



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO  
EN INGENIERÍA**

FACULTAD DE QUÍMICA

**GENERACIÓN DE LIXIVIADOS ÁCIDOS DE JALES RICOS EN  
PIRITA**

**TESIS**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

**MAESTRA EN INGENIERÍA**

**INGENIERÍA AMBIENTAL- RESIDUOS PELIGROSOS**

PRESENTA:

**I.Q. MARÍA DEL REFUGIO GONZÁLEZ SANDOVAL**

TUTOR:

**DRA. ING. MARÍA DEL CARMEN DURÁN DE BAZÚA**



2006



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: Dra. Susana Saval Bohórquez (Instituto de ingeniería, UNAM)  
Secretario: Dra. Anne Hansen Hansen (Facultad de Ingeniería, IMTA)  
Vocal: Dra. María del Carmen Durán Domínguez (Facultad de Química, UNAM)  
1<sup>er</sup> Suplente: Dr. Alejandro Carrillo Chávez (Centro de Geociencias, UNAM)  
2<sup>do</sup> Suplente: Dra. Georgina Fernández Villagómez (Facultad de Ingeniería, UNAM)

Lugar donde se realizó la tesis:

Laboratorio E-301, Programa de Ingeniería Química Ambiental y Química Ambiental,  
Facultad de Química, UNAM

Tutor principal \_\_\_\_\_  
Dra. Ing. María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa

Sustentante \_\_\_\_\_  
I.Q. María del Refugio González Sandoval

## AGRADECIMIENTOS

A JESÚS,

MIS PADRES,

MI ESPOSO,

A USTEDES CON AMOR

*Agradezco a la Dra. Ma. del Carmen Durán Domínguez todo su apoyo durante estos años de maestría*

*Gracias también a la Dra. Anne Hansen Hansen y a la Dra. Susana Saval Bohórquez del Comité Tutoral que con sus sugerencias enriquecieron este trabajo. Asimismo a la Dra. Georgina Fernández Villagómez y al Dr. Alejandro Carrillo Chávez por su revisión y comentarios*

*Al Cand. Dr. Salvador Alejandro Sánchez Tovar por sus aportaciones al diseño experimental y construcción de los reactores*

*Al M. en C. Ciro Márquez Herrera, por su asesoría y realización de los análisis de metales*

*Al personal de la empresa minera cooperante por el apoyo logístico durante las visitas a la mina y los análisis de muestras*

*Al Programa de Ingeniería Química y Química Ambiental (M. en C. Rolando García, M. en C. Marisela Bernal, M. en A.I. Landy Ramírez, Julia Colín, Irene González, etc.).*

*Al Dr. Dieter Lessmann, al Dr. Ralph Schoepke y al personal administrativo de la Universidad Técnica de Brandemburgo en Cottbus, Alemania, por el apoyo recibido durante la estancia académica en Cottbus*

*A la M. en C. Pilar Granada por su asesoría en la realización de los análisis microbiológicos y a la Q. Cecilia Saucedo del Laboratorio de Difracción de Rayos X de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación*

*A la UNAM, mi alma mater*

*Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la beca de posgrado y al Proyecto IN-103403 por el financiamiento parcial para esta investigación (PAPIIT-DGAPA-UNAM)*

*A Luis y Liliana por su apoyo en el desarrollo experimental, a Alejandro y Nadja, Enedino, Amalia, Amanda, a los alumnos de estancias cortas, a todos los que hicieron posible este trabajo*

## ÍNDICE

	<b>Página</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>8</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>9</b>
<b>GLOSARIO DE TÉRMINOS</b>	<b>10</b>
<b>CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>11</b>
<hr/>	
<b>1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b>	<b>11</b>
<b>1.2 OBJETIVO</b>	<b>12</b>
<b>1.3 HIPÓTESIS</b>	<b>12</b>
<b>1.4 METAS</b>	<b>12</b>
<b>1.5 ALCANCES</b>	<b>12</b>
<b>CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS</b>	<b>13</b>
<hr/>	
<b>2.1 RESIDUOS GENERADOS POR LA INDUSTRIA MINERA</b>	<b>13</b>
<b>2.2 GENERACIÓN DE LOS DRENAJES ÁCIDOS DE MINA</b>	<b>13</b>
<b>2.3 ANTECEDENTES DEL CASO DE ESTUDIO</b>	<b>21</b>
<b>CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA</b>	<b>22</b>
<hr/>	
<b>3.1 COLECTA DE MUESTRAS</b>	<b>22</b>
3.1.1 PRESA DE JALES	22
3.1.2 PUNTOS DE MUESTREO RELACIONADOS CON LA PRESA	22
<b>3.2 MÉTODOS ANALÍTICOS</b>	<b>22</b>
3.2.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL JAL	22
3.2.2 ANÁLISIS DE MUESTRAS DE AGUA	23
3.2.3 ANÁLISIS DE PARÁMETROS DE SEGUIMIENTO	24
<b>3.3 PRUEBA ESTÁTICA DE BALANCE ÁCIDO-BASE</b>	<b>24</b>
<b>3.4 PRUEBAS EN REACTORES A ESCALA DE LABORATORIO</b>	<b>25</b>
3.4.1 PRUEBAS CINÉTICAS EN CELDAS DE HUMEDAD	25
3.4.2 CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE LA OXIDACIÓN DE LA PIRITA (SULFURO FERROSO) A SULFATO FERROSO	26
<b>3.5 ENSAYOS EN EL EQUIPO DE REACCIÓN A ESCALA DE BANCO</b>	<b>28</b>
3.5.1 ACONDICIONAMIENTO DEL REACTOR A ESCALA DE BANCO	28
3.5.2 ARRANQUE Y OPERACIÓN DEL REACTOR A ESCALA DE BANCO	29
<b>3.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO</b>	<b>30</b>
<b>CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>31</b>
<hr/>	
<b>4.1 COLECTA DE MUESTRAS</b>	<b>31</b>
<b>4.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL JAL</b>	<b>35</b>
<b>4.3 PRUEBA ESTÁTICA DE BALANCE ÁCIDO-BASE</b>	<b>41</b>
<b>4.4 PRUEBAS EN REACTOR A ESCALA DE LABORATORIO</b>	<b>42</b>

	<b>Página</b>
4.4.1 PRUEBAS CINÉTICAS EN CELDAS DE HUMEDAD	42
4.4.2 CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE OXIDACIÓN DE LA PIRITA A SULFURO FERROSO	62
<b>4.5 ENSAYOS EN EL EQUIPO DE REACCIÓN A ESCALA DE BANCO</b>	<b>64</b>
4.5.1 PRUEBAS CON ESCORIA VOLCÁNICA	64
4.5.2 ACONDICIONAMIENTO DEL REACTOR A ESCALA DE BANCO	64
4.5.3 CORRIDAS DE PRUEBA Y ARANQUE DEL REACTOR A ESCALA DE BANCO	64
<b>CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>71</b>
<b>5.1 CONCLUSIONES</b>	<b>71</b>
<b>5.2 RECOMENDACIONES</b>	<b>72</b>
	<b>74</b>
<b>ANEXO I. MÉTODOS ANALÍTICOS</b>	
<b>MÉTODOS FÍSICOS</b>	<b>74</b>
DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD	74
DETERMINACIÓN DE COLOR	74
TEXTURA (MÉTODO DE CAMPO)	74
DENSIDAD REAL	75
DENSIDAD APARENTE	75
POROSIDAD	75
pH Y CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA	75
<b>MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS</b>	<b>75</b>
PORCENTAJE DE MATERIA ORGÁNICA POR PÉRDIDA DE PESO POR CALCINACIÓN	75
PRESENCIA DE CARBONATOS POR EFERVESCENCIA CON ÁCIDO	75
ANÁLISIS ELEMENTAL (PORCENTAJES DE C, H, O, N Y S TOTALES)	76
ADAPTACIÓN DEL MÉTODO 30051 DIGESTIÓN ÁCIDA DE SEDIMENTOS, LODOS, SUELOS Y ACEITES	76
ADAPTACIÓN DEL MÉTODO 3005A DIGESTIÓN ÁCIDA DE AGUAS PARA METALES TOTALES RECUPERABLES O DISUELTOS PARA ANÁLISIS POR ABSORCIÓN ATÓMICA DE FLAMA O ESPECTROSCOPIA "ICP"	77
CUANTIFICACIÓN DE SULFATOS POR TURBIDIMETRÍA	77
BALANCE ÁCIDO-BASE DE JALES	78
<b><u>ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA EVOLUCIÓN DEL VALOR DE pH Y CONDUCTIVIDAD EN CELDAS DE HUMEDAD</u></b>	<b><u>82</u></b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>118</b>

### **ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS**

Tabla 2.1	Reacciones de disolución y neutralización de minerales	17
Tabla 3.1.	Condiciones de operación de las celdas de humedad	26
Tabla 3.2.	Condiciones de operación de los seis reactores	28
Tabla 4.1.	Muestras de agua de la presa de jales y alrededores	33
Tabla 4.2.	Resultados de análisis físicoquímicos de jales	36

	Página	
Tabla 4.3.	Concentración de metales totales en muestras de jal	38
Tabla 4.4.	Concentración de metales de muestra PJJ05-0405 (FRX, semicuantitativo)	38
Tabla 4.5.	Composición mineralógica de los jales determinada por DRX (%)	40
Tabla 4.6.	Porcentaje de óxidos de elementos mayoritarios de muestra PJJ02-0805	40
Tabla 4.7.	Balance mineralógico aproximado de la muestra PJJ02-0805 comparado con resultados de DRX de la empresa cooperante	41
Tabla 4.8.	Análisis de textura de la muestra PJJ02-0805	41
Tabla 4.9.	Resultados de las pruebas estáticas de balance ácido-base realizados a la muestra utilizada en los reactores de laboratorio	41
Tabla 4.10a.	Resumen de parámetros analizados en las celdas de humedad	44
Tabla 4.10b.	Resumen de parámetros analizados en las celdas de humedad (metales)	46
Tabla 4.11.	Composición mineralógica antes y después de los ensayos	61
Tabla 4.12.	Concentraciones elementales finales en celdas (ppm)	62
Tabla 4.13.	Condiciones de operación de reactores para el estudio de la cinética de la reacción	62
Tabla 4.14.	Parámetros de seguimiento de reactores y constantes de reacción	63
Tabla 4.15.	Resumen de parámetros analizados en reactor de banco	66
Tabla 4.16.	Resultados de cultivos microbiológicos en medio líquido	69
Fig. 2.1.	Modelo de la acumulación de minerales secundarios de Fe en ambientes de residuos de minas ricos en sulfuro de hierro de acuerdo con los valores de pH de campo	16
Fig. 2.2.	Arreglo esquemático de una celda de humedad y de columnas	20
Fig. 3.1.	Esquema de celda húmeda	27
Fig. 3.2.	Sistema original de introducción de aire	29
Fig. 3.3.	Sistema original de recirculación de líquidos	29
Fig. 4.1.	Plano de la mina y localización de puntos de muestreo (en coordenadas UTM, Universal Transverse Mercator o unidades técnicas de Mercator, cuya relación a coordenadas de latitud y longitud puede realizarse con paquetes computarizados. En esta investigación se dejaron así para proteger la confidencialidad de la empresa cooperante)	32
Fig. 4.2a.	Vista al microscopio del jal. Corte bidimensional	39
Fig. 4.2b.	Vista al microscopio del jal. Vista tridimensional	39
Fig. 4.3.	Medición de potencial de neutralización (titulación)	42
Fig. 4.4.	Sistema de celdas de humedad	43
Fig. 4.5.	Lixiviados, muestras con precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$	48
Fig. 4.6.	Valores de pH v.s. tiempo en las celdas de humedad	49
Fig. 4.7.	Conductividad eléctrica v.s. tiempo en celdas de humedad	49
Fig. 4.8.	Parámetros de seguimiento de celda 1 (50 mL, 1 d)	50
Fig. 4.9.	Parámetros de seguimiento de la celda 2 (50 mL, 4 d)	51
Fig. 4.10.	Parámetros de seguimiento de la celda 3 (50 mL, 7 d)	52
Fig. 4.11.	Parámetros de seguimiento de la celda 4 (30 mL, 1 d)	53
Fig. 4.12.	Parámetros de seguimiento de la celda 5 (30 mL, 4 d)	54

	Página
Fig. 4.13.	Parámetros de seguimiento de la celda 6 (30 mL, 7 d) 55
Fig. 4.14	Parámetros de seguimiento de la celda 7 (10 mL, 1 d) 56
Fig. 4.15	Parámetros de seguimiento de la celda 8 (10 mL, 4 d) 57
Fig. 4.16.	Parámetros de seguimiento de la celda 9 (10 mL, 7 d) 58
Fig. 4.17.	Parámetros de seguimiento de la celda 10 (4 d aire seco, 3 d aire húmedo) 59
Fig. 4.18a.	Comparación de conductividad eléctrica y sulfatos v.s. tiempo entre la celda 7 y la 10 60
Fig. 4.18b.	Concentración de sulfatos <i>versus</i> conductividad eléctrica en las celdas 7 y 10 60
Fig. 4.19.	Diagrama esquemático del sistema experimental a escala de banco utilizado 65
Fig. 4.20.	Parámetros de seguimiento de reactor de banco 67
Fig. 4.21a.	Comparación entre conductividad eléctrica y sulfatos <i>versus</i> tiempo en reactor de banco 68
Fig. 4.21b.	Concentración de sulfatos <i>versus</i> conductividad eléctrica en reactor de banco 68
Fig. 4.22a.	Bacilo esporulado en jal sin tratamiento 69
Fig. 4.22b.	Bacilos gram(-) en reactor a escala de banco 69
Fig. 4.22c.	Bacilos gram(-) en celda de humedad 7 (10 mL, 1d) 70
Fig. 4.22d.	Cocos en celda de humedad 10 (4 d aire seco, 3 d aire húmedo) 70



## RESUMEN

La actividad minera en México no sólo constituye una parte sustancial de la economía nacional sino que además genera el 65% de los residuos industriales, ya que aproximadamente entre el 95 y el 98% del material procesado se desecha en las “presas de jales”. Los jales (del náhuatl “xalli”, arenas finas) son residuos sólidos fluidificados en agua que incluyen, entre otros materiales, metales potencialmente tóxicos en elevadas concentraciones. Uno de los problemas más serios que enfrenta la industria minera es el provocado por el aprovechamiento de menas y la subsecuente oxidación de sus jales, especialmente de las menas que tienen un alto contenido de sulfuro ferroso,  $\text{FeS}_2$ , conocido como pirita y también comúnmente como “oro de los tontos” por su aspecto dorado y brillante semejante al oro. La oxidación de la pirita ocurre de manera natural por la presencia de oxígeno y agua y por la presencia de bacterias capaces de oxidar al hierro y al sulfuro convirtiéndolos en sulfato férrico y ácido sulfúrico que puede provocar la liberación de cationes metálicos y metaloides “pesados” de los minerales circundantes. Este ácido y los cationes liberados pueden lixiviarse hasta llegar a los cuerpos de agua aledaños. En la presente investigación se caracterizó el jal desechado por una empresa minera, actualmente en operación, productora de concentrados de sulfuros de zinc, plomo y cobre. Se determinó su potencial de generación de drenajes ácidos utilizando el método recientemente establecido por la normatividad mexicana y se propusieron reactores a escala de laboratorio y uno a escala de banco tomando como base las pruebas cinéticas de celdas de humedad. En estos ensayos se simularon, utilizando un diseño experimental factorial, los posibles escenarios de periodos prolongados de sequía o de lluvias y volumen de las precipitaciones que pudieren presentarse en el sitio a fin de determinar el conjunto de condiciones que favorecen la oxidación de los jales. Las variables independientes fueron los periodos de riego de las celdas y los volúmenes de riego con agua desionizada, manteniendo un flujo de aire y un volumen de agua de lixiviado constantes en ciclos de dos semanas. Los reactores se lixiviaron cada 15 días durante 20 semanas, en el caso de los reactores de laboratorio y de doce semanas en el del reactor de banco. Las variables dependientes fueron la conductividad eléctrica y el pH. Asimismo, como parte del seguimiento, se determinaron las concentraciones de metales y el potencial redox en los lixiviados. Con los resultados de las primeras 8 semanas de seguimiento de las celdas de humedad de laboratorio, se escalaron las condiciones de operación del reactor de banco. Estas condiciones de operación fueron las que generaron los lixiviados más ácidos ( $\text{pH} > 3.0$ ). En el reactor a escala de banco se simuló el llenado de la presa de jales al adicionar jal en forma secuencial durante tres etapas y tuvieron un comportamiento similar. En cada etapa se adicionó una capa de jal de 5 cm de espesor, cada cuatro semanas. Se analizaron en las muestras de los lixiviado resultantes, sus valores de pH, conductividad eléctrica, potencial redox y metales totales. Con base en los resultados obtenidos se hizo la estimación del potencial generador de ácidos y de liberación de cationes (metales y metaloides tóxicos) del jal y se realizaron estudios cinéticos, considerando las reacciones de oxidación química, despreciando en esta fase de la investigación, el posible efecto de los microorganismos, lo cual se justifica dado que en la literatura se señala que su desarrollo acelera la descomposición a pH menor a tres, lo que será motivo de otra investigación.

Palabras clave: Pirita, drenajes o lixiviados ácidos, residuos mineros, jales, celdas húmedas

**ABSTRACT**

Mining activities in Mexico are an important contribution to the national economy. Nevertheless, they also generate more than 65% of Mexico's industrial wastes, since 95 to 98% of the processed material is disposed of in "tailings dams". The tailings or "jales", as they are known in Mexico (from the Aztec word "xalli", fine particles), are water fluidized residues in which, among other materials, potentially toxic metals in high concentrations are included. One of the most serious problems faced by the mining industry is provoked by ore extraction and the subsequent oxidation of the tailings, especially from high ferrous sulfide content ores. This sulfide, also known as pyrite or "fools' gold", due to its golden aspect and shiny look like gold is quite abundant in Nature. Pyrite oxidation naturally occurs in presence of oxygen and water, and by the action of bacteria capable of oxidizing iron and sulfide to transform them into ferric sulfate and sulfuric acid, which can cause the release of metallic and metalloid cations from surrounding minerals. The acid and cations may be leached into nearby water bodies. In the present research, the tailings from a currently operating mining company which produces zinc, lead, and copper sulfide concentrates were characterized. Their acid mine drainage generation capacity was determined using the method recently approved in Mexican standards. A series of experiments in both laboratory reactors and a bench scale reactor was proposed, taking as reference the humidity cells kinetic test method. Weather conditions that accelerate the tailings oxidation were simulated in these essays. A factorial experimental design included possible prolonged drought and precipitations periods, as well as different rain volumes which might take place *in-site*. The selected independent variables were the watering period and the watering volume using deionized water. Constant air flow and volume of water for leaching were held for two-week cycles. The reactors were leached every fifteen days during 20 weeks for the laboratory reactors and for twelve weeks in the case of the bench scale reactor. The dependent variables were electric conductivity and pH. Metals concentrations, and redox potentials were also monitored in the leachates. Minimum volume of water and minimum watering period per cycle were the conditions that rendered the minimum pH values in the cells leachates ( $\text{pH} > 3.0$ ). Additionally, the filling up of the tailings dam was simulated by the sequential addition of tailings in three stages in the bench scale reactor. A 5 cm thick layer was placed every four weeks. When the cells conditions were applied to the bench reactor tests, a similar behavior was found. Based on the overall results obtained, the acid generating potential and cations released was estimated. Kinetic studies were also performed considering the chemical oxidation reactions. No microorganisms effect was considered in this phase of the research. As specialized literature indicates that these microbial communities accelerate pyrite decomposition at pH values lower than three, this will be the next research step.

Key Words: Pyrite, acid drainages or leachates, mine residues, *jales*, humidity cells

## GLOSARIO DE TÉRMINOS

Celda húmeda	Prueba en la que se pretende emular las reacciones de oxidación natural de una muestra simple o compuesta en el ambiente en que se encuentra el residuo mediante el suministro de aire húmedo o seco
DAM	Drenaje ácido de minas. Término usado para designar los lixiviados provocados por la oxidación de la pirita provenientes de presas de jales, minas o material expuesto por las actividades mineras
Intemperie	Del latín <i>intemperies</i> . Desigualdad del tiempo. A cielo descubierto, sin techo ni otra protección
Intemperización o Intemperismo	Palabras que no existen en el Diccionario de la RAE (Real Academia Española) que fueron acuñadas para tipificar los procesos que ocurren sobre los materiales pétreos por efectos de los cambios climáticos (vientos, lluvia, diferencias de temperatura) y de los organismos (microorganismos, plantas, animales)
Jal o jales	Del náhuatl " <i>xalli</i> ", arenas finas, son residuos sólidos conformados por finas partículas minerales fluidificados en agua que incluyen, entre otros materiales, metales y metaloides potencialmente tóxicos en elevadas concentraciones
Lixiviado	Líquido proveniente de los residuos, el cual se forma por reacción química, arrastre o percolación y que contiene, disueltos o en suspensión, componentes que se encuentran en los mismos residuos
Mena	Cuerpo de roca de composición mineralógica uniforme, generalmente metálica que, en forma de cuerpos continuos, forma parte de las reservas económicas de un yacimiento
Pirita	Sulfuro ferroso, $\text{FeS}_2$ conocido también como "oro de los tontos"

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1 Planteamiento del problema

La actividad minera es de gran importancia para la economía de nuestro país; sin embargo, la operación de la industria minera tiene un gran impacto sobre el medio ambiente, tanto por la afectación del ecosistema circundante al extraer los minerales, como por los recursos que se requieren para la obtención de metales y otros elementos (agua, energía eléctrica, aditivos) y los desechos que se generan (agua residual, jales o colas, gases invernadero). Es por ello que es necesario evaluar las posibles fuentes de contaminación de los sitios mineros en operación y minas abandonadas para tomar acciones preventivas o de mitigación así como desarrollar tecnologías que permitan el desarrollo sostenible de este importante sector industrial.

Uno de los problemas más serios que enfrenta la industria minera a nivel mundial es el provocado por la explotación de menas que tienen un alto contenido de sulfuro ferroso,  $\text{FeS}_2$ , conocido como pirita. La oxidación de los jales que contienen pirita, ocurre lentamente de manera natural en presencia de oxígeno y agua, produciendo ácido sulfúrico y sulfato férrico. Este proceso se acelera por la actividad microbiana de bacterias capaces de catalizar estas reacciones y que pueden provocar la solubilización de cationes metálicos y metaloides “pesados” de los minerales circundantes, los cuales pueden lixiviar y llegar a los cuerpos de agua provocando una reducción del pH causando la muerte de la flora y fauna acuáticas. A este tipo de contaminación se le conoce como lixiviado o drenaje ácido de mina.

Para desarrollar la presente investigación se toma como caso de estudio el análisis del jal de una mina productora de zinc, cobre y plomo (como sulfuros) que se encuentra en operación desde 1994 y que, por su alta concentración de pirita (alrededor del 50 por ciento), podría estar generando drenajes ácidos de mina con el consecuente riesgo para el entorno, especialmente de contaminación de las corrientes de agua subterráneas y ríos de la zona. Actualmente, la presa de jales en estudio contiene alrededor de tres millones de toneladas de jal y está prácticamente al límite de su capacidad por lo que ya está en proyecto la localización de una nueva presa de jales en un máximo de dos años. Bajo este entorno, es necesario determinar su potencial generador de ácidos y con base en los resultados obtenidos, proponer estrategias para prevenir su formación en la nueva presa o mitigar su acción contaminante.

La presente investigación se enfocó en la estimación del potencial generador de drenajes ácidos por oxidación química exclusivamente, sin considerar el efecto microbiológico, para lo cual se caracterizó el jal y se sometió a condiciones oxidantes en reactores de laboratorio y en un reactor a escala de banco donde se suministraron aire y agua dando seguimiento a los cambios fisicoquímicos presentados en el jal y el lixiviado y comparando los resultados.

## 1.2 Objetivo

Estimar la capacidad de generación de lixiviados ácidos de jales ricos en pirita tomando como caso de estudio los jales desechados por una empresa minera mexicana que explota un yacimiento de sulfuros masivos.

## 1.3 Hipótesis

Es posible estimar o predecir la capacidad de un jal para generar drenaje ácido de mina mediante ensayos de oxidación del mismo, determinando las condiciones ambientales que favorecen dicha oxidación.

## 1.4 Metas

Las metas propuestas para alcanzar el objetivo planteado son las siguientes:

- 1) Caracterizar muestras de los jales y del agua de la presa tomadas en diferentes épocas del año
- 2) Desarrollar un sistema experimental basado en las pruebas cinéticas para la determinación de la capacidad de generación de drenajes ácidos y las condiciones ambientales (ciclo de humedad y sequía) que más favorecen la oxidación de la pirita a escala de laboratorio aplicándolo también a escala de banco
- 3) Analizar los cambios en los valores de las variables de seguimiento de los reactores en función del tiempo
- 4) Identificar los cambios ocurridos en la mineralogía de los jales después de los ensayos
- 5) Comparar los resultados anteriores con los parámetros determinados en los jales y aguas muestreados en la presa
- 6) Comparar los resultados obtenidos en el sistema experimental propuesto con los del sistema de operación de pruebas cinéticas de celdas de humedad existentes

## 1.5 Alcances

Los alcances de la presente investigación son los siguientes:

- Se considera exclusivamente la oxidación química de la pirita (abiótica)
- La estimación de generación de lixiviados ácidos se aplica a jales recién descargados a la presa de jales
- Para la determinación de constantes cinéticas se considera únicamente la reacción de oxidación de sulfuro ferroso a sulfato ferroso

## CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

### 2.1 Residuos generados por la industria minera

En México, la actividad minera genera el 65% de los residuos industriales<sup>1</sup>, ya que aproximadamente entre el 95 y el 98% del material procesado se desecha en las llamadas “presas de jales”<sup>2</sup>. Los jales (del náhuatl “xalli”, arenas finas) son residuos sólidos conformados por finas partículas minerales fluidificados en agua que incluyen, entre otros materiales, metales y metaloides potencialmente tóxicos en elevadas concentraciones, además de las sustancias químicas empleadas para los procesos de beneficio. De manera genérica, la norma oficial mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003 que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como las especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción, operación y postoperación de las presas de jales, define “jales” como “residuos sólidos generados en las operaciones primarias de separación y concentración de minerales” y “presa de jales” como “obra de ingeniería para el almacenamiento o disposición final de los jales, cuya construcción y operación ocurren simultáneamente”.

Las extensiones de las presas de jales son del orden de hectáreas y constituyen depósitos donde no es viable el desarrollo saludable de la biota y representan un foco de contaminación por dispersión de partículas ricas en metales pesados y por lixiviación de las mismas<sup>3</sup>. Uno de los problemas ambientales más importantes que pueden presentarse en los entornos de las presas es el de formación de drenajes ácidos que favorecen la lixiviación de estos elementos tóxicos. Este fenómeno se describe en la siguiente sección.

### 2.2 Generación de los drenajes ácidos de mina

Cuando los sulfuros de hierro presentes en las rocas se exponen a condiciones oxidantes y en presencia de agua, al aire libre, estos reaccionan y producen ácido sulfúrico; es un proceso natural que puede durar cientos o, quizás, miles de años. El drenaje ácido de minas (DAM), como se conoce a los lixiviados producidos en explotaciones comerciales, se genera esencialmente con el mismo proceso, sólo que magnificado. Cuando se excavan a tajo abierto o en vetas en minas subterráneas, grandes cantidades de roca que contienen minerales ricos en sulfuro de hierro, quedan expuestas por lo que reaccionan con el oxígeno del aire y el agua para formar ácido sulfúrico.

<sup>1</sup> SEDESOL. 1993. Informe de la situación general en materia de equilibrio ecológico y protección al ambiente 1991-1992. Secretaría de Desarrollo Social. En Mejía, J., Carrizales, L., Rodríguez, V.M., Jiménez-Capdeville, M.E., Díaz-Barriga, F. 1999. Un método para la evaluación de riesgos para la salud en zonas mineras. Salud Pública de México. Vol. 41, Suplemento 2, P. S132. México D.F. México

<sup>2</sup> Anónimo. 2004. Datos proporcionados por la empresa en estudio

<sup>3</sup> García-Meza, J.V. 2003. Caracterización fisicoquímica del desecho minero (jal) la Valenciana, Gto., previa y posterior a bioensayos diagnósticos enfocados a la generación de propuestas para su remediación. Tesis de doctorado en Ciencias Químicas. UNAM. México D.F. México

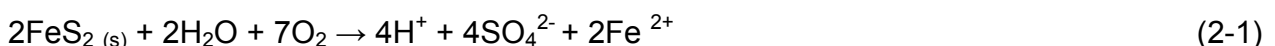
Cuando el pH del agua se reduce hasta valores alrededor de 3, las bacterias del género *Thiobacillus* y, especialmente, *T. ferrooxidans*, pueden aparecer acelerando los procesos de oxidación y acidificación, lixiviando aún más los residuos de metales del desecho<sup>4,5</sup>. Este proceso continúa hasta que los sulfuros se extraen completamente. El ácido formado se transporta desde la mina por el agua, las lluvias o por corrientes superficiales y, posteriormente, se deposita en estanques, arroyos, ríos, lagos y mantos acuíferos cercanos.

El DAM degrada severamente la calidad del agua y puede aniquilar la vida acuática, así como volver el agua prácticamente inservible<sup>6</sup>. Un ejemplo “natural” de los efectos de la acidez, es el de la presencia de H<sub>2</sub>S en los volcanes. Cuando los cráteres de estos se llenan de agua de lluvia y siguen existiendo emanaciones de H<sub>2</sub>S del subsuelo hacia el agua del cráter, los lagos formados son completamente ácidos, como los de los volcanes de Centroamérica, especialmente los de Costa Rica.

La formación de los drenajes ácidos de mina y sus contaminantes asociados han sido descritos por algunos autores como uno de los problemas más severos que enfrenta la industria minera. Entre los residuos con potencial de generar ácido como resultado de las actividades mineras están los desechos de las operaciones de lixiviado, los jales y las unidades de rocas de desecho; asimismo, aunque no forman parte de los desechos, los muros de las minas a cielo abierto y los trabajos subterráneos asociados con las minas subterráneas también tienen el potencial de generar drenajes ácidos de roca.<sup>7</sup>

La capacidad para predecir con precisión el potencial de generación de ácido es muy complejo debido a las variaciones en la mineralogía y el tamaño de partículas de los desechos.

El sulfuro de mayor importancia en la generación de drenajes ácidos de mina es el sulfuro ferroso, FeS<sub>2</sub>, conocido como pirita, ya que éste puede descomponerse en ácido sulfúrico y sulfato férrico. La oxidación de los minerales de sulfuros consta de varias reacciones. Cada mineral de sulfuro tiene una rapidez de oxidación diferente. Las reacciones involucradas en la oxidación de la pirita son las siguientes<sup>5,8</sup>:



En esta etapa, el azufre se oxida produciendo iones de hidronio y sulfato, los productos de disociación del ácido sulfúrico en solución y se encuentra el ión Fe<sup>2+</sup> libre en solución lo que

<sup>4</sup> Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 2

<sup>5</sup> Wood, T.A., Murria, K.R., Burgess, J.G. 2001. Ferrous sulphate oxidation using *Thiobacillus ferrooxidans* cell immobilised on sand for the purpose of treating acid mine-drainage. Appl. Microbiol. Biotechnol. 56:560-565

<sup>6</sup> Anónimo, 2003. Tipos de contaminación del agua a causa de la minería. S.O.S. Patagonia. El agua es más preciosa que el oro. Informes. Dirección: [www.sospatagonia.netfirms.com/informes/tipos.html](http://www.sospatagonia.netfirms.com/informes/tipos.html)

<sup>7</sup> Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 2

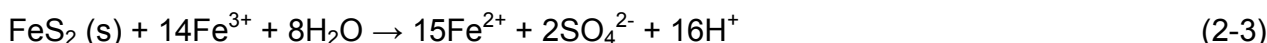
<sup>8</sup> Bullock, S.E.T., Bell, F.G. 1994. Ground and surface water pollution at a tin mine in Transvaal, South Africa. Proceedings of the First International Congress on Environmental Geotechnics. Edmonton, Alberta, Canadá

permite que siga reaccionando. Por otra parte, existe evidencia de que en esta etapa, la catálisis microbiana puede incrementar entre 25 y 34 veces la rapidez de la reacción<sup>9</sup>.

La oxidación del ión ferroso a ión férrico ocurre más lentamente a valores más bajos de pH:



Si el ión férrico producido está en contacto con la pirita, puede ocurrir la siguiente reacción de disolución de la pirita:



Esta reacción genera más ácido. La disolución de la pirita por el ión férrico, en conjunción con la oxidación del ión ferroso constituye un ciclo de disolución de la pirita. El ión férrico precipita como hidróxido de hierro como se indica en la siguiente reacción:



Este hidróxido precipitado se puede identificar en los fondos de las corrientes de agua como un depósito amorfo, amarillo, conocido como “niño amarillo” (del inglés, *yellow boy*).

Debido a la relativa insolubilidad del  $\text{Fe}^{3+}$ , la mayor parte del Fe en solución a valores de pH mayores que 3.5 está presente como  $\text{Fe}^{2+}$ . Las soluciones de drenajes ácidos de mina comúnmente tienen valores de pH y potencial redox (Eh) a lo largo o cerca del límite entre las especies  $\text{Fe}^{2+}$ - $\text{Fe}(\text{OH})_3$  en un diagrama Eh-pH. Las soluciones cercanas al valor pH neutro (pH 5-6) se encuentran relativamente reductoras, mientras que las soluciones más ácidas son más oxidantes. A valores de pH menores a 3 (el valor exacto depende del contenido de hierro y sulfato), pueden presentarse mayores cantidades de  $\text{Fe}^{3+}$ .<sup>10</sup>

La formación de ácido sulfúrico en la reacción inicial de oxidación y la consecuente disminución del pH forman un ambiente favorable para la oxidación biológica de la pirita la cual es cuatro veces más rápida que la reacción abiótica a un pH de 3 o menor. La rapidez de oxidación de la pirita también se incrementa conforme aumenta la temperatura, lo que ocurre en la superficie de las presas de jales durante los días soleados, aunque también se ve afectada por la estructura cristalina de la pirita, por ejemplo, la marcasita y la pirita framboidal se oxidan rápidamente mientras que la pirita cristalina se oxida lentamente. Tanto el ión férrico como las bacterias actúan como catalizadores de las reacciones de oxidación jugando un rol significativo en la cinética de oxidación<sup>11</sup>.

<sup>9</sup> Younger, P. L., Banwart, S. A., Hedin, R.S. 2002. Mine Water. Hydrology, Pollution, Remediation. Kluwer Academic Publishers. Bodmin, Cornwall, Reino Unido. P. 70

<sup>10</sup> Rose, A. W., Cravotta, C. A. III. Geochemistry of Coal Mine Drainage. En Coal Mine Drainage Prediction and Pollution Prevention in Pennsylvania. Cap. 1. Pennsylvania Department of Environmental Protection. Dirección: <https://www.dep.state.pa.us/dep/deputate/minres/districts/CMDP/chap01.html>

<sup>11</sup> Belzile, N., Chen, Yu-Wei, C., Mei-Fang, C., Yuerong, L. 2004. A review on pyrrhotite oxidation. Journal of Geochemical Exploration Vol. 84. P. 65-75



En la Fig. 2.1 se muestra la especiación de los productos de la oxidación de la pirita de acuerdo con varios autores.<sup>12</sup>

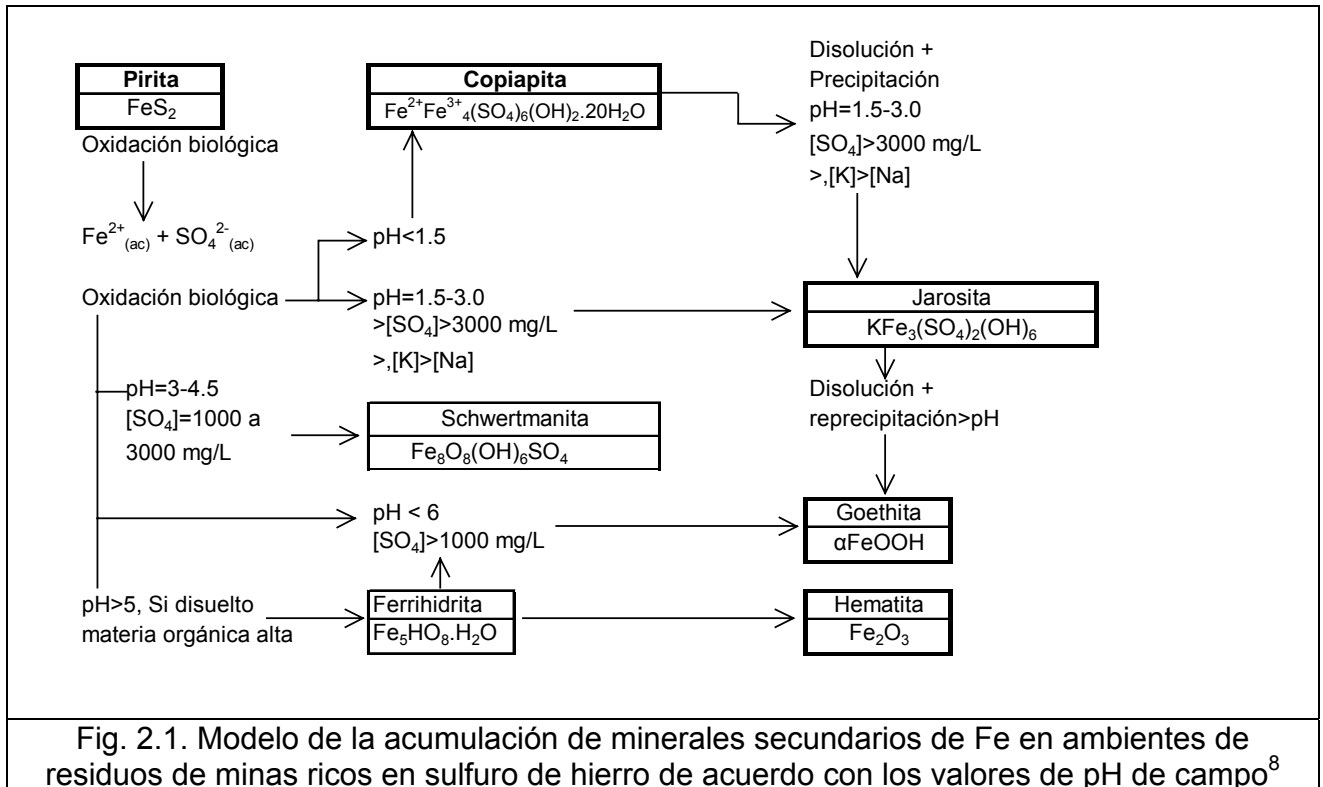
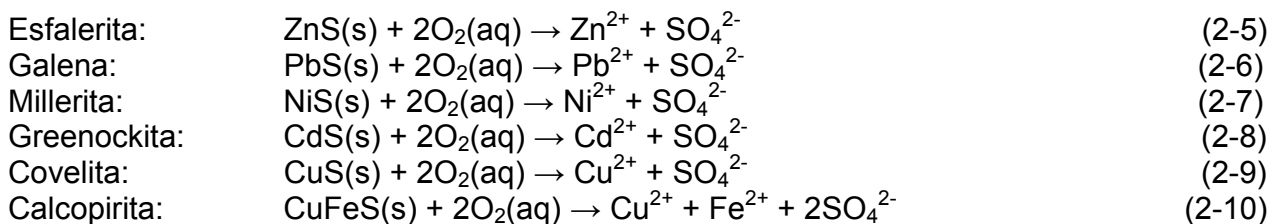


Fig. 2.1. Modelo de la acumulación de minerales secundarios de Fe en ambientes de residuos de minas ricos en sulfuro de hierro de acuerdo con los valores de pH de campo<sup>8</sup>

Existen otros sulfuros metálicos que no necesariamente producen acidez pero que sí liberan otros iones metálicos solubles. A continuación se presentan algunos ejemplos:<sup>13</sup>

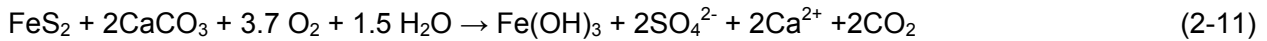


Estos productos de oxidación aumentan la conductividad eléctrica del agua que circula a través de los residuos, además de que, conforme el valor de pH desciende debido a la oxidación de la pirita la solubilidad de la mayoría de los iones metálicos se incrementa.

Un factor vital para el amortiguamiento de la acidez generada es la presencia de minerales neutralizantes en los mismos residuos. El carbonato de calcio es considerado el más importante, su reacción de neutralización es la siguiente:

<sup>12</sup> Montero, I.C., Brimhalla, G.H., Alpers, Ch.N., Swayze, G.A. 2005. Characterization of waste rock associated with acid drainage at the Penn Mine, California, by ground-based visible to short-wave infrared reflectance spectroscopy assisted by digital mapping. Chemical Geology Vol. 215. P. 459

<sup>13</sup> Younger, P. L., Banwart, S. A., Hedin, R.S. 2002. Mine Water. Hydrology, Pollution, Remediation. Kluwer Academic Publishers. Bodmin, Cornwall, Reino Unido. P. 70



Se sabe también que las reacciones de disolución de otros minerales como los feldspatos, pueden contribuir con la capacidad de neutralización de los jales bajo condiciones específicas de pH, en la Tabla 2.1 se muestran algunos ejemplos.

Tabla 2.1. Reacciones de disolución y neutralización de minerales<sup>14</sup>

<b>Disolución de la moscovita</b>	
$\text{KAl}_2[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}](\text{OH})_{2(\text{s})} + \text{H}^+ + \frac{3}{2}\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{K}^+ + \frac{3}{2}\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_{4(\text{s})}$	(2-12)
<b>Disolución de la biotita</b>	
$\text{KMg}_{1.5}\text{Fe}_{1.5}\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_{2(\text{s})} + 7\text{H}^+ + \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{K}^+ + 1.5 \text{Mg}^{2+} + 1.5 \text{Fe}^{2+} + \text{H}_4\text{SiO}_4^0 + \frac{1}{2}\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_{4(\text{s})}$	(2-13)
<b>Disolución de la albita</b>	
$\text{NaAlSi}_3\text{O}_{8(\text{s})} + \text{H}^+ + \frac{9}{2}\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Na}^+ + 2\text{H}_4\text{SiO}_4^0 + \frac{1}{2}\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_{4(\text{s})}$	(2-14)
<b>Disolución de la anortita</b>	
$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_{8(\text{s})} + 2\text{H}^+ + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}^{2+} + \text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_{4(\text{s})}$	(2-15)
<b>Disolución de K-feldspato</b>	
$\text{KAlSi}_3\text{O}_{8(\text{s})} + \text{H}^+ + \frac{9}{2}\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{K}^+ + 2\text{H}_4\text{SiO}_4^0 + \frac{1}{2}\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_{4(\text{s})}$	(2-16)
<b>Disolución del hidróxido de hierro</b>	
$\text{Fe}(\text{OH})_{3(\text{s})} + 3\text{H}^+ \rightarrow \text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O}$	(2-17)

Los aspectos que diferencian la “Prueba Modificada de Balance Ácido-Base” y la prueba original de Balance Ácido-Base (ABA) son los siguientes<sup>15</sup>:

- En relación con la medición del Potencial de Neutralización

En la prueba modificada se mide el Potencial de Neutralización mediante la reacción de los jales con ácido clorhídrico (HCl), a temperatura ambiente y agitando durante 24 horas. Además, señala que se determine el pH al término de la reacción de neutralización, con el fin de comprobar que no se ha adicionado HCl en exceso. En la prueba original ABA se mide el Potencial de Neutralización, haciendo reaccionar los jales con ácido clorhídrico (HCl) a ebullición. Esta prueba sobreestima la capacidad de neutralización de los jales bajo condiciones ambientales, ya que el HCl caliente logra disolver carbonatos poco reactivos,

<sup>14</sup> Ritchie, A.I.M. 1994. The Waste-rock Environment, in Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-wastes. Mineralogical Association of Canada Shortcourse Handbook (J.L. Jambor and D.W. Blowes, eds.), vol. 22, pp. 133-161 en Shaw, S., Mills, C. 1995. Petrology and mineralogy in ARD prediction. Enviromine. Infomine, Inc. Dirección: <http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Mineralogy/Ritchie,%201994>

<sup>15</sup> Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2004. Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción y operación y postoperación de presas de jales. México D.F. México. P. 30

como es el de hierro ( $\text{FeCO}_3$ ), que en condiciones ambientales no participan en el proceso de neutralización.

- En relación con la medición del Potencial de Acidez

En la prueba modificada se mide el Potencial de Acidez de los jales cuantificando los sulfuros como azufre total menos sulfatos, mientras que en la prueba original ABA se mide determinando el azufre total. La prueba original ABA sobrestima la capacidad de generar ácido de los jales, pues no todos los compuestos que contienen azufre pueden formar ácido sulfúrico; mientras que la prueba modificada solamente toma en cuenta los sulfuros que son los que pueden oxidarse y generar drenaje ácido.

Por otra parte, las pruebas cinéticas se distinguen de las estáticas en que pretenden emular las reacciones de oxidación natural en el ambiente en que se encuentra el residuo. Estas pruebas requieren generalmente un mayor volumen de muestra y un periodo de tiempo más largo y proporcionan información acerca de la rapidez de oxidación del mineral y, por tanto, de la producción de ácido así como de la calidad del agua del drenaje. Los métodos de pruebas cinéticas más utilizados son las pruebas de celdas de humedad y las pruebas de columna. En estas pruebas se trata de simular las condiciones de intemperización de los jales en campo, especialmente el lixiviado de metales pesados al ambiente (aguas subterráneas y/o suelos) y los procesos de producción y consumo de ácido en el ambiente natural, por lo que proporciona datos sobre la rapidez de lixiviación de metales, generación de ácido y neutralización del ácido de una muestra seleccionada.<sup>16</sup>

De acuerdo con Sobek,<sup>17</sup> la prueba de celda de humedad lixivia una muestra de 200g molida a menos de 2.38 mm en un contenedor plástico cerrado. La prueba típica dura diez semanas las cuales se dividen en ciclos de siete días. La muestra puede inocularse con bacterias. En cada ciclo de siete días, durante los primeros tres días se circula aire seco a través del contenedor de muestra y aire húmedo en los siguientes tres días. En ambos casos el aire fluye de la parte inferior de la celda y a través de la cama de jal. Al séptimo día, la muestra se enjuaga con 200 mL de agua destilada y pueden medirse pH, alcalinidad, conductividad eléctrica, potencial de óxido-reducción, se analizan sulfatos y metales disueltos.

Dependiendo de la muestra, la duración de la prueba puede extenderse. La determinación de sulfatos y metales disueltos es muy importante para el seguimiento, tanto de las reacciones de oxidación como para la movilidad de los metales. Hay dos puntos muy importantes que deben considerarse para esta prueba:

- a) Si se permitió que la muestra pudiera reaccionar antes de iniciar la prueba (por ejemplo, en almacenaje), puede haberse formado una costra de productos de oxidación sobre la muestra y ésta podría arrastrarse con los primeros enjuagues de agua en las primeras semanas.

