

Mon
669.22
077
2014
C.1



UNIVERSIDAD NACIONAL DE
INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA
QUÍMICA

REFINACIÓN DE ORO POR DISOLUCIÓN Y PRECIPITACIÓN
SELECTIVA A NIVEL DE LABORATORIO EN LA EMPRESA
DESMINIC. S.A., MINA LA LIBERTAD, CHONTALES.

TRABAJO DE INVESTIGACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO, PRESENTADO POR:

Br. Francisco Ulises Ortega Cuadra.
Br. Marcos Antonio Valdivia Gutiérrez

TUTOR:
Msc. Nelly Betanco Figueroa

Managua, Nicaragua 2014

Índice de contenido

AGRADECIMIENTO.....	i
DEDICATORIA.....	ii
DEDICATORIA.....	iii
RESUMEN	iv
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS.....	2
A- Objetivo General	2
B- Objetivos Específicos.....	2
III. MARCO TEÓRICO	3
A- El Oro.....	3
1- Mineralogía	3
2- Propiedades Químicas.....	4
3- Propiedades físicas	4
4- Usos	5
B- Métodos de análisis de oro	6
C- Procesos hidrometalúrgicos de Refinación de Oro	8
1- Procesos de disolución	9
a- Proceso con Ácido Nítrico	9
b- Proceso con Ácido Sulfúrico	11
c- Proceso con Agua Regia.....	12
2- Procesos de Precipitación	14
D- Estudio termodinámico de la refinación del oro y plata	16
IV. MATERIALES Y MÉTODO	25
A- Lugar de desarrollo.....	25
B- Equipos, materiales y reactivos.....	25
C- Método.....	27
- Análisis de oro y plata	27
- Refinación.....	27
- Recuperación de Plata.....	27
D- Variables de Refinación de Oro.....	28
E- Diseño de experimento	29

V.	DISCUSIÓN Y RESULTADOS	30
VI.	CONCLUSIONES	36
VII.	RECOMENDACIONES	37
VIII.	BIBLIOGRAFÍA	38
IX.	ANEXOS	39
A-	Glosario	39
B-	Riesgos y su prevención.....	40
C-	Procedimientos.....	41
1-	Preparación de soluciones	41
2-	Análisis preliminar de oro.	42
3-	Refinación de oro por el método de agua regia.....	44
4-	Análisis de oro refinado según Normas ASTM E1335-08.....	52
5-	Cálculos.....	55
6-	Recuperación de Plata.....	60
D-	Imágenes de Procedimientos	61

Índice de Tablas.

Tabla 1. Propiedades Químicas del oro.....	4
Tabla 2. Propiedades Físicas del oro.....	4
Tabla 3. Potenciales normales de reducción.....	18
Tabla 4. Matriz de experimentos de diseño factorial 2^3	29
Tabla 5. Matriz de experimentos reducida.....	30
Tabla 6. Resultados de Análisis Preliminares de materiales a refinar.....	31
Tabla 7. Determinación de relación Ag vs Au.....	31
Tabla 8. Peso de materiales a refinar.....	32
Tabla 9. Disolución con ácido nítrico.....	32
Tabla 10. Precipitación con ácido oxálico.....	32
Tabla 11. Disolución con Agua Regia.....	33
Tabla 12. Resultados de análisis de oro en crisol pulverizado.....	33
Tabla 13. Pesos de Au, Ag y Cu para análisis de oro refinado.....	34
Tabla 14. Pesos de Botón Copelado y oro partido en análisis de oro refinado.....	34
Tabla 15. Comparación con otras experiencias.....	35
Tabla 16. Resultados de Análisis Plata.....	35
Tabla 17. Resultados de Análisis Preliminares.....	55
Tabla 18. Pesos de Botón Copelado y oro partido en análisis de oro refinado.....	56

Índice de figuras e imágenes

Figura 1. Diagrama de refinación con ácido nítrico.....	10
Figura 2. Diagrama de refinación con ácido sulfúrico.....	12
Figura 3. Diagrama de refinación con agua regia.	13
Figura 4. Diagrama de estabilidad del agua	21
Figura 5. Diagrama de Ellingham para la formación de óxidos.....	23
Figura 6. Diagrama general de refinación de oro por el método de agua regia (Parte A)50	
Figura 7. Diagrama general de refinación de oro por el método de agua regia (Parte B) 51	
Figura 8. Diagrama de análisis preliminar.	54
- Análisis preliminar de oro.	61
Laminado y corte en pedacitos de la muestra.	61
Pesada de la muestra.	61
Copelación.	61
Limpieza y martillado del botón copelado, previamente enfriado.	62
Ataque con HNO ₃	63
Lavado una vez con agua destilada.	63
Secado en plancha eléctrica.	63
Recocido.	64
- Refinación de oro por el método de agua regia.....	64
Recepción, pesado.....	64
Lixiviación y disolución.....	65
Ataque con ácido nítrico.	65
Disolución con agua regia.	66
Ataque con agua regia.....	67
Filtrado.....	68
Precipitación del Oro.....	69
Sedimentado, decantado.....	70
Filtración y lavado del Precipitado	71
Secado	71
Fundición.....	76
Limpieza del oro refinado	77
Pesada y laminado del oro refinado	78
- Recuperación de Plata.....	79
Cementación de la plata.	79
Lavado y secado de la plata.	79
Plata Fundida y laminada.....	79

AGRADECIMIENTO

A Dios, quien nos dio la vida y nos ha acompañado durante nuestros estudios, dándonos el don de la sabiduría y la inteligencia, y sobre todo mucha salud.

A nuestros abuelos, padres y hermanos, quienes nos han brindado su apoyo todo el tiempo.

Nuestro profundo agradecimiento a la empresa Desarrollo Minero Nicaragüense (Desminic. S.A.), por las facilidades prestadas, tanto técnicas y económicas como humanas, para la ejecución de este trabajo.

Queremos agradecer gratamente y de manera especial, el apoyo, conocimientos, experiencias e ideas recibidas en todo momento por el personal del Laboratorio Químico, y muy especialmente al Ing. Osman Corrales por su continua disposición, paciencia y colaboración; al jefe de laboratorio, don Evert Obregón, a la señora Teresa Reyes, supervisora, y a nuestro gran amigo, analista químico, Nicasio Martínez.

También le agradecemos al Lic. Osmar Flores Navarrete por habernos impulsado a realizar una monografía en el campo de la industria minera y por los conocimientos, amistad y apoyo brindado a lo largo de estos cinco años de estudios.

A la ingeniera Nelly Betanco Figueroa, nuestra tutora académica, por su asesoría y colaboración en la elaboración de este trabajo.

Agradecemos también al Ing. Norman Henríquez, responsable de dirección técnica minera del Ministerio de Energía y Minas, por habernos facilitado el contacto con la empresa Desminic. S.A.

DEDICATORIA

A Dios en primera instancia, nuestro señor y sostén que siempre nos guía en la vida por la senda del bien y la felicidad.

A mis abuelas (Q.E.P.D.), Ada María Cuadra y Haydee Martínez, con todo el amor del mundo, de las cuales recibí la motivación y el apoyo más grande que he podido tener. Sin duda, los dos grandes motores de mi vida.

A mis padres, con mucho amor y cariño, por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos y la motivación constante.

A mis hermanas por su buen ejemplo de hermanas mayores.

A todos mis profesores. No solo a mis profesores de la universidad, sino a todos los de la vida, porque cada uno de ellos aportó a formar parte de lo que soy, como persona y como estudiante. Gracias por brindarme sus conocimientos y amistad.

A mis amigos y compañeros, con mucho aprecio.

Francisco Ulises Ortega Cuadra

DEDICATORIA

A mi Madre Jenny Sofía Gutiérrez por haber sacrificado tantos años de su vida trabajando fuera de su hogar y sus seres queridos, para poder darme su apoyo durante mi vida como estudiante, y por haberme dado todo su amor, cariño y comprensión de madre.

A mi abuela Santos Ruiz, por haber sido mi segunda madre y ser apoyo incondicional en mi vida.

A mi hermanita querida Esther Sofía Gutiérrez, por ser la razón principal por la cual he luchado toda mi vida, ya que es el tesoro más grande que DIOS me ha regalado.

A mi novia Magaly Martínez Lazo, por estar siempre a mi lado en los momentos más difíciles de mi vida y por haberme brindado su amor incondicional.

Al Lic. Juancito Pavón, que fue como un padre para mí, y que siempre estuvo conmigo en los momentos más difíciles de mi vida.

Marcos Antonio Valdivia Gutiérrez

RESUMEN

En este estudio de investigación se refinó oro a nivel de laboratorio por disolución y precipitación selectiva. El método de refinación que se adoptó es el de agua regia, y como agente precipitante se usó ácido oxálico.

Se evaluó y comparó la eficiencia del reactivo precipitante (ácido oxálico), con otras experiencias.

Los análisis y experimentos presentados en este trabajo proceden de investigaciones realizadas en el Laboratorio Químico de la empresa Desarrollo Minero Nicaragüense (Desminic. S.A.). Las muestras de oro utilizadas fueron facilitadas por la misma compañía minera.

El estudio se inició con la preparación de las muestras provenientes de la planta ADR (Planta de adsorción, desorción y recuperación) de la empresa. Posteriormente se determinó la cantidad de oro presente en la muestra, seguido de la realización de experimentos de refinación en el laboratorio, y por último se realizaron análisis de la ley del oro refinado.

Se recuperó oro y como subproducto plata, a los cuales se les analizó cuantitativamente el grado de pureza alcanzado por método gravimétrico y según normas ASTM (Asociación para el Ensayo de Materiales), obteniéndose 23.99K en la pureza alcanzada para el oro refinado.

Según estos resultados se concluyó que el método de refinación con agua regia es un método muy efectivo para obtener oro de alta pureza.

Los principales equipos utilizados para cumplir con las diferentes etapas de la investigación, fueron una campana extractora de gases, una plancha eléctrica, una balanza analítica. Dentro de los materiales empleados, se resaltan los reactivos ácido oxálico, ácido clorhídrico y ácido nítrico.

Se recopiló experiencias y recomendaciones de los ingenieros de la empresa, lo cual permitió la obtención de información más detallada.

El presente trabajo está descrito en términos técnicos bastante sencillos de tal modo que puede constituirse como un manual muy práctico para estudiantes y profesionales que tengan interés en esta actividad. Además, las experiencias desarrolladas proporcionarán las herramientas necesarias para lograr el cumplimiento con éxito de procesos de refinación de oro.

I. INTRODUCCIÓN

La minería metálica (oro y plata), ha formado parte de la historia y del desarrollo económico de Nicaragua, teniendo gran importancia al ser actualmente una de las primeras fuentes generadoras de divisas para el país.

Existen en el país un sin número de talleres de minería, la mayoría de estos no cuentan con la infraestructura apropiada, ni con los sistemas de control y manejos adecuados suficientes para los procesos.

Los talleres que realizan la refinación de oro lo hacen en forma muy empírica desconociendo los aspectos teóricos y las leyes que rigen el proceso (y en muchos casos desconociendo los mismos productos y las reacciones llevadas a cabo), causando no solo grandes pérdidas de materia prima y de insumos, sino también afectaciones a la salud humana y grandes perjuicios ambientales, al contaminar tanto a las aguas del alcantarillado y al suelo, debido a los efluentes arrojados sin algún tratamiento, como a la atmósfera por la emisión de gases de óxidos nitrosos.

El contenido de este trabajo plantea alternativas para el mejoramiento técnico del proceso de refinación de oro con agua regia.

Se sabe que la técnica de agua regia que en el presente documento se describe no es el único método. Puede que no sea el mejor, pero es muy adecuado para las pequeñas porciones y las necesidades de los distintos pequeños mineros.

Este es un método que se basa en la separación por la precipitación de uno de los componentes en la mezcla, y esto permite que la separación sea visible teniendo así mayor eficiencia en el método. Además es el más adecuado para una refinación a pequeña como gran escala.

II. OBJETIVOS

A- Objetivo General

- Refinar oro por disolución y precipitación selectiva a nivel de laboratorio en la empresa Desminic. S.A., Mina La Libertad, Chontales, utilizando un método económico y de fácil aplicación en la pequeña minería nicaragüense.

B- Objetivos Específicos

- Determinar la ley de un mineral respecto al contenido de oro y plata.
- Calcular el % de oro en una aleación de n metales.
- Refinar oro por el método de agua regia, usando ácido oxálico como reactivo precipitante.
- Evaluar a través de ensayos como afecta la variación del volumen el porcentaje de pureza obtenido y el tiempo de refinación.
- Evaluar y comparar el uso de ácido oxálico como reactivo precipitante, con otras experiencias.

III.MARCO TEÓRICO

En este capítulo se hace una revisión bibliográfica de las características, propiedades y aplicaciones del oro, así como de los diferentes procesos de refinación y comportamiento termodinámico de este.

A- El Oro

El oro (Au - del latín Aurum) es el elemento atómico número 79, comercialmente el más conocido de los metales nobles. El cobre, la plata y el oro forman el grupo I-B de la tabla periódica de los elementos; los cuales son poco activos cuyas propiedades físicas se derivan de sus átomos y de la pequeña tendencia a ceder el electrón del nivel exterior.

1- Mineralogía

El oro es inerte en aire y agua a temperatura y presión normal. La presencia predominante del oro es en forma nativa, a menudo aleado con alrededor del 15% de Ag. Otros minerales de oro incluyen aleaciones con telurios, selenio, bismuto, mercurio, cobre, hierro, rodio y platino. No es común ocurrencias naturales de oro en forma de óxidos, silicatos, carbonatos, sulfuros o sulfatos.

El oro generalmente se encuentra en una forma mineral diferente a la mayoría de los otros elementos, lo cual permite una extracción selectiva del oro de las otras formas del mineral.

Los granos de oro nativo contienen alrededor de 99.8 % de oro. Pero la gran mayoría varía entre 85 – 95 % de oro, con la plata como la principal impureza. Gran parte del oro de la corteza terrestre se encuentra asociado a ganga silícea en filones o vetas, para lo cual es necesario en su tratamiento metalúrgico liberarlo de la ganga por medio de la molienda.

El oro puro tiene una densidad de 19 g/cm^3 , sin embargo típicamente el oro nativo tiene una densidad de 15 g/cm^3 . Por consiguiente, si lo liberamos de la ganga, podrá ser fácilmente recuperado por concentración gravimétrica.

2- Propiedades Químicas

- ✓ Es fácilmente soluble en agua regia o en otras mezclas que desprenden cloro. También lo disuelve el yodo, Bromo y los cianuros.
- ✓ No lo atacan el ácido clorhídrico ni tampoco el ácido nítrico solos
- ✓ No lo atacan los álcalis fundidos
- ✓ El ácido sulfúrico lo ataca por encima de los 300°C
- ✓ El oro se alea con gran facilidad con el mercurio (amalgama de mercurio).
- ✓ El Oro es el más "no-reactivo" de todos los metales. El Oro nunca reacciona con oxígeno o sea difícilmente se oxidará o se empañará.

Tabla 1. Propiedades Químicas del oro

Tabla de Propiedades Químicas del oro	
Peso Atómico	196.97 g/mol
Protones	79 protones
Electrones	Un electrón en la órbita exterior Diez y ocho electrones en la penúltima órbita
Valencia	+1 y +3
Forma cristalográfica	cúbica central, conteniendo cuatro átomos en los vértices

3- Propiedades físicas

El oro es uno de los metales más dúctiles y se puede laminar hasta obtener hojas de un espesor de 0.0001mm. Se puede estirar en hilos finísimos, con un gramo se consigue un hilo de 2000 metros de longitud. Sin embargo, tiene escasa tenacidad, un hilo de 2 mm de diámetro se rompe al peso de 68.216 kg.

Tabla 2. Propiedades Físicas del oro

Tabla de Propiedades Físicas del oro	
Numero Atómico	79
Densidad	19.32 gr/cm ³
Punto de Fusión	1,063°C
Punto de ebullición	2,970°C
Dureza	2.5-3 (escala de Mohs)

4- Usos

Debido a su relativa rareza, comenzó a usarse como moneda de cambio y como referencia en las transacciones monetarias internacionales. La mayor parte de su producción se emplea en la acuñación de monedas y en joyería.

Debido a su buena conductividad eléctrica y resistencia a la corrosión, así como una buena combinación de propiedades químicas y físicas, se comenzó a emplear a finales del siglo XX como metal en la industria. Desgraciadamente la vanidad humana ha convertido al oro en el elemento ornamental y de abundancia por excelencia, privando a la industria (al encarecerlo) de uno de los elementos con más aplicaciones.

El oro puede utilizarse para innumerables aplicaciones pero solo se usa donde es imprescindible o donde se usan cantidades mínimas. Entre ellas están:

- El oro ejerce funciones críticas en ordenadores, comunicaciones, naves espaciales, motores de aviones a reacción, y otros muchos productos.
- Su alta conductividad eléctrica y resistencia a la oxidación ha permitido un amplio uso como capas delgadas electro depositadas sobre la superficie de conexiones eléctricas para asegurar una conexión buena, a prueba del tiempo y de baja resistencia.
- Como la plata, el oro puede formar fuertes amalgamas con el mercurio que a veces se emplea en empastes dentales.
- El oro coloidal (nano partículas de oro) es una solución intensamente coloreada que se está estudiando en muchos laboratorios con fines médicos y biológicos.
- El isótopo de oro ^{198}Au , de una vida media de 2.7 días, se emplea en algunos tratamientos de cáncer y otras enfermedades.
- Se emplea como recubrimiento protector en muchos satélites debido a que es un buen reflector de la luz infrarroja.
- Se ha iniciado su uso en cremas faciales o para la piel.
- Se utiliza para la elaboración de flautas traveseras finas debido a que se calienta con mayor rapidez que otros materiales facilitando la interpretación del instrumento.

