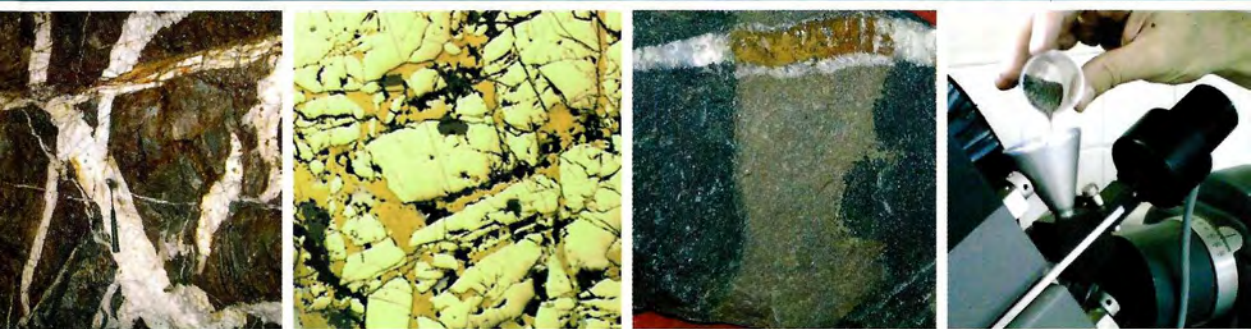


Técnicas mineralógicas, químicas y metalúrgicas para la caracterización de menas auríferas

Guía metodológica



colección TEXTOS TÉCNICOS

Autores

Jorge Iván Londoño Escobar
Ingeniero MSc

Jaime Mojica Buitrago
Geólogo

Juan Carlos Molano Mendoza
Geólogo MSc

Yolanda Cañón Romero
Química

Gloria Stella Mosquera
Licenciada en Química

Verónica Ruiz Solano
Química

Nury Oneida Pérez
Tecnóloga Química

Héctor Mario Gutiérrez
Químico

María del Carmen González
Química

Harold Concha
Ingeniero Químico

Benedicto Galindo
Ingeniero Metalúrgico

Silvia Elena Londoño Madrigal
Ingeniera de Minas y Metalurgia

John Jairo Buriticá
Ingeniero Sanitario

Colaboradores

Luz Mery Duitama
Ingeniera de Minas y Metalurgia

Julio César Rojo Ospina
Ingeniero de Minas y Metalurgia

Héctor Fabio Bacca
Laboratorista

Félix Alberto Roa
Químico

Técnicas mineralógicas, químicas y metalúrgicas
para la caracterización de menas auríferas

Guía metodológica

Técnicas mineralógicas, químicas y metalúrgicas

para la caracterización de menas auríferas

Guía metodológica

colección TEXTOS TÉCNICOS



INGEOMINAS
INSTITUTO COLOMBIANO
DE GEOLOGÍA Y MINERÍA

República de Colombia



AGENCIA DE COOPERACIÓN
INTERNACIONAL DEL JAPÓN

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA
Instituto Colombiano de Geología y Minería, Ingeominas

Hernán Martínez Torres	Ministro de Minas y Energía
Mario Ballesteros Mejía	Director General
Edwin González Moreno	Secretario General
César David López Arenas	Director Técnico Servicio Geológico
Francisco A. Velandia Patiño	Subdirector Recursos del Subsuelo
Gladys Valderrama Cuéllar	Coordinadora Laboratorios
Teresa Duque Duque	Coordinadora Grupo de Trabajo Regional Cali

Agencia de Cooperación Internacional del Japón, JICA

Kiyoshi Yoshimoto	Representante Residente
Naofumi Takase	Representante Residente Adjunto
Ricardo Chiku	Oficial de Programación

© Instituto Colombiano de Geología y Minería, Ingeominas

© Jorge Iván Londoño Escobar	Jaime Mojica Buitrago
Juan Carlos Molano Mendoza	Yolanda Cañón Romero
Gloria Stella Mosquera	Verónica Ruiz Solano
Nury Oneida Pérez	Héctor Mario Gutiérrez
María del Carmen González	Harold Concha
Benedicto Galindo	Silvia Elena Londoño Madrigal
John Jairo Buriticá	

Colaboradores

Luz Mery Duitama	Julio César Rojo Ospina
Héctor Fabio Bacca	Félix Alberto Roa

Preparación editorial

Luis Eduardo Vásquez Salamanca

Impresión

Imprenta Nacional de Colombia

Primera edición, 2010

Publicación realizada en el

BICENTENARIO
de la Independencia de Colombia
1810-2010



ISBN: 978-958-97896-6-7

Bogotá, Colombia, 2010
www.Ingeominas.gov.co

Agradecimientos

Esta publicación se ha producido y elaborado gracias al aporte técnico de la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (JICA), entidad que ha permitido, por medio de la ejecución de diversos proyectos, el entrenamiento y la capacitación tanto en Colombia como en Japón de técnicos, profesionales y funcionarios que participaron en esta edición. JICA agradece, por intermedio de Ingeominas, a las entidades del gobierno colombiano la difusión sobre las experiencias y aprendizajes compilados en la presente publicación, producto de la cooperación recibida por parte del Japón.

Contenido

Presentación	9
Introducción	
Técnicas para caracterizar depósitos auríferos y evaluar procesos metalúrgicos	13
Mineralogía	
Introducción	29
1 Depósitos minerales	31
2 Técnicas y procedimientos de análisis	37
3 Metodología de recolección de muestras	43
4 Técnicas de preparación de muestras para análisis mineralógicos	53
5 Análisis mineralógicos de muestras	73
Química	
1 Técnicas instrumentales de análisis químico aplicables a menas auríferas	85
2 Análisis elemental por fluorescencia de rayos X	107
3 Análisis de oro en minerales por espectrofotometría de absorción atómica	115
4 Análisis de plata en minerales por espectrofotometría de absorción atómica por llama	127
5 Análisis de oro en soluciones de cianuración por espectrofotometría de absorción atómica	133
6 Análisis de hierro, cobre, plomo, zinc, magnesio y otros por espectrofotometría de absorción atómica	139
7 Análisis de arsénico por espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros	149
8 Análisis de mercurio por espectrofotometría de absorción atómica por vapor frío	159
9 Análisis de oro en soluciones cianuradas por espectrofotometría ultravioleta visible	169
10 Análisis de cianuro total en soluciones acuosas por volumetría, destilación y electrodo de ión selectivo	173
11 Análisis de azufre en mineral por espectrofotometría ultravioleta-visible (método turbidimétrico)	183
12 Ensaye al fuego de oro y plata	191
13 Tratamiento de las aguas residuales en el laboratorio	201
14 Espectrometría de emisión por plasma	227

Metalurgia

1	Preparación de la muestra en el laboratorio de metalurgia	239
2	Molienda	243
3	Medición de la distribución de tamaño de partícula (análisis granulométrico)	249
4	Medición del índice de molienda de un mineral por el método Hardgrove	255
5	Concentración en Mesa Wilfley	261
6	Concentración en JIG	267
7	Concentración por flotación	277
8	Oxidación en autoclave	285
9	Cianuración	295
10	Técnicas de recuperación de oro de soluciones de cianuración	305
11	Medición del peso específico y de la densidad de pulpa para el procesamiento de minerales auríferos	331

Planta piloto

	Introducción	341
1	Manual de operación de la unidad de trituración	343
2	Manual de operación de la unidad de molienda y clasificación	357
3	Operación de la unidad de concentración	379
4	Operación de la unidad de sedimentación y espesamiento	393
5	Manual de cianuración	405
6	Manual de operación de la unidad de filtración	423
7	Manual de operación de la unidad de precipitación y adsorción de oro	435
8	Manual de tratamiento de residuos	457

Bibliografía

473

Presentación

La cooperación técnica entre los gobiernos de Japón y Colombia, a través de la Agencia de Cooperación Internacional de Japón, JICA, y el Instituto Colombiano de Geología y Minería, Ingeominas, se inició en 1976 con la realización de proyectos de investigación y exploración de minerales, especialmente en el suroccidente del país. Durante la década de 1990, se llevó a cabo una etapa de capacitación técnica de exploración de minerales a funcionarios de Ingeominas y la instalación de laboratorios de química, mineralogía y metalurgia en la sede de Cali; donde además, en el 2002 se culminó otra fase de la cooperación, con el montaje de una planta piloto para el procesamiento de minerales auríferos de filón.

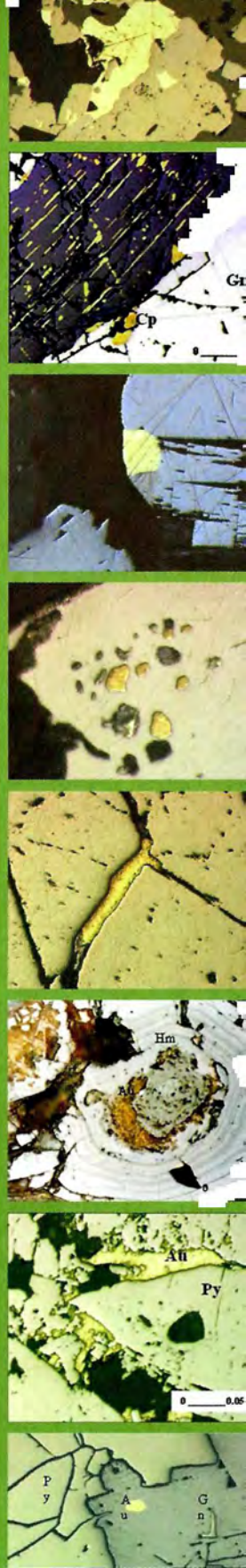
A partir del 2002, Ingeominas asume, directamente, la aplicación y desarrollo de estas técnicas de laboratorio y, como compromiso al proceso de cooperación, en el 2005 se da inicio al Curso de Segundo País "Procesamiento de minerales auríferos y tratamiento de aguas residuales", por medio del cual Ingeominas transmite el conocimiento a los interesados en la extracción minera, proyecto que ha contado con el seguimiento y apoyo de JICA. A través de este curso se capacitó a pequeños mineros, miembros de cooperativas y asociaciones mineras, empleados de empresas mineras, funcionarios de corporaciones autónomas regionales, gobernaciones y alcaldías, así como, docentes y estudiantes de universidades y del SENA. Como resultado de su aplicación ya se conocen experiencias exitosas en los departamentos de Nariño, Santander, Antioquia, Tolima y Risaralda, en técnicas de extracción limpia y procesamiento de minerales, así como en la difusión y multiplicación de los conocimientos adquiridos.

Con el fin de continuar el proceso de divulgación y transferencia tecnológica, Ingeominas presenta esta Guía Metodológica en la cual se resumen los aspectos técnicos desarrollados por el grupo de profesionales e investigadores de Ingeominas y se recopilan las diversas técnicas analíticas de laboratorio en mineralogía, química y metalurgia para la caracterización, extracción y procesamiento de minerales, especialmente oro.

El propósito principal de esta guía, es lograr la mayor difusión de estos conocimientos en la comunidad minera del país e interesados en la extracción limpia de minerales y, permitir un aprendizaje que contribuya a un desarrollo del sector minero, en equilibrio con el medio ambiente.

Mario Ballesteros Mejía
Director General

Introducción



Técnicas para caracterizar depósitos auríferos y evaluar procesos metalúrgicos

El aporte de la mineralogía es fundamental en los estudios mineros modernos. Su importancia en la caracterización de depósitos y en lo que se ha denominado mineralogía de procesos ha tomado fuerza en los últimos años debido a sus múltiples aplicaciones en el procesamiento mineral.

En el campo del procesamiento de minerales auríferos constituye una herramienta útil en la definición y evaluación de procesos de beneficio que complementa los análisis químicos convencionales, ya que los análisis químicos por si solos no permiten identificar totalmente las causas por las cuales se presentan dificultades durante el beneficio de minerales ni pueden evitar la realización de operaciones innecesarias que representan costos elevados.

Los análisis mineralógicos suministran información sobre las especies minerales y sus características. Con ello se facilita interpretar los resultados de las pruebas metalúrgicas y establecer las posibles causas de las dificultades en estos procesos.

Como es necesario definir la composición mineralógica del depósito, se emplean técnicas instrumentales de identificación mineralógica como microscopía óptica, microscopía electrónica (microscopio de barrido/microsonda) y difracción de rayos X. Estas técnicas se utilizan en forma conjunta ya que una sola no suministra toda la información necesaria.

Microscopía óptica

La microscopía óptica permite realizar análisis conocidos como petrografía de mena. El microscopio óptico de luz reflejada (figura 1) y transmitida es el instrumento indicado para identificar sulfuros, silicatos, óxidos y demás minerales contenidos en una sección delgada pulida. Esta identificación se realiza teniendo en cuenta sus propiedades ópticas: color, pleocroísmo, anisotropía y reflexiones internas, entre otras.

Con cierta regularidad es necesario hacer concentración de minerales mediante separación gravimétrica y magnética con el fin de facilitar la identificación minera-

lógica y reducir la cantidad de material que se va a estudiar; de esta forma, se incrementa la posibilidad de encontrar minerales escasos en la naturaleza, como el oro.

Con información obtenida mediante esta técnica, aplicada al procesamiento de minerales, es posible establecer:

- Composición mineralógica de la mena.
- Ocurrencia del oro.
- Distribución de tamaño del grano del oro.
- Tipo de minerales huésped y ganga.
- Distribución de tamaños de grano de los minerales huésped y ganga.
- Asociaciones minerales.
- Relaciones texturales y secuencias de depositación.
- Alteraciones minerales.



Figura 1. Microscopio petrográfico de luz transmitida y reflejada, con analizador de imágenes acoplado, marca Olympus BH2.

Estos rasgos pueden ser fotografiados a través del microscopio y grabados en medio magnético utilizando analizador de imágenes, lo que permite preservar un registro de cada una de estas características, utilizadas para establecer los procesos adecuados de extracción de oro.

Composición mineralógica de la mena

El aspecto primordial en el estudio de depósitos es el conocimiento de los minerales que conforman la mineralización y la proporción entre cada uno de ellos, en especial de aquellos que pueden interferir en los procesos de beneficio (figura 2 y tabla 1).

