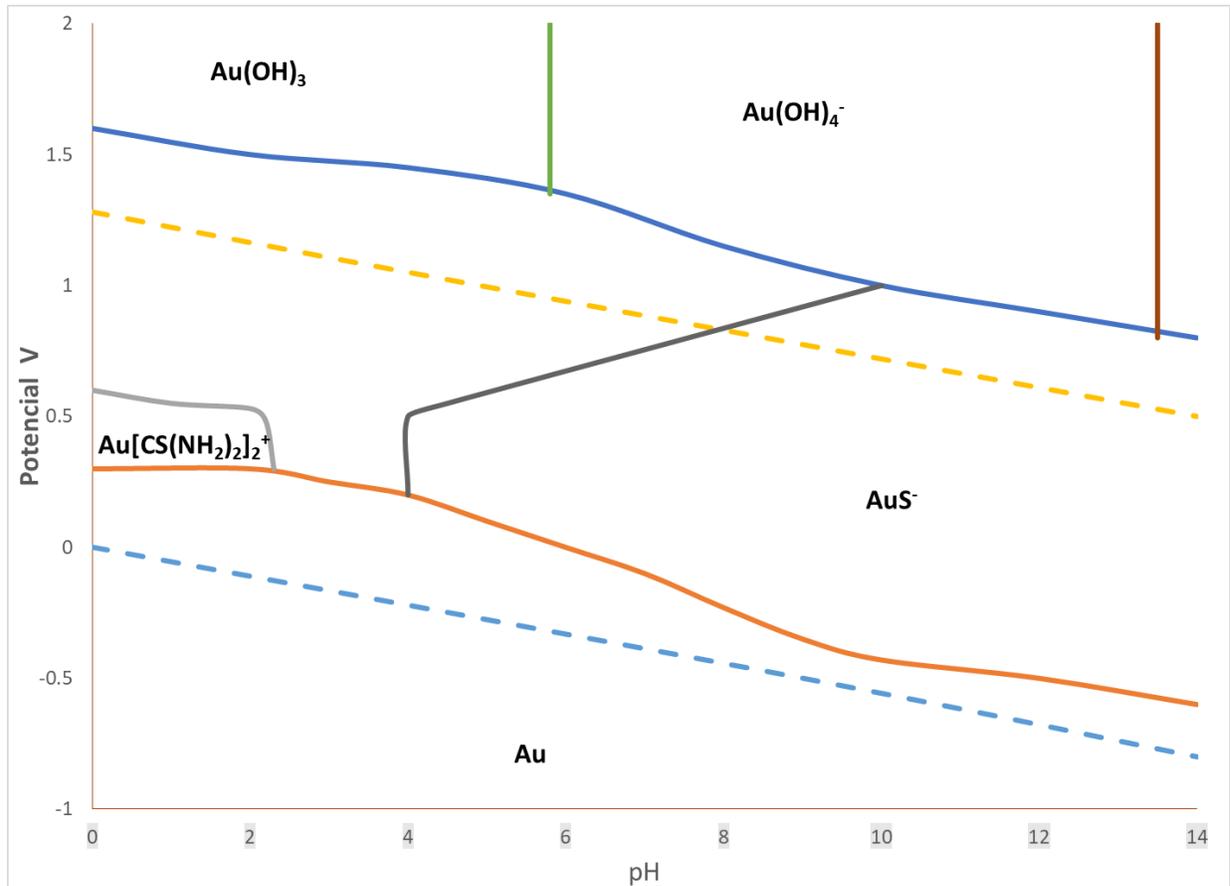


La reacción de lixiviación utilizando  $\text{H}_2\text{O}_2$  como oxidante es:



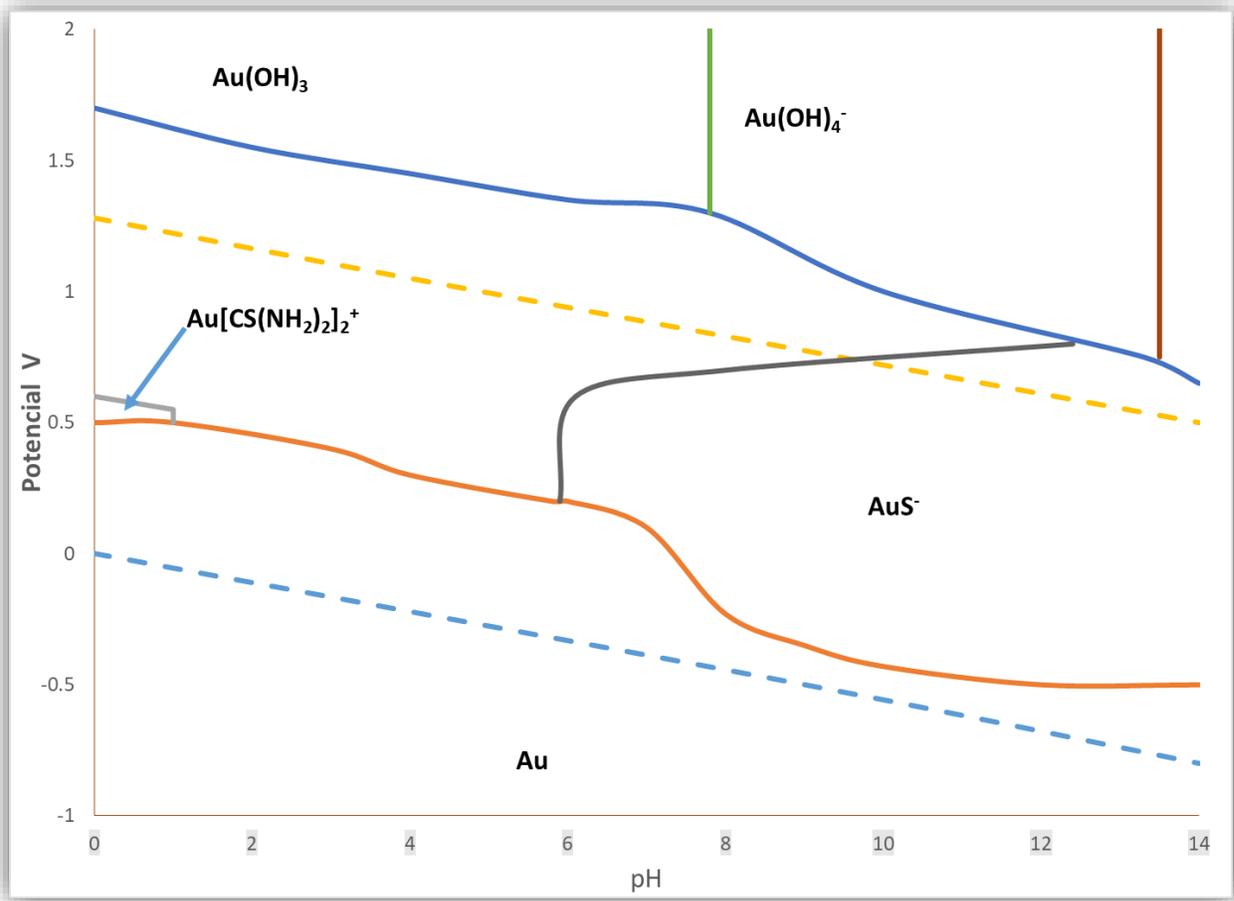
Los diagramas de Pourbaix (Figuras 4.1, 4.2 y 4.3) son útiles, para determinar las condiciones de la lixiviación. Por ejemplo, cuando la actividad de la tiourea es 10 000 veces

mayor que la de los iones Au figura 4.1, el área de predominio de los complejos es grande, proporcionando una mayor libertad en las condiciones (potencial y pH).



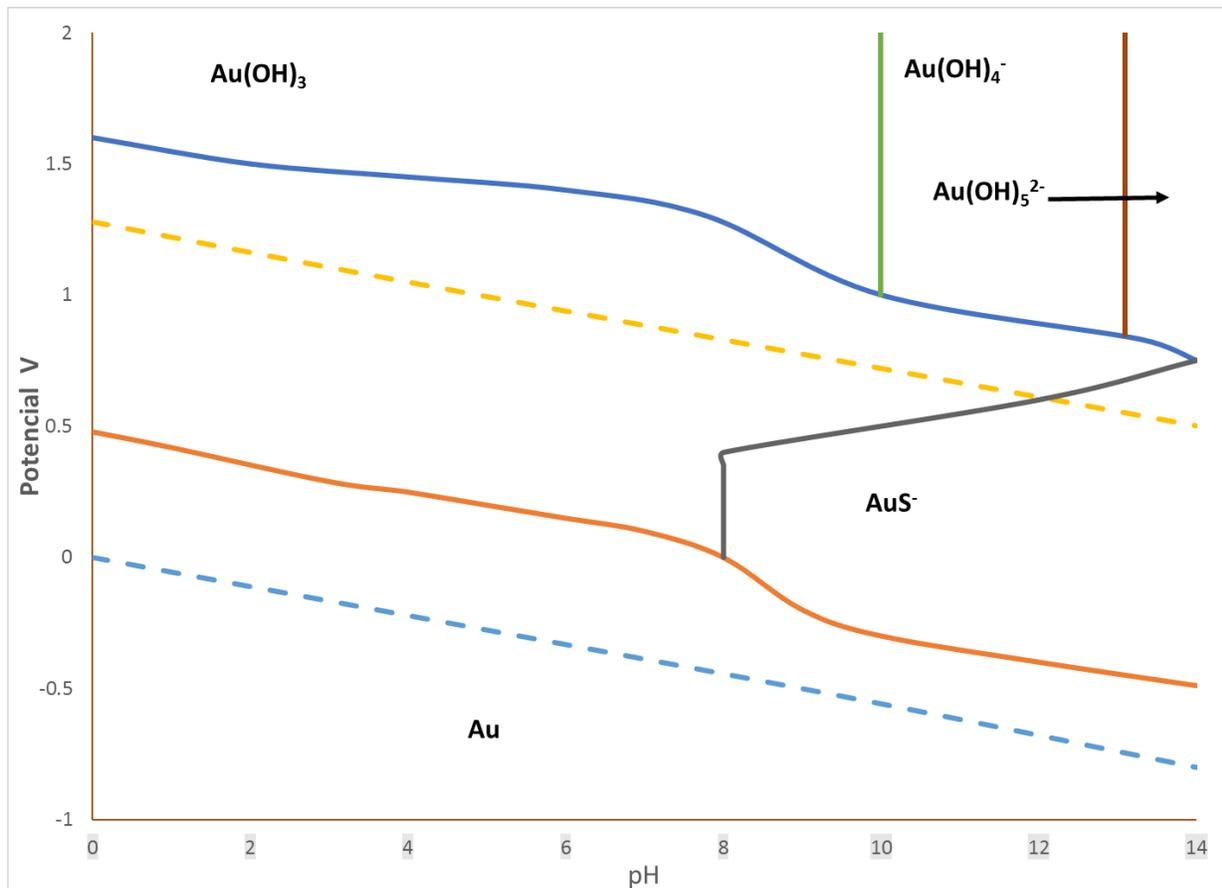
**Figura 4.1 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH; tiourea-Au, actividad de tiourea 10 000 veces mayor que la del Au.<sup>[5]</sup>**

En la figura 4.2 la actividad de tiourea es 100 veces mayor que la de Au, lo cual ocasiona un área de predominio del complejo auro-tiourea más pequeña que la de la figura 4.1; respecto al pH se disminuye llegando a un límite de 1.