<sup>16</sup> Carrillo-Chávez, A., O. Morton-Bermea, O., González-Partida, E., H. Rivas-Solórzano, H. Oesler, G., García-Meza, V., Hernández, E., Morales, P., Cienfuegos, E. 2003. Environmental geochemistry of the Guanajuato Mining District, México. Ore Geology Reviews. Elsevier. Vol. 23 p. 283

<sup>17</sup> Sobek, A.A., Schuller, W.A., Freeman, J.R. Smith, R.M. 1978. Field and Laboratory Methods Applicable to Overburden and Minesoils. EPA 600/2-78-054 en Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 19

- b) Un drenaje neutro podría conducir a una predicción incorrecta del potencial ácido si el periodo de duración de la prueba no es lo suficientemente largo.

En 1996, la ASTM publicó un método de prueba, D 5744-96, denominado “Método de prueba estándar para intemperización acelerada de materiales sólidos usando una celda de humedad modificada” y establece algunas diferencias, como por ejemplo, la duración de la prueba debe ser de 20 semanas, la muestra debe ser de 1 kg y el volumen de agua de lixiviado es de 500 mL<sup>18</sup>.

Sin embargo, sigue utilizándose también en investigación el diseño experimental de Sobek e incluso otros investigadores como Lawrence<sup>19</sup>, Price<sup>20</sup> y Carrillo<sup>21</sup> han hecho modificaciones experimentales basadas en estos métodos para mejorar el desarrollo de las investigaciones en celdas de humedad.

Las pruebas de columna se utilizan también para complementar las pruebas anteriormente descritas; sin embargo, no existe prácticamente ninguna normalización para su diseño por lo que su flexibilidad es aún mayor. Algunas columnas, por ejemplo, se componen de muestras de 2 a 3 kg de residuos de roca molida o jales y se sujetan también a ciclos de humedecimiento y secado para favorecer la oxidación y lixiviado del material<sup>22</sup> para su posterior análisis, como en el caso de las celdas. Los periodos de prueba varían también dependiendo de los objetivos y requerimientos específicos de cada caso y pueden operarse sometidas a intemperismo atmosférico o sumergidas. La Figura 2.2 muestra algunos esquemas típicos de estos sistemas.

En resumen, las pruebas predictivas sirven para determinar si un volumen “discreto” o específico de residuo mineral generará ácido y, con ello, predecir la calidad del drenaje basado en la rapidez de formación medida. Asimismo, existen diferentes factores que afectan el potencial de generación de ácidos y su neutralización, los cuales están relacionados con la composición de los minerales sulfurosos y el ambiente en que se encuentren.

Estos factores deben tomarse en cuenta en la evaluación de la información sobre el potencial de generación de ácido. A continuación se presenta una lista de los factores que afectan la generación de ácido así como la capacidad de neutralización.<sup>23</sup>

Los factores que afectan la capacidad total de generar ácido de un residuo mineral son:

<sup>18</sup> American Society for Testing and Materials. 1996, ASTM Designation: D 5744 - 96 - Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using a Modified Humidity Cell, ASTM, West Conshohocken, PA, EEUU. En Mills, C. 2005. Kinetic Test Work Procedures. Dirección:

<http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Kinetic%20Tests/kinetic%20procedures.htm#ASTM%201996>

<sup>19</sup> Mills, C. 2005. Kinetic Test Work Procedures. Dirección:

<http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Kinetic%20Tests/kinetic%20procedures.htm#ASTM%201996>

<sup>20</sup> Idem

<sup>21</sup> Carrillo-Chávez, A., O. Morton-Bermea, O., González-Partida, E., H. Rivas-Solórzano, H. Oesler, G., García-Meza, V., Hernández, E., Morales, P., Cienfuegos, E. 2003. Environmental geochemistry of the Guanajuato Mining District, México. Ore Geology Reviews. Elsevier. Vol. 23 p. 283

<sup>22</sup> Ian Wark Research Institute, Environmental Geochemistry International Pty Ltd. 2002. ARD Test Handbook. Project P387A Prediction & Kinetics Control of Acid Mine Drainage. AMIRA International Ltd. Melbourne, Australia

<sup>23</sup> Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 14

- La cantidad de minerales generadores de ácido presentes (sulfuros) – suponiendo que ocurre la reacción del total de los minerales en forma de sulfuros
- Cantidad de minerales neutralizantes presentes
- Cantidad y tipo de contaminantes (metales) potenciales presentes

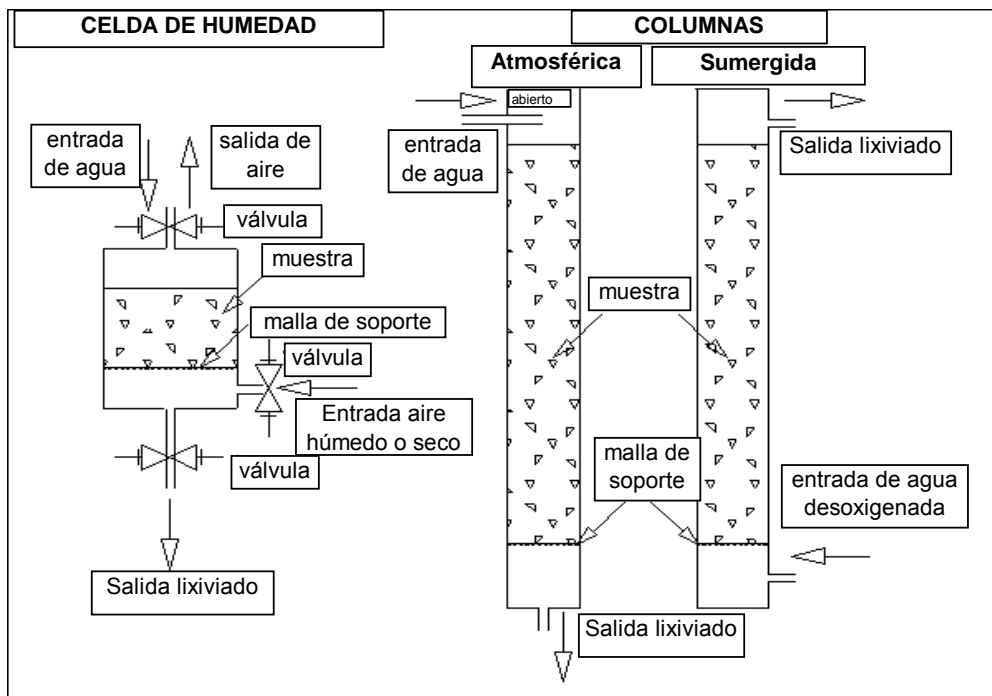


Figura 2.2. Arreglo esquemático de una celda de humedad y de columnas<sup>24</sup>

Los factores que afectan la rapidez de generación de ácido incluyen:

- Tipo de mineral de sulfuro presente (incluyendo forma cristalina)
- Tipo de mineral de carbonato presente (y otros minerales neutralizantes)
- Área superficial disponible para reacción del mineral
- Presencia de granos de mineral en el desperdicio (es decir, inclusiones, partículas liberadas)
- Tamaño de partícula del desperdicio
- Disponibilidad de agua y oxígeno
- Presencia de bacterias

<sup>24</sup> Mills, C. 2005. Kinetic Test Work Procedures. Dirección: <http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Kinetic%20Tests/kinetic%20procedures.htm#ASTM%201996>

Hasta ahora, para la predicción de la generación de drenajes ácidos de mina sólo se cuenta con los métodos anteriores y con programas basados en modelos matemáticos que permiten simular el proceso de intemperización y los ensayos estáticos y cinéticos, pero es difícil establecer el tiempo en que se desarrollarán todas las reacciones, por lo que existen numerosos grupos dedicados a la investigación de este problema ambiental.

### 2.3 Antecedentes del caso de estudio

Para el desarrollo de la presente investigación se experimentará con los jales de una empresa minera ubicada en el Estado de México. Esta empresa, en operación desde hace diez años, produce zinc, plomo y cobre a partir de un yacimiento subterráneo de sulfuros masivos. El mineral extraído se somete a un proceso de trituración y molienda hasta llegar a malla 200 (75  $\mu\text{m}$ ) y, finalmente, se concentran los sulfuros de zinc, plomo y cobre en las celdas de flotación. El proceso de flotación inicia cuando entran en contacto, en suspensión acuosa, las partículas trituradas (cabezas) con los reactivos químicos que permiten separar, lavar y hacer flotar hacia la superficie a los minerales de interés. Esto se logra burbujeando aire, controlando el pH y adicionando agentes espumantes y colectores como xantatos, ácidos y sales, los cuales rodean a las partículas haciéndolas hidrofóbicas. Los minerales concentrados, conteniendo los sulfuros de zinc, plomo y cobre son recuperados en la superficie y el remanente, más del 90% del mineral (rico en pirita,  $\text{FeS}_2$ ), llamado también ganga o cola se bombea, como una mezcla sólido acuosa o “*slurry*” (lodo o suspensión en inglés), a la presa de jales, construida sobre un enrocamiento de basalto y una cama de arcilla, la cual tiene una profundidad máxima de alrededor de 100 m. En la presa de jales se decanta el agua, la cual se recupera, junto con una buena parte de los aditivos químicos y se bombea nuevamente a las celdas de flotación, por lo que, en principio, no existen aguas residuales en esta fase del proceso.

Actualmente, la presa de jales, de aproximadamente 132,800  $\text{m}^2$  de área, contiene alrededor de tres millones de toneladas de jal y está prácticamente al límite de su capacidad por lo que ya está en proyecto la localización de una nueva presa de jales, la cual deberá estar lista en un máximo de dos años. Por esta razón es de suma importancia tomar en cuenta todas las medidas posibles para limitar al máximo los riesgos de generación de drenajes ácidos en la nueva presa. En el próximo capítulo se presenta la metodología que se seguirá para el análisis de los jales y los experimentos a realizarse con el fin de predecir o estimar el potencial de generación de drenajes ácidos de los jales en estudio, constituyendo el punto de partida para plantear las estrategias a seguir en la prevención y tratamiento de los drenajes ácidos.

## CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

### 3.1 Colecta de muestras

#### 3.1.1. Presa de jales

Para el muestreo se realizaron tres visitas al sitio en estudio con objeto de tomar muestras tanto del jal y agua de la presa de jales. Se planearon las visitas para que fueran antes, durante y después de la temporada de lluvias, para apreciar los cambios en la presa de jales debido a los efectos climáticos. Las muestras de jal se tomaron en la superficie y a 50 cm de profundidad en puntos distintos de la presa y se formaron muestras compuestas siguiendo la metodología aceptada por la norma NOM-141-SEMARNAT-2003<sup>1</sup> y recomendaciones publicadas por el Centro Nacional de Prevención de Desastres<sup>2</sup>. La mezcla sólido-líquido (jal) se va distribuyendo homogéneamente sobre la superficie de la presa buscando mantener un ligero declive hacia una zona, que siempre permanece inundada y de la que se bombea el sobrenadante de la presa hacia el proceso de flotación del mineral. En la zona inundada de la presa, se tomaron muestras de agua e “*in situ*” se midieron: Temperatura, pH y conductividad eléctrica usando un equipo de campo Corning Modelo Checkmate II, de acuerdo con el instructivo del fabricante.<sup>3</sup>

#### 3.1.2 Puntos de muestreo relacionados con la presa

La recuperación de agua de la presa se hace a través de una red de tuberías que permiten coleccionar el sobrenadante de la presa para su recirculación a proceso<sup>4</sup>, por lo que se muestrearon también estos puntos de descarga, midiendo los mismos parámetros que para el muestreo de agua en la presa.

### 3.2 Métodos analíticos

#### 3.2.1 Caracterización fisicoquímica del jal

Para caracterizar el jal se realizaron los siguientes análisis a las diferentes muestras:

---

<sup>1</sup> Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2004. Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción y operación y postoperación de presas de jales. México D.F. México

<sup>2</sup> Navarrete-Rodríguez, M.A., Becerril-Albarrán, J.P. 1996. Muestreo y caracterización de residuos peligrosos. Cuaderno de investigación. No. 27. Coordinación de Investigación. Área de riesgos químicos. Centro Nacional de Prevención de Desastres. Secretaría de Gobernación. México D.F. México

<sup>3</sup> Corning Incorporated. 1999. Science Products Division. Corning, Nueva York. EEUU

<sup>4</sup> Pacheco-Gutiérrez, L.A. 2006. Propuesta de reaprovechamiento integral del agua de proceso de una empresa minera empleando sistemas biológicos anaerobios. Tesis de maestría en ingeniería química (procesos). UNAM, PMyDI. México D.F. México

- Composición mineralógica del jal mediante un análisis semi-cuantitativo de difracción de rayos X (DRX), en la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación de la Facultad de Química de la UNAM
- Concentraciones totales de metales mediante espectrometría de emisión óptica inductivamente acoplada a plasma (ICP-OES, inductively coupled plasma-optical emission spectrometry, por sus siglas en inglés) en el Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica de la Facultad de Química de la UNAM<sup>5</sup>. Las muestras fueron digeridas adaptando las metodologías de la EPA de digestión total en microondas para suelos, sedimentos y lodos<sup>6</sup> digiriendo por triplicado las muestras de jales y se analizaron también las mismas muestras en uno de los laboratorios analíticos de la empresa minera.
- Concentración de sulfatos en el jal, en los laboratorios analíticos de la empresa minera.

Por otra parte, en las instalaciones del PIQAYQA se determinaron otras propiedades del jal:

- Densidad aparente, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>7</sup>
- Densidad real, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>31</sup>
- Porosidad, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>31</sup>
- Textura, siguiendo la metodología propuesta por Krasilnikov (2005)<sup>8</sup>
- Color, de acuerdo a la tabla de colores para suelos de Munsell<sup>9</sup>
- Valores de pH, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>31</sup>
- Conductividad eléctrica, medición con el equipo de campo Corning Checkmate II<sup>10</sup>
- Potencial de óxido-reducción, humedad y pérdida de peso por calcinación, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>31</sup>
- Presencia de carbonatos por efervescencia con ácido, siguiendo la metodología establecida en la literatura<sup>31</sup>
- Determinación total de azufre, carbono, oxígeno y nitrógeno, por medio de un analizador elemental EA-1110, siguiendo el instructivo del fabricante<sup>11</sup>

### 3.2.2 Análisis de muestras de agua

En lo que respecta a las muestras de agua de la presa de jales y puntos de descarga, se cuantificaron por triplicado los sulfatos en cada muestra por turbidimetría conforme a lo indicado en la norma NOM-141-SEMARNAT-2003<sup>12</sup> (método EPA 9038 de cuantificación de

<sup>5</sup> Perkin Elmer. 2002. ICP-Optical Emisión Spectrometer mod. Optima 4300 DV

<sup>6</sup> Environmental Protection Agency. 1991. Method 3051. Microwave Assisted Acid Digestion Of Sediments, Sludges, Soils, and Oils. Revision 0. EEUU

<sup>7</sup> Richards, L.A. 1974. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. Noriega Editores-Editorial Limusa. México D.F. México

<sup>8</sup> Krasilnikov, P. 2005. Laboratorio de Edafología, Facultad de Ciencias, UNAM. Comunicación personal. México D.F. México

<sup>9</sup> Macbeth División of Kollmorgen Co. 1975. Munsell soil color chart. Baltimore, Maryland. EEUU

<sup>10</sup> Corning Incorporated. 1999. Science Products Division. Corning, Nueva York. EEUU

<sup>11</sup> CE Instruments. 1996. Elemental Analyzer EA 1110. Milán, Italia

<sup>12</sup> Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2004. Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción y operación y postoperación de presas de jales. México, D.F. México



sulfatos por turbidimetría). Las muestras de agua fueron digeridas adaptando las metodologías de la EPA para digestión ácida<sup>13</sup> para su posterior análisis multi-elemental ICP-OES en el Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica de la Facultad de Química de la UNAM. Todas las técnicas analíticas se describen en detalle en el Anexo I.

### 3.2.3 Análisis de parámetros de seguimiento

Tanto en los reactores de laboratorio como en el reactor a escala de banco se midieron en los lixiviados:

- pH
- Conductividad eléctrica
- Potencial de óxido-reducción, medido con electrodos ORP, modelo 9678BN, según el instructivo del fabricante<sup>14</sup>

También se determinaron, dependiendo de los cambios, sufridos en las variables anteriores:

- Concentración de sulfatos<sup>15</sup>
- Análisis multielemental por espectrometría óptica de emisión inductivamente acoplada a plasma

Los análisis se realizaron de la misma manera que para las muestras tomadas en campo. En el caso de los jales, se analizaron por difracción de rayos X antes y después de los ensayos y se les aplicó el análisis multi-elemental al inicio y al final de los experimentos.

## **3.3 Prueba estática de balance ácido-base**

Este método de prueba tiene por objeto determinar el balance entre los minerales que son potenciales productores de acidez (sulfuros) y aquellos que son potenciales consumidores de acidez (carbonato de calcio, por ejemplo).

La prueba se realizó de acuerdo con lo establecido en la NOM-141-SEMARNAT-2003, determinándose el potencial de acidez por diferencia entre las concentraciones de azufre total y sulfatos, el poder de neutralización con adiciones secuenciales de ácido clorhídrico y determinación del pH después de 2, 22 y 24 horas y, finalmente, se hizo el balance de ambos.

El balance se aplicó a la muestra de jal utilizada en las celdas de humedad así como a la muestra compuesta del jal utilizado en el reactor a escala de banco.

<sup>13</sup> Environmental Protection Agency. 1992. Method 3005A. Acid Digestion Of Waters for Total Recoverable or Dissolved Metals for Analysis by FLAA or ICP Spectroscopy. Revision 1. EEUU

<sup>14</sup> Thermo-Orion. 2001. Platinum redox electrodes. Beverly, Massachussets. EEUU

<sup>15</sup> Environmental Protection Agency. 1986. Method 9038. Sulfate (Turbidimetric). SW-846 on line. Revision 0. EEUU

### 3.4 Pruebas en reactores a escala de laboratorio

Se realizaron dos diferentes experimentos en los reactores de laboratorio basados en la prueba de celdas de humedad con el propósito de analizar el efecto de las condiciones climáticas (periodos de sequía y lluvias) sobre la oxidación de la pirita.

#### 3.4.1 Pruebas cinéticas en celdas de humedad

Las pruebas cinéticas tienen por objeto corroborar los resultados de las pruebas estáticas y pretenden emular las reacciones de oxidación natural en el ambiente en que se encuentra el residuo. Para la realización de este experimento se consideró un diseño factorial de  $3^3$  con interacción de dos variables independientes para medir una variable dependiente. Las variables se seleccionaron a partir de la consideración de dos condiciones climáticas, la duración de los periodos de lluvias y el volumen de las precipitaciones de cada año, es decir, considerando tres posibles combinaciones de ciclos anuales de sequía y lluvias que van desde un año muy seco con escasas precipitaciones de poco volumen en un corto periodo, hasta un año con un largo periodo de copiosas lluvias, tomando en cuenta el clima de la zona (entre cálido-subhúmedo con lluvias en verano y semicálido-subhúmedo con lluvias en verano, con precipitaciones entre 1000 y 1500 mm, temperatura media anual de 24°C<sup>16</sup>) y las referencias proporcionadas por el personal de la mina que indican que el periodo de lluvias va de mayo a septiembre, siendo julio y agosto los meses en que se presentan las lluvias más intensas.

Para las combinaciones se consideraron ciclos quincenales (simulando que prácticamente cada 1.2 días es un mes) compuestos de dos periodos, el primero denominado periodo “seco”, en el que únicamente se circula aire “seco”, es decir, a las condiciones ambientales a través del contenedor, sobre la superficie del jal, seguido de un periodo “húmedo” en el que adiciona agua simulando la lluvia. En el día quince la muestra se enjuaga o lixivia con 200 mL de agua desionizada la cual se deja reposar en la celda por una hora midiéndose en el lixiviado obtenido los parámetros de seguimiento (pH, conductividad eléctrica y potencial redox, sulfatos y concentraciones totales de Fe, Zn, Cu, Pb y otros metales) y reiniciándose el ciclo ese mismo día. Se establecieron tres periodos “húmedos” o de “lluvia”, con duración de 1, 4 y 7 días, combinados con tres distintos volúmenes de agua a adicionar (“lluvia”) de 10, 30 y 50 mL, es decir un total de nueve celdas. A fin de establecer una comparación entre el modelo de celda modificada de Sobek utilizado por Carrillo<sup>17</sup> y la propuesta de este trabajo de investigación, una celda más se operó considerando ciclos de 7 días, con un periodo “seco” de 4 días contando el día de lixiviado, por tres días de suministro de aire humidificado haciéndolo pasar por un matraz Erlenmeyer de 250 mL con 150 mL de agua desionizada.

Se construyeron dos series de 10 celdas de un litro cada una con diámetro de 7 cm por 25 cm de altura con un soporte conformado por un tapón de algodón. El espesor promedio de la cama o lecho de jal fresco es de 2.5 cm, con un peso de 200 gramos base seca. Se suministró aire con una bomba a un flujo aproximado de 0.6 L/min. Las celdas se

<sup>16</sup> INEGI. <http://mapserver.inegi.gob.mx/geografia/espanol/estados/edomex>

<sup>17</sup> Carrillo-Chávez, A., O. Morton-Bermea, O., González-Partida, E., H. Rivas-Solórzano, H. Oesler, G., García-Meza, V., Hernández, E., Morales, P., Cienfuegos, E. 2003. Environmental geochemistry of the Guanajuato Mining District, México. Ore Geology Reviews. Elsevier. Vol. 23. P. 283

mantuvieron en funcionamiento por 20 semanas según el tiempo mínimo recomendado en el método de prueba ASTM D744-96 para “Intemperización acelerada de materiales sólidos empleando una celda de humedad modificada”, esperando que en este tiempo se alcancen condiciones estables en los parámetros verificados: Valor de pH, conductividad eléctrica, potencial redox, concentración de sulfatos, hierro y otros metales. En la Tabla 3.1 se resumen las condiciones de operación de todas las celdas y la Figura 3.1 muestra el esquema de una celda de humedad.

**Tabla 3.1. Condiciones de operación de las celdas de humedad**

	Flujo de aire (L/min)	Periodos secos (días)	Periodos húmedos (días)	Volumen de agua (mL/d)
Celda 1	0.6	13	1	50
Celda 2	0.6	10	4	50
Celda 3	0.6	7	7	50
Celda 4	0.6	13	1	30
Celda 5	0.6	10	4	30
Celda 6	0.6	7	7	30
Celda 7	0.6	13	1	10
Celda 8	0.6	10	4	10
Celda 9	0.6	7	7	10
Celda 10*	0.6	4	3	Aire humidificado

\*No se adiciona agua sino que sólo se humidifica el aire antes de introducirse a la celda

#### 3.4.2 Cinética de la reacción de la oxidación de la pirita (sulfuro ferroso) a sulfato ferroso

Se montó una serie de 6 reactores de 250 mL cada uno conteniendo 100 g de jal saturado con agua (de las muestras de jal fresco recién descargado en la presa tomadas en las visitas a la mina) y enjuagado con agua destilada, sometiéndose al siguiente ciclo en una cámara a temperatura controlada ( $27 \pm 2^\circ\text{C}$ ):

Días 1-4: En todos los reactores se circuló aire con un flujo aproximado de 1 L/min cada uno.

Días 5-8: En el día cinco se retiraron los reactores 1 y 2 y se les adicionaron 100 mL de agua desionizada, dejando en agitación por una hora y después se filtró el lixiviado. Se determinaron las concentraciones de hierro y sulfatos y con estos datos se determinó la constante de la reacción de oxidación de la pirita a sulfato ferroso. En los reactores 3 a 6 se circuló aire previamente humidificado haciendo burbujear el aire en un recipiente con agua desionizada.

Días 9-12: Al noveno día se retiraron los reactores 3 y 4 para realizar el mismo análisis que en el caso de los reactores 1 y 2. A los reactores 5 y 6 se les adicionaron también 100 mL de agua pero estos se mantuvieron inundados hasta el día 12 en que se recolectó el lixiviado y se analizaron de la misma forma que los anteriores (Tabla 3.2). Se compararon las constantes de reacción obtenidas

Se compararon las constantes de reacción obtenidas.

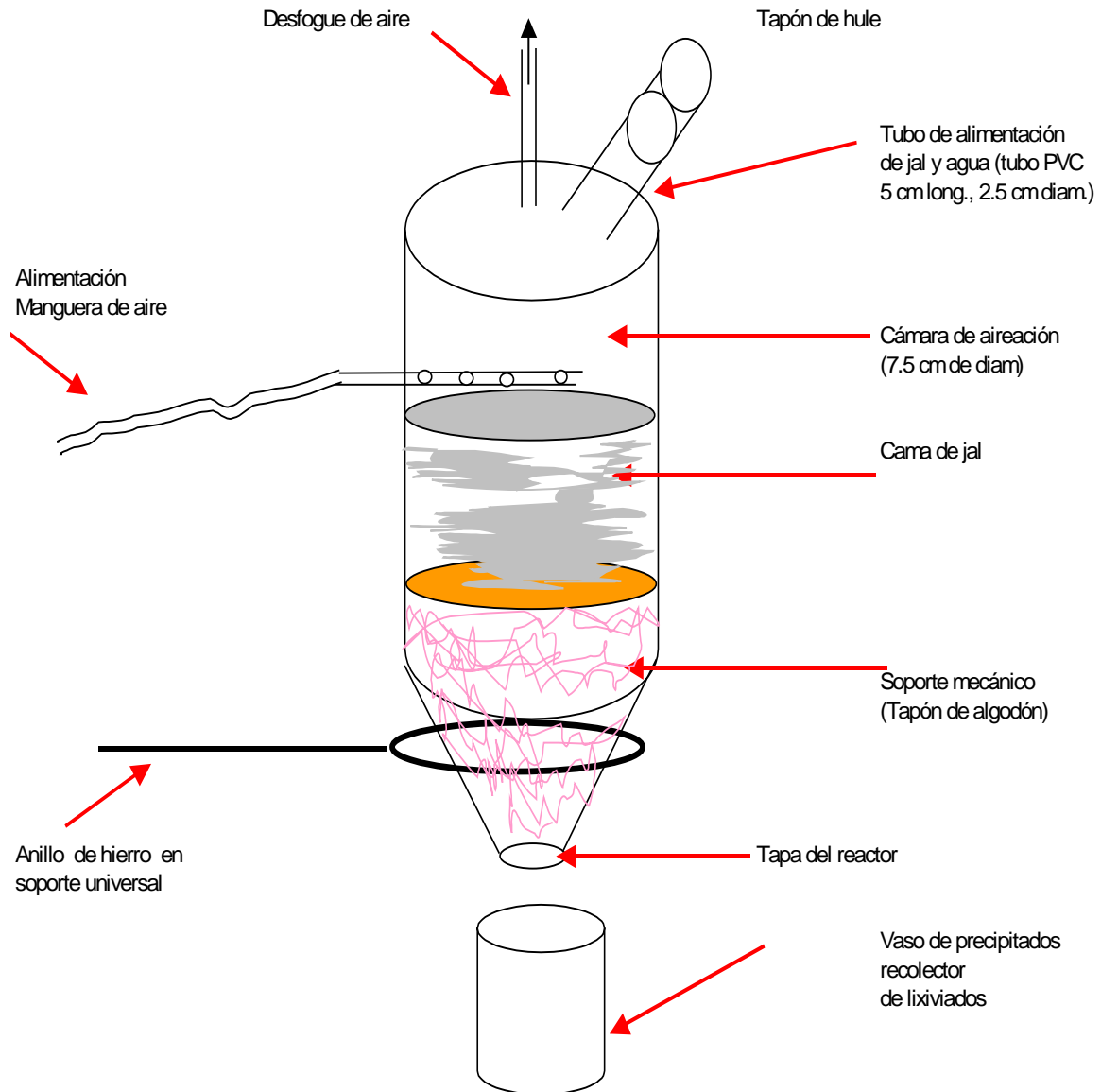
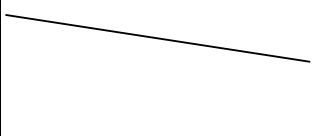


Figura 3.1. Esquema de una celda de humedad

**Tabla 3.2. Condiciones de operación de los seis reactores**

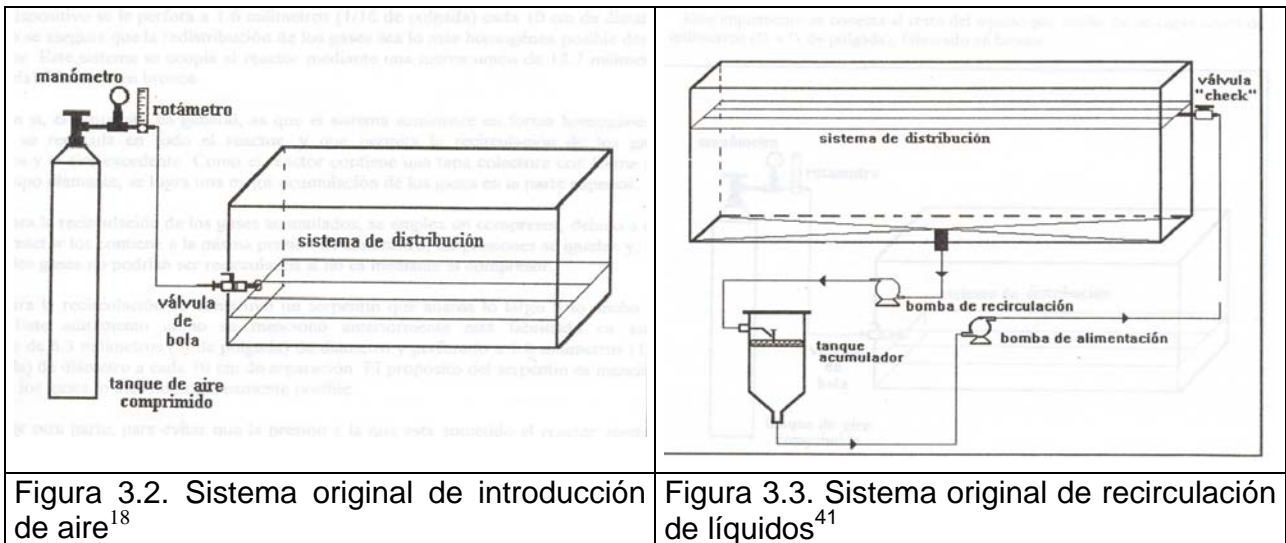
Días	1-4	5-8	9-12
Reactores 1 y 2	Circulación de Aire seco (1 L/min)	(d5) Retiro de reactores 1 y 2 y obtención de lixiviados	
Reactores 3 y 4	Circulación de Aire seco (1 L/min)	Circulación de Aire humidificado	(d9) Retiro de reactores 3 y 4y obtención de lixiviado
Reactores 5 y 6	Alimentación de Aire seco (1 L/min)	Circulación de Aire húmedo	(d9-12) Inundado (d12) Retiro de reactores 5 y 6 y obtención de lixiviado

### 3.5 Ensayos en el equipo de reacción a escala de banco

#### 3.5.1 Acondicionamiento del reactor a escala de banco

El reactor ya existente que se utilizó para los ensayos está fabricado en acero inoxidable 316 para evitar la corrosión y mide 1.2 x 0.5 x 0.6 m. Cuenta también con un compresor para suministrar aire al jal. Tiene un soporte de malla de acero inoxidable para retener el jal y al mismo tiempo permitir la circulación del lixiviado el cual es recolectado por el fondo. En las Figuras 3.2 y 3.3 se presentan los esquemas del reactor antes de las modificaciones. La conexión de aire de salida se conectó a un sistema de absorción en dos diferentes soluciones (sistema Orsat), una de  $\text{FeCl}_3$  considerándose que pudiera llegar a generarse ácido sulfhídrico y otra de  $\text{NaOH}$  para  $\text{CO}_2$  para secuestrar y determinar cualitativa y cuantitativamente los gases generados en caso de que pudiera tratarse de gases tóxicos o irritantes. Como parte del acondicionamiento del reactor se realizaron pruebas de hermeticidad e hidrostáticas. La primera consistente en someter al reactor a la presión de diseño, 1.16 atm, cerrando la tapa y todas las válvulas del reactor por una hora observando en el manómetro instalado en la tapa del reactor que la presión se mantuviera constante aplicando espuma de jabón a las conexiones y uniones para verificar que no hubiera fugas.

Por otra parte, como ya se dijo también, se hizo una prueba hidráulica que consistió en llenar el tanque de agua y bombear agua al reactor. La bomba se accionó y se observó que las conexiones no presentasen fugas así como que la distribución del agua fuera uniforme. Posteriormente se hicieron los ajustes necesarios para asegurar esa uniformidad. Originalmente se planteó probar un soporte para la cama o lecho de jal, empleando escoria volcánica (tezontle) con el objeto de facilitar la circulación de agua y aire por la parte inferior del reactor. Se determinaron la densidad aparente y real del tezontle y su porosidad, a fin de estimar el peso y volumen que ocuparía en el reactor. Asimismo se probó la resistencia del tezontle al ácido sulfúrico a fin de determinar la conveniencia de su uso como medio de soporte para el jal.



### 3.5.2 Arranque y operación del reactor a escala de banco

La puesta en operación del reactor a escala de banco, se especificó con base en los resultados de las pruebas preliminares señaladas en el inciso anterior. Tomando los resultados de los primeros ciclos de lixiviado de las celdas de humedad para su escalamiento pero con la adición de la variable del traslape de capas de jal y con la consideración de que aproximadamente se tarda entre tres y cuatro semanas en distribuir las descargas de jal sobre toda la presa, determinó la depositación de tres capas de jal.

Las condiciones de operación, de acuerdo con los ensayos de laboratorio se fijaron como sigue para escalar los siguientes parámetros:

- Volumen de agua de "lluvia"
- Flujo de aire de alimentación
- Espesor de la cama de jal: Dado que la altura disponible en el reactor es de 20 cm, se consideró una primera capa de 5 cm de espesor de la muestra de jal fresco tomada en la primera visita. Sobre esta capa se colocó una muestra subsecuente de jal de la segunda visita y, finalmente, se adicionó una tercera capa de muestra de jal tomada en última visita.

Se consideraron como variables aleatorias, al igual que en los lixiviados de los reactores de laboratorio:

- pH
- Conductividad eléctrica
- Potencial de óxido-reducción
- Temperatura
- Concentración de sulfatos

<sup>18</sup> Osorio-Pichardo, F. 1998. Diseño y construcción de un reactor experimental para tratamiento biológico de suelos contaminados con hidrocarburos. Tesis de licenciatura en Ingeniería Química, Facultad de Química, UNAM. México

- Análisis multielemental por espectrometría de emisión óptica inductivamente acoplada a plasma

### **3.6 Análisis estadísticos**

Para la validación de los resultados obtenidos, todos los análisis de muestras se harán por triplicado para verificar su validez y se aplicarán las pruebas estadísticas usuales computarizadas (Statistica, 1999), como el análisis de la varianza para la serie de celdas de humedad.

## CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 Colecta de muestras

En la Figura 4.1 se presenta el plano de la mina con los puntos de muestreo de aguas y jales seleccionados durante las visitas a la mina realizadas por el grupo de investigación de abril de 2004 a abril de 2006. La Tabla 4.1 da las mediciones realizadas *in situ* a las muestras de agua de la presa de jales y puntos de descarga, así como los resultados de los análisis de sulfatos, hierro y zinc. Se consideraron estos dos metales dado que el objetivo de la tesis es el estudio de la oxidación de la pirita y el zinc por ser el catión encontrado en mayor abundancia tanto en las aguas de la presa como en los experimentos de laboratorio y banco.

De este muestreo se pueden hacer las siguientes observaciones:

- La extensión del área inundada en la presa varía debido al desplazamiento de la tubería de descarga de jales que permite mantener una pendiente y distribución del jal en la superficie de la presa. Las muestras de jal fueron tomadas en zonas cercanas a las orillas de la presa donde era posible el acceso e incluso fue posible muestrear jal “viejo” en el zona de inundación en una ocasión en que la descarga a la presa se encontraba en el otro extremo.
- Hay un descenso en el pH del agua en la presa, comparado con el pH de descarga el cual está entre 7 y 8, según información proporcionada por el personal de la mina y verificado en el laboratorio al decantar el sobrenadante ( $\text{pH}_{\text{PJJ02-0805}}=7.4$ ;  $\text{pH}_{\text{PJJ01-0106}}=6.8$ , puntos H e I), mientras que el pH en la parte baja de la presa (orilla noroeste de la presa), donde se acumula el agua, fluctúa entre 2 y 5.2. Los valores más ácidos se presentan en la temporada de estiaje y los menos ácidos en la época de lluvias, como era de esperarse por la dilución del agua de lluvia.
- Las conductividades eléctricas en los diferentes puntos de muestreo se encuentran en un intervalo entre 4300 y 7000  $\mu\text{S}/\text{cm}$  observándose una ligera disminución en el muestreo en temporada de lluvias por la misma razón de la dilución del agua de lluvia. Como referencia, estas conductividades eléctricas corresponden aproximadamente a 40 a 50 veces las del agua potable que puede ser hasta de 100  $\mu\text{S}/\text{cm}^1$ .
- El aspecto de la presa en las partes donde el jal ya está reseco es de unacoloración blanquecina debida a la precipitación de sulfatos, principalmente. Esto se corroboró con el análisis de los cristales en forma de agujas precipitadas en las muestras de agua de la presa. Estos fueron separados en el laboratorio por evaporación del agua y por difracción de rayos X (USAI-FQ-UNAM) se determinó que se componen principalmente de sulfato de calcio dihidratado, conocido también como yeso, que se debe a la adición de cal para control de pH del proceso. El análisis de metales también confirmó este hecho, ya que el calcio es el elemento más abundante (entre 400 y 800 ppm) en las aguas de la presa.

---

<sup>1</sup> Bolaños-Guillén, A., Pérez-López, M., Garza-Cano, E. 2006. Determinación de la conductividad eléctrica. Tutorial de análisis de agua. Educación asistida por computadora. Universidad Autónoma de Tamaulipas. Dirección: <http://www.avantel.net/~arbolag/conducti.htm>



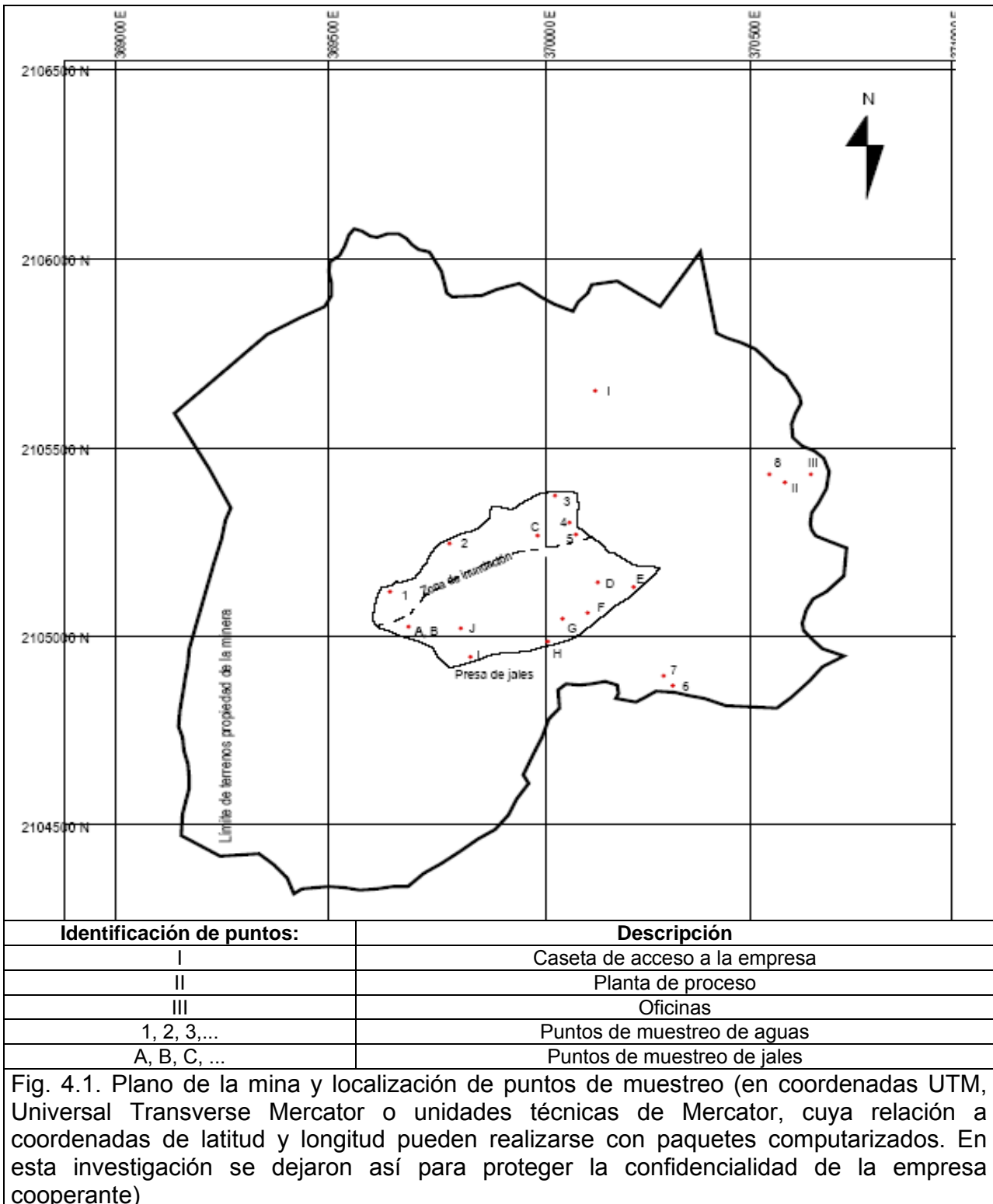


Tabla 4.1. Muestras de agua de la presa de jales y alrededores

No. Loc. en plano	Clave muestra: Punto muestreo- mes y año	Descripción (observaciones)	T (°C)	pH	Cond. electr. (μS/cm)	Sulfatos (ppm)	Fe (ppm)	Zn (ppm)
<b>PRESA DE JALES</b>								
1	PJA04-0805	Agua del oeste de presa de jales	30.50	5.70	5380	4177	2.6	16.2
2	PJA03-0405	Agua de presa de jales (orilla rocosa más profunda)	27.00	2.00	ND	3123	3.3	6.9
	PJA03-0805		31.00	5.18	5410	1230	1.6	15.5
	PJA03-0406		25.75	6.24	6940	4345	ND	ND
3	PJA07-0905	Agua de presa de jales (área de salida de agua decantada)	25.70	4.66	4340	2151	5.3	14.9
	PJA07-0106		24.70	5.82	6280	4170	3.1	35.1
	PJA07-0406		24.40	3.85	6950	4515	ND	ND
4	PJA01-1104	Agua de este de presa de jales (orilla poco profunda)	ND	3.40	ND	ND	ND	ND
	PJA01-0405		27.00	2.00	ND	3233	4.1	4.8
	PJA01-0805		28.00	4.55	5530	2540	2.6	16.3
	PJA01-0406		26.20	3.90	6890	ND	ND	ND
5	PJA02-1104	Agua de presa de jales (cerca de límite de zona inundada)	ND	3.54	ND	ND	ND	ND
	PJA02-0805		29.00	4.35	5370	1595	2.4	15.8
H	PJJ02-0805	Decantado del jal en la presa	20.80	7.40	4770	ND	0.4	1.8
I	PJJ01-0106		21.50	6.80	6260	ND	32.5	24.9
<b>ALREDEDORES PRESA</b>								
6	PJMA5-0405	Descarga de agua recuperada de la presa a los tanques de reproceso)	33.00	4.76	5930	2807	48.8	7.4
	PJMA5-0905		26.10	5.03	5190	2594	5.9	17.9
	PJMA5-0106		23.90	6.24	6260	4350	6.4	46.2
	PJMA5-0406		25.90	4.35	6760	3536	ND	ND
7	PJMA6-0405	Corriente natural desviada de la presa	26.20	3.98	6000	3349	7.0	7.1
	PJMA6-0905		26.80	5.01	5180	3170	6.0	18.2
	PJMA6-0106		24.50	6.19	6500	4250	10.4	35.4
8	PJMA7-0905	Agua de manantial (es encauzada a través de tuberías y se usa como agua de reposición en el proceso de mina)	23.80	6.75	185	<30	<LD	0.1
	PJMA7-0106		24.20	7.19	146	<20	4.0	5.2
	PJMA7-0406		25.53	7.54	141	ND	ND	ND

ND = No determinado, &lt;LD = Menor a límite de detección

Tabla 4.1. Muestras de agua de la presa de jales y alrededores (continúa)

No. Loc. en plano	Clave muestra (Punto muestreo-mes y año)	Descripción (observaciones)	Fe	Zn	Pb	Cu	As	B	Ca	Cd	Cr	Li	Mg	Mn	Ni	Sb	Si	Sr
<b>PRESA DE JALES</b>			<b>Concentración (ppm)</b>															
1	PJA04-0805	Agua del oeste de presa de jales	2.6	16.2	2.9	<LD	<LD	1.9	546.6	0.1	<LD	1.6	297.0	6.4	<LD	<LD	3.9	2.1
2	PJA03-0405	Agua de presa de jales (orilla rocosa más profunda)	3.3	6.9	3.5	<LD	NC	2.1	575.0	0.0	NC	2.2	253.4	2.8	<LD	<LD	3.1	2.2
	PJA03-0805		1.6	15.5	2.8	0.0	<LD	1.7	528.0	0.1	NC	1.5	282.4	6.0	<LD	<LD	3.3	1.7
3	PJA07-0905	Agua de presa de jales (área de salida de agua decantada)	5.3	14.9	4.1	<LD	NC	1.5	591.2	0.0	NC	1.2	224.0	5.0	0.0	4.1	7.5	1.9
	PJA07-0106		3.1	35.1	<LD	<LD	<LD	ND	10.8	<LD	<LD	ND	9.3	<LD	<LD	<LD	ND	0.2
4	PJA01-0405	Agua de este de presa de jales (orilla poco profunda)	4.1	4.8	1.0	<LD	0.03	ND	ND	0.0	NC	ND	77.7	0.9	0.0	<LD	ND	ND
	PJA01-0805		2.6	16.3	2.7	<LD	NC	0.8	726.0	0.1	NC	0.7	292.4	6.2	0.0	<LD	4.0	0.9
5	PJA02-0805	Agua de presa de jales (límite de zona inundada)	2.4	15.8	2.5	<LD	<LD	1.1	544.6	0.1	NC	1.1	293.0	6.2	NC	<LD	4.1	0.2
<b>ALREDEDORES PRESA</b>																		
6	PJMA5-0405	Descarga de agua recuperada de la presa a los tanques de reproceso	48.8	7.4	3.0	0.1	<LD	2	560.0	0.1	NC	2.0	251.0	2.9	NC	<LD	3.6	1.8
	PJMA5-0905		5.9	17.9	3.3	0.0	NC	1.8	722.4	0.1	NC	1.6	274.8	6.0	0.0	<LD	4.3	2.1
	PJMA5-0106		6.4	46.2	3.6	NC	0.8	ND	493.9	0.2	NC	ND	220.3	8.8	NC	0.1	ND	2.2
7	PJMA6-0405	Corriente natural desviada de la presa	7.0	7.1	3.6	0.0	NC	1.9	576.4	<LD	NC	1.7	252.0	3.9	0.0	<LD	5.0	2.2
	PJMA6-0905		6.0	18.2	4.3	0.0	NC	1.8	709	0.1	NC	1.5	271.0	6.1	0.1	<LD	4.4	1.9
	PJMA6-0106		10.4	35.4	3.0	0.1	0.2	ND	468.2	0.2	NC	ND	209.6	8.3	NC	<LD	ND	2.2
8	PJMA7-0905	Agua de manantial	<LD	0.1	<LD	0.0	0.1	1.8	13.8	<LD	NC	<LD	10.8	0.0	<LD	<LD	26.8	0.1
	PJMA7-0106		4.0	5.2	0.0	<LD	NC	<LD	10.8	<LD	NC	ND	9.3	<LD	<LD	<LD	ND	0.2

ND = No determinado, &lt;LD = Menor a límite de detección, NC = No cuantificable

- El siguiente elemento en abundancia es el magnesio, con concentraciones de más de 200 ppm en la mayoría de los casos, producto, posiblemente, de la disolución de otros minerales presentes como los detectados en la mineralogía
- Contrario a lo que se esperaba, las concentraciones de hierro en las aguas son, en la gran mayoría de los casos, de unas cuantas partes por millón, fluctuando aproximadamente entre 0.35 y 10. De igual modo, en la mayor parte de las muestras, las concentraciones de zinc son mayores que las de hierro, lo que indica que el sulfuro de zinc se oxida con mayor facilidad que la pirita y además que permanece en disolución, mientras que el hierro podría estar precipitando como hidróxido o alguna otra especie o complejo
- Otros elementos presentes en concentraciones menores son el manganeso, el plomo, cadmio, litio, estroncio, cobre y silicio, de los cuales, el plomo y el cadmio se encuentran en el listado de la Tabla 2 de la NOM-052-SEMARNAT-2005<sup>2</sup> con límites máximos permitidos en el extracto de elementos potencialmente tóxicos de 5 y 1 ppm, respectivamente, niveles que no son rebasados en las aguas de la presa.
- En la Tabla 4.1 se presentan también datos del muestreo de los tanques de reproceso, donde se concentra el agua de la presa para su posterior reutilización, observándose lógicamente características muy semejantes al agua de la presa.
- Los otros dos puntos muestreados fueron el agua de una galería y el agua de manantial junto a la planta de proceso. De acuerdo al personal de la mina, por la galería se desvía tanto el agua de lluvia como un escurrimiento natural de agua presente desde antes de la construcción de la presa y agua de manantial. El agua de manantial es utilizada también en el proceso como agua de reposición y se considera como el agua natural característica de la zona. En el caso del primer punto, sus características son muy parecidas al agua de la presa, lo que indica que sí hay contacto con el agua de la presa. En contraste, el agua de manantial, tiene una calidad muy alta, con un pH prácticamente neutro, bajas o nulas concentraciones de metales y bajas conductividades.