B- Métodos de análisis de oro

- Oro fino

Para el análisis de oro se emplea el método gravimétrico, que consiste en fundir una cantidad de muestra, a la cual se le añade plomo y plata en cantidades apropiadas separando así el oro y la plata de las impurezas en un botón metálico (Doré). Luego se separa el oro de la plata en medio ácido, quedando la plata en solución; el oro forma un residuo metálico (cornete) que se pesa y se determina la ley del oro presente en la muestra (Ullmann, 1932, en Valery, García y Flores 2002).

- Oro en minerales

Para el análisis químico del oro en minerales el método empleado es el Fire Assay (ensayo en fuego), utilizando la técnica de copelación.

Esencialmente el método de ensayo a fuego consiste en fundir la muestra usando reactivos fundentes formadores de escoria a temperaturas que excedan el punto de fusión de todos los componentes de la carga (típicamente entre 1200 y 1300°C), para obtener dos fases líquidas: una escoria constituida principalmente por silicatos complejos y una fase metálica constituida por plomo, el cual colecta los metales nobles de interés (Au y Ag).

Los dos líquidos se separan en dos fases debido a su respectiva miscibilidad y gran diferencia de densidad, éstos se solidifican al enfriar. El plomo sólido (con los metales nobles colectados) es separado de la escoria como un régulo. Este régulo de plomo obtenido es oxidado en caliente en copela de magnesita y absorbido por ella, quedando en su superficie el botón de oro y plata (Doré), elementos que se determinan posteriormente por método gravimétrico (por peso) o mediante espectroscopia de Absorción Atómica.

El tiempo que se demora en fundir completamente la carga no solo depende de la calidad de la escoria que se forma sino también de la composición química de la aleación Oro-Plata. El punto de fusión del Oro es de 1064°C, mientras que la Plata funde a 962°C.

El Doré es una aleación de Au y Ag. El objetivo del proceso de fundición o fusión de precipitados de Oro y Plata es obtener metal Doré.

La copelación tiene como meta la eliminación, por medio del plomo, de los metales (en su estado oxidado) tales como el cobre, el hierro o el níquel, del oro y de la plata ya que no son oxidables y se quedan en estado metálico.

La operación se realiza en un horno mufla, usando un recipiente poroso llamado copela constituida de magnesia. Se basa la copelación en el hecho de que cuando el plomo fundido se expone a la acción del aire, a una temperatura que ronda los 920°C, forma litargirio (PbO) que es líquido a la temperatura a la que se forma.

El litargirio es absorbido por la copela a medida que se forma, de tal manera que una nueva superficie libre de plomo queda siempre sometida a la acción del aire, la oxidación se lleva a cabo mientras la totalidad del plomo no haya sido absorbido. El oro y la plata, sometidos a un tratamiento similar no se oxidan y se mantienen al estado metálico.

Para comprender mejor los efectos de estos metales en la copelación, conviene saber desde luego que el plomo es muy fusible y fácil de oxidar, cuyo óxido por su disposición para derretirse y su propiedad vitrificable y penetrante favorece la oxidación del cobre, que es el metal que más comúnmente se encuentra mezclado con el oro y la plata, y lo arrastra consigo en la copela.

Es preciso notar que es la gran diferencia de tensión superficial entre el plomo fundido y los metales preciosos fundidos la que evita a aquellos que sean absorbidos por la copela.

Cuando la copelación se desarrolla normalmente, al principio aparece en superficie pérdidas de litargirio, gotas de óxido de plomo que se parecen a gotas de aceite que se trasladan hacia el borde y que se absorben por la masa de la copela.

Hacia el fin de la copelación, los ojos de óxido de plomo desaparecen completamente. En vez de estos, se ve deslizar en la masa clara en fusión finas películas de óxido de plomo cuyos reflejos tienen el color de un arco iris, y que luego desaparecen bruscamente, así como los humos, y el botón de metal precioso enrojece un momento, es el punto "relámpago", luego se oscurece en seguida.

Hay que sacar inmediatamente la copela de la mufla, ya que después del relámpago, las pérdidas por vaporización de la plata aumentan mucho.

C- Procesos hidrometalúrgicos de Refinación de Oro

La refinación de oro es el proceso que consiste en liberar este metal de impurezas y otros metales, con el propósito de obtener oro con un alto grado de pureza, para fines comerciales, científicos o industriales.

El nombre de hidrometalúrgia se refiere al empleo generalizado de soluciones acuosas como agente de disolución.

Hay tres principales etapas de los procesos hidrometalúrgicos:

- Disolución del componente deseado presente en la fase sólida.
- Concentración y/o purificación de la solución obtenida.
- Precipitación del metal deseado o sus compuestos.

Para producir metales refinados se utilizan generalmente dos tecnologías de recuperación, los procesos pirometalúrgicos y los hidrometalúrgicos. En los primeros se utiliza calor para separar los metales deseados de otros materiales. En estos procesos se aprovechan las diferencias entre potenciales de oxidación, puntos de fusión, presiones de vapor, densidad y/o miscibilidad de los componentes del mineral cuando se funden. Las tecnologías hidrometalúrgicas se diferencian de los procesos pirometalúrgicos en que los metales deseados se separan de otros materiales utilizando técnicas que aprovechan las diferencias de solubilidad y/o entre las propiedades electroquímicas de los constituyentes mientras se encuentran en solución acuosa.

El oro obtenido por cualquier procedimiento, puede contener varios metales que lo impurifican (cobre, arsénico, antimonio, bismuto, plomo, zinc, selenio, etc.), sin contar la plata que siempre está aleada con este. Hay que hacer dos operaciones para obtener el oro fino: la primera, llamada también “purificación del oro bruto” tiene por objeto la eliminación de todos los metales menos la plata, y la segunda, el refinamiento propiamente dicho, que consiste en la separación de estos dos metales.

Los primeros métodos que refinaban este metal eran procedimientos pirometalúrgicos, como la copelación, que aunque podían eliminar los metales menos valiosos, por ejemplo los metales base, no eran capaces de recuperar o eliminar a los otros metales preciosos, en particular la plata, por lo que el oro que se obtenía no presentaba una elevada pureza, valor que podía variar entre números tan dispares como 65 a 90%.

Generalmente, los procesos de refinamiento de este metal empiezan cuando ya se tiene un material en el que el contenido de oro es importante.

1- Procesos de disolución

a- Proceso con Ácido Nítrico

Uno de los procesos más antiguos para separar el oro de la plata y los metales base, usualmente asociados con él, es la partición con ácido nítrico. El ácido nítrico puede atacar completamente cualquier aleación de oro siempre y cuando el contenido de oro no exceda el 30%. Si el contenido es mayor se pierde eficiencia, en este caso la plata o cobre deben ser deliberadamente aleados (encuartación) con el bullión de oro para permitir que se "parta" completamente. El oro no es atacado, la plata y el cobre respectivamente forman nitratos solubles. Las reacciones son acompañadas por la evolución de gases de óxido nítrico, el cual se combina con el oxígeno del aire para producir gases marrones densos de NO_2 , cuyo cese indica la culminación de la reacción por agotamiento del ácido nítrico o por saturación de la solución con iones metálicos.

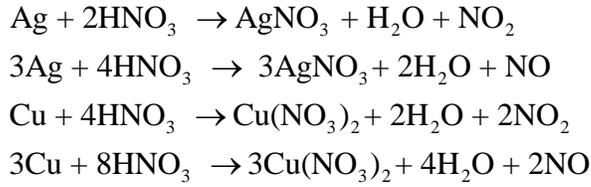
El ataque se realiza hasta conseguir la total disolución del cobre y la plata. El residuo marrón oscuro que permanece en el fondo del recipiente es el precipitado de oro o cemento de oro. Este cemento de oro, dependiendo de su pureza, directamente puede ser lavado, secado y fundido, o de lo contrario es disuelto con agua regia para lograr la completa purificación. Cabe anotar que el ácido nítrico, además del oro, no logra disolver el platino, el rodio, ni el iridio.

De la disolución resultante, la plata se recupera mediante precipitación como cloruro de plata, seguido de una etapa de cementación del residuo clorurado con zinc, cobre o hierro. El residuo que queda después de la lixiviación con ácido nítrico se lava con ácido clorhídrico y se funde.

El proceso de encuartación consiste en obtener una aleación con contenido de oro de 1:3 con relación a la plata o cobre, ello se realiza mediante la adición de plata y/o cobre de calidad garantizada. Este proceso de encuartación tiene como fin facilitar el ataque de las impurezas o metales no deseados en el material a refinar, pues de no realizarse éstas quedarían "encapsuladas" dentro de las redes de átomos de oro y no serían disueltas.

Este proceso presenta la gran ventaja de que el oro siempre permanece en estado sólido, lo cual indica que los errores cometidos al realizar este proceso no conllevan a pérdidas del material (oro); y como desventaja puede causar desperdicio de reactivos y una eliminación incompleta de impurezas.

Las reacciones que suceden en la disolución son las siguientes:



O en su forma iónica:

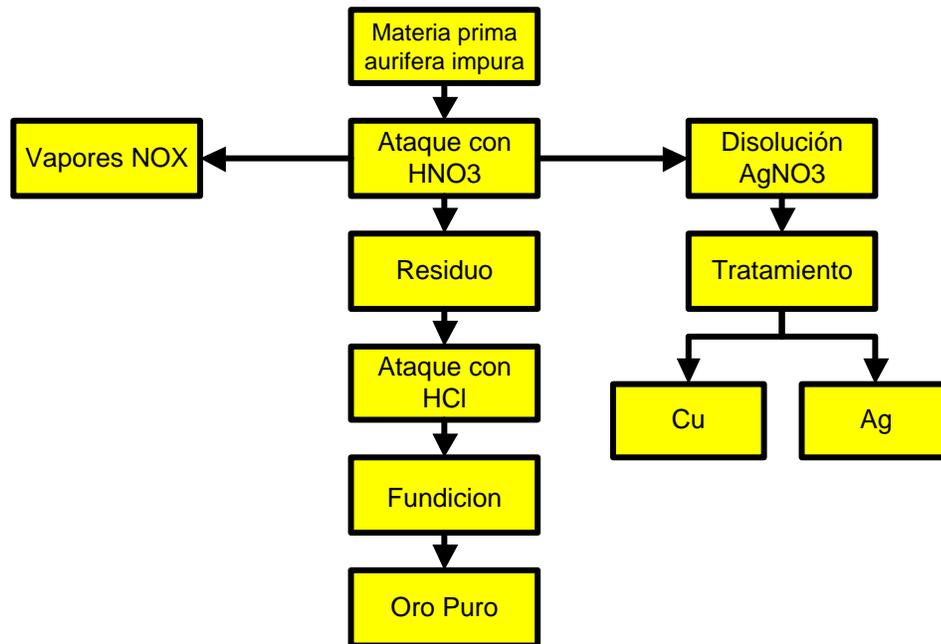
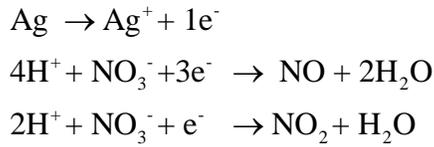


Figura 1. Diagrama de refinación con ácido nítrico.

b- Proceso con Ácido Sulfúrico

Como en el caso del ácido nítrico, este procedimiento necesita de la aleación con plata o cobre del material aurífero para rebajar el contenido neto de este metal precioso y permitir la lixiviación con ácido sulfúrico, que en el caso de la plata, la relación óptima está comprendida entre 2-5 Ag: 1 Au.

La solubilización de la plata y todos los metales que forman sulfatos solubles dan lugar a un residuo en forma de arena aurífera que se funde y moldea. El proceso difícilmente obtiene un oro de gran pureza pero encuentra aplicación en plantas de refinado de cobre y en otras con bajos costos y/o rendimientos.

La plata se recupera de la disolución de lixiviación mediante cristalización del sulfato de plata y cementación con hierro, cinc o bien directamente mediante cementación de la disolución con cobre.

Este reactivo no ataca al oro aunque esté concentrado y caliente, razón por la cual se usa también para la separación del oro y de la plata. La disolución de la plata tiene lugar de acuerdo a la siguiente ecuación:



Es ideal para tratamiento de minerales concentrados con altos contenidos de metal base, como en el caso de altos contenidos de cobre, al fundirlo atrapan a los metales preciosos. El cobre producto de la fundición es sometido a la partición con ácido sulfúrico a fin de extraerlo electrolíticamente puro, quedando el oro y los metales más nobles en forma de barras anódicas, los metales menos nobles se disolverán y ensuciarán el electrolito.

El sulfato de plata es insoluble en agua fría, por lo que se hace necesario enfriar el licor y separarlo.

La solución remanente de sulfato de cobre es evaporada y cristalizada (cristales azules de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), obteniéndose un sub – producto adicional.

La cantidad de metales comunes presente en la solución debe ser estrictamente controlada, pues sus sulfatos, especialmente el cobre y el de plomo son poco solubles en el ácido sulfúrico concentrado; en consecuencia, impregnarían la aleación, impidiendo su disolución. La proporción del oro en la aleación no está sujeta a una limitación tan rigurosa como el caso del ácido nítrico, pues fluctúa entre el 25 y el 40%. Una pequeña proporción de plomo que no exceda del 5% se dice que ayuda en la solución del cobre y no interfiere en la operación.

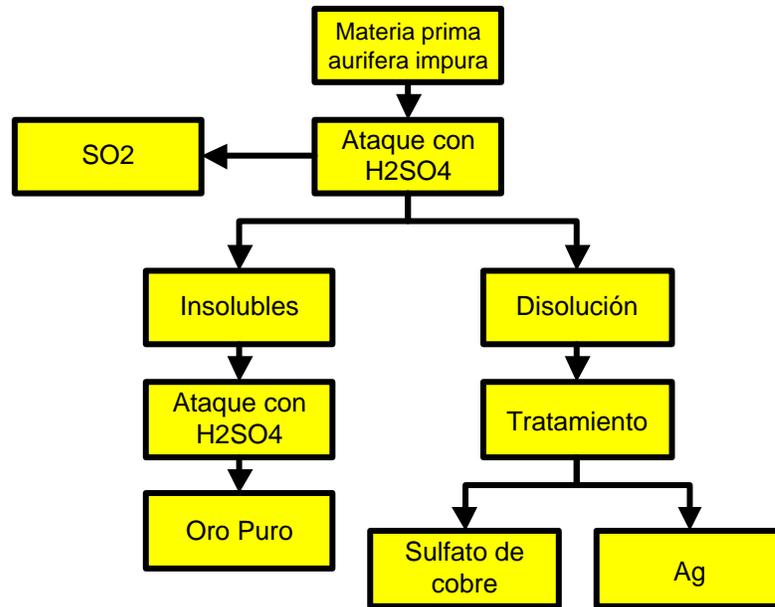


Figura 2. Diagrama de refinación con ácido sulfúrico.

c- Proceso con Agua Regia

La disolución del oro se realiza con agua regia. El uso de agua regia está estrictamente limitado al bullión de muy alto grado, donde la plata no ascienda a más de 10% o cuando el bullión contenga suficiente cobre para exponerlo al ataque a pesar del exceso de plata. La presencia de este metal no es recomendable debido a la tendencia del AgCl a formar, sobre el material, capas densas que no permitieran el posterior ataque.

La disolución acuosa que contiene el oro se evapora a sequedad con el fin de eliminar los nitratos para que no interfieran en las etapas posteriores y el residuo se disuelve otra vez en agua regia.

El óxido nítrico es un gas inestable incoloro que prontamente se combina con el oxígeno atmosférico, formando vapores de dióxido de nitrógeno, NO_2 , de color pardo rojizo, también llamado peróxido de nitrógeno.

Después que el metal ha sido disuelto, es necesaria la liberación de cualquier exceso de ácido nítrico, que se consigue hirviendo con un exceso de ácido clorhídrico, si no es eficientemente lo realizado, se experimentará ciertas molestias en la precipitación del oro.

El cemento de oro se trata con agua regia hasta su total disolución.

El oro se puede recuperar por varios procedimientos en los que se utilizan medios como SO_2 , FeCl_2 , FeSO_4 , ácido oxálico, bisulfito de sodio y peróxido de hidrogeno.

La mayor ventaja, y por eso es un proceso que se utiliza hoy en día, es que pueden tratarse materiales con un contenido importante de metales del grupo del platino.