**Figura 4.2 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH, tiourea - Au, actividad de tiourea 100 veces mayor que la del Au. [5]**

Quando se tienen actividades iguales entre el Au y la Tiourea, no se encuentra una zona de estabilidad para el complejo de aurotiourea, esto se observa en el diagrama de la Figura 4.3; a estas condiciones no hay formación de complejo, por lo que no hay una recuperación de Au.



**Figura 4.3 Diagrama de Pourbaix; potencial (V) vs pH, tiourea - Au, Tiourea tiene la misma actividad que el Au. [5]**

Por lo cual, se ve que es recomendable utilizar concentraciones de tiourea muy grandes comparadas con la del oro.

## 4.2 PURIFICACIÓN Y CONCENTRACIÓN

El complejo de oro contenido en la solución de lixiviación puede ser adsorbido sobre un adsorbente, como lo es el carbón activado, luego el carbón cargado con oro puede ser

separado de la corriente y finalmente, el oro puede ser desadsorbido en un pequeño volumen adecuado de solución para su posterior recuperación.<sup>[6]</sup>

Las propiedades más importantes del carbón activado que favorecen la extracción de oro son:

- capacidad de adsorción del oro.
- elevada velocidad de adsorción.
- resistencia mecánica y al desgaste.
- capacidad de ser reactivado.
- distribución de tamaño de partícula.
- costo y disponibilidad.

Los parámetros que afectan la eficiencia de la adsorción del oro sobre carbón activado son las siguientes: temperatura (cuando se incrementa la temperatura, disminuye la capacidad de carga), concentración de oro en la solución, concentración de tiourea, pH de la solución, concentración de otros metales, fuerza iónica y oxígeno disuelto. <sup>[7]</sup>

#### **4.2.1 ELUCIÓN**

El carbón activado que ha sido cargado con oro y otros metales por el proceso de adsorción, debe ser tratado por un paso posterior el cual se llama elución, en donde el oro y otros metales son desorbidos del carbón, esto da como resultado un volumen menor de solución con una concentración mayor de oro. <sup>[8]</sup>

El carbón es típicamente reutilizado de 100 a 400 ciclos de adsorción – elución. Esto depende de la calidad del carbón y la eficacia del proceso de reactivación; los factores más

importantes en el proceso de activación son la temperatura (entre mayor sea la temperatura, mayor es la eficiencia) y la presión.

La velocidad de elución puede incrementarse significativamente por la adición de solventes orgánicos tales como los alcoholes y los glicoles. Entre los alcoholes están el etanol, metanol y el isopropanol con concentraciones entre 15 y 25%; esto reduce el tiempo de elución entre 4 y 5 veces menos que el proceso Zadra. [8, 9]

La eficacia de estos solventes disminuye en el siguiente orden:

Isopropanol > etilenglicol > etanol

Para la reactivación del carbón se puede utilizar cualquier secuencia siguiente:

- Lavado ácido – desorción – reactivación térmica.
- Desorción – lavado ácido – reactivación térmica.
- Desorción – reactivación térmica – lavado ácido.

### **4.3 RECUPERACIÓN**

El proceso de recuperación se define como el paso mediante el cual el oro y otros metales son removidos de la solución concentrada; entre los procesos que se han utilizado, se tienen a la precipitación con zinc, precipitación con aluminio y electro recuperación, ésta última se usa para procesar soluciones con una concentración de oro alta. [10]

En los depósitos de oro, concentraciones bajas de plomo, 1 mg/L permite tener efectos benéficos; debido a que tiene un efecto catalítico en la doble capa eléctrica y despolariza

la reducción del oro. El cobre, al igual que el plomo, tiene el mismo efecto, pero en concentraciones mayores (300 mg/L).

Entre las variables que afectan la eficiencia y la cinética de reacción se tienen a: la concentración de oro, la temperatura, el área de la superficie del cátodo, el voltaje de celda, la corriente de celda, la conductividad de la solución, el pH y la concentración de la tiourea. [11, 12]

El electro depósito del oro, proveniente de soluciones ácidas de tiourea, requiere de una celda especial; en la que el cátodo y el ánodo se encuentren separados, y conectados eléctricamente mediante una membrana, para evitar la oxidación excesiva de reactivo y otras reacciones perjudiciales en el cátodo. Esto es de gran importancia cuando se involucran los sulfuros; los cuales contaminan el producto y reducen la eficiencia de celda. [13]

La principal reacción electroquímica ocurre en la superficie del cátodo y es la reducción del complejo oro-tiourea:



Durante la electrorecuperación, la principal reacción anódica es la oxidación del agua a oxígeno:

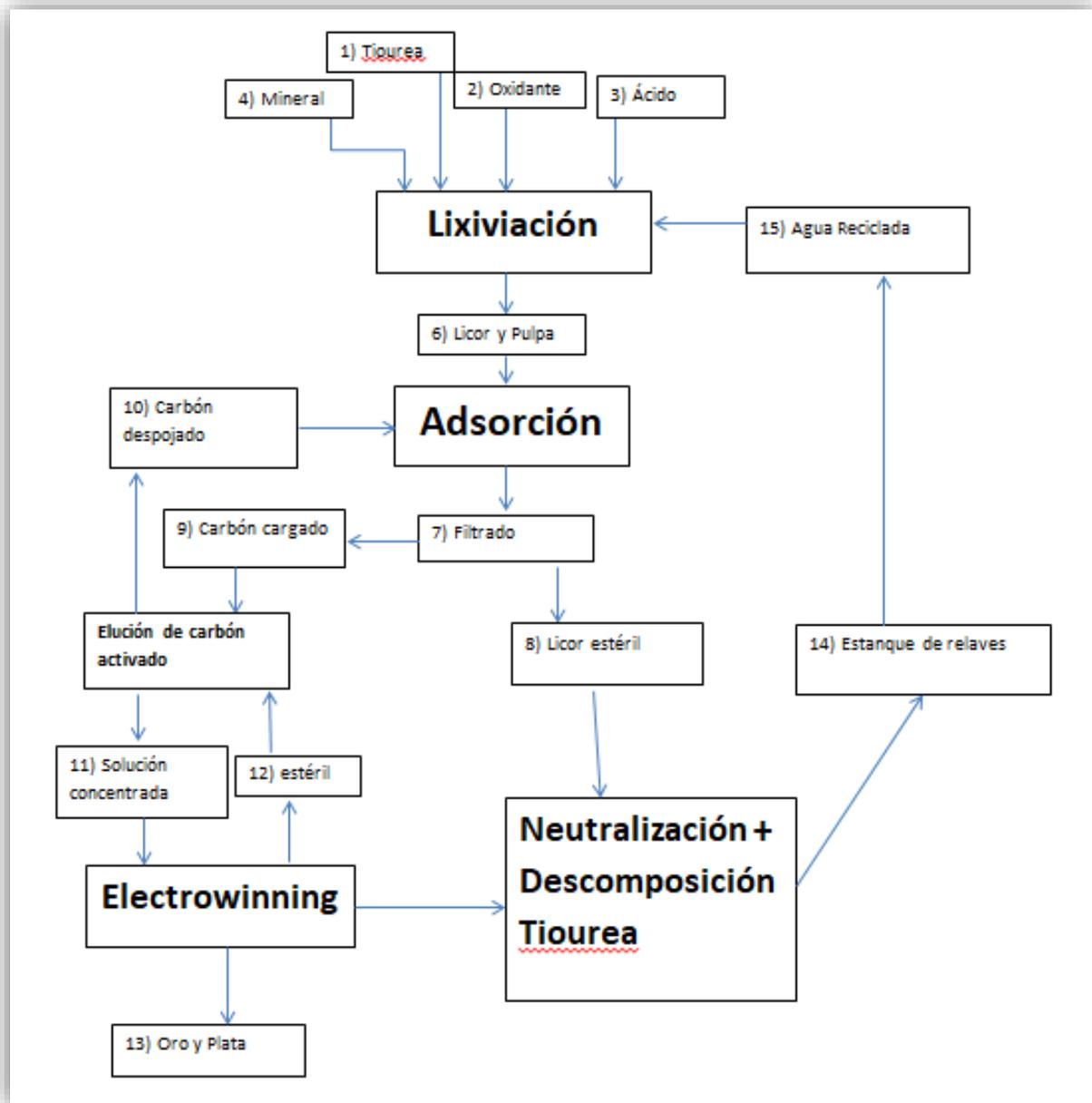


La principal reacción parásita ocurre en la superficie del cátodo, siendo la reducción del agua:



Además, puede ocurrir la reducción de los productos de la oxidación de la tiourea, como lo es el disulfuro de formamidina. <sup>[12]</sup>

La mayoría de los principales métodos de extracción de oro a partir de soluciones de cianuro, se pueden aplicar a los procesos con tiourea. Fue en el año de 1986 que Schulze propuso el método óptimo para obtención de oro mediante la lixiviación con tiourea, además del uso del Proceso *Carbon in Pulp (CIP)*, ver Figura 4.4.