#### 4.2 Caracterización fisicoquímica del jal

En la Tabla 4.2 se presentan los resultados de los análisis físicos aplicados a las muestras obtenidas durante todas las visitas. De manera general, se puede decir que los resultados son relativamente semejantes entre las diferentes muestras, presentándose a continuación sus características más importantes.

Los jales son minerales de un molido muy fino (malla 200), como puede apreciarse en las Figuras 4.2a y 4.2b. Su textura de migajón arcillo-limoso o limoso, es suave al tacto como una harina y cementa al secar, pero se desmorona al contacto con el agua. La humedad de los jales varía de acuerdo con su tiempo de residencia en la presa. Su densidad aparente fluctúa alrededor de los 2 g/cm<sup>3</sup> y su densidad real es prácticamente cuatro veces mayor a la del agua y con una gran porosidad..

---

<sup>2</sup> Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2006. Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. México, D.F. México

Tabla 4.2. Resultados de análisis físicoquímicos de jales

Clave muestra (Pto. Muestreo- mes y año)	PJJ01-0404	PJJ02- 0404	PJJ03-0404	PJJMC- 0404	PJJ01- 0405	PJJ05- 0405	PJJ06- 0405	PJJ02-0805	PJJ01- 0805	PJJ01- 0106
<b>No. Loc. plano</b>	J	G	D	C	B	F	E	H	A	I
<b>Descripción</b>	jal viejo	jal viejo	jal reciente	Jal reciente	jal viejo	jal reciente	jal fresco	jal fresco	Jal viejo	jal fresco
<b>Dens. Real</b>	3.46	3.7	3.46	3.31	4.97	4.65	3.69	4.37	3.37	3.69
<b>Dens. Ap.</b>	1.76	2.11	1.76	1.99	2.49	2.33	1.85	2.67	2.02	1.85
<b>Porosidad</b>	0.49	0.43	0.49	0.40	0.50	0.50	0.50	0.39	0.40	0.50
<b>Color (jal seco)</b>	2.5Y 3/2, café grisáceo muy oscuro	2.5Y 4/4, café olivo	2.5Y 3/2, café grisáceo muy oscuro	2.5Y 4/2, café grisáceo	5Y 3/2 a 2.5Y 4/2, gris olivo oscuro a café grisáceo oscuro	5Y4/2, gris olivo	5Y 4/1 a 3/1, gris oscuro a gris muy oscuro	5Y 4/3, olivo	5Y 4/1, gris oscuro	5Y 4/1 a 3/1, gris oscuro a gris muy oscuro
<b>Color (jal húmedo)</b>	2.5Y 3/2, café grisáceo muy oscuro	5Y 4/2 a 4/3, gris olivo a olivo	2.5Y 3/2, café grisáceo muy oscuro	5Y 4/2 a 3/2, gris olivo a gris olivo oscuro	5Y 2.5/1, negro	10YR 4/2 a 5Y 4/2, café grisáceo oscuro a gris olivo	5Y 3/2, gris olivo	5Y 4/2 a 3/2 gris olivo a gris olivo oscuro	5Y 4/1, gris oscuro	5Y 3/2, gris olivo oscuro
<b>Textura</b>	Migajón arcillo-limoso	Migajón limoso	Migajón arcillo-limoso	Migajón limoso	Migajón limoso	Migajón limoso	Migajón arcillo- limoso	Migajón limoso	Migajón limoso	Migajón arcillo- limoso
<b>Humedad (%)</b>	0.99	1.52	13.22	6.21	1.38	1.38	19.4	11.18	2.74	26.37
<b>Pérdida peso (%)</b>	16.37	0.33	1.4	6.4	0.87	3.83	12.8	24.81	6.95	3.19
<b>pH</b>	4.2	3.6	3.7	4.77	4.63	4.85	6.09	5.6	4.5	5.86
<b>Conductividad electr. (<math>\mu\text{S}/\text{cm}</math>)</b>	6500	8300	8300	3100	3300	2700	1253	2200	3240	4240
<b>Presencia <math>\text{CO}_3^{2-}</math></b>	nula	nula	nula	nula	nula	nula	nula	nula	nula	nula
<b>Carbono (%)</b>	0.6	0.41	0.13	0.10	0.21	0.24	0.34	0.22	0.19	0.43
<b>Azufre (%)</b>	44.4	44.26	42.08	43.36	35.13	52.49	45.96	53.05	47.41	41.08
<b>Hidrógeno (%)</b>	0.7	0.89	0	0	0	0.25	0	0	0.00	0.00
<b>Nitrógeno (%)</b>	0	0	0.58	0.32	0	0	0.13	0.15	0.12	0.20

El color fluctúa, de los tonos cafés a los grises intensos típicos de los sulfuros, de acuerdo con las variaciones en la composición como a diferentes condiciones de intemperismo y muestran abundantes destellos dorados propios de la pirita,.

Se intentó relacionar su pérdida de peso por calcinación a 350°C con el contenido de sulfuros pero los resultados fueron muy variables; sin embargo, la mayor pérdida de peso se observó en la muestra utilizada en los reactores.

De acuerdo con la prueba de presencia de carbonatos ácidos por efervescencia con ácido se encontró que su presencia prácticamente es nula. Este resultado coincide con el análisis de carbono, cuyo porcentaje es muy bajo, fluctuando entre 0.1 y 0.6%, lo que implica que la capacidad para neutralizar por carbonatos el ácido que pudiera generar la pirita es muy limitada. En contraste, el contenido de azufre es muy alto como corresponde a su alta concentración de pirita, mientras que el nitrógeno, que en un momento dado serviría también de nutriente en caso de que hubiese desarrollo de microorganismos heterótrofos, es también mínima. Por otra parte, En la Tabla 4.3 se muestran los resultados de las concentraciones totales de metales y de sulfatos en las muestras de jal junto con su desviación estándar y el coeficiente de variación.

En general, las concentraciones de la mayoría de los metales presentes en las diferentes muestras de jal corresponden al mismo orden de magnitud. Las concentraciones promedio de zinc, plomo y cobre son de 1.7%, 0.4% y 1078.5 ppm respectivamente. En el caso del hierro, el elemento de mayor interés para este estudio, el coeficiente de variación es de 10.17% y se aprecia que su concentración ha aumentado ligeramente con el tiempo, permaneciendo siempre como el elemento más abundante en los jales. Los demás coeficientes de variación son superiores al 10% siendo los casos más dispersos los del antimonio (63.83%), el cobre (63.99%) y el litio (71.63%). Entre los elementos traza, se registra también al cromo a pesar de que su concentración está por debajo del límite de detección por ser un elemento regulado en aguas y se detectaron también berilio y molibdeno aunque en cantidades no cuantificables o detectables en la mayoría de los casos.

En cuanto a los sulfatos, cuantificados en los laboratorios analíticos de la empresa cooperante, las muestras de jal fresco, es decir, tomadas en la descarga de jal a la presa, presentan concentraciones menores a dos mientras que las concentraciones en las muestras de jal son mayores a dos. Esta diferencia se explica precisamente por la oxidación de los sulfuros debida a su intemperización. Entre las muestras analizadas solo se presentó como excepción el caso de la muestra de jal intemperizado PJJ03-0404, cuya concentración de sulfatos es prácticamente del 8% (coincidiendo con el porcentaje de yeso reportado en el análisis de difracción de rayos X) sin embargo, esto podría deberse a un exceso de concentración puntual del yeso, ya que se presenta como un caso aislado.

La columna sombreada en tono más oscuro corresponde a la muestra PJJ06-0805 que se seleccionó para la operación de las celdas húmedas por ser de jal recién descargado y por tanto no "intemperizado" mientras que la columna sombreada en tono claro corresponde a la muestra PJJ05-0405 de jal de reciente descarga utilizada para análisis durante la estancia realizada en Universidad Técnica de Brandemburgo en Cottbus, Alemania (complementaria al desarrollo de la tesis).

Tabla 4.3. Concentración de metales totales en muestras de jal

Clave de Muestra	PJJ01-0404	PJJ02-0404	PJJ03-0404	PJJMC-0404	PJJ05-0405	PJJ06-0405	PJJ02-0805	PJJ01-0106	Conc. Promedio	Desv. estándar (s)	Coef. Variación de conc. (CV, %)
No. Loc. Plano	J	G	D	C	F	E	H	I			
Descr. muestra	Este de presa, jal más intemperizado	Este de presa, jal "viejo"	Este de la presa, jal reciente	Muestra compuesta jales	Noreste de la presa, jal reciente	Noreste de la presa, jal fresco	Este de la presa, jal fresco	Jal fresco			
Elemento (unidades)	Concentración elemental										
Fe (%)	36.2	29.9	31.7	32.0	34.4	36.0	38.8	40.0	34.9	3.55	10.17
Zn (%)	2.5	1.6	1.4	1.4	1.7	0.8	2.2	1.8	1.7	0.52	31.06
Pb (%)	0.6	0.3	0.3	0.3	0.5	0.4	0.4	0.3	0.4	0.11	29.06
Cu (ppm)	878.0	350.0	662.0	673.0	821.0	944.0	2300.0	2000.0	1078.5	690.18	63.99
Ag (g/ton)	89.1	44.6	34.3	41.2	71.6	71.3	90.5	<LD	55.3	23.16	41.86
As (%)	0.3	0.3	0.4	0.3	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3	0.05	15.33
B (ppm)	89.0	69.0	209.0	89.0	129.0	89.0	206.0	ND	110.0	58.67	53.34
Ba (ppm)	30.0	78.0	118.0	93.0	50.0	65.0	21.0	70.1	65.6	32.01	48.76
Be (ppm)	NC	NC	NC	NC	NC	NC	NC	ND	0.0	N/A	N/A
Ca (%)	0.5	0.6	0.7	0.6	0.6	1.0	0.4	0.6	0.6	0.18	28.04
Cd (ppm)	195.0	132.0	120.0	100.0	157.0	80.0	167.0	147.0	137.3	37.22	27.12
Co (ppm)	10.0	6.0	7.0	8.0	6.0	8.0	<LD	<LD	5.6	1.52	26.96
Cr (ppm)	<LD	<LD	4.0	3.0	<LD	4.0	<LD	3.5	1.8	0.48	26.41
Ga (ppm)	117.0	100.0	99.0	103.0	118.0	114.0	114.0	ND	95.6	8.28	8.66
Li (ppm)	5.0	19.0	22.0	12.0	6.0	15.0	3.0	ND	10.3	7.34	71.63
Mg (%)	0.5	0.7	0.6	0.4	0.4	0.6	0.4	0.3	0.5	0.14	27.82
Mn (ppm)	355.0	474.0	394.0	543.0	316.0	406.0	257.0	298.0	380.4	94.76	24.91
Mo (ppm)	2.0	<LD	3.0	2.0	<LD	3.0	<LD	<LD	1.3	0.58	46.19
Ni (ppm)	12.0	6.0	7.0	15.0	7.0	17.0	5.0	<LD	8.6	4.78	55.37
Sb (pppm)	262.0	30.0	182.0	68.0	49.0	201.0	294.0	150.0	154.5	98.61	63.83
Si (%)	5.6	9.3	8.0	8.1	5.6	5.4	3.4	ND	5.7	2.04	36.03
Sr (ppm)	27.0	42.0	40.0	42.0	23.0	31.0	17.0	34.0	32.0	9.26	28.93
Ti (ppm)	130.0	79.0	224.0	204.0	78.0	151.0	95.0	98.0	132.4	56.39	42.60
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (%)	2.2	3.4	7.5	2.7	1.2	1.7	0.6	0.6	2.5	2.27	91.33

La Tabla 4.4 presenta el resultado del análisis de fluorescencia de rayos X, FRX de la muestra PJJ05-0405 realizado en el Laboratorio Analítico Central de la Universidad Técnica de Brandemburgo en Cottbus, Alemania (no contemplado originalmente en la metodología). Este análisis, aunque es semicuantitativo, permite apreciar los elementos presentes en mayor abundancia en esta muestra como S, Fe, Si, Al, Ca, K.

Tabla 4.4. Concentración de metales de muestra PJJ05-0405 (FRX, semicuantitativo)

Concentraciones de elementos mayoritarios (%)							
S	Fe	Si	Al	Ca	K		
45	37	8	2	2	1		
Concentraciones de elementos en concentraciones menores (mg/kg)							
Zn	Pb	Cu	Mn	Cd	Sb	Ag	Sn
32,000	8,000	1,300	1,200	200	70	50	50

Se realizó también en el laboratorio analítico central de la Universidad Técnica de Brandemburgo una prueba de microscopía electrónica de barrido para la muestra PJJ05-0405 de jal de reciente descarga, observándose la abundancia de los granos microscópicos de pirita, de hábito cristalino cúbico, lo cual es favorable ya que este tipo de pirita es de oxidación más lenta que las variedades más amorfas, aunque puede limitar los resultados a alcanzarse con las celdas de humedad por esta misma característica.

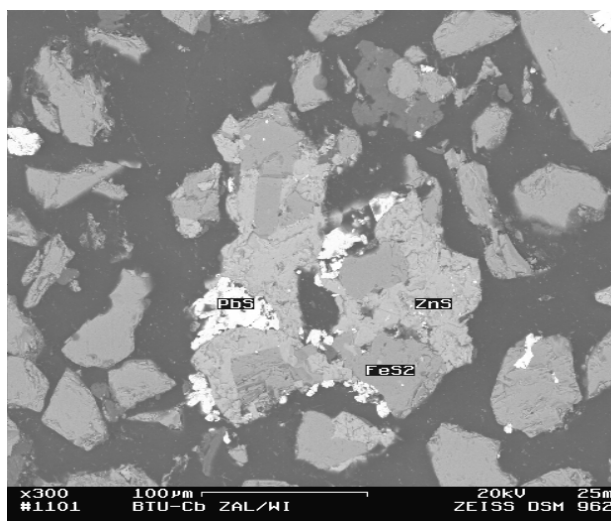


Fig. 4.2a. Vista al microscopio del jal.  
Corte bidimensional

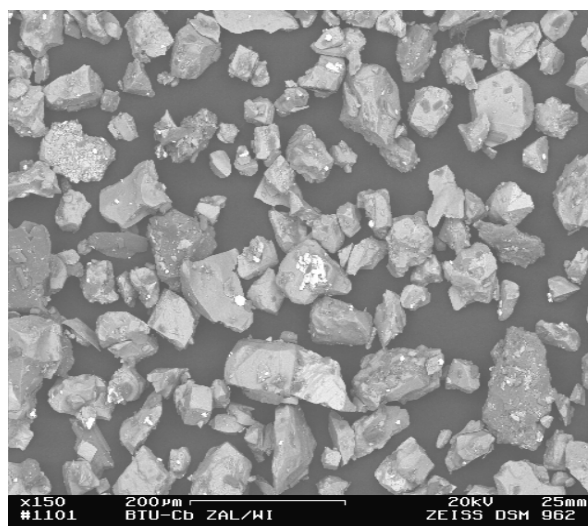


Fig. 4.2b. Vista al microscopio del jal. Vista tridimensional

Las muestras fueron analizadas por difracción de rayos X, DRX, en los laboratorios de la empresa cooperante para verificar los principales minerales que componen los jales. Los resultados presentados en la Tabla 4.5, coinciden con los análisis de metales que muestran que el hierro es el elemento más abundante y se presenta en la forma cristalina de pirita, siendo el segundo sulfuro más abundante el de zinc, que es el segundo elemento metálico más abundante en los jales. Otra característica crítica que se confirma con estos análisis es la escasa o prácticamente nula presencia de carbonatos que pudieran contribuir a la neutralización del ácido producido por la oxidación de la pirita.

Se hizo especial énfasis en el análisis de la muestra PJJ02-0805 que fue seleccionada para las pruebas en celdas de humedad por tratarse de una muestra de la descarga a la presa, es decir, sin intemperizar, además de corresponder a la muestra con mayor porcentaje de pirita. Por ello, se envió una muestra de este jal al Centro de Investigaciones en Química Inorgánica de la Universidad de Guanajuato para obtener una reconstrucción mineralógica del jal consistente en análisis por fluorescencia de rayos X, recomposición de óxidos basado en análisis por absorción atómica y balance mineralógico aproximado por difracción de rayos X; también se realizó su análisis textural en el Instituto de Metalurgia de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Estos análisis proporcionaron más detalles sobre la composición elemental del jal, su mineralogía y tamaño de partículas que resultan de suma importancia para la interpretación de los resultados obtenidos en las celdas de humedad (Tablas 4.6, 4.7 y 4.8).



De los análisis anteriores destaca el hecho de que no se detecta la presencia de sulfatos de calcio como ocurre en los jales ya intemperizados, aun cuando, debido al proceso mismo de la flotación, en que se promueve la oxidación de la pirita para deprimir su flotación y se ajusta el pH con la adición de cal,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , es muy probable que se esté generando desde el mismo proceso de flotación.

Tabla 4.5. Composición mineralógica de los jales determinada por DRX (%)

Clave muestra	PJJ01-0404	PJJ02-0404	PJJ03-0404	PJJMC-0404	PJJ01-0405	PJJ05-0405	PJJ06-0405	PJJ02-0805	PJJ01-0106
No. De localización en plano	J	G	D	C	B	F	E	H	I
Descripción de la muestra	jal viejo	jal viejo	jal reciente	mezcla compuesta	jal viejo	jal reciente	jal fresco	jal fresco	jal fresco
Especie mineral	Porcentaje								
$\text{FeS}_2$ Pirita	73	67	67	71	74.00	75.00	70.00	91	75.00
$\text{ZnS}$ Esfalerita	5	5	5	5	5.00	5.00	5.00	3	3.00
$\text{CuFeS}_2$ Calcopirita							1.00	1.00	
$\text{SiO}_2$ Cuarzo	5	8		5	5	5	5	5	8
$\text{SiO}_2$ Cristobalita			2	2					
$(\text{K},\text{Na})(\text{Al},\text{Mg},\text{Fe})(\text{Si}_{3.1}\text{Al}_{0.09})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ Muscovita	5	5	5	5	5	5	5		
$(\text{Mg},\text{Fe})_6(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ Clinoclora	5	5	5	5	5	5	8		6
$\text{K}_{0.42}\text{Na}_{0.58}\text{Ca}_{0.03}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$ Sanidina									3
$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ Albita	3	3	3	3.0	3.00	3	3		
$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Yeso	3	3	8		3	2			
$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ Bassanita	1			4			3		

Tabla 4.6. Porcentaje de óxidos de elementos mayoritarios de muestra PJJ02-0805

Componente	Porcentaje en muestra
$\text{SiO}_2$	7.1
$\text{Al}_2\text{O}_3$	-
$\text{CaO}$	0.3
$\text{MgO}$	-
$\text{Na}_2\text{O}$	-
$\text{K}_2\text{O}$	-
$\text{PbO}$	0.6
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	58.5
$\text{CuO}$	0.5
$\text{ZnO}$	4.8
Pérdida de peso por calcinación a 350°C	28.2
Total:	100

Tabla 4.7. Balance mineralógico aproximado de la muestra PJJ02-0805 comparado con resultados de DRX de la empresa cooperante

Fase mineralógica		Porcentaje CIQI	Empresa cooperante
Pirita	FeS <sub>2</sub>	87.7	91
Sulfuro de plomo	PbS	0.7	
Sulfuro de zinc	ZnS	3.9	3
Calcita	CaCO <sub>3</sub>	0.4	
Cuarzo	SiO <sub>2</sub>	7.0	5
Sulfuro de cobre	CuS	0.5	
Calcopirita	CuFeS <sub>2</sub>		1
TOTAL		100.2	100

Tabla 4.8. Análisis de textura de la muestra PJJ02-0805

Fracción	Porcentaje
Limo	51.9
Arcilla	3.2
Arena	44.2
Tipo textural	Migajón limoso

### 4.3 Prueba estática de balance ácido-base

En la Tabla 4.9 se presentan los resultados de las pruebas estáticas de balance ácido-base realizados a la muestra utilizada en los reactores de laboratorio, seleccionada por ser una muestra de jal de descarga en la presa y por tener el mayor contenido de pirita de las muestras colectadas al momento de iniciar las pruebas en las celdas de humedad, así como de la muestra compuesta de las tres capas que conformaron los ensayos en el reactor a escala de banco y la muestra utilizada durante la estancia realizada en la Universidad Técnica de Brandemburgo en Cottbus, Alemania.

Tabla 4.9. Resultados de las pruebas estáticas de balance ácido-base realizados a la muestra utilizada en los reactores de laboratorio

Muestra	Azufre Total (%)	Azufre como Sulfatos (%)	Potencial de Neutralización, PN (kg CaCO <sub>3</sub> /ton jales)	Potencial de Acidez, PA (kg CaCO <sub>3</sub> /ton jales)	Potencial de Neutralización Neto, PNN (kg CaCO <sub>3</sub> /ton jales)
PJJ02-0805	53.05	0.62	5.35	1638.44	0.0033
Muestra compuesta (PJJ06-0405, PJJ02-0805, PJJ01-0106)	46.7	0.97	21.67	1429.06	0.0152
PJJ05-0405	52.49	1.15	42.09	1604.38	0.0262

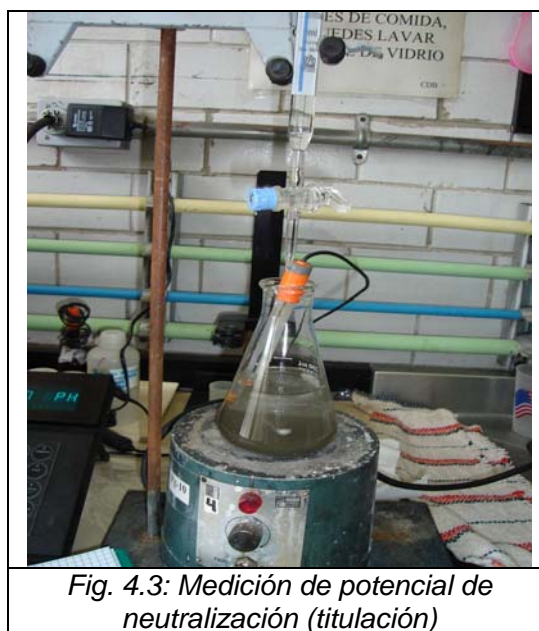


Fig. 4.3: Medición de potencial de neutralización (titulación)

Como era de esperarse, dados los resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a las muestras de jales, en todos los casos el PNN resultó mucho menor a 1.2, límite señalado por la norma NOM-141-SEMARNAT-2003 para designarlos como jales potenciales generadores de drenajes ácidos, de hecho es prácticamente igual a cero, lo que hace aún más crítica la oxidación de la piritita al no contar con material neutralizante.

#### 4.4 Pruebas en reactores a escala de laboratorio

##### 4.4.1. Pruebas cinéticas en celdas de humedad

Las celdas de humedad se construyeron con materiales de desecho lo que redujo su costo y permitió tener versatilidad (Fig. 4.4). Se realizaron pruebas con el jal para determinar la retención del medio de soporte considerado originalmente, de fibra de vidrio; sin embargo, fue necesario sustituirlo por algodón que resultó un excelente soporte ya que no modifica ni la conductividad eléctrica ni el pH de las soluciones, según se comprobó en las pruebas realizadas. Las celdas estuvieron en operación durante 20 semanas, con ciclos de lixiviados de 15 días en el caso de las celdas 1 a 9 y sus duplicados, y ciclos de 7 días para la celda 10 y su duplicado, tal como se indicó en el capítulo 3 de metodología.

Los parámetros de seguimiento, pH, conductividad eléctrica y potencial redox, así como el cálculo de los moles de iones hidronio, suponiendo que se trata únicamente de ácido sulfúrico, que es un ácido fuerte, las concentraciones de hierro, zinc, plomo y cobre y los miligramos producidos con base en el volumen de lixiviado recolectado se encuentran registrados en la tabla 4.10.

En el primer lixiviado, correspondiente a la semana 2, se obtuvieron datos muy dispersos por lo que se realizó el análisis de superficie de respuesta para los lixiviados de las demás semanas.

Con respecto al pH, en el periodo comprendido entre la semana 4 y la 12, existe correlación entre el pH y los periodos de riego (“lluvia” o inyección de nuevo jal) mas no con los volúmenes de agua adicionados, determinándose que cuando se adicionan 10 mL de agua en un solo día a la celda 7 se obtienen el pH mínimo.



Fig. 4.4. Sistema de celdas de humedad

Considerando que podía deberse a un efecto de dilución se hizo también la comparación entre los moles de iones hidronio calculados a partir del pH y los volúmenes recuperados para los resultados de lixiviados de la semana 6. Los resultados de estos cálculos reforzaron la correlación encontrada para el pH con respecto al periodo de riego mas no con el volumen de riego ya que en algunos casos se encuentra que también para las celdas regadas un solo día con volumen de 50 mL se detecta mayor producción de iones hidronio. Estos resultados coinciden con los reportados por otros investigadores en pruebas de columnas, en los que también se encontró que los periodos largos de “sequía” favorecían una mayor acidificación.<sup>3,4</sup>

A partir de la semana 14, deja de presentarse diferencia significativa entre los valores de pH y los periodos de riego y los valores de pH comienzan a converger en la mayoría de las celdas excepto en las celdas 3, 6 y 10, alcanzándose el pH mínimo para las celdas 7, 4, 5, 9, 8 y 1 en la semana 16. Por otra parte en la celda 6 es donde se mantienen los valores de pH más estables, seguida de la tres. En contraste, la celda 10, que se mantuvo en operación únicamente con aire humidificado es la que presenta las fluctuaciones más importantes, con descensos y ascensos alternados en los valores de pH. La gráfica de estos resultados se muestra en la figura 4.6.

<sup>3</sup> Doepker, R., Drake, P., 1991. Laboratory study of submerged metalmine tailings (III): factors influencing the dissolution of metals. Proceedings of the Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage. MEND Program, vol. 1. CANMET, Montreal, Canada, pp. 139–155. September.

<sup>4</sup> García, C., Ballester, A., González, F., Blázquez, M.L. 2005. Pyrite behaviour in a tailing pond. Hydrometallurgy. Elsevier. Vol. 76, pp. 26-36

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.10a Resumen de parámetros analizados en las celdas de humedad

Semana	Fecha	Volumen (mL)	PH	moles totales H+	CE (μS/cm)	Eh (mV)	Fe (ppm)	mg Fe	Zn (ppm)	mg Zn	Pb (ppm)	mg Pb	Cu (ppm)	mg Cu
<b>CELDAS 1 (50 ml / 1 d)</b>														
2	21/10/2005	171	6.0	3.30E-07	2530	184.6	1.9	0.3	82.1	13.8	0.7	0.1	1.1	0.2
4	04/11/2005	167.5	6.0	3.37E-07	2064	173.4	1.0	0.2	34.8	5.7	1.3	0.2	<LD	<LD
6	19/11/2005	163	5.8	4.47E-07	2330	113.3	1.0	0.2	104.8	16.9	1.4	0.2	1.2	0.2
8	05/12/2005	131	4.7	2.61E-06	2800	192.5	0.6	0.1	137.1	18.0	1.7	0.2	2.2	0.3
10	20/12/2005	146	5.0	1.80E-06	2600	186.2	0.9	0.1	172.3	25.5	1.5	0.2	1.7	0.2
12	04/01/2006	152	4.6	4.98E-06	2375	198.7	2.8	0.4	220.6	33.2	2.9	0.4	4.1	0.6
14	17/01/2006	170	5.0	1.70E-06	2280	209.6	5.9	1.0	232.5	39.5	3.5	0.6	6.8	1.2
16	01/02/2006	151	3.7	2.75E-05	2006	190.0	18.7	2.8	262.5	39.7	3.4	0.5	9.7	1.5
18	15/02/2006	164	3.8	2.75E-05	2085	251.9	24.5	4.0	243.7	39.6	3.2	0.5	9.5	1.5
20	28/02/2006	160	3.7	3.58E-05	1916	287.1	38.8	6.2	237.0	37.8	2.1	0.3	10.7	1.7
			<b>Total:</b>	<b>1.03E-04</b>				<b>15.3</b>		<b>269.8</b>		<b>3.4</b>		<b>7.2</b>
<b>CELDAS 2 (50 ml / 4 d)</b>														
2	21/10/2005	180	6.7	3.83E-08	1555	81.6	0.9	0.2	20.1	3.6	0.8	0.2	<LD	0
4	04/11/2005	315	6.5	1.03E-07	2321	102.0	0.4	0.1	17.3	5.5	0.8	0.3	<LD	0
6	19/11/2005	355	6.2	2.81E-07	1790	103.0	2.2	0.8	61.1	21.6	1.6	0.6	0.3	0.0
8	05/12/2005	291.5	6.1	2.68E-07	1886	2.2	2.8	0.8	56.7	16.4	1.6	0.5	0.2	0.1
10	20/12/2005	291	5.6	1.04E-06	1706	127.7	5.1	1.5	79.1	23.0	1.6	0.5	1.0	0.3
12	04/01/2006	283	4.9	1.10E-05	1688	216.3	11.6	3.2	76.1	21.0	1.6	0.4	1.8	0.5
14	17/01/2006	316.5	4.7	1.63E-05	1145	201.3	16.7	5.3	88.7	28.1	3.4	1.1	1.3	0.4
16	01/02/2006	390	4.0	9.26E-05	1133	233.9	26.7	11.2	147.6	58.9	3.9	1.6	3.5	1.5
18	15/02/2006	252	4.1	3.00E-05	955	220.3	38.3	9.4	138.5	34.6	3.1	0.8	4.4	1.1
20	28/02/2006	285	3.9	4.09E-05	886	235.7	34.6	9.7	133.0	37.6	2.5	0.7	5.0	1.4
			<b>Total:</b>	<b>1.93E-04</b>				<b>42.1</b>		<b>250.3</b>		<b>6.5</b>		<b>5.2</b>
<b>CELDA 3 (50 ML / 7 d)</b>														
2	21/10/2005	312	7.0	3.36E-08	2144	206.4	0.2	0.0	10.5	2.0	0.1	0.0	<LD	<LD
4	04/11/2005	335.45	6.8	4.87E-08	1393	103.0	0.6	0.2	93.0	36.7	1.3	0.5	<LD	<LD
6	19/11/2005	390	6.2	2.21E-07	1129	48.1	1.5	0.6	35.7	13.9	1.1	0.4	<LD	<LD
8	05/12/2005	412	6.3	2.30E-07	1697	18.3	1.3	0.5	46.5	18.7	1.6	0.7	<LD	<LD
10	20/12/2005	391	5.7	9.70E-07	1010	96.9	3.3	1.3	26.5	10.3	1.0	0.4	0.1	0.0
12	04/01/2006	388.5	6.0	6.82E-07	915	101.6	4.1	1.6	16.1	6.2	1.3	0.5	0.1	0.04
14	17/01/2006	467	5.9	1.08E-06	467	112.0	4.6	2.2	19.9	9.3	1.8	0.9	0.1	0.04
16	01/02/2006	474	5.1	7.30E-06	461	119.8	8.2	4.0	25.3	12.1	2.7	1.3	0.3	0.1
18	15/02/2006	462	4.5	1.46E-05	423	142.8	6.8	3.2	18.5	8.6	3.2	1.5	0.2	0.1
20	28/02/2006	460	4.6	2.67E-05	461	226.3	8.0	3.7	35.0	16.2	3.6	1.7	0.6	0.3
			<b>Total:</b>	<b>5.19E-05</b>				<b>17.3</b>		<b>134.0</b>		<b>7.8</b>		<b>0.6</b>
<b>CELDA 4 (30 ML / 1 d)</b>														
2	21/10/2005	135.5	5.61	4.82E-07	3145	238.9	0.6	0.1	211.3	28.8	1.9	0.3	<LD	<LD
4	04/11/2005	136	5.25	7.74E-07	3160	211.4	0.7	0.1	41.5	5.6	0.5	0.1	<LD	<LD
6	19/11/2005	134	5.03	1.37E-06	3400	203.5	0.4	0.1	198.7	26.6	1.3	0.2	0.9	0.1
8	05/12/2005	122	4.52	4.10E-06	3505	215.6	10.9	1.3	227.4	27.8	2.7	0.3	6.7	0.8
10	20/12/2005	123	4.07	1.09E-05	2895	238.8	10.3	1.2	226.3	27.9	2.4	0.3	7.3	0.9
12	04/01/2006	118	3.79	1.94E-05	2555	205.4	25.8	3.0	337.1	39.9	3.5	0.4	14.6	1.7
14	17/01/2006	159	3.77	2.70E-05	2265	253.6	27.9	4.4	272.9	43.1	2.7	0.4	9.3	1.5
16	01/02/2006	127	3.19	8.67E-05	2340	301.1	40.9	5.1	426.6	54.0	3.2	0.4	16.8	2.1
18	15/02/2006	159	3.5	5.10E-05	2110	295.4	33.3	5.3	351.8	55.7	2.7	0.4	17.5	2.7
20	28/02/2006	152	3.45	5.39E-05	2240	290.9	34.3	5.2	325.1	49.1	2.3	0.3	23.5	3.5
			<b>Total:</b>	<b>2.56E-04</b>				<b>25.9</b>		<b>358.5</b>		<b>3.1</b>		<b>13.4</b>
<b>CELDA 5 (30 ML / 4 d)</b>														
2	21/10/2005	132.5	6.15	1.05E-07	5030	178.1	<LD	<LD	222.2	8.4	0.6	0.1	<LD	<LD
4	04/11/2005	226.5	6.03	2.11E-07	2595	133.8	<LD	<LD	8.8	1.9	0.3	0.1	<LD	<LD
6	19/11/2005	250	5.91	3.12E-07	2445	121.8	3.4	0.9	98.5	24.7	1.0	0.2	0.3	0.1
8	05/12/2005	184.5	5.3	1.23E-06	2990	164.9	3.2	0.6	159.6	29.0	1.4	0.3	0.8	0.1
10	20/12/2005	208	4.79	5.57E-06	2445	205.5	11.5	2.5	159.4	32.9	1.2	0.3	1.7	0.4
12	04/01/2006	194	4.17	1.47E-05	2235	208.0	40.1	7.8	242.7	47.1	2.1	0.4	3.6	0.7
14	17/01/2006	253	4.15	2.58E-05	1648	258.1	27.8	7.0	126.3	31.8	1.8	0.5	2.3	0.6
16	01/02/2006	229	3.25	1.67E-04	1675	245.8	36.5	8.6	269.7	62.2	2.7	0.6	10.1	2.3
18	15/02/2006	202	3.67	5.01E-05	1633	272.5	59.5	11.9	229.1	45.7	1.9	0.4	8.7	1.7
20	28/02/2006	223	3.75	4.43E-05	1373	302.1	56.7	12.4	178.1	38.7	1.6	0.4	9.5	2.0
			<b>Total:</b>	<b>3.09E-04</b>				<b>51.6</b>		<b>322.3</b>		<b>3.1</b>		<b>7.8</b>

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Semana	Fecha	Volumen (mL)	pH	moles totales H+	CE (μS/cm)	Eh (mV)	Fe (ppm)	mg Fe	Zn (ppm)	mg Zn	Pb (ppm)	mg Pb	Cu (ppm)	mg Cu
<b>CELDA 6 (30 ML / 7 d)</b>														
2	21/10/2005	200	6.7	4.84E-08	1550	171.9	<LD	<LD	79.5	15.9	0.9	0.2	<LD	<LD
4	04/11/2005	225	6.6	1.07E-07	1471	108.4	0.2	0.0	45.3	10.4	0.7	0.2	<LD	<LD
6	19/11/2005	265	6.7	1.15E-07	1134	2.2	0.3	0.1	20.7	5.3	0.6	0.1	<LD	<LD
8	05/12/2005	240	6.7	5.56E-08	961	57.4	<LD	<LD	8.8	2.0	0.4	0.1	<LD	<LD
10	20/12/2005	292	6.0	2.79E-07	1066	97.2	0.1	0.0	25.5	7.5	0.4	0.1	<LD	<LD
12	04/01/2006	267	6.4	1.22E-07	1084	137.9	0.3	0.1	28.7	7.8	0.6	0.2	<LD	<LD
14	17/01/2006	229	6.5	8.89E-08	595	70.1	0.2	0.0	12.3	3.0	0.3	0.1	<LD	<LD
16	01/02/2006	309	6.1	2.63E-07	674	97.9	0.3	0.1	20.0	6.1	0.5	0.1	<LD	<LD
18	15/02/2006	281.5	6.4	1.27E-07	519	73.8	0.1	0.0	9.0	2.6	0.3	0.1	<LD	<LD
20	28/02/2006	301	6.3	1.65E-07	491	113.0	0.1	0.0	16.0	4.7	0.4	0.1	<LD	<LD
				<b>Total:</b>	<b>1.37E-06</b>			<b>0.4</b>		<b>65.1</b>		<b>1</b>		<b>&lt;LD</b>
<b>CELDA 7 (10 ML / 17 d)</b>														
2	21/10/2005	160	6.0	1.53E-07	3150	181.3	0.12	0.01	113.5	14.3	0.5	0.1	<LD	<LD
4	04/11/2005	122	5.9	2.09E-07	3440	177.0	0.355	0.04	126.9	15.48	1.17	0.143	<LD	<LD
6	19/11/2005	125	5.0	1.36E-06	3585	189.5	1.0	0.1	211.0	26.4	2.5	0.3	1.6	0.2
8	05/12/2005	120	4.1	9.37E-06	3295	231.4	23.1	2.8	200.5	24.1	4.3	0.5	10.1	1.2
10	20/12/2005	116	4.0	1.64E-05	2915	246.6	15.1	1.8	204.5	23.7	2.7	0.3	7.9	0.9
12	04/01/2006	121	3.7	3.09E-05	2465	240.4	28.9	3.5	256.8	31.1	3.8	0.5	11.7	1.4
14	17/01/2006	136	3.7	2.66E-05	2470	290.8	24.9	3.4	299.5	40.4	2.9	0.4	12.1	1.6
16	01/02/2006	122	3.1	9.59E-05	2660	272.0	48.7	5.9	406.5	49.7	4.5	0.5	20.8	2.5
18	15/02/2006	125	3.4	4.75E-05	2460	295.6	42.7	5.3	412.5	51.6	3.2	0.4	26.3	3.3
20	28/02/2006	124	3.4	5.63E-05	2515	321.5	54.8	6.8	377.5	46.8	2.6	0.3	34.9	4.3
				<b>Total:</b>	<b>2.85E-04</b>			<b>26.9</b>		<b>323.6</b>		<b>3.5</b>		<b>15.6</b>
<b>CELDA 8 (10 ML / 4 d)</b>														
2	21/10/2005	163.5	6.5	1.22E-07	2995	161.7	0.3	0.0	101.3	15.0	0.7	0.1	<LD	<LD
4	04/11/2005	157.5	6.4	2.09E-07	2744	145.6	<LD	<LD	5.7	0.8	0.7	0.1	<LD	<LD
6	19/11/2005	160	5.7	7.00E-07	3430	156.6	0.2	0.0	87.7	14.9	0.5	0.1	<LD	<LD
8	05/12/2005	148.5	4.9	3.36E-06	3710	183.2	3.2	0.5	266.3	39.5	2.4	0.4	2.8	0.4
10	20/12/2005	172	4.8	1.20E-05	2579	170.2	13.9	2.1	177.7	27.2	1.7	0.3	5.8	0.9
12	04/01/2006	141	4.4	2.63E-05	2785	242.0	28.6	4.0	370.3	52.1	2.8	0.4	11.0	1.5
14	17/01/2006	158	4.4	2.69E-05	2575	245.9	29.0	4.4	339.4	53.0	3.3	0.5	17.5	2.6
16	01/02/2006	147	3.6	8.42E-05	2475	286.5	46.8	6.7	418.3	60.9	3.8	0.6	33.1	4.7
18	15/02/2006	143	3.8	3.64E-05	2395	287.1	45.9	6.6	410.0	58.8	3.5	0.5	47.7	6.9
20	28/02/2006	161	3.7	3.48E-05	2385	310.0	48.5	7.6	364.5	58.5	2.3	0.4	50.5	7.8
				<b>Total:</b>	<b>2.25E-04</b>			<b>32.0</b>		<b>380.6</b>		<b>3.3</b>		<b>25.0</b>
<b>CELDA 9 (10 mL / 7 d)</b>														
2	21/10/2005	195	6.5	8.03E-08	2495	178.9	1.5	0.3	96.2	18.8	1.3	0.3	<LD	<LD
4	04/11/2005	170	6.4	8.50E-08	1974	153.5	<LD	<LD	9.01	1.532	0.475	0.081	<LD	<LD
6	19/11/2005	183	6.5	6.01E-08	2870	40.1	1.0	0.2	114.9	20.9	1.5	0.3	<LD	<LD
8	05/12/2005	152.7	5.8	2.25E-07	3600	153.1	0.664	0.1	238.3	36.5	2.6	0.4	0.122	0.019
10	20/12/2005	144	5.6	3.45E-07	3555	186.7	2.1	0.3	294.4	42.1	2.5	0.4	4.4	0.6
12	04/01/2006	144	4.6	3.68E-06	2975	280.9	11.2	1.6	356.9	51.3	1.751	0.245	17.5	2.5
14	17/01/2006	180.5	4.4	9.26E-06	2150	241.7	15.4	2.8	215.6	38.6	2.8	0.5	11.1	2.0
16	01/02/2006	178	3.3	8.42E-05	2045	273.4	32.1	5.7	349.6	62.2	3.1	0.5	20.9	3.7
18	15/02/2006	183	3.7	3.79E-05	1530	283.5	34.2	6.3	194.9	35.7	2.5	0.5	6.0	1.1
20	28/02/2006	167	3.5	5.52E-05	1942	316.5	40.5	6.8	329.8	54.7	2.5	0.4	27.8	4.5
				<b>Total:</b>	<b>1.91E-04</b>			<b>23.9</b>		<b>362.4</b>		<b>3.5</b>		<b>14.5</b>
<b>CELDA 10 (4 d aire seco / 3 d aire húmedo)</b>														
1	14/10/2005	176	6.6	4.29E-08	1984	64.2	<LD	<LD	48.9	8.9	0.8	0.1	<LD	<LD
2	21/10/2005	176	5.9	3.39E-06	1713	201.0	<LD	<LD	70.4	12.3	1.8	0.3	NC	NC
3	28/10/2005	145	5.7	3.24E-07	1845	168.8	<LD	<LD	7.3	1.1	1.4	0.2	<LD	<LD
4	04/11/2005	167.5	6.5	1.04E-07	1675	122.3	<LD	<LD	138.4	23.4	1.3	0.2	0.2	0.0
5	11/11/2005	192.5	4.7	8.68E-06	1599	113.9	0.2	0.0	53.1	10.3	2.1	0.4	0.2	<LD
6	19/11/2005	158	6.2	1.28E-07	1593	109.3	<LD	<LD	25.9	4.1	1.5	0.2	<LD	<LD
7	25/11/2005	150	5.2	4.90E-06	1680	179.2	0.77	0.10	125.0	16.9	2.4	0.3	0.5	0.1
8	05/12/2005	150	5.6	1.09E-06	2570	133.1	0.50	0.07	123.7	17.4	2.6	0.4	0.6	0.1
9	12/12/2005	143	5.1	1.98E-06	2019	ND	0.56	0.08	106.4	15.2	3.3	0.5	0.8	0.1
10	20/12/2005	163	5.5	1.04E-06	1471	132.7	0.84	0.13	24.0	3.9	2.3	0.4	0.4	0.1
11	26/12/2005	170	5.48	1.332E-06	1075	118.3	1.27	0.21	15.6	2.6	2.7	0.4	0.2	0.0
12	04/01/2006	182	5.6	1.24E-06	1009	168.5	1.55	0.28	13.0	2.3	2.7	0.5	0.2	0.0
13	11/01/2006	180	5.48	1.49E-06	1075	118.3	2.01	0.36	12.2	2.2	2.1	0.4	0.1	0.0