Las reacciones del proceso son:

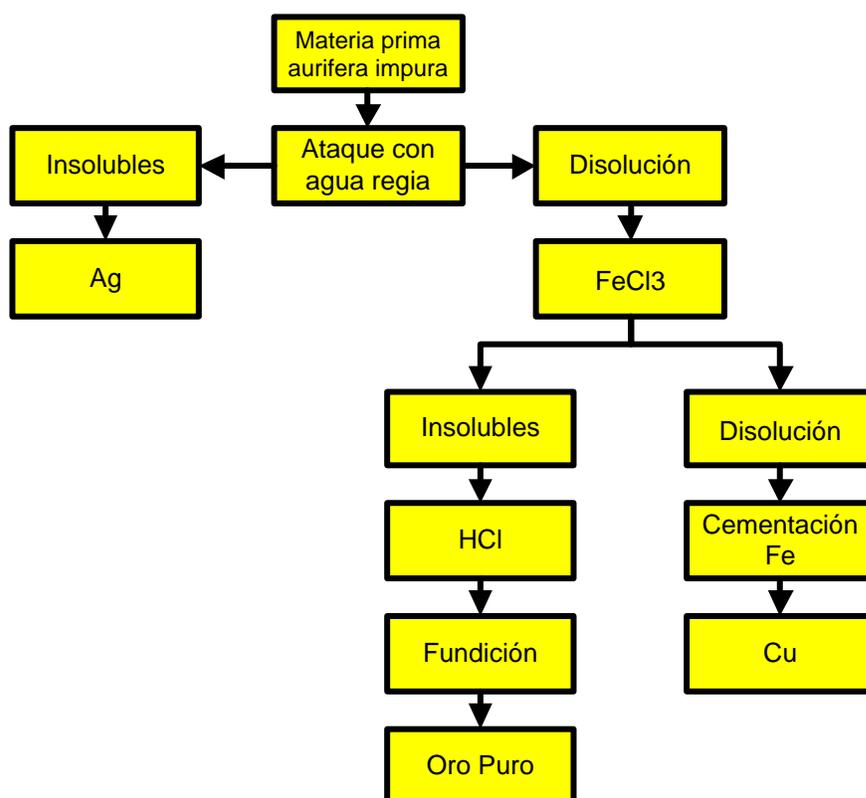
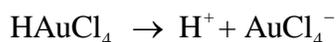
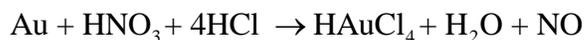


Figura 3. Diagrama de refinación con agua regia.

2- Procesos de Precipitación

El oro en solución en la forma de cloruro áurico es precipitado selectivamente separándolo de las impurezas que pueda contener; para ello se utilizan los siguientes reactivos, eligiendo el más favorable en términos económicos y técnicos: Ácido sulfuroso, (H_2SO_3), Acido oxálico, ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$); Acido hipofosforoso, (H_3PO_2), Acido fórmico, (CH_2O_2); Anhídrido sulfuroso, (SO_2), Bisulfito de sodio, (NaHSO_3), Cloruro ferroso, (FeCl_2), Nitrito de sodio, (NaNO_2), Peróxido de hidrógeno, (H_2O_2); Sulfato ferroso, (FeSO_4), Tricloruro de titanio, (TiCl_3).

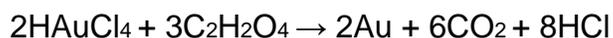
a- Precipitación con ácido Sulfuroso

La precipitación con ácido sulfuroso provee una buena separación de oro de soluciones que contengan pequeñas cantidades de paladio y platino, y grandes cantidades de metales bases que usualmente están presentes en las aleaciones de oro. Cantidades de platino como 25 a 100 mg/lit contaminarían el oro precipitado. Por otro lado, grandes cantidades de paladio puede ser tolerable.

b- Precipitación por medio del Ácido Oxálico

La solución conteniendo el cloruro áurico, debe tener una concentración no mayor de 50 gramos de oro por litro. La reducción del oro se realiza en caliente y preferentemente cerca del punto de ebullición.

La reacción que ocurre es la siguiente:



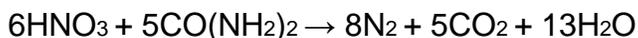
Requiriéndose 0.68 gr. de $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ para precipitar un gramo de oro. Pero experimentalmente se usa casi el doble, 1.2 gr. de ácido oxálico por un gramo de oro o sea $50 \times 1.2 = 60$ gr. de ácido oxálico por cada litro de solución áurica.

El precipitado obtenido pasa por un proceso de secado y luego se funde. La fusión del precipitado final se realiza con una mezcla de 95% de bórax y 5% de nitrato de potasio, este último sirve para oxidar algunos metales bases como cobre, plomo, etc.

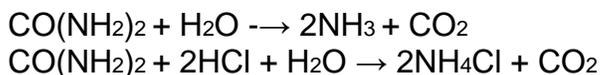
c- Precipitación con Bisulfito de Sodio

En este proceso se obvia la etapa engorrosa de eliminación del exceso de nítrico mediante vaporización sucesiva.

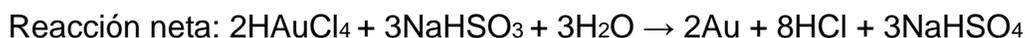
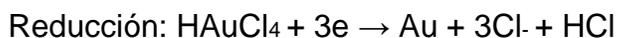
La destrucción del exceso de ácido nítrico se realiza por adición de urea de acuerdo a la siguiente reacción:



También por disociación y sustitución se logra elevar el pH (pH alrededor de 4) de la solución, ello es expresado por las siguientes reacciones:



Finalmente la precipitación del oro se logra por la adición de bisulfito de sodio en una proporción superior a la resultante del cálculo estequiométrico.



Requiriéndose 0.79 gr. de bisulfito de sodio para precipitar un gramo de oro. La evolución de gases en esta etapa es producto de la descomposición del bisulfito de sodio, NaHSO_4 :



d- Precipitación con Nitrato de Sodio

Este método es descrito para la precipitación del oro que se encuentra en solución como cloruro áurico, libre de iones nitrato y con posible presencia de metales del grupo del platino los cuales permanecerán en solución.

En la operación, primeramente, el oro es precipitado con nitrito de sodio a pH 1.5, y luego mediante el ajuste a pH 8 se precipitan como hidróxidos el oro, cobre, zinc, níquel e indio, de los cuales, el oro es removido mediante la disolución con ácido clorhídrico.

D- Estudio termodinámico de la refinación del oro y plata

La termodinámica de los procesos de oxidación-reducción puede comprenderse con facilidad si se consideran los cambios de energía libre (ΔG) durante los procesos.

La forma más conveniente de representar la termodinámica de sistemas acuosos es en forma gráfica en los diagramas de Pourbaix o diagramas potencial – pH, que son representaciones del sistema que permiten visualizar de una manera global las zonas de estabilidad de los elementos y compuestos basándose en el pH y el potencial del proceso de oxidación y reducción, es decir, que reacciones son posibles y cuáles no, sin tener que recurrir al cálculo termodinámico para los fenómenos que ocurren en medio acuosos, aunque no predicen la velocidad con que éstos puedan ocurrir.

Para visualizar cómo la temperatura y composición de una atmósfera gaseosa afecta la estabilidad de óxidos metálicos a presión constante se usa el diagrama de Richardson-Ellingham. Es una gráfica del cambio de energía libre asociada a las reacciones de oxidación de los metales de interés en función de la temperatura.

- Refinación con ácido nítrico

Para demostrar teóricamente por qué se disuelven el cobre y la plata en una solución de ácido nítrico y el oro no, se estudia el comportamiento termodinámico de estos tres metales a través de los valores de energía libre de Gibbs de las reacciones correspondientes a la disolución del cobre y la plata. También se recurre al diagrama de Pourbaix.

La expresión que relaciona la variación de la energía libre con la fuerza electromotriz de una reacción es:

$$\Delta G = -(n)(f)(E_c)$$

Siendo ΔG la variación de energía libre de la reacción o proceso, n el número de moles de electrones transferidos, F la constante de Faraday (96485 C/mol e^-) y E_{cel} la fuerza electromotriz. En el caso especial en que los reactivos y productos estén en sus condiciones estándar:

$$\Delta G^\circ = -(n)(f)(E_c^\circ)$$

El principal criterio para saber si un proceso es espontáneo, es que $\Delta G < 0$. Como en las expresiones anteriores n y F son cantidades positivas, entonces E_{cel} y E°_{cel} tienen que tener valores positivos. Por tanto, predecir el sentido de un proceso espontáneo en una reacción redox es fácil:

Si $E_{cel} > 0$, la reacción prevista tendrá lugar de forma espontánea.

Si $E_{cel} < 0$, la reacción espontánea será la inversa a la prevista.

Si $E_{cel} = 0$, la reacción estará en equilibrio.

Cuando todos los compuestos que participan en la reacción están en su estado estándar (sólidos y líquidos puros, especies disueltas en una concentración de 1 mol/litro):

$$E^{\circ} = \frac{\sum V_i \mu_i^{\circ}(\text{oxidantes}) - \sum V_i \mu_i^{\circ}(\text{Reductores})}{n * f}$$

Simplificando:

$$E^{\circ} = - \frac{\Delta G^{\circ}}{nF}$$

Cuanto más positivo es el valor de E° para una semirreacción, mayor es la tendencia de que esta ocurra como está escrita, esto es, mayor será la tendencia de la especie oxidada a reducirse. Las sustancias que se reducen con más facilidad son los reactivos con valores de E° más positivos, constituyen los agentes oxidantes más fuertes. Por ejemplo el flúor, el ion permanganato, el oxígeno, son los oxidantes más poderosos.

La especie reducida de cada par es capaz, termodinámicamente (no siempre cinéticamente) y en condiciones estándar, de reducir a la especie oxidada de todos los pares que se encuentran por encima de ella en la serie. De esa forma, la reacción redox global tendrá un E° positivo lo que indica un proceso termodinámicamente favorable.

En particular, un potencial de reducción estándar negativo, implica que la especie reducida es un agente reductor para los protones en solución acuosa. Esto significa que si el E° (ox, red) es menor que cero, la sustancia "reductora" es un agente reductor lo suficientemente fuerte como para reducir los protones a hidrógeno.

El NO_3^- en medio ácido no es capaz de oxidar al oro puesto que el potencial de reducción del par Au^{3+}/Au es superior al de NO_3^-/NO , con lo que el oro permanecerá en su forma reducida, es decir, en su forma metálica.

Tabla 3. Potenciales normales de reducción

Potenciales normales de reducción	
Sistema	E ⁰ / V
Fe ²⁺ /Fe ⁰	-0.41
Co ²⁺ /Co ⁰	-0.28
Ni ²⁺ /Ni ⁰	-0.23
Pb ²⁺ /Pb ⁰	-0.13
H ⁺ /H ₂	0.00
Cu ²⁺ /Cu ⁰	+0.30
Ag ⁺ /Ag ⁰	+0.80
NO ₃ ⁻ /NO	+1.10
Pt ²⁺ /Pt ⁰	+1.20
Au ⁺ /Au ⁰	+1.70

La energía libre de Gibbs también puede calcularse a partir de las siguientes formulas:

a.
$$\Delta G^0 = \sum \Delta G_f^0(\text{productos}) - \sum \Delta G_f^0(\text{reactivos})$$

b.
$$\Delta G = \Delta H + \Delta S * T$$

c.
$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \ln \frac{a_C^c * a_D^d}{a_A^a * a_B^b}$$

Dónde:

ΔG^0 : Energía libre estándar de la reacción

a, b, c, d: Coeficientes estequiométricos

a_A, a_B, a_C, a_D: Actividades de los productos y reactantes. En soluciones diluidas, las actividades de las especies disueltas se aproximan por su concentración molar (mol/litro). La actividad de un sólido o líquido puro es 1.

T: Temperatura (K)

R: Constante de los gases (1.987 cal/mol. K)

En el equilibrio, no hay variación de energía libre: $\Delta G = 0$. Por lo tanto:

$$-\frac{\Delta G^0}{RT} = \ln \frac{a_C^c * a_D^d}{a_A^a * a_B^b}$$

$$\ln K = - \frac{\Delta G^0}{RT}$$

Reescribiendo en términos de logaritmo decimal:

$$\log K = - \frac{\Delta G^0}{2.303 RT}$$

La ecuación define K, constante de equilibrio de la reacción considerada a la temperatura T:

$$K = \frac{a_C^c * a_D^d}{a_A^a * a_B^b}$$

Como el sistema incluye al agua y es en medio ácido, se reescribe la ecuación:

$$K = \left[\frac{(B)^B (H_2O)^C}{(A^A)(H^+)^m} \right]$$

El diagrama de Pourbaix para el oro demuestra la no estabilidad de las especies iónicas de este metal en la zona de estabilidad del agua, explicándose porque el oro permanece en su estado reducido durante el proceso de refinación con ácido nítrico. De este modo, los diagramas indican bajo qué condiciones de potencial y pH el metal es estable termodinámicamente (o inmune a la corrosión) y bajo qué condiciones puede causar su disolución para formar iones (corrosión) o su transformación en óxidos, hidróxidos, hidruros o sales metálicas que pueden producir pasivación.

Los diagramas de Pourbaix se construyen a partir de cálculos basados en la ecuación de Nernst y en la constante de equilibrio de las distintas especies metálicas.

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \left[\frac{(A^A)(H^+)^m}{(B)^B (H_2O)^C} \right]$$

Dónde:

E: Potencial de la reacción electroquímica (V)

R: Constante de los gases (1.987 cal/mol. K)

T: Temperatura (K)

n: Número de electrones que participan en la reacción
F: Constante de Faraday (23060 cal/volt. equivalente a 96500 Coulomb)
E°: Potencial estándar de la reacción electroquímica (V)

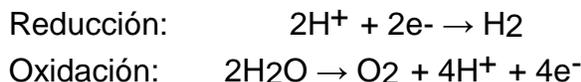
Nota: En ciertos libros, la ecuación se escribe bajo la forma:

$$E = E^0 - \frac{RT}{n \cdot f} \ln \left(\frac{[\text{Red}]}{[\text{Ox}]} \right)$$

Reemplazando en los valores numéricos de R y F, expresando esa ecuación en términos de logaritmo decimal y a 25°C, se llega a:

$$E = E^0 + \frac{0.059}{n} \log \left(\frac{[\text{Ox}]}{[\text{Red}]} \right)$$

Puesto que se está considerando el equilibrio termodinámico de especies en solución acuosa es importante incluir en los diagramas Eh – pH los límites de estabilidad del agua. Las semirreacciones a considerar son:



El agua puede actuar como agente oxidante, reduciéndose a hidrógeno, o como agente reductor, cuando es oxidada a oxígeno. Las especies químicas termodinámicamente estables en agua, deberán tener potenciales de reducción que se encuentren entre los correspondientes a los pares (H₂O/H₂) y (O₂/H₂O).

Un agente reductor que pueda reducir al agua a hidrógeno o un agente oxidante que pueda oxidarla a oxígeno, no podrá existir como tal en solución acuosa. El rango de estabilidad del agua consiste en los valores de potencial de reducción y pH para los cuales el agua es termodinámicamente estable frente a la oxidación y la reducción por parte de los solutos disueltos. En el diagrama de la figura podemos observar la zona de estabilidad delimitada por la dependencia del potencial con el pH de las semirreacciones de óxido-reducción del agua.

Cualquier especie que tenga un potencial mayor que el límite superior de la zona de estabilidad del agua, se reducirá oxidando al agua a oxígeno, mientras que si su potencial es menor que el límite inferior de la zona de estabilidad del agua, será oxidado por ésta.

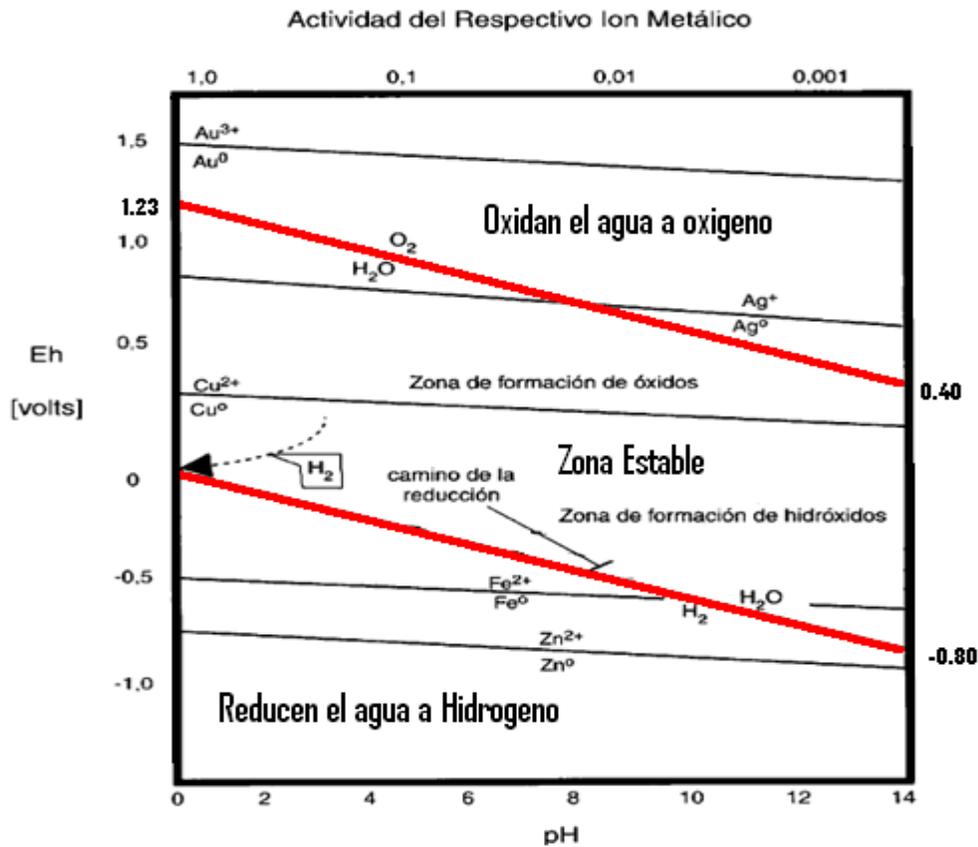


Figura 4. Diagrama de estabilidad del agua

- Fundición y Copelación.