**Figura 4.4 Diagrama Proceso de obtención de Au (CIP) Schulze. <sup>[12]</sup>**

#### **4.4 DISEÑO DE EXPERIMENTOS**

Un diseño de experimentos puede ser resumido con un conjunto de experimentos planeados, ejecutados por un experimentador. El experimentador ajusta las variables bajo condiciones controladas en el orden de coleccionar resultados de respuesta necesitados, ya sea para determinar la importancia de la respuesta y así poder realizar ajustes.

##### **FACTOR**

Un factor es la variable controlada por el experimentador y puede ser vista como el estímulo: las variables controladas o incontroladas las cuales influyen en la respuesta del experimento estudiado.

##### **NIVELES**

Un nivel se refiere al conjunto de posibles valores de un factor en un diseño de experimentos durante el progreso del mismo. Los niveles de un factor pueden ser medidas cuantitativas o medidas cualitativas.

##### **TRATAMIENTO**

En un nivel simple asignado a un factor simple o valor experimental durante la experimentación; es también una combinación específica de niveles de un factor.

##### **EFFECTOS**

Un diseño experimental usa efectos para determinar ya sea si un factor a un nivel en particular tiene un impacto significativo en el proceso.

## **5. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES (METODOLOGÍA)**

El Proyecto se dividió en dos partes, una parte cualitativa y otra cuantitativa; respecto a la parte cualitativa, se trabajó el proceso de lixiviación, concentración y purificación, y electrowinning. Cabe señalar que el tamaño de partícula del mineral que se utilizó en todas las lixivaciones fue de 100  $\mu\text{m}$ .

### **5.1 SUSTANCIAS**

- 1.- Agua destilada.
- 2.- Ácido sulfúrico( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), J.T. Baker.
- 3.- Agua Oxigenada( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), Comercial al 3%.
- 4.- Tiourea( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ), Meyer 99% de pureza.
- 5.- Carbón activado.
- 6.- Alcohol Isopropílico( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ ), pureza 96%.

### **5.2 EQUIPO Y MATERIALES**

1. 2 vasos de Precipitados de 1L.
2. 1 vaso de Precipitados de 500 mL.
3. 2 matraz Erlenmeyer de 250 mL.
4. Termómetro de Mercurio.
5. Parrilla Magnética.
6. 2 pipetas volumétricas 5 mL.

7. 1 agitador magnético.
8. 1 matraz Kitasato de 500 mL.
9. 1 embudo Buchner.
10. Placa de acero inoxidable 304.
11. Placa de Plomo.
12. Celda de acrílico.
13. 2 caimanes.
14. Fuente de Energía BK Precision.

### **5.3 PARTE CUALITATIVA**

El Proceso se dividió en 3 partes:

1. Lixiviación.
2. Concentración y Purificación.
3. Electrowinning

#### **LIXIVIACIÓN**

En la Tabla 5.1 se presentan las condiciones experimentales usadas en la lixiviación. La concentración del oxidante y la densidad de pulpa son las variables que se cambian, según se muestra en la Tabla 5.3 así como las condiciones y reactivos usados durante la lixiviación tabla 5.2, éstas son iguales para ambos minerales los cuales fueron denominados como: Mine -1 y Mine -2.

VARIABLES DE CONTROL:

**Tabla 5.1 Variables de control en la lixiviación con tiourea.**

Variable	Valor
Temperatura, °C	25
Tiempo, h	4
Ph	1
Agitación	3
Oxidante (Variable 1), M	0.005 – 0.01
Concentración de Tiourea, g/kg	100
Densidad de la pulpa (Variable 2), w/v%	10 – 20

**Tabla 5.2 Condiciones y reactivos usados en la lixiviación con tiourea.**

Condiciones/ Reactivos:	Mine – 1	Mine – 2
Agua [mL]	800	800
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> [mL]	6	6
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> [mL]	6	6
Tiourea [g]	80	80
Mineral [g]	80	80
pH	1	1
Agitación	3	3
Temperatura [°C]	23	23

**Tabla 5.3 Plan de experimentación para la lixiviación con tiourea.**

Corrida	Oxidante [M]	Densidad de pulpa [w/v%]
1	0.01	20
2	0.005	20
3	0.01	10
4	0.005	10

Procedimiento seguido:

- Se preparó la solución de tiourea con ácido sulfúrico, ajustándolo a un pH de 1.
- Se añadió el oxidante a la solución, agua oxigenada; al final se agregó el mineral.
- La temperatura se mantuvo constante a 25°C, y a una agitación constante en nivel 3 durante las 4 horas del experimento.
- Después de las 4 horas de lixiviación, la pulpa se filtró del licor lixiviado.

## CONCENTRACIÓN Y PURIFICACIÓN

Esta es la parte se utilizó carbón activado para adsorber el oro, posteriormente el carbón se separó y se le realizó el paso de elución para tener un licor concentrado.

En la Tabla 5.4 se presentan las variables de control, utilizadas para la adsorción con carbón; modificando la concentración de carbón y el tiempo del proceso.

**Tabla 5.4 Variables de control, utilizadas en la concentración del oro con carbón.**

Variables	Valor
Temperatura, °C	20
Concentración de Carbón (Variable 1), g/L	10 -20
pH	1
Agitación	3
Tiempo, min.	30 – 60

En la Tabla 5.5 se presentan las condiciones y los reactivos utilizados para los minerales Mine – 1 y Mine – 2.

**Tabla 5.5 Condiciones y reactivos utilizados para la adsorción del oro en el carbón.**

<b>Condiciones y Reactivos</b>	<b>Mine – 1</b>	<b>Mine – 2</b>
Licor lixiviado [mL]	900	900
Temperatura [°C]	22	22
pH	1	1
Carbón [g]	9	9
Agitación	3	3
Tiempo [h]	1	1

Procedimiento:

- Al licor lixiviado se le añadió el carbón activado, en el matraz.
- Se mantuvo la temperatura constante en un baño de agua.
- Al finalizar el tiempo, se filtró el carbón de la solución, considerada estéril.
- La solución estéril se reutilizo y el carbón cargado se pasa a la siguiente fase del proceso.

## **ELUCIÓN**

El complejo de Au se despoja del carbón cargado utilizando las condiciones mostradas en la Tabla 5.6, la cual presenta las variables de control utilizadas en la elución. Las variables que cambian son la concentración de tiourea y la concentración de alcohol isopropílico.

**Tabla 5.6 Variables de control utilizadas en la Elución.**

<b>Variables</b>	<b>Valor</b>
Temperatura, °C	25
Concentración de Tiourea (Variable 1), g/L	5 – 10
Concentración de alcohol isopropilico (Variable 2), v/v%	5 -10
pH	1
Tiempo de tratamiento, h	6

Se ejecutó un diseño factorial con,  $2^2= 4$ , corridas y siguiendo el plan de experimentación propuesto en la Tabla 5.7.

**Tabla 5.7 Plan de Experimentación, parte Elución.**

<b>Corrida</b>	<b>Concentración Tiourea [g/L]</b>	<b>Concentración alcohol [%v/v]</b>
1	10	10
2	5	10
3	10	5
4	5	5

Procedimiento:

- La elución se realizó en 3 pasos, considerados lavados.
- En cada lavado se utilizaron las condiciones y reactivos mencionados en la Tabla 5.8.
- Cada lavado duro 2 horas, una vez concluido el tiempo, el carbón se filtra, dejando una solución limpia.

- Cada lavado se realizó con una menor cantidad de volumen que en la parte de lixiviación, con el fin de concentrar.
- La solución filtrada se preparó para la siguiente etapa.

**Tabla 5.8 Condiciones y reactivos utilizados en la elución.**

Condiciones y reactivos	Mine – 1	Mine – 2
Agua [mL]	200*	200*
Tiourea [g]	0.5*	0.5*
Alcohol isopropílico [mL]	20*	20*
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> [mL]	0.5*	0.5*
Temperatura [°C]	56 – 60	52 – 60
pH	1	1
Tiempo [h]	6	6
Agitación	3	3

\*Cantidad utilizada por cada lavado.

## ELECTRORECUPERACIÓN

En la Tabla 5.9 se presentan las variables de control utilizadas, y las variables que se modifican, como lo es la densidad de corriente y el tiempo.

**Tabla 5.9 Variables de control, utilizadas en la electrorecuperación.**

Variable	Valor
Temperatura, °C	60
Agitación	3
Densidad de corriente (Variable 1), A/dm <sup>2</sup>	0.8 – 2.0
pH	1
Concentración de tiourea g/L	1.5
Tiempo, min. (Variable 2)	10 – 15
Ánodos	Plomo
Cátodos	Acero inoxidable 304
Voltaje, V	1.1

Se aplica un diseño factorial de  $2^2= 4$  y un plan de experimentación propuesto en la Tabla 5.10.

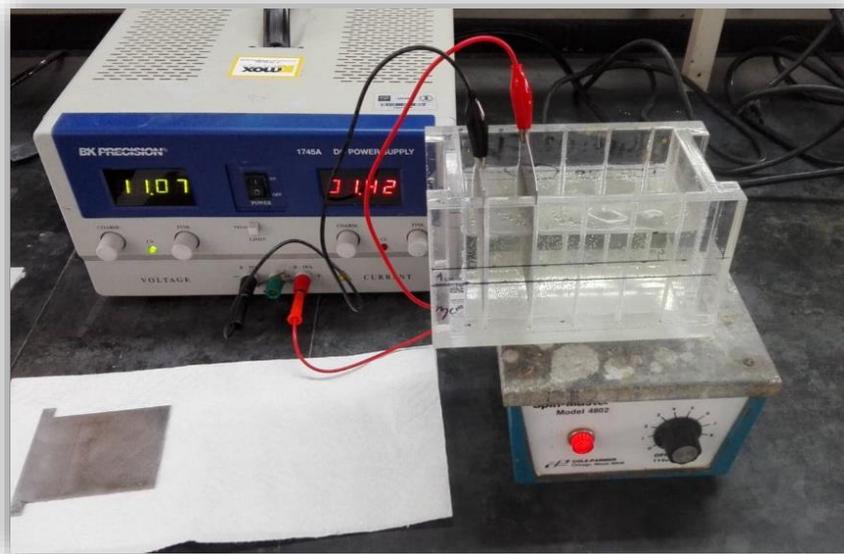
**Tabla 5.10 Plan de experimentación para la electrorecuperación.**

Corrida	Tiempo	Densidad de corriente
1	15	2.0
2	10	2.0
3	15	0.8
4	10	0.8

Procedimiento:

- La solución se calentó a 60 °C.
- La solución concentrada y purificada se colocó en una celda de acrílico.
- Se sumergieron cátodo y ánodo (cátodo y ánodo previamente lijados y limpios).
- Se conectaron a una fuente de poder mediante caimanes.
- Se suministró la corriente durante el tiempo estipulado.
- La agitación se mantuvo durante todo el experimento.