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Semana	Fecha	Volumen (mL)	pH	moles totales H+	CE (µS/cm)	Eh (mV)	Fe (ppm)	mg Fe	Zn (ppm)	mg Zn	Pb (ppm)	mg Pb	Cu (ppm)	mg Cu
14	17/01/2006	176	5.6	3.00E-06	683	154.7	3.05	0.55	10.8	1.9	2.0	0.3	0.1	0.0
15	26/01/2006	142	5.24	1.072E-05	991	165.5	9.05	1.54	116.4	19.6	2.5	0.4	6.2	1.1
16	01/02/2006	171	5.0	1.93E-05	645	195.1	11.69	2.01	35.0	6.0	1.6	0.3	1.3	0.2
17	08/02/2006	164.5	5.2	3.41E-06	568	106.3	7.66	1.26	30.0	4.9	2.3	0.4	0.7	0.1
18	15/02/2006	172	5.0	1.80E-05	468	169.9	7.72	1.33	25.7	4.4	3.1	0.5	0.6	0.1
19	23/02/2006	160.5	4.07	3.438E-05	869	236.5	6.58	1.04	99.7	16.0	4.8	0.8	1.4	0.2
20	28/02/2006	177	4.9	1.42E-05	476	214.1	9.21	1.61	33.3	5.9	3.8	0.7	0.6	0.1
<b>Total:</b>				<b>1.29E-04</b>				<b>10.6</b>		<b>179.4</b>		<b>7.8</b>		<b>2.3</b>

Tabla 4.10b Resumen de parámetros analizados en las celdas de humedad (metales)

Semana	Fecha	Fe	Zn	Pb	Cu	As	Ca	Cd	Co	Cr	Mg	Mn	Ni	Sb	Se	Sr
<b>CELDAS 1 (50 ml / 1 d)</b>																
2	21-10-05	1.9	82.1	0.7	1.1	<LD	ND	0.8	0.0	0.0	87.4	10.3	0.2	<LD	NC	ND
4	4-11-05	1.0	34.8	1.3	<LD	0.1	ND	0.3	0.3	0.0	42.2	5.9	0.0	1.3	0.1	ND
6	19-11-05	1.0	104.8	1.4	1.2	<LD	268.8	0.7	NC	<LD	120.9	16.9	<LD	ND	<LD	0.5
8	5-12-05	0.6	137.1	1.7	2.2	0.2	310.7	1.0	NC	NC	161.6	21.3	<LD	ND	<LD	0.4
10	20-12-05	0.9	172.3	1.5	1.7	0.2	247.4	1.3	<LD	0.0	150.2	19.7	0.1	<LD	0.1	0.8
12	4-1-06	2.8	220.6	2.9	4.1	0.3	356.7	2.0	<LD	0.0	165.6	20.8	0.2	<LD	0.2	0.3
14	17-1-06	5.9	232.5	3.5	6.8	0.3	316.0	2.3	<LD	<LD	123.3	13.2	0.1	<LD	0.2	0.3
16	1-2-06	18.7	262.5	3.4	9.7	0.7	270.5	2.5	<LD	<LD	107.2	10.4	0.1	<LD	0.2	0.2
18	15-2-06	24.5	243.7	3.2	9.5	0.9	314.0	2.5	<LD	<LD	69.7	6.3	0.1	<LD	0.2	0.3
20	28-2-06	38.8	237.0	2.1	10.7	1.0	216.3	2.5	<LD	NC	33.0	3.4	NC	<LD	<LD	0.3
<b>CELDAS 2 (50 ml / 4 d)</b>																
2	21-10-05	0.9	20.1	0.8	<LD	0.02	ND	0.2	<LD	0.0	18.3	3.5	0.0	<LD	NC	ND
4	4-11-05	0.4	17.3	0.8	<LD	0.03	ND	0.2	0.2	0.0	40.5	4.9	0.0	0.8	0.1	ND
6	19-11-05	2.2	61.1	1.6	0.3	<LD	262.7	0.5	NC	<LD	67.9	8.5	<LD	ND	<LD	0.5
8	5-12-05	2.8	56.7	1.6	0.2	<LD	263.4	0.4	<LD	<LD	81.8	9.5	<LD	ND	<LD	0.6
10	20-12-05	5.1	79.1	1.6	1.0	<LD	211.6	0.6	<LD	<LD	78.2	8.5	0.1	<LD	0.0	0.4
12	4-1-06	11.6	76.1	1.6	1.8	0.1	130.3	0.6	<LD	<LD	47.6	4.9	0.0	<LD	0.1	0.7
14	17-1-06	16.7	88.7	3.4	1.3	0.1	150.4	0.8	<LD	<LD	57.6	5.7	0.0	<LD	0.0	0.2
16	1-2-06	26.7	147.6	3.9	3.5	0.3	116.4	1.3	<LD	<LD	56.2	5.3	0.1	<LD	NC	0.2
18	15-2-06	38.3	138.5	3.1	4.4	0.3	69.1	1.2	<LD	<LD	40.9	4.0	0.1	<LD	NC	0.2
20	28-2-06	34.6	133.0	2.5	5.0	0.2	36.1	1.3	<LD	NC	25.4	2.8	<LD	<LD	<LD	0.2
<b>CELDA 3 (50 ML / 7 d)</b>																
2	21-10-05	0.2	10.5	0.1	<LD	<LD	ND	0.1	<LD	0	17.5	2.2	0.0	<LD	<LD	ND
4	4-11-05	0.6	93.0	1.3	<LD	0.1	ND	0.9	0.86	0.03	115.6	15.9	0.1	1.3	0.1	ND
6	19-11-05	1.5	35.7	1.1	<LD	<LD	226.8	0.3	<LD	<LD	44.5	5.7	0.0	ND	<LD	0.5
8	5-12-05	1.3	46.5	1.6	<LD	<LD	238.3	0.3	<LD	<LD	75.9	9.0	<LD	ND	<LD	0.6
10	20-12-05	3.3	26.5	1.0	0.1	<LD	139.5	0.2	<LD	<LD	39.4	4.2	0.0	<LD	0.1	0.2
12	4-1-06	4.1	16.1	1.3	0.1	<LD	76.4	0.1	<LD	<LD	27.1	3.0	0.0	<LD	0.0	0.9
14	17-1-06	4.6	19.9	1.8	0.1	<LD	57.2	0.2	<LD	<LD	24.0	2.4	0.01	<LD	0.02	0.4
16	1-2-06	8.2	25.3	2.7	0.3	0.1	54.2	0.2	<LD	<LD	25.7	2.6	0.02	<LD	0.05	0.8
18	15-2-06	6.8	18.5	3.2	0.2	0.1	36.0	0.2	<LD	<LD	19.3	1.8	0.01	<LD	0.03	0.7
20	28-2-06	8.0	35.0	3.6	0.6	0.1	34.7	0.3	<LD	NC	18.9	2.0	<LD	<LD	<LD	0.1
<b>CELDA 4 (30 ML / 1 d)</b>																
2	21-10-05	0.6	211.3	1.9	<LD	0.1	ND	1.9	0.1	0.0	209.6	36.4	0.4	<LD	0.1	ND
4	4-11-05	0.7	41.5	0.5	<LD	0.1	ND	0.4	0.4	0.0	68.0	8.8	0.1	0.5	0.1	ND
6	19-11-05	0.4	198.7	1.3	0.9	0.1	314.2	1.4	0.1	NC	199.3	30.4	0.2	ND	0.1	0.6
8	5-12-05	10.9	227.4	2.7	6.7	0.4	340.9	2.2	0.0	NC	181.1	24.9	0.1	ND	0.2	0.2
10	20-12-05	10.3	226.3	2.4	7.3	0.7	275.5	2.1	<LD	0.0	154.0	18.1	0.2	<LD	0.3	0.5
12	4-1-06	25.8	337.1	3.5	14.6	1.4	361.9	3.4	<LD	0.0	139.8	14.8	0.2	<LD	0.3	0.6
14	17-1-06	27.9	272.9	2.7	9.3	0.9	327.3	2.8	<LD	<LD	73.5	6.8	0.1	<LD	0.2	0.4
16	1-2-06	40.9	426.6	3.2	16.8	1.2	276.5	4.6	<LD	<LD	53.0	5.2	0.2	<LD	0.2	0.2
18	15-2-06	33.3	351.8	2.7	17.5	0.9	280.5	4.0	<LD	<LD	28.8	3.6	0.1	<LD	0.1	0.6
20	28-2-06	34.3	325.1	2.3	23.5	0.8	247.1	3.8	<LD	NC	16.6	2.9	<LD	<LD	<LD	0.7
<b>CELDA 5 (30 ML / 4 d)</b>																
2	21-10-05	<LD	222.2	0.6	<LD	NC	ND	2.5	0.2	0.0	205.6	37.8	0.5	0.0	0.1	ND
4	4-11-05	<LD	8.8	0.3	<LD	NC	ND	0.1	0.1	0.0	24.9	3.4	0.0	0.3	0.1	ND
6	19-11-05	3.4	98.5	1.0	0.3	NC	335.2	0.7	NC	<LD	105.7	13.7	<LD	ND	<LD	0.8
8	5-12-05	3.2	159.6	1.4	0.8	0.1	394.3	1.3	NC	<LD	151.8	19.6	<LD	ND	0.1	0.8
10	20-12-05	11.5	159.4	1.2	1.7	0.2	306.9	1.4	<LD	<LD	109.4	12.0	0.1	<LD	0.2	0.3
12	4-1-06	40.1	242.7	2.1	3.6	0.5	381.7	2.3	<LD	<LD	110.4	11.1	0.1	<LD	0.2	0.4
14	17-1-06	27.8	126.3	1.8	2.3	0.4	283.1	1.4	<LD	<LD	48.4	4.1	0.1	<LD	0.1	0.3
16	1-2-06	36.5	269.7	2.7	10.1	0.9	214.6	2.6	<LD	<LD	42.2	3.9	0.1	<LD	0.1	0.3
18	15-2-06	59.5	229.1	1.9	8.7	0.6	217.3	2.3	<LD	<LD	33.3	3.8	0.1	<LD	0.1	0.3
20	28-2-06	56.7	178.1	1.6	9.5	0.4	135.3	1.8	<LD	NC	17.2	2.6	<LD	<LD	<LD	0.5

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Semana	Fecha	Fe	Zn	Pb	Cu	As	Ca	Cd	Co	Cr	Mg	Mn	Ni	Sb	Se	Sr
<b>CELDA 6 (30 ML / 7 d)</b>																
2	21-10-05	<LD	79.5	0.9	<LD	0.1	ND	0.8	0.7	0.0	107.1	14.4	0.1	0.7	0.0	ND
4	4-11-05	0.2	45.3	0.7	<LD	0.1	ND	0.7	0.7	0.0	95.4	12.7	0.1	0.7	0.1	ND
6	19-11-05	0.3	20.7	0.6	<LD	<LD	203.8	0.1	<LD	<LD	35.1	5.0	<LD	<LD	<LD	0.4
8	5-12-05	<LD	8.8	0.4	<LD	<LD	158.4	0.1	<LD	<LD	32.1	4.0	<LD	<LD	<LD	0.4
10	20-12-05	0.1	25.5	0.4	<LD	<LD	153.8	0.2	<LD	<LD	41.2	5.0	0.03	<LD	0.07	0.2
12	4-1-06	0.3	28.7	0.6	<LD	<LD	168.5	0.2	<LD	<LD	48.3	5.6	0.04	<LD	0.03	0.2
14	17-1-06	0.2	12.3	0.3	<LD	<LD	90.0	0.1	<LD	<LD	27.8	3.0	0.01	<LD	0.01	0.9
16	1-2-06	0.3	20.0	0.5	<LD	<LD	93.7	0.1	<LD	<LD	32.3	3.6	0.02	<LD	0.03	0.5
18	15-2-06	0.1	9.0	0.3	<LD	<LD	67.8	0.1	<LD	<LD	25.0	2.5	0.01	<LD	0.06	0.7
20	28-2-06	0.1	16.0	0.4	<LD	<LD	60.7	0.1	<LD	NC	23.7	2.8	<LD	<LD	<LD	0.1
<b>CELDA 7 (10 ML / 17 d)</b>																
2	21-10-05	0.12	113.5	0.5	<LD	0.13	ND	1.0	0.1	NC	119.3	15.8	0.2	0.12	NC	ND
4	4-11-05	0.355	127	1.17	<LD	0.15	ND	1.04	1.04	0.04	114.6	17.5	0.1	1.17	0.12	ND
6	19-11-05	1.0	211.0	2.5	1.6	0.3	379.1	1.6	0.0	NC	190.9	30.1	0.2	ND	0.2	0.5
8	5-12-05	23.1	200.5	4.3	10.1	0.4	404.9	2.1	NC	<LD	163.1	22.3	<LD	ND	0.2	0.2
10	20-12-05	15.1	204.5	2.7	7.9	0.7	262.7	1.7	<LD	<LD	163.4	19.4	0.2	<LD	0.2	0.7
12	4-1-06	28.9	256.8	3.8	11.7	0.8	308.5	2.1	<LD	<LD	147.1	16.2	0.2	<LD	0.2	0.4
14	17-1-06	24.9	299.5	2.9	12.1	0.9	307.8	2.9	<LD	<LD	122.1	13.1	0.2	<LD	0.3	0.5
16	1-2-06	48.7	406.5	4.5	20.8	1.4	358.9	4.5	<LD	<LD	81.5	7.9	0.2	<LD	0.2	0.5
18	15-2-06	42.7	412.5	3.2	26.3	1.0	274.4	4.6	<LD	<LD	48.4	5.1	0.1	<LD	0.2	0.7
20	28-2-06	54.8	377.5	2.6	34.9	0.9	234.3	4.9	<LD	NC	27.0	3.7	NC	<LD	<LD	0.7
<b>CELDA 8 (10 ML / 4 d)</b>																
2	21-10-05	0.3	101.3	0.7	<LD	0.1	ND	0.8	0.1	0.0	108.5	13.9	0.1	0.3	0.1	ND
4	4-11-05	<LD	5.7	0.7	<LD	0.0	ND	0.1	0.1	0.0	30.0	3.1	0.0	0.7	0.0	ND
6	19-11-05	0.2	87.7	0.5	<LD	<LD	206.8	0.7	0.0	<LD	66.7	10.4	0.1	ND	<LD	0.3
8	5-12-05	3.2	266.3	2.4	2.8	0.3	463.3	2.5	0.0	NC	188.1	26.8	0.1	ND	0.2	0.6
10	20-12-05	13.9	177.7	1.7	5.8	0.5	346.5	2.0	<LD	<LD	93.6	10.0	0.1	<LD	0.2	0.4
12	4-1-06	28.6	370.3	2.8	11.0	0.8	337.2	3.9	<LD	<LD	118.0	14.5	0.2	<LD	0.2	0.3
14	17-1-06	29.0	339.4	3.3	17.5	0.6	337.2	3.8	<LD	<LD	91.1	10.6	0.1	<LD	0.2	0.4
16	1-2-06	46.8	418.3	3.8	33.1	0.7	279.8	5.1	<LD	<LD	69.4	7.5	0.2	<LD	0.1	0.4
18	15-2-06	45.9	410.0	3.5	47.7	0.7	256.5	4.9	<LD	<LD	57.9	6.1	0.1	<LD	0.2	1.0
20	28-2-06	48.5	364.5	2.3	50.5	0.6	233.0	4.6	<LD	NC	28.8	3.5	NC	<LD	<LD	0.8
<b>CELDA 9 (10 mL / 7 d)</b>																
2	21-10-05	1.5	96.2	1.3	<LD	0.05	ND	0.8	0.5	0.02	110.6	14.9	0.1	0.42	0.04	ND
4	4-11-05	<LD	9.01	0.48	<LD	0.03	ND	0.12	0.12	0.01	28.12	3.28	0	0.48	0.04	ND
6	19-11-05	1.0	114.9	1.5	<LD	<LD	335.0	0.8	NC	<LD	132.1	19.5	<LD	ND	<LD	0.7
8	5-12-05	0.664	238.3	2.6	0.12	0.07	456.5	1.8	0.1	NC	202.0	30.7	0.1	ND	0.09	0.8
10	20-12-05	2.1	294.4	2.5	4.4	0.2	347.3	3.0	ND	ND	189.5	25.4	0.2	ND	0.2	0.4
12	4-1-06	11.2	356.9	1.75	17.5	0.5	343.7	4.2	<LD	NC	177.4	21.1	0.2	<LD	0.19	<LD
14	17-1-06	15.4	215.6	2.8	11.1	0.4	313.2	2.3	<LD	<LD	92.7	8.8	0.1	<LD	0.2	0.3
16	1-2-06	32.1	349.6	3.1	20.9	0.8	227.2	3.6			68.7	6.3	0.1		0.2	0.4
18	15-2-06	34.2	194.9	2.5	6.0	0.6	210.1	1.9	<LD	<LD	40.1	4.6	0.1	<LD	0.1	0.9
20	28-2-06	40.5	329.8	2.5	27.8	0.9	156.6	3.9	<LD	NC	25.5	4.1	NC	<LD	NC	0.5
<b>CELDA 10 (4 d aire seco / 3 d aire húmedo)</b>																
1	14-10-05	<LD	48.9	0.8	<LD	<LD	ND	0.5	0.03	<LD	20.4	3.1	0.1	<LD	0.04	ND
2	21-10-05	<LD	70.4	1.8	NC	NC	ND	0.7	0.03	<LD	63.2	8.7	0.1	<LD	0.08	ND
3	28-10-05	<LD	7.3	1.4	<LD	<LD	ND	0.1	<LD	<LD	27.6	4.4	NC	<LD	0.08	ND
4	4-11-05	<LD	138.4	1.3	0.2	0.2	ND	1.2	0.1	<LD	117.9	17.7	0.2	<LD	0.1	ND
5	11-11-05	0.2	53.1	2.1	0.2	0.2	258.6	0.4	<LD	NC	60.1	7.8	<LD	<LD	<LD	0.4
6	19-11-05	<LD	25.9	1.5	<LD	<LD	250.3	0.3	<LD	<LD	56.5	6.2	<LD	ND	<LD	0.5
7	25-11-05	0.77	125.0	2.4	0.5	0.4	340.0	0.8	C<0.0	<LD	94.4	12.7	<LD	ND	<LD	0.24
8	5-12-05	0.50	123.7	2.6	0.6	0.2	325.7	0.9	NC	<LD	122.5	16.3	<LD	ND	0.09	0.32
9	12-12-05	0.56	106.4	3.3	0.8	0.1	257.9	1.0	NC	<LD	89.4	10.7	<LD	ND	<LD	0.2
10	20-12-05	0.84	24.0	2.3	0.4	0.1	285.2	0.3	<LD	<LD	64.6	6.6	0.0	<LD	0.1	0.4
11	26-12-05	1.27	15.6	2.7	0.2	0.1	231.8	0.2	<LD	<LD	42.9	4.4	0	<LD	0.07	0.64
12	4-1-06	1.55	13.0	2.7	0.2	0.1	192.4	0.1	<LD	<LD	44.5	4.2	0.0	<LD	NC	0.4
13	11-1-06	2.01	12.2	2.1	0.1	0.1	139.3	0.1	<LD	<LD	29.0	3.1	0	<LD	NC	0.42
14	17-1-06	3.05	10.8	2.0	0.1	0.1	117.4	0.1	<LD	<LD	26.4	2.4	0.0	<LD	0.1	0.3
15	26-1-06	9.05	116.4	2.5	6.2	0.6	109.1	0.9	<LD	<LD	40.6	4.1	0.1	<LD	NC	0.3
16	1-2-06	11.69	35.0	1.6	1.3	0.2	81.0	0.3	<LD	<LD	36.2	3.0	0.0	<LD	NC	0.4
17	8-2-06	7.66	30.0	2.3	0.7	0.2	55.5	0.2	<LD	NC	28.4	3.1	<LD	<LD	<LD	0.2
18	15-2-06	7.72	25.7	3.1	0.6	0.2	40.5	0.2	<LD	NC	21.9	2.2	<LD	<LD	<LD	0.2
19	23-2-06	6.58	99.7	4.8	1.4	0.3	72.3	0.8	<LD	NC	37.8	4.5	<LD	<LD	<LD	0.08
20	28-2-06	9.21	33.3	3.8	0.6	0.2	37.5	0.3	<LD	NC	20.7	2.0	<LD	<LD	<LD	0.2



En cuanto a la conductividad eléctrica, se encontró una diferencia significativa al 1%, tanto respecto del volumen de agua adicionado a las celdas como con respecto a los periodos de riego, en la gráfica 4.7 se grafica la conductividad eléctrica en función del tiempo. Comparando con la gráfica 4.6 de pH contra tiempo, no se presenta una relación clara entre el pH y la conductividad eléctrica, esto puede deberse al exceso de sulfato de calcio y otras sales que se depositan en la superficie del jal, las cuales van solubilizándose a lo largo de las semanas.

En lo que se refiere a las concentraciones de metales, con base en los límites máximos permisibles para los constituyentes tóxicos en el extracto PECT de la NOM-052-SEMARNAT-2005<sup>5</sup>, en las semanas en las que descendió más el pH, se excede el límite de 1 ppm señalado para el cadmio, llegando a concentraciones entre 4 y 5 ppm. También se presentan concentraciones de calcio del orden de cientos ppm, lo que se explica principalmente por la adición de cal para el control de pH en la flotación. Finalmente, otros elementos en gran abundancia fueron en primer lugar el magnesio, que, de acuerdo con la mineralogía de los jales, puede ser producto de la disolución de la clinoclora o la biotita, o, incluso, de las trazas de dolomita que fueron detectadas en uno de los análisis de difracción de rayos X.

Se grafican en las Figuras 4.8 a 4.17 pH y conductividad eléctrica contra tiempo para cada celda a fin de observar en detalle su evolución así como conductividad eléctrica contra pH y las concentraciones y cantidades de hierro y zinc durante la experimentación. Los cálculos y superficies de respuesta se concentran en el Anexo II.

En la figura 4.5 se muestra una fotografía de los lixiviados obtenidos, incluyendo dos muestras en las que, después de algunas horas de lixiviar las celdas, se observaba un precipitado color amarillo ocre de hidróxido de férrico, el cual se redisolvió al acidificar las muestras para su conservación y posterior análisis de metales.



Fig. 4.5. Lixiviados, muestras con precipitado de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$

5 Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2006. Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos 4 peligrosos. México, D.F. México

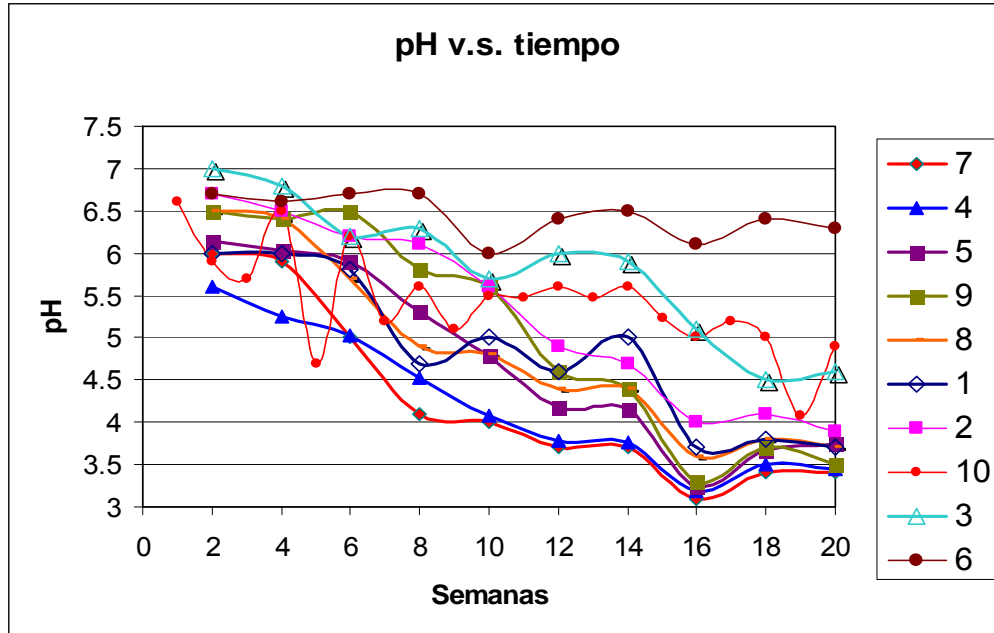


Figura 4.6. Valores de pH v.s. tiempo en las celdas de humedad

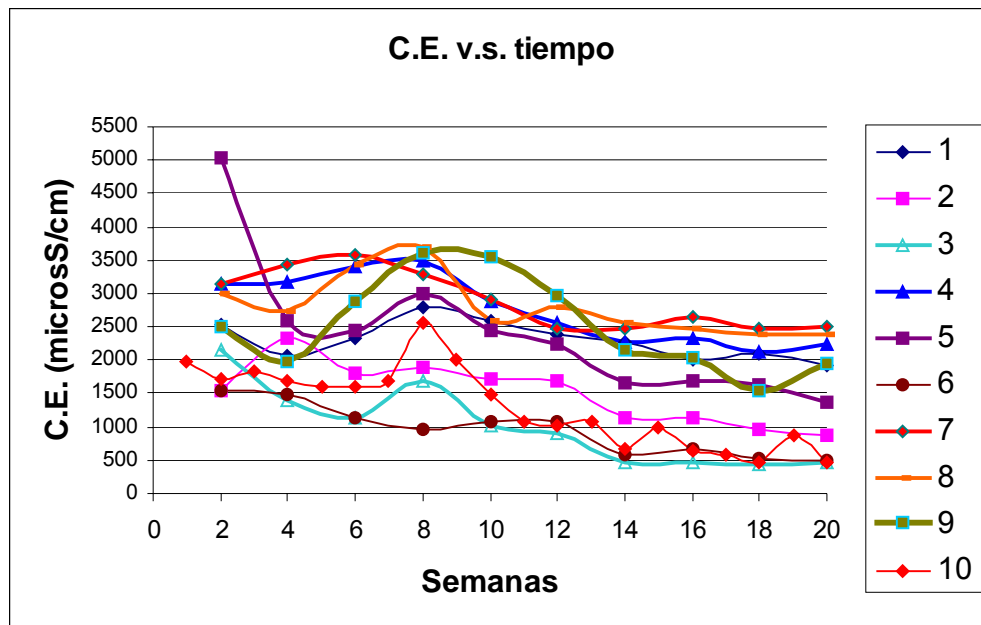


Figura 4.7. Conductividad eléctrica v.s. tiempo en celdas de humedad

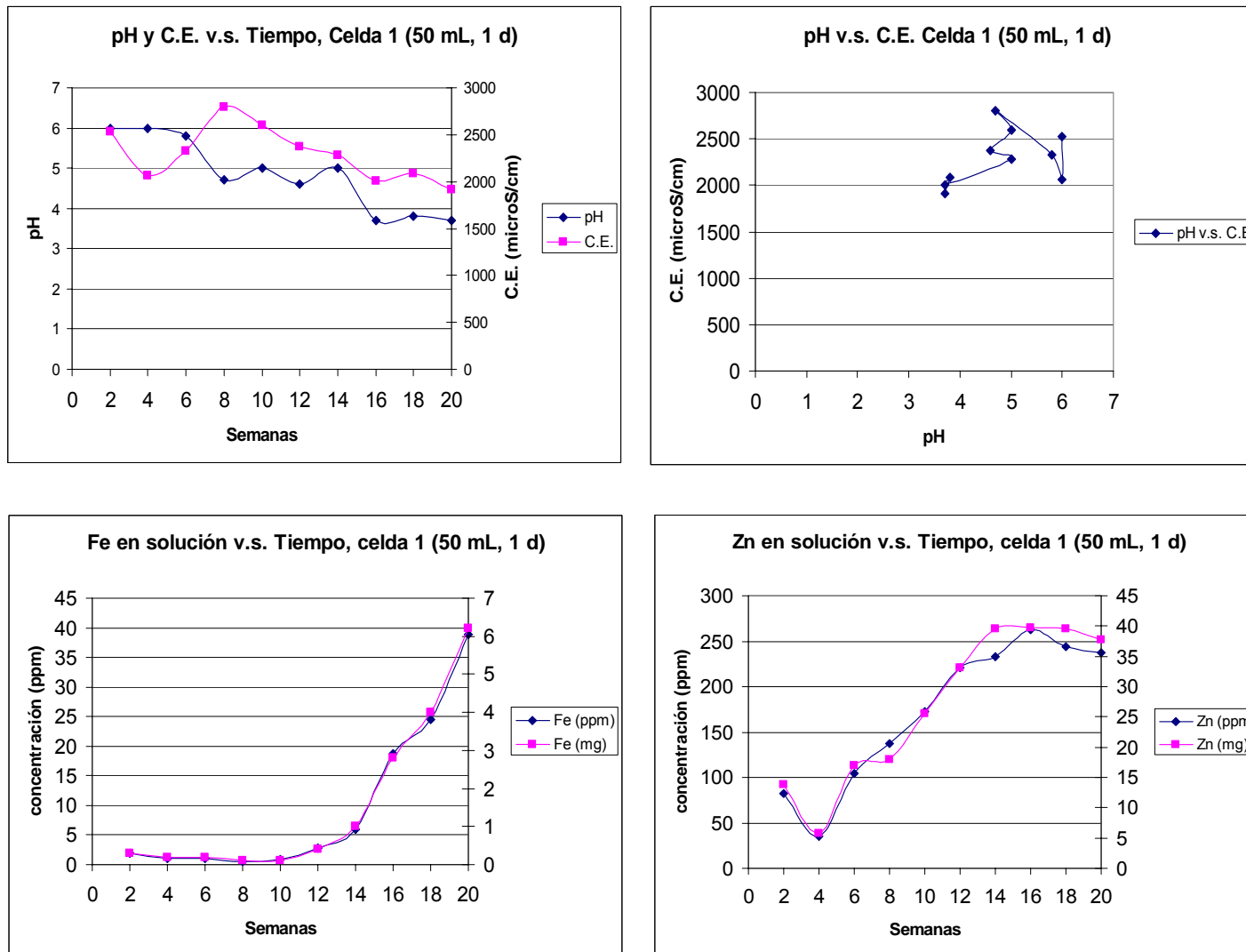


Figura 4.8. Parámetros de seguimiento de la celda 1 (50 mL, 1 d)

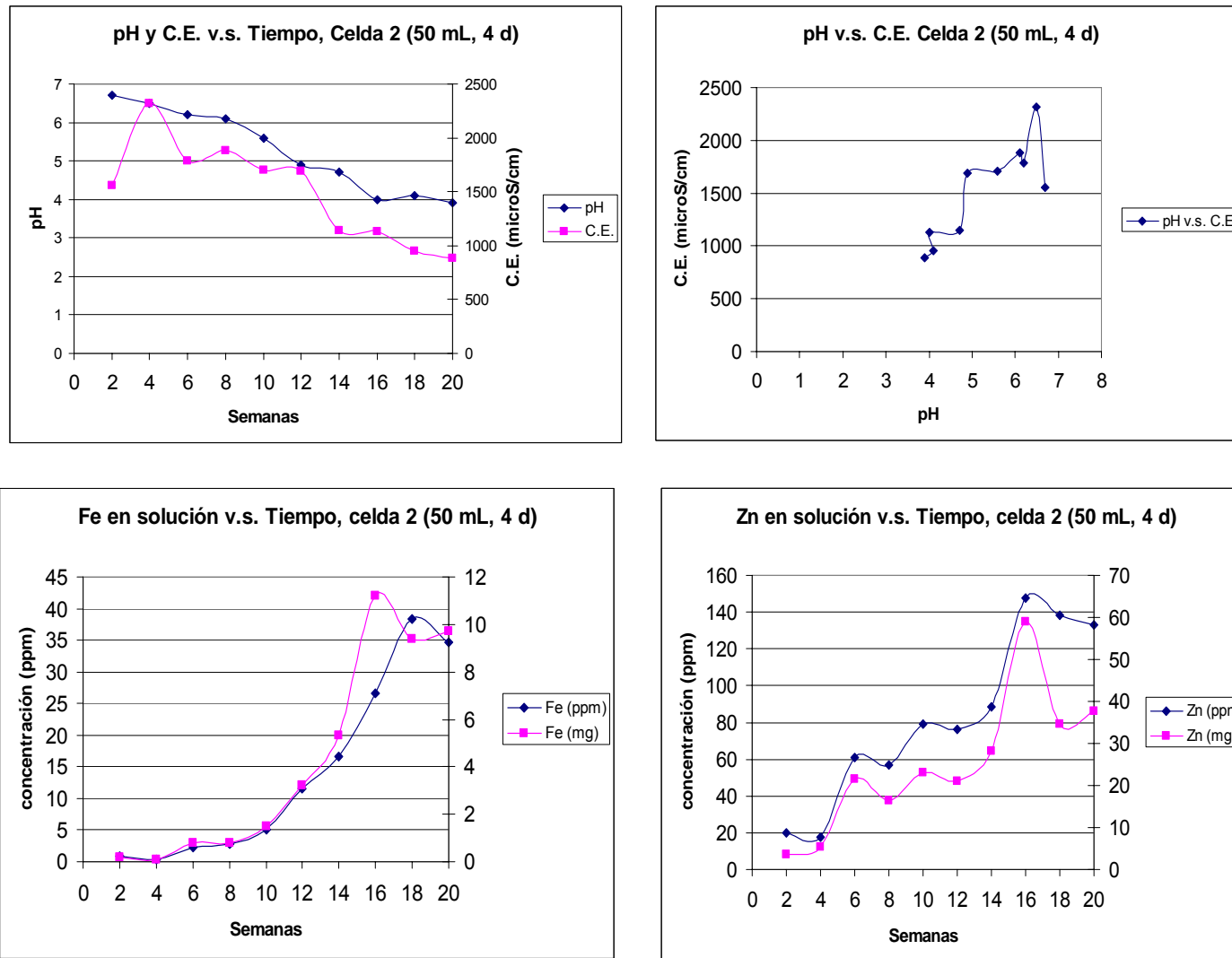


Figura 4.9. Parámetros de seguimiento de la celda 2 (50 mL, 4 d)

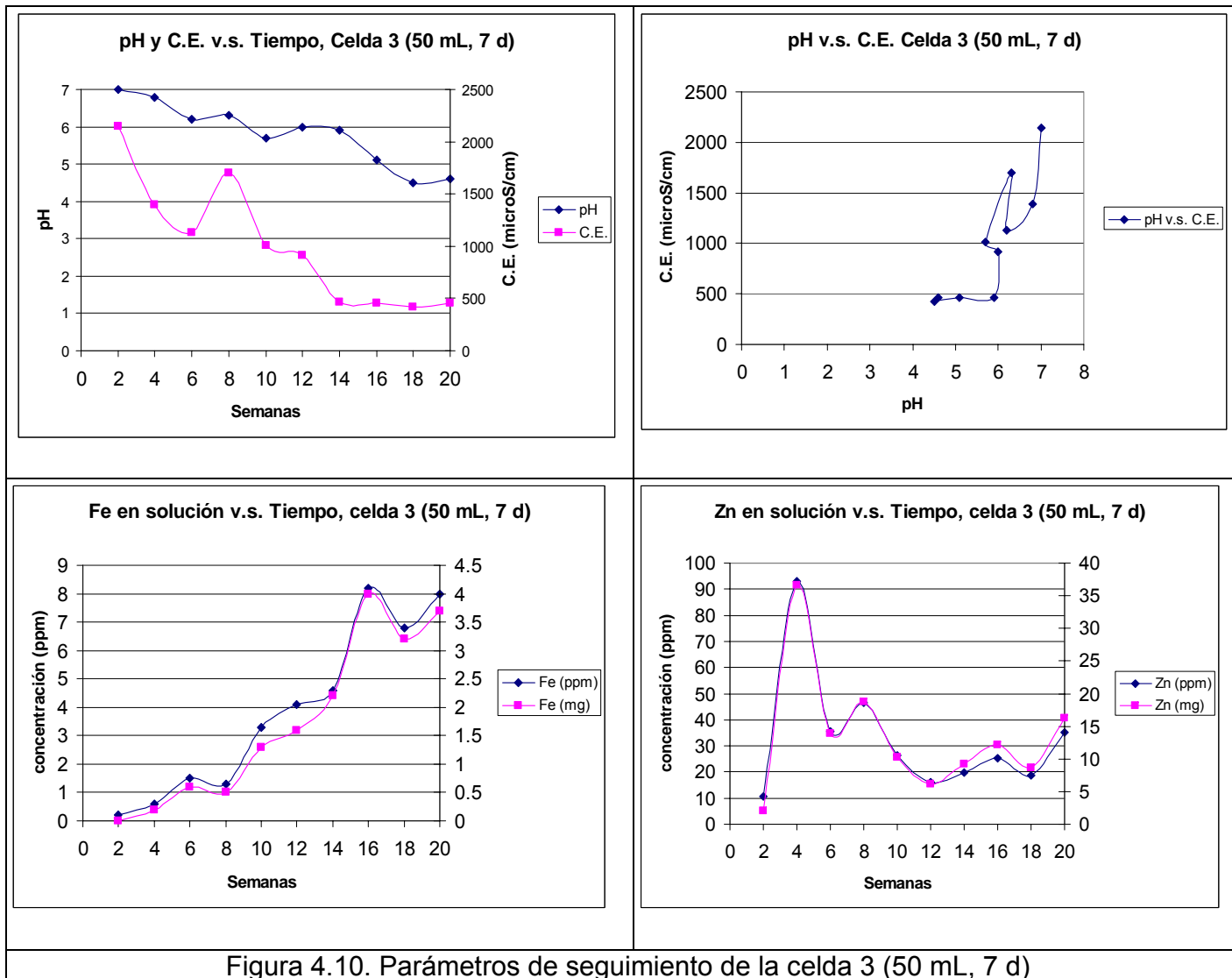


Figura 4.10. Parámetros de seguimiento de la celda 3 (50 mL, 7 d)

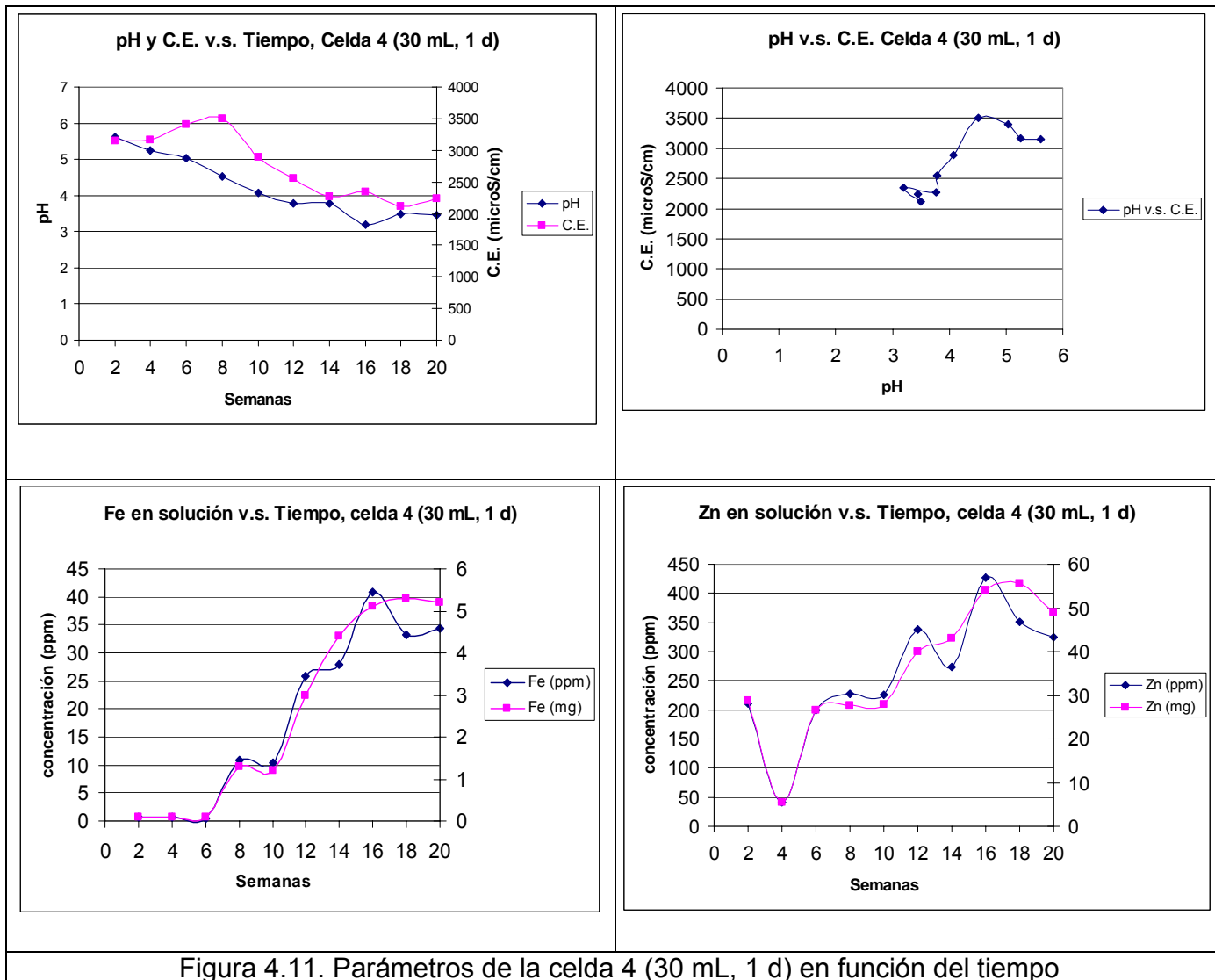


Figura 4.11. Parámetros de la celda 4 (30 mL, 1 d) en función del tiempo

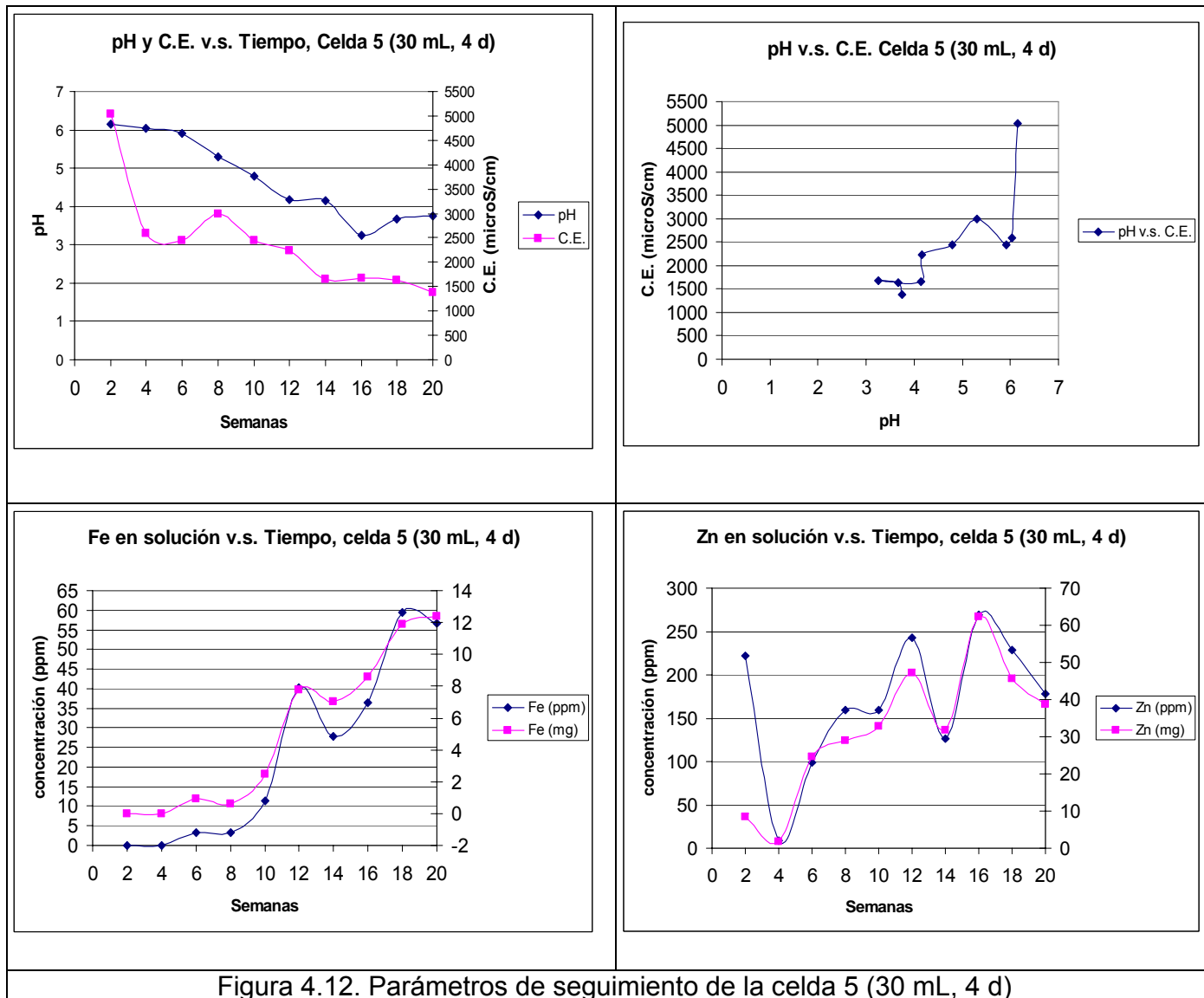


Figura 4.12. Parámetros de seguimiento de la celda 5 (30 mL, 4 d)