Cuando un metal es calentado a temperatura elevada, se desprende la monocapa que le protege y en estas condiciones la reacción de oxidación (corrosión) se produce por reacción directa entre el metal y el oxígeno, y el resultado es la formación de óxidos.

El denominado diagrama de Ellingham se comprende si se consideran los cambios de ΔG^0 durante los procesos:

$$\Delta G^0 = \Delta H^0 - T\Delta S^0$$

$$y = m \cdot x + b$$

Dónde:

ΔH^0 representa el cambio de entalpía estándar y es la intersección de la línea con el eje.

ΔS° es la entropía estándar originada como consecuencia de la formación del óxido. Es (en los diagramas de Ellingham) la pendiente de la línea cambiada de signo. Como ΔS° es una cantidad negativa la línea tiene pendiente positiva.

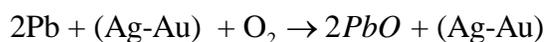
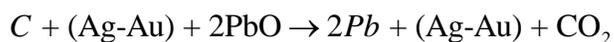
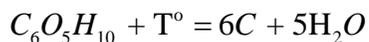
Como en el intervalo de temperatura comprendido entre el ambiente y la correspondiente al punto de fusión del Au, ΔG° es negativo, igual que para la mayor parte de los metales, podremos concluir que la reacción de oxidación a alta temperatura tiene siempre tendencia termodinámica natural a producirse y, desde el punto de vista cinético, tendrá lugar tanto más rápidamente cuanto mayor sea la temperatura de operación.

Así mismo, los cambios en ΔG° disminuyen más rápido a temperaturas más altas y la estabilidad termodinámica del óxido disminuye con el incremento de temperatura. Conceptualmente P_{O_2} es la presión de O_2 en equilibrio que desarrolla una mezcla de metal puro y su óxido, y se denomina presión parcial de disociación del óxido.

En el caso en que P_{O_2} sea superior a la presión parcial de O_2 del ambiente, el óxido deja de ser estable, y se descompone en metal y O_2 . Y si la presión de O_2 externa es superior a P_{O_2} , el metal y el O_2 reaccionarán formando el óxido.

Por la posición del óxido de oro en el diagrama, se deduce que el oro no forma ninguna capa protectora, ya que el elemento es más estable que su óxido. También es estable frente a los oxidantes suaves, no es atacado por los ácidos, ni por el O_2 a ninguna temperatura y le disuelve el agua regia formando $H[AuCl_4]$.

Las reacciones en la fundición son:



Se funde la muestra con plomo a temperaturas entre 1200-1300°C para coleccionar el Au, Ag, Pt, Pd, etc.

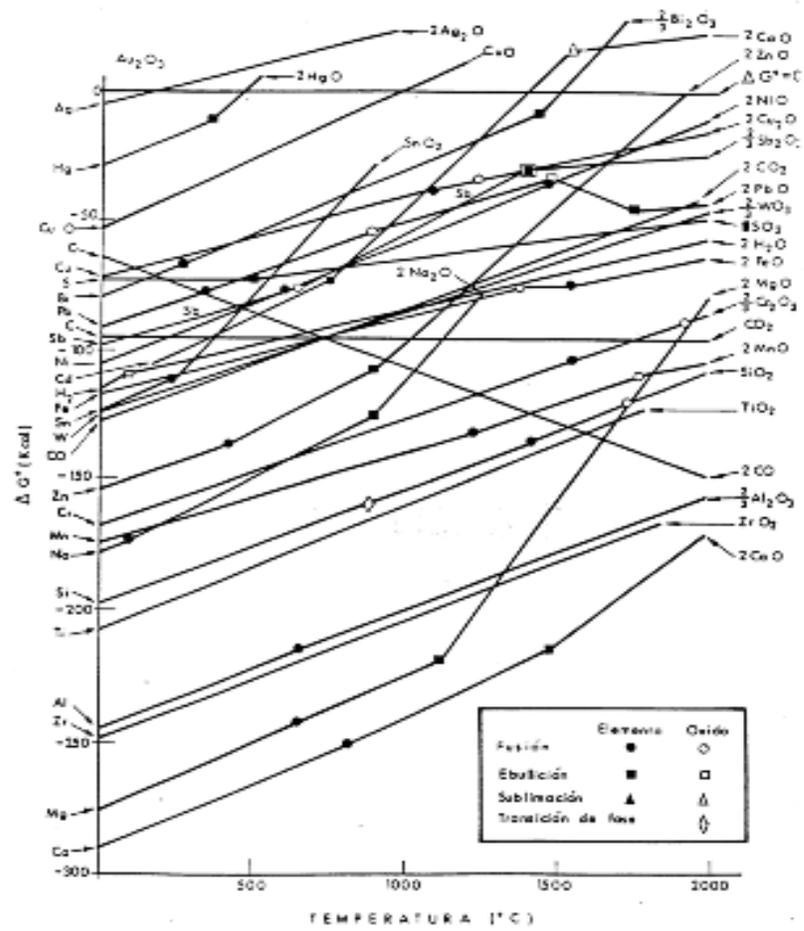


Diagrama de Ellingham para la formación de óxidos

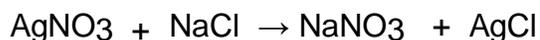
Figura 5. Diagrama de Ellingham para la formación de óxidos

- Refinación de plata

La cementación de un metal a partir de una solución, depende de una reacción de desplazamiento en la cual un metal menos noble reduce a los iones del metal por precipitar al estado metálico. Entonces, éste sale de la solución, y los iones del metal menos noble entran en la solución para substituirlos.

El metal utilizado debe tener un potencial de electrodo inferior al potencial del metal que se desea precipitar. La reacción se produce a la superficie del metal, que se agrega a la solución impura. Para alcanzar velocidades de reacción aceptables con impurezas que se encuentran en bajas concentraciones, se tiene que agregar un exceso de metal, lo que conduce a la obtención de cementos impuros. Además, estos cementos contienen todos los metales de potencial superior al metal agregado.

La separación de la plata a partir de la solución acuosa que contiene el nitrato de plata proveniente del proceso de refinación de oro con ácido nítrico se logra precipitándola como cloruro de plata, mediante la adición de cloruro de sodio o cobre metálico; La reacción correspondiente es la siguiente:



El cloruro de plata es reducido a plata metálica en un medio ácido (una solución de H_2SO_4 al 10%) y con la adición de aluminio, cobre, hierro o zinc.

Frecuentemente, se usa el zinc, este es empleado en forma de viruta o en polvo, a fin de facilitar la disolución inmediata sin dar lugar a la oxidación. La reacción fundamental que tiene lugar es la siguiente:



La plata generada es lavada para eliminar la acidez, a la que se retiran los residuos de otros metales disueltos (hierro, zinc), luego se filtra, se seca y se funde.

IV. MATERIALES Y MÉTODO

A- Lugar de desarrollo

El estudio se llevó a cabo en la empresa minera Desminic. S.A., en el laboratorio de química.

B- Equipos, materiales y reactivos

Los reactivos e instrumentos que se utilizaron son:

- Materiales:

Pinzas de copelas: Pinzas ligeras, con una anchura de aproximadamente 70 cm, sólidas y capaces de apretar las copelas firmemente sin temer que se escapen.

El Tas: Tas es un pequeño yunque utilizado para martillar los botones de oro o de plata. Son de acero templado, sólidamente fijados en un bloque de madera y su superficie tiene que ser cuidadosamente pulida para evitar una polución de los botones en el martilleo.

Cizallas: Un par de cizallas fuerte y bien afilada para recortar metales tales como placas finas de oro o de plata.

Cepillos: Uno se sirve de cepillos de pelos duros para limpiar los botones de oro y de plata del polvo de copela que se adhiere a esta.

Copelas: Las copelas llamadas así, porque se parecen a unas copas pequeñas, son unos vasos hechos de huesos calcinados o magnesita. Las copelas no pueden absorber más que un peso igual al suyo de óxido de plomo.

También se utilizaron Beakers, embudos, papel filtros, vidrios de reloj, espátula, crisoles de porcelana (30ml), y crisoles de arcilla.

- Equipos:

Balanza: Una balanza con precisión de +/- 0.01 mg y exactitud de +/- 0.02 mg.

Horno para Copelación: Horno con una ligera corriente o flujo de aire (requerido para la oxidación del Plomo y metales no preciosos) en el horno.

Laminadora: Fue requerida para disminuir el grosor del material y facilitar el ataque de los ácidos.

Plancha eléctrica: Un sistema para recalentar el ácido.

Campana extractora: sistema de extracción de humos, para proteger al personal contra humos del Plomo y filtrar el humo antes de ser descargado al ambiente.

- Reactivos:

Láminas de cobre refinado 99.99%: La lámina de cobre se utilizó para ser adicionada a la muestra a ser copelada con la finalidad de controlar la absorción de oxígeno por la plata que se está copelando.

Plata certificada: La Plata para encuartar, libre de Oro.

Oro certificado: Para realizar "ensayos corregido por fuego" 99.99+% Oro es requerido para la corrección de la prueba.

Agua: El agua destilada se utilizó para diluir el ácido nítrico y para hacer el lavado del Oro.

Ácido Nítrico: El ácido con un especificado con menos de una parte por millón (1ppm) de Cloruro.

Plomo: Rollos de plomo laminado que se cortó en hojas que permitieron envolver las aleaciones a copelar antes introducción en el horno.

Otros reactivos que se utilizaron son el ácido clorhídrico y ácido oxálico.

- Equipo de seguridad para las personas:

Anteojos, guantes contra ácido, guantes resistente al calor, mascarillas antigases.

C- Método

- Análisis de oro y plata

Los análisis de oro y plata se realizaron en base al método C (98.9 % – 99.8 % oro) de las normas ASTM E1335 – 08 (Ver Anexo B). Para seleccionar el método antes mencionado, previamente se realizó un análisis preliminar, el cual se plantea también en las normas ASTM E1335 – 08. Estos métodos de ensayo están destinados para la determinación del contenido de oro de oro y plata en lingotes.

- Refinación.

El método utilizado en la refinación de oro es el de agua regia, usando ácido oxálico como agente precipitante. Se eligió este método en base a los siguientes criterios:

Facilidad de Uso: Su manejo no es difícil, y puede ser utilizado en la pequeña minería.

Disponibilidad de Tecnología: No se requieren equipos sofisticados, solamente instrumentos básicos de laboratorio como Beakers, embudos, y equipos como plancha eléctrica, horno, campana extractora y balanza analítica.

Disponibilidad de Reactivos Químicos: Se cuenta con todos los reactivos químicos específicos para este método, los cuales serán proporcionados por la empresa Desminic. S.A.

Experiencia de trabajo: Se contó con el apoyo de expertos que han acumulado experiencia en refinación en diversos trabajos. Ensayo

El principio de este método se basa en el uso de un ácido muy oxidante que realiza la lixiviación de los minerales que están como impurezas, y un acomplexante: Agua Regia, que realiza la lixiviación del oro, realizando una cementación selectiva para cuando se desea precipitar este.

- Recuperación de Plata

En la refinación del oro se produjo plata en forma de nitrato de plata, la cual se recuperó añadiendo (a la solución de nitrato de plata) cobre metálico para cementar (precipitar) la plata. Después se filtró, se lavó con agua destilada, se secó, y se fundió. En la reacción se formó nitrato de cobre y plata metálica.

D- Variables de Refinación de Oro

En la evaluación realizada las variables considerar son muchas, de ellas algunas se consideraron constantes, estas aparentemente pudieran tener poca influencia en la obtención de los resultados.

Dentro de las variables que se consideraron están: la concentración del reactivo disolvente, la temperatura, el tiempo, pureza final alcanzada.

a- Variables independientes

Es una variable de proceso que puede tomar valores independientemente de las otras variables, en nuestra evaluación hemos considerado.

Concentración de los Reactivos: Para el ataque con ácido nítrico se utilizaron soluciones concentradas de este reactivo, desde un primer momento. El ataque con agua regia también se realiza con una solución concentrada. En la precipitación se usaron soluciones saturadas de reactivo precipitantes.

Temperatura: La temperatura es una variable que determina el potencial químico y la actividad de un sólido en contacto con la fase líquida; la temperatura de trabajo fluctúa entre los 70 a 150°C.

Tiempo: El efecto de esta variable está relacionado principalmente con la temperatura de disolución, uno de los factores que inciden en esta variable es el tamaño del material.

b- Variables dependientes

Son aquellas variables que describen los resultados de un proceso, estas son:

Pureza Alcanzada: Variable esta que define la calidad del material refinado.

Eficiencia de Recuperación: La eficiencia de recuperación está determinada por la relación del peso final de oro obtenido sobre el peso inicial de oro a refinar expresado en porcentaje.

E- Diseño de experimento

Con el fin de obtener el máximo de información, se estableció un plan organizado de experimentos que permitieron evaluar simultáneamente todas las variables consideradas. Se optó por un diseño factorial 2^k . Las variables independientes son 3, por lo que el diseño es del tipo 2^3 .

Tabla 4. Matriz de experimentos de diseño factorial 2^3 .

Ensayo					
Experimento	Concentración del precipitante	Temperatura ($^{\circ}$ C)	Volumen (ml)	Tiempo (min)	Pureza de oro
1	Alta	Baja	Bajo		
2	Alta	Alta	Bajo		
3	Alta	Baja	Alto		
4	Baja	Baja	Bajo		
5	Baja	Alta	Bajo		
6	Baja	Baja	Alto		
7	Alta	Alta	Alto		
8	Baja	Alta	Alto		

En total se determinaron ocho experimentos a realizar, correspondientes a dos niveles de concentración de reactivo precipitante, dos niveles de temperatura, y dos niveles de volumen.

V. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

Los resultados de los experimentos realizados, así como la discusión de estos, son presentados en esta sección.

a. Sobre el diseño de experimentos

Inicialmente se determinaron ocho experimentos a realizar, correspondientes a dos niveles de concentración de reactivo precipitante, dos niveles de temperatura, y dos niveles de volumen. Sin embargo, debido a que la empresa dispuso de solamente 4 muestras, y además que en las instalaciones de laboratorio lo prioritario era el seguimiento al proceso de obtención de oro, (controles durante el procesamiento), se optó por trabajar con las muestras que dispuso la empresa por ende se redujeron las variables a analizar.

Se tomaron rangos de temperatura y concentración con niveles relativamente altos, y volumen bajo y alto. En la tabla 5 se muestra la matriz de experimentos utilizada:

Tabla 5. Matriz de experimentos reducida

Ensayos					
Experimento	Concentración del precipitante	Temperatura (°C)	Volumen (ml)	Tiempo (min)	Pureza de oro
1	Alta	Alta	Bajo		
2	Alta	Alta	Bajo		
3	Alta	Alta	Alto		
4	Alta	Alta	Alto		

b. Resultados de Análisis preliminares

En la siguiente tabla se presentan los resultados de análisis preliminares practicados a los materiales a refinar. Dichos resultados se obtuvieron aplicando los métodos de análisis de las normas ASTM E1335 – 08.

Tabla 6. Resultados de Análisis Preliminares de materiales a refinar.

Resultados de Análisis Preliminares									
Muestra	Peso (mg)	Ag agregada (mg)	PBC (mg)	Impurezas		Au		Ag	
				Peso (mg)	%	Peso (mg)	%	Peso (mg)	%
1	243.286	202.068	423.332	22.022	9.052	84.144	34.586	137.12	56.362
2	187.424	187.722	346.344	28.802	15.367	36.832	19.652	121.79	64.981
3	147.352	147.442	274.134	20.660	14.021	30.700	20.834	95.992	65.145
4	150.264	149.344	293.762	5.846	3.890	36.104	24.027	108.314	72.082

El PBC (Peso de Botón Copelado), es el peso del metal obtenido después de la copelación.

Como puede observarse, las muestras contienen entre 19.652 y 34.586% de oro aproximadamente. Con los datos de la composición en cuanto a oro, plata e impurezas presentes en los materiales a refinar se calculó la relación Au vs Ag, para determinar si las muestras necesitaban ser encuartadas:

Tabla 7. Determinación de relación Ag vs Au

Relación Ag vs Au					
Muestra	Peso (mg)	Impurezas (mg)	Au (mg)	Ag (mg)	Ag vs Au
1	243.286	22.022	84.144	137.120	1.891
2	187.424	28.802	36.832	121.790	4.089
3	147.352	20.660	30.700	95.992	3.800
4	150.264	5.846	36.104	108.314	3.162

Como puede observarse en la tabla 7, la primera muestra presento una relación de Ag vs Au igual a 1.891:1, la cual está por debajo de lo recomendado (3:1), por lo que se procedió a encuartar con cobre antes de atacar con HNO₃. Las demás muestras presentaron una relación por encima de lo recomendado por lo cual no fue necesario encuartar.

c. Resultados de proceso de refinación.

En la siguiente tabla se muestran los pesos de los materiales sometidos a refinación, los cuales se calcularon restándole a los pesos iniciales del material, la muestra que les fue extraída para realizar los análisis preliminares.

Tabla 8. Peso de materiales a refinar

Peso de material a refinar			
Material	Peso inicial (gr)	Muestra tomada	Peso final (gr)
1	23.325	0.243	23.082
2	7.601	0.187	7.614
3	4.923	0.150	4.773
4	5.947	0.147	5.800

En las tablas 9 y 10, se presentan los volúmenes de ácido nítrico y ácido oxálico utilizados en los procesos de disolución con ácido nítrico y precipitación, respectivamente, así como los tiempos que duraron dichos procesos.

Tabla 9. Disolución con ácido nítrico.