En las Figura 5.1 se presentan imágenes de los aparatos utilizados para la lixiviación, concentración y electrowinning.



**Figura 5.1 Sistema utilizado en el proceso de electrowinning.**

Utilizando la solución resultante de la lixiviación del mineral Mine – 1 y las condiciones a las cuales se sometieron los dos experimentos, en la Tabla 5.11 se presentan los valores de densidad de corriente y voltajes aplicados para dos corridas.

**Tabla 5.11 Condiciones de experimentación, Electrorecuperación, Mine - 1.**

Condiciones Mine – 1	Corrida 1	Corrida 2
Voltaje, V	3.45	11.07
Corriente, A	0.31	1.41
Área, dm <sup>2</sup>	0.3969	0.7056
Densidad de corriente, A/dm <sup>2</sup>	0.8	2
Tiempo, min	15	15
Cátodo	Acero inox. 304	Acero inox. 304
Ánodo	Acero inox. 304	Acero inox. 304
Temperatura, °C	60	60

## 5.4 EXPERIMENTACIÓN CUANTITATIVA

Para la parte cuantitativa se siguió la misma metodología utilizada en la lixiviación.

### LIXIVIACIÓN

Se trabajó con un diseño factorial de,  $2^3 = 8$  y considerando 3 variables de control y dos valores, teniendo como resultado 8 corridas.

Las variables de control que se consideraron son: 1) concentración de tiourea, 2) densidad de la pulpa y 3) concentración de oxidante.

**Tabla 5.12** *Diseño de experimentos utilizados para la lixiviación con tiourea.*

Corrida	concentración de tiourea	densidad de la pulpa	concentración de oxidante
1	+	+	+
2	-	+	+
3	+	-	+
4	-	-	+
5	+	+	-
6	-	+	-
7	+	-	-
8	-	-	-

Este conjunto de condiciones dio lugar a un plan de experimentación, el cual se muestra en la Tabla 5.13

**Tabla 5.13 Plan de experimentación para la lixiviación con tiourea.**

	<b>Oxidante [M]</b>	<b>Tiourea [g/Kg]</b>	<b>Densidad de pulpa [%m/v]</b>
1	0.01	150	20
2	0.005	150	20
3	0.01	90	20
4	0.005	90	20
5	0.001	150	10
6	0.005	150	10
7	0.01	90	10
8	0.005	90	10

Procedimiento:

- Se preparó la solución de tiourea con ácido sulfúrico, ajustándolo a un pH de 1.
- Se añadió el oxidante a la solución, agua oxigenada; al final se agregó el mineral.
- La temperatura se mantuvo constante a 25°C, y a una agitación en nivel 3 durante las 4 horas del experimento.
- Se muestreó a los 15, 30, 60, 120 y 240 minutos.
- Se tomaron muestras de 1 mL, y se aforaron a 50 mL; las cuales se analizaron mediante absorción atómica.
- Después de las 4 horas de lixiviación, la pulpa se filtró del licor lixiviado.

## 6. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

En la Tabla 6.1, se presenta la caracterización del mineral (Mine – 2) la cual se analizó mediante la técnica de emisión de rayos x, el cual en su mayoría es carbonato de calcio y oxido de silicio.

**Tabla 6.1 Composición química del mineral Mine-2.**

Compuesto	%
Ca	45.1
Si	39.93
Al	4.54
Pb	3.03
Fe	2.54
Cu	2.04
Zn	1.15
K <sub>2</sub> O	0.69
MgO	0.41
Cd	0.2
Au	5.5 g/t

En la primera parte, tanto Mine -1 como Mine – 2 se trabajaron a las mismas condiciones experimentales con el propósito de determinar con cuál mineral se realizarán las pruebas de la parte cuantitativa. En este caso se encontró que Mine – 2 contiene más oro.

En la parte cualitativa, la lixiviación para ambos minerales dio prácticamente los mismos resultados. No hubo diferencias notables en el pH ni de potencial. Al revisar la pulpa después del tratamiento, no se encontró evidencia de que se haya formado una capa de azufre en el mineral; lo cual indica que no hubo cambios en el pH ni en el potencial.

## 6.1 EXPERIMENTACIÓN CUALITATIVA

Utilizando la solución resultante de la lixiviación del mineral Mine – 1 y las condiciones a las cuales se sometieron los dos experimentos, se presentan los valores de densidad de corriente obtenidos para los voltajes aplicados. En la Tabla 6.2 se presentan los resultados para el experimento 1. Cada 5 minutos se midió potencial, corriente y masa depositada.

**Tabla 6.2 Corrida 1; Mine - 1.**

Mine -1		Masa inicial: 38.9512 g	
Tiempo, min	Potencial, V	Corriente, A	Masa, g
5	3.78	0.33	$2 \times 10^{-4}$
10	3.78	0.32	$3 \times 10^{-4}$
15	3.87	0.33	$4 \times 10^{-4}$
<b>Total</b>			
15			$4 \times 10^{-4}$

En la Tabla 6.3 se presentan los resultados para la corrida 2, el cual se realizó a valores de potencial y de corriente mayor.

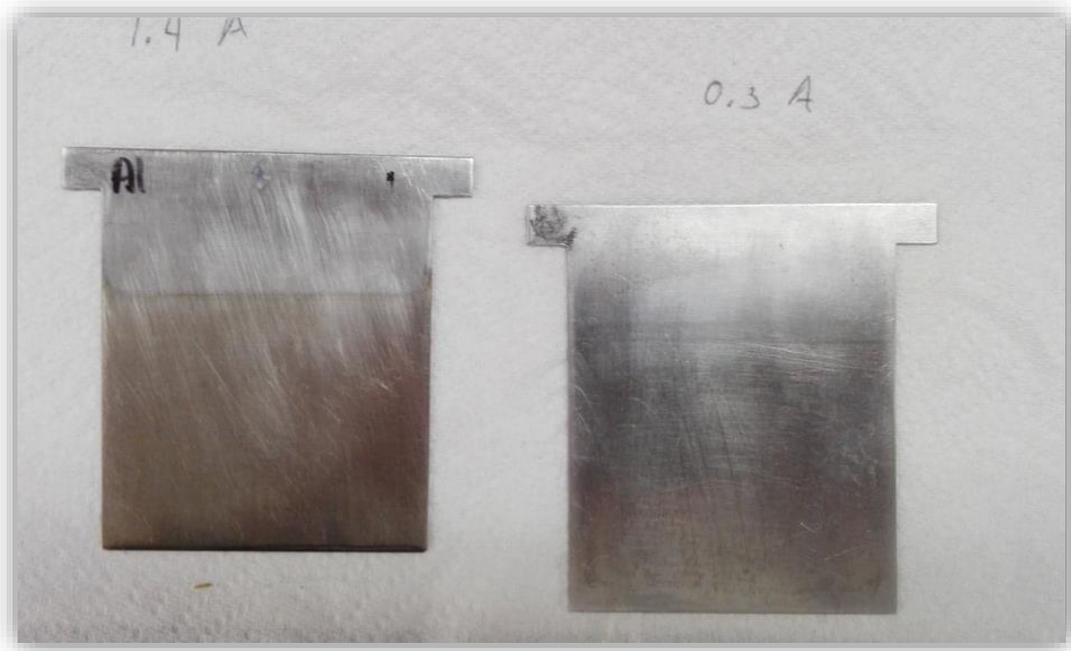
**Tabla 6.3 Corrida 2; Mine - 1.**

Mine – 1		Masa inicial: 39.3556 g	
Tiempo, min	Potencial, V	Corriente, A	Masa, g
5	11.33	1.44	$1 \times 10^{-4}$
10	11.80	1.44	$8 \times 10^{-4}$
15	11.97	1.44	$1.1 \times 10^{-3}$
<b>Total</b>			
15			$1.1 \times 10^{-3}$

En la Figura 6.1 se muestra la masa depositada vs tiempo de electrodeposición, en el cual se aprecia que en el experimento 2 hubo un mayor depósito dentro de los 15 minutos.



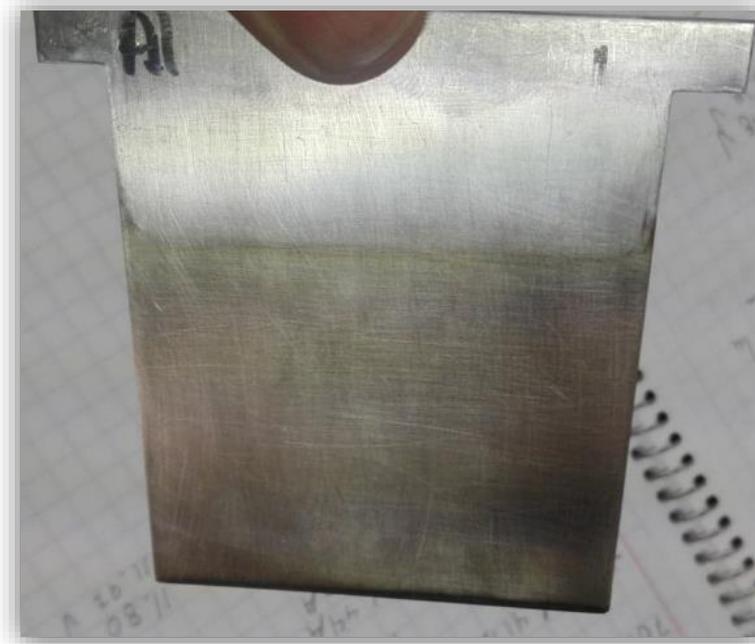
**Figura 6.1 Gráfico Masa vs tiempo; Mine - 1; Corrida 2 con mayor depósito (Experimento 2)**



***Figura 6.2 Cátodos Mine-1: De lado izquierdo experimento 2;  
de lado derecho experimento 1.***

En la Figura 6.2 y en la Figura 6.3 se aprecia que en el experimento 2 se obtuvo un mayor depósito en los 15 minutos de experimentación, a un potencial y a una corriente elevada. Se observa el cátodo de la izquierda con un tono dorado, la cual es evidencia de que hubo un mayor depósito, además de que se presentó con mayor uniformidad; esto se observa mejor en la Figura 6.3.