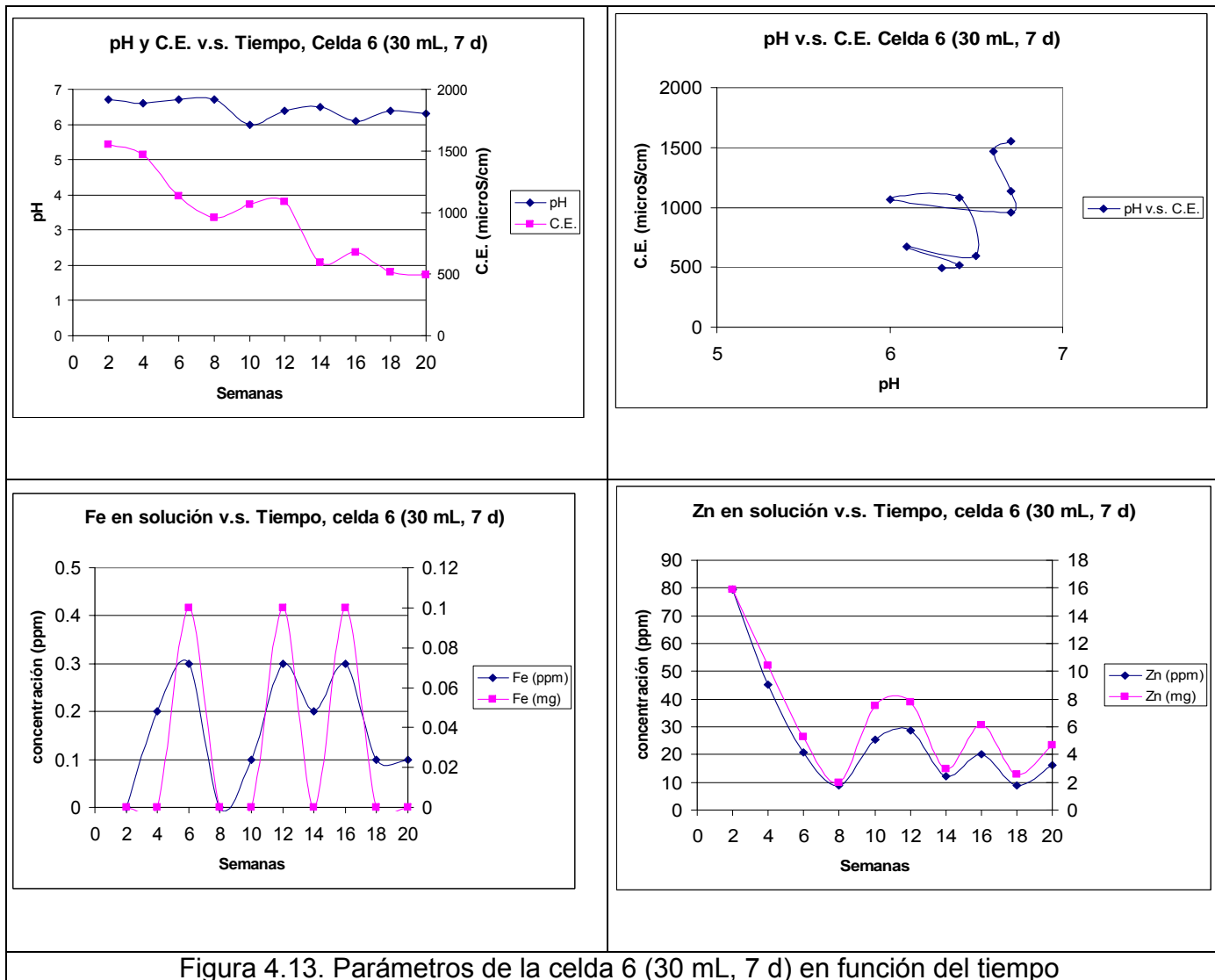


Figura 4.13. Parámetros de la celda 6 (30 mL, 7 d) en función del tiempo



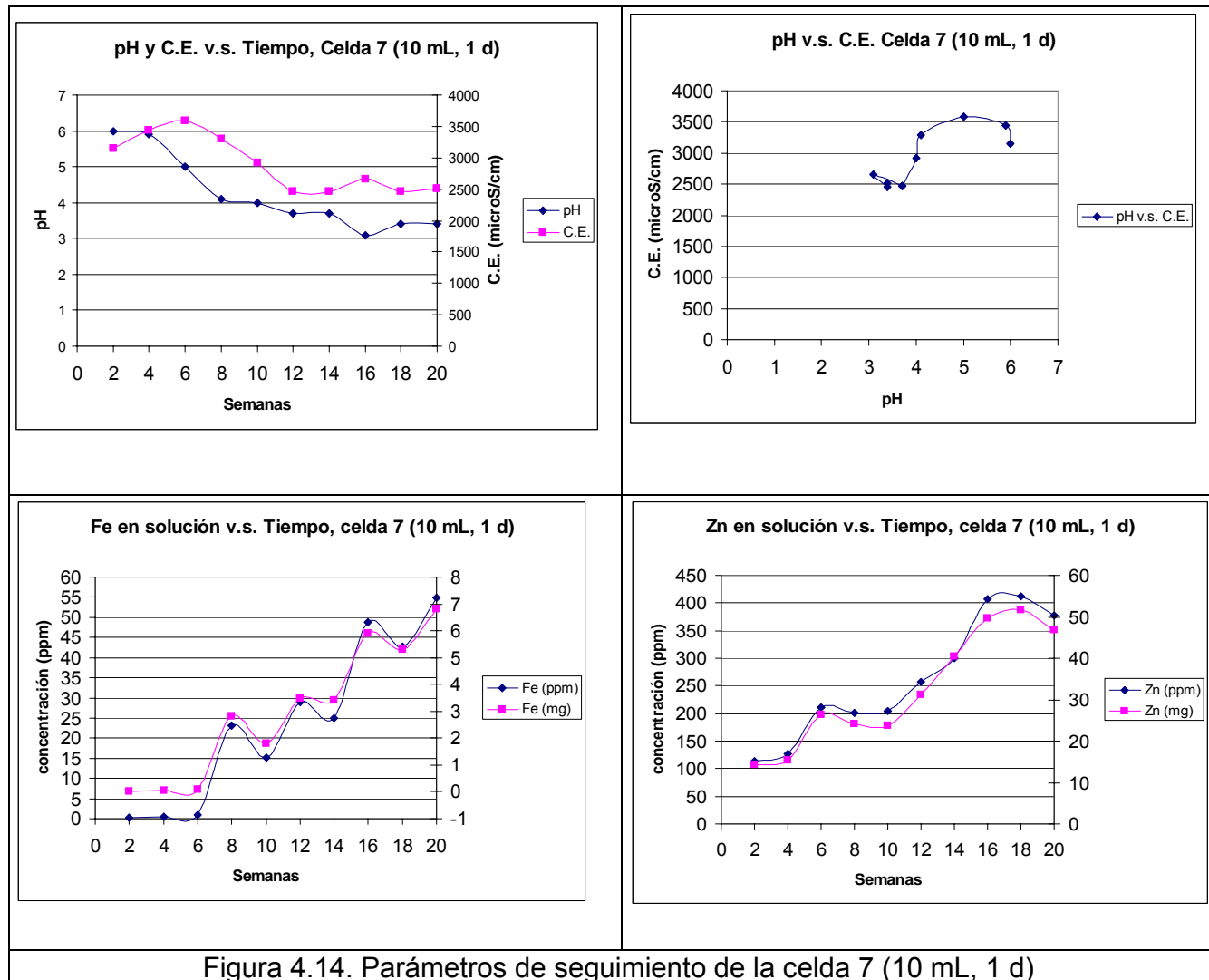


Figura 4.14. Parámetros de seguimiento de la celda 7 (10 mL, 1 d)

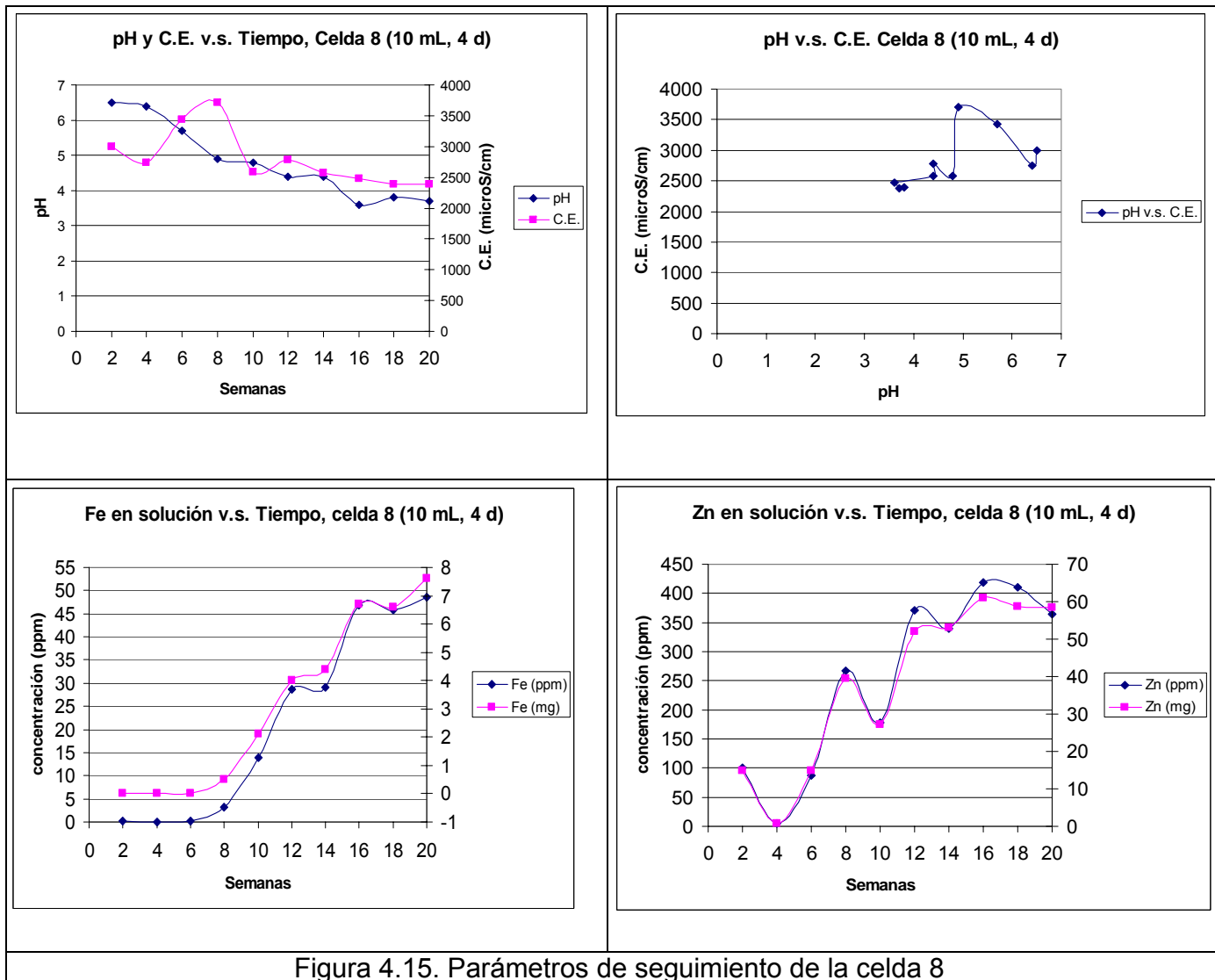


Figura 4.15. Parámetros de seguimiento de la celda 8

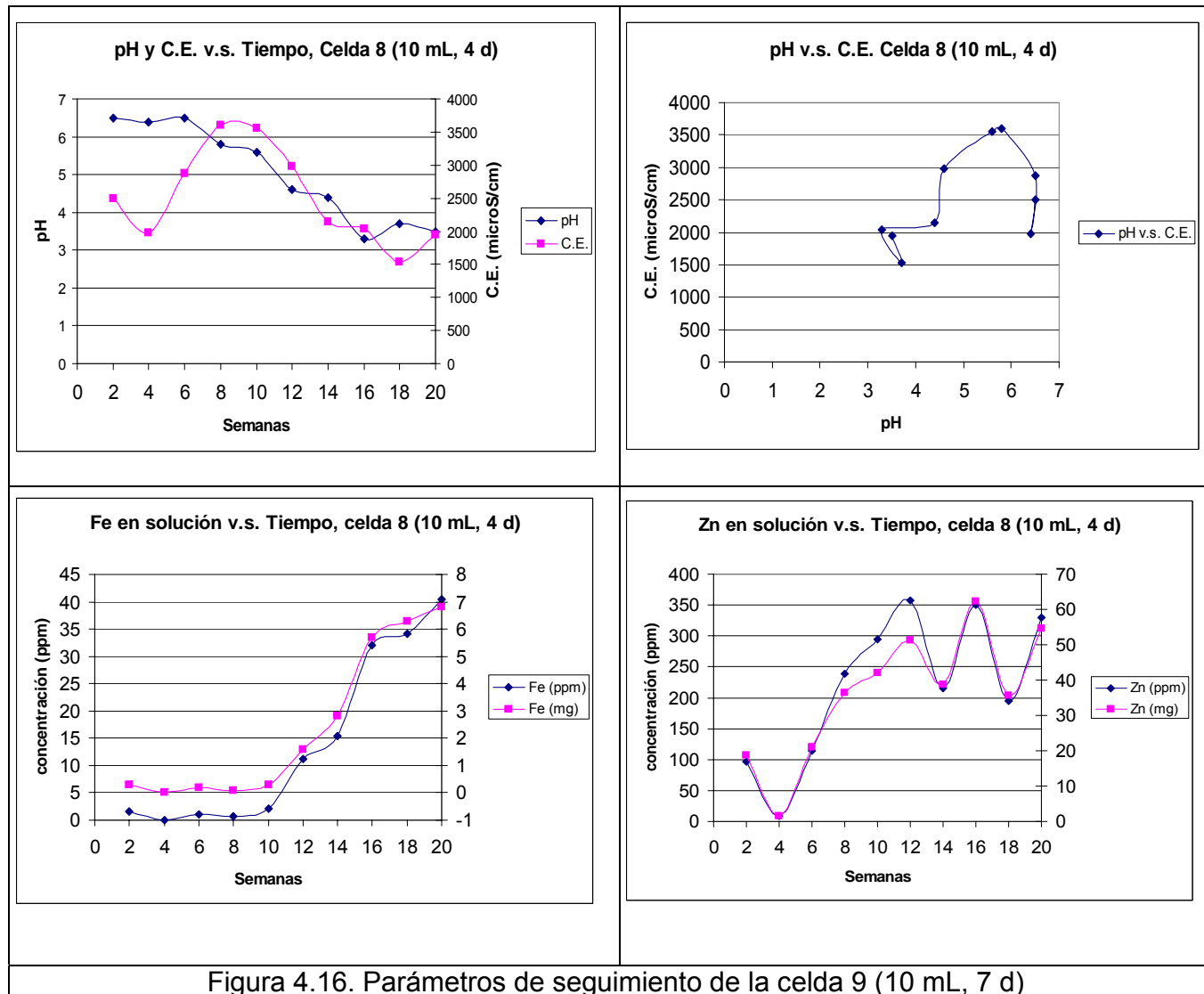


Figura 4.16. Parámetros de seguimiento de la celda 9 (10 mL, 7 d)

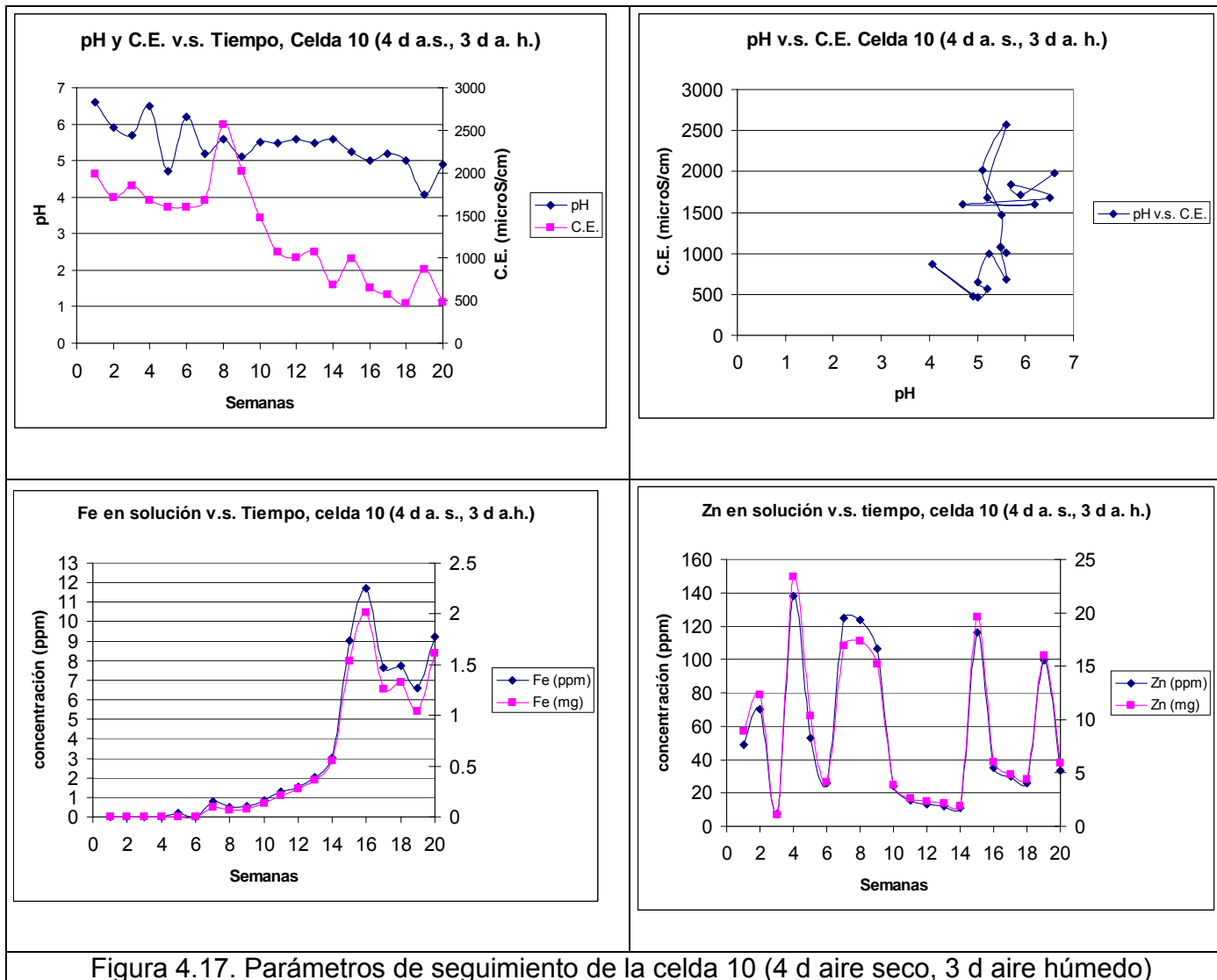
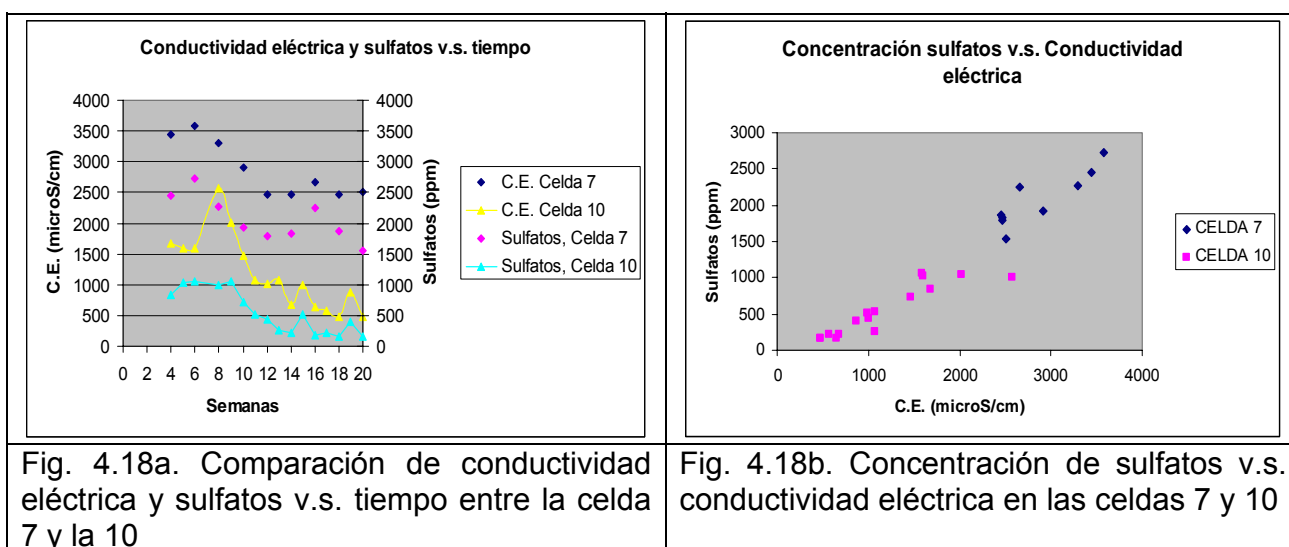


Figura 4.17. Parámetros de seguimiento de la celda 10 (4 d aire seco, 3 d aire húmedo)

En las gráficas anteriores puede apreciarse que la celda 7 presentó, desde el principio, un mayor descenso de pH. Por esta razón, respaldada por el análisis estadístico, se decidió dar seguimiento también en esta celda a la concentración de sulfatos y comparar los resultados con las concentraciones de sulfatos de la celda 10. En la figura 4.18a se observa que las curvas de conductividad eléctrica y sulfatos en función del tiempo muestran una tendencia semejante, de hecho, si se obtiene la relación sulfatos/conductividad eléctrica para los datos de la celda 7, esta corresponde, en promedio a 0.72, lo que implicaría la posibilidad de hacer una aproximación de la concentración de sulfatos partiendo únicamente de la medición de la conductividad eléctrica. En la figura 4.18b se grafican las concentraciones de sulfatos contra la conductividad eléctrica que, eliminando los puntos más dispersos, muestra una tendencia lineal directa.



Otro parámetro considerado originalmente para el seguimiento de los reactores fue el potencial redox de los lixiviados; sin embargo, dada la dificultad en las mediciones (cada medición tarda hasta una hora para estabilizarse), se decidió tomarlo sólo como un parámetro cualitativo. En todos los casos se encontraron potenciales positivos, indicando que los lixiviados son un medio oxidante; en general su valor era mayor en lixiviados con altas conductividades eléctricas (alrededor de 200 mV) y cercano a cero en muestras bajas conductividades eléctricas.

Finalmente, en relación con los cambios en la mineralogía de los jales como consecuencia de la “intemperización” inducida en las celdas, aquellas donde se presentaron los valores de pH más bajos, así como los que presentaron menores variaciones permitieron apreciar algunos cambios importantes en la composición mineralógica de los jales. Las muestras fueron analizadas de manera cualitativa en el laboratorio difracción de rayos X de polvos de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI) por lo que para hacer comparativo el estudio, también se analizó la muestra original, sin tratamiento. Los resultados, que se discuten en los siguientes párrafos, se encuentran reportados en la Tabla 4.11.

Tabla 4.11. Composición mineralógica antes y después de los ensayos

clave muestra		muestra original (PJJ02-0805)	celda 3	celda 4	celda 6	celda 7	celda 10
Descripción de la muestra							
Especie mineral							
FeS <sub>2</sub>	Pirita						
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo						
ZnS	Esfalerita						
CuFeS <sub>2</sub>	Calcopirita						
(Mg,Fe) <sub>6</sub> (Si,Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>8</sub>	Clinocloro						
Ca(Mg,Fe)(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Dolomita						
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido férrico						
FeO(OH)	Oxihidróxido de hierro						
(K)(Mg,Fe) <sub>3</sub> (Si <sub>3</sub> Al)O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	Biotita						
NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	Albita						
CaCO <sub>3</sub>	Calcita						
ZnCl <sub>2</sub> .1.33H <sub>2</sub> O	Cloruro de zinc hidratado						
KFe <sub>3</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (OH) <sub>6</sub>	Jarosita						
AgFe <sub>3</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (OH) <sub>6</sub>	Argentojarosita						
PbFe <sub>6</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>4</sub> (OH) <sub>12</sub>	Plumbojarosita						

En la muestra original se detectaron, además de los minerales encontrados en los estudios anteriores, óxido férrico, clinocloro y dolomita (semejante a la calcita detectada en el CIQI, ambos minerales alcalinos).

En las muestras ya “intemperizadas”, destaca la presencia minerales secundarios de hierro: oxihidróxido de hierro (celdas 7 y 10), jarosita (celda 4) y argento y plumbojarosita en la celda 7, donde se obtuvo el pH más bajo de todos los tratamientos. Cabe señalar que la formación de estas especies de oxihidróxidos de hierro y sulfato favorece la retención de cationes, lo que limita su movilidad.<sup>6</sup>

Otro hallazgo fue la presencia de zinc como cloruro. Aun cuando no hay indicios de cloruros en los demás análisis realizados, la presencia del zinc se atribuye a la oxidación de la esfalerita, que además también es el catión más abundante tanto en los lixiviados como en el agua de la presa. En cuanto a la detección de moscovita, biotita y albita en las muestras “intemperizadas” en las celdas de humedad, estas se reportaron en otras muestras de jal tomadas de la presa por lo que puede deberse a la ligera heterogeneidad de la muestra. Estos minerales pueden contribuir también a la neutralización de la acidez generada por los jales.<sup>7</sup>

6 Swedlung, P.J., Webster, J.G., Miskelly, G. M.2003. The effect of SO<sub>4</sub> on the ferrihydrite adsorption of Co, Pb and Cd: ternary complexes and site heterogeneity. Applied Geochemistry. Elsevier. Vol. 18.Pp. 1671–1689

7 Ritchie, A.I.M. (1994), The Waste-rock Environment, in Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-wastes, Mineralogical Association of Canada Shortcourse Handbook (J.L. Jambor and D.W. Blowes, eds.), vol. 22, pp. 133-161 en Shaw, S., Mills, C. (1995) Petrology and mineralogy in ARD prediction. Enviro mine. Infomine, Inc. Dirección: <http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Mineralogy/Ritchie,%201994>

Finalmente, se digirieron las muestras de las celdas para comparar sus concentraciones con las originales (tabla 4.12). Los cambios más evidentes se presentaron en las concentraciones de calcio, magnesio, hierro, zinc y plomo y corresponden a las celdas en que se obtuvieron mayores concentraciones elementales en los lixiviados. Aunque en algunos casos parecerían haber aumentado, esto puede deberse a ligeras variaciones en la concentración de las muestras.

Tabla 4.12. Concentraciones elementales finales en celdas (ppm)

Celda	As	Ca	Cd	Cu	Fe	Mg	Mn	Pb	Sb	Sr	Ti	Zn
<b>Inicio</b>	3000	4000	167	3200	388000	4000	257	3815	173	17	155	16612
<b>1</b>	2940	1936	200	3049	283285	856	91	3780	171	27	258	15708
<b>2</b>	2991	530	204	2955	302587	753	87	3663	172	21	289	16310
<b>3</b>	2950	1044	208	2944	284421	988	114	3815	176	21	262	16985
<b>4</b>	2998	2850	205	2997	303259	800	88	3858	168	34	2834	15636
<b>5</b>	3025	905	203	3050	279075	906	97	3855	174	25	229	15643
<b>6</b>	3150	1402	229	3111	441893	1238	132	4027	175	22	180	18037
<b>7</b>	3138	1497	220	3034	273205	837	91	4088	179	24	1667	16087
<b>8</b>	3072	699	56	2185	227825	660	69	2977	137	18	211	11833
<b>9</b>	3021	522	155	2257	223307	603	64	977	45	18	185	12108
<b>10</b>	3045	943	215	3048	300872	1033	106	3815	173	22	329	16962

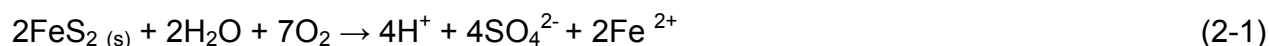
#### 4.4.2. Cinética de la reacción de oxidación de la pirita a sulfuro ferroso

Se determinaron tres constantes de reacción, realizando las pruebas en matraces Erlenmeyer de 250 mL, conforme a lo indicado en la metodología y con las condiciones señaladas en la tabla siguiente:

Tabla 4.13 Condiciones de operación de reactores para el estudio de la cinética de la reacción

Días	1-4	5-8	9-12
Reactores 1 y 2	Circulación de Aire seco (1 L/min)	(d5) Retiro de reactores 1 y 2 y obtención de lixiviados	
Reactores 3 y 4	Circulación de Aire seco (1 L/min)	Circulación de Aire humidificado	(d9) Retiro de reactores 3 y 4y obtención de lixiviado
Reactores 5 y 6	Alimentación de Aire seco (1 L/min)	Circulación de Aire húmedo	(d9-12) Inundado (d12) Retiro de reactores 5 y 6 y obtención de lixiviado

Las pruebas cinéticas de la oxidación de la pirita se aplicaron a una muestra de jal fresco (PJJ06-0405) partiendo de la suposición de que en un inicio solo se oxida a sulfato ferroso como se indicó en la reacción 2.1:



Cuya constante de reacción sería:

$$K = [\text{H}^+]^4 [\text{SO}_4^{2-}]^4 [\text{Fe}^{2+}]^2 / [\text{FeS}_2]^2 [\text{H}_2\text{O}]^2 [\text{O}_2]^7 \quad (4-1)$$

Partiendo de que la actividad del agua y de un sólido, en este caso la pirita, son iguales a uno<sup>8</sup> y tomando el valor de la concentración del oxígeno en agua de 6.35 mg/L a 25°C y 586 mm Hg de presión<sup>9</sup> y suponiendo que no se presentan productos al inicio de la operación de los reactores y que por tanto las concentraciones de productos solo dependerán de las condiciones que favorezcan la oxidación, se puede manejar como aproximación la siguiente pseudoconstante de reacción:

$$K' = [\text{H}^+]^4 [\text{SO}_4^{2-}]^4 [\text{Fe}^{2+}]^2 / [\text{O}_2]^7 \quad (4-2)$$

Como puede verse en la tabla 4.14, la magnitud de las pseudoconstantes coinciden en orden descendente con los diferentes tratamientos, es decir, se obtiene el mayor resultado cuando se suministró aire sin humidificar, seguido del caso en que se suministró aire humidificado y en último lugar, el caso en que se mantuvieron inundados los reactores.

Este resultado coincide con el obtenido en las primeras semanas de operación de las celdas de humedad, ya que el mínimo valor de pH se presentaba en la celda donde solamente se adicionaban 10 mL de agua un día y en los trece restantes sólo se suministraba aire “seco” o sin humidificar. Sin embargo, cabe señalar también que en los tres pares se tuvo esta primera fase sin que se observe un proceso aditivo, es probable que esto se deba a la precipitación de minerales secundarios como los detectados en los jales, lo cual de presentarse a escala real, representaría un proceso natural de atenuación de la movilización de iones metálicos.

Tabla 4.14 Parámetros de seguimiento de reactores y constantes de reacción

Promedio matraces	pH	C.E. (µS/cm)	Volumen (mL)	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (ppm)	Zn (ppm)	Fe (ppm)	H <sup>+</sup> (mol/L)	Fe (mol/L)	k' (mol/L) <sup>3</sup>
<b>1 y 2</b>	4.575	2159	68	1012.5	62.73	4.86	8.27E-06	8.69E-05	<b>8.53E-17</b>
<b>3 y 4</b>	4.865	3570	92.5	1917	254.66	1.40	1.46E-06	2.50E-05	<b>1.10E-23</b>
<b>5 y 6</b>	5.02	3885	89	2779	139.53	1.89	1.02E-06	3.38E-05	<b>5.41E-24</b>

8 Evangelou, V.P. 1995. Pyrite oxidation and its control. Solution chemistry, surface chemistry, acid mine drainage (AMD), molecular oxidation mechanisms, microbial role, kinetics, control, ameliorates and limitations, microencapsulation. CRC Press, Inc. EEUU. P. 73

9 Senese, F. 2005. How can I predict oxygen solubility in water? General Chemistry Online. Frostburg State University. Dirección: <http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/solutions/faq/predicting-DO.shtml>



## 4.5 Ensayos en el equipo de reacción a escala de banco

### 4.5.1 Pruebas con escoria volcánica

Para las pruebas en el reactor de banco se consideró utilizar tezontle como material de soporte para permitir su aireación y la infiltración del agua. Se probó la escoria volcánica en una solución de ácido sulfúrico con un valor de pH inicial de 2, dejando reposar por dos días. Se determinó nuevamente el pH siendo éste de 4. Nuevamente se adicionó ácido sulfúrico hasta alcanzar pH de 2 y se midió nuevamente cuatro días después, observándose nuevamente un cambio a pH 4. Cinco días después se observó que la escoria volcánica “neutraliza” la solución acuosa ácida, lo que indica que hay reacciones químicas entre el material mineral y el agua ácida. Por esta razón, se planteó descartar la opción de la escoria volcánica como soporte del jal y se modificó el diseño del reactor para eliminar el flujo de aire y agua por la parte inferior e incluso aproximar más su operación a la de las celdas de humedad. En la siguiente sección se describen dichos cambios.

### 4.5.2 Acondicionamiento del reactor a escala de banco

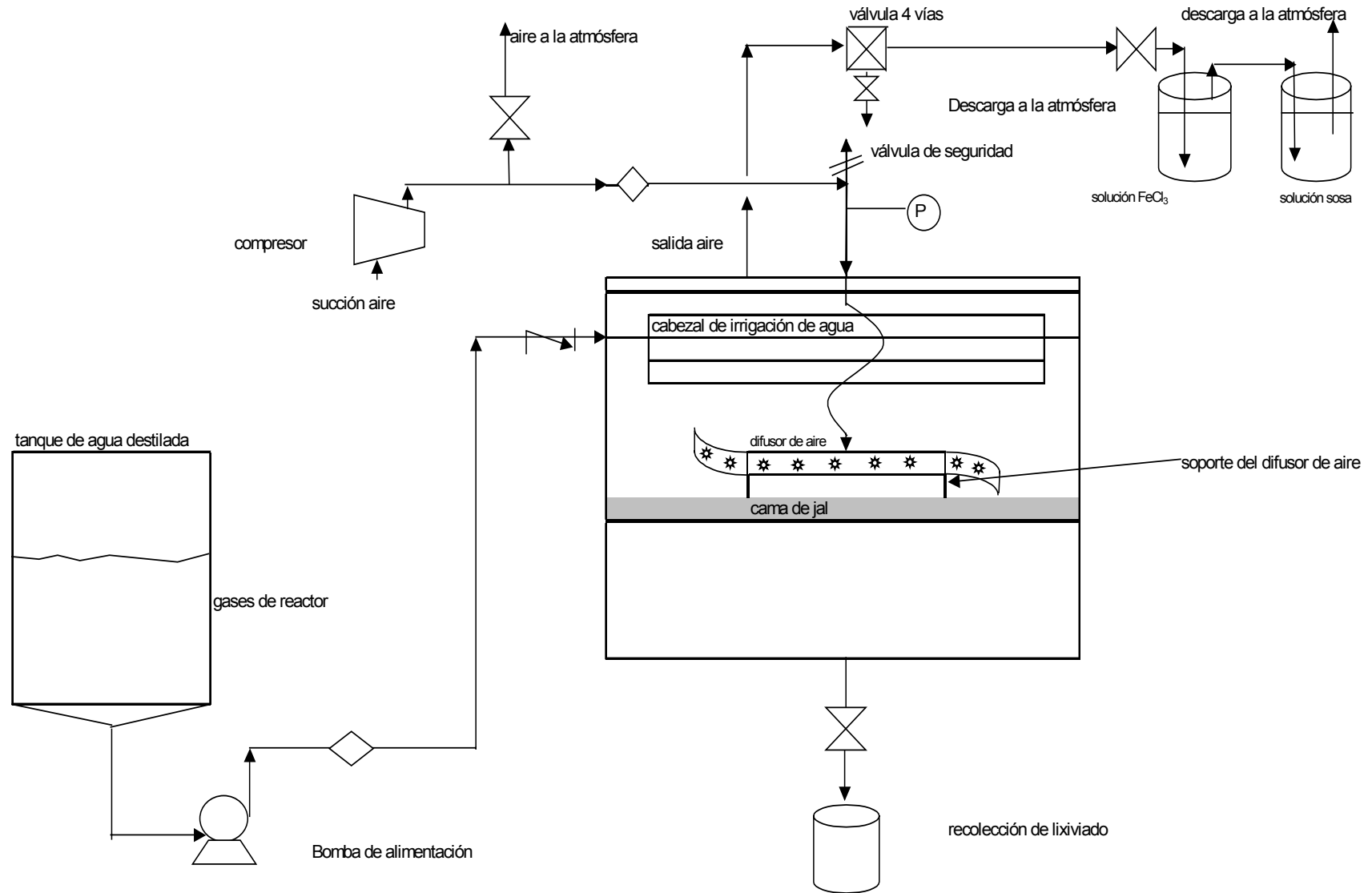
Se realizaron varias modificaciones al reactor para evitar la adición de tezontle. Entre ellas destaca la adición de una boquilla para hacer circular el aire sobre la superficie del jal en vez de hacerlo por la parte inferior para que simule mejor los vientos. Para controlar el flujo de aire al reactor, se instaló una válvula de purga de aire a la atmósfera para enviar solamente el aire necesario para mantener una presión baja en el reactor. Asimismo, se construyó un difusor de aire para mejorar la distribución uniforme del aire en el interior del reactor. y se cambió el tanque acumulador original por otro tanque para la alimentación del agua de “lluvia” de mayor capacidad (Figura 4.19).

### 4.5.3 Corridas de prueba y arranque del reactor a escala de banco

Se realizaron pruebas de hermeticidad e hidrostáticas al reactor con resultados positivos ya que no presentaron fugas. Se introdujo agua al reactor utilizando un bomba semi-sumergible marca Little Giant con un flujo de 3 L/min montada en el tanque de agua desionizada con volumen total de 19 litros.

Para el suministro de aire se utilizó un compresor (sin marca) con capacidad máxima de 60 L/min (a condiciones ambiente). Se reguló el flujo al reactor mediante un juego de dos válvulas, una que descarga a la atmósfera y la otra sobre la línea de alimentación al reactor tal como se muestra en la Figura 4.6, siendo de aproximadamente 12 L/min:

Las condiciones de operación se basaron en el análisis de los resultados obtenidos de las pruebas en las celdas de humedad hasta la semana 8. Se seleccionaron por tanto las condiciones de la celda 7 que corresponden a la adición de 10 mL de agua a los 200 g de jal por un solo día anterior a la obtención de lixiviado obteniéndose en general el menor pH con la mayor producción de iones hidronio.



**Fig. 4.19. Diagrama esquemático del sistema experimental a escala de banco utilizado**

Las variables establecidas fueron:

- Espesor de la cama de jal: Dado que la altura disponible en el reactor es de 20 cm, se consideró una primera capa de 5 cm de espesor de la muestra de jal fresco tomada en la primera visita. Sobre esta capa se colocó una muestra subsecuente de jal de la segunda visita y, finalmente, se adicionó una tercera capa de muestra de jal que se tomó en una última visita.
- Flujo de aire de alimentación : 12 L/min
- Volumen de agua de "lluvia": 5% de la masa de la capa de jal. La masa del jal fresco es de aproximadamente 83.455 kg, por lo que el volumen adicionado de agua fue de 4.162 L de agua

Las pruebas se corrieron por doce semanas, adicionando una nueva capa cada cuatro semanas. De manera análoga a las celdas de humedad, se presentó un descenso gradual del valor del pH hasta alcanzar un mínimo en la semana 10, de 3.76, incrementando ligeramente en la semana 12. Coincide este punto también con la mayor producción de iones hidronio. En cuanto a las concentraciones de metales, al igual que en los demás experimentos, el zinc se presenta en mayor abundancia, despuntando en el primer lixiviado, lo que indica que ya había presente una gran cantidad de sulfuro de zinc oxidado en el jal original, coincidiendo con la mayor conductividad eléctrica y concentración de sulfatos como puede verse en la tabla 4.15 y en las figuras 4.18 y 4.19 respectivamente. Las concentraciones de hierro en ningún caso exceden las 10 ppm tal como ocurre en la presa de jales y en el caso de los demás metales determinados no se exceden tampoco en ningún caso los límites señalados en la NOM-052-SEMARNAT-2005.

Al igual que en el caso de los reactores de las celdas de humedad, se estudiaron la relación entre la concentración de sulfatos y el pH así como los demás parámetros de seguimiento.

Tabla 4.15 Resumen de parámetros analizados en reactor de banco

Descripción muestra	1er. lixiviado, 1ra. Capa	2do. lixiviado, 1ra. Capa	1er. Lixiviado, 2da. Capa	2do. Lixiviado, 2da. Capa	1er. Lixiviado, 3ra. Capa	2do. Lixiviado, 3ra. Capa
<b>Semana</b>	2	4	6	8	10	12
<b>Fecha</b>	12/01/2006	26/01/2006	14/02/2006	24/02/2006	14/03/2006	27/03/2006
<b>Volumen (L)</b>	46	45	53.5	59	65	61
<b>pH</b>	6.12	6.07	5.33	4.8	3.76	4.1
<b>moles totales H<sup>+</sup></b>	3.489E-05	3.830E-05	2.502E-04	9.351E-04	1.130E-02	4.845E-03
<b>T (°C)</b>	22.7	18.1	18.3	20.8	24.4	20.1
<b>CE (μS/cm)</b>	2770	1538	1679	1256	2040	1279
<b>Sulfatos (ppm)</b>	2619	747	1045	607	981	576
<b>Fe (ppm)</b>	1.436	2.086	6.689	0.949	4.043	3.584
<b>Zn (ppm)</b>	188.112	76.204	75.786	60.008	68.001	39.542

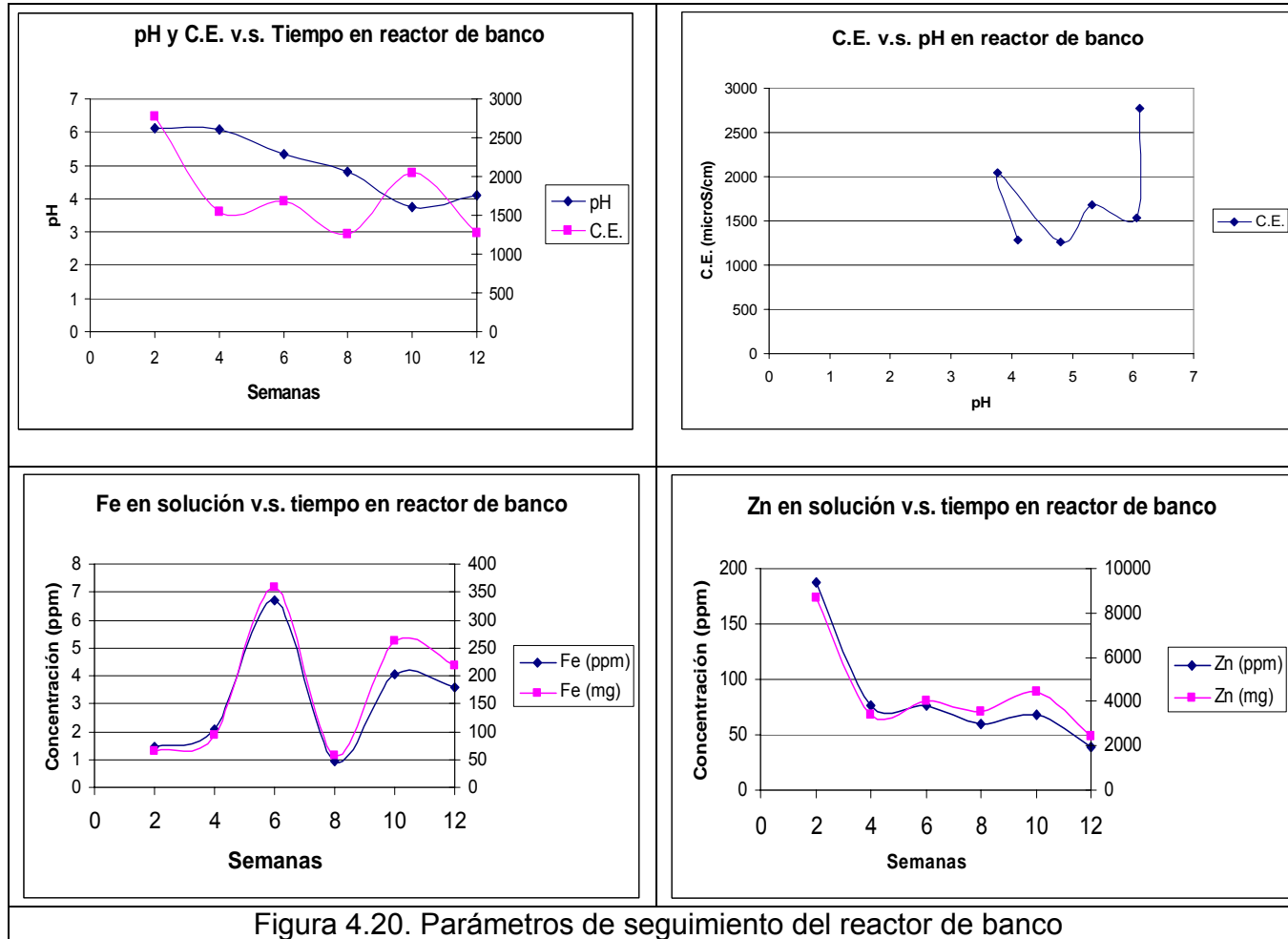
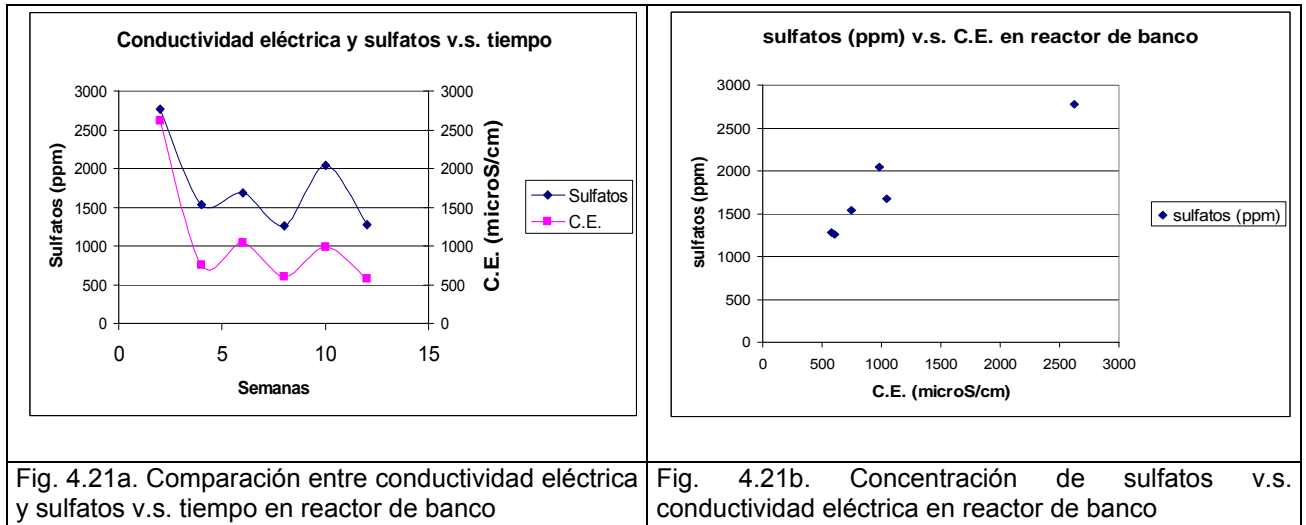


Figura 4.20. Parámetros de seguimiento del reactor de banco



#### 4.6 Ensayos microbiológicos en jales

Finalmente, se realizaron pruebas microbiológicas a algunas muestras de los jales con el propósito de detectar la presencia de microorganismos.

Se hicieron cultivos microbiológicos de muestras de jal previamente sometidas a tratamientos distintos así como a una muestra de jal extraída directamente de la presa de jales para detectar la presencia de bacterias en los jales. Para ello se sembraron muestras de jal en un medio líquido específico para bacterias quimioautolitótroficas acidofílicas<sup>10</sup>. Los resultados indican que es posible el desarrollo de microorganismos en los jales aun cuando es difícil determinar cual es su efecto sobre los jales lo cual requerirá de un estudio independiente, sin embargo, de acuerdo con lo reportado por varios autores, la actividad microbiológica toma realmente importancia a valores de pH menores a tres, por lo que se considera que, tal como se planteó en los alcances de esta investigación, no impactó en la oxidación de los jales.

Cabe señalar que la muestra en la que sólo se detectó un microorganismo esporulado correspondía a un jal ya intemperizado y prácticamente seco, lo que podría implicar que esta condición inhibe el desarrollo de microorganismos y, por otro lado, si se trata de microorganismos heterótrofos, puede ser que estén utilizando como fuentes de carbono los residuos de aditivos orgánicos utilizados para la flotación.