Ataque con Ácido Nítrico					
Ensayo	Peso inicial (gr)	% Au inicial	Temperatura (°C)	Vol. (ml)	Tiempo (min)
1	23.082	34.586	150	180	45
2	7.614	19.652	150	100	35
3	4.773	20.834	150	100	35
4	5.800	24.027	150	100	35

Se usó ácido nítrico en exceso al realizar los ataques para lograr una buena eficiencia, es decir, disolver toda la plata y el cobre que pudiera contener la muestra.

Tabla 10. Precipitación con ácido oxálico.

Precipitación con ácido oxálico.			
Ensayo	Temperatura (°C)	Vol. (ml)	Tiempo (min)
1	150	100	60
2	150	100	45
3	150	100	40
4	150	100	45

Al igual que en el caso anterior, en este paso se utilizó un exceso de ácido oxálico para comprobar que todo el oro había precipitado.

En la tabla 11 se presentan los resultados de disolución de oro con agua regia:

Tabla 11. Disolución con Agua Regia.

Ensayos								
Ensayo	Peso inicial (gr)	% Au inicial	Temperat. (°C)	Vol. Agua Regia (ml)	Tiempo (min)	Peso final (gr)	% Au final	% recup.
1	23.082	34.586	150	40	60	6.7498	100	84.55
2	7.614	19.652	150	30	35	1.4735	100	98.48
3	4.773	20.834	150	40	35	1.0976	100	95.71
4	5.800	24.027	150	30	35	1.1742	100	97.18

Las variables respuestas son el porcentaje de recuperación y la pureza obtenida en los cuatro ensayos.

En los datos de la tabla 11, puede apreciarse que en el primer ensayo el porcentaje de recuperación fue bastante bajo respecto a los otros ensayos, esto se debió a que durante el proceso de fundición para encuartar con cobre, parte del material quedo adherido al crisol (Se usó un crisol de arcilla. Lo recomendado es usar crisoles de grafito). A través de análisis gravimétricos realizados al crisol (previamente pulverizado para poder ser analizado), se comprobó que ahí se encontraba el oro faltante, 0.9973gr.

En total había 2037gr de crisol pulverizado. Se tomaron seis muestras de 30gr cada una para realizar los análisis. Los resultados se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 12. Resultados de análisis de oro en crisol pulverizado

Análisis de crisol	
Muestra	Au encontrado (mg)
1	15.312
2	13.118
3	15.404
4	15.552
5	13.630
6	15.114

Promedio = 14.688 mg / 30gr de muestra

$$2037 \text{ gr} * \frac{0.014688 \text{ gr}}{30 \text{ gr}} = 0.9973 \text{ gr}$$

d. Resultados de Análisis de oro Refinado.

Se pesaron las muestras de oro refinado y oro certificado (estándar) y se multiplicaron por 2.5, siendo el resultado el peso de la plata y este se multiplico por 0.05 (5%), siendo el resultado el peso del cobre, ya que para hacer este análisis se encuarta con estos dos elementos, cobre y plata.

Tabla 13. Pesos de Au, Ag y Cu para análisis de oro refinado

Pesos de Au, Ag y Cu			
Muestra / Estándar	Au	Ag encuartada	Cu encuartado
Muestra 1	150.162	375.405	18.280
Estándar 1	150.170	375.692	18.506
Muestra 2	150.156	375.780	18.356
Estándar 2	150.172	375.730	18.308
Muestra 3	150.148	375.656	18.336

Después se procedió a copelar las muestras y los estándares. Luego de copelar se procedió al ataque con el ácido nítrico al 25%, 40% y 67%. Los resultados se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 14. Pesos de Botón Copelado y oro partido en análisis de oro refinado.

Pesos de Botón Copelado y oro partido			
Muestra	Au (mg)	Peso Botón Copelado (mg)	Peso Oro partido (mg)
Muestra 1	150.162	524.464	150.474
Estándar 1	150.170	524.838	150.480
Muestra 2	150.156	526.960	150.282
Estándar 2	150.172	524.568	150.292
Muestra 3	150.148	524.756	150.678

A partir de estos datos se calcularon las purezas del oro refinado:

$$\begin{aligned} \text{Muestra 1: } & 150.474 - 150.162 = 0.312 \rightarrow \frac{150.474 - 0.312}{150.162} * 100\% = 100\% \\ \text{Estándar 1: } & 150.480 - 150.170 = 0.31 \rightarrow \frac{150.480 - 0.31}{150.170} * 100\% = 100\% \\ \text{Muestra 2: } & 150.280 - 150.156 = 0.124 \rightarrow \frac{150.280 - 0.124}{150.156} * 100\% = 100\% \\ \text{Estándar 2: } & 150.292 - 150.172 = 0.12 \rightarrow \frac{150.292 - 0.12}{150.172} * 100\% = 99.92\% \\ \text{Muestra 3: } & 150.678 - 150.148 = 0.52 \rightarrow \frac{150.678 - 0.53}{150.148} * 100\% = 100\% \end{aligned}$$

Como puede observarse existe un promedio de 100% de pureza alcanzada.

e. Comparación de resultados con otras experiencias.

En la bibliografía consultada se encontraron los siguientes datos de porcentajes de recuperación, y se compararon con los presentados en este trabajo. Dichos datos corresponden a experimentos realizados a nivel de laboratorio, y en los cuales se utilizó ácido oxálico como reactivo precipitante. No se hallaron datos de análisis de pureza, por lo que estos no pudieron ser comparados

Tabla 15. Comparación con otras experiencias

Ensayo	% Recuperación		
	Trabajo	Ref. 1	Ref. 2
1	84.55	99.54	95.70
2	98.48	99.59	96.54
3	95.71	99.49	96.89
4	97.18	99.44	96.75
Promedio	93.98	99.51	96.47

El promedio del porcentaje de recuperación alcanzado en este trabajo es del 93.98, bastante bajo en comparación con otros trabajos, lo cual se debe a que en uno de los procesos se perdió muestra durante la encuartación, de lo contrario se hubiera alcanzado aproximadamente un 97.13%

Las referencias 1 y 2 corresponden a datos presentados por Ponce Sánchez, Miguel Ángel, y Carol Elizabeth Barrientos Rojas, respectivamente (ver bibliografía)

f. Resultados de análisis de plata.

Tabla 16. Resultados de Análisis Plata

Resultados de Análisis Plata						
Pesos (mg)	Muestra 1		Estándar		Muestra 2	
	mg	%	mg	%	mg	%
Muestra	401.638		402.96		402.466	
PBC	368.304		395.754		368.942	
Au	0	0	0	0	0	0
Ag	368.304	91.700	395.754	98.212	368.942	91.670
Impurezas	33.334	8.300	7.206	1.788	33.524	8.330
Total		100		100		100

De los datos de la tabla anterior se estimó que la plata recuperada tiene un promedio de 93.86% de pureza.

VI. CONCLUSIONES

Los resultados alcanzados en las pruebas experimentales permiten plantear las siguientes conclusiones:

Técnicamente es posible refinar oro por el método de agua regia, usando ácido oxálico como reactivo precipitante. Este método es simple de ejecutar, controlar y evaluar; y tiene una eficiencia de aproximadamente 99.99%. Además resulta económico cualitativamente hablando, ya que la empresa cuenta con todos los reactivos, equipos y materiales para realizar el proceso, y no es necesario realizar inversión alguna.

La precipitación es el proceso más simple y efectivo para la recuperación de oro, sobre todo de disoluciones en las que el oro es el metal predominante en la disolución. La extracción con disolventes está favorecida cuando el proceso intenta, a su vez, recuperar otros metales preciosos mediante este mismo procedimiento. Se logró 93.86% de pureza en la plata final, algo muy bueno para la recuperación rápida de un pequeño producto secundario.

Se logró determinar que el método de refinación por agua regia es uno de los procesos más asequibles para la pequeña y mediana minería debido a que permite la separación del oro sin grandes complicaciones y no exige demasiados equipos.

Se observó que la variación de volumen de agua regia no afecta mucho el tiempo de disolución del oro. En cuanto a la pureza, el volumen tampoco afecta, lo que se puede corroborar con los resultados de los análisis realizados, donde se estimó un 100% de pureza del oro refinado.

El método de refinación con agua regia presenta ventajas como: Posibilidad de tratar pequeñas cantidades de material; Alta selectividad y alto grado de separación en las reacciones químicas; Alta pureza de los productos; Fácil control y optimización.

Se compararon los datos obtenidos de porcentaje de recuperación con otras experiencias en las que se ha trabajado con ácido oxálico, y se determinó que en este trabajo se obtuvieron muy buenos resultados ya que los porcentajes logrados superan el 90%, habiendo una media de 93.98% de recuperación.

VII. RECOMENDACIONES

El proyecto de investigación culminado hasta esta etapa, deja abiertas múltiples líneas de investigación, como la optimización de los parámetros de operación del proceso.

Se recomienda en trabajos futuros a nivel de laboratorio e industrial, experimentar con otros reactivos precipitantes como sulfato ferroso o meta bisulfito de sodio.

Se recomienda además de incluir otros precipitantes una evaluación ambiental del método realizado, para considerar la disminución de riesgos que pueda representar dicho método, ya que este proceso genera bastantes residuos tóxicos tanto para el medio ambiente como para la salud de las personas.

También se recomienda que en evaluaciones futuras se realice un análisis económico cuantitativo, para determinar la rentabilidad del proceso a nivel del laboratorio e industrial.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

Alguacil, F.J. El Refino del Oro, Centro de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid, España 1994.

Arias Arce, Vladimir. Tecnología de Refinación de los Metales Preciosos. 1ra. Edición, Editorial San Marcos, Lima, Perú. 1996.

Carol Elizabeth Barrientos Rojas, Evaluación de dos métodos de recuperación y refinación de los metales preciosos a nivel de laboratorio a partir de los desperdicios con alto contenido de oro, Guatemala, octubre de 2003.

Elementos de la tabla periódica. Recuperado el 13 de agosto de 2013, de <http://www.lenntech.es/periodica/elementos/au.html>

José Echeverría, Luis Serrano, Estudio experimental del proceso de refinación de oro con ácido nítrico utilizado en los talleres de Bucaramanga, Bucaramanga, Colombia 2004.

La minería en Perú. Recuperado el 13 de agosto de 2013, de <http://www.orfebres.cl/images/libro%20proyec/Plata%20del%20Peru.pdf>

Metalurgia. Recuperado el 13 de agosto de 2013, de http://pdf.rincondelvago.com/metalurgia_6.html

Misari Ch., Sergio. Metalurgia del Oro. CEPECT, Lima, Perú. 1994.

Palacios C. S., Lixiviación de Menas Auríferas con Sales Oxidantes en Medio Ácido (Proceso Severo), Lima, Perú. 1994.

Ponce Sánchez, Miguel Ángel, “Investigación Comparativa de los Métodos Clásicos de Refinación de Oro en Eficiencia y Costos, Proceso Agua Regia, Proceso Ácido Nítrico, Proceso Agua Regia sin encuarte, Proceso Outokumpu Modificado, para pequeñas Refinerías de Oro”, Lima, Perú 2005.

Propiedades del oro. Recuperado el 13 de agosto de 2013, de <http://www.arqhys.com/construccion/oro-propiedades.html>

IX. ANEXOS

A- Glosario

- Doré. También llamado Bullión. Barra metálica obtenida luego del proceso de fundición. Estando compuesta en un mayor porcentaje por oro y plata.
- Escorias: Residuo sólido de aspecto y comportamiento vidrioso compuesto por boratos y silicatos. Es el desecho de la fundición que se separa del metal por su menor peso específico.
- Fundentes. Compuestos químicos utilizados con la finalidad de bajar el punto de fusión y oxidar los metales no nobles en el proceso de fundición.
- Fundición. Proceso de fusión del precipitado a alta temperatura, 1100°C
- Oro Fino. Es el oro que ensaya 99.95% o más partes. También llamado como oro de 24 Quilates.
- Oro Refinado. Es el oro liberado de sus impurezas.
- Precipitado. También conocido como cemento, mezcla sólida de elementos metálicos valiosos y no metálicos, obtenidos luego de un proceso de precipitación y filtración. (Au, Ag, Zn, Pb, Cu, Fe, SiO₂)
- Precipitación. Proceso que consiste en recuperar el oro disuelto en una solución acuosa, en forma sólida, mediante la intervención de un agente reductor.
- Agua regia. Mezcla de ácido nítrico con ácido clorhídrico y tiene la propiedad de disolver al oro.
- Encuartar. Reducir a la cuarta parte el contenido de oro en la muestra.
- Refinar. Hacer más fina o más pura una cosa, separando las impurezas.
- Cementación: Consiste en introducir en la disolución que contiene el ion metálico que se quiere reducir un metal menos noble que él, lo que da lugar a la descarga de los iones y separación del metal.

B- Riesgos y su prevención

Las precauciones consisten en una formación adecuada, equipo de protección personal (EPP) apropiado (p. ej., cascos, calzado de seguridad, guantes de trabajo y ropas protectoras).

Calor: Las enfermedades por estrés térmico, tales como el golpe de calor, constituyen un riesgo común debido principalmente a la radiación infrarroja procedente de los hornos y el metal en fusión.

La prevención de las enfermedades producidas por el calor puede consistir en refrigeración puntual, cabinas cerradas y provistas de aire acondicionado, ropas protectoras contra el calor y trajes refrigerados por aire, que proporcionen tiempo suficiente para la aclimatación, pausas de descanso en zonas refrigeradas y un suministro adecuado de bebidas para beber con frecuencia.

Riesgos químicos: Durante las operaciones de fusión y afino puede producirse exposición a una gran variedad de polvos, humos, gases y otras sustancias químicas peligrosas. Durante las operaciones de fusión, los humos metálicos pueden constituir un problema importante.

Las emisiones de polvo y humos pueden controlarse mediante la protección respiratoria. Muchas operaciones de fundición implican la producción de grandes cantidades de dióxido de azufre procedentes de los minerales sulfurados y de monóxido de carbono de los procesos de combustión. Son esenciales la ventilación de dilución y la ventilación por extracción local (VEL).

Otros riesgos: El deslumbramiento y la radiación infrarroja producidos por los hornos y el metal en fusión, pueden provocar lesiones oculares, incluso cataratas. Deben usarse gafas de montura ajustada y pantallas faciales. Los niveles altos de radiación infrarroja también pueden ocasionar quemaduras en la piel a menos que se utilicen ropas protectoras.

C- Procedimientos

1- Preparación de soluciones

- a. Solución de agua regia: Mezclar 3 volúmenes de ácido clorhídrico al 37% con un volumen de ácido nítrico al 70%.
- b. Solución de cloruro estannoso: Disuelva 56 g de cloruro de estaño (II) dihidratado ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 100 ml de ácido clorhídrico (p.e.1.19) y diluir con agua a 1 litro.
- c. Solución saturada de Acido oxálico: Disolver 6.3 g de ácido oxálico en agua para obtener 100 ml.
- d. Solución de HNO_3 al 25% (1:3).
 - Medir exactamente en una probeta 250ml de HNO_3 .
 - Transferir a un frasco volumétrico que contenga 500ml de agua destilada y después completar a 1000.0 ml.
 - Etiquetar.
- e. Solución de HNO_3 al 40% (2:1).
 - Medir exactamente en una probeta 500.0 ml de HNO_3 .
 - Transferir a un frasco volumétrico que contenga 600ml de agua destilada y completar 1000.0 ml.
 - Etiquetar.
- f. Solución de HNO_3 al 67% (3:1).
 - Medir exactamente en una probeta 670ml de HNO_3 .
 - Transferir a un frasco volumétrico que contenga 330ml de agua destilada y completar 1000.0 ml.
 - Etiquetar.

2- Análisis preliminar de oro.

La prueba aproximativa tiene como meta determinar la ley aproximada en oro, plata y metales comunes, a fin de constituir pruebas comparativas y corregir las eventuales pérdidas o ganancias durante la copelación.

- a. Se calentó la muestra por 3 minutos a 900°C
- b. Luego se lamino la muestra y se cortó en pedacitos para facilitar la pesada.
- c. Se peso la muestra, por triplicado. Se anota exactamente el peso con tres cifras decimales significativas.
- d. Se adiciono tres veces el peso de muestra en plata pura al 99.9 %, con el fin de asegurar una buena partición de la plata.

Es imperativo respetar las proporciones de plata a añadir. Si la cantidad es demasiado débil, la disolución de la plata añadida así como la contenida en el botón no será completa, provocando luego una “sobrecarga”. Una cantidad demasiado importante de plata favorece la fragmentación del oro, que provoca, en las manipulaciones, una pérdida del metal.

- e. Se introdujo la muestra en un cartucho de plomo y se copelo a 920°C por veinticinco minutos.
- f. Seguidamente se dejó enfriar y se limpió el botón copelado en la parte inferior con una brocha o cepillo metálico, se martilla sobre un yunque para luego pesar el botón copelado.

Después del enfriamiento, se quitan los botones de las copelas y se cepillan a fin de eliminar las partículas de la copela. Se aplanan el botón, en una sola dirección si es posible, formando un pedazo, por medio de un tas y un martillo con superficies perfectamente pulidas, hasta conseguir una lengüeta de 2cm de longitud y de 2 mm aproximadamente de espesor.

- g. Se calentó el botón a 900°C durante 3 minutos.
- h. Se lamino el botón por un laminador de rodillos, previo calentamiento.

Antes de la operación de laminado, la lengüeta se cocerá de nuevo hasta enrojecer, a fin de dar a la aleación su maleabilidad. Se debe evitar adelgazar mucho la cinta o romperla de modo que el oro al partir quede en una pieza para que sea fácil su lavado y posterior pesaje.