El depósito del cátodo en la corrida 2, fue más uniforme que en la corrida 1, debido a que hubo una mayor cantidad de material depositado, debido a corrientes mayores.



***Figura 6.3. Cátodo Mine-1: corrida 2; Mayor deposito.***

## **MINE – 2**

Utilizando la solución de Mine – 2.

En la Tabla 6.4 se presentan las condiciones para los experimentos 1 y 2, utilizando Mine – 2; en los cuales se realizaron dos corridas, con voltajes y corrientes diferentes (ver Tabla 6.4).

**Tabla 6.4 Condiciones de experimentación, Electrowinning Mine – 2.**

Condiciones	Corrida 1	Corrida 2
Voltaje, V	3.05	5.22
Corriente, A	0.56	1.41
Tiempo, min	15	15
Densidad de corriente, A/dm <sup>2</sup>	0.8	2
Cátodo	Acero inox.304	Acero inox. 304
Ánodo	Acero inox. 304	Acero inox. 304
Temperatura, °C	60	60

En las Tablas 6.5 y 6.6 se presentan los resultados para Mine – 2, donde solo se modificó el potencial (3.05 y 5.22 V) y la corriente (0.56 y 1.41 A), ambos monitoreados cada 5 minutos.

**Tabla 6.5 Corrida 1; Mine - 2.**

Mine – 2		Masa inicial: 39.3354 g	
Tiempo, min	Potencial, V	Corriente, A	Masa, g
5	3.21	0.59	3x10 <sup>-4</sup>
10	3.27	0.60	5x10 <sup>-4</sup>
15	3.32	0.60	1x10 <sup>-3</sup>
<b>Total</b>			
15			1x10 <sup>-3</sup>

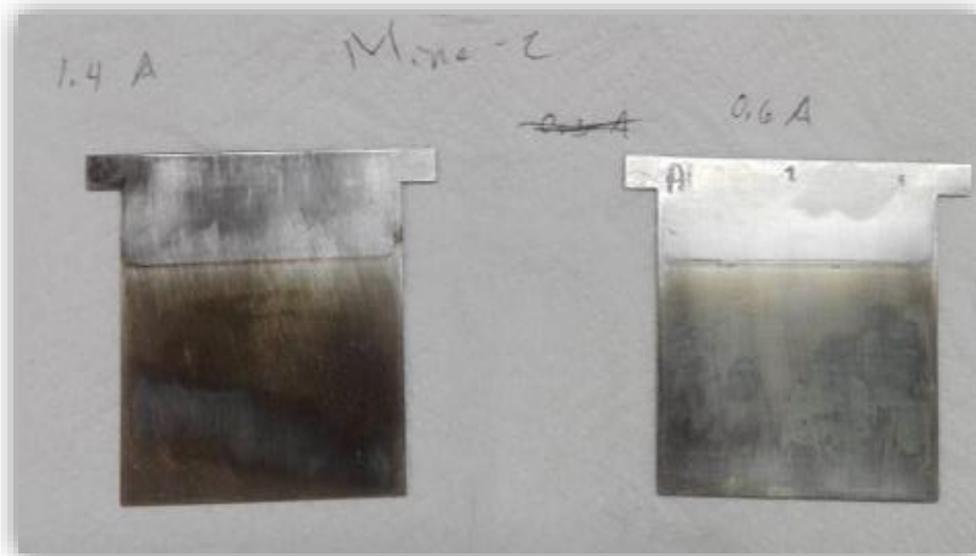
**Tabla 6.6 Corrida 2; Mine - 2.**

<b>Mine -2</b>		<b>Masa inicial: 38.9385 g</b>	
<b>Tiempo, min</b>	<b>Potencial, V</b>	<b>Corriente, A</b>	<b>Masa, g</b>
5	5.30	1.50	0
10	5.40	1.48	$7 \times 10^{-4}$
15	5.88	1.60	$1.9 \times 10^{-3}$
<b>Total</b>			
15			$1.9 \times 10^{-3}$

Los resultados de las tablas 6.5 y 6.6 se graficaron para observar con mayor detalle la diferencia entre corridas; esto se observa en la figura 6.4, se aprecia que en la corrida 2 hubo un mayor deposito, esto debido a que al aumentar la corriente, se aumenta el deposito pero a la vez se aumenta el consumo energético, por lo que lo vuelve un proceso ineficiente.

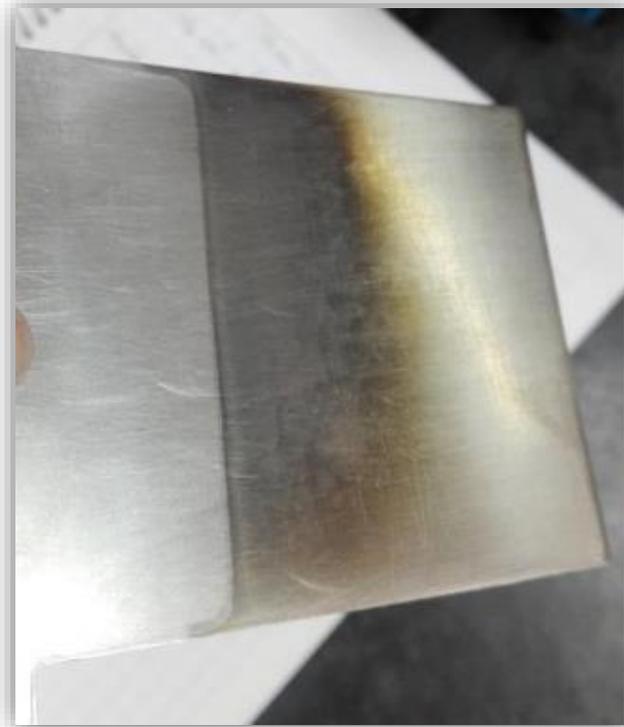


**Figura 6.4** Gráfico Masa vs tiempo; Mine - 2. Corrida 2 (Experimento 2).



**Figura 6.5** Cátodos Electrowinning, Mine-2; de lado izquierdo experimento 2; de lado derecho experimento 1

En la Figuras 6.5 y 6.6 se presentan los depósitos en los cátodos para los experimentos de comparación del efecto de la corriente, en donde se observa que, en el cátodo utilizado con mayor corriente, experimento 2, hubo un mayor depósito.



***Figura 6.6 Cátodo de acero inoxidable, experimento 2, Mine-2.***

Al comparar Mine -1 y Mine -2, se demuestra que Mine – 2 presentó un mejor comportamiento, es decir, mejores eficiencias a corrientes mayores; lo que indica que si se trabaja con corrientes mayores la masa depositada es mayor, con un consumo menor.

Respecto al proceso de electro recuperación, tanto Mine – 1 como Mine – 2, tienen eficiencias muy bajas, debido a bajas concentraciones del complejo aurotiourea; respecto a

la solución Mine – 1, a baja corriente (corrida 1) el mejor comportamiento se encontró a los 5 minutos comparado con la corrida 2, su comportamiento es superior a todas las demás, a pesar de que en la corrida 2 se depositó más oro.

En Mine – 2, la corrida 2 se depositó más oro que en la corrida 1 a los 15 minutos, pero al tener corrientes mayores, afecta en el consumo de energía.

Tanto en Mine-1 y en Mine-2, la mayor cantidad de depósito se obtuvo aplicando la densidad de corriente mayor, es decir de  $2 \text{ A/dm}^2$ , y considerando solo una cara del cátodo como área.

Al aumentar la corriente, el potencial también se eleva, esto afecta en el consumo de energía, ya que, si el potencial es mayor y la eficiencia es baja, el consumo de energía se eleva considerablemente, ya que es necesario aumentar la corriente para obtener los mismos depósitos; por otro lado al aumentar la corriente y aumentar el potencial, ocurre una descomposición en la Tiourea, lo que afecta en el depósito, contaminando la solución y volviendo ineficiente el proceso.

Respecto al contenido de oro en el licor se ve afectado en el potencial, ya que si la cantidad de oro es baja se requiere aplicar un potencial mayor y por lo tanto una corriente elevada, aumentando costos, el depósito de oro aumenta, pero la eficiencia disminuye, además de que oxida la solución.

### **CORRIDA 3**

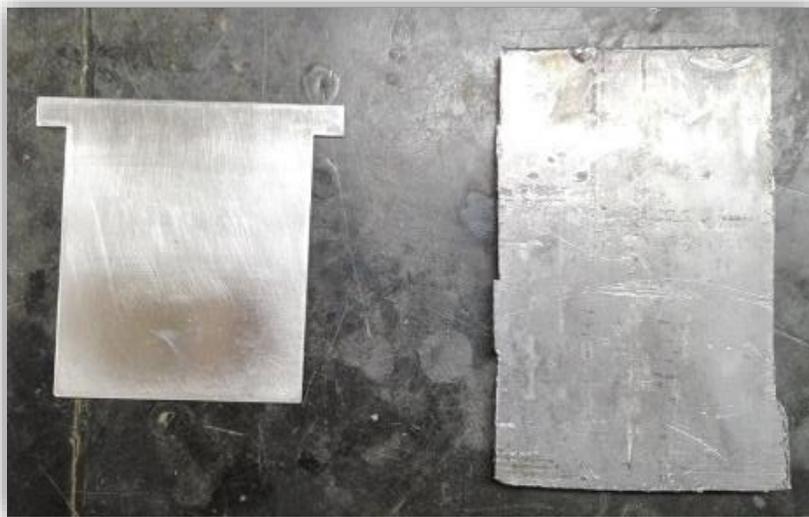
Utilizando la solución Mine – 2, se realizó la corrida 3 y la corrida 4, en estos experimentos hubo un cambio de ánodo, utilizando uno de plomo en lugar de acero inoxidable.