Tabla 1. Composición mineralógica del depósito aurífero de Fondas, Cauca, establecida mediante observación microscópica de fracciones obtenidas por separación gravimétrica y magnética.

Mineral	Composición %	Peso
Cuarzo	SiO_2	91,0
Mica	$\text{KAl}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	3,0
Calcita	CaCO_3	0,9
Feldespatos	$(\text{Ca}, \text{Na})\text{AlSi}_3\text{O}_8$	1,0
Pirita	FeS_2	3,0
Esfalerita	ZnS	0,2
Galena	PbS	0,1
Calcopirita	CuFeS_2	< 0,1
Tetrahedrita	$(\text{Cu}, \text{Fe})_{12}\text{Sb}_{12}\text{S}_{13}$	< 0,1
Telururos	Ag_2Te	<< 0,1
Hematita	Fe_2O_3	0,8
Magnetita	Fe_3O_4	< 0,1
Ilmenita	Fe_3TiO_3	< 0,1
Oro electrum	Au-Ag	<< 0,1
Otros silicatos		< 0,1

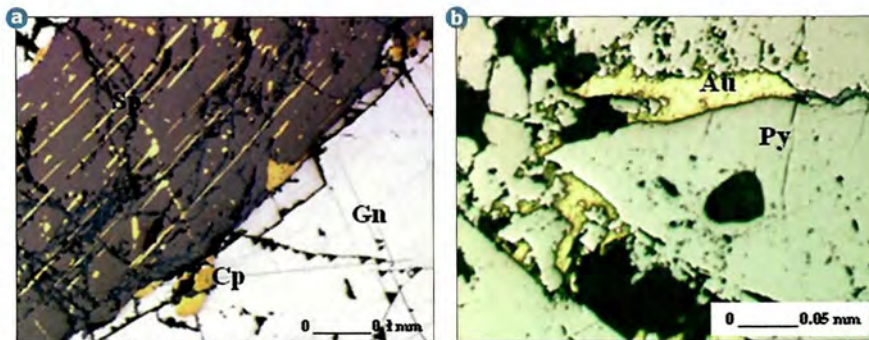


Figura 2. Composición mineralógica de menas auríferas: **a.** Mina La Victoria en Ginebra, Valle (Esfalerita (Sp), galena (Gn), calcopirita (Cp)). **b.** En depósito epitermal (Oro (Au), pirita (Py)).

Ocurrencia del oro

La forma como ocurre el oro en los depósitos (figura 3) determina algunos de los factores que inciden en la refractariedad de la mena cuyas características permiten definir el proceso de beneficio que debe emplearse.

Distribución de tamaño del grano del oro

El conteo sucesivo de los granos de oro, sus dimensiones y su asociación a otros minerales permite caracterizar la ocurrencia de oro en el depósito e indica la recuperación esperada (figura 4).

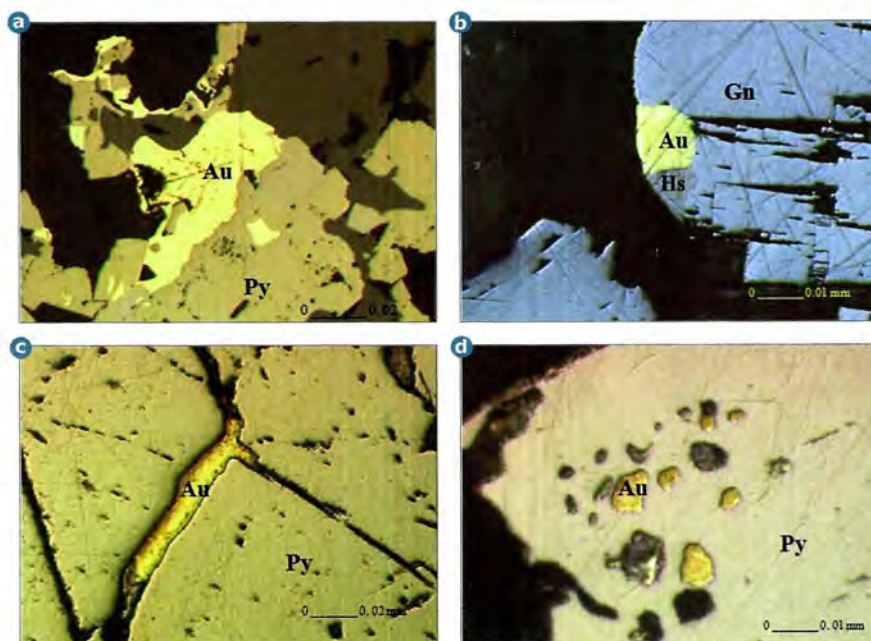


Figura 3. Diferentes tipos de muestras de oro: **a.** De gran tamaño ($L_{m\acute{a}x} = 140 \mu m$), asociado a pirita (Py), de la mina Circasia (Marmato, Caldas). **b.** Asociado a galena (Gn) y hessita (Hs), mina La Arada (Fondas, Cauca). **c.** En fractura de grano de pirita, mina La Arada. **d.** Diseminado en grano de pirita, mina California (Fondas, Cauca).

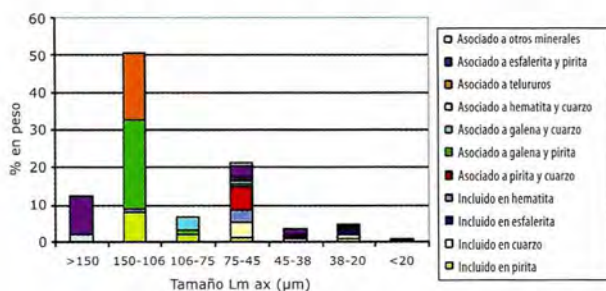


Figura 4. Distribución y asociación mineralógica del oro en el depósito aurífero de Fondas, Tambo, Cauca.

Asociaciones minerales

La determinación precisa de minerales huésped del oro es primordial, ya que de ello depende el manejo de materiales durante los procesos de trituración, molienda y concentración, lo mismo que las reacciones que tengan lugar durante la lixiviación del oro. Algunos minerales incrementan la refractariedad, como los generadores de ácidos o consumidores de cianuro y oxígeno, entre los cuales se pueden mencionar arsenopirita, pirrotina y telururos de oro y plata (figura 5).

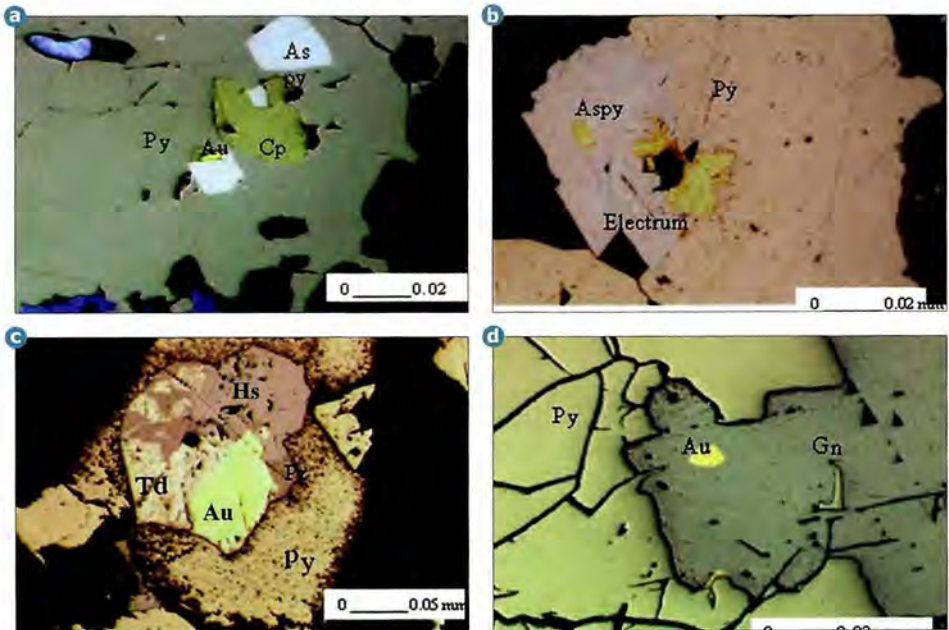


Figura 5. Oro electrum asociado a minerales consumidores de cianuro y oxígeno: **a.** A arsenopirita (Aspy), incluido en cristal de pirita (Py). **b.** A pirita (Py) y arsenopirita (Aspy), en borde de grano, mina El Diamante (Nariño). **c.** A telururos de oro como hessita (Hs) y tetradimita (Td), incluido en cristales de pirita framboidal. **d.** Oro electrum de tamaño menor de 10 micrones, incluido en galena (Gn).

Relaciones texturales y secuencias de depositación

La relación intergranular entre los minerales que conforman la mena y las texturas (figura 6) que presentan, indica las condiciones de formación del depósito y las secuencias de depositación de minerales (figura 7).

Estas mismas características intervienen en el comportamiento de los procesos de preparación de la pulpa para la cianuración y, eventualmente, inciden como factor de refractariedad física; por ejemplo, el encapsulamiento, la distribución granulométrica y el grado de liberación (Marsden & House, 1992).

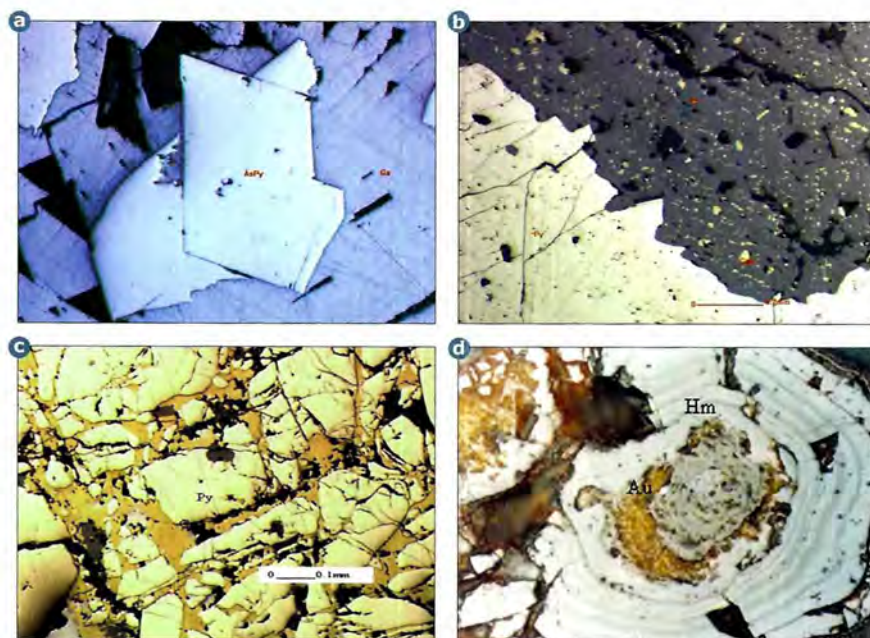


Figura 6. Texturas típicas de mena: **a.** Arsenopirita (Aspy) euhedral en galena (Gn). **b.** Intercrecimiento entre pirita (Py) y esfalerita (Sp). **c.** Fracturamiento y relleno de calcopirita (Cpy) en pirita (Py). **d.** Reemplazamiento pseudomórfico de pirita (Py) por hematita (Hm).

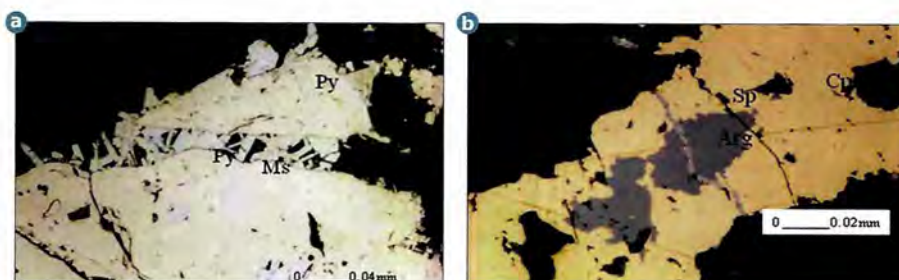


Figura 7. Secuencia de depositación de minerales: **a.** Precipitación posterior de marcasita (Ms) en fractura de pirita (Py). **b.** Precipitación de argentita (Arg) en fractura de calcopirita (Cp) y esfalerita (Sp).

Liberación de partículas y liberación de oro

La cuantificación de minerales y la liberación de partículas son rutinarias y fundamentales en la caracterización de menas para el beneficio de minerales. Con los análisis microscópicos se dispone de información sobre la reducibilidad o flotabilidad de los minerales. Es necesario conocer la relativa cantidad de granos libres de determinado mineral para proceder a beneficiarlo. La determinación

puede hacerse mediante conteo manual por microscopía óptica o microscopía electrónica. Anteriormente los análisis se realizaban por microscopía óptica y contador de puntos, pero resultaban costosos y demasiado lentos; ahora se dispone de analizadores de imágenes que simplifican esta determinación. Los laboratorios que cuentan con microscopio electrónico efectúan los análisis con un analizador de imágenes acoplado. Con ello se obtienen análisis modales de liberación rápidos y precisos para cada una de las especies presentes (figura 8).

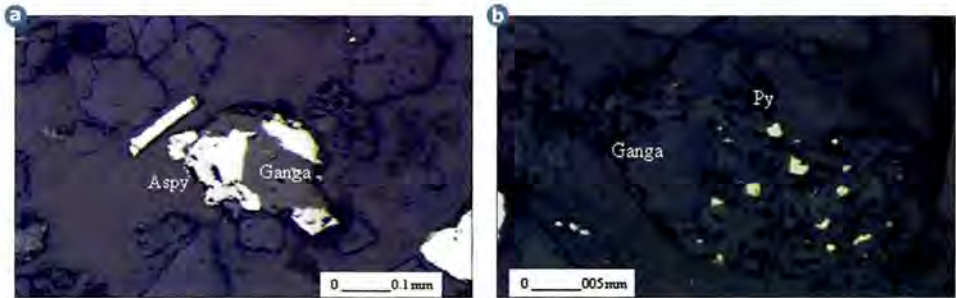


Figura 8. Partículas de sulfuros parcialmente liberadas: **a.** Partícula mixta de ganga de cuarzo con sulfuros polimetálicos parcialmente liberados. **b.** Granos de pirita diseminada, incluidos en matriz de ganga de cuarzo y filosilicatos.