<sup>10</sup> Silverman, M. P y Lundgren, D.G.. 1959. Studies on the chemoautotrophic iron bacterium *Ferrobacillus ferrooxidans*. I. An improved medium and a harvesting procedure for securing high cell yields. *Journal of Bacteriology*. Vol. 77, Pp. 642-647

Tabla 4.16. Resultados de cultivos microbiológicos en medio líquido

DESCRIPCIÓN DE MUESTRA	RESULTADOS
Jal "viejo" sin tratamiento (muestra PJJ01-0805)	No se presentan células, se observa sólo un bacilo esporulado
Jal sometido a "intemperización" en celda de humedad (, Vol. Agua: 10 mL, 1 d) (PJJ02-0805)	Se observan algunos cocos gram positivo y algunos bacilos gram negativos
Jal fresco sometido a "intemperización" en celda de humedad (Periodo seco: 13 d, Periodo húmedo 1 d, Vol. Agua: 30 mL) (PJJ02-0805)	Se observan bacterias gram negativos, semejantes a las presentes en el reactor a escala de banco pero más pequeñas y algunos cocos gram positivos
Jal fresco sometido a "intemperización" en celda de humedad (Periodo seco: 4 d, Periodo húmedo 3 d, Vol. Agua: 0 mL, se suministró aire humidificado) (PJJ02-0805)	Se muestran bacterias teñidas de rojo, al parecer cocos gram negativo
Jal fresco sometido a "intemperización" en reactor a escala de banco (Periodo seco: 13 d, Periodo húmedo 1 d, Vol. Agua: 65 L) (muestra compuesta de PJJ06-0405, PJJ02-085 y PJJ01-0106)	Abundantes bacilos gram negativos, células grandes en comparación de los demás reactores

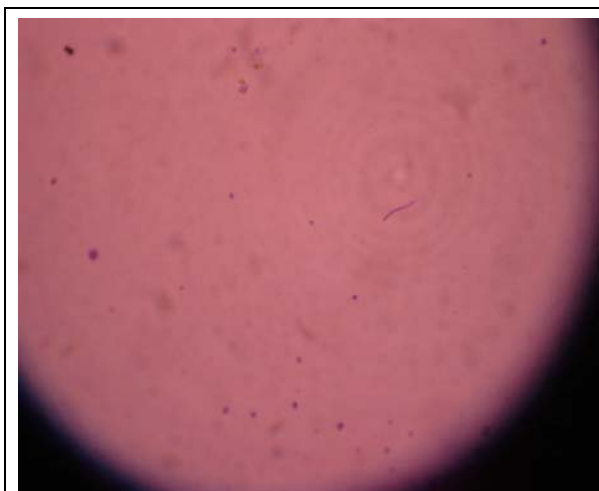


Fig. 4.22a. Bacilo esporulado en jal sin tratamiento

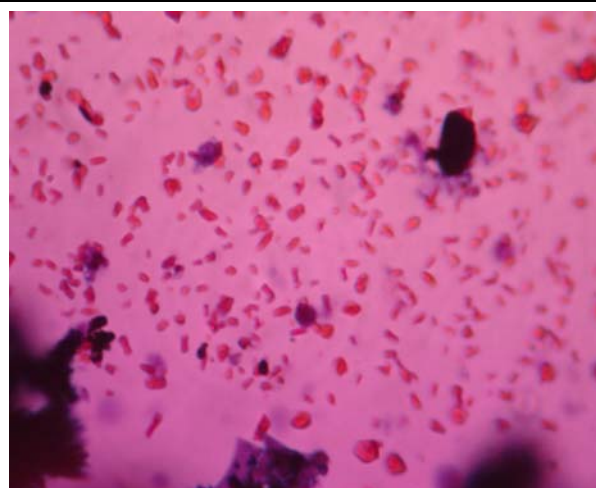


Fig. 4.22b. Bacilos gram(-) en reactor a escala de banco

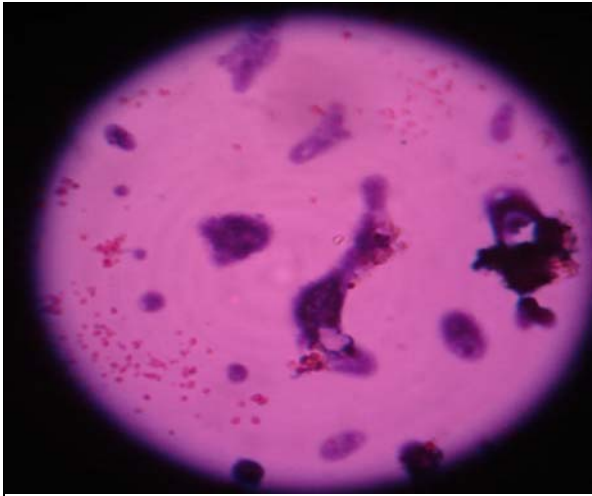


Figura 4.22c. Bacilos gram(-) en celda de humedad 7 (10 mL, 1d)

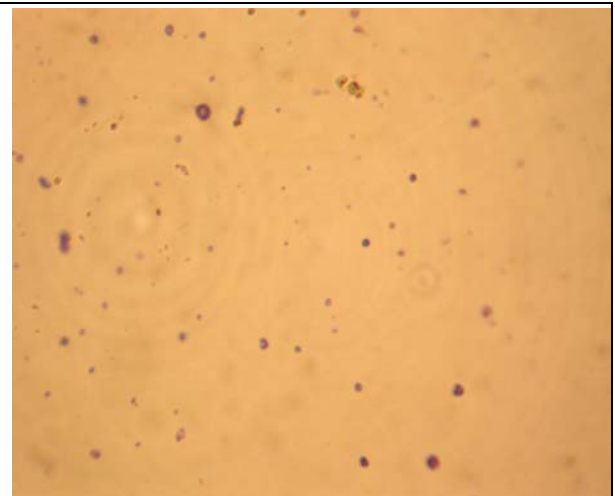


Fig.4.22d. Cocos en celda de humedad 10 (4 d aire seco, 3 d aire húmedo)

## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1 Conclusiones

Con base en la hipótesis propuesta, el objetivo planteado y las metas establecidas, se obtuvieron las siguientes conclusiones:

En lo que respecta a la caracterización de las muestras de jal (primera meta) se concluye que debido a que la composición de los jales a lo largo del lapso experimental (18 meses) resultó altamente uniforme, se justificó trabajar las celdas de humedad con una sola muestra de jal fresco.

El mineral más abundante en los jales resultó ser la pirita, mientras que la presencia de carbonatos resultó prácticamente nula, por lo que en la prueba estática del balance ácido-base se comprobó que los jales de esta mina son potencialmente generadores de acidez.

En cuanto al desarrollo de los ensayos en celdas de humedad propuestos (segunda meta), se identificaron dos etapas:

En la primera de ellas (semanas de la 2 a la 12), se presentó una relación directamente proporcional entre los parámetros de pH y del periodo de riego; ya que a un menor periodo de riego, correspondieron valores menores de pH.

En la segunda etapa, (semanas de la 14 a la 20), ya no se presentó una correlación directamente proporcional entre las variables del periodo de riego y de pH, con respecto al tiempo. En la mayoría de las celdas, las curvas de pH contra tiempo comenzaron a ser similares entre sí en cuanto a estos parámetros, alcanzándose un valor mínimo de pH en la semana 16 (pH=3.0).

De los ensayos anteriores se concluye que las condiciones mínimas de humedad seguidas de precipitaciones fuertes, son las que aceleran el proceso de oxidación, no solamente de la pirita, causante de la acidez, sino también de la esfalerita (ZnS), la cual no contribuye a la acidificación del medio, sino que incrementa la conductividad eléctrica y la concentración de sulfatos.

El escalamiento a nivel de reactor de banco confirmó, de la misma manera que las celdas de humedad, que se generan lixiviados ácidos. Tomando en cuenta que la profundidad de las capas fue de 15 cm en total, esto indicaría que en la zona superficial de la presa de jales podrían estarse generando lixiviados ácidos, lo cual se corroboró con los análisis de campo.

En cuanto a los parámetros de operación utilizados (tercera meta), los valores de pH y de conductividad eléctrica proporcionan una buena aproximación sobre las concentraciones de sulfatos y metales presentes en los lixiviados, lo cual permite tener un buen acercamiento sobre la generación de los lixiviados ácidos, en el caso de que no se cuente con los recursos adecuados para realizar las determinaciones de sulfatos y cationes en disolución. De los



elementos cuantificados en los lixiviados, sólo el cadmio excedió en algunos casos el límite máximo permitido en la NOM-052-SEMARNAT-2005.

En cuanto a la mineralogía de los jales se identificaron minerales que, aunque en menor proporción que los carbonatos, también neutralizan parte de la acidez generada, lo que determinó que en los tratamientos aplicados, la disminución del pH no presentara una tendencia lineal clara.

Una vez terminados los ensayos en los reactores, se detectó la presencia de minerales secundarios precipitados de Fe(III) en los jales de las celdas en donde se presentó una mayor acidificación, lo cual explica que las concentraciones de hierro en el agua de la presa sean predominantemente menores a 10 ppm.

De acuerdo con las dos últimas metas planteadas en esta investigación, es de suma importancia señalar que también los sistemas propuestos, tanto a escala de laboratorio como de banco, permitieron obtener valores de pH similares, de concentraciones de sulfatos y de cationes respecto a los datos obtenidos del muestreo de agua en la presa de jales, lo cual implica que es posible contar con una buena simulación e interpretación de los fenómenos que se presentan en campo, corroborando la hipótesis planteada.

El sistema de operación propuesto, una vez encontradas las condiciones en que se acelera la oxidación, permiten obtener mejores resultados y en un menor tiempo que los que se obtienen con las celdas de humedad desarrolladas por Sobek y la ASTM. De este modo, se observa una mejor reducción en cuanto al tiempo de operación y al número de determinaciones analíticas.

Finalmente, los resultados obtenidos permiten afirmar que, tal como se planteó en el alcance de esta investigación, la oxidación de los jales en la superficie de esta presa y, aún cuando se detectó la presencia de microorganismos en las celdas de humedad y en el reactor de banco, los valores de pH obtenidos no fueron en ningún caso menores a 3.

## 5.2 Recomendaciones

Para continuar con las investigaciones en esta línea se recomienda lo siguiente:

- Reducir el número de celdas de humedad y operarlas con las condiciones que dieron como resultado los valores de pH más bajos y las mayores concentraciones de cationes en solución, empleando para ello un mayor volumen de jal, como lo indica el método de celdas modificadas de la ASTM y, adicionalmente, prolongar el tiempo de operación a un año como mínimo o hasta observar una estabilización prolongada de los valores de pH y conductividad eléctrica.
- Montar paralelamente celdas con suministro de aire humidificado para corroborar los resultados obtenidos en este trabajo.
- Determinar, en lo posible, las fracciones de Fe (II) y Fe(III) presentes en los lixiviados para determinar la importancia del Fe(III) como catalizador de la oxidación de la pirita.
- Finalmente, debe contarse con un análisis de mineralogía de los jales antes y después de cada tratamiento con la finalidad de contar con un panorama completo de los fenómenos involucrados

Como medidas preventivas para frenar la oxidación de los jales al cierre de esta presa se sugiere:

- Colocar una capa impermeable en toda la superficie de la presa para evitar la difusión de aire y agua en los jales, ya que con los estudios realizados, esta pareciera ser la manera más viable de prevenir la oxidación de los jales, ya que, si bien la difusión del oxígeno en el jal puede determinar la rapidez de la oxidación, los productos de reacción permanecerían retenidos en el jal mientras no se presente una flujo importante de agua.
- Realizar un estudio hidrológico para detectar la presencia de aguas subterráneas y superficiales que pudieran encontrar su paso a través de la presa de jales y, en el caso de que se presentaran y no fuera posible desviarlas, se establecerían barreras neutralizantes las cuales permitirían evitar la contaminación de las aguas.
- Seguir con los lineamientos establecidos en la NOM-141-SEMARNAT-2002, aún cuando por tratarse de una presa construida antes que de entrara en vigor la normatividad, su cumplimiento no sea obligatorio.
- Promover investigaciones para el desarrollo de procesos que permitan explotar los valiosos elementos químicos presentes en el jal para que, a largo plazo, no sea considerado como un residuo, sino como un yacimiento de hierro y de otros metales.
- En cuanto a la construcción de la nueva presa de jales, es necesario contar con las recomendaciones realizadas por Pacheco-Gutiérrez<sup>1</sup> respecto de la deshidratación de los jales antes de ser depositados en la presa y tratar el agua recuperada ya que de este modo, además de contribuir a la mejor operación del proceso de flotación, se disminuirían las cantidades de esfalerita y calcopirita, principalmente, que actualmente se están depositando en la presa. Adicionalmente, se podría facilitar el secado del jal en la presa y prevenirse la fuga de lixiviados en caso de que se presentara una fractura en ella, siempre y cuando se tenga un buen control de las precipitaciones pluviales.

---

<sup>1</sup> Pacheco-Gutiérrez, L.A. 2006. Propuesta de reaprovechamiento integral del agua de proceso de una empresa minera empleando sistemas biológicos anaerobios. Tesis de Maestría en Ingeniería Química (Procesos). Facultad de Química, UNAM. México, D.F.

## ANEXO I. MÉTODOS ANALÍTICOS

### Métodos físicos

#### Determinación de la humedad<sup>1</sup>

La humedad en un sólido es determinada secando una cantidad conocida de una muestra representativa a una temperatura de 103 a 105°C en un horno de laboratorio. Después de secada la muestra esta se enfría en un desecador, se pesa y se calcula su porcentaje de humedad con la siguiente fórmula:

$$\% \text{humedad} = \frac{(\text{gramos.de.sólido} - \text{gramos.de.sólido.secado}) * 100}{\text{gramos.de.sólido}}$$

#### Determinación de color<sup>2</sup>

1. Colocar 0.5 g de muestra (aproximadamente) en una placa de porcelana
2. Comparar el color con la tabla de colores Munsell hasta encontrar el color adecuado; anotar la clave del mismo y buscar el nombre correspondiente en la lista de nombres de colores
3. Humedecer la muestra y determinar el color nuevamente

#### Textura (método de campo)<sup>3</sup>

1. Se humedece la muestra secada previamente y se “amasa” manualmente formando un cilindro y se observa su consistencia.
2. Se sostiene el cilindro verticalmente por un extremo y se observa su cohesión.
3. A continuación se coloca el cilindro en la mano y, en caso de haberse roto, se amasa nuevamente y se presiona con las yemas de los dedos para observar su resistencia a la presión.
4. Finalmente, se vuelve a amasar en cilindro y se rosca para formar un anillo, observando si se rompe o si su plasticidad y resistencia permiten el roscado
5. Con base en las observaciones, se determina su textura<sup>4</sup>:

<sup>1</sup>Richards, L.A. 1974. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. Noriega Editores-Editorial Limusa. México, D.F. México

<sup>2</sup>Macbeth División of Kollmorgen Co. 1975. Munsell soil color chart. Baltimore, Maryland. EEUU

<sup>3</sup>Krasilnikov, P. 2005. Laboratorio de Edafología, Facultad de Ciencias, UNAM. Comunicación personal

<sup>4</sup>Aguilera-Herrera, N. 1989. Tratado de edafología de México. Tomo I. Facultad de Ciencias, UNAM. Ciudad Universitaria, México D.F. México. P. 50

Densidad real<sup>5</sup>

1. Pesar 10 g de muestra (dato w) y vaciar en un matraz de 100 mL
2. Llenar una probeta analítica con 100 mL de agua
3. Aforar a 100mL el matraz con la muestra
4. Medir el volumen de agua que quedó en la probeta (dato V)
5. Obtener la densidad real ( $\rho_r$ ) con la siguiente fórmula:

$$\rho_r = w/V$$

Densidad aparente<sup>57</sup>

1. Pesar una probeta de 10 mL completamente seca (dato P)
2. Agregar muestra hasta que se compacte lo más posible (golpeando); medir el volumen que ocupa la muestra en la probeta (dato V)
3. Pesar la probeta con la muestra (dato Pm)
4. Calcular la densidad aparente ( $\rho_a$ ) con la siguiente fórmula:

$$\rho_a = (Pm-P)/V$$

Porosidad<sup>57</sup>

1. Calcular a partir de los datos de densidades real y aparente, mediante la fórmula:

$$\text{Porosidad} = (\rho_r - \rho_a) / \rho_r$$

pH y conductividad eléctrica<sup>57</sup>

1. Pesar 10 g de muestra y verter en un vaso de precipitados de 100 mL
2. Añadir 10 mL de AD (pH 7); sellar vaso. Agitar durante 30 min
3. Hacer lecturas

**Métodos de análisis químicos**Porcentaje de materia orgánica por pérdida de peso por calcinación

1. Tomar la misma muestra utilizada para la determinación de humedad e introducirla en una mufla

<sup>5</sup> Richards, L.A. 1974. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. Noriega Editores-Editorial Limusa. México, D.F. México, modificado por García-Meza, J.V.

2. Hornear por 30 minutos a 350°C
3. Dejar enfriar y pesar la muestra y determinar pérdida de peso de muestra por calcinación
4. Calcular el porcentaje de peso perdido como:

$$\% \text{ M.O. por calcinación} = (g \text{ de sólido seco} - g \text{ de sólido calcinado}) / g \text{ de sólido seco} * 100$$

#### Presencia de carbonatos por efervescencia con ácido

1. Colocar una muestra de de 2 a 5 gramos en un vidrio de reloj
2. Humedecer con agua destilada para desplazar el aire de los poros de la muestra
3. Adicionar unas gotas de ácido clorhídrico concentrado
4. Observar si se produce efervescencia y si ésta es baja, media o abundante

#### Análisis elemental (porcentajes de C, H, O, N y S totales)

1. Iniciar el ascenso de temperatura en el horno del analizador elemental hasta 1020°C. Abrir llaves de gases (oxígeno y helio) , ajustar presión a 150 kPa y flujo a 120 mL/min
2. Pesar 1-3 mg de muestra seca, perfectamente homogeneizada en un crisol de aluminio. Colocar el crisol en el automuestrador del analizador elemental e iniciar la calcinación de la muestra cuando se alcancen los 1020°C.
3. Registrar los porcentajes de C, H y N (datos automáticamente por el analizador elemental)
4. Pesar 5-10 mg de muestra seca en el crisol, pesar 10-20 mg de pentóxido de vanadio (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>); mezclar perfectamente bien
5. Colocar el crisol en el automuestrador del analizador elemental e iniciar la calcinación a 1020°C
6. Registrar el porcentaje de C, H, N y S totales

#### Adaptación del método 30051 Digestión ácida de sedimentos, lodos, suelos y aceites

1. Tomar una muestra de jal seco de 0.200 ± 0.001 g de jal (previamente mezclado para homogeneizar) y vaciar en una celda de teflón de digestión para el microondas (mca. Behrgoff mod. MWS-1)
2. Adicionar lentamente 9 mL de ácido nítrico concentrado, 4 mL de ácido clorhídrico concentrado y 2 mL de ácido fluorhídrico agitando para liberar los gases producidos por la reacción
3. Una vez que ha cesado efervescencia, tapar la celda y se introducen en el horno programado al 80% de potencia, a una temperatura de 180°C por 10 minutos, con una rapidez de calentamiento de 2°C/s
4. Preparar solución saturada de ácido bórico, la solubilidad del ácido bórico en agua a 20°C es de 5 g por cada 100 mL de agua, calentando la suspensión hasta la total disolución del ácido
5. Cuando termina el ciclo de digestión, dejar enfriar la muestra antes de destapar la celda para posteriormente adicionar 6 mL de solución saturada de ácido bórico (3 mL por cada mL de ácido fluorhídrico adicionado)

6. Introducir la muestra nuevamente al microondas programado al 60% de potencia, a 150°C por 10 minutos a una rapidez de calentamiento de 2°C por segundo
7. Enfriar y aforar la muestra a 50 mL con agua desionizada.

Adaptación del método 3005a Digestión ácida de aguas para metales totales recuperables o disueltos para análisis por absorción atómica de flama o espectroscopía ICP

1. Tomar una alícuota de 50 mL (previamente mezclado para homogeneizar) y vaciar en un vaso de precipitados (previamente enjuagado con ácido nítrico 1:1 para evitar contaminación)
2. Adicionar 20 mL de ácido nítrico concentrado y 10 mL de ácido clorhídrico concentrado
3. Cubrir con vidrio de reloj, calentar alrededor de 90°C y dejar concentrar hasta un volumen de 15 a 20 mL
4. Enfriar y aforar la muestra a 50 mL con agua desionizada.

Cuantificación de sulfatos por turbidimetría<sup>6</sup>

1. Preparación de reactivo acondicionador: En un vaso de precipitados de 600 mL, disolver 75 g de cloruro de sodio en 300 mL de agua desionizada (ASTM tipo II), agregar 100 mL de etanol al 95% o isopropanol, 50 mL de glicerina y finalmente, adicionar lentamente 30 mL de ácido clorhídrico concentrado.
2. Curva de calibración:
  - 2.1 Disolver 147.9 mg de sulfato de sodio anhidro previamente secado por 2 hrs a 110°C en un litro de agua.
  - 2.2 Con esta solución, preparar por dilución soluciones con concentraciones de 0 a 40 mg/L de sulfato a intervalos de 5 mg/L (por encima de 50 mg/L la exactitud disminuye y la suspensión pierde estabilidad) y proceder conforme al inciso 3 y graficar la curva de calibración
3. Formación y medición de la turbidez de sulfato de bario
  - 3.1 Tomar 10 mL de muestra y colocar en un matraz Erlenmeyer de 50 mL
  - 3.2 Adicionar 1 mL de solución acondicionadora y mezclar en equipo de agitación
  - 3.3 Mientras se agita, agregar 0.50 g de cloruro de bario
  - 3.4 Agitar exactamente 1 minuto a velocidad constante
  - 3.5 Inmediatamente después de agitar, vaciar la solución en una celda de absorbancia
  - 3.6 Medir la turbidez a intervalos de 30 s por 4 minutos
  - 3.7 Registrar la lectura máxima obtenida en los 4 minutos e interpolar con la curva de calibración,
  - 3.8 Leer blancos cada cambio de muestra y correr una curva de calibración por serie de muestras leídas

---

<sup>6</sup> Environmental Protection Agency. 1986. Method 9038. Sulfate (Turbidimetric). SW-846 on line. Revision 0. EEUU

## Balance ácido-base de jales<sup>7</sup>

### 1. Introducción

La peligrosidad de los jales debida a su reactividad está determinada por la oxidación de los sulfuros que ocurre cuando los jales que contienen sulfuros metálicos son expuestos al aire y agua. El producto de la oxidación de los sulfuros metálicos es ácido sulfúrico, que si no es neutralizado por minerales con reacción básica, produce drenaje ácido (DA), que contiene disueltos metales y metaloides potencialmente tóxicos. Considerando que la capacidad de los jales para generar DA depende del balance entre los minerales productores potenciales de ácido (sulfuros) y los minerales consumidores potenciales de ácido (carbonatos, hidróxidos y aluminosilicatos), se han desarrollado diversos procedimientos para medir esta relación y determinar si los jales que contienen sulfuros de metales son generadores potenciales de DA.

Los procedimientos más comúnmente utilizados para pronosticar la posible generación de DA es la denominada “Prueba de Balance Ácido-Base (ABA1)” y la “Prueba Modificada de Balance Ácido-Base (PM-ABA)”. A continuación se describe esta prueba que evalúa la peligrosidad de los jales por su capacidad de generar drenaje ácido de acuerdo a los lineamientos de la “PM-ABA”, la cual se seleccionó porque es relativamente simple y de fácil interpretación. Además, produce mejores resultados que la ABA, ya que no sobreestima la cantidad de los minerales que producen ácido sulfúrico, ni los que pueden consumirlo.

### 2. Objetivo

Determinar el balance entre los minerales que son potenciales productores de acidez (sulfuros) y aquellos que son potenciales consumidores de acidez (principalmente, carbonatos de calcio).

### 3. Fundamentos

La prueba se basa en la determinación de:

3.1 El Potencial de neutralización (PN)

3.2 El Potencial de acidez (PA)

### 4. Procedimiento

4.1 Equipo

4.1.1 Agitador orbital o agitador magnético

---

<sup>7</sup> Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2004. Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción y operación y postoperación de presas de jales. Anexo 5. México, D.F. México

**4.1.2** Balanza analítica con una sensibilidad de  $\pm 0.1$  mg**4.2** Reactivos**4.2.1** Reactivos grado analítico**4.2.2** Agua destilada**4.3** Muestreo, preservación y manejo de las muestras

**4.3.1** El muestreo debe realizarse de acuerdo a los criterios señalados en esta Norma haciendo muestras compuestas (copiar de norma). La distribución del tamaño de las partículas sólidas en la muestra debe ser representativa de la granulometría de los jales.

**4.3.2** Cada muestra de jales colectada debe tener un peso de aproximadamente 2 kg, y debe prepararse con un mínimo de 5 incrementos (submuestras tomadas a diferentes tiempos).

**4.3.3** Las muestras se deben conservar en contenedores apropiados que eviten la contaminación de las mismas, y transportarse tan pronto como sea posible al laboratorio. En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra.

**4.3.4** Se secan las muestras a temperatura de  $104 \pm 2^\circ\text{C}$ . Si es necesario la muestra puede decantarse antes del secado.

**4.3.5** Se homogeniza la muestra mediante cuarteo para obtener una muestra homogénea de 200 g.

**4.3.6** Del peso total de la muestra ya homogeneizada, se separa una porción de 20 g para realizar las determinaciones de S total y  $\text{SSO}_4$ , y que se debe conservar a  $4^\circ\text{C}$  evitando el contacto con aire y luz. Además se debe tomar otra porción de 10 g para determinación del balance ácido-base. Estos 10 g se muelen finamente y se tamizan a un tamaño  $< 0.74$  mm (malla 200).

**4.4** Determinación del Potencial de Neutralización (PN).

**4.4.1** En primer término se realiza la medición cualitativa de carbonatos: Se colocan de 1 a 2 gramos de muestra finamente molida sobre un papel aluminio o un vidrio de reloj, se agregan unas gotas de agua para humedecer la muestra y liberar el aire que contiene, y se agregan unas gotas de HCl al 25%. Se observa el grado de efervescencia que produce la transformación de carbonatos en dióxido de carbono (gas), y se califica como "nulo", "bajo", "moderado" o "fuerte".

**4.4.2** Medición del poder de neutralización

- a. Se pesan 2 gramos de muestra homogeneizada y secada a temperatura ambiente.
- b. Se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 mL y se agregan 90 mL de agua destilada (mezcla 1). Al inicio de la prueba "Tiempo 0" se agrega el volumen de HCl 1 N indicado en la Tabla 1, de acuerdo al grado de reacción (mezcla 2). Se registra el volumen añadido ( $V_a$ ).



- c. Se agita la mezcla 2, a temperatura ambiente durante 2 horas. Se agrega el volumen de HCl 1 N indicado en la Tabla 1 para el “tiempo 2 horas” (mezcla 3). Se registra el volumen añadido (Vb).
- d. Se agita la mezcla 3 durante 22 horas y al término de este periodo se mide el pH, si es mayor a 2.5 se añade HCl 1.0 N para disminuir la acidez hasta un valor de 2 a 2.5 y se continúa la agitación durante 2 horas más. Se registra el volumen añadido (Vc). Si el pH medido a las 24 horas de agitación resulta ser menor a 2.0, es necesario repetir la medición del poder de neutralización, pues al inicio de la prueba se adicionó demasiado HCl.
- e. Se adiciona agua destilada al matraz hasta un volumen final aproximado de 125 mL y se titula con una solución de NaOH de 0.1 N, hasta un pH final de 8.3.

Tabla 4.4.1. Cálculo del volumen de HCl para determinar el PN

Grado de reacción (neutralización carbonatos)	HCl solución 1.0 N (mL)	
	“Tiempo 0”	“Tiempo 2 horas”
Nulo	1.0	1.0
Bajo	2.0	1.0
Moderado	2.0	2.0
Fuerte	3.0	2.0

#### 4.4.3 Se calcula el total de mL gastados de HCl 0.1 N

$$V_f = V_a + V_b + V_c$$

Se calcula el Potencial de Neutralización (PN) expresado como kg CaCO<sub>3</sub>/ton de jales, utilizando la siguiente fórmula:

$$PN = \frac{(V_f \text{ en mL de HCl}) - (0.1 \times \text{vol en mL de NaOH})}{\text{peso de la muestra (g)}} \times 50$$

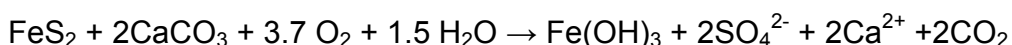
#### 4.5 Determinación del Potencial de Acidez

**4.5.1** Se determina el azufre total de acuerdo a la NMX-B-400-1970 o mediante la

**4.5.2** combustión del S en un ambiente rico en oxígeno, con la detección del dióxido de azufre por IR u otras técnicas

**4.5.3** Se determina el azufre que está en forma de sulfatos. Se realiza la extracción de los sulfatos de acuerdo a lo señalado en el punto 7.1.1 de la NMX-B-021-1982 y se cuantifican los sulfatos por el método turbidimétrico EPA-9038

Se calcula el Potencial de Acidez como la diferencia entre el azufre total (Stotal) y el azufre como sulfatos y se multiplica por 31.25; valor que se obtiene de la siguiente reacción de neutralización de los sulfuros (Skoulsen et al., 2002):



De acuerdo a la estequiometría de esta reacción, 1 ton de jales que contiene 10 kg de S (1%) requiere 31.25 kg de CaCO<sub>3</sub> para no producir acidez. Por lo anterior, el Potencial de Acidez

(PA) expresado como kg requeridos de  $\text{CaCO}_3$ /ton de jales, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{PA} = \% \text{S}^{2-} \times 31.25$$

$$\% \text{S}^{2-} = (\% \text{S}_{\text{total}} - \% \text{S}_{\text{sulfatos}})$$

### **5. Interpretación de los resultados de la prueba de Balance Ácido-Base**

La relación entre los valores de Potencial de Neutralización (PN) y el Potencial de Acidez (PA) expresados ambos como kg de carbonato de calcio por tonelada de jales, permite evaluar si los jales contienen o no suficientes carbonatos de calcio para neutralizar a los sulfuros (potenciales generadores de ácido):

**5.1** Cuando  $\text{PN/PA} \leq 1.2$ ; los jales son potenciales generadores de drenaje ácido

**5.2** Cuando  $\text{PN/PA} > 1.2$ , los jales no son potenciales generadores de drenaje ácido

## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA EVOLUCIÓN DEL VALOR DE pH Y CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA EN CELDAS DE HUMEDAD

### 1. Análisis de pH en lixiviados de la semana 4

		<u>pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE SEMANA 4</u>			TOTAL	PROMEDIO
		VOLUMEN DE RIEGO ml				
PERIODO DE RIEGO		V1	V2	V3		
D (días)		10	30	50		
		-1	0	1		
D1	1, (-1)	D1V1	D1V2	D1V3	17.465	5.822
		5.875	5.607	5.983		
D2	4, (0)	D2V1	D2V2	D2V3	18.968	6.323
		6.387	6.032	6.549		
D3	7, (+1)	D3V1	D3V2	D3V3	19.830	6.610
		6.388	6.629	6.813		
TOTAL		18.650	18.268	19.345	56.263	
PROMEDIO		6.089	6.448	6.448		

Factor de corrección

Suma de cuadrados de los volúmenes (ml)

F= 351.7281445

ScV= 0.198862681

Grados de libertad del volumen

GI C=

2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

Suma de cuadrados totales= 1.260841056

ScD= 0.955066514

ScT=

Gdos. Libertad

GI D=

2

Grados de libertad total=

GI T=

8

Suma de cuadrados del error

Cuadrados medios

Sce= 0.106911861

CM volúmenes 0.09943134

Gdos. Libertad

GI e=

4

CM Periodos 0.477533257

CM error = 0.026727965

RELACIONES DE VARIACION

## VOLUMEN (mL)

Nivel de

significancia

F calculado Comparativo

F de tabla

Diferencia significativa

1.00% 3.72012382

&lt;

6.94

No

5.00% 3.72012382

&lt;

18.00

No

RELACIONES DE VARIACION

## PERIODO DE RIEGO (días)

Nivel de

significancia

F calculado Comparativo

F de tabla

Diferencia significativa

1.00% 17.86642762

&lt;

6.94

Si

5.00% 17.86642762

&lt;

18.00

Si

Diferencia mínima significativa

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS=

0.1044

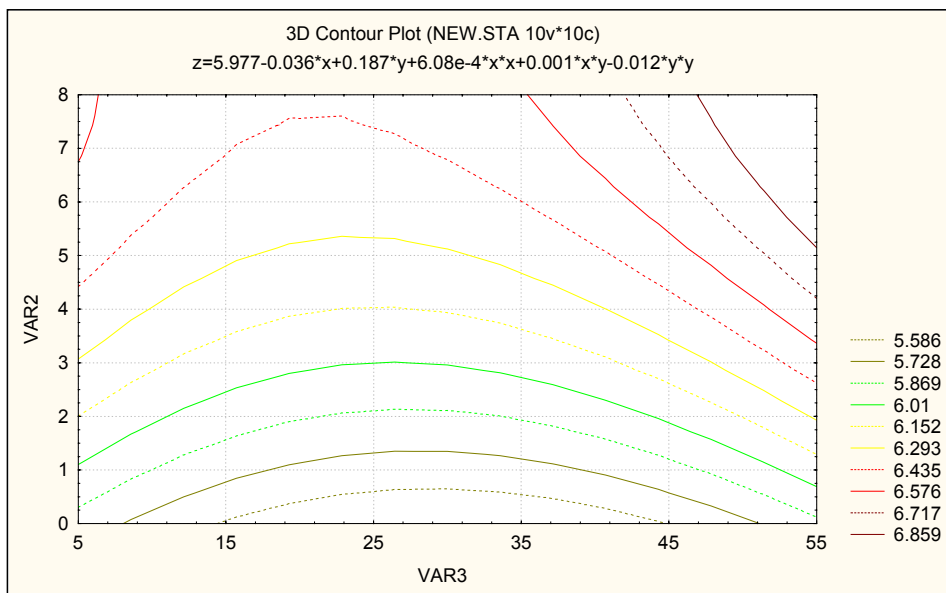
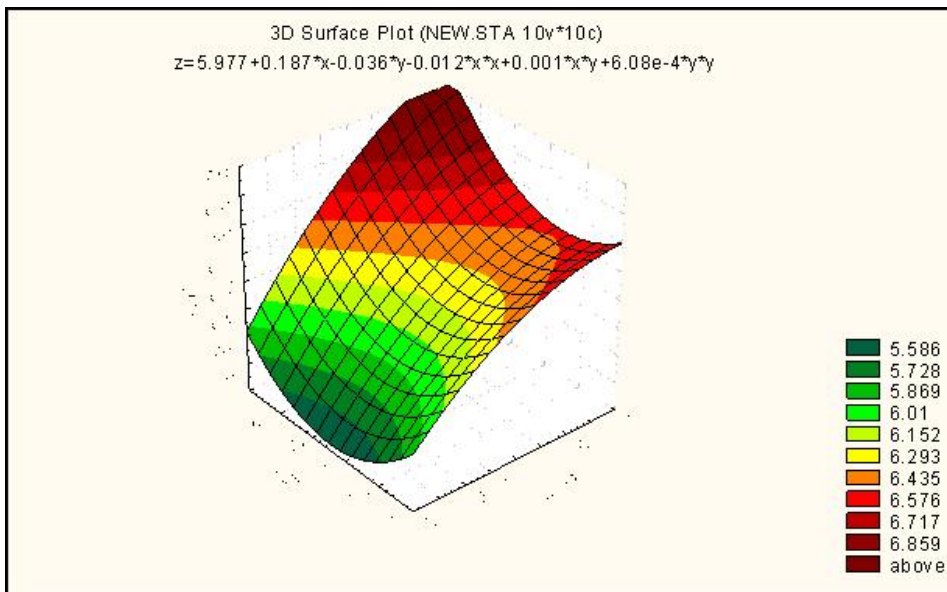
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .96702167 R<sup>2</sup>= .93513091 Adjusted R<sup>2</sup>= .82701576

F(5,3)=8.6494 p<.05286 Std.Error of estimate: .16512

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			5.976887731	0.315589833	18.93878415	0.00032142
VAR2	1.222491177	0.745581691	0.186800926	0.113927489	1.63964753	0.199610442
VAR3	-1.56937218	0.814313359	-0.03597083	0.018664489	-1.92723374	0.149571612
VAR4	-0.63636606	0.694920378	-0.01187963	0.012972717	-0.91573953	0.427330762
VAR5	1.620848018	0.778103357	0.000608021	0.000291886	2.083075472	0.128624156
VAR6	0.374573309	0.390207852	0.001320833	0.001375964	0.95993278	0.407903969



Z=VAR1=pH, X=VAR2=días, Y=VAR3=Volumen

ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

2. Análisis de conductividad eléctrica en lixiviados de la semana 4

**CONDUCTIVIDAD DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE SEMANA 4**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO ml V (ml)			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
		10	30	50		
		-1	0	1		
		D1V1	D1V2	D1V3		
D1	1, (-1)	3.440	3.125	2.064	8.629	2.876
		D2V1	D2V2	D2V3		
D2	4, (0)	2.744	2.595	1.941	7.280	2.427
		D3V1	D3V2	D3V3		
D3	7, (+1)	1.974	1.470	1.393	4.837	1.612
		TOTAL	8.158	7.190	5.397	20.745
		PROMEDIO	2.397	1.799	1.799	

Factor de corrección

F= 47.81607251

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1.307964264

Grados de libertad del volumen

GL V= 2

Suma de cuadrados de los Periodos (días)

ScD= 2.462688514

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales=

4.067072306

ScT=

Grados de libertad total=

GI T= 8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

ScE= 0.296419528

Grados de Libertad GI e= 4

CM volúmenes (ml)

0.653982132

CM Periodos

1.231344257

CM error =

0.074104882

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia F calculado Comparativo

1.00% 8.825088372 >

5.00% 8.825088372 <

F de tabla

6.94

18.00

Diferencia significativa

Si

No

RELACIONES DE VARIACION

periodo

Nivel de significancia F calculado Comparativo

1.00% 16.61623667 >

5.00% 16.61623667 <

F de tabla

6.94

18.00

Diferencia significativa

Si

No

Diferencia mínima significativa

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS=

0.1738

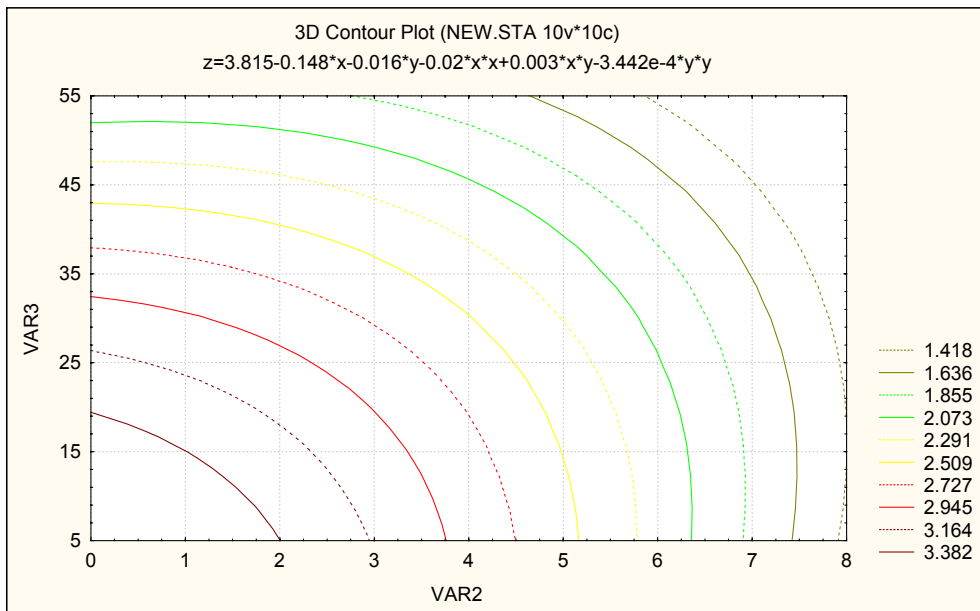
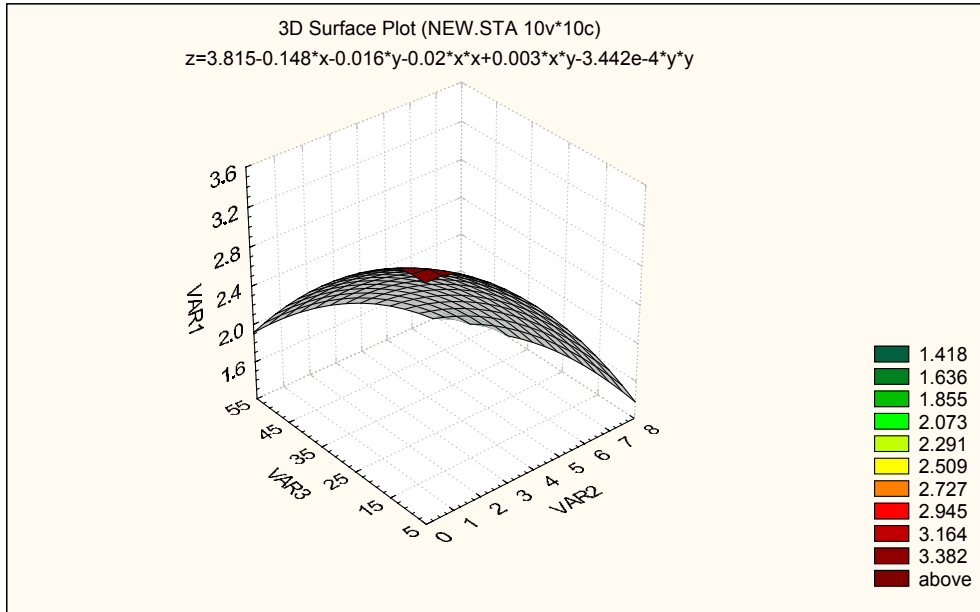
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .98288613 R<sup>2</sup>= .96606514 Adjusted R<sup>2</sup>= .90950704

F(5,3)=17.081 p<.02058 Std.Error of estimate: .21449

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3.815189815	0.409956624	9.306325586	0.002626468
VAR2	-0.53970588	0.539261434	-0.148115741	0.147993768	-1.00082417	0.390661538
VAR3	-0.37946251	0.588973409	-0.015620833	0.024245493	-0.64427783	0.565267086
VAR4	-0.60411225	0.502619316	-0.02025463	0.016851782	-1.20192804	0.315615714
VAR5	-0.51083643	0.562783579	-0.000344167	0.000379165	-0.90769605	0.430956155
VAR6	0.523696724	0.282228022	0.003316667	0.001787401	1.855580176	0.160532534



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN

ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

3. Análisis de pH en lixiviados de la semana 6

		<b>pH de MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 6</b>				
		<b>VOLUMEN DE RIEGO ml</b>				
		<b>V (ml)</b>				
PERIODO DE RIEGO		V1	V2	V3	TOTAL	PROMEDIO
D (días)		10	30	50		
		-1	0	1		
		D1V1	D1V2	D1V3		
D1	1, (-1)	5.007	5.031	5.757	15.795	5.265
		D2V1	D2V2	D2V3		
D2	4, (0)	5.704	5.906	6.180	17.790	5.930
		D3V1	D3V2	D3V3		
D3	7, (+1)	6.493	6.665	6.247	19.404	6.468
		TOTAL	17.204	17.601	18.183	52.988
		PROMEDIO	5.867	6.061	6.061	

Factor de corrección

Suma de cuadrados de los volúmenes (ml)

F= 311.9639063

ScV= 0.1617945

Grados de libertad del volumen

GI V=

2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

Suma de cuadrados totales= 2.744673

ScD= 2.178878

ScT=

Grados de Libertad

GI D= 2

Grados de libertad total=

GI T=

8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

CM volúmenes 0.08089725

ScE= 0.4040005

CM Periodos 1.089439

Grados de Libertad

GI e= 4

CM error = 0.101000125

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (ml)

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 0.80096188 <

6.94 No

5.00% 0.80096188 <

18.00 No

RELACIONES DE VARIACION

PERIODO

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 10.7865114 >

6.94 Si

5.00% 10.7865114 <

18.00 No

Diferencia mínima significativa

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS=

0.2029

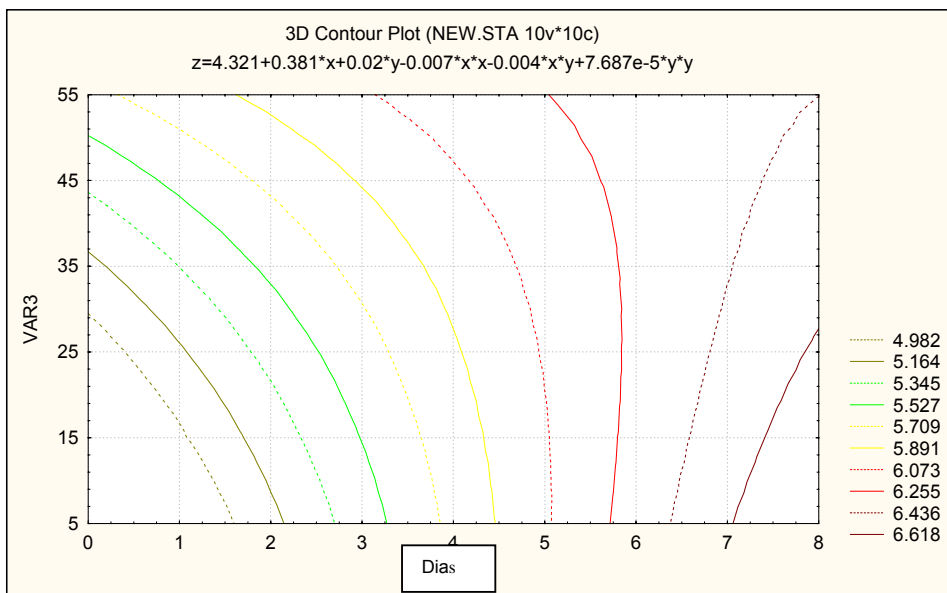
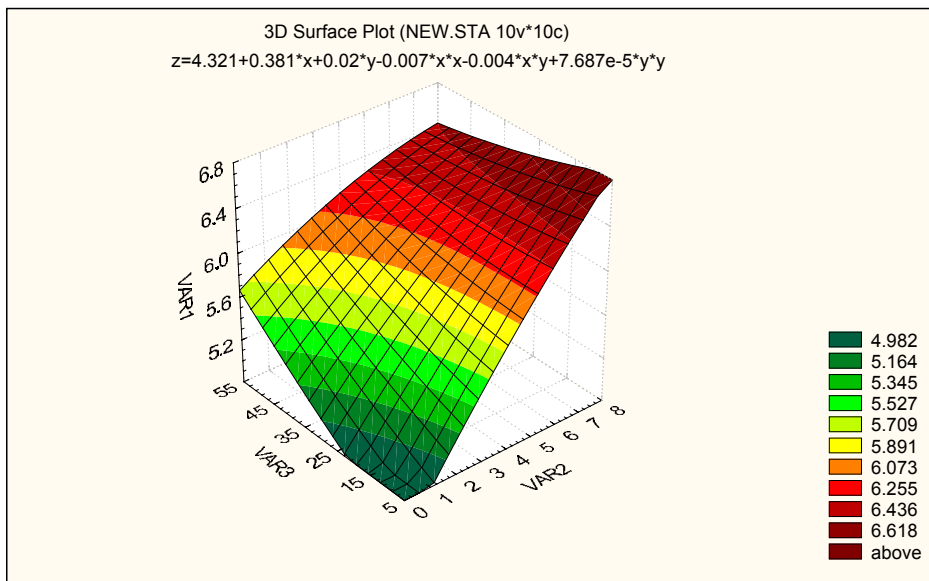
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .97116626 R<sup>2</sup>= .94316390 Adjusted R<sup>2</sup>= .84843708