Condiciones: Voltaje de 1.26 V; Corriente de 0.05 A; Tiempo de 10 minutos; ánodo de plomo.

Resultados:

$$Masa\ depositada = Masa\ inicial - Masa\ final$$

$$Masa\ depositada = 39.9672\ g - 39.9681\ g = 0.0009\ g$$



***Figura 6.7 Cátodo de acero con oro (izquierda) y ánodo de plomo (derecha). Placas utilizadas para la corrida 3.***

En el experimento 3 se encontró el mejor comportamiento en toda la experimentación realizada, ya que se modificó el potencial y no la corriente como en los experimentos anteriores, dejando un potencial de 1.26 V a un tiempo de 10 minutos y una corriente de 0.05 A, el depósito es uniforme, pero es muy poco el oro depositado (ver Figura 6.7).

#### **CORRIDA 4**

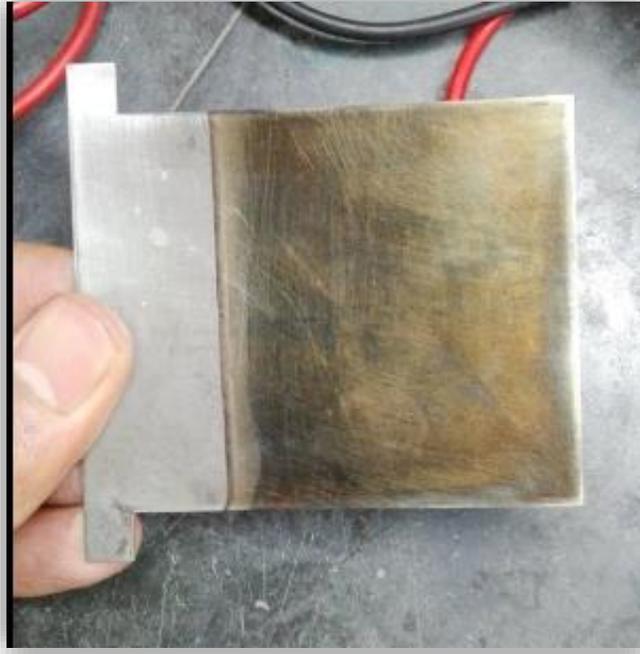
Utilizando Mine – 2, comparado con la corrida 3, el potencial y la corriente se elevaron.

Condiciones: Voltaje de 5.22 V; Corriente 1.86 A; superficie de contacto 0.931 dm<sup>2</sup>; densidad de corriente de 2 A/dm<sup>2</sup>; Tiempo 15 minutos; ánodo de plomo

Resultados:

$$\text{Masa depositada} = \text{Masa inicial} - \text{Masa final}$$

$$\text{Masa depositada} = 39.3579 \text{ g} - 39.3698 \text{ g} = 0.0119 \text{ g}$$



**Figura 6.8 Cátodo de acero, con depósito mayor.**

La mayor eficiencia entre las corridas 1 y 2 se encontró con Mine – 1, a un tiempo de 5 minutos, a pesar de que es el mejor, el tiempo no es suficiente para encontrar un buen depósito de metal; así que la segunda eficiencia se encontró con Mine – 2, a un tiempo de 15 minutos; ya que el potencial no se elevó tanto en Mine – 2, se utilizó éste para las corridas 3 y 4.

Comparado con la corrida 4, la corriente es mayor, el tiempo es mayor, la eficiencia es más baja que en la corrida 3, y se puede comparar con las corridas 1 y 2, pero

la cantidad de metal depositado es la mayor en toda la experimentación y esto se observa en la Figura 6.8.

En las corridas 3 y 4 el ánodo utilizado fue de plomo, diferente al usado en las corridas 1 y 2, donde éste fue de acero inoxidable 304. Con el uso de plomo la solución no se contaminó al aumentar la corriente, es decir nos permite trabajar a corrientes mayores, con un potencial bajo, al no contaminar la solución, ya que la tiourea no se está oxidando y al depositar más metal, significa que la tiourea no se deposita y no hay reacciones parásitas.

## **6.2 EXPERIMENTACIÓN CUANTITATIVA**

En esta parte se presentan los resultados de la lixiviación, la cual se estudió mediante un diseño de experimentos  $2^3$ . En la Tabla 6.7 se muestran los porcentajes de disolución de oro. Para cada lixiviación, se presentan 5 lecturas, las cuales representan las muestras tomadas a los 15, 30, 60, 120 y 240 minutos, respectivamente; en el Apéndice A, página 61, se presentan los cálculos utilizados para determinar el porcentaje de oro disuelto.

**Tabla 6.7 Porcentajes de disolución de Au en cada lixiviación.**

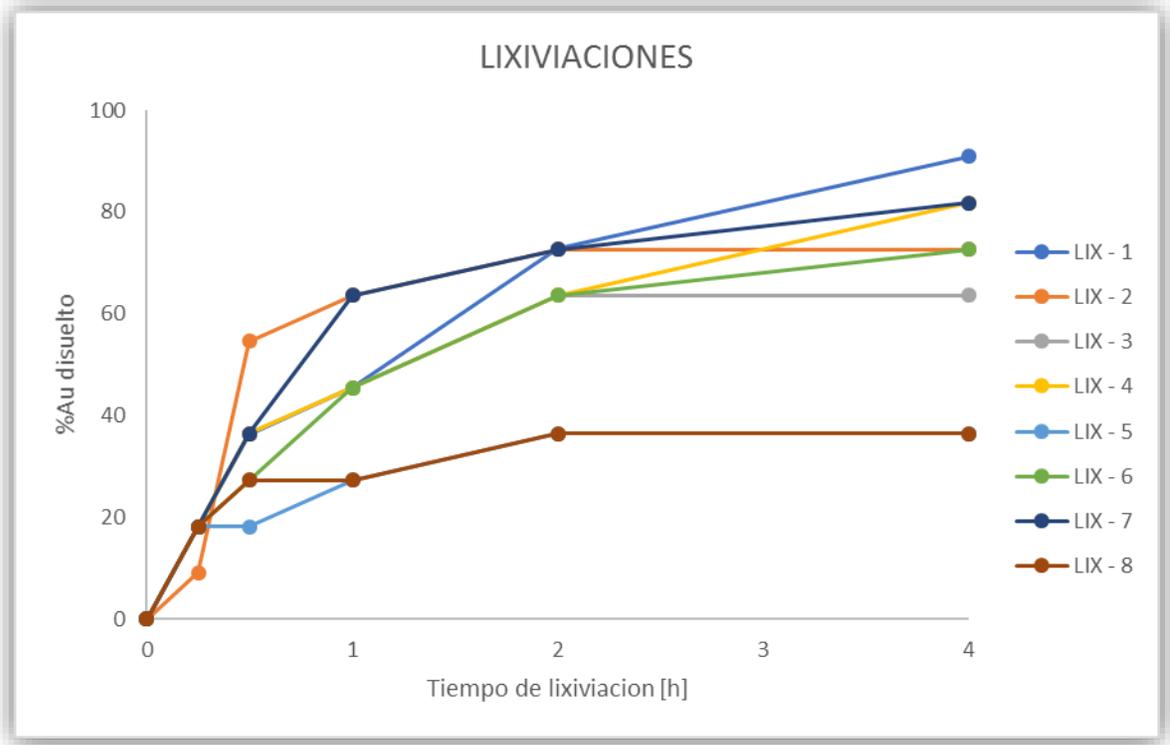
	Lectura Absorción	Concentración	[Au] disuelto	%Audisuelto
<b>LIXIVIACION 1</b>	0.02	1	0.0001	18.18
	0.04	2	0.0002	36.36
	0.05	2.5	0.00025	45.45
	0.08	4	0.0004	72.72
	.1	5	0.0005	90.91
<b>LIXIVIACION 2</b>	0.01	0.5	0.00005	9.1
	0.06	3	0.0003	54.6
	0.07	3.5	0.00035	63.6
	0.08	4	0.0004	72.7
	0.08	4	0.0004	72.7
<b>LIXIVIACION 3</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.04	2	0.0002	36.4
	0.05	2.5	0.00025	45.5
	0.07	3.5	0.00035	63.6
	0.07	3.5	0.00035	63.6
<b>LIXIVIACION 4</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.04	2	0.0002	36.4
	0.05	2.5	0.00025	45.5
	0.07	3.5	0.00035	63.6
	0.09	4.5	0.00045	81.8
<b>LIXIVIACION 5</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.02	1	0.0001	18.2
	0.03	1.5	0.00015	27.3
	0.04	2	0.0002	36.4
	0.04	2	0.0002	36.4
<b>LIXIVIACION 6</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.03	1.5	0.00015	27.3
	0.05	2.5	0.00025	45.5
	0.07	3.5	0.00035	63.6
	0.08	4	0.0004	72.7
<b>LIXIVIACION 7</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.04	2	0.0002	36.4
	0.07	3.5	0.00035	63.6
	0.08	4	0.0004	72.7
	0.09	4.5	0.00045	81.8
<b>LIXIVIACION 8</b>	0.02	1	0.0001	18.2
	0.03	1.5	0.00015	27.3
	0.03	1.5	0.00015	27.3
	0.04	2	0.0002	36.4
	0.04	2	0.0002	36.4

En la Figura 6.9 se presentan las 8 curvas, las cuales representan las 8 lixiviaciones propuestas en el diseño de experimentos, en donde se observa que la lixiviación 1 es la que presenta el mayor porcentaje de Au disuelto, por otro lado, la lixiviación 8, es la que presenta el menor porcentaje Au disuelto. En la curva de la lixiviación 2 es donde se presenta la mayor recuperación a un menor tiempo; es decir en menos de 1 hora se obtuvo una recuperación de hasta un 50%.

Al aumentar el tiempo la lixiviación 1 presentó un porcentaje de 90% de recuperación en un tiempo de 4 horas, por otro lado la lixiviación 8, después de las 2 horas de experimentación ya no se obtiene nada.