En el proceso de lixiviación es necesario exponer el oro a soluciones de cianuro mediante la reducción de tamaño por trituración. Partículas de oro de tamaño mayor de $100\ \mu\text{m}$ pueden exponerse con facilidad, mientras que partículas de tamaño menor de $20\ \mu\text{m}$ pueden quedar incluidas en sulfuros o ganga de cuarzo. Las partículas de oro submicroscópico diseminado o en planos de crecimiento de cristales pueden detectarse únicamente mediante microanálisis elementales por microscopía electrónica y pueden beneficiarse con la disolución total o parcial del mineral hospedante (figura 9).

Oro en procesos de beneficio

En los principales procesos de beneficio se requiere hacer monitoreo permanente del comportamiento del oro, ya que de ello depende el éxito del proceso seleccionado.

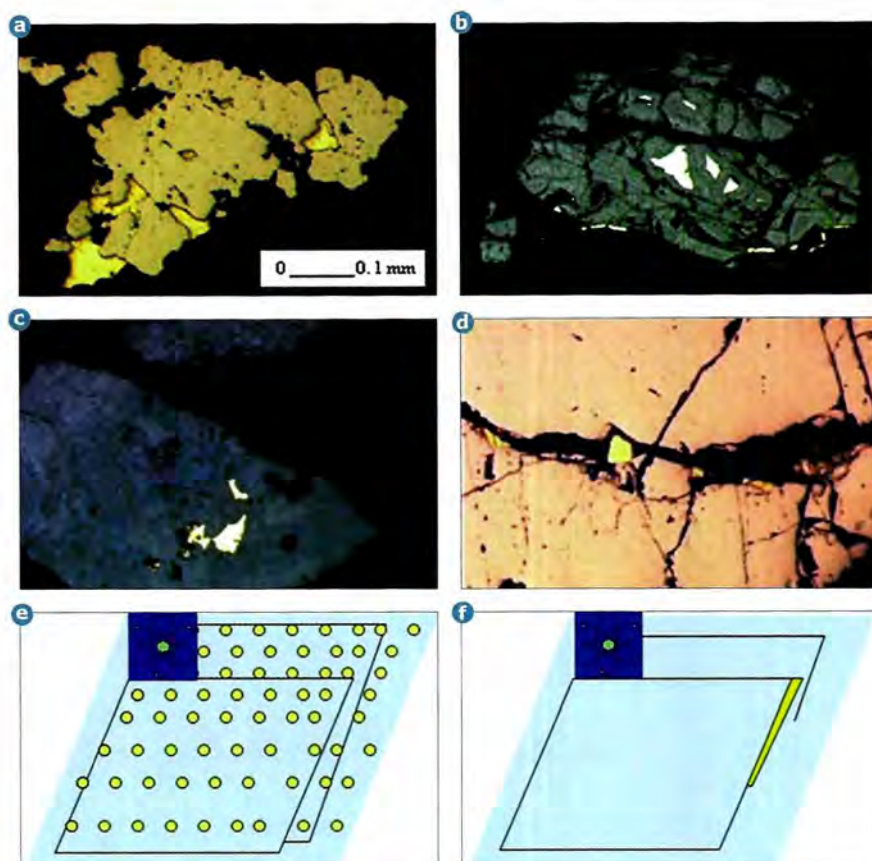


Figura 9. Fotomicrografías que ilustran las diferentes condiciones naturales de presentación de oro: **a, b y d** son accesibles a soluciones de cianuro. **c, e y f.** Se determinan por microscopía electrónica y son difícilmente accesibles para disolución con cianuro.

Trituración y molienda

Durante la etapa de molienda, la microscopía óptica permite establecer la composición mineralógica, el grado de liberación de las partículas y el estado del oro en el producto de molienda (figura 10).

Concentración

La microscopía óptica se aplica a los diferentes productos obtenidos durante la concentración (concentrados, medios, colas) con el fin de observar la presentación de oro en concentrados, la proporción de sulfuros, ganga y partículas mixtas, la forma de los granos obtenidos y el grado de liberación o asociación de los minerales (figura 11).

Con estos análisis pueden determinarse las posibles causas de pérdida de oro y la necesidad de realizar operaciones de remolienda o concentraciones de limpieza.

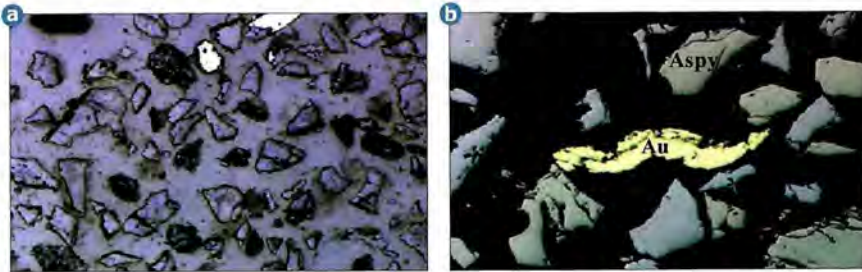


Figura 10. Fotomicrografías de las partículas de mena trituradas y molidas: **a.** Mena aurífera de cuarzo triturada. **b.** Partícula de oro que muestra laminación.



Figura 11. Fotomicrografías de concentrados de sulfuros: **a.** polimetálicos. **b.** Partícula de oro en concentrados.

Lixiviación

La microscopía óptica permite establecer las posibles causas de pérdida de oro en cianuración (figura 12).

Existen muchas causas que impiden la disolución total del oro; entre las principales, se pueden mencionar:

- Oro liberado o expuesto, parcialmente cianurado (figura 12a). Esto ocurre cuando el oro es muy grande para disolverse durante el periodo normal de cianuración. También puede ocurrir por la presencia de cianicidas o condiciones de operación no óptimas.
- Oro libre o expuesto con recubrimientos generalmente de óxidos de hierro o presencia de arcillas ferruginosas (figura 12b).
- Oro encapsulado en silicatos u óxidos que permanecen sin reaccionar (figura 12c).

- Oro fino encapsulado en sulfuros no reactivos ni porosos, generalmente pirita (figura 12d).

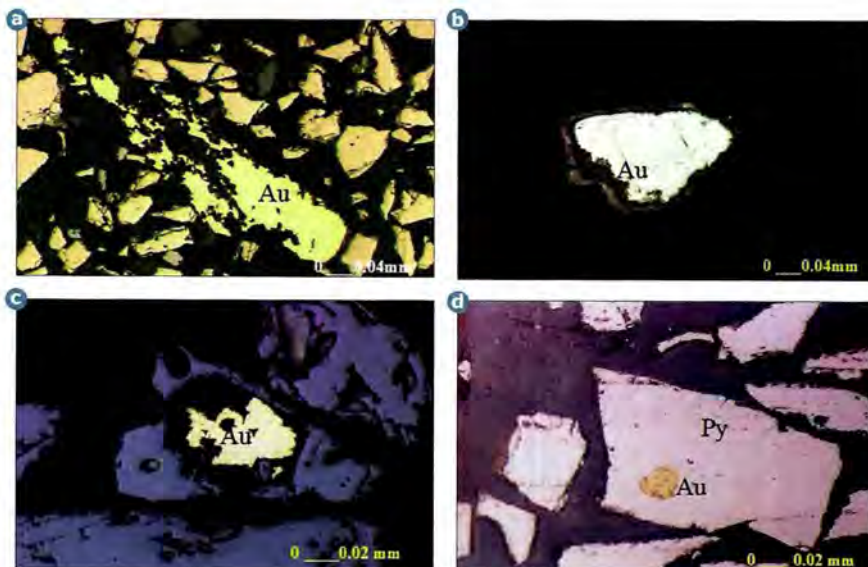


Figura 12. Ocurrencia de oro en procesos de cianuración: **a.** Oro parcialmente cianurado. **b.** Oro encapsulado por una capa de óxidos e hidróxidos de Hierro. **c.** Oro parcialmente cianurado incluido en hematita. **d.** Oro incluido en arsenopirita.

Microscopia electrónica

La microscopia electrónica (SEM/EDX, EPMA) es una poderosa herramienta en la caracterización de menas auríferas. La determinación cuantitativa de minerales y su grado de liberación se efectúa con rapidez mediante análisis de imágenes. Actualmente es la herramienta más utilizada para este propósito. Además, contribuye a determinar minerales de difícil diferenciación óptica, determina la composición elemental específica de un mineral y permite resolver problemas complejos.

Esta técnica se encuentra compuesta por dos partes: el microscopio de barrido (SEM, figura 13) y la microsonda electrónica (ME).

Ambos instrumentos basan sus observaciones en los productos que se crean al bombardear la superficie de una muestra con un haz de electrones de alta energía, produciendo varios fenómenos:

- Electrones secundarios (secondary electrons), los cuales permiten obtener información sobre la composición y topografía.
- Electrones retrodispersados (backscattered electrons), que permiten identificar diferencias de composición.

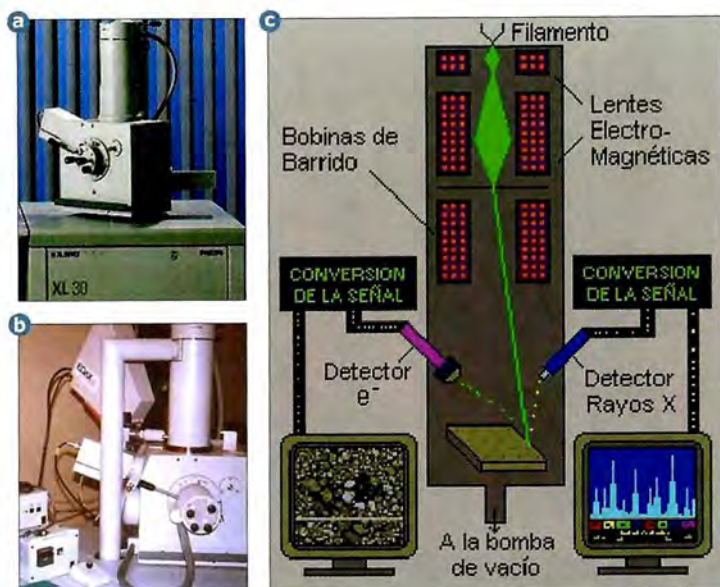


Figura 13. Microscopio electrónico de barrido con sonda dispersa acoplada (EDX):
a. Microscopio Phillips XL-30 SEM. **b.** Sonda EDAX acoplada a microscopio electrónico.
c. Esquema de funcionamiento del sistema SEM-EDAX.

Con la microsonda electrónica *Microprobe* se realizan microanálisis químicos elementales de tipo puntual, areal y lineal. También es posible elaborar mapas elementales de rayos X, (X-Ray Maps), los cuales permiten caracterizar químicamente los minerales presentes en una mena.

Un ejemplo de la aplicación de la microscopia electrónica está relacionado con la caracterización de minerales de difícil detección, como los telururos (figuras 14 y 15).

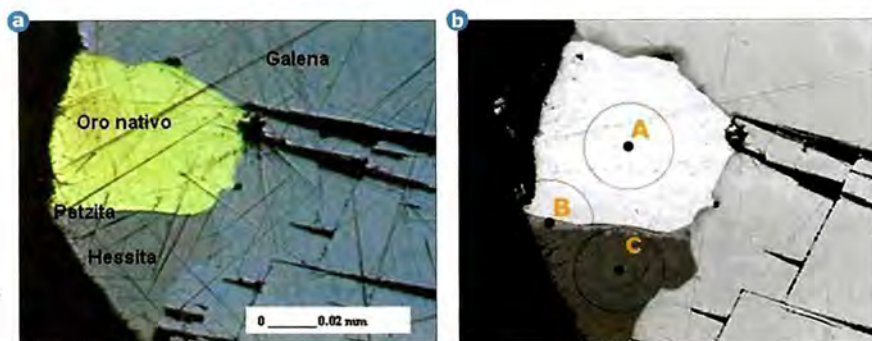


Figura 14. Identificación de telururos en mena aurífera: **a.** Fotomicrografía de oro y galena en microscopio petrográfico. **b.** Imagen de SEM y localización de puntos de microanálisis.

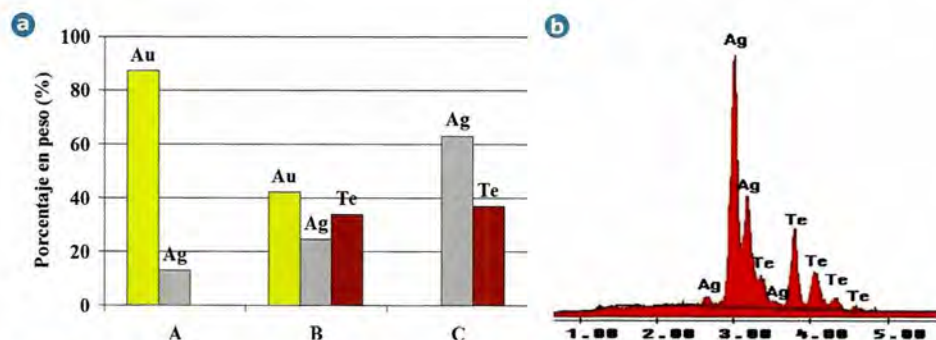


Figura 15. Identificación de telururos en mena aurífera: **a.** Determinación de porcentaje de elementos en cada punto de análisis. **b.** Espectro típico de hessita (telururo de plata).

Los mapas de elementos son de gran utilidad para establecer la dispersión de éstos en los minerales (figura 16).