- i. Después de haber sido laminado el botón, las lengüetas obtenidas se enrollan entre el pulgar y el índice en forma de corneta, y luego se calientan a 900°C por tres minutos.
- j. Se procedió a la disolución con HNO₃. Las cornetas preparadas como acabamos de explicarlo, están ahora listas para la separación del oro y de la plata por tratamiento ácido. Esto se hizo colocando en un crisol de 30.0 ml para partir la Ag, este tratamiento con ácido se realiza en tres etapas, y en caliente.

Primeramente se trató con una solución de HNO₃ con una relación de 25%, posteriormente con una solución preparada de 40% y por último con una solución preparada al 67%. Los dos primeros ataques se realizaron durante 40 minutos y el tercer ataque durante una hora. Después de cada ataque la solución ácida es cuidadosamente decantada en una cuba de recuperación de la plata.

- k. Después de la última decantación se lavó una vez con agua destilada, luego se agregó agua destilada y se dejó en la plancha eléctrica durante 30 minutos.
- l. Se decantó el agua y se puso a secar en la plancha eléctrica por un minuto.
- m. Se calentó a 900°C durante 3 minutos.

La corneta esponjosa conseguida después de la disolución es normalmente en forma alotrópica inestable. El hecho de recocerlo, le vuelve su color amarillo característico.

- n. Se pesó el oro
- o. Después se sacaron los porcentajes de Oro, Plata e impurezas.

3- Refinación de oro por el método de agua regia

Se han considerado la ejecución de 4 experimentos. Las materias implicadas en estos procesos son, ácidos fuertes y producen gases y soluciones acres que pueden quemar y manchar la piel. Materias muy valiosas se implican también y tiene sentido tener el equipo y los procedimientos especiales para evitar pérdidas, este trabajo se hizo en una campana de extracción.

Mientras no haya problema en la seguridad personal, el problema será el derrame de la solución de oro, por lo que es importante usar materiales en buen estado. Los contenedores para esto son normalmente de vidrio y pueden romperse causando grandes pérdidas. Una vez tomadas todas las medidas de seguridad se procede con el proceso:

1. Recepción, pesado

En esta etapa se tomó el peso inicial del material a refinar.

Uno de los materiales para ser utilizado en la experimentación facilitado por Desminic. S.A. se encontraba en forma de cemento, por lo que fue necesario procesarlo hasta obtener un dore. Para ello se siguieron los siguientes pasos:

- a. Se pesó el material (10gr de cemento)
- b. Luego se fundió por una hora a 1200°C
- c. Se dejó enfriar por 15 minutos y luego se eliminó la escoria.
- d. Seguidamente se copelo (por una hora a 920°C) el regulo obtenido en la fundición.
- e. Después de peso el botón copelado dando un resultado de 5932.47mg equivalente a 5.94gr.

2. Análisis

En esta etapa se tomó la primera muestra de material para su posterior análisis y determinación de la cantidad de oro, plata e impurezas presentes. Dicho análisis permite saber si es necesario encuartar o no el material antes de atacar con el ácido nítrico.

3. Encuartación

El proceso de encuartación consiste en obtener una aleación con contenido de oro de 1:3 con relación a la plata o cobre, para facilitar el ataque de las impurezas o metales no deseados en el material a refinar, pues de no realizarse

éstas quedarían “encapsuladas” dentro de las redes de átomos de oro y no serían disueltas.

Según los análisis preliminares y los cálculos de la relación Ag vs Au realizados, solamente el primer material a refinar necesito ser encuartado. El encuarte se realizó con 12.83gr de cobre.

4. Lixiviación y disolución

El proceso es de refinación química convencional y tiene por objetivo la obtención de oro y la plata con una pureza mayor a 99 %.

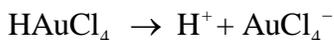
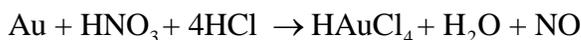
a. Ataque con ácido nítrico.

El “Oro verde” tiene un contenido alto de plata y resiste la disolución a causa de la formación de cloruro de plata que cubre la superficie. La plata debe separarse previamente para permitir que el agua regia trabaje. El principal inconveniente que se puede presentar es la plata, si este sobrepasa determinados porcentajes, se queda adherida al oro, formando una barrera entre el ácido y el oro que impide que el agua regia ataque a éste último. Por lo tanto primero se ataca con HNO_3 para eliminar la plata y cobre en forma de nitratos. Para ello se siguieron los siguientes pasos:

- Se colocó el material a refinar en un Beaker y se añadió ácido nítrico concentrado, inmediatamente se produjo una reacción violenta, con gran desprendimiento de vapores rojos, nitrosos, cuando ya no se producían vapores rojos, ceso el ataque y el ácido antes incoloro y transparente había tomado un fuerte color verde/azulado.
- Se dejó enfriar y se eliminó el ácido, por decantación, cuidando que junto con el mismo, no se fueran partículas de oro.
- Se volvió a colocar el material de vidrio junto con el oro en la plancha de ataque y nuevamente se añadió ácido nítrico puro.
- Se dejó hervir hasta que ceso el desprendimiento de vapores rojos y se dejó enfriar. Estas operaciones se fueron repitiendo hasta que al renovar el ácido ya no había desprendimiento de gases y el ácido no cambiaba de color. Cuando el ácido nítrico hirviendo no ataca ni cambia de color se considera que todo lo que no sea oro ha quedado disuelto y que lo que queda en el material de vidrio, unas partículas de color marrón oscuro, es oro fino.
- Se lavó con agua destilada caliente por tres veces.

b. Disolución con agua regia.

En este caso se trata de disolver el oro, junto con otros metales que puedan contener, separarlo por filtración de los metales que no se disuelven, como por ejemplo la plata y, finalmente, se precipita selectivamente solo el oro quedando el resto de metales en solución. A continuación se pasa a describir esta disolución:



El cloruro de oro ($[\text{AuCl}_4]^-$) se forma cuando el agua regia hace digestión al oro. El cloruro de oro tiene propiedades fotoquímicas semejantes a las propiedades de las sales de plata usado en la fotografía. Cantidades muy diminutas de esta solución mancharán la piel. Cualquier trabajo con esta solución de oro da como resultado casi siempre manos manchadas de un púrpura oscuro. La mancha sólo aparece horas después del contacto, pero no es peligroso.

Esta y muchas de las operaciones descritas aquí se llevan a cabo bajo una campana de extracción de vapores.

La práctica preferida es agregar el agua regia al lote en dos o tres adiciones separadas. Cerca de tres cuartos de la cantidad de agua regia es agregado y la mezcla se mantiene por algún tiempo. La agitación ocasional es buena para acelerar la reacción.

Suficiente agua regia se debe agregar para disolver todo el oro. Sin embargo el exceso de agua regia que se requiere para lograrlo luego tiene que ser removido ya que se debe evitar que queden excesos.

La reacción va más despacio también cerca del fin a causa de la cantidad presente de lodo fino que tiende a restringir el contacto entre el oro insoluble y el agua regia, así que la agitación frecuente es útil.

La reacción del agua regia con los metales produce óxidos de nitrógeno. Algunos de estos son de color marrón rojizo en color, otros son incoloros, pero toman oxígeno tan pronto como alcanzan el aire y luego se vuelven de color marrón rojizo estos humos son acres, asfixiantes y extremadamente tóxicos.

La reacción termina hasta que la adición de agua regia no produce ninguna reacción, es decir, los humos de color marrón y burbujeante.

El agua regia no se debe calentar hasta que hierva para evitar pérdidas de oro por derrames y salpicaduras.

A continuación se pasa a describir esta disolución:

- Se colocó el material a refinar en un Beaker y se añadió agua regia. A continuación, se calentó (sin hervir). Se evitó la inhalación de los humos emitidos por el ácido. La plata se precipitó en forma de cloruro de plata, la mezcla se volvió de color marrón. Se dejó enfriar por lo menos una hora antes de filtrar el ácido. La razón para enfriarse es que el cloruro de plata, aunque bastante insoluble en el agua, es levemente soluble en ácidos fuertes y esta solubilidad disminuye en ácidos fríos.

5. Filtrado

El agua regia ahora contiene varios cloruros de metal en la solución y el cloruro insoluble de plata así como también mucha materia no deseada en el sedimento, y esta mezcla se deben enfriar y luego ser filtrada. El proceso realizado fue:

Se filtró el ácido a través de un embudo con filtro para eliminar el cloruro de plata y cualquier partícula mineral indeseable, que pudiera contaminar el oro, y se vertió en otro recipiente. Se repitió hasta que el ácido adquirió un color verde esmeralda transparente.

El cloruro de plata es algo soluble en ácidos fuertes pero menos en soluciones bastante diluidas. También es buena práctica agregar un poco de ácido sulfúrico al recipiente de la disolución antes de filtrar. Cuando hay plomo en la solución (como acontece ocasionalmente, en forma de nitrato de plomo, soluble en el agua pero menos en ácido nítrico) se hace muy difícil de filtrar porque es una materia gelatinosa. (Esto es también cierto para el estaño). Más del 0.005% de plomo produce oro quebradizo.

El cloruro de plata es una materia muy insoluble y si está presenta en cantidades quizás más del 8-12 %, forma una superficie de cloruro de plata en el oro y detiene bastante efectivamente la disolución.

Todos los sólidos se deben lavar en el filtro con un poco de agua destilada. Cuando el filtrado es completo el papel y el lodo deben ser lavados repetidamente con pequeñas cantidades de agua destilada. El papel del filtro ahora contiene la materia no deseada y también el cloruro de plata.

El líquido filtrado es de color amarillento, debido al oro. Si estuvieran presentes níquel y cobre, sería verde claro. Si el trabajo de filtrado fue bien lento, la presencia del plomo es una posibilidad, y si porcentajes fraccionarios de plomo atraviesan el final y estos se funden, el oro será quebradizo.

6. Eliminación del ácido nítrico

El exceso de agua regia que se agregó para asegurar la solución completa de todo el oro es, debe ser eliminado para permitir que el oro sea precipitado. Si el ácido nítrico no se neutraliza no decantará el oro.

Se utilizó el procedimiento clásico para la eliminación del ácido nítrico, que es evaporando repetidamente a la sequedad cercana. Esto es un proceso largo y requirió de bastante paciencia.

7. Precipitación del Oro

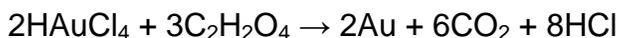
- La solución obtenida anteriormente se calentó a 150°C para en seguida precipitar el oro.
- Se precipito el oro, añadiendo lentamente (para prevenir derrames y salpicaduras) una solución de reactivo precipitante, acido oxálico. Se agito la solución para acelerar la reacción. El ácido cambio a un color oscuro marrón. Las partículas de oro se formaron en el agua. Se esperaron 30 minutos, luego se probó el ácido por cualquier presencia de oro disuelto, añadiendo más precipitante.
- Se verifico si la precipitación ha sido completa, para ello se dejó sedimentar unos minutos y se realizó la prueba de Púrpura de Cassius.

El método clásico de reducir el cloruro de oro en la solución al oro sólido es añadir acido oxálico a la solución, una sustancia química barata. La precipitación de oro se puede ver como una 'nube' de partículas en la solución. La solución será más clara y notablemente menos amarillenta. Esto es porque el cloruro de oro amarillo se va.

La precipitación del oro de la filtración de una solución clara se llama químicamente reducción. La reducción es químicamente lo contrario de la oxidación que es lo que el agua regia hizo primero. El punto final es determinado exactamente por una prueba para la presencia de oro disuelto.

La prueba del cloruro estannoso se hace mojando un vidrio o la varilla plástica con la solución que va a ser probada y pasando el extremo de la varilla sobre una toalla de papel. Si hay oro presente habrá un cambio pronto a un color purpura oscuro. Un oscurecimiento leve indica algo de oro. Si no hay oro no habrá otro cambio que no sea la dilución mutua de los dos líquidos.

La reacción de reducción es:



8. Sedimentado, decantado

El oro precipitado se deja sedimentarse, la solución ya sin oro, se filtra antes de ser depositado en un recipiente y enfriar. Cuando la solución está suficientemente fría, se procede a retirar la solución, cuidando que el precipitado depositado en el fondo del tanque no sea movido, ese es el oro.

Cuando se desea eliminar el oro de la solución se debe dejar reposar, preferiblemente toda la noche. Aunque el oro es pesado y la mayoría de lo que está se asienta rápidamente, algunas partículas son muy pequeñas y requieren tiempo para ir al fondo.

Antes de hacer cualquier filtración la solución se prueba otra vez con cloruro estannoso para estar seguro de que no hay oro en la solución. En el interés de reducir el tiempo y la agravación de muchos filtrados, la porción superior clara de la solución se puede decantar y sólo las pocas pulgadas cerca del fondo se ponen en el filtro.

9. Filtración y lavado del Precipitado

El precipitado se filtró sin dejar de enfriar del todo y se lavó por cuatro veces en el mismo filtro con agua destilada hasta eliminar los restos de ácido oxálico.

10. Secado

El oro precipitado fue retirado del filtro y puesto a secar. Se realiza el secado en una mufla a 900°C por espacio de 1 hora.

11. Fundición y muestreo

El precipitado fue colocado conjuntamente un poco de fundente en un crisol de arcilla (lo recomendable es que el crisol sea de grafito). La escoria se separó fácilmente cuando fue enfriado añadiendo HCl.

Los crisoles de fundición deben secarse completamente antes de ser calentados en el horno de fundición. Si no secó apropiadamente, el crisol a menudo se desintegra explosivamente en el horno.

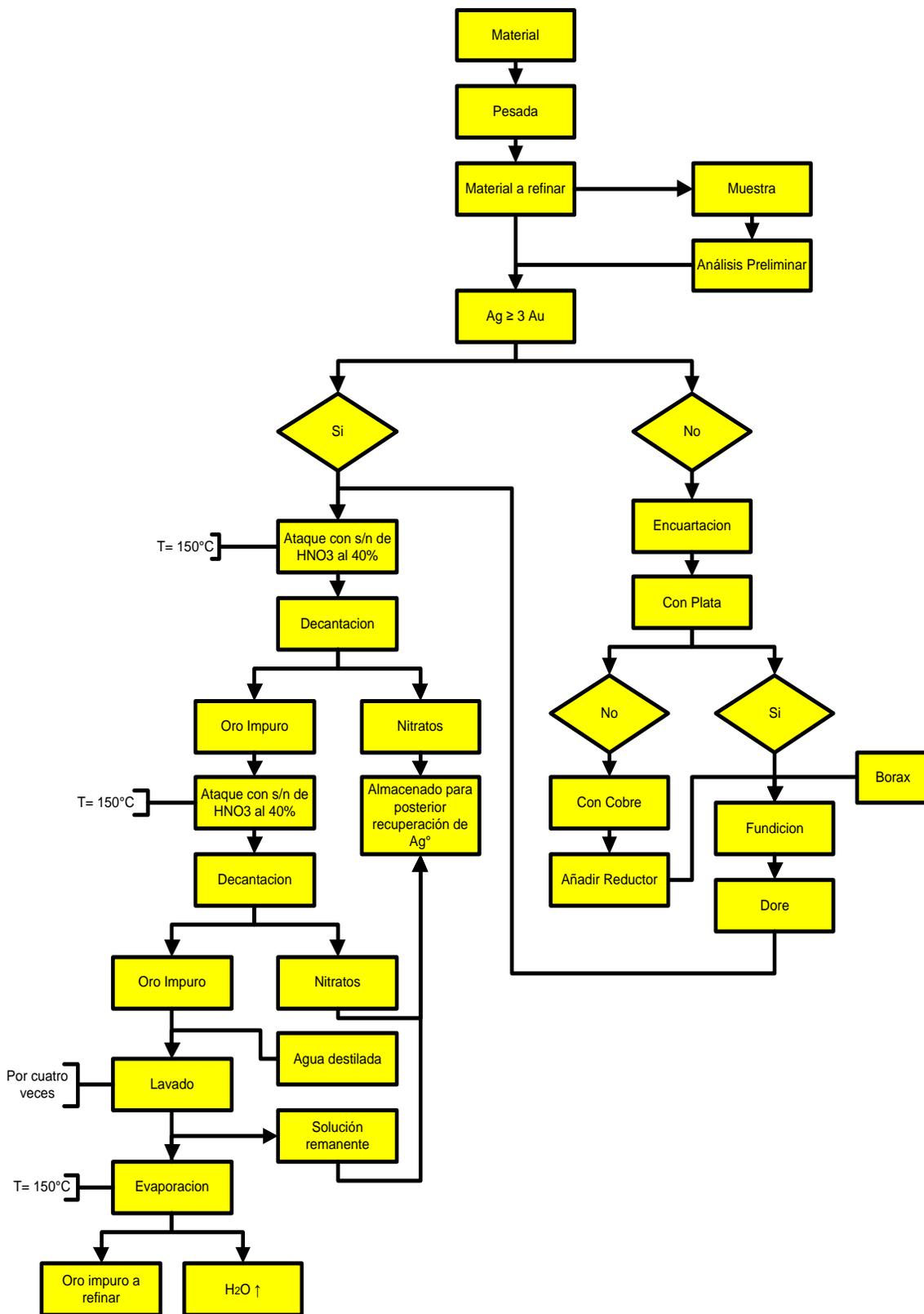


Figura 6. Diagrama general de refinación de oro por el método de agua regia (Parte A).

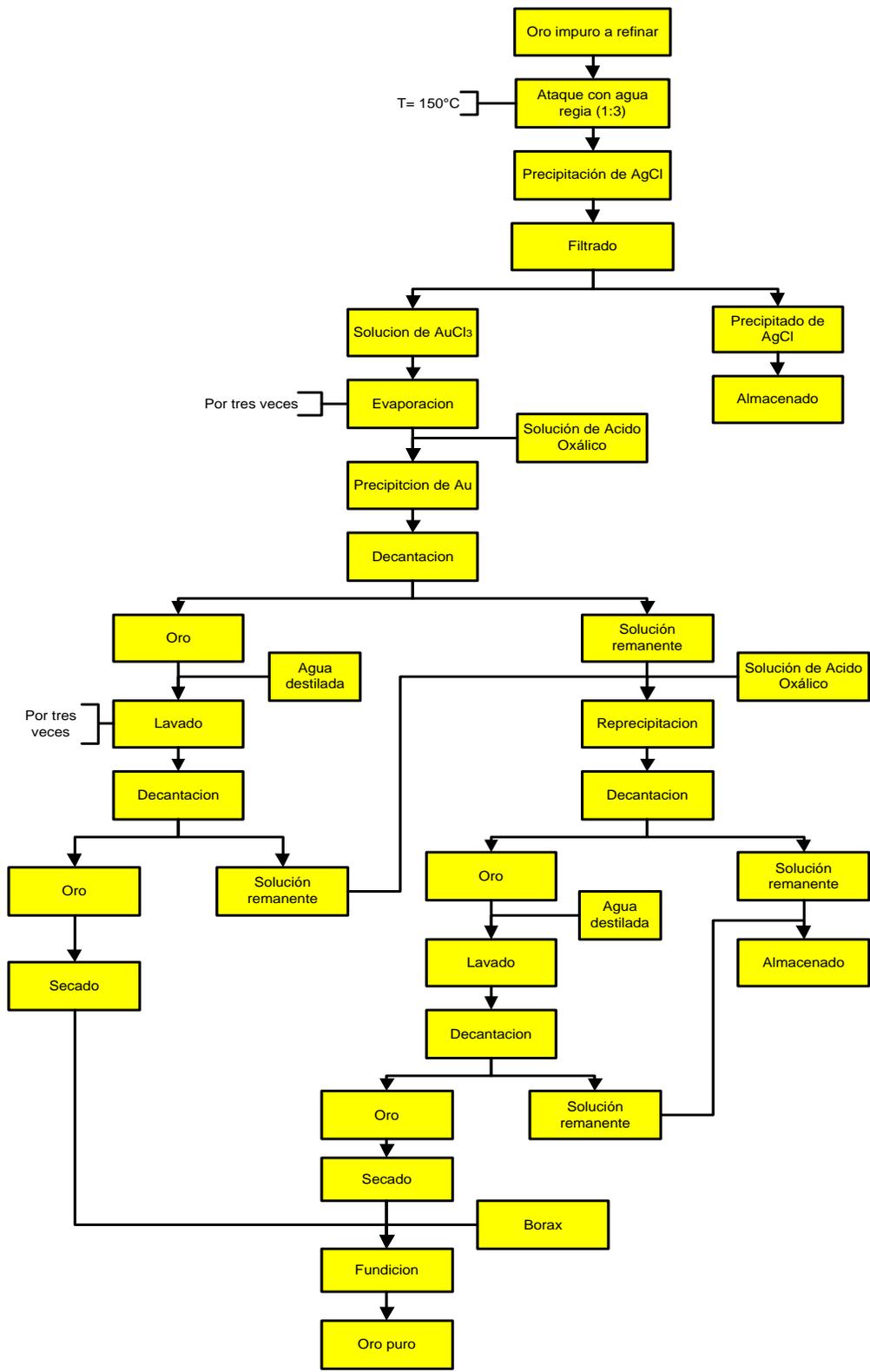


Figura 7. Diagrama general de refinación de oro por el método de agua regia (Parte B)

4- Análisis de oro refinado según Normas ASTM E1335-08

Este método de ensayo trata sobre el análisis de copelación oro en el oro refinado grado 99.5 (Método de Prueba C, Normas ASTM 1335-08).

Resumen del método: Se pesó la muestra, y la plata y el cobre fueron añadidos. Las muestras se envolvieron en láminas de plomo y se copelaron para eliminar los metales básicos, y luego se separaron en HNO_3 . El oro insoluble se pesó para determinar el contenido de oro. Pruebas estándares se utilizaron para la corrección sistemática de errores gravimétricos.

➤ Preparación de Prueba Estándar

- a) Se prepararon dos estándares de prueba, cada uno de oro certificado que contiene, plata y cobre, de acuerdo a lo especificado en las normas:
 1. Oro- Se pesaron $497.5 \text{ mg} \pm 0.5 \text{ mg}$ de oro y se usó este peso para calcular la corrección de la prueba.
 2. Plata- Se pesaron $1,250 \text{ mg} \pm 10 \text{ mg}$ de plata.
 3. Cobre- Se pesaron $20 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ de cobre.
 4. Se envolvió cada prueba en lámina de plomo y se procedió a copelar.
 5. Se copelaron los estándares de prueba, junto con la prueba.

➤ Procedimiento

- a) Prueba Corregida Ensayo: es el ensayo final para la incorporación de las correcciones de las posibles pérdidas o ganancias materiales.
- b) Prueba de Preparación de la muestra:

Se pesaron tres muestras de ensayo $500 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ a más cercana 0.002 mg . Se añadieron $1,250 \text{ mg}$ de plata, y 20 mg de metal de cobre a cada muestra. Se envolvió cada muestra más la plata y cobre en una lámina de plomo de 2.5 gr .

c) Copelación:

1. Se colocaron los paquetes de plomo que contienen las muestras de ensayo y las normas de ensayo en un horno, en copelas que han sido precalentadas durante al menos 20 min a 920°C .
2. Después, a los 10 minutos de iniciada la copelación, se ajustó el flujo de aire a través del horno. La temperatura debe mantenerse lo suficientemente alta para evitar que el botón de "congelación" (la solidificación de litargirio fundido sobre la superficie del botón).
3. Se mantuvieron las copelas en el horno hasta que todos los restos de plomo desaparecieron, una vez terminada la copelación, 20 min . De vez en cuando al final de copelación, las perlas se visiblemente brillo o " flash.

" Esto se traduce por una liberación repentina del calor latente de la fusión como las de talón solidifican libres de plomo.

4. Se retiraron las muestras de ensayo y prueba de las cuentas copelas, se colocaron en el borde y se tocaron ligeramente con un martillo para aflojar cualquier material de las copelas adheridos. Se retiró el remanente de trazas de material de las copelas con un cepillo duro.

d) Forma:

1. Se acoplaron los botones copelados limpios sobre un yunque con un martillo.
2. Se recocieron a una temperatura de 700°C y se pasaron las perlas a través de un tren de laminación para formar una tira alargada alrededor de 0.005 cm a 0.01 cm de espesor.

e) Separación:

1. Se agregó HNO_3 (2 + 1) a un recipiente adecuado para partir y se llevó a ebullición (110°C) durante 40 min. Se eliminó el ácido y se enjuago con agua desionizada caliente.
2. Se agregó HNO_3 (1 + 2) y se llevó a ebullición (110°C) durante 40 min. Se lavó cuatro veces con agua desionizada caliente.
3. Se recocieron en crisoles de porcelana a 700°C. Se enfrió el oro y se pesaron con precisión de 0.002 mg.

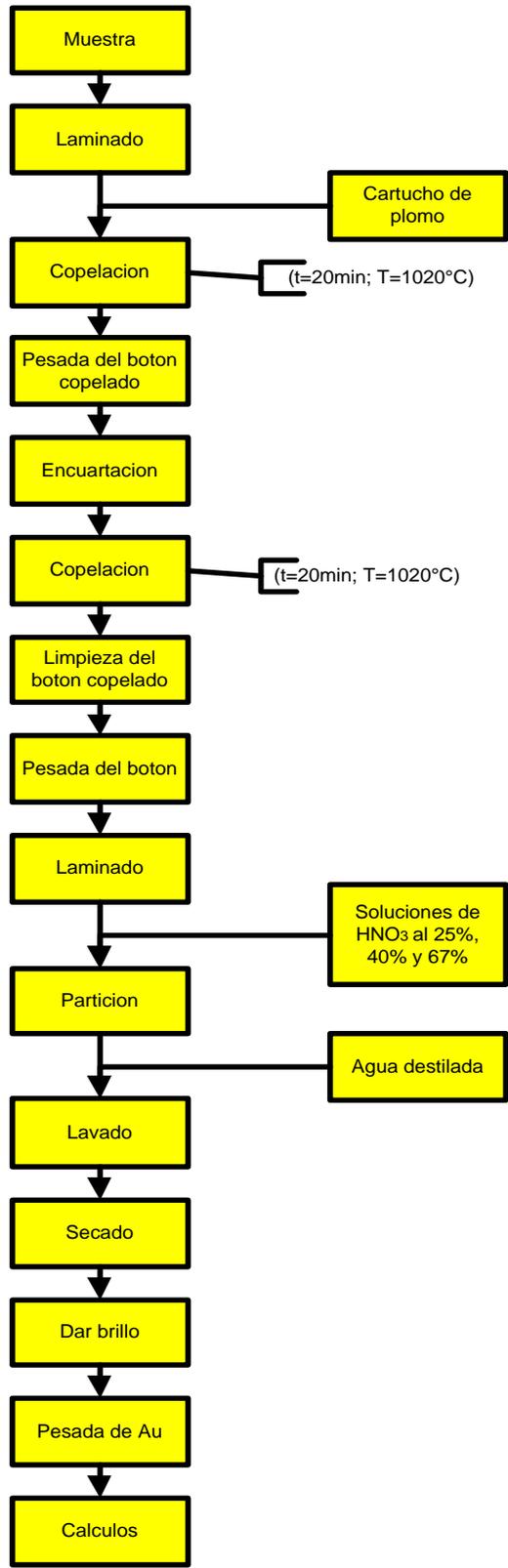


Figura 8. Diagrama de análisis preliminar.

5- Cálculos

A continuación se presenta la muestra de los cálculos realizados para la obtención de los resultados del presente proyecto, siempre se utilizan los datos para la primera muestra:

a. Análisis preliminar

1. Peso de muestra:	243.286 mg
2. Peso de Ag:	202.068 mg
3. Peso de Au + Ag antes de copelación:	445.354 mg
4. Peso botón copelado (PBC):	423.332 mg
5. Peso de impurezas:	22.022 mg
6. Peso Au partido:	84.144 mg
7. Peso de Ag:	137.12 mg

$$\% Au = \frac{\text{Peso Au partido}}{\text{Peso de la muestra}} * 100 \rightarrow \% Au = \frac{84.144}{243.286} * 100 = 34.58$$

$$\% Ag = \frac{\text{Peso de la muestra} - \text{peso de Au partido} - \text{peso impurezas}}{\text{Peso de la muestra}} * 100$$

$$\% Ag = \frac{243.286 - 84.144 - 22.022}{243.286} * 100 = 56.36$$

$$\% \text{Impurezas} = \frac{\text{Peso impurezas}}{\text{Peso de la muestra}} * 100 \rightarrow \% Au = \frac{22.022}{243.286} * 100 = 9.052$$

Tabla 17. Resultados de Análisis Preliminares

Resultados de Análisis Preliminares									
Muestra	Peso (mg)	Ag agregada (mg)	PBC (mg)	Impurezas		Au		Ag	
				Peso (mg)	%	Peso (mg)	%	Peso (mg)	%
1	243.286	202.068	423.332	22.022	9.052	84.144	34.586	137.12	56.362
2	187.424	187.722	346.344	28.802	15.367	36.832	19.652	121.79	64.981
3	147.352	147.442	274.134	20.660	14.021	30.700	20.834	95.992	65.145
4	150.264	149.344	293.762	5.846	3.890	36.104	24.027	108.314	72.082

b. Análisis de oro refinado

Cálculos para determinar el % de pureza de la muestra

- Peso muestra de Au 150.162 mg
- Peso de Ag encuartado 375.405 mg
- Peso Cu encuartado 18.280 mg
- Peso de Au + Ag + Cu antes de copelación 543.847 mg
- Peso de botón copelado 524.464
- Perdida en copelación 19.383
- Peso de Au partido 150.474

Tabla 18. Pesos de Botón Copelado y oro partido en análisis de oro refinado.

Pesos de Botón Copelado y oro partido			
Muestra	Au	Peso Botón Copelado	Peso Oro partido
Muestra 1	150.162	524.464	150.474mg
Estándar 1	150.170	524.838 mg	150.480mg
Muestra 2	150.156	526.960 mg	150.282mg
Estándar 2	150.172	524.568 mg	150.292mg
Muestra 3	150.148	524.756 mg	150.678mg

Se comprueba o se compara la pureza del oro dividiendo el menor entre el mayor.

$$\text{Muestra 1: } \frac{150.162}{150.474} = * 100\% = 99.79\%$$

$$\text{Estándar 1: } \frac{150.170}{150.480} = * 100\% = 99.79\%$$

$$\text{Muestra 2: } \frac{150.156}{150.280} = * 100\% = 99.91\%$$

$$\text{Estándar 2: } \frac{150.172}{150.292} = * 100\% = 99.92\%$$

$$\text{Muestra 3: } \frac{150.148}{150.678} = * 100\% = 99.64\%$$

Otra forma de calcular la pureza del oro es la siguiente:

$$\text{Muestra 1: } 150.474 - 150.162 = 0.312 \rightarrow \frac{150.474 - 0.312}{150.162} * 100\% = 100\%$$

$$\text{Estándar 1: } 150.480 - 150.170 = 0.31 \rightarrow \frac{150.480 - 0.31}{150.170} * 100\% = 100\%$$

$$\text{Muestra 2: } 150.280 - 150.156 = 0.124 \rightarrow \frac{150.280 - 0.124}{150.156} * 100\% = 100\%$$

$$\text{Estándar 2: } 150.292 - 150.172 = 0.12 \rightarrow \frac{150.292 - 0.12}{150.172} * 100\% = 99.92\%$$

$$\text{Muestra 3: } 150.678 - 150.148 = 0.52 \rightarrow \frac{150.678 - 0.53}{150.148} * 100\% = 100\%$$

Corrección de la ley: cuando hay ganancia, a la muestra se le resta a la muestra, cuando hay pérdida se le suma. La ganancia de peso o la sobrecarga alcanzada

tendrá que deducirse de los resultados conseguidos sobre todas las pruebas pasadas al mismo tiempo. Si al contrario se notó una pérdida de peso sobre los testigos, en la copelación y la disolución, hará falta añadir este valor a las pruebas conseguidas.

Los errores durante la copelación o la disolución, aunque bastante escasos, tienen una importancia suficiente para influir más o menos sobre la precisión de las pruebas.

Ya que son de misma composición y del mismo peso y tratadas exactamente del mismo modo, el testigo (muestra estándar para corrección) puede razonablemente considerarse como teniendo la misma sobrecarga o la misma pérdida que la toma de prueba. Estos metales se envuelven en el mismo peso de plomo utilizado para las tomas de pruebas, luego se copelan testigos y pruebas y se disuelven al lado uno de otro en las mismas condiciones y de la misma manera que en la prueba preliminar.

c. Refinación de oro

- Cálculo del quilataje inicial y final:

Quilataje inicial:

$$\% \text{ Au} * 24 / 100 = K$$

$$34.586\% * 24 / 100 = 8.3 \text{ K}$$

Quilataje final:

$$\% \text{ Au} * 24 / 100 = K$$

$$99.92\% * 24 / 100 = 23.98 \text{ K}$$

- Cálculo de la cantidad de gramos recuperados teóricamente:

Gramos fino = g muestra * K/24

$$23.082 \text{ g} * 8.3/24 = 7.983 \text{ gramos de fino}$$

- Cálculos de encuartación:

La prueba preliminar de una aleación de 23.082gr indica la composición siguiente:

$$\text{Oro } 34.58\% \rightarrow W \text{ Au} = (23.082 * 0.3458) = 7.982 \text{ gr Au}$$

$$\text{Plata } 56.36\% \rightarrow W \text{ Ag} = (23.082 * 0.5636) = 13.009 \text{ gr Ag}$$

El peso total del material encuartante necesario sería de $7.982 * 3 = 23.946$ gr, del cual hay que deducir la plata existente en la aleación. Lo que nos da $23.946 - 13.009 = 10.937$ gr representando el peso real del material encuartante a añadir.

Se encuarto con 12.8323 g de Cu, es decir, aproximadamente un 17% en exceso ya que durante la fundición se pierde parte del cobre por volatilización.

- Cantidad de HNO_3 por muestra para atacar plata y cobre:

PM Ag= 107.9 g/mol

PM Cu= 63.53 g/mol

PM HNO_3 = 63.01 g/mol



$$\frac{n \text{ HNO}_3}{n \text{ Cu}} = \frac{4}{1} \rightarrow w \text{ HNO}_3 = 4 n \text{ Cu}$$

$$w \text{ HNO}_3 = 0.0335 \text{ gr Cu} * \frac{(4 * 63\text{gr/mol HNO}_3)}{63.53\text{gr Cu}} = 0.13 \text{ gr}$$

$$w \text{ HNO}_3 = 0.13\text{gr HNO}_3 * \frac{69.2\%}{100\%} = 0.09 \text{ gr}$$

$$\text{Vol HNO}_3 = 0.09\text{gr HNO}_3 * \frac{1 \text{ cm}^3}{1.19\text{gr}} = 0.075 \text{ ml}$$



$$\frac{n \text{ HNO}_3}{n \text{ Ag}} = \frac{2}{1} \rightarrow w \text{ HNO}_3 = 2 n \text{ Ag}$$

$$w \text{ HNO}_3 = 13.34 \text{ gr Ag} * \frac{(2 * 63\text{gr/mol HNO}_3)}{107.9 \text{ gr Ag}} = 15.57 \text{ gr}$$

$$w \text{ HNO}_3 = 15.57\text{gr HNO}_3 * \frac{69.2\%}{100\%} = 10.78 \text{ gr}$$

$$\text{Vol HNO}_3 = 10.78\text{gr HNO}_3 * \frac{1 \text{ cm}^3}{1.19\text{gr}} = 9.058 \text{ ml}$$

- Cálculo de Relación A_g Vs A_u

$$147.352mg - 30.700mg = \frac{116.652mg}{30.700mg} = 3.800$$

- Cálculo del porcentaje de eficiencia en la masa total recuperada:
 Dato experimental / dato teórico * 100 = % Eficiencia
 $6.7498 / 7.983 * 100 = 84.58\%$

- Cálculo del error porcentual en la recuperación obtenida:

$$\text{(Dato teórico - dato experimental) / Dato teórico * 100 = error porcentual}$$

$$(7.983 - 6.7498) / 7.983 * 100 = 15.44\%$$

- Cálculo del promedio de pureza alcanzada:

$$\Sigma \text{ datos obtenidos / número de muestras}$$

$$(99.92 + 99.79 + 99.64) / 3 = 99.78$$

6- Recuperación de Plata

La plata disuelta está en la forma de nitrato de plata. La manera más fácil para cementar la plata es utilizar el cobre. El proceso realizado es:

- Se neutraliza la solución con hidróxido de sodio. La solución se puso muy caliente ya que es una reacción exotérmica.
- El cobre se añadió a la solución clara de nitrato de plata, formándose una capa de precipitado blanco (plata) sobre el cobre metálico, el cual poco a poco se fue disolviendo a medida que iba desplazando a la plata en la reacción.
- La solución (que contiene las impurezas y que adquirió un color azul debido al cobre) se decantó una vez termina la reacción.
- Se realizaron tres lavados con agua destilada a la plata.
- Se secó y se fundió la plata.
- Se pesó la plata.
- Se determinó el porcentaje de plata y las impurezas.

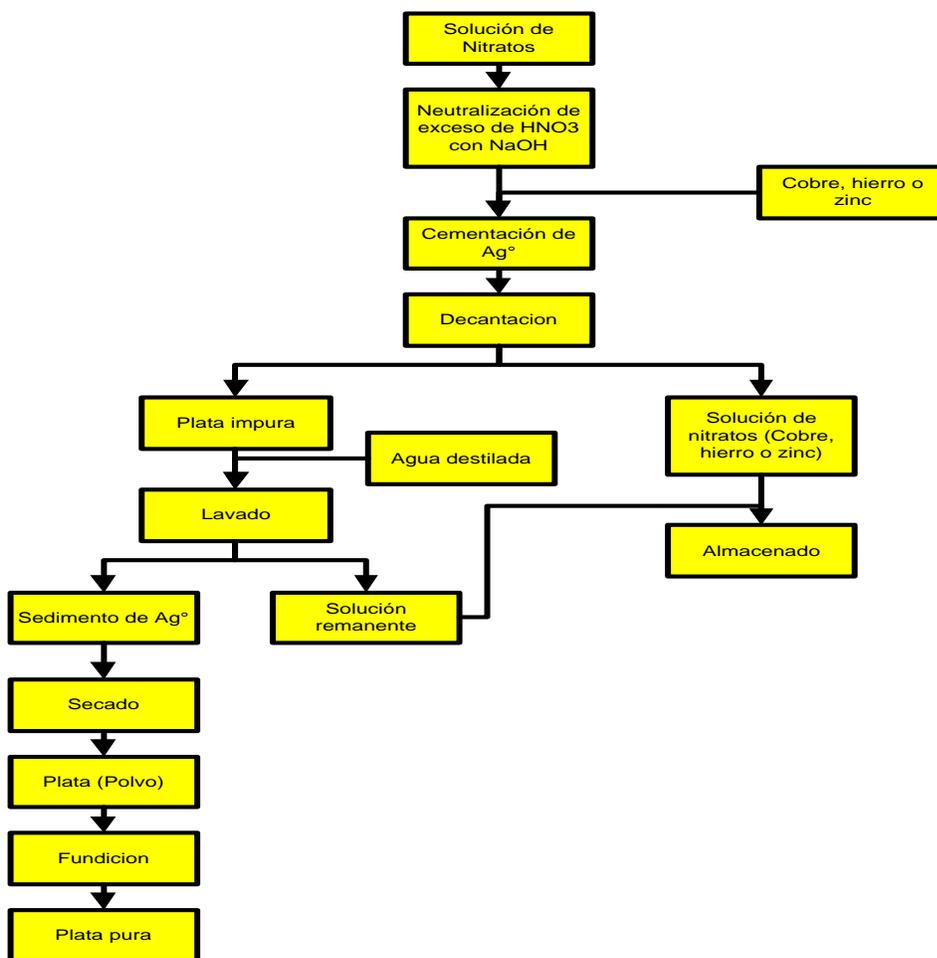


Figura 9. Diagrama de recuperación de Plata.

D- Imágenes de Procedimientos

- Análisis preliminar de oro.

Laminado y corte en pedacitos de la muestra.



Pesada de la muestra.



Copelación.



Limpieza y martillado del botón copelado, previamente enfriado.



Ataque con HNO_3 .



Lavado una vez con agua destilada.



Secado en plancha eléctrica.

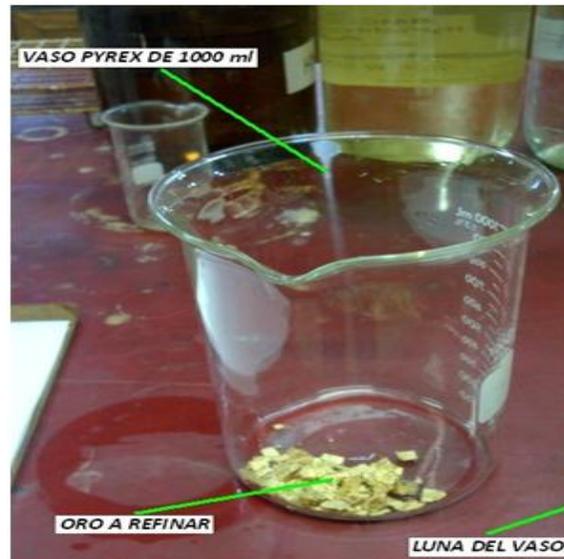


Recocido.



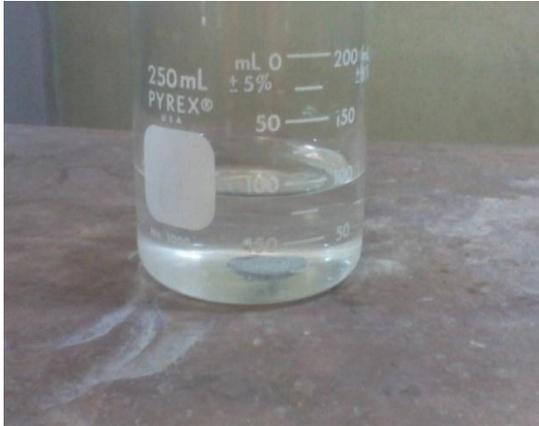
- Refinación de oro por el método de agua regia

Recepción, pesado



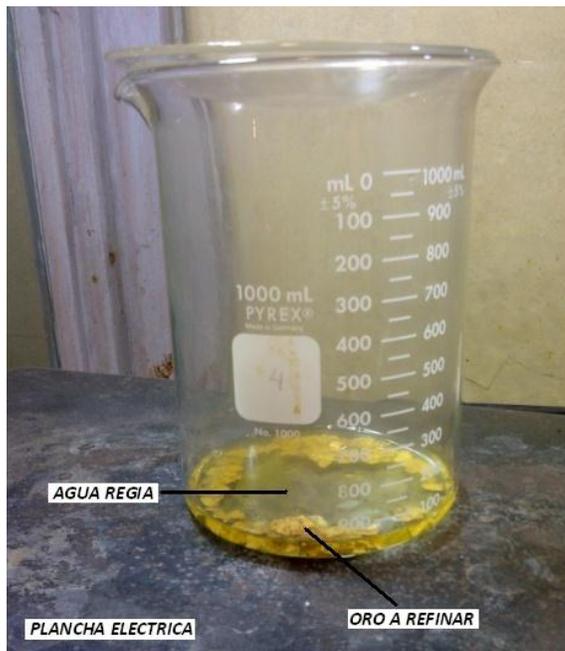
Lixiviación y disolución

Ataque con ácido nítrico.



El color azul de algunos de las soluciones se debe al alto contenido de cobre en el material a refinar (por ejemplo, una de las muestras fue encuartada con cobre), otras presentan una claración más clara, por que presentan una mayor cantidad de plata y no de cobre.

Disolución con agua regia.



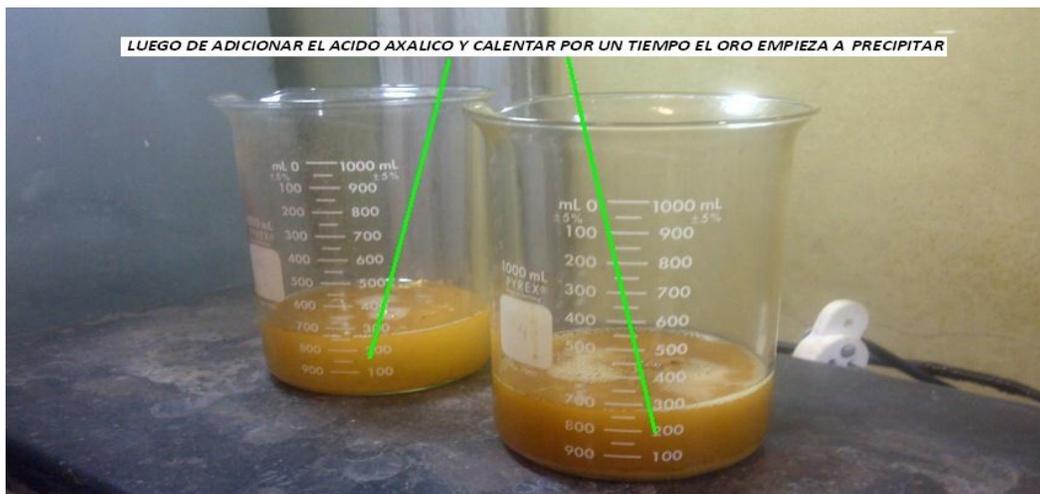
Ataque con agua regia



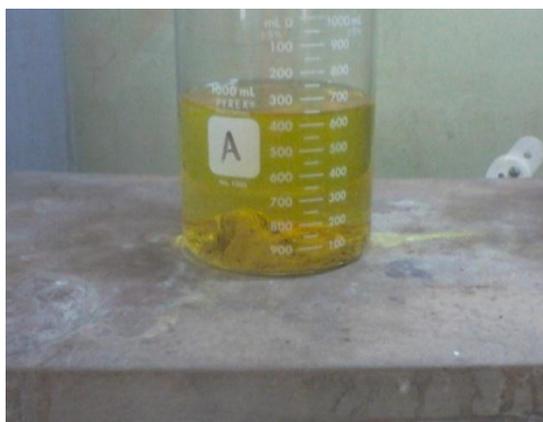
Filtrado



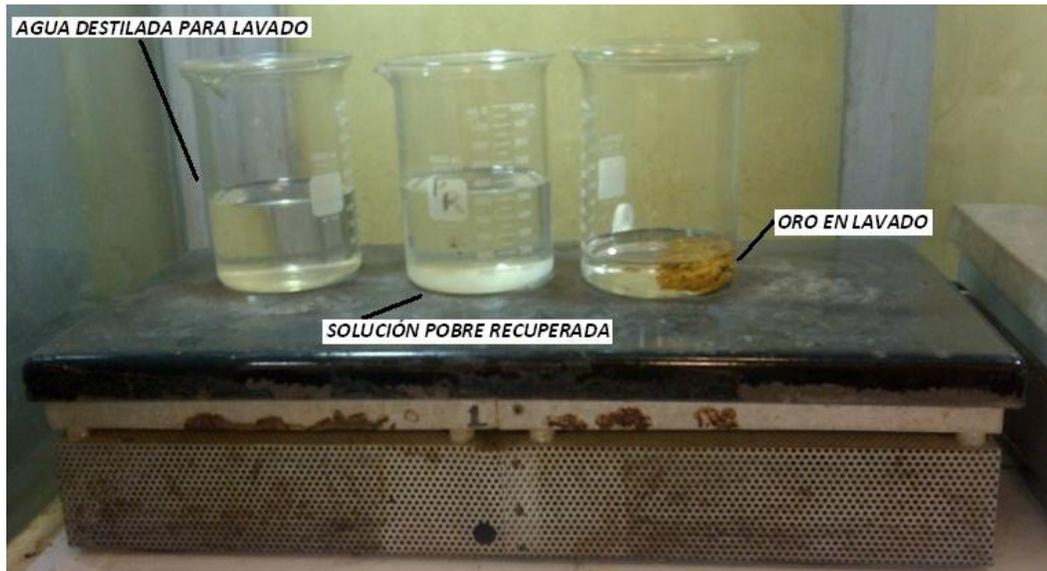
Precipitación del Oro



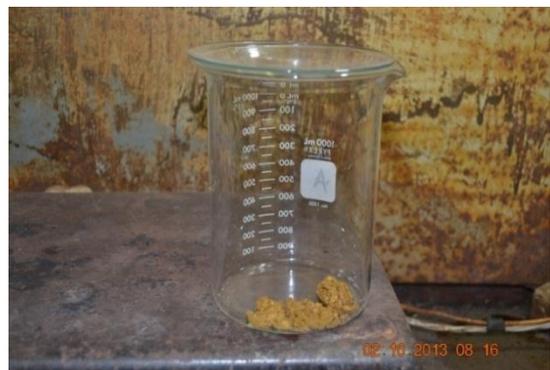
Sedimentado, decantado



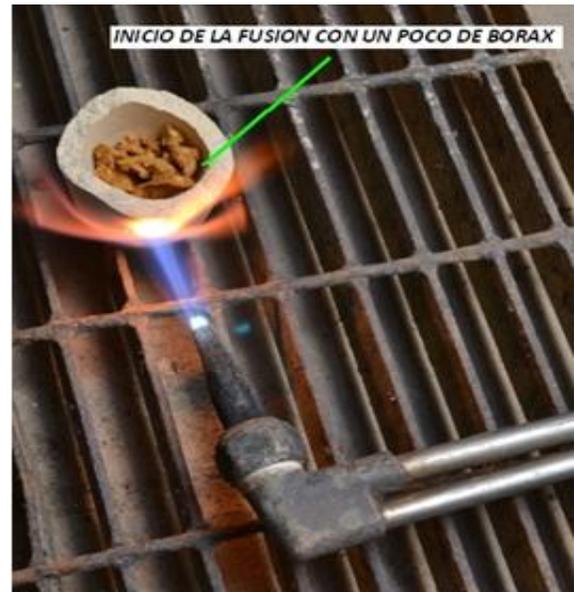
Filtración y lavado del Precipitado



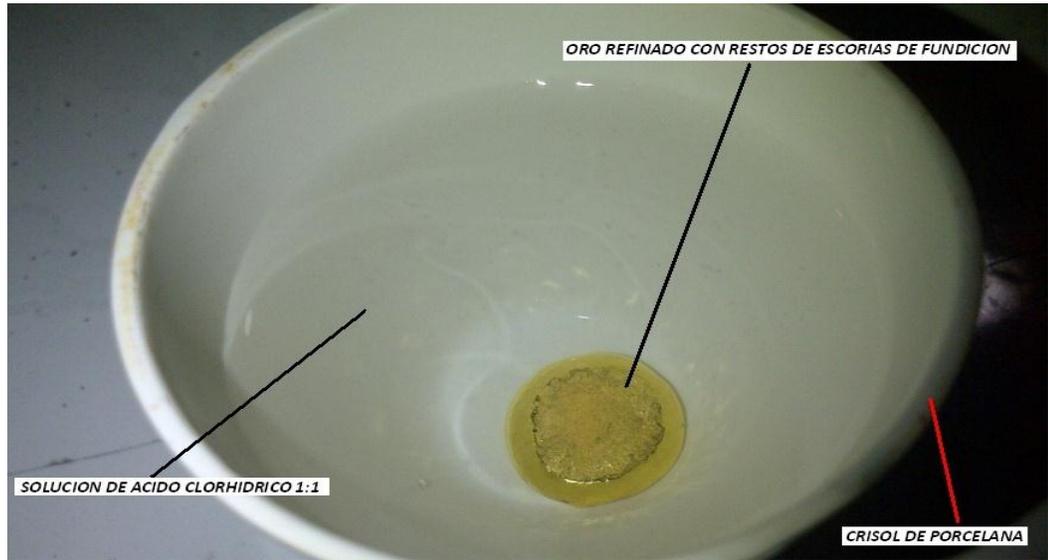
Secado



Fundición



Limpeza del oro refinado



Pesada y laminado del oro refinado



- Recuperación de Plata

Cementación de la plata.



Lavado y secado de la plata.



Plata Fundida y laminada.