A dos horas de experimentación se observa una recuperación similar entre la lixiviación 3, 4 y 6 obteniendo un 60 % de complejo disuelto; de igual manera la lixiviación 1, 2 y 7, con un porcentaje mayor a 60%. Es decir, que si este experimento se realiza en dos horas, el máximo porcentaje de disolución de complejo de aurotiourea es en estos 3 últimos experimentos, por lo tanto el que tiene un mejor rendimiento, es aquel experimento que presente la menor cantidad de reactivos utilizados.

La lixiviación 7 es la que presenta el valor mínimo en dos variables, densidad de pulpa y concentración de oxidante; el experimento 1 y 2 presentan una diferencia en la concentración de tiourea.



**Figura 6.9** Gráfica %Au disuelto vs Tiempo[h], lixiviaciones.

En la Tabla 6.8 se presenta la Tabla con el diseño de experimentos, así como los efectos de cada variable.

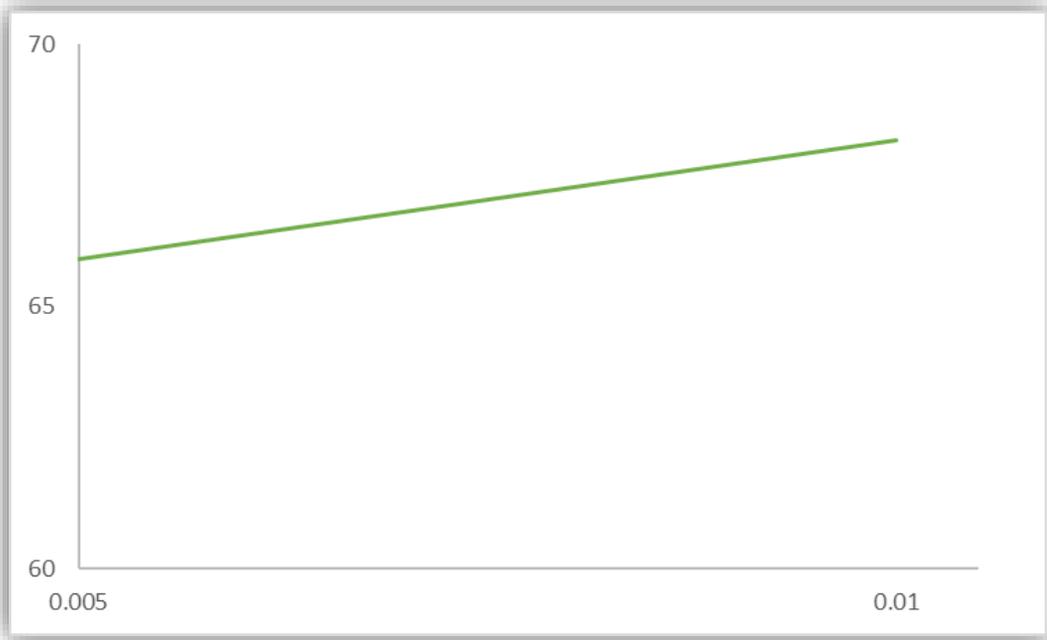
**Tabla 6.8** *Diseño de Experimentos e influencia entre factores.*

	Oxidante (O)	Tiourea (T)	Densidad (D)	OxT	OxD	TxD	OxTxD
1	90.91 (+)	90.91 (+)	90.91 (+)	+	+	+	+
2	72.7 (-)	72.7 (+)	72.7 (+)	-	-	+	-
3	63.6 (+)	63.6 (-)	63.6 (+)	-	+	-	-
4	81.8 (-)	81.8 (-)	81.8 (+)	+	-	-	+
5	36.4 (+)	36.4 (+)	36.4 (-)	+	-	-	-
6	72.7 (-)	72.7 (+)	72.7 (-)	-	+	-	+
7	81.8 (+)	81.8 (-)	81.8 (-)	-	-	+	+
8	36.4 (-)	36.4 (-)	36.4 (-)	+	+	+	-

Para la concentración de oxidante:

$$Efecto(+) = \frac{90.91 + 63.6 + 36.4 + 81.8}{4} = 68.1775$$

$$Efecto(-) = \frac{72.7 + 81.8 + 72.7 + 36.4}{4} = 65.9$$



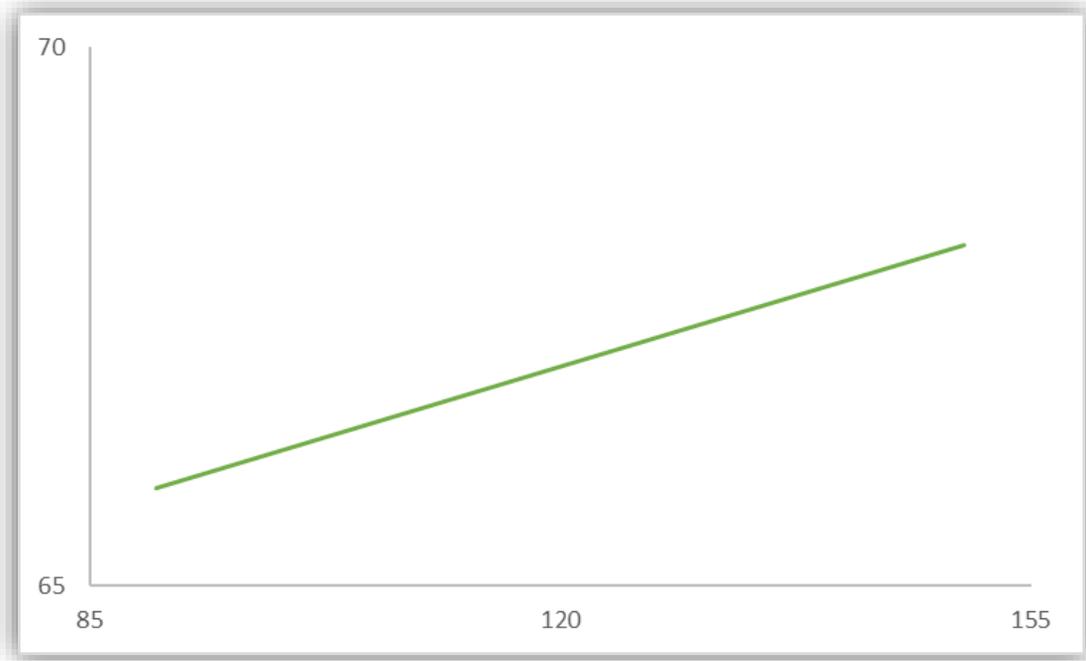
**Figura 6.10 Efecto en la concentración de Oxidante (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>).**

Se observa en la gráfica que con una concentración mayor de oxidante se tiene un mayor efecto.

Para la concentración de tiourea:

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 72.7 + 36.4 + 72.7}{4} = 68.1775$$

$$Efecto (-) = \frac{63.6 + 81.8 + 81.8 + 36.4}{4} = 65.9$$



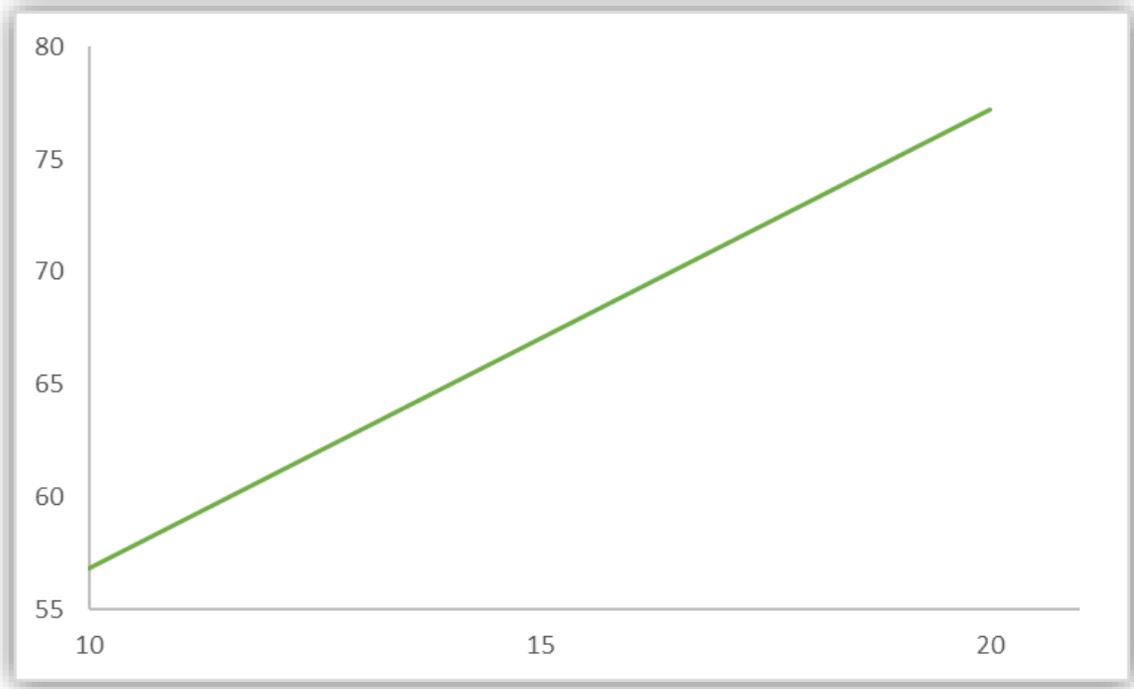
**Figura 6.11 Efecto en la concentración de Tiourea.**

Con la variable 2, que es la concentración de Tiourea se observa lo mismo que en la variable 1, a mayores concentraciones, mayor es el efecto.

Para la densidad de pulpa:

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 72.7 + 63.6 + 81.8}{4} = 77.25$$

$$Efecto (-) = \frac{36.4 + 72.7 + 81.8 + 36.4}{4} = 56.83$$



**Figura 6.12 Efecto en la densidad de pulpa.**

Por último, en la variable 3, tiene el mismo comportamiento que las primeras 2 variables, es decir, se tiene un mayor efecto con el valor máximo de densidad de pulpa.