F(5,3)=9.9567 p<.04368 Std.Error of estimate: .22803

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercept			4.320756944	0.435844289	9.913533468	0.002183239
VAR2	1.691931861	0.697892379	0.381444444	0.15733918	2.424344944	0.093803294
VAR3	0.595847836	0.762227794	0.02015	0.025776531	0.781718851	0.491400689
VAR4	-0.25616524	0.650471494	-0.00705556	0.017915927	-0.3938147	0.720039606
VAR5	0.138897308	0.728333877	7.6875E-05	0.000403108	0.190705544	0.860932112
VAR6	-0.79766726	0.36524916	-0.00415	0.001900271	-2.18389897	0.116920777



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

5. Análisis de conductividad eléctrica en lixiviados de la semana 6

**CONDUCTIVIDAD DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE SEMANA 6**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V (ml)	VOLUMEN DE RIEGO ml			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
	10	30	50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	3.585	3.400	2.330	9.315	3.105
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	3.430	2.445	1.790	7.665	2.555
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	2.870	1.134	1.129	5.132	1.711
	<b>TOTAL</b>	<b>9.885</b>	<b>6.979</b>	<b>5.249</b>	<b>22.112</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>2.326</b>	<b>1.750</b>	<b>1.750</b>		

Factor de corrección

Suma de cuadrados de las volúmenes (mL)

F= 54.32672711

ScV= 3.659752722

Grados de libertad del volumen

GI C= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

Suma de cuadrados totales= 7.256657389

ScD= 2.959564222

ScT=

Grados de Libertad GI D= 2

Grados de libertad total=

GI T= 8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

CM volúmenes 1.829876361

Sce= 0.637340444

CM Periodos 1.479782111

Grados de Libertad GI e= 4

CM error = 0.159335111

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 11.48445153 >

6.94 Si

5.00% 11.48445153 <

18.00 No

RELACIONES DE VARIACION

PERIODO

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 9.287231802 >

6.94 Si

5.00% 9.287231802 <

18.00 No

Diferencia mínima significativa

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.2549

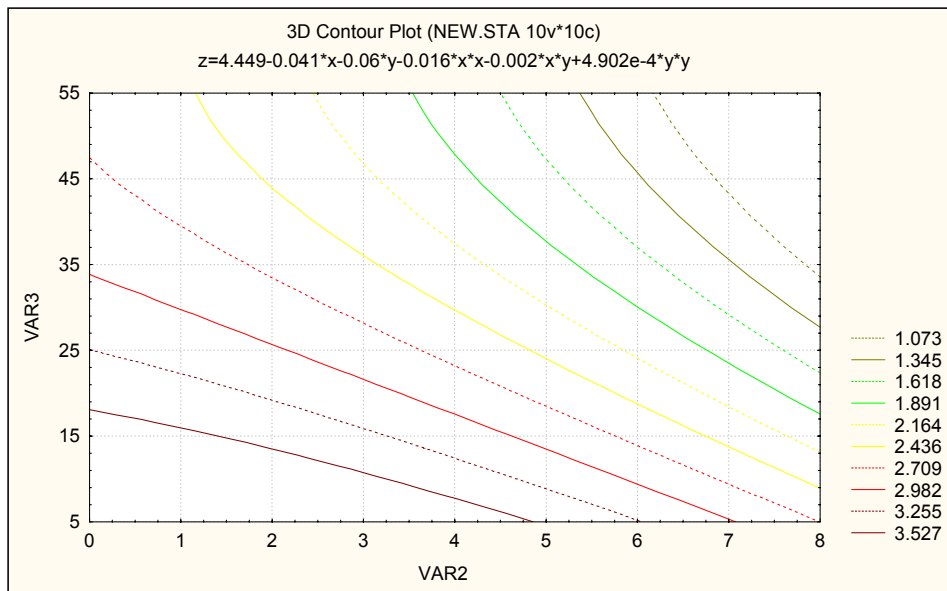
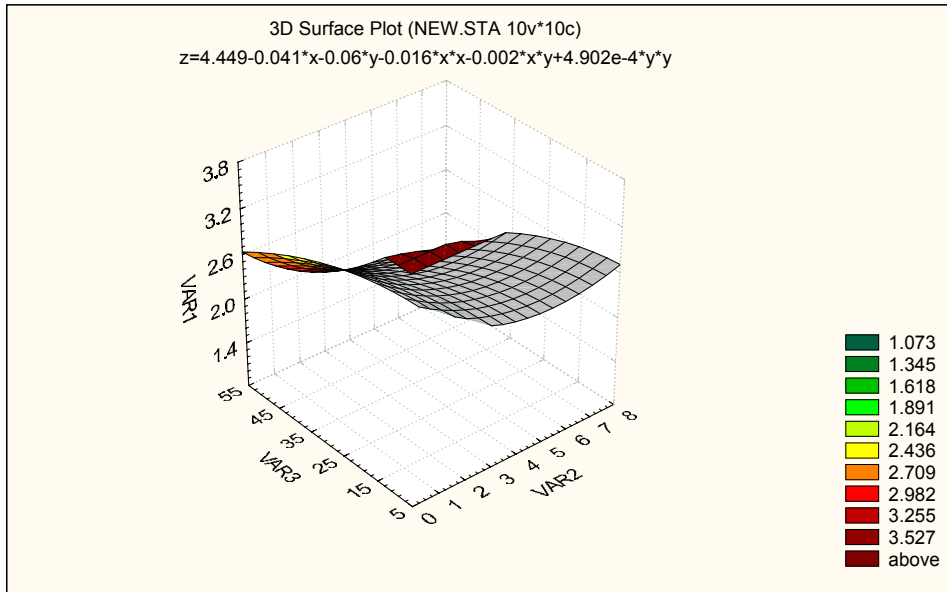
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .95933602 R<sup>2</sup>= .92032559 Adjusted R<sup>2</sup>= .78753491

F(5,3)=6.9306 p<.07096 Std.Error of estimate: .43900

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			4.449266204	0.839076706	5.302573855	0.013092521
VAR2	-0.11119353	0.826296202	-0.04076157	0.302905519	-0.13456861	0.90147382
VAR3	-1.09009946	0.902468562	-0.05994167	0.049624343	-1.20790852	0.313619286
VAR4	-0.36511772	0.770150443	-0.01635185	0.034491303	-0.47408624	0.667807579
VAR5	0.5447113	0.86233857	0.000490208	0.000776054	0.63166756	0.572454512
VAR6	-0.23961956	0.432450623	-0.00202708	0.003658355	-0.55409693	0.618138075



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN

ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

5. Análisis de pH de lixiviados de la semana 8

		<b>pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 8</b>				
		VOLUMEN DE RIEGO ml				
		V (ml)				
PERIODO DE RIEGO		V1	V2	V3	TOTAL	PROMEDIO
D (días)		10	30	50		
		-1	0	1		
		<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>		
<b>D1</b>	<b>1, (-1)</b>	4.140	4.520	4.700	<b>13.360</b>	<b>4.453</b>
		<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>		
<b>D2</b>	<b>4, (0)</b>	4.945	5.280	6.060	<b>16.285</b>	<b>5.428</b>
		<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>		
<b>D3</b>	<b>7, (+1)</b>	5.840	6.740	6.275	<b>18.855</b>	<b>6.285</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>14.925</b>	<b>16.540</b>	<b>17.035</b>	<b>48.500</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>5.513</b>	<b>5.678</b>	<b>5.678</b>		

Factor de corrección

F= 261.3611111

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 0.811705556

Grados de libertad del volumen

GI V=

2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 5.039505556

Grados de Libertad

GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 6.262738889

ScT=

Grados de libertad total=

GI T=

8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

Sce= 0.411527778

Grados de Libertad

GI e= 4

CM volúmenes 0.405852778

CM Periodos 2.519752778

CM error = 0.102881944

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	3.94483969	<
5.00%	3.94483969	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

RELACIONES DE VARIACION

PERIODO (DÍAS)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	24.49169085	>
5.00%	24.49169085	>

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	Si
18.00	Si

Diferencia mínima significativa

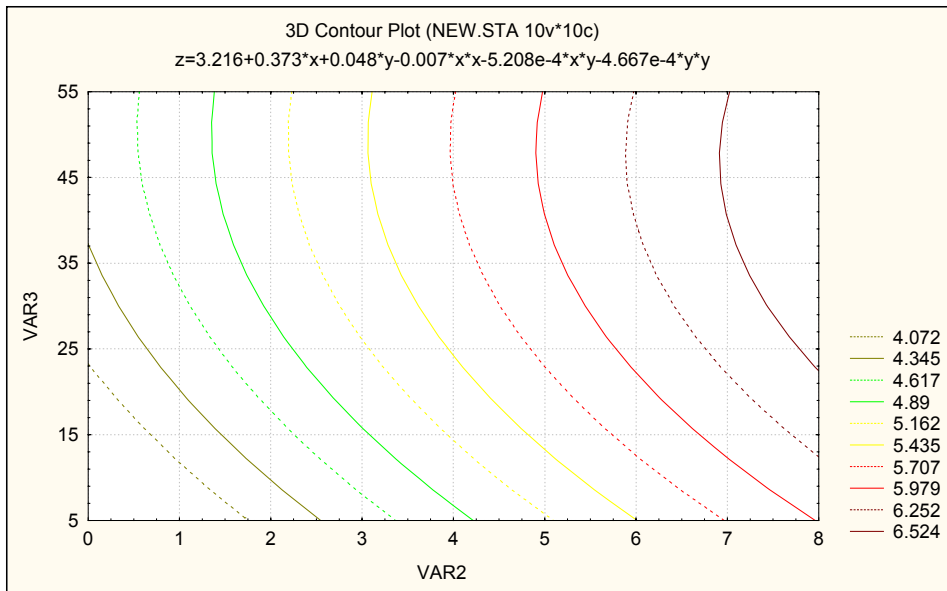
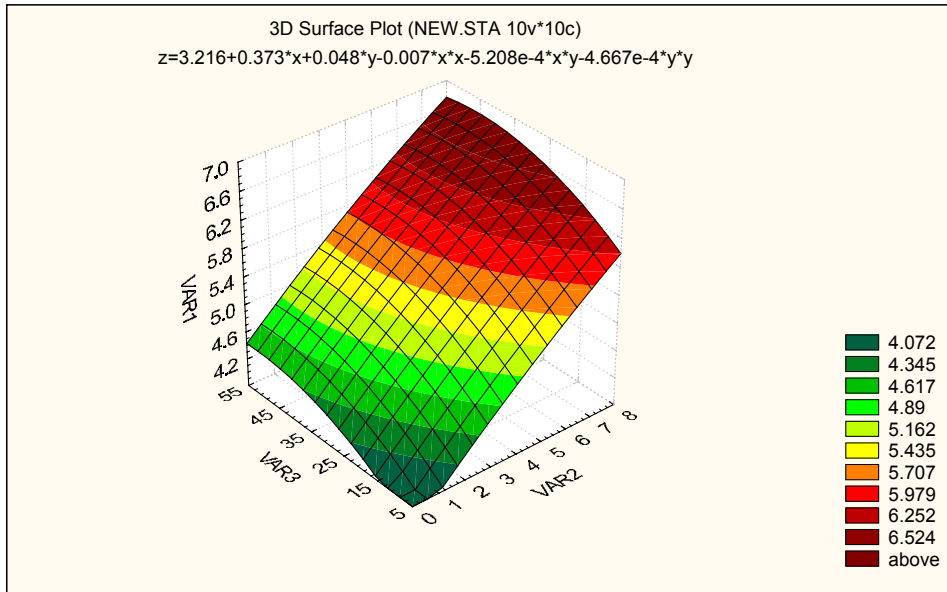
t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.2048

## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)  
 R= .96690910 R<sup>2</sup>= .93491322 Adjusted R<sup>2</sup>= .82643525  
 F(5,3)=8.6185 p<.05312 Std.Error of estimate: .36861

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3.216481481	0.704534863	4.565397186	0.01970987
VAR2	1.096730573	0.746831689	0.37349537	0.254336102	1.46851103	0.23827979
VAR3	0.933121618	0.815678589	0.047666667	0.041667323	1.143981993	0.335639447
VAR4	-0.158010782	0.696085441	-0.00657407	0.028960791	-0.22699912	0.835013509
VAR5	-0.558185606	0.779407879	-0.00046667	0.000651618	-0.71616623	0.525602877
VAR6	-0.066272842	0.390862052	-0.00052083	0.003071756	-0.16955558	0.876148283



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN

ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

6. Análisis de conductividad eléctrica en lixiviados de la semana 8

**CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 8**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V1 10	V (ml)			TOTAL	PROMEDIO
		V2 30	V3 50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	3.295	3.505	2.800	9.600	3.200
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	3.710	2.990	1.840	8.540	2.847
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	3.600	0.960	1.695	6.255	2.085
	<b>TOTAL</b>	<b>10.605</b>	<b>7.455</b>	<b>6.335</b>	<b>24.395</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>2.485</b>	<b>2.112</b>	<b>2.112</b>		

Factor de corrección

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

F= 66.12400278

ScV= 3.267755556

Grados de libertad del volumen

GI V=

2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

Suma de cuadrados totales= 7.702472222

ScD= 1.948205556

ScT=

Grados de Libertad

GI D= 2

Grados de libertad total=

GI T=

8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

CM volúmenes 1.633877778

Sce= 2.486511111

CM Periodos 0.974102778

Grados de Libertad

GI e= 4

CM error = 0.621627778

**RELACIONES DE VARIACION**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 2.628386047 <

6.94 No

5.00% 2.628386047 <

18.00 No

**RELACIONES DE VARIACION**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia F calculado Comparativo

F de tabla Diferencia significativa

1.00% 1.567019385 <

6.94 No

5.00% 1.567019385 <

18.00 No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS=

0.5035

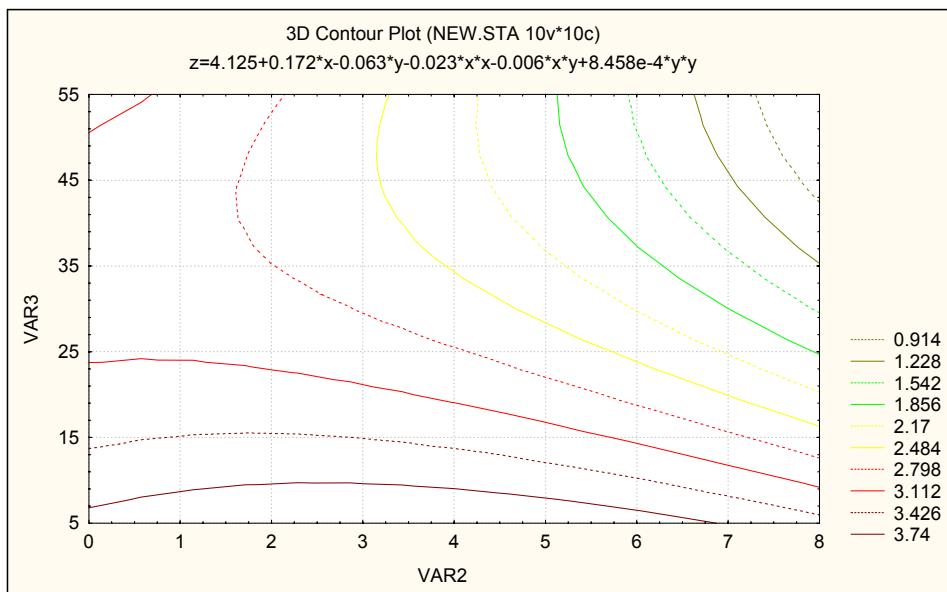
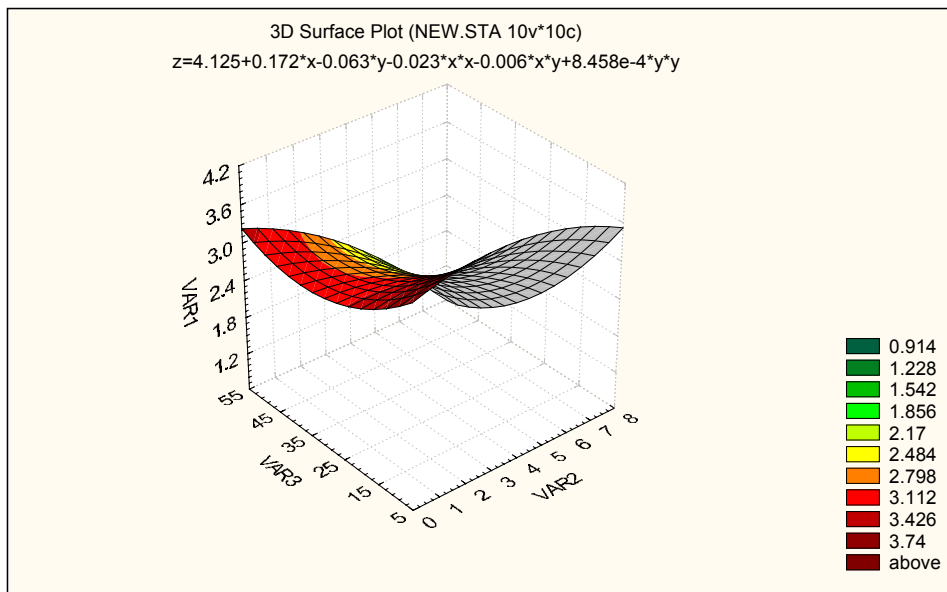
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .86122477 R<sup>2</sup>= .74170811 Adjusted R<sup>2</sup>= .31122163

F(5,3)=1.7230 p<.34705 Std.Error of estimate: .81435

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			4.125231481	1.556483023	2.650354305	0.076970495
VAR2	0.455148387	1.48775603	0.171898148	0.561888197	0.305929452	0.77965951
VAR3	-1.1091254	1.624905259	-0.06283333	0.092052904	-0.6825785	0.543856025
VAR4	-0.49165622	1.38666493	-0.02268519	0.063981191	-0.35456022	0.746378124
VAR5	0.912270709	1.552650737	0.000845833	0.001439577	0.587556935	0.598125458
VAR6	-0.67408052	0.778632433	-0.005875	0.00678623	-0.86572366	0.45032686



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN

ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

7. Análisis de moles totales de iones hidronio presentes en lixiviados de semana 6

**MOLES TOTALES DE IONES HIDRONIO EN LIXIVIADOS SEMANA 6**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO V (mL)			TOTAL	PROMEDIO
		V1 10	V2 30	V3 50		
		-1	0	1		
		D1V1	D1V2	D1V3		
D1	1, (-1)	1.36412E-06	1.36958E-06	4.4653E-07	3.18023E-06	1.06008E-06
		D2V1	D2V2	D2V3		
D2	4, (0)	6.9993E-07	3.12091E-07	2.81071E-07	1.29309E-06	4.31031E-07
		D3V1	D3V2	D3V3		
D3	7, (+1)	4.95056E-08	1.15478E-07	2.21188E-07	3.86171E-07	1.28724E-07
		TOTAL	2.11355E-06	1.79715E-06	9.48788E-07	4.85949E-06
		PROMEDIO	5.9905E-07	3.16263E-07	3.16263E-07	

Factor de corrección		Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)	
F=	2.62385E-12	ScV=	2.41834E-13
		Grados de libertad del volumen	GL V= 2
Suma de cuadrados de los Periodos (días)		Suma de cuadrados totales=	2.04312E-12
ScD=	1.35451E-12	ScT=	
Grados de Libertad	GI D= 2	Grados de libertad total=	GI T= 8
		<u>Cuadrados medios</u>	
Suma de cuadrados del error		CM volúmenes (ml)	1.20917E-13
ScE=	4.46782E-13	CM Periodos	6.77253E-13
Grados de Libertad	GI e= 4	CM error =	1.11696E-13

**RELACIONES DE VARIACION**

			VOLUMEN (mL)	
Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	1.082559688	<	6.94	No
5.00%	1.082559688	<	18.00	No

**RELACIONES DE VARIACION**

			PERIODO (DÍAS)	
Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	6.063384585	<	6.94	No
5.00%	6.063384585	<	18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.0000

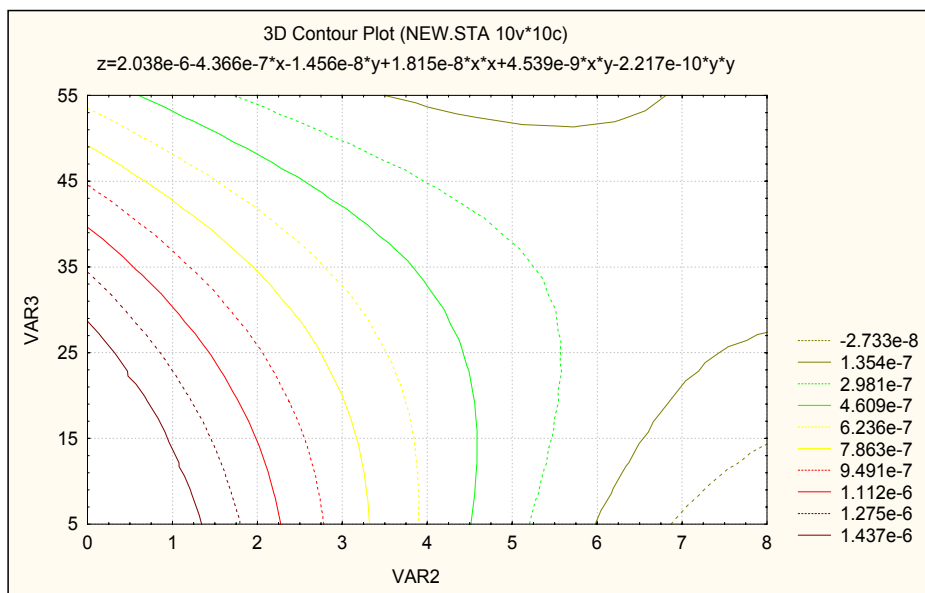
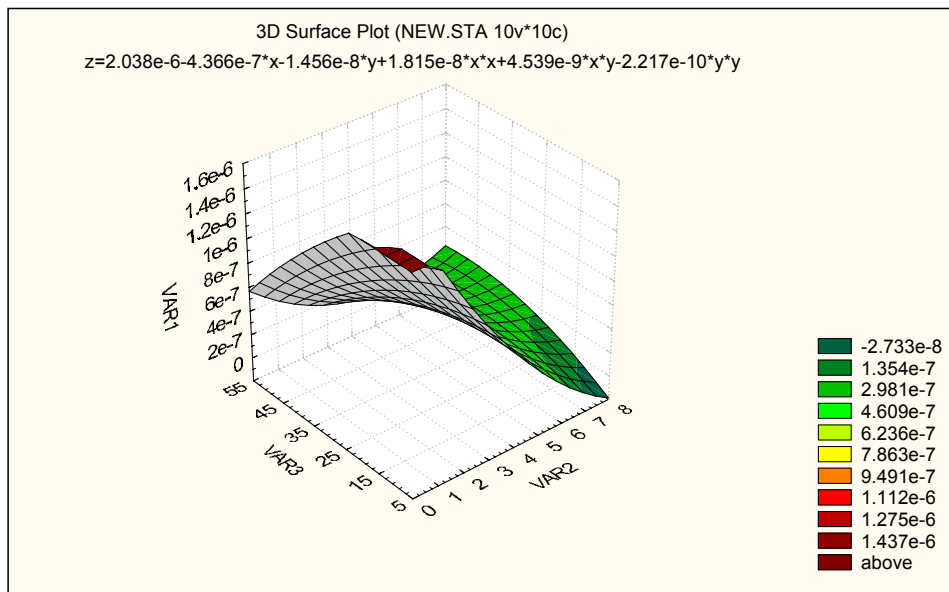
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .96255245 R<sup>2</sup>= .92650721 Adjusted R<sup>2</sup>= .80401924

F(5,3)=7.5641 p<.06323 Std.Error of estimate: .00000

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level	
Intercpt				2.03782E-06	4.27606E-07	4.765640432	0.017547643
VAR2	-2.24457905	0.793594569		-4.36602E-07	1.54365E-07	-2.82836997	0.066278726
VAR3	-0.49908622	0.866752319		-1.45619E-08	2.52893E-08	-0.57581181	0.60509783
VAR4	0.763862741	0.739670844		1.81522E-08	1.75773E-08	1.032706301	0.377698183
VAR5	-0.46416765	0.828210518		-2.2165E-10	3.95489E-10	-0.56044646	0.614305139
VAR6	1.011104817	0.415335887		4.53863E-09	1.86435E-09	2.434426809	0.092961572



Z=VAR 3=C.E., X=VAR2=días, Y=VAR3=VOLUMEN



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

7. Análisis de pH en lixiviados de semana 10

		<u>pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 8</u>				
		VOLUMEN DE RIEGO ml				
		V (ml)				
PERIODO DE RIEGO		V1	V2	V3	TOTAL	PROMEDIO
D (días)		10	30	50		
		-1	0	1		
		<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>		
D1	1, (-1)	5.620	4.820	3.970	14.410	4.803
		<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>		
D2	4, (0)	6.040	4.790	4.065	14.895	4.965
		<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>		
D3	7, (+1)	5.655	5.620	4.965	16.240	5.413
	<b>TOTAL</b>	<b>17.315</b>	<b>15.230</b>	<b>13.000</b>	<b>45.545</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>5.077</b>	<b>4.333</b>	<b>4.333</b>		

Factor de corrección

F= 230.4830028

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 3.104372222

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 0.599238889

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 4.259272222

ScT=

Grados de libertad total=

GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 0.555661111

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 1.552186111

CM Periodos 0.299619444

CM error = 0.138915278

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	11.17361701	>
5.00%	11.17361701	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	Si
18.00	No

RELACIONES DE VARIACION

PERIODO (DÍAS)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	2.156850198	<
5.00%	2.156850198	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

Diferencia mínima significativa

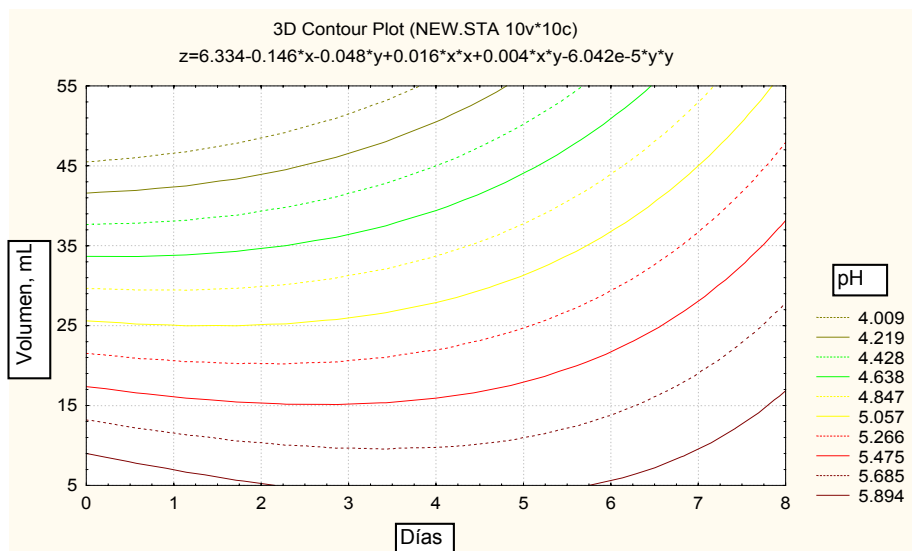
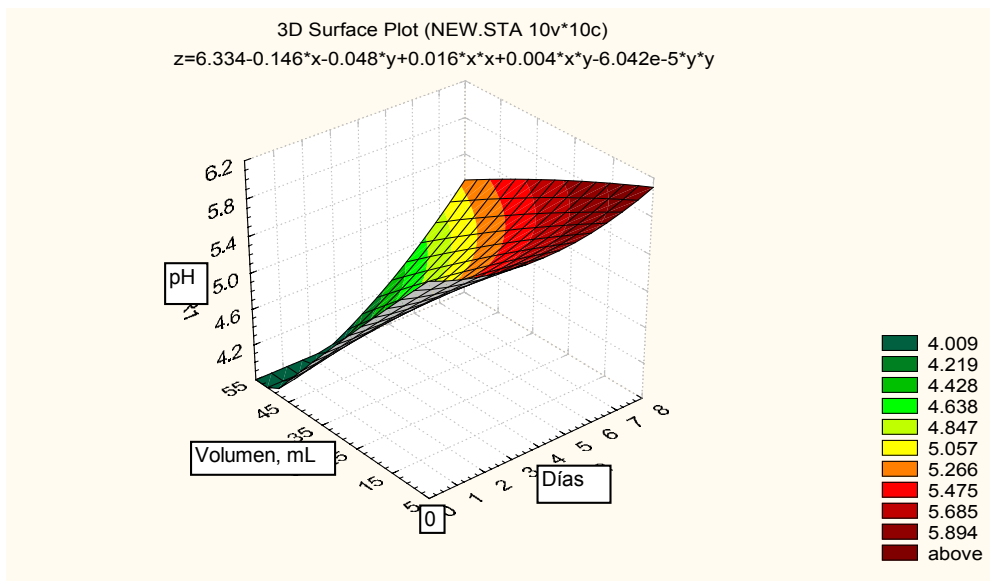
t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.2380

## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)  
 R= .96105909 R<sup>2</sup>= .92363458 Adjusted R<sup>2</sup>= .79635888  
 F(5,3)=7.2570 p<.06679 Std.Error of estimate: .32927

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			6.333634259	0.629346763	10.06382273	0.002089086
VAR2	-0.518931643	0.808955637	-0.14574074	0.227193302	-0.64148344	0.56685394
VAR3	-1.147320278	0.883529451	-0.04833333	0.037220578	-1.29856484	0.284899533
VAR4	0.464163807	0.753988146	0.015925926	0.02587009	0.615611544	0.581703663
VAR5	-0.087628034	0.844241623	-6.0417E-05	0.000582077	-0.10379497	0.923881829
VAR6	0.617179184	0.423375259	0.004	0.002743937	1.457759211	0.240971476



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

**CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 10**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V1 10	VOLUMEN DE RIEGO V (mL)			TOTAL	PROMEDIO
		V2 30	V3 50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	2915	2895.000	2600.000	8410.000	2803.333
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	2578.500	2445.000	1705.500	6729.000	2243.000
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	3555.000	1065.500	1010.000	5630.500	1876.833
	<b>TOTAL</b>	<b>9048.500</b>	<b>6405.500</b>	<b>5315.500</b>	<b>20769.500</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>2135.167</b>	<b>1771.833</b>	<b>1771.833</b>		

Factor de corrección

F= 47930236.69

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 2456537.556

Grados de libertad del volumen GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 1306453.722

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 6036846.056

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Cuadrados medios

Suma de cuadrados del error

Sc e= 2273854.778

Grados de Libertad GI e= 4

CM volúmenes: 1228268.778

CM Periodos: 653226.8611

CM error: 568463.6944

RELACIONES DE VARIACION

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	2.16068113	<	6.94	No
5.00%	2.16068113	<	18.00	No

RELACIONES DE VARIACION

PERIODO (DÍAS)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	1.1491092	<	6.94	No
5.00%	1.1491092	<	18.00	No

Diferencia mínima significativa

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 481.4792

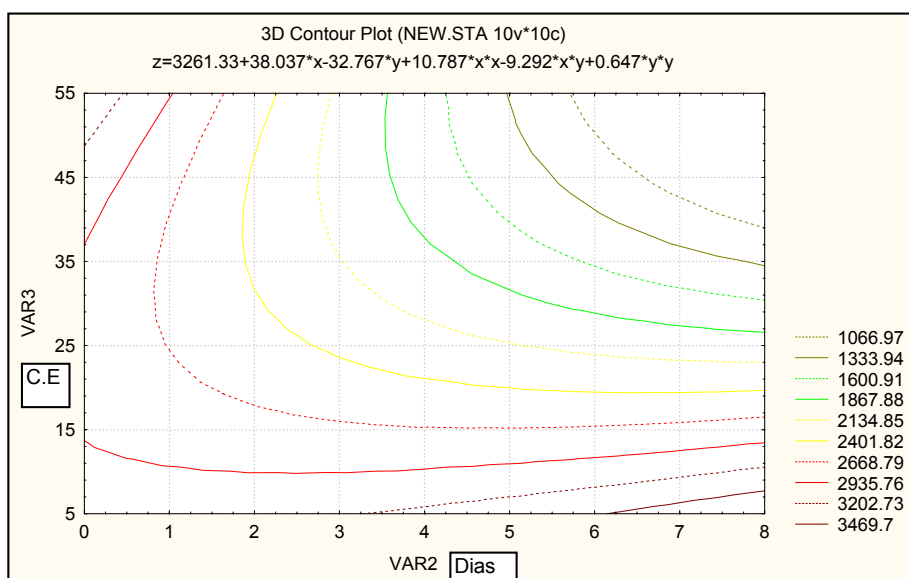
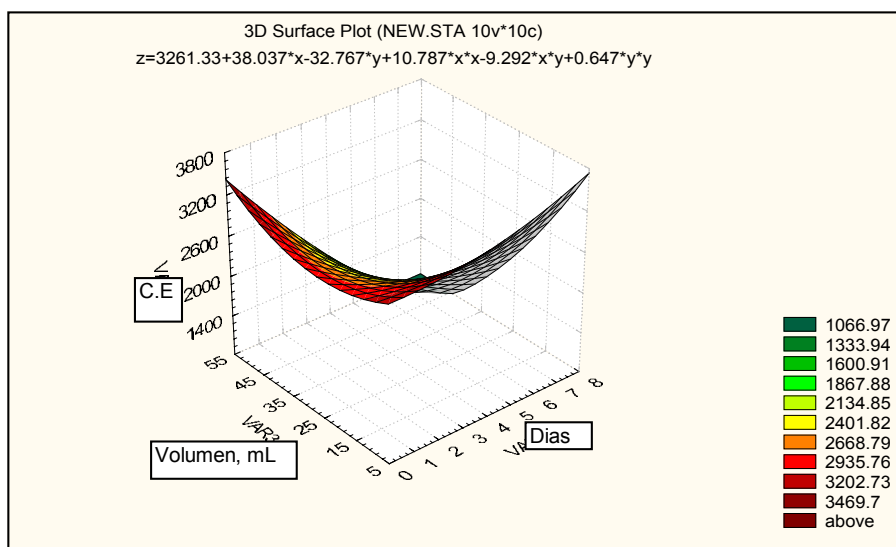
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .91064635 R<sup>2</sup>= .82927678 Adjusted R<sup>2</sup>= .54473809

F(5,3)=2.9145 p<.20385 Std.Error of estimate: 586.13

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercept			3261.328704	1120.276628	2.911181598	0.061937228
VAR2	0.113762338	1.20954666	38.03703704	404.4182979	0.094053699	0.93099618
VAR3	-0.65333035	1.321049076	-32.7666667	66.25495773	-0.49455419	0.654864728
VAR4	0.2640775	1.127359527	10.78703704	46.05037897	0.234244262	0.829871476
VAR5	0.788332023	1.2623061	0.647083333	1.036133527	0.62451732	0.576559961
VAR6	-1.204224748	0.633028695	-9.29166667	4.884380286	-1.90232253	0.153280333



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Semana 12

**pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 12**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V (ml)	VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
	10	30	50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	3.655	3.785	4.620	12.060	4.020
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	4.405	4.165	4.920	13.490	4.497
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	4.615	6.350	5.990	16.955	5.652
	<b>TOTAL</b>	<b>12.675</b>	<b>14.300</b>	<b>15.530</b>	<b>42.505</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>4.767</b>	<b>5.177</b>	<b>5.177</b>		

Factor de corrección

F= 200.7416694

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1.367172222

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 4.223572222

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 6.746455556

ScT=

Grados de libertad total=

GI T= 8

Cuadrados medios

CM volúmenes 0.683586111

CM Periodos 2.111786111

CM error = 0.288927778

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	2.365941123	<
5.00%	2.365941123	<

**VOLUMEN (mL)**

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	7.309044936	>
5.00%	7.309044936	<

**PERIODO (DÍAS)**

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	Si
18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.3433

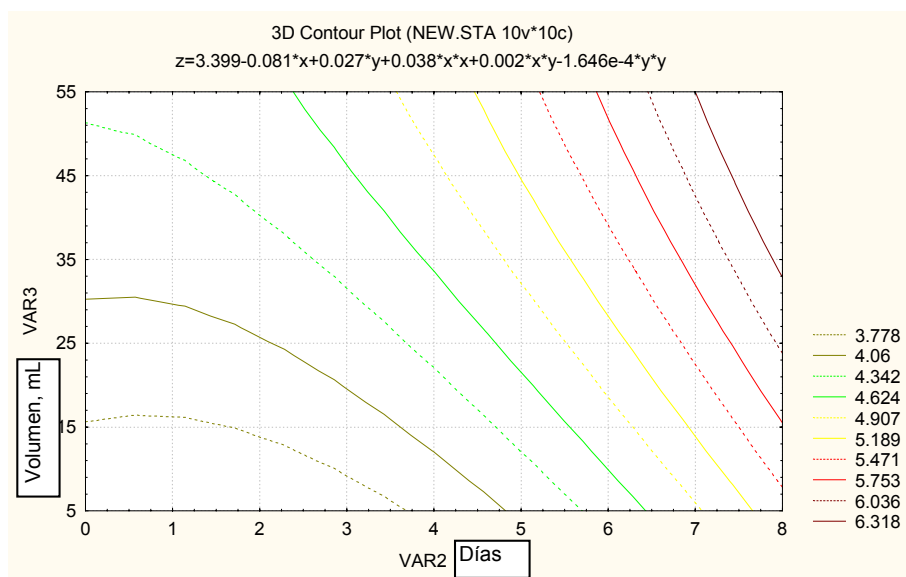
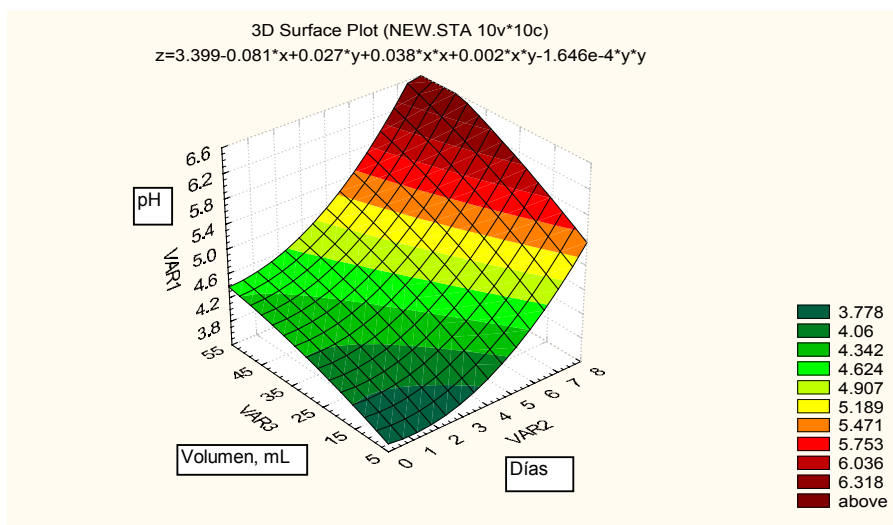
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .91374109 R<sup>2</sup>= .83492278 Adjusted R<sup>2</sup>= .55979409

F(5,3)=3.0347 p<.19491 Std.Error of estimate: .60929

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3.398865741	1.164542477	2.918627537	0.061564516
VAR2	-0.228560264	1.189378007	-0.08078704	0.420398208	-0.19216789	0.859882951
VAR3	0.506107082	1.29902117	0.026833333	0.068872911	0.389606493	0.722839355
VAR4	0.872704275	1.108561309	0.037685185	0.047869982	0.787240424	0.488605946
VAR5	-0.189671477	1.241257708	-0.00016458	0.001077075	-0.15280588	0.888250411
VAR6	0.20943717	0.622473223	0.001708333	0.005077378	0.336459726	0.758684814



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

C.E. SEMANA 12

**C.E. DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 12**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V (mL)				
		V1 10 -1	V2 30 0	V3 50 1		
D1	1, (-1)	D1V1 2464.500	D1V2 2555.000	D1V3 2375.000	7394.500	2464.833
D2	4, (0)	D2V1 2785.000	D2V2 2235.000	D2V3 1688.000	6708.000	2236.000
D3	7, (+1)	D3V1 2975.000	D3V2 1083.500	D3V3 914.500	4973.000	1657.667
<b>TOTAL</b>		<b>8224.500</b>	<b>5873.500</b>	<b>4977.500</b>	<b>19075.500</b>	
<b>PROMEDIO</b>		<b>1957.833</b>	<b>1659.167</b>	<b>1659.167</b>		

Factor de corrección

F= 40430522.25

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1874780.667

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 1038352.167

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 4273589.5

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 1360456.667

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 937390.3333

CM Periodos 519176.0833

CM error = 340114.1667

**RELACIONES DE VARIACION**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	2.756104935	<	6.94	No
5.00%	2.756104935	<	18.00	No

**RELACIONES DE VARIACION**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	1.526475914	<	6.94	No
5.00%	1.526475914	<	18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 372.4248

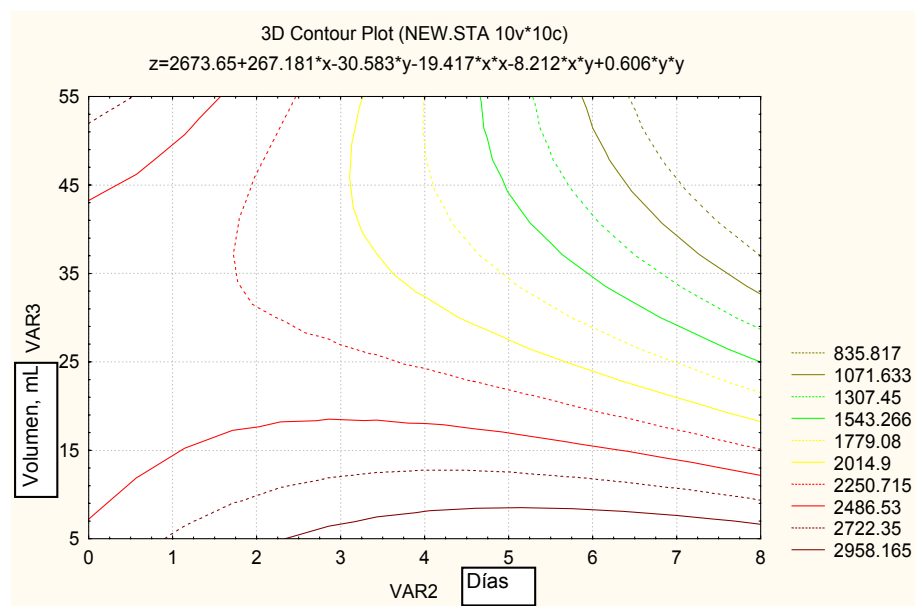
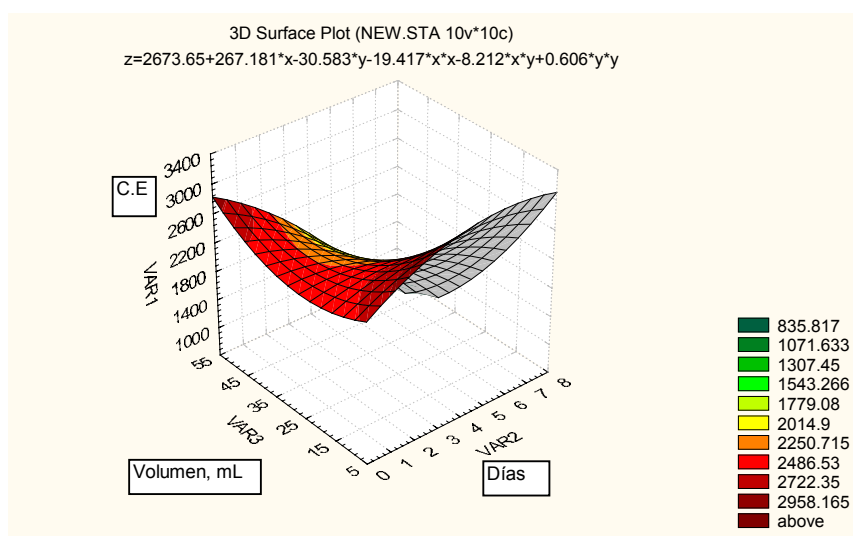
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .95337199 R<sup>2</sup>= .90891815 Adjusted R<sup>2</sup>= .75711508

F(5,3)=5.9875 p<.08581 Std.Error of estimate: 360.21

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			2673.652778	688.4719392	3.883459333	0.03025334
VAR2	0.949741306	0.883470889	267.1805556	248.5374084	1.075011433	0.361133277
VAR3	-0.724759701	0.964913914	-30.5833333	40.71733543	-0.75111333	0.507134438
VAR4	-0.564953306	0.823440183	-19.4166667	28.30050446	-0.68608907	0.541925251
VAR5	0.877827849	0.922007169	0.60625	0.63676135	0.952083539	0.411293864
VAR6	-1.26502165	0.462373584	-8.2125	3.001721792	-2.73592977	0.071582772





## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

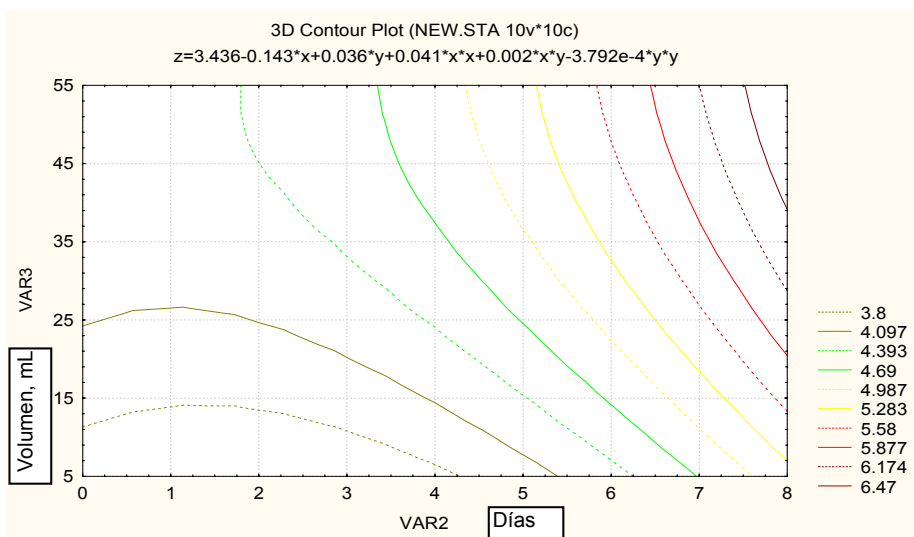
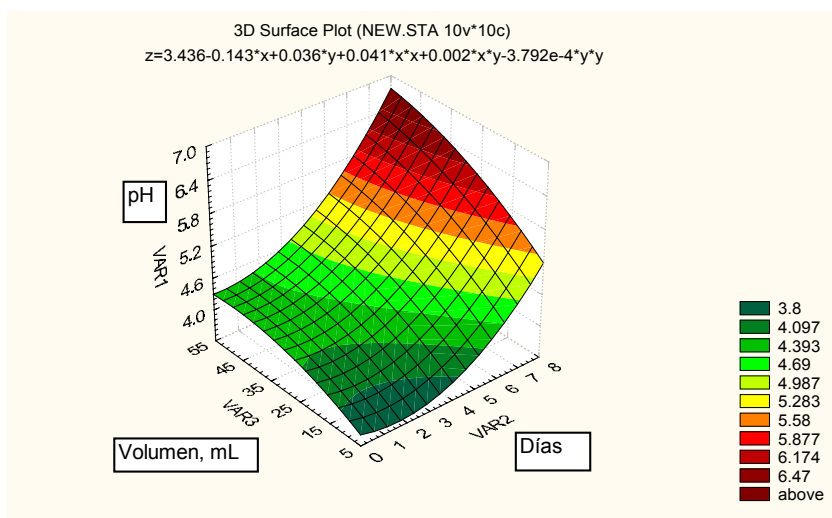
### PH semana 14

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .86894578 R<sup>2</sup>= .75506676 Adjusted R<sup>2</sup>= .34684470

F(5,3)=1.8496 p<.32495 Std.Error of estimate: .74141

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3.436064815	1.41707775	2.42475391	0.093768969
VAR2	-0.406255023	1.448772503	-0.14344907	0.511563088	-0.28041326	0.797385752
VAR3	0.689132289	1.582328024	0.0365	0.083808252	0.43551797	0.692618608
VAR4	0.955156754	1.350330283	0.041203704	0.058250762	0.707350465	0.530346155
VAR5	-0.437409559	1.51196678	-0.00037917	0.001310642	-0.28929839	0.791193783
VAR6	0.273568212	0.758230002	0.002229167	0.006178426	0.360798453	0.742159843



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

C E. SEMANA 14

**C.E. DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 14**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V (ml)				
		V1 10 -1	V2 30 0	V3 50 1		
D1	1, (-1)	D1V1 2470.000	D1V2 2265.000	D1V3 1790.000	6525.000	2175.000
D2	4, (0)	D2V1 2575.000	D2V2 1647.500	D2V3 1145.000	5367.500	1789.167
D3	7, (+1)	D3V1 2150.000	D3V2 595.000	D3V3 467.000	3212.000	1070.667
<b>TOTAL</b>		<b>7195.000</b>	<b>4507.500</b>	<b>3402.000</b>	<b>15104.500</b>	
<b>PROMEDIO</b>		<b>1502.500</b>	<b>1134.000</b>	<b>1134.000</b>		

Factor de corrección

F= 25349546.69

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 2536848.389

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 1884661.722

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 4936198.556

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 514688.4444

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 1268424.194

CM Periodos 942330.8611

CM error = 128672.1111

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	9.857802001	>
5.00%	9.857802001	<

**VOLUMEN (mL)**

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	Si
18.00	No

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	7.323505093	>
5.00%	7.323505093	<

**PERIODO (DÍAS)**

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	Si
18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 229.0701

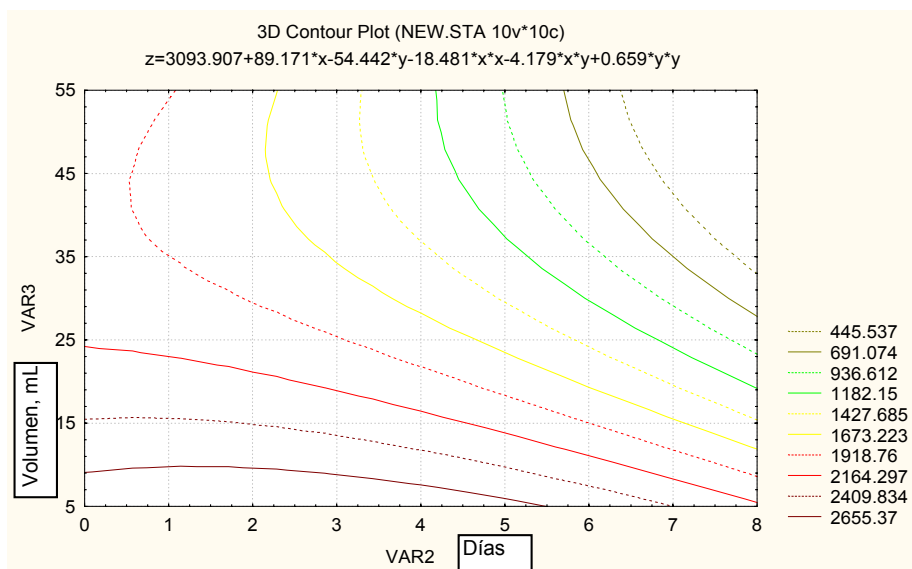
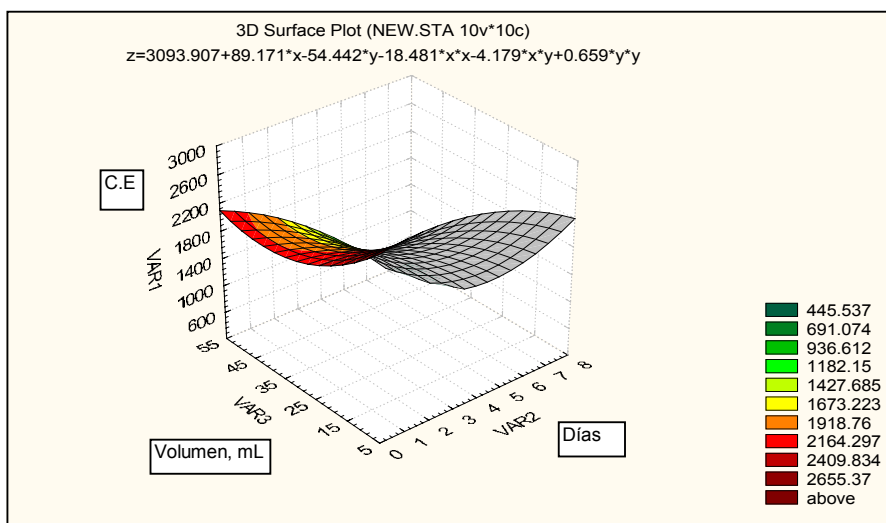
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .97297606 R<sup>2</sup>= .94668241 Adjusted R<sup>2</sup>= .85781977

F(5,3)=10.653 p<.03981 Std.Error of estimate: 296.19

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3093.907407	566.1160718	5.465146745	0.012040591
VAR2	0.294934549	0.675945336	89.1712963	204.3671112	0.436328995	0.692091346
VAR3	-1.200440731	0.738257556	-54.4416667	33.48101306	-1.62604598	0.202413321
VAR4	-0.500350977	0.630015724	-18.4814815	23.27091273	-0.79418808	0.485108435
VAR5	0.888081722	0.705429521	0.659166667	0.523595537	1.258923388	0.29710722
VAR6	-0.598980051	0.353762949	-4.17916667	2.46825303	-1.69316785	0.188998714



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

PH semana 15

**pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 16**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V (mL)	VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
	10	30	50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	3.105	3.190	3.740	10.035	3.345
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	3.620	3.250	4.045	10.915	3.638
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	3.335	6.070	5.080	14.485	4.828
	<b>TOTAL</b>	<b>10.060</b>	<b>12.510</b>	<b>12.865</b>	<b>35.435</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>4.170</b>	<b>4.288</b>	<b>4.288</b>		

Factor de corrección

F= 139.5154694

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1.555172222

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 3.702422222

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 8.091705556

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 2.834111111

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 0.777586111

CM Periodos 1.851211111

CM error = 0.708527778

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia F calculado Comparativo

1.00% 1.097467362 <

5.00% 1.097467362 <

F de tabla Diferencia significativa

6.94 No

18.00 No

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia F calculado Comparativo

1.00% 2.612757282 <

5.00% 2.612757282 <

F de tabla Diferencia significativa

6.94 No

18.00 No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.5375

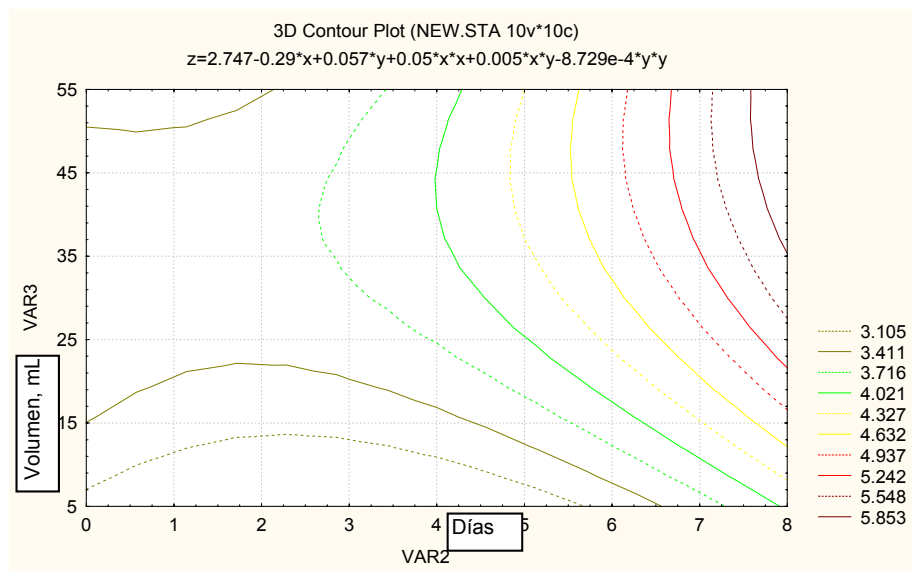
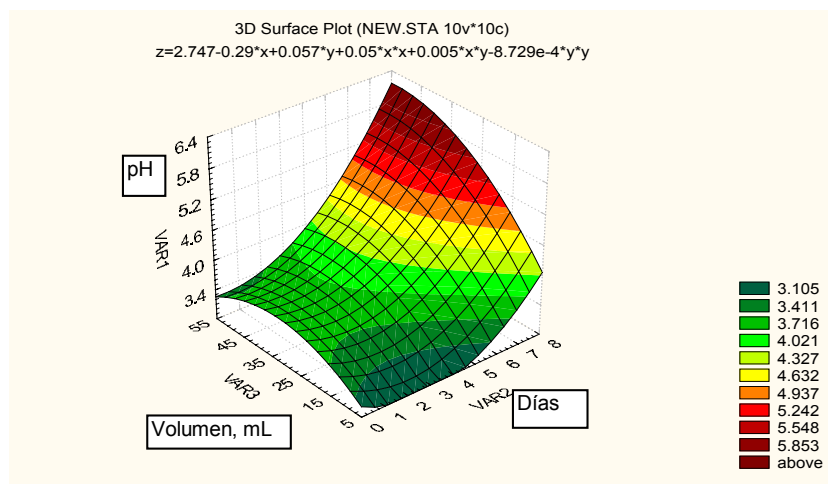
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .82934784 R<sup>2</sup>= .68781784 Adjusted R<sup>2</sup>= .16751424

F(5,3)=1.3220 p<.43553 Std.Error of estimate: .91762

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			2.747384259	1.753872457	1.566467532	0.215221405
VAR2	-0.749280048	1.635612322	-0.2900463	0.633145507	-0.4581037	0.67802316
VAR3	0.985964041	1.786391728	0.05725	0.103726832	0.551930479	0.619449615
VAR4	1.053350161	1.524474578	0.049814815	0.072095132	0.690959479	0.539255381
VAR5	-0.918558362	1.7069564	-0.00087292	0.00162214	-0.53812643	0.627850831
VAR6	0.51773876	0.856014545	0.004625	0.007646844	0.604824723	0.587978721



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

C.E. SEMANA 16

**C.E. DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 16**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V (mL)				
		V1 10 -1	V2 30 0	V3 50 1		
D1	1, (-1)	D1V1 2660.000	D1V2 2340.000	D1V3 2005.500	7005.500	2335.167
D2	4, (0)	D2V1 2475.000	D2V2 1674.500	D2V3 1133.000	5282.500	1760.833
D3	7, (+1)	D3V1 2045.000	D3V2 673.500	D3V3 461.000	3179.500	1059.833
<b>TOTAL</b>		<b>7180.000</b>	<b>4688.000</b>	<b>3599.500</b>	<b>15467.500</b>	
<b>PROMEDIO</b>		<b>1562.667</b>	<b>1199.833</b>	<b>1199.833</b>		

Factor de corrección

F= 26582617.36

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 2246097.389

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 2447734.889

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 5052025.389

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 358193.1111

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 1123048.694

CM Periodos 1223867.444

CM error = 89548.27778

RELACIONES DE VARIACIÓN

VOLUMEN (mL)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	12.54126514	>	6.94	Si
5.00%	12.54126514	<	18.00	No

RELACIONES DE VARIACIÓN

PERIODO (DÍAS)

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	13.66712431	>	6.94	Si
5.00%	13.66712431	<	18.00	No

Diferencia mínima significativa

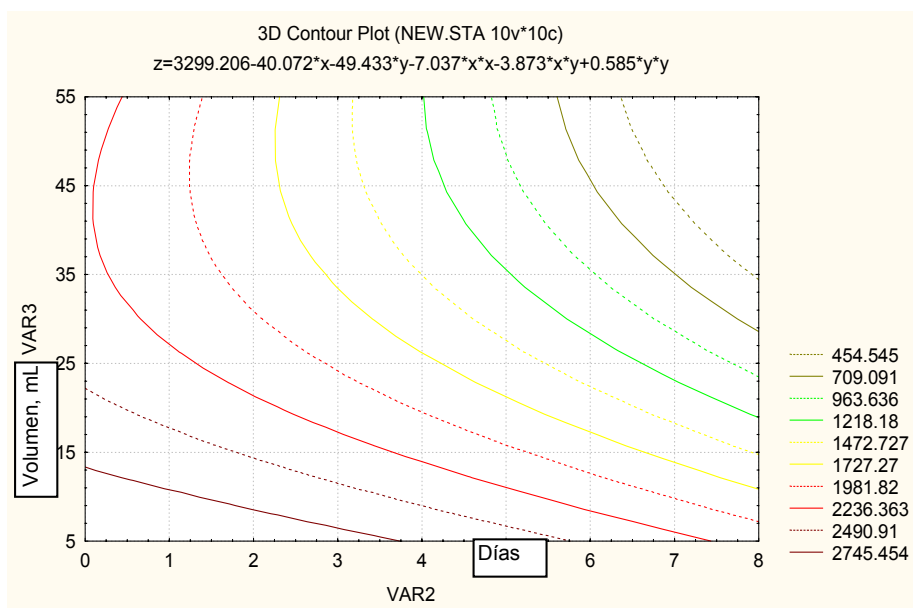
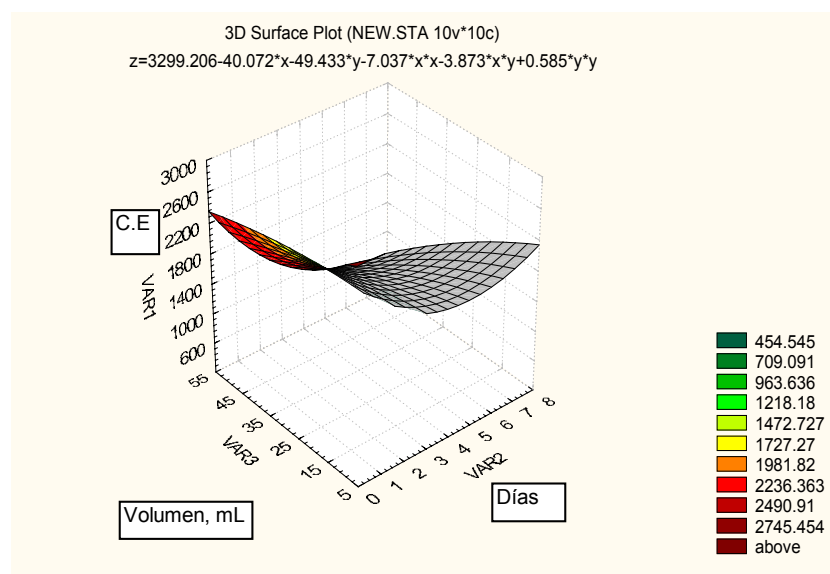
t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 191.0974

## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)  
 R= .98582593 R<sup>2</sup>= .97185276 Adjusted R<sup>2</sup>= .92494071  
 F(5,3)=20.716 p<.01563 Std.Error of estimate: 217.72

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3299.206019	416.1257283	7.92838749	0.004183952
VAR2	-0.131009421	0.491127449	-40.0717593	150.2208067	-0.26675239	0.806944907
VAR3	-1.077439157	0.536402178	-49.4333333	24.61034342	-2.00864053	0.138165057
VAR4	-0.188317793	0.457755974	-7.03703704	17.10537113	-0.41139341	0.708408415
VAR5	0.778793679	0.512550029	0.584791667	0.38487085	1.519449099	0.225966945
VAR6	-0.548686617	0.257036606	-3.87291667	1.814298588	-2.13466333	0.122469485



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

pH SEMANA 18

**pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 18**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V (mL)	VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
	10	30	50			
	-1	0	1			
	<b>D1V1</b>	<b>D1V2</b>	<b>D1V3</b>			
D1	1, (-1)	3.420	3.495	3.780	10.695	3.565
	<b>D2V1</b>	<b>D2V2</b>	<b>D2V3</b>			
D2	4, (0)	3.810	3.670	4.075	11.555	3.852
	<b>D3V1</b>	<b>D3V2</b>	<b>D3V3</b>			
D3	7, (+1)	3.695	6.365	4.555	14.615	4.872
	<b>TOTAL</b>	<b>10.925</b>	<b>13.530</b>	<b>12.410</b>	<b>36.865</b>	
	<b>PROMEDIO</b>	<b>4.510</b>	<b>4.137</b>	<b>4.137</b>		

Factor de corrección

F= 151.0031361

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1.138405556

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 2.829955556

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 6.701588889

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 2.733227778

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 0.569202778

CM Periodos 1.414977778

CM error = 0.683306944

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	0.833011844	<
5.00%	0.833011844	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	2.070779156	<
5.00%	2.070779156	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.5279



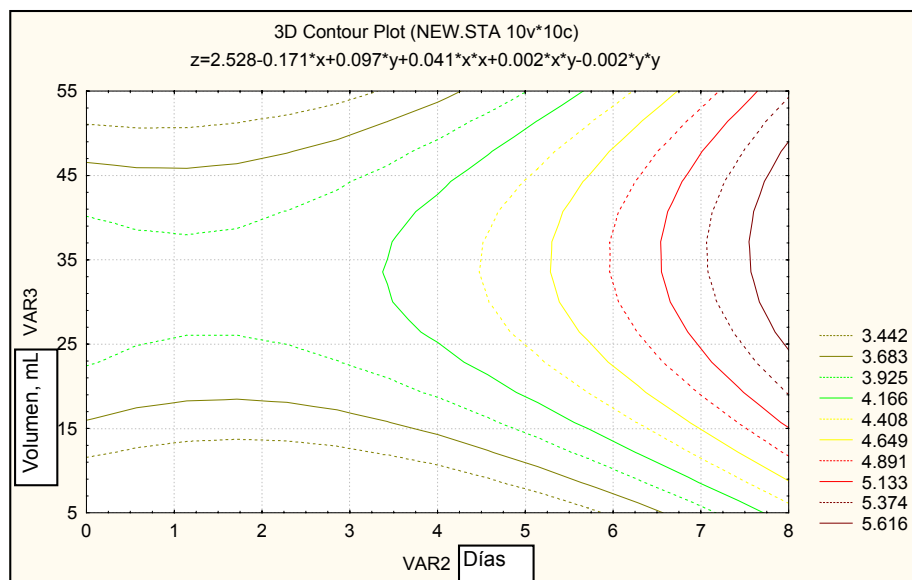
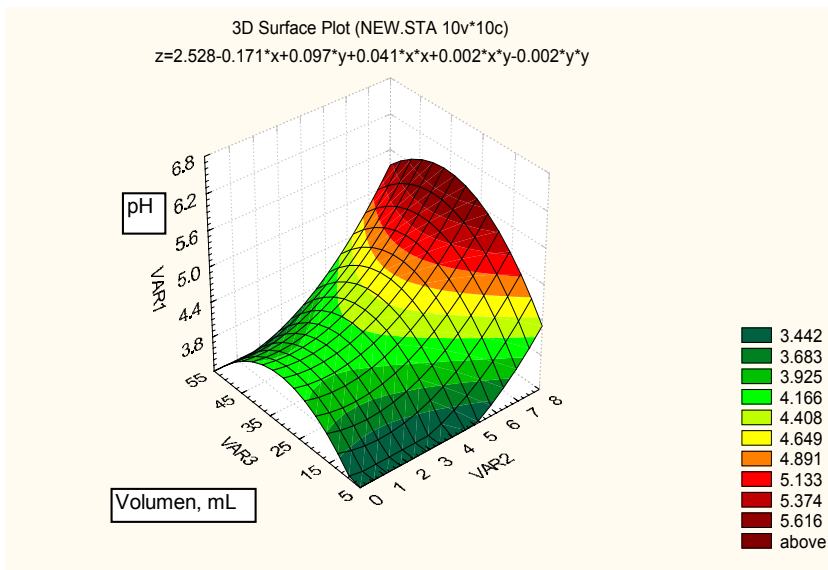
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .77555040 R<sup>2</sup>= .60147842 Adjusted R<sup>2</sup>= -----

F(5,3)=.90556 p<.57092 Std.Error of estimate: .94353

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			2.528171296	1.803386208	1.401902313	0.255496293
VAR2	-0.484406061	1.848001223	-0.17064815	0.651019902	-0.26212432	0.810193837
VAR3	1.838798048	2.018359762	0.097166667	0.106655155	0.911035824	0.429447472
VAR4	0.946617025	1.722431928	0.040740741	0.074130457	0.549581676	0.62087369
VAR5	-1.794651594	1.928609532	-0.00155208	0.001667935	-0.9305417	0.420731366
VAR6	0.256264737	0.967170462	0.002083333	0.007862722	0.264963361	0.808200181



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

C.E. Semana 18

**pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 18**

PERIODO DE RIEGO D (días)		VOLUMEN DE RIEGO			TOTAL	PROMEDIO
		V (mL)				
		V1 10 -1	V2 30 0	V3 50 1		
D1	1, (-1)	D1V1 3.420	D1V2 3.495	D1V3 3.780	10.695	3.565
D2	4, (0)	D2V1 3.810	D2V2 3.670	D2V3 4.075	11.555	3.852
D3	7, (+1)	D3V1 3.695	D3V2 6.365	D3V3 4.555	14.615	4.872
<b>TOTAL</b>		<b>10.925</b>	<b>13.530</b>	<b>12.410</b>	<b>36.865</b>	
<b>PROMEDIO</b>		<b>4.510</b>	<b>4.137</b>	<b>4.137</b>		

Factor de corrección

F= 151.0031361

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

ScV= 1.138405556

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

ScD= 2.829955556

Grados de Libertad GI D= 2

Suma de cuadrados totales= 6.701588889

ScT=

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Sc e= 2.733227778

Grados de Libertad GI e= 4

Cuadrados medios

CM volúmenes 0.569202778

CM Periodos 1.414977778

CM error = 0.683306944

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	0.833011844	<	6.94	No
5.00%	0.833011844	<	18.00	No

**RELACIONES DE VARIACIÓN**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo	F de tabla	Diferencia significativa
1.00%	2.070779156	<	6.94	No
5.00%	2.070779156	<	18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.5279

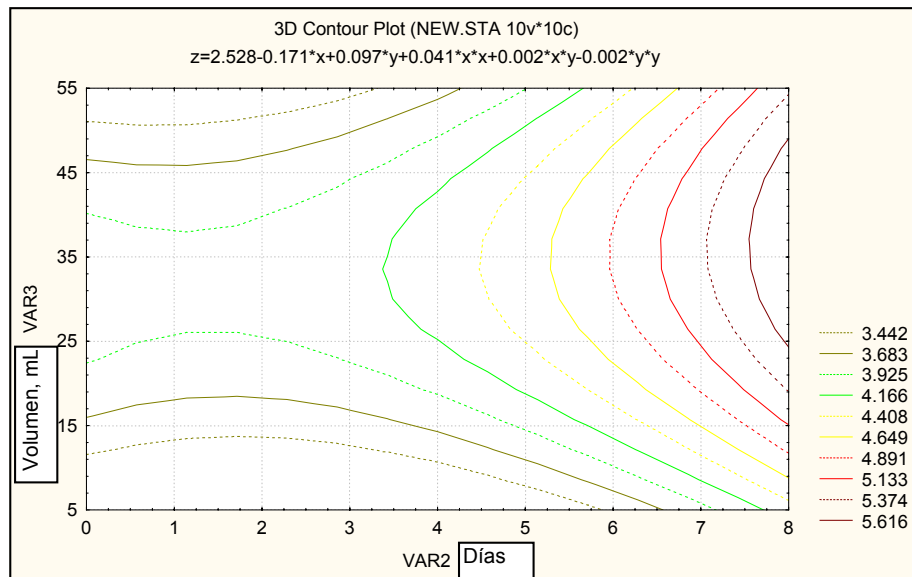
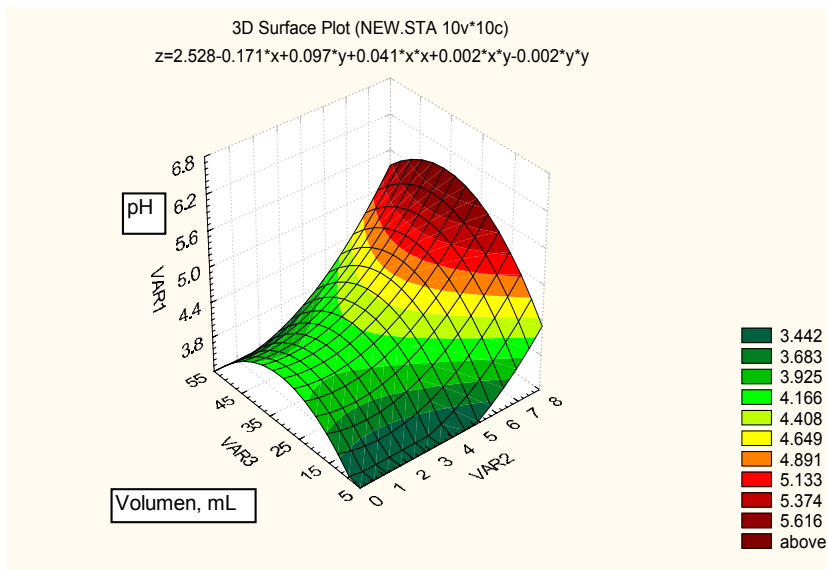
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .77555040 R<sup>2</sup>= .60147842 Adjusted R<sup>2</sup>= ----

F(5,3)=.90556 p<.57092 Std.Error of estimate: .94353

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			2.528171296	1.803386208	1.401902313	0.255496293
VAR2	-0.484406061	1.848001223	-0.17064815	0.651019902	-0.26212432	0.810193837
VAR3	1.838798048	2.018359762	0.097166667	0.106655155	0.911035824	0.429447472
VAR4	0.946617025	1.722431928	0.040740741	0.074130457	0.549581676	0.62087369
VAR5	-1.794651594	1.928609532	-0.00155208	0.001667935	-0.9305417	0.420731366
VAR6	0.256264737	0.967170462	0.002083333	0.007862722	0.264963361	0.808200181



ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

pH Semana 20

**pH DE MUESTRAS DE LIXIVIADOS DE LA SEMANA 20**

PERIODO DE RIEGO D (días)	V (ml)	VOLUMEN DE RIEGO ml			TOTAL	PROMEDIO
		V1	V2	V3		
	10	30	50			
	-1	0	1			
		D1V1	D1V2	D1V3		
D1	1, (-1)	3.350	3.450	3.650	10.450	3.483
		D2V1	D2V2	D2V3		
D2	4, (0)	3.695	3.750	3.860	11.305	3.768
		D3V1	D3V2	D3V3		
D3	7, (+1)	3.480	6.275	4.555	14.310	4.770
	TOTAL	10.525	13.475	12.065	36.065	
	PROMEDIO	4.492	4.022	4.022		

Factor de corrección

Suma de cuadrados de los volúmenes (mL)

F= 144.5204694

ScV= 1.451355556

Grados de libertad del volumen

GI V= 2

Suma de cuadrados de las Periodos (días)

Suma de cuadrados totales= 6.776205556

ScD= 2.740072222

ScT=

Grados de Libertad GI D= 2

Grados de libertad total= GI T= 8

Suma de cuadrados del error

Cuadrados medios

Sc e= 2.584777778

CM volúmenes 0.725677778

Grados de Libertad GI e= 4

CM Periodos 1.370036111

CM error = 0.646194444

**RELACIONES DE VARIACION**

**VOLUMEN (mL)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	1.123002192	<
5.00%	1.123002192	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

**RELACIONES DE VARIACION**

**PERIODO (DÍAS)**

Nivel de significancia	F calculado	Comparativo
1.00%	2.12016077	<
5.00%	2.12016077	<

F de tabla	Diferencia significativa
6.94	No
18.00	No

**Diferencia mínima significativa**

t= 4.064 For 4 Fd in error

DMS= 0.5133

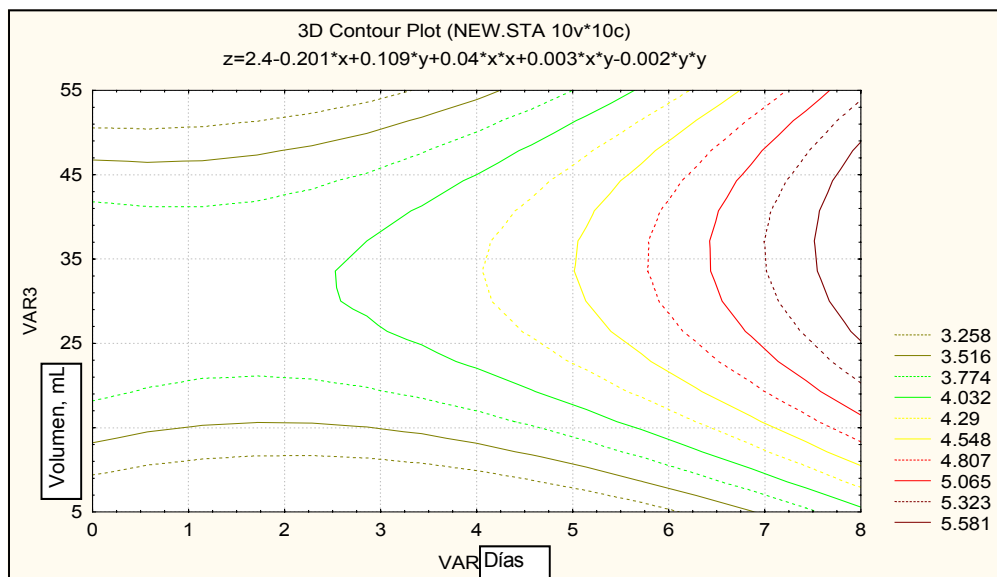
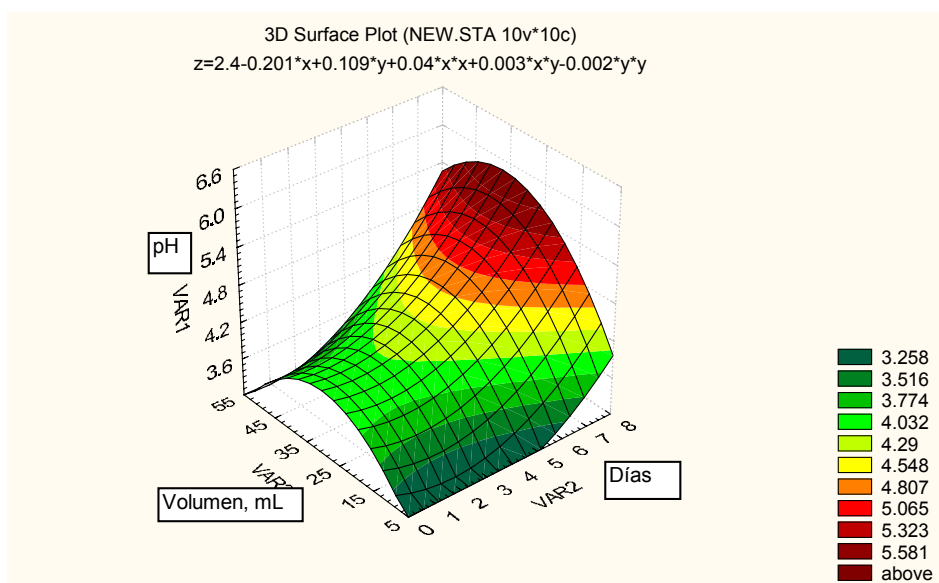
## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .80044375 R<sup>2</sup>= .64071020 Adjusted R<sup>2</sup>= .04189387

F(5,3)=1.0700 p<.51074 Std.Error of estimate: .90086

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			2.399537037	1.721827585	1.393598905	0.257734954
VAR2	-0.567269722	1.754683438	-0.20094907	0.621577353	-0.32328892	0.767700732
VAR3	2.049777287	1.916439449	0.108916667	0.101831647	1.069575816	0.363221496
VAR4	0.919995484	1.635454965	0.039814815	0.070777887	0.562531836	0.613049865
VAR5	-2.088988102	1.831221301	-0.00181667	0.001592502	-1.14076223	0.336788893
VAR6	0.395017333	0.918331639	0.003229167	0.007507129	0.43014671	0.696116567



## ANEXO II. ANÁLISIS DE LA VARIANZA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

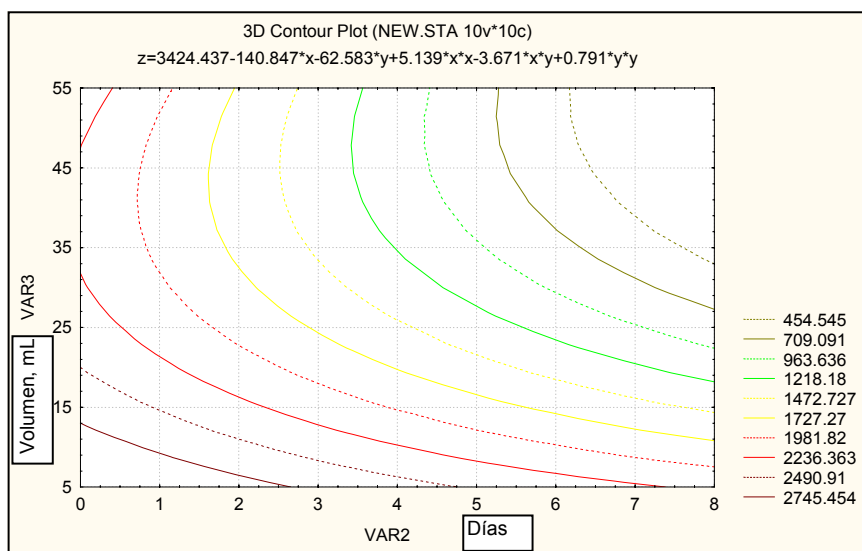
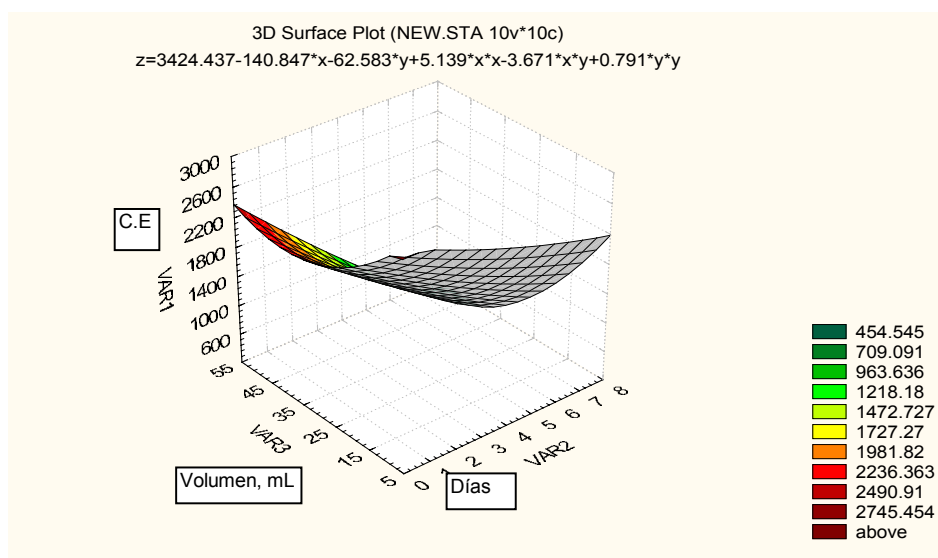
### C.E. Semana 20

Regression Summary for Dependent Variable: VAR1 (new.sta)

R= .97514797 R<sup>2</sup>= .95091355 Adjusted R<sup>2</sup>= .86910281

F(5,3)=11.623 p<.03531 Std.Error of estimate: 290.72

	BETA	St. Err. of BETA	B	St. Err. of B	t(3)	p-level
Intercpt			3424.4375	555.6692619	6.162726166	0.008598935
VAR2	-0.45539003	0.648570405	-140.847222	200.5958274	-0.70214433	0.533163249
VAR3	-1.348971157	0.708359059	-62.5833333	32.86317196	-1.90436071	0.152972892
VAR4	0.136000925	0.604500884	5.138888889	22.84148348	0.224980523	0.836448133
VAR5	1.041268906	0.676860518	0.790625	0.513933378	1.53838033	0.221570611
VAR6	-0.51430648	0.339435997	-3.67083333	2.422705179	-1.51517955	0.226971686



**BIBLIOGRAFÍA**

American Society for Testing and Materials. 1996, ASTM Designation: D 5744 - 96 - Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using a Modified Humidity Cell, ASTM, West Conshohocken, PA, EEUU. En Mills, C. 2005. Kinetic Test Work Procedures. Dirección:

<http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Kinetic%20Tests/kinetic%20procedures.htm#ASTM%201996>

Anónimo, 2003. Tipos de contaminación del agua a causa de la minería. S.O.S. Patagonia. El agua es más preciosa que el oro. Informes. Dirección: [www.sospatagonia.netfirms.com/informes/tipos.html](http://www.sospatagonia.netfirms.com/informes/tipos.html)

Anónimo. 2004. Datos proporcionados por la empresa en estudio

Belzile, N., Chen, Yu-Wei, C., Mei-Fang, C., Yuerong, L. 2004. A review on pyrrhotite oxidation. Journal of Geochemical Exploration Vol. 84. P. 65-75

Bolaños-Guillén, A., Pérez-López, M., Garza-Cano, E. 2006. Determinación de la conductividad eléctrica. Tutorial de análisis de agua. Educación asistida por computadora. Universidad Autónoma de Tamaulipas.

Dirección: <http://www.avantel.net/~arbolag/conducti.htm>

Bullock, S.E.T., Bell, F.G. 1994. Ground and surface water pollution at a tin mine in Transvaal, South Africa. Proceedings of the First International Congress on Environmental Geotechnics. Edmonton, Alberta, Canada

Carrillo-Chávez, A., O. Morton-Bermea, O., González-Partida, E.,H. Rivas-Solórzano, H. Oesler, G., García-Meza, V., Hernández, E., Morales, P., Cienfuegos, E. 2003. Environmental geochemistry of the Guanajuato Mining District, México. Ore Geology Reviews. Elsevier. Vol. 23 p. 277-297

CE Instruments. 1996. Elemental Analyzer EA 1110. Milán, Italia

Coastec Research Inc. 1991. Acid rock drainage prediction manual, en Paktunc, A.D. 1999. Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. Environmental Geology. 39(2). Springer-Verlag, RFA

Corning Incorporated. 1999. Science Products Division. Corning, Nueva York. EEUU

Doepker, R., Drake, P., 1991. Laboratory study of submerged metalmine tailings (III): factors influencing the dissolution of metals. Proceedings of the Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage. MEND Program, vol. 1. CANMET, Montreal, Canada, pp. 139–155. September.

Environmental Protection Agency. 1986. Method 9038. Sulfate (Turbidimetric). SW-846 on line. Revision 0. EEUU

Environmental Protection Agency. 1991. Method 3051. Microwave Assisted Acid Digestion Of Sediments, Sludges, Soils, and Oils. Revision 0. EEUU

Environmental Protection Agency. 1992. Method 3005A. Acid Digestion Of Waters for Total Recoverable or Dissolved Metals for Analysis by FLAA or ICP Spectroscopy. Revision 1. EEUU

Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 2, 14

Evangelou, V.P. 1995. Pyrite oxidation and its control. Solution chemistry, surface chemistry, acid mine drainage (AMD), molecular oxidation mechanisms, microbial role, kinetics, control, ameliorates and limitations, microencapsulation. CRC Press, Inc. EEUU. P. 73

García, C., Ballester, A., González, F., Blázquez, M.L. 2005. Pyrite behaviour in a tailing pond. Hydrometallurgy. Elsevier. Vol. 76, pp. 26-36

García-Meza, J.V. 2003. Caracterización fisicoquímica del desecho minero (jal) la Valenciana, Gto., previa y posterior a bioensayos diagnósticos enfocados a la generación de propuestas para su remediación. Tesis de doctorado en Ciencias Químicas. UNAM. México D.F. México

INEGI. <http://mapserver.inegi.gob.mx/geografia/espanol/estados/edomex>

Krasilnikov, P. 2005. Laboratorio de Edafología, Facultad de Ciencias, UNAM. Comunicación personal. México D.F. México

Lawrence R.W. y Wang Y. 1997. "Determination of Neutralization Potential in the Prediction of Acid Rock Drainage". Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage. Vancouver, Canada

Macbeth Division of Kollmorgen Co. 1975. Munsell soil color chart. Baltimore, Maryland. EEUU

Mills, C. 2005. Kinetic Test Work Procedures. Dirección:  
<http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Kinetic%20Tests/kinetic%20procedures.htm#ASTM%201996>

Montero, I.C., Brimhalla, G.H., Alpersb, Ch.N., Swayze, G.A. 2005. Characterization of waste rock associated with acid drainage at the Penn Mine, California, by ground-based visible to short-wave infrared reflectance spectroscopy assisted by digital mapping. Chemical Geology Vol. 215. P. 453-472

Navarrete-Rodríguez, M.A., Becerril-Albarrán, J.P. 1996. Muestreo y caracterización de residuos peligrosos. Cuaderno de investigación. No. 27. Coordinación de Investigación. Área de riesgos químicos. Centro Nacional de Prevención de Desastres. Secretaría de Gobernación. México D.F. México



Osorio-Pichardo, F. 1998. Diseño y construcción de un reactor experimental para tratamiento biológico de suelos contaminados con hidrocarburos. Tesis de licenciatura en Ingeniería Química, Facultad de Química, UNAM. México

Pacheco-Gutiérrez, L.A. 2006. Propuesta de reaprovechamiento integral del agua de proceso de una empresa minera empleando sistemas biológicos anaerobios. Tesis de maestría en ingeniería química (procesos). UNAM, PMyDI. México D.F. México

Perkin Elmer. 2002. ICP-Optical Emisión Spectrometer mod. Optima 4300 DV

Richards, L.A. 1974. Diagnóstico y rehabilitación de suelos salinos y sódicos. Noriega Editores-Editorial Limusa. México D.F. México

Ritchie, A.I.M. 1994. The Waste-rock Environment, in Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-wastes, Mineralogical Association of Canada Shortcourse Handbook (J.L. Jambor and D.W. Blowes, eds.), vol. 22, pp. 133-161 en Shaw, S., Mills, C. 1995. Petrology and mineralogy in ARD prediction. Enviromine. Infomine, Inc. Dirección: <http://technology.infomine.com/enviromine/ard/Mineralogy/Ritchie,%201994>

Rose, A. W., Cravotta, C. A. III. Geochemistry of Coal Mine Drainage. En Coal Mine Drainage Prediction and Pollution Prevention in Pennsylvania. Cap. 1. Pennsylvania Department of Environmental Protection. Dirección: <https://www.dep.state.pa.us/dep/deputate/minres/districts/CMDP/chap01.html>

Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2004. Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción y operación y postoperación de presas de jales. México D.F. México. P. 30

Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. 2006. Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. México, D.F. México

SEDESOL. 1993. Informe de la situación general en materia de equilibrio ecológico y protección al ambiente 1991-1992. Secretaría de Desarrollo Social. En: Mejía, J., Carrizales, L., Rodríguez, V.M., Jiménez-Capdeville, M.E., Díaz-Barriga, F. 1999. Un método para la evaluación de riesgos para la salud en zonas mineras. Salud Pública de México. Vol. 41, Suplemento 2, P. S132. México D.F. México

Silverman, M. P y Lundgren, D.G.. 1959. Studies on the chemoautotrophic iron bacterium Ferrobacillus ferrooxidans. I. An improved medium and a harvesting procedure for securing high cell yields. Journal of Bacteriology. Vol. 77, Pp. 642-647

Senese, F. 2005. How can I predict oxygen solubility in water?.General Chemistry Online. Frostburg State University. Dirección: <http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/solutions/faq/predicting-DO.shtml>

Sobek, A.A., Schuller, W.A., Freeman, J.R. Smith, R.M. 1978. Field and Laboratory Methods Applicable to Overburden and Minesoils. EPA 600/2-78-054 en Environmental Protection Agency, 1994. Acid Mine Drainage Prediction. Office of Solid Waste. Special Waste Branch. Washington, DC, 20460. EEUU. P. 19

Sobek, A.A., Schuller, W.A. Freeman, J.R. y Smith, R.M. 1978. Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054 (U.S. Environmental Protection Agency Cincinnati, Ohio) en NOM-141-SEMARNAT-2003

Swedlung, P.J., Webster, J.G., Miskelly, G. M.2003. The effect of SO<sub>4</sub> on the ferrihydrite adsorption of Co, Pb and Cd: ternary complexes and site heterogeneity. Applied Geochemistry. Elsevier. Vol. 18.Pp. 1671–1689

Thermo-Orion. 2001. Platinum redox electrodes. Beverly, Massachussets. EEUU

Younger, P. L., Banwart, S. A., Hedin, R.S. 2002. Mine Water. Hydrology, Pollution, Remediation. Kluwer Academic Publishers. Bodmin, Cornwall, Reino Unido. P. 70