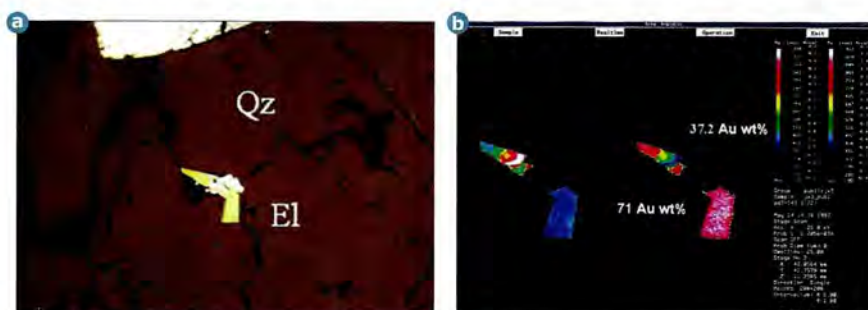


Figura 16. Mapas elementales de elementos: **a.** Fotografía de oro electrum. **b.** Imagen de dispersión oro y plata en el grano de oro electrum.

La distribución de elementos metálicos dentro de un mineral puede establecerse mediante la elaboración de mapas de rayos X (figura 17).

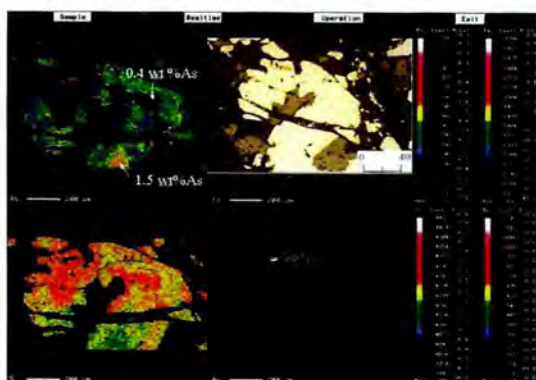


Figura 17. Mapa elemental de rayos X de arsénico, azufre y oro para arsenopirita (FeAsS).

La microscopía electrónica en los procesos metalúrgicos se utiliza para:

- Localizar el oro submicroscópico en los sulfuros y otros minerales.
- Determinar la presencia de metales pesados como Cd, Cr, Pb, Bi, Hg, en los minerales de mena, que pueden ser de interés económico o causar problemas de contaminación en los sólidos o las aguas residuales.
- Identificar el oro que forma telururos o arseniuros.
- Determinar la calidad del oro (relación Au/Ag) y la presencia de otros metales preciosos, como paladio, rodio.

Difractometría de rayos X de polvo

Esta técnica instrumental es una herramienta efectiva y complementaria para identificación de minerales, ya que permite obtener información mineralógica básica en forma rápida. Regularmente, es emplea como técnica de aproximación de análisis mineralógicos y va acompañada con análisis elementales por fluorescencia de rayos X (FRX). Sin embargo, su mayor utilidad está en servir como herramienta de investigación para determinar parámetros cristalográficos en la identificación y el análisis de compuestos sólidos (figura 18).

Con la difractometría de rayos X es posible identificar los minerales de mena asociados y los minerales finogranulares de alteración hidrotermal en depósitos auríferos (figura 19).



Figura 18. Difractómetro de rayos X de polvo, Rigaku rint 2200.

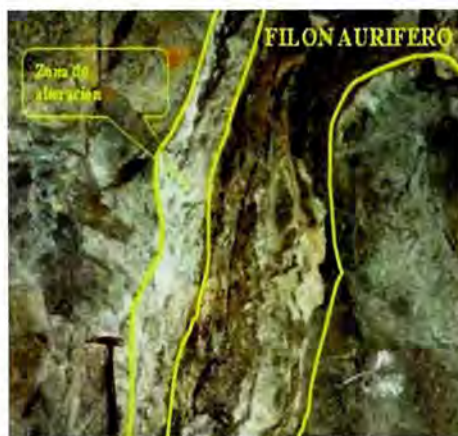


Figura 19. Frente de explotación de filón aurífero con desarrollo de zona de alteración hidrotermal sobre la roca encajante.

Los análisis mineralógicos por difracción de rayos X de la zona de alteración adyacente al filón indican la formación de minerales de arcilla característicos de cada tipo de alteración (figura 20).

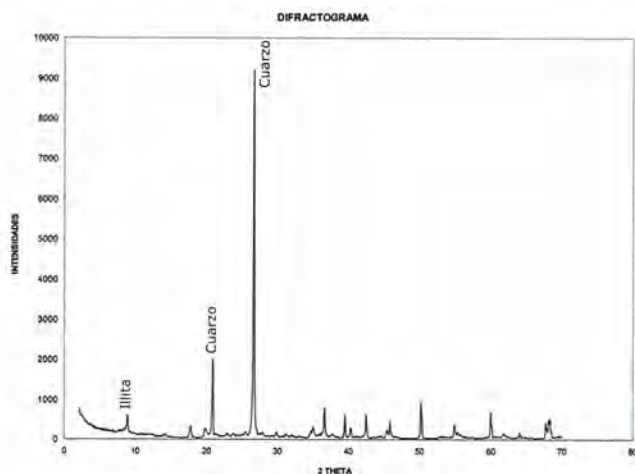


Figura 20. Difractograma de alteración filica en zona adyacente a filón aurífero del depósito aurífero, Ginebra, Valle.

En procesos de beneficio, es aplicable en la identificación de disolución o precipitación de minerales, para el control ambiental de minerales secundarios formados por cambios en temperatura, acidez o composición de soluciones; por ejemplo, en manejo de drenaje ácido de mina (DAM). El manejo de los residuos sólidos requieren la caracterización mineralógica para su disposición final. Los análisis por difracción de rayos X contribuyen a la identificación de minerales y compuestos químicos neoformados. De igual manera, contribuyen al control del proceso y acondicionamiento de estos residuos con la identificación de los aditivos químicos acondicionantes.

Mineralogía



■ Introducción

En el laboratorio de mineralogía y petrografía se efectúan análisis de minerales y rocas aplicando las más reconocidas técnicas de análisis de minerales que permiten la definición de depósitos minerales.

Las actividades desarrolladas en el laboratorio están relacionadas con procedimientos de preparación de muestras, los cuales dependen del tipo de técnica que se escoge para los análisis. Los análisis realizados son básicamente petrográficos por microscopía óptica, análisis mineralógicos por difracción de rayos X, análisis mineralógicos por microscopía electrónica y análisis de inclusiones fluidas.

El estudio de minerales por microscopía óptica es la más importante técnica para la identificación y caracterización de minerales y sus relaciones texturales. En depósitos minerales, el estudio de los minerales opacos se ha conocido tradicionalmente como microscopía de mena o calcografía. Las asociaciones minerales y sus texturas no solamente indican las condiciones de formación de los depósitos, sino que aportan valiosa información en el beneficio y procesamiento de minerales.

En este módulo se pretende divulgar la importancia de la aplicación de las técnicas petrográficas y analíticas en la caracterización de menas auríferas y las propiedades que influyen en el beneficio de minerales.

En este laboratorio se realizan análisis petrográficos y mineralógicos, que ayudan a obtener la identificación y especiación de minerales, la clasificación de las rocas, la caracterización de menas auríferas y otros depósitos metálicos, el control mineralógico de procesos extractivos y la caracterización de minerales industriales.

El laboratorio cuenta con microscopios petrográficos, estereomicroscopios y difractómetro de rayos X, como equipos principales, y con equipos secundarios necesarios para la preparación de secciones delgadas y concentración de minerales como cortadora, pulidora, horno de secado, separador magnético y centrifugadora.

Protocolo del laboratorio de mineralogía.



1

Depósitos minerales

El origen de los depósitos minerales está estrechamente relacionado con la evolución de la corteza terrestre, especialmente con la interpretación moderna de la tectónica de placas y sus elementos, como la expansión del fondo oceánico y la formación de arcos de islas volcánicas.

Los depósitos pueden clasificarse según el ambiente tectónico, el ambiente de formación, la forma o simetría, el contenido de elementos químicos o los procesos de formación.

Clasificación según procesos de formación

Endógenos

Estos procesos ocurren por debajo de la superficie terrestre. Los parámetros tenidos en cuenta para esta clasificación son:

- Cristalización magmática.
- Segregación magmática.
- Actividad hidrotermal.
- Secreción lateral.
- Procesos metamórficos.

Cristalización magmática

Precipitación de minerales de mena como constituyentes mayores o menores de rocas ígneas en la forma de granos diseminados o segregaciones. Ejemplos. depósitos diseminados; diamantes diseminados en kimberlitas; tierras raras en carbonatitas; pegmatitas de Bancroft en Canadá y Rossing en Namibia.

Segregación magmática

Depósitos formados por separación de minerales de mena por cristalización fraccional y procesos relacionados durante la diferenciación magmática, licuación, inmiscibilidad de líquidos. Ejemplos: capas de cromita en el gran Dique de Zim-

babwe y en el complejo de Bushveld en la República de Sudáfrica; cuerpos de mena de cobre-níquel de Sudbury en Canadá, Pechenga en Rusia y el Yilgarn Block en Australia occidental, y depósitos de titanio de Allard Lake en Quebec, Canada.

Actividad hidrotermal

Depósitos formados por la precipitación de soluciones acuosas calientes, las cuales pueden haber tenido una fuente magmática, metamórfica, superficial u otra. Ejemplos: venas de oro y plata de Colombia; venas de estaño-tungsteno-cobre y stockworks de Cornwall, Reino Unido; stockworks de molibdeno de Climax, Estados Unidos; pórfidos cupríferos de Chile; Bingham en Estados Unidos; venas de fluorita de Derbyshire en el Reino Unido.

Secreción lateral

Difusión de materiales formadores de mena y ganga desde la roca de caja, dentro de fallas y otras estructuras. Ejemplos: depósitos de oro de Yellowknife en Canada, y la mena de oro y plata de Mother Lode en Estados Unidos.

Procesos metamórficos

Metamorfismo de contacto y metamorfismo regional, estos dos tipos de metamorfismo producen depósitos de minerales industriales. Ejemplos: depósitos de andalucita en Transvaal, República de Sudáfrica, y depósitos de granates, Nueva York, Estados Unidos.

Pirometasomatismo o depósitos tipo Skarn

Están formados por reemplazamiento de rocas de caja adyacente a un intrusivo, como resultado del metamorfismo de contacto entre estas rocas. Ejemplos: depósitos de cobre en Mackay, Estados Unidos y en Craigmont, Canadá; cuerpos de magnetita de Iron Springs, Estados Unidos y depósitos de talco en Luzenac, Francia.

También pueden formarse por concentración inicial o posterior de elementos de mena por procesos metamórficos como la granitización. Ejemplos: algunas venas de oro y depósitos diseminados de níquel en cuerpos ultramáficos.

Depósitos particularmente interesantes para la explotación de oro son los depósitos epitermales, los pórfidos de cobre y oro y los depósitos de óxidos de hierro con cobre y oro (IOCG).

Depósitos auríferos epitermales

Son depósitos formados a profundidades someras y temperaturas menores a 250 °C y presiones bajas. La mineralización es controlada por la movilización de

aguas calientes capaces de transportar compuestos químicos, particularmente, ricos en metales preciosos.

La circulación de las aguas en un sistema hidrotermal volcánico, cuyos elementos corresponden a la fuente de calor, la temperatura, la presión, el pH y la salinidad, determina la interacción agua-roca y promueve la formación de depósitos auríferos. Se han diferenciado dos principales tipos de depósitos, los de alta sulfuración y los de baja sulfuración (figura 1.1).

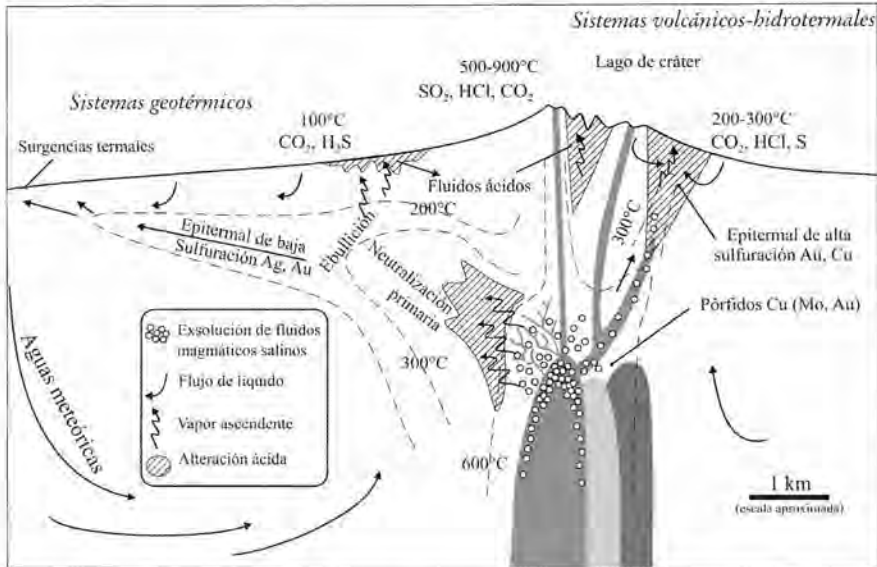


Figura 1.1. Diagrama esquemático del sistema volcánico hidrotermal. Indica la localización y formación de depósitos de alta y baja sulfuración.

Fuente: Hedenquist et ál. (1996).

En general, los modelos para depósitos hidrotermales incluyen una fuente de la mineralización, un sistema de transporte y precipitación de los metales, y ambientes estructurales y litológicos propicios para albergar dicha mineralización.

Las características fisicoquímicas particulares en los sistemas hidrotermales pueden establecerse con base en los minerales de alteración hidrotermal encontrados, teniendo como referencia las condiciones de pH y temperatura (figura 1.2).

Los rasgos característicos que permiten diferenciar los depósitos de alta y baja sulfuración son:

- Los minerales de mena (tabla 1.1)
- La forma del depósito (figura 1.3)
- Las texturas de las rocas que lo conforman (figura 1.4)

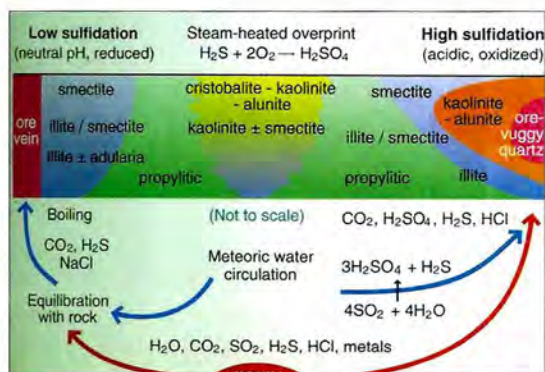


Figura 1.2. Alteración hidrotermal relacionada con los sistemas epitermales de alta y baja sulfuración.
Fuente: Hedenquist et ál. (1996).

Tabla 1.1. Características de los depósitos hidrotermales de alta y baja sulfuración.

	Baja sulfuración (adularia-sericita)	Alta sulfuración (sulfato-ácido)
Forma del depósito	Venas de espacios abiertos (predominante) Stock Work (comunes) Diseminados y reemplazamiento (menores) Reemplazamiento (comunes)	Diseminados (predominante) Stock Work (menores) Venas (comúnmente subordinadas)
Texturas	Venas Relleno de cavidades (bandas, colloformes, drusas) Brechas	Remplazamiento de la roca de caja, brechas y venas
Minerales de mena	Pirita, electrum, oro, esfalerita, galena (arsenopirita).	Pirita, enargita, calcopirita, tenantita, covelita, oro, teluros
Ganga	Cuarzo, calcedonia, calcita, adularia, illita, carbonatos.	Cuarzo, alunita, barita, caolinita, pirofilita

Fuente: Hedenquist et ál. (1996).

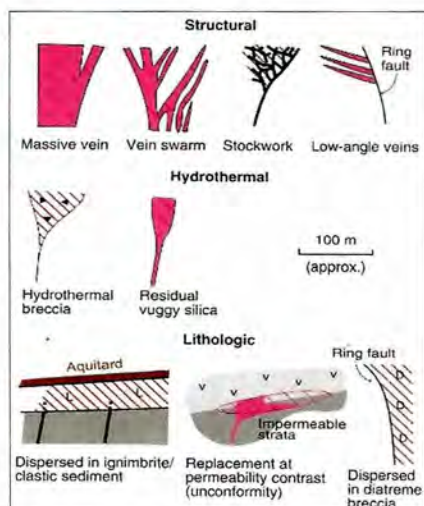


Figura 1.3. Formas típicas de los depósitos hidrotermales. Fuente: Hedenquist et ál. (1996).

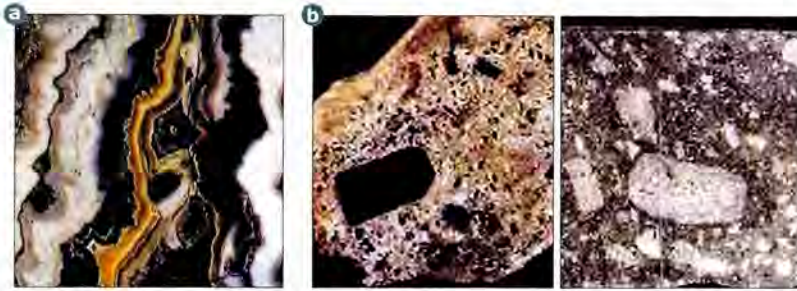


Figura 1.4. Texturas características de los depósitos de alta y baja sulfuración: **a.** Textura coliforme de sílice típica de depósitos de baja sulfuración. **b.** Texturas de remplazamiento típicas de alta sulfuración. Fuente: Hedenquist et ál. (1996).

En años recientes se introdujo el término sulfuración intermedia, que permitió redefinir los depósitos epitermales, los cuales son muy similares en su estructura a los depósitos de baja sulfuración, pero con características geoquímicas de los fluidos mineralizantes, afines con los depósitos de alta sulfuración. Los epitermales son depósitos ricos en oro y plata, formados en rocas calcoalcalinas con venas de cuarzo crustiforme y sulfuros que pueden llegar al 10%; entre ellos sobresalen la pirita, esfalerita, galena y calcopirita (Sillitoe & Hedenquist, 2003).

Depósitos pórfidos de cobre y oro

Pueden ocurrir en variados ambientes tectónicos tales como intrusivos derivados por cristalización fraccionada, en la raíz de estratovolcanes andesíticos, en zonas de subducción y en arcos de islas continentales. Generalmente se asocian a un fracturamiento fuerte y generalizado, conformando enjambres de diques y brechas. El núcleo del sistema presenta fuerte alteración hidrotermal de tipo potásico con presencia de K-feldespato y biotita seguida por una zona predominantemente cuarzosa y muscovítica denominada alteración filica; le sigue una zona de filosilicatos y cuarzo conocida como alteración argílica y, finalmente, hacia los bordes del sistema, se presenta la roca alterada a clorita, carbonato y epidota como consecuencia de la interacción agua-roca, esta zona es conocida como alteración propilítica (figura 1.5).

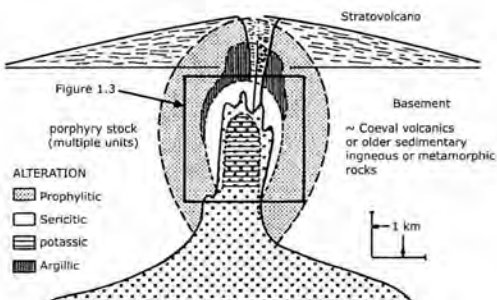


Figura 1.5. Representación esquemática de las alteraciones hidrotermales en pórfidos de cobre. Fuente: Hedenquist, Lowenstern. (1994).

Este tipo de pórfidos suele tener oro, calcopirita, bornita, pirita, magnetita, cuarzo, moscovita epidota.

Depósitos tipo IOCG

Un caso particular corresponde a los depósitos tipo IOCG (*Iron Oxide Copper Gold*) que establece la asociación de minerales de cobre y oro con óxidos de hierro, magnetita o hematita. En su formación esta involucrada actividad volcánica y procesos hidrotermales que removilizaron y precipitaron metales con cobre y oro en zonas de fracturas, como ocurrió en el *Olympic Dam* en Australia.

Exógenos

Ocurren sobre la superficie de la tierra. Los depósitos pueden clasificarse en:

- Generados por procesos superficiales de acumulación mecánica.
- Precipitados sedimentarios.
- Formados por procesos residuales.
- Enriquecimiento secundario o supergénico.

Generados por procesos superficiales de acumulación mecánica

Concentración de minerales pesados y resistentes en depósitos de placer.

Ejemplos. Arenas de rutilo y circón en New South Wales, Australia, y Trail Ridge, Estados Unidos; placeres de estaño en Malasia; placeres auríferos del Yukon en Canadá; arenas industriales y gravas, y depósitos de caolín en Georgia, Estados Unidos, y Bauxitas en Guyana.

Precipitados sedimentarios

Precipitación de elementos particulares en ambientes sedimentarios adecuados, con o sin la intervención de organismos biológicos. Ejemplos: formaciones de hierro bandeado de los escudos precámbricos; depósitos de manganeso de Chiaturi en Rusia; depósitos de evaporitas en Europa, y depósitos de fosfatos de Florida en Estados Unidos.

Procesos residuales

Lixiviación de elementos solubles de las rocas concentrando los elementos insolubles en el material remanente. Ejemplos. Lateritas níquelíferas de Nueva Caledonia en Colombia; Bauxitas de Hungría, Francia, Jamaica y Arkansas (Estados Unidos), y depósitos de caolín en Nigeria.

Enriquecimiento secundario o supergénico

Lixiviación de los elementos valiosos de las partes altas de los depósitos minerales y su precipitación a profundidad para producir concentraciones más altas. Ejemplos. Muchas bonanzas de oro y plata, y las partes altas de un número de depósitos de pórfidos de cobre.

Técnicas de muestreo de menas auríferas

En la actualidad los métodos geoestadísticos son aplicados en el modelamiento de recursos minerales. La geoestadística comprende un conjunto de herramientas y técnicas que sirven para analizar y predecir los valores de una variable que se muestra distribuida en el espacio o en el tiempo, de una forma continua. La aplicación de estos métodos tiene diferentes etapas.

Análisis exploratorio de los datos

Este análisis estudia los datos muestrales, comprueba la consistencia de los datos e identifica las distribuciones de las cuales provienen. Para ello emplea funciones de estadística descriptiva sin inferencias acerca de la población (figuras 2.1a y 2.1b).



Figura 2.1. Estadística descriptiva de los datos: a. Histograma de frecuencia. b. Distribución aleatoria. Fuente: Ingeominas (2007).

Tipos de muestreo

Existen múltiples maneras de coleccionar muestras. La escogencia depende de la información que se pretende coleccionar. En términos generales, se clasifican de tres maneras.

Aleatorio simple

Se realiza generalmente cuando se tiene poca información del objeto a medir. En este método cada miembro de la población tiene igual oportunidad de ser incluido en la muestra (figura 1.1a).

Aleatorio estratificado

Se realiza en las mismas condiciones que el muestreo simple, pero se agrupa por alguna característica (ej: tipo de roca) (figura 1.1b).

Sistemático

Puede ser radial o rectangular (figura 1.1c), generalmente se emplea en cuerpos homogéneos y se realiza a intervalos regulares. Se pretende obtener precisión y exactitud.

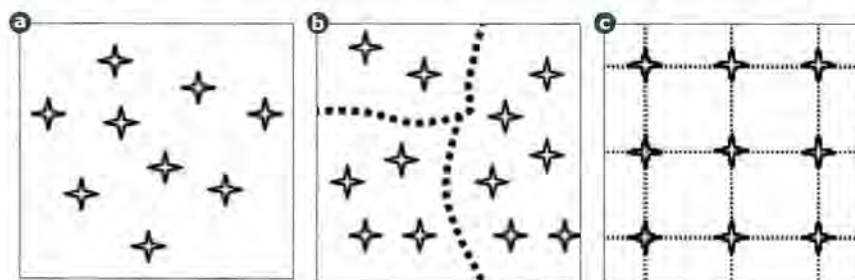


Figura 2.2. Tipos de muestreo: a. Aleatorio simple. b. Aleatorio estratificado. c. Sistemático.
Fuente: Bautista (2007).

El muestreo se puede realizar de manera puntual (muestras de mano), chips apiques (muestreo en canal), trincheras, testigos de perforación, concentrados de batea y muestreo de material particulado (muestreo en pilas).

Los criterios a tener en cuenta en la recolección de muestras dependen del objetivo del muestreo y sus alcances. Algunos son:

- Definir tamaño de muestra de acuerdo con los requerimientos de representatividad (grado de confianza de los resultados, población que va a muestrearse y grado de precisión).

- Definir el número de muestras requeridas. Para el caso del oro, este se distribuye aleatoriamente en la mena y requiere de mayor cantidad de muestras que un depósito uniforme.
- Tener en cuenta la distribución heterogénea y alta segregación del oro, pues valores extremos inducen a lamentables errores (requiere control estadístico).

En la comprobación de la consistencia de los datos, se consideran parámetros estadísticos como representatividad, tamaño y número de muestras.

La representatividad se obtiene cuando una muestra tiene las mismas características del material de estudio. En su determinación se involucra la precisión, exactitud y desviación (figura 2.3).



Figura 2.3. Representación gráfica de precisión y exactitud. Fuente: Smith, 2006.

Para asegurar la toma de datos confiable, es necesario evitar la extracción deficiente de la muestra, la segregación derivada del efecto pepita, heterogeneidad (variación espacial), prevenir posibles alteraciones y contaminación de muestras.

El tamaño y número de muestras son parámetros que deben definirse antes del muestreo. Tradicionalmente se han empleado formulas empíricas, como la fórmula de Brunton.

$$D = 0,65 \sqrt[3]{\frac{Wcp}{fsn(k-c)}}$$

donde,

D = diámetro en pulgadas de los agujeros de la malla por la cual ha sido pasado el mineral.

W = peso de la muestra, en libras.

c = grado promedio del mineral, en onzas por tonelada.

P = porcentaje de error permisible en la muestra.

f = factor que expresa la relación actual del peso de la partícula máxima del mineral rico que pasa una malla de tamaño dado al peso del cubo mayor del mismo mineral que pasará por esta malla.

s = gravedad específica del mineral rico.

n = número de partículas ricas de tamaño máximo, del mineral en exceso o déficit.

k = grado de riqueza del mineral, en onzas por toneladas.

Actualmente se definen estadísticamente, dependiendo del intervalo de confianza deseado, asumiendo una distribución normal (figura 2.4).

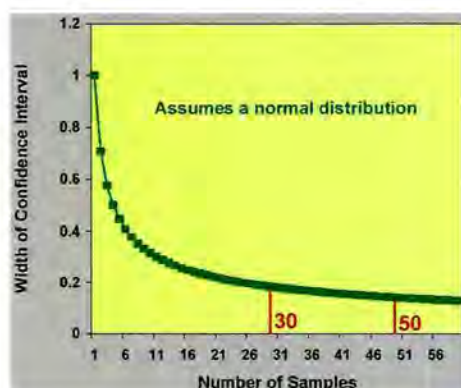


Figura 2.4. Distribución normal para definir el número de muestras. Fuente: Smith, 2006.

Tamaño de la muestra (n) según muestreo estadístico

Al aplicar funciones de probabilidad para determinar el tamaño y número de muestras es necesario tener idea del tamaño de población a muestrear.

Para el cálculo del tamaño de cada muestra se puede utilizar la fórmula:

$$n = \left(\frac{\sigma Z_{1-\frac{\alpha}{2}}}{d} \right)^2$$

donde,

n = tamaño de la muestra.

σ = desviación estándar.

Z = valor crítico de confianza deseado.

$1 - \frac{\alpha}{2}$ = nivel de confianza.

d = error de muestreo permitido.

Para calcular el tamaño muestral o número de muestras que represente una población se puede utilizar la fórmula.

$$n = \frac{n'}{1 + \frac{n'}{N}}$$

donde,

n = tamaño muestral (número de muestras que representan la población).

N = la varianza de la muestra. Siendo,

$$n' = \left(\frac{S^2}{\sigma^2} \right)$$

donde,

S^2 = la varianza de la muestra.

σ^2 = la varianza de la población respecto a determinadas variables.

La fórmula de Gy

La formula de Gy también ha sido empleada exitosamente para determinar el tamaño de muestras requeridas en los muestreos. Combina conceptos estadísticos con constantes experimentales.

La varianza relativa del error fundamental de muestreo está dada por:

$$S^2 = K d^3 \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

donde,

S^2 = la varianza de la muestra.

K = constante (en estricto rigor no es una constante) que se mide en gr/cm^3 y se expresa como $K = cgfl$, donde c es el factor de composición mineralógica (g/cm^3), g es el factor de distribución de tamaño (sin dimensión), f es el factor de forma de las partículas (sin dimensión) y l es el factor de liberación ($0 < l < 1$, sin dimensión).

d = diámetro máximo de partículas en cm (en la práctica se utiliza el valor d_{95} que corresponde al diámetro que verifica que el 95% de los diámetros son menores que d_{95}). También se llama diámetro nominal.

M_S = masa en gramos, de la muestra.

M_L = masa del lote en gramos.

Análisis estructural de los datos

Estudia la continuidad espacial de los datos, a partir de las cuales se construyen un variograma experimental, un variograma teórico y finalmente se hace el análisis y la interpretación.

Se hacen predicciones sobre puntos no muestrales considerando la estructura de la correlación espacial (variogramas) (figuras 2.5a y 2.5b).

Con los análisis estadísticos de datos, es posible entender las poblaciones geológicas, asegurarse de la calidad de los datos y consolidar información. A menudo se requieren modelos matemáticos para ir más allá de los datos conocidos. Para visualizar la información existen programas de computación en el mercado. Uno de los más conocidos es Datamine.

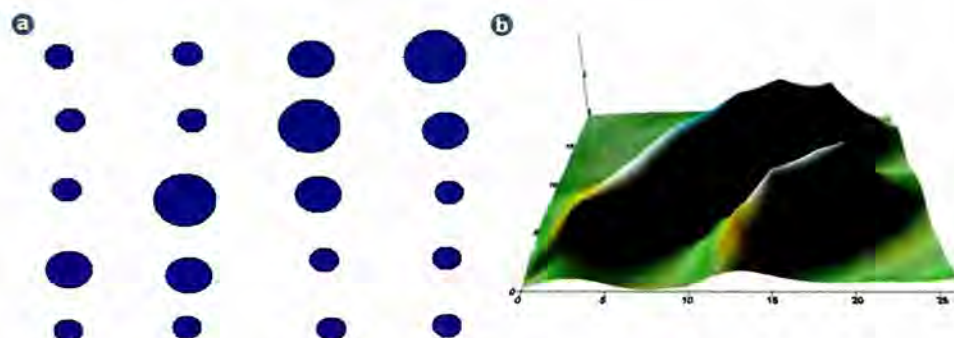


Figura 2.5. Análisis espacial de los datos. Definición de variogramas: **a.** Distribución espacial de datos. Fuente: Ingeominas (2007). **b.** Variograma experimental. Fuente: Oyarzun (n.d).

Predicciones

Es la estimación de la variable en los puntos no muestrales considerando la estructura de la correlación espacial. Simulación según patrones de continuidad espacial.

Se presenta un instructivo con guías de procedimiento para la recolección de muestras de frentes de explotación activos o inactivos o zonas mineralizadas de filones auríferos. Además de la muestra, se requiere una descripción mínima del área donde se recolectó la muestra. Para que la información colectada sea uniforme, se suministra un formato para ser llenado por los colectores.

Los procedimientos expuestos a continuación se derivan de la experiencia acumulada durante varios años y han sido probados en campañas anteriores de recolección de muestras. Se considera que la información colectada es básica e indispensable para garantizar la elaboración de un producto de calidad.

Muestras de filón

Alcance y campo de aplicación

El objetivo del muestreo de menas auríferas es obtener una muestra que reproduzca lo mejor posible las tendencias mineralógicas de la zona mineralizada muestreada.

El propósito de la recolección de las muestras es realizar análisis mineralógicos y metalúrgicos para obtener información primaria para el mapa mineralúrgico.

La precisión y cuidado con que se realice el muestreo incide profundamente en el alto grado de calidad y precisión de los análisis de las muestras.

El muestreo tiene tres componentes importantes:

- Descripción de las características generales de la zona mineralizada a muestrear.
- Toma de la muestra.
- Fotografía de la superficie muestreada.

Información descriptiva

Para recolectar esta información se cuenta con un formulario (formato 3.1) que contiene los siguientes ítems:

FORMATO 3.1

FORMATO DE RECOLECCIÓN DE MUESTRAS

MAPA MINERALÚRGICO DE COLOMBIA. Ingeominas- PROYECTO B99Q03

Nombre del recolector _____ Fecha _____ D M A

Nombre de la mina _____

Localización geográfica

Departamento _____ Municipio _____

Sector o vereda _____

Coordenadas de bocamina: X _____ Y _____

Altura de bocamina _____

Croquis de la ubicación del frente

Distrito n.° _____

FRENTE DE EXPLOTACIÓN MUESTREADO

N.° _____

Nombre del filón _____

Distancia a bocamina _____

Altura (msnm) _____

Nivel _____

Descripción del filón

Dirección e inclinación _____

Espesor. Aspecto _____

Oxidación

Total _____ Parcial _____ Nula _____

Mineralogía de la veta

Sulfuros _____ Ganga _____

Relación sulfuros/ganga _____

Zona de alteración (zona arcillosa)

Espesor _____ Color _____

Tipo de roca de caja _____

PERFIL DEL FRENTE



Relación de muestras tomadas

1 _____

2 _____

3 _____

4 _____

Litología

OBSERVACIONES

Localización geográfica

1. Se registra el departamento, municipio, sector o vereda (según lo identifique la comunidad) y las coordenadas geográficas.
2. Como coordenadas geográficas de la mina, se toma el punto correspondiente a la bocamina obtenida mediante posicionamiento global con GPS o con mapa topográfico de escala apropiada, mínimo 1:25.000.
3. La altura de la bocamina puede tomarse con GPS o con altímetro sensible, previamente calibrado en punto geodésico del municipio más cercano.
4. Ubicar la mina en un mapa.

Frente de explotación o zona mineralizada

Se describe la posición del frente o zona mineralizada en la mina, indicando la distancia de la bocamina y el nivel de explotación (altura). En caso de que se describa más de un frente, se identifican con un número consecutivo en el respectivo formulario, donde se anotan los principales rasgos geológicos de la zona mineralizada muestreada, como son:

Filón

Se deben diligenciar los siguientes campos del formato: dirección e inclinación; espesor; oxidación total, parcial o nula; aspecto: brechado, zonado (alternancia de bandas de sulfuros y ganga), caballos de estéril (fragmentos de roca encajante incrustada en el filón) y evidencias de fallamiento y heterogeneidad, etcétera; mineralogía de la veta (sulfuros y ganga presentes), y relación sulfuros-ganga.

Zona de alteración (zona arcillosa)

Se debe indicar espesor y color.

Tipo de roca encajante

En este campo del formato se hace la descripción de la roca encajante.

Perfil del frente

En el perfil que se encuentra en el formato se debe realizar un esquema del frente muestreado indicando la orientación (ejemplo, NE-SW), forma de la veta y litología presente en el filón muestreado. Adoptar una simbología apropiada. En lo posible, elaborar un croquis sobre la posición de los frentes con respecto a la bocamina.

Toma de la muestra

Arranque

- En cada punto de muestreo se deben tomar tres muestras: de la veta, de la zona de alteración (zona de arcillas aledaña al filón) y de la roca de caja.

- Si el filón se encuentra oxidado superficialmente, es necesario limpiarlo para tomar una muestra no oxidada. En caso de que persista la oxidación, de todas maneras se toma la muestra.
- Se recomienda tomar la muestra perpendicular a la dirección de bandeamiento en forma de canal.
- Se ubica gráficamente las muestras tomadas en el perfil del frente.

Cantidad

Mínimo 1000 gramos para veta y 500 gramos de las demás muestras.

Materiales y equipo

Cinzel, martillo, bolsas plásticas gruesas, marcador permanente, cinta de enmascarar y cámara fotográfica.

Rotulación y almacenamiento de la muestra

- Se guardan separadamente en bolsa plástica cada muestra de filón, alteración y roca encajante.
- Se marca la bolsa con las iniciales del nombre del recolector, seguidas de un número consecutivo a manera de código y las iniciales del tipo de material muestreado, así: FIL: Filón; ALT: Zona de alteración; y RC: Roca de caja.
- Se sella cada bolsa con cinta adhesiva de enmascarar y se marca nuevamente el código de la muestra sobre la cinta.
- Se reúnen en otra bolsa plástica las muestras de cada frente muestreado y se rotula con el nombre de la mina y el nombre o número del frente.

Fotografía

La fotografía debe tomarse al filón o zona mineralizada muestreada. Debe tenerse la precaución de fijar una escala de referencia (martillo, brújula, libreta).

Muestras de aluviones auríferos

Alcance y campo de aplicación

Se presenta un instructivo con guías de procedimiento para la recolección de muestras de aluviones auríferos y platiníferos, y guías de descripción general del depósito.

Los datos colectados y los resultados de los análisis minerometalúrgicos representan la base para obtener información primaria requerida para el mapa mineralúrgico de oro de Colombia.

El objetivo del muestreo es obtener una muestra que reproduzca, en la medida de lo posible, las características mineralógicas regionales de la zona en explotación.

El muestreo tiene tres componentes:

- Descripción de las características generales de la zona aluvial de donde está extrayéndose el mineral.

- Toma de la muestra.
- Fotografía del aluvión muestreado.

Información descriptiva

Para recolectar esta información, se cuenta con un formulario (formato 3.2) que contiene los siguientes ítems:

Localización geográfica

1. Se registra el departamento, municipio, sector o vereda (según lo identifique la comunidad) y las coordenadas geográficas del aluvión que se está explotando.
2. Como coordenadas geográficas del aluvión, se toma el punto correspondiente al sitio donde se tome la muestra, obtenida mediante posicionamiento global con GPS o con mapa topográfico de escala apropiada, mínimo 1:25.000.
3. La altura del aluvión puede tomarse con GPS o con altímetro sensible, previamente calibrado en punto geodésico del municipio más cercano.
4. se ubica el aluvión en un mapa.

Características generales del depósito aluvial

Anotar los principales rasgos geológicos de la zona aluvial como:

Tipo de placer

- Se diferencia, si es posible, el tipo de depósito de placer. Por ejemplo, barras de meandro, barras trenzadas e islas, placer de quebrada, placer de terrazas, paleocanal, relleno de valles, abanicos aluviales, de llanura de inundación, etcétera (Álvarez, 1986).
- Se describe brevemente el tipo de descapote y su espesor sobre el material aluvial que se está explotando.
- Se describe el tipo de material aluvial, arenas, arcillas u otros materiales residuales o detríticos que lo conforman, y se detalla su espesor.
- En el caso de encontrarse una cinta mineralizada en el aluvión, se describe y se dibuja en el perfil general que se encuentra en el formato. Se debe realizar una columna del frente muestreado, indicando la orientación (ejemplo, NE-SW) y describiendo las características litológicas generales.
- Se describe la litología del basamento de la zona mineralizada.

Toma de la muestra

Arranque

- En cada uno de los aluviones se toma una muestra donde se encuentra el venero o cinta mineralizada; normalmente cerca al basamento (*bedrock*) o falso fondo. En caso de no ubicarse, la muestra se puede tomar sobre la cabeza del proceso, una vez pase la separación granulométrica de sobretamaños; puede ser en el canalón que conduce el material a los concentradores.

FORMATO 3.2

FORMATO DE RECOLECCIÓN DE MUESTRAS

MAPA MINERALÚRGICO DE COLOMBIA. Ingeominas- PROYECTO B99Q03

Nombre del recolector _____ Fecha _____ D _____ M _____ A _____

Nombre de la mina _____

Localización geográfica _____

Departamento _____ Municipio _____

Sector o vereda: _____

Coordenadas de bocamina: X _____ Y _____

Altura _____

Croquis de la ubicación del aluvión

Distrito n.º _____

CARACTERÍSTICAS GENERALES DEL DEPÓSITO ALUVIAL

Tipo de depósito _____

Tipo y espesor de descapote _____

Tipo y espesor del material aluvial _____

Espesor y profundidad de la cinta (mineralizada) _____

PERFIL GENERAL DEL ALUVIÓN MUESTREADO



TIPO DE BEDROCK (BASAMENTO)

Muestreo

Volumen inicial de muestra: _____

Fracción retenida, % vol. de gravas _____

RELACIÓN DE MUESTRAS TOMADAS

1 _____

2 _____

3 _____

4 _____

LITOLOGÍA DE LAS GRAVAS

Con oro: Sí _____ No _____

Fracción pasante, % volumen _____

LITOLOGÍA

OBSERVACIONES: _____

- Se recomienda tomar siempre la misma cantidad de muestra, para lo cual es muy útil utilizar baldes plásticos de 9 litros. Uno de estos baldes se llena de material aluvial y, posteriormente, se tamiza en húmedo con una malla n.º 8 (2 mm), teniendo el cuidado de recoger el material pasante en el otro balde.
- El material retenido (cantos) se describe teniendo en cuenta las características litológicas del formato adjunto. Se examinan con cuidado para detectar la presencia de cantos con oro.
- Es importante anotar la cantidad de material tomado inicialmente y el porcentaje en volumen de material retenido con respecto al total obtenido cualitativamente.
- De la fracción gruesa (material retenido) no es necesario tomar muestra.
- La muestra que se colecta, correspondiente al material pasante del tamiz, se empaca en bolsa plástica y se rotula debidamente.

Cantidad

Corresponde a la fracción variable que pasa en la malla. Generalmente es de ± 4 kg.

Materiales y equipo

Dos baldes plásticos de 9 litros; tamiz n.º 8 en acero inoxidable; pala; bolsas plásticas gruesas; marcador permanente; cinta de enmascarar, y cámara fotográfica.

Rotulación y almacenamiento de la muestra

- Se guarda separadamente en bolsa plástica cada muestra de aluvión.
- Se marca la bolsa con las iniciales del nombre del recolector, seguido de un número consecutivo a manera de código.
- Se sella cada bolsa con cinta adhesiva de enmascarar y se marca nuevamente el código de la muestra sobre la cinta.
- Se reúne en otra bolsa plástica las muestras correspondientes a cada frente de muestreo y se rotula con el nombre de la mina y el nombre o número del frente.
- Se efectúa la relación de muestras y se envían a quien corresponda.

Fotografía

La fotografía debe tomarse al aluvión y zona mineralizada muestreada. En el frente de muestreo, tener la precaución de colocar una escala de referencia (pala, barreno).

Muestras de roca para oro diseminado

Alcance y campo de aplicación

El método está limitado a depósitos minerales de gran tonelaje, referido a depósitos de naturaleza homogénea de tamaño apreciable con concentraciones de metales preciosos bajas como oro diseminado cuyas concentraciones varían de 1 a 5 gramos por tonelada. En algunos depósitos, puede llegar incluso a 25 gramos por tonelada (Schroeter & Poulsen, 1996).

A partir del método de muestreo, es posible establecer modelos que permitan inferir las variaciones del contenido de metales preciosos en el yacimiento. El objetivo es optimizar el patrón de muestreo que provea el número de muestras representativas para obtener el grado y las dimensiones del cuerpo de mena (Stanton, 1972). Es útil también en la valoración de otros depósitos con características relativamente homogéneas, como sulfuros masivos.

Principios básicos

Los depósitos de oro diseminado contemplan los relacionados con oro de tamaño micrométrico y sulfuros diseminados en rocas de composición y orígenes variados; entre ellos, rocas sedimentarias calcáreas, calizas silíceas (tipo Carlin), siliciclásticas no carbonatadas, limolitas y arcillolitas carbonáceas, rocas metavolcánicas y plutones félsicos (Henley, 1975).

La extensión de estos depósitos puede alcanzar varios kilómetros cuadrados. Su tamaño puede llegar a varios millones de toneladas, desde 1 a 150 millones (Bateman & Jensen, 1981). Un depósito de esta naturaleza requiere movilización, trituración y molienda de gran cantidad de material para hacerlo económicamente rentable. En la actualidad, gracias a equipos y procesos diseñados para tal fin, como voladuras a gran escala, transporte de gran tonelaje, molienda, concentración mediante flotación, lixiviación por cianuración y recuperación con carbón activado, es posible encontrar rentabilidad en ellos.

Materiales y equipos

Martillo neumático, pintura reflectiva, marcadores, etiquetas, cinta adhesiva, cinta métrica, barreno con punta de tungsteno, posicionador geográfico, picos, palas, recipiente plástico (baldes) y bolsas plásticas.

Procedimiento

Se seleccionan dos tipos de muestreo: el muestreo superficial de roca y el muestreo en galerías subterráneas.

Muestreo superficial de roca

Selección de la malla de muestreo

La densidad de muestreo depende de la representatividad estadística deseada. Para efectos de exploración la densidad puede alcanzar cinco muestras por kilómetro cuadrado, espaciadas cada 500 metros.

Muestreo superficial de chips

- Se construye un apique de 1 metro cuadrado y se extrae el suelo con pico y pala hasta llegar a la roca fresca. Luego, con el cincel y el martillo, se extraen fragmentos

de roca chips de máximo 5 cm de longitud, separados 15 o 20 cm distribuidos homogéneamente en la superficie hasta obtener de 2 a 3 kilos de muestra.

- Cada chip se introduce en una bolsa rotulada con el número de campo y la posición.

Muestreo en canal en galerías subterráneas

Selección del sitio que va a muestrearse

La representatividad de la muestra depende del sitio escogido para muestrear: por tanto, es definitivo seleccionarlo correctamente.

- Se efectúa la inspección general de las galerías y se seleccionan las más representativas del yacimiento.
- En caso de mineralización filoniana, se escogen las cruzadas y el muestreo se efectúa únicamente en la roca encajante.

Limpieza de superficies

Una vez seleccionadas las galerías, se escoge el lado de la galería con menor perturbación tectónica. Se limpia mediante lavado con cepillo y agua hasta obtener la superficie fresca de la roca.

Definición de intervalos y marcado de muestras

- La selección de los intervalos depende del número de muestras requeridos para asegurar representatividad estadística.
- Para efectos del cálculo de reservas, los intervalos suelen ser de 1 o 2 metros. Es preferible construir el canal a 1 metro de altura de piso para evitar contaminación de la muestra y para facilitar la operación del martillo.
- Con pintura de color fuerte, preferiblemente reflectora, se pinta la línea por donde debe ir el canal y se pintan los intervalos correspondientes.
- El marcado se hace para asegurar el punto de muestreo y para que quede testigo del punto de muestreo.

Construcción del canal

Se construye el canal a lo largo de la línea previamente demarcada. Las dimensiones son de 1 a 2 cm de profundidad y 3 a 5 cm de espesor. La muestra se arranca a profundidad homogénea con un taladro neumático que pulveriza la muestra; la sección debe ser continua.

Recolección de la muestra

- Se efectúa en un recipiente (puede ser un balde) recubierto con una bolsa grande, el cual se coloca lo más cerca posible del sitio de arranque, con el objeto de evitar pérdidas de partículas o esquirlas de roca que saltan en el momento del arranque.
- Se colectan muestras de 2 a 3 kilos de peso.

Muestreo de chips en canal

- La técnica se emplea cuando no se dispone de taladro neumático. Es alternativa y afecta la representatividad de la muestra.
- Con cincel y martillo se arrancan chips o fragmentos pequeños de roca espaciados entre sí, cerca de 10, 20 o 30 cm, según la densidad deseada. Se avanza sobre la línea demarcada previamente con pintura reflectora. El muestreo se realiza de manera superficial.
- El recipiente se coloca lo más cerca posible del punto de arranque hasta completar 2 o 3 kilos de muestra. Cada intervalo representa un punto de muestreo.

Tratamiento de las muestras

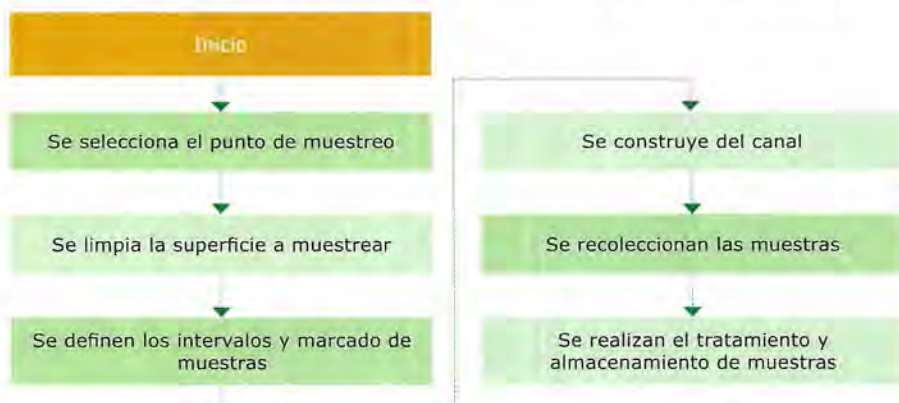
1. Una vez colectadas las muestras, se organizan y rotulan siguiendo la codificación establecida por Ingeominas.
2. Posteriormente, la muestra se seca a baja temperatura o temperatura ambiente. Se pulveriza, se cuartea y se despacha para análisis químico.
3. Los elementos que se determinan en depósitos de oro diseminado suelen ser oro, plata, arsénico, antimonio, bismuto, mercurio (Schroeter & Poulsen, 1996). Así como, otros elementos: hierro, cobre, plomo, zinc, wolframio y molibdeno (Boyle, 1979).
4. Las muestras testigo se almacenan debidamente codificadas en la litoteca.

Control estadístico

Para efectos de determinar la variación de la concentración de los elementos, se establecen medidas de variación estadística (por ejemplo, promedios y modas). Para efectos de modelación del depósito se emplean métodos geostatísticos.

Protocolo

A continuación se muestra el protocolo del muestreo para oro diseminado.



4

Técnicas de preparación de muestras para análisis mineralógicos

Preparación de secciones delgadas pulidas

La observación microscópica es la técnica aceptada para identificar, describir y clasificar las rocas y los minerales. Para ello es necesario elaborar secciones de roca muy delgadas para aprovechar las propiedades ópticas de los minerales de transmisión y reflexión de luz.

Las secciones delgadas pulidas son láminas delgadas de 30 μm de espesor de rocas o minerales, preparadas para ser observados bajo microscopio petrográfico con el fin de efectuar descripciones detalladas acerca de la naturaleza de las muestras objeto de análisis. Cada mineral tiene sus propias características ópticas, que permiten identificarlo y analizarlo con alto grado de certeza. Las secciones delgadas pulidas son una técnica ampliamente aceptada para el estudio petrográfico y petrológico de rocas y minerales.

Reactivos

Petropoxina 154 o resina epóxica equivalente fotocurable; abrasivo carborundum de diferente granulometría, y pasta diamantada de diferente granulometría.

Equipos

Cortadora de rocas; plancha de calentamiento, y pulidora de rocas.

Vidriería

Vidrio petrográfico.

Procedimiento

El proceso de preparación de las secciones delgadas consta de tres pasos consecutivos, así.



Recepción de la muestra

Inicialmente se señala en la roca la dirección de corte, de acuerdo con el objetivo trazado.

Sección delgada pulida

Corte de rocas

Es el paso inicial en la preparación de secciones delgadas. Se utiliza una sierra diamantada y se extrae un pequeño bloque de 25 mm de largo x 20 mm de ancho y 5 mm de espesor (figura 4.1).

Montaje sobre la lámina de vidrio

Una de las caras laterales del bloque se pule con carburo de silicio granulado de mallas 600 y 1000. Luego se coloca sobre una plancha de calentamiento (figura 4.2) a 100 °C durante 30 minutos, al cabo de los cuales se adiciona resina epóxica, preferiblemente petropoxina 154 (marca registrada), sobre la superficie pulida (figura 4.3). En seguida se coloca la lámina de vidrio calentada, evitando dejar burbujas de aire entre las superficies y se aumenta la temperatura hasta 110 °C. Se deja endurecer durante 20 minutos aproximadamente.

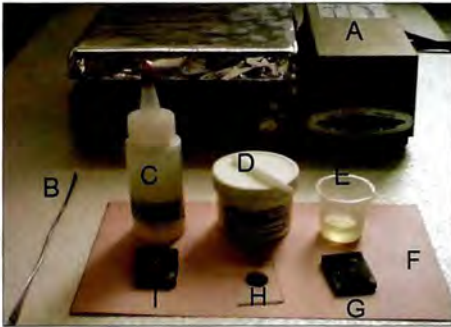


Figura 4.1. Corte de rocas.

Figura 4.2. Calentamiento del montaje sobre la lámina de vidrio.

Figura 4.3. Materiales para la preparación de secciones pulidas: A. Plancha de calentamiento, C. Resina epóxica, D. Aglomerante, E. Recipiente de resina, F. Fragmento de roca, G. Material suelto para aglomerar, H. Muestra de mena aurífera.

Desbaste de rocas

Una vez montada la roca sobre la lámina de vidrio, se procede a cortar el excedente de roca en el disco diamantado. El disco tiene acoplado un dispositivo de fijación de la lámina con un sistema de vacío. La sección se deja de 1 mm de espesor aproximadamente (figura 4.4), se limpia lavándola con abundante agua. Posteriormente, se desbasta sucesivamente con carburo de silicio (figura 4.5) de mallas 400, 600, 1500 y 2000, hasta obtener una sección de 0,03 mm.



Figura 4.4. Corte de roca hasta 1 mm de espesor.



Figura 4.5. Desbaste con carburo de silicio.

Pulido de la sección

Después de obtener la sección delgada, se continúa con el pulido, el cual empieza con lija de carburo de silicio de malla 2000, luego se lava con abundante agua y se limpia totalmente en el limpiador ultrasónico. Este paso es muy importante para no contaminar los abrasivos de menor tamaño. Se continúa el pulido sucesivo con pasta de diamante de $3\ \mu\text{m}$ y $1\ \mu\text{m}$ hasta obtener el pulido final (figura 4.6).



Figura 4.6. Pulido de la sección.

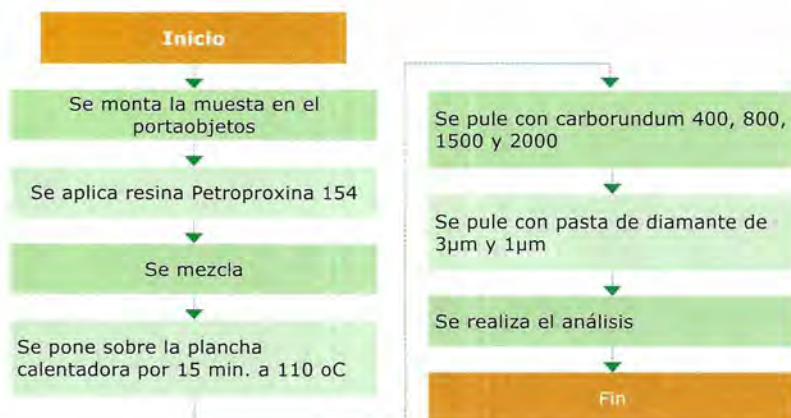
Entrega de la muestra

Postratamiento

La parte final de la preparación de la sección consta de la codificación y rotulación respectiva para iniciar el análisis en el microscopio petrográfico.

Protocolo

En el siguiente diagrama de flujo se muestra el protocolo a seguir para la preparación de secciones delgadas.



Montaje de secciones aglomeradas

Las secciones delgadas pulidas aglomeradas corresponden con el análisis de muestras de roca friable o material de proceso metalúrgico.

Los estudios de mineralogía de procesos en material metalúrgico requieren secciones delgadas pulidas de excelente calidad.

Procedimiento

El procedimiento de preparación comienza con el rotulado de la placa de vidrio sobre la que se prepara la sección.

1. La muestra (material particulado de beneficio) se pone a secar en el vidrio, previamente marcado, sobre la plancha calentadora a 110 °C, durante 1 hora, para eliminar totalmente la humedad.
2. Se baja la temperatura de la plancha a 80 °C y se adiciona aproximadamente medio gramo de muestra. Luego se colocan tres gotas de petropoxina, previamente preparada, sobre la sección con la muestra seca (figura 4.7). Se esparcen y mezclan muy bien, evitando la formación de grumos (figura 4.8).
3. Se eleva la temperatura de la plancha a 110 °C durante 15 minutos; luego se retira la sección de la plancha de calentamiento para su enfriamiento. Comienza el pulido.
4. Una vez endurecida la resina, se pule con abrasivo carborundum malla 400, 800, 1500 y 2000. Se verifica el espesor de 0,03 mm y la calidad del pulido (figura 4.6). Cada uno de estos pasos toma aproximadamente 10 minutos a la persona que esté entrenada.
5. Se pule en máquina con pasta de diamante de 3 y 1 μm , se verifica la calidad del pulido y el espesor de los minerales translúcidos, con el microscopio petrográfico. Para estos, el punto de referencia es el color de interferencia del cuarzo, gris de primer orden.



Figura 4.7. Adición de resina epóxica sobre la muestra.



Figura 4.8. Distribución de la muestra sobre la placa.

Concentración gravimétrica de minerales con líquidos densos (LST)

La separación gravimétrica de minerales se realiza para separar selectivamente o concentrar los minerales constituyentes de una muestra. En la concentración de minerales, esta técnica se aplica para asegurar la separación por especies minerales con fines de identificación selectiva o para establecer la abundancia relativa con respecto a otros minerales. Es especialmente útil para combinar con otras técnicas como difracción de rayos, que requieren concentraciones altas de minerales para ser identificados.

La concentración gravimétrica de minerales se basa en la propiedad física de los minerales de poseer masa. La masa es diferente para cada mineral; por tanto, la diferencia de masa expresada en diferencia de peso de un mineral con respecto a otro posibilita la separación.

Los líquidos densos son compuestos químicos cuyo peso específico es muy alto y presentan la característica de modificar su densidad mediante la adición o sustracción de un solvente.

La separación gravimétrica por líquidos densos se presenta cuando el líquido denso o medio de separación tiene densidad intermedia entre uno o varios minerales de menor densidad y otros minerales de mayor densidad. Los minerales de menor densidad quedan flotando sobre el medio separador mientras que los de mayor densidad o más pesados reposan en el fondo del medio separador.

El politungstato de litio (LST) es un líquido denso (densidad: $2,84 \text{ g/cm}^3$) que se emplea actualmente en el laboratorio porque no es tóxico y por su facilidad de manejo.

Equipos

Balanza de 200 mg, campana extractora, centrifugadora, horno, kit de separación gravimétrica, sistema de filtración en vacío.

Vidriería

Embudo o tubos de separación.

Otros

Muestra malla $[-100 + 400]$ y tapones.

Procedimiento

Antes de iniciar la separación con líquidos densos, es necesario acondicionar la muestra eliminando partículas finas y sales solubles que afecten o degraden el politungstato de litio (LST).

El proceso de decantación consiste en eliminar las partículas más finas de la muestra con el fin de evitar la contaminación de líquidos densos y facilitar el proceso de filtración y lavado de los minerales.

Eliminación de limos y arcillas

Para este proceso se requiere un Beaker de 500 mL, una bandeja o recipiente de 5 litros y un agitador (figura 4.9).

1. Inicialmente se pesan entre 100 y 200 gramos de muestra, la cual debe estar disgregada, preferiblemente de tamaño menor a malla 100.
2. En un recipiente de vidrio (vaso de precipitados) se coloca la muestra seca, se agrega agua (o alcohol) hasta cinco veces el volumen de la muestra. Luego se agita vigorosamente con un agitador hasta colocar en suspensión las partículas más finas (figura 4.10). Se detiene la agitación y se deja decantar durante 25 segundos hasta cuando las partículas más gruesas se decanten. Luego se extrae de la bandeja el sobrenadante. Se llena de nuevo el Beaker con agua, se agita vigorosamente y se deja decantar durante 20 segundos. Se vacía el sobrenadante. Este procedimiento se repite disminuyendo el tiempo de decantación hasta 5 segundos. El agua debe aclararse completamente (figura 4.11).
3. A continuación se extrae la fracción gruesa, se seca a 50 °C y se pesa.

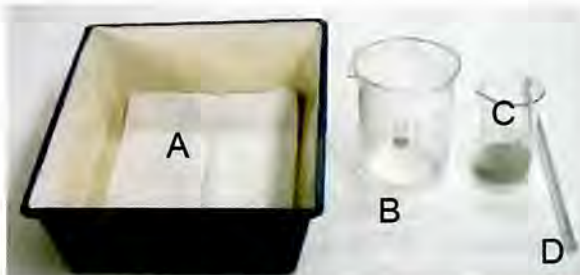


Figura 4.9. Materiales requeridos en la eliminación de limos y arcillas: A. Recipiente de lavado, B. Vaso de precipitados, C. Muestra para eliminación de fracción fina, D. Agitador.



Figura 4.10. Suspensión de partículas finas.

Figura 4.11. Extracción y eliminación de partículas finas.

Separación con politungstato de litio

Por seguridad, aunque el LST no es tóxico, es necesario efectuar la concentración en cabina de extracción con implementos de seguridad como bata, guantes y gafas, para evitar cualquier contacto con la piel.

Para realizar la separación con LST se puede utilizar embudo de separación, tubos de ensayo para separación, o vasos de precipitados.

1. Se eliminan las sales solubles mediante lavado con agua desmineralizada y posterior secado.
2. Una vez seca la muestra, se incorpora en un embudo de separación el politungstato de litio (LST) en proporción de 4 o 5 veces el volumen de la muestra. Luego se adiciona la muestra y se agita vigorosamente. Se deja en reposo durante 4 horas mientras se realiza la concentración (figura 4.12a).
3. Una vez cumplido el tiempo de separación, se observan las fracciones separadas: las pesadas en el fondo y las livianas flotando (figura 4.12b).
4. Por la parte inferior, se extrae la fracción pesada, sobre un recipiente con filtro miliporo de 45 μm acoplado a un sistema de vacío, para recuperar directamente el LST (figura 4.12c).



Figura 4.12. a. Separación mediante LST. b. Extracción de la fracción pesada. c. Recuperación del LST.

5. El material filtrado se lava exhaustivamente con agua desmineralizada en otro recipiente que contiene el LST disuelto en agua, hasta verificar que la muestra quede completamente libre de reactivo.
6. Finalmente se seca la muestra en un horno secador a 50 °C.

Para la fracción liviana se procede exactamente de la misma manera que para la fracción pesada.

Nota. Las relaciones de peso resultantes en cada fracción se consignan en el formato diseñado para tal fin.

Concentración magnética de minerales

La separación magnética se realiza con el objeto de concentrar minerales para su posterior identificación o para establecer proporciones relativas entre minerales de acuerdo con el peso de la fracción magnética separada.

Generalmente se emplea en procesos industriales de producción de materias primas minerales. En nuestro caso, se realiza en el laboratorio con fines de especiación mineralógica y se emplea en la identificación de minerales auríferos, sulfuros polimetálicos o las denominadas arenas negras.

La susceptibilidad magnética es una propiedad física de los minerales. La diferencia de esta propiedad entre ellos ha permitido el desarrollo de esta técnica de separación, la cual consiste en hacer pasar partículas monominerales a través de un campo magnético uniforme a una velocidad constante. Esta condición hace que los minerales de la misma susceptibilidad magnética se agrupen y se separen de los demás. La variación de la intensidad del campo magnético permite la separación de varios grupos de minerales.

Equipos

Separador magnético Isodinamic Frantz modelo 1-1, alimentación inclinada, canal de separación inclinado 30 grados y con giro hacia adelante de 15 grados (figura 4.13).

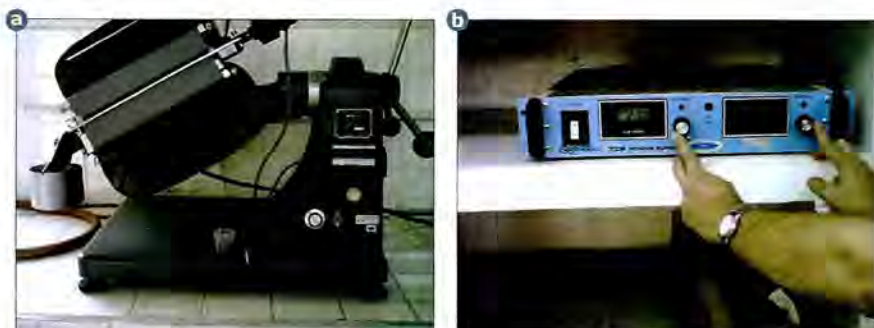


Figura 4.13. Separador magnético Isodynamic Frantz: **a.** Separador magnético. **b.** Regulador de corriente y voltaje eléctricos.

Procedimiento

Las condiciones de operación del equipo dependen del tamaño de grano y de la naturaleza de los minerales que se van a separar. Es necesario ajustar la inclinación frontal del separador hasta aproximadamente -15 grados para optimizar la separación; luego se ajusta la inclinación lateral para regular la velocidad de avance de los granos. Posteriormente, se eleva el amperaje para incrementar el campo magnético.

1. Inicialmente se separan los minerales con imán de mano para extraer hierro, ilmenita y magnetita (figura 4.14a).
2. Posteriormente se introduce la muestra por el embudo de acceso al separador magnético a diferentes rangos de amperaje, iniciando normalmente con 0,4 amperios (figura 4.14b).
3. Se obtienen dos fracciones de diferente susceptibilidad magnética (figura 4.14c).
4. Se toma la fracción menos magnética y se separa nuevamente en 0,9 y 1,5 amperios.
5. Finalmente se obtiene una fracción no magnética muy pura, constituida esencialmente por sulfuros de hierro y plomo, cuarzo, óxidos de titanio, zircón y minerales preciosos.
6. La limpieza del equipo se realiza mediante soplado de aire comprimido (figura 4.14d).
7. Cada fracción se pesa y, con base en la relación de pesos, se establecen las cantidades presentes en la muestra original. Los pesos se consignan en la tabla 4.1.
8. Los minerales de cada fracción pueden identificarse visualmente o pueden llevarse a identificación por difracción de rayos X si se prefiere.



Figura 4.14. a. Extracción manual de minerales altamente magnéticos. b. Alimentación manual de la muestra al separador magnético. c. Obtención de dos fracciones con diferente susceptibilidad magnética. d. Limpieza del equipo mediante aire comprimido.

Tabla 4.1. Formato de registro de datos, concentración de minerales.

Ingeominas
UNIDAD OPERATIVA CALI
LABORATORIO DE MINERALOGÍA
ANÁLISIS MINERALÓGICO
SEPARACIÓN GRAVIMÉTRICA Y MAGNÉTICA

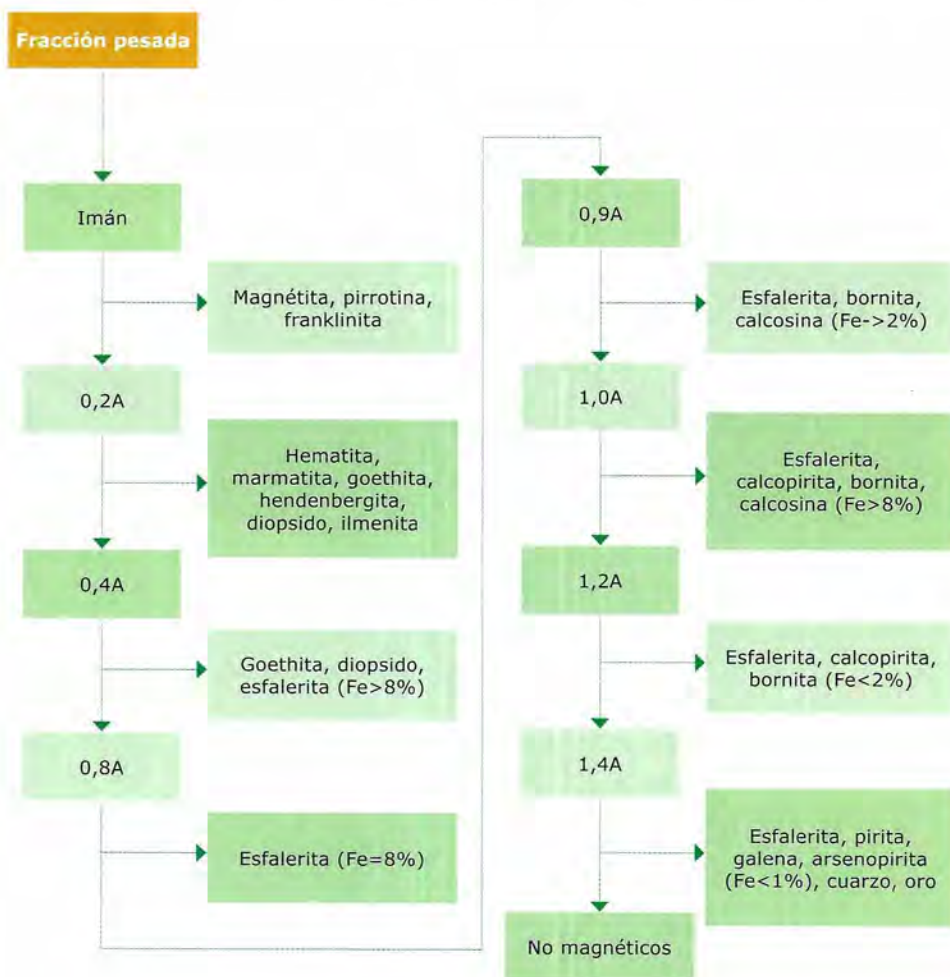
Fecha: _____

Mina: _____ Proceso n.º: _____

		Peso	
		Gramos	%
F i n o s			
Gruesos	