Revisando el efecto de las 3 variables, el experimento que presente un mayor efecto en la disolución de oro, es aquel que se haya realizado combinando los valores máximos de las 3 variables; podemos ver que el experimento 1 se realizó con el valor máximo de cada variable y se obtuvo el mayor porcentaje de oro disuelto que todos los demás experimentos.

Por el contrario, el experimento que presente la combinación con los valores mínimos de las variables será el que tenga un menor efecto en la disolución de oro; y así se puede observar, que el experimento 8 y 5 son aquellos que presentan el menor valor en el porcentaje de oro disuelto.

Influencia entre variables 1 y 2 (V1 x V2):

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 81.8 + 36.4 + 36.4}{4} = 61.3775$$

$$Efecto (-) = \frac{72.7 + 63.6 + 72.7 + 81.8}{4} = 72.7$$

$$Efecto (+) - Efecto (-) = -11.32$$

Respecto a la diferencia de efectos, el signo menos no es de interés, la magnitud es lo importante, en este caso 11.32; este valor nos indica que la concentración de oxidante tiene una gran influencia en la concentración de Tiourea.

Influencia entre variables 1 y 3 (V1 x V3):

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 63.6 + 72.7 + 36.4}{4} = 65.90$$

$$Efecto (-) = \frac{72.7 + 81.8 + 36.4 + 81.8}{4} = 68.175$$

$$Efecto (+) - Efecto (-) = -2.28$$

El mismo caso que el anterior, el signo no es de interés, en este caso el valor 2.28 es un valor pequeño el cual es cercano a cero, esto indica que la concentración de oxidante no tiene una gran influencia en la densidad de pulpa.

Influencia entre variables 2 y 3 (V2 y V3):

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 72.7 + 81.8 + 36.4}{4} = 70.45$$

$$Efecto (-) = \frac{63.6 + 81.8 + 36.4 + 72.7}{4} = 63.63$$

$$Efecto (+) - Efecto (-) = 6.82$$

En este caso entre la variable 2 y 3, se tiene un valor medio, 6.82; esto nos indica que si hay una influencia entre la concentración de Tiourea y la densidad de pulpa.

Influencia entre las 3 variables (V1 x V2 x V3):

$$Efecto (+) = \frac{90.91 + 81.8 + 72.7 + 81.8}{4} = 81.80$$

$$Efecto (-) = \frac{72.7 + 63.6 + 36.4 + 36.4}{4} = 52.28$$

$$Efecto (+) - Efecto (-) = 29.52$$

Al ver la influencia que hay entre las 3 variables, es un valor elevado, las tres variables influyen en la disolución de oro, al revisar por variable, la densidad de pulpa es la variable que tiene un mayor efecto, seguido de las otras dos variables, las cuales influyen de la misma manera.

El efecto que hay entre variables es muy importante ya que hay algunas que influyen más que otra alterando el resultado; en este caso, la concentración de oxidante es la variable que más influye en la concentración de Tiourea, y la concentración de Tiourea es la variable que más influye en la densidad de pulpa; así la concentración de oxidante no tiene gran influencia en la densidad de pulpa.

Elementos como el hierro, el cadmio, zinc y cobre alteran la lixiviación, ya que consumen tiourea, estos elementos forman un complejo con tiourea similar al oro, por lo que, si estos elementos consumen tiourea es necesario aumentar el consumo de tiourea para obtener mejores rendimientos en la disolución de oro.

Se ha estudiado el proceso de oxidación de la Tiourea, en este proceso de oxidación, parte de la Tiourea, se oxida en disulfuro de formamidina, la cual es un oxidante, junto con la Tiourea acelera la formación del complejo de oro; pero si, el disulfuro de formamidina continua oxidándose, no solo altera el potencial de la solución, alterando la disolución de oro; sino que se descompone en compuestos de cianamida y forma azufre elemental, por lo que inhibe la disolución del oro.



**Figura 6.13 Agitador magnético con  $Fe_3O_4$ .**

En la Figura 6.13 se observa el agitador magnético con  $Fe_3O_4$ , el cual se presentó en todas las lixivaciones, cabe recordar que el mineral antes de ser lixiviado no contenía ningún compuesto magnético; por lo que este compuesto se formó durante

la lixiviación, consumiendo parte del peróxido de hidrógeno. Este compuesto no es deseado ya que el consumo de peróxido de hidrógeno en este compuesto evita que se utilice en la tiourea para la formación de disulfuro de formamidina, alterando el pH, potencial, directamente la disolución de oro.

## 7. CONCLUSIONES

- Se obtuvo oro por en tres etapas propuestas: lixiviación, concentración y purificación y electrorecuperación.
- El uso de ánodos de plomo sobre los de acero inoxidable, da mejores eficiencias, depósitos mayores y más uniformes; además de no contaminar la solución al aumentar la corriente.
- Las condiciones óptimas para electrorecuperación, son 10 minutos, potencial de 1.26 V y una corriente de 0.05 A.
- Al incrementar la concentración del complejo de oro en la solución concentrada, aumenta el rendimiento y la eficiencia del proceso.
- Incrementar la concentración de Tiourea, aumenta el porcentaje de disolución de oro.
- Incremental la concentración de peróxido de hidrógeno aumenta el porcentaje de disolución de oro.
- Incrementar la densidad de pulpa, aumenta en la disolución de oro.
- A partir de un diseño de experimentos, se determinó que la densidad de pulpa, es el factor que más influye en la lixiviación.
- Las mejores condiciones para la lixiviación son: 150 g/Kg de Tiourea, densidad de pulpa de 20%*m/v* y concentración de oxidante de 0.01 M, para un tiempo determinado de 4 horas.
- Elementos como el Cu, Zn, Cd y Fe, alteran en la disolución de oro, aumentando el consumo de Tiourea, de peróxido de hidrógeno y de ácido sulfúrico.
- El uso de tiourea no representa algún riesgo bajo las normas de seguridad del laboratorio.

## 8. RECOMENDACIONES

Es útil el diseñar un pre tratamiento, para eliminar elementos no deseados durante la lixiviación, que aumenten el consumo de reactivos.

Tratar de eliminar los compuestos con Carbono, ya que se sabe que el carbono atrapa el oro, enmascarándolo, ocultándolo de reactivos complejantes.

Determinar una relación adecuada entre concentración de Tiourea y densidad de pulpa, con el fin de aumentar el rendimiento.

Respecto a la parte de electrorecuperación, utilizar puentes salinos o membranas de intercambio iónico, las cuales permitan la movilidad de los iones; ya que, al aumentar la corriente, la tiourea presente en el electrolito se oxida, formando disulfuro de formamidina la cual inhibe la formación de oro en la superficie del cátodo.

## 9. BIBLIOGRAFÍA

- (1) Marsden John O. and House C. Iain. The Chemistry of gold extraction. SME. Second Edition. 2006, 19 -26, 69 – 85, 111 – 113, 281 – 284, 297 – 324, 387 – 400 p.
- (2) Weir R, D. Robert, Berezowsky, R.M.G.S. Refractory Gold: The Role of Pressure Oxidation. Proc. Intern. Conf. on Gold. Vol. 2: Extractive Metallurgy of Gold. SAIMM. Johannesburgo, (Rep. Sudafricana), 1986: 275-285 p.
- (3) Parga J.R., Carrillo F.R., Avances en los métodos de recuperación de oro y plata de minerales refractarios, 1995, 254-256 p.
- (4) Mine Action. 2000. Cyanide Alternatives: Alternatives for Cyanide in the Gold Mining Industry. Great Basin Mine Watch, Reno.
- (5) Gaspar V., Mejerovich A.S., Meretukov M.A., Shmiel J., Practical application of potential-pH diagrams for Au-CS(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O and Ag- CS(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O systems for leaching gold and silver with acidic thiourea solution. Hydrometallurgy 34. 1994, 371 – 373 p.
- (6) Presad, M.S., Mensah-Biney, R., Pizarro, R.S. 1991. Modern Trends in Gold Processing – an Overview. Minerals Engineering, 1257-1277 p.
- (7) Pyper, R.A., Hendrix, J.L. Extraction of gold from finely disseminated gold ores by use of acidic thiourea solution, in Extractive Metallurgy 81, Institution of Mining and Metallurgy, London. 1981. 57-75 p.

- (8) Muir, D.M., W.D. Hinchcliffe, N. Tsuchida, and M. Ruane. Solvent elution of gold from CIP carbon. *Hydrometallurgy*. 1985. 47-50 p.
- (9) Ubaldini, S., R. Massidda, C. Abbruzzese, F. Veglio. A new technology for gold extraction from activated carbon after cyanidation. 2003, 1176 – 1180 p.
- (10) Raub, J. Precious metal alloy electrodeposits, in *Precious metals: Mining, Extraction & Processing*, Edited by V. Kudryk, D.A. Corrigan. 1984, 160 p.
- (11) Halbe, D. *Electrowinning Cell Efficiency*. Salt Lake City. Custom Equipment corporation, 1988, 51 p.
- (12) Ubaldini S., Fornari P., Massidda R., Abbruzzese C. An innovative thiourea gold leaching process. *Hydrometallurgy* 48. 1998. 113-124 p.
- (13) Dutra A.J.B, Juarez C.M.. Gold electrowinning from thiourea solutions. *Minerals Engineering*, Vol 13. 2000. 1083 - 1096 p.

## 11. APÉNDICE A

Cálculos para el % de Au disuelto:

$$V_1C_1 = V_2C_2$$

Donde:

V1: Volumen de la alícuota.

V2: Volumen de la dilución final.

C1: Concentración de Au disuelto en la alícuota.

C2: Lectura de concentración por AA.

Concentración de Au disuelto [mg/L]:

$$C_1 = \frac{\text{Lectura AA} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * \text{Dilucion final [L]}}{\text{Volumen de la alicuota [L]}}$$

Cantidad de Au disuelto en [g]:

$$\text{Cantidad de Au disuelto [g]} = C_1 \left[ \frac{\text{g}}{\text{L}} \right] * V_{\text{sin}} [\text{L}]$$

Donde V<sub>sin</sub>: Volumen real de la solución en un tiempo t

Porcentaje de Au disuelto:

$$\% \text{Au disuelto} = \frac{\text{Cantidad de Au disuelto [g]}}{\text{Au total en el mineral}} * 100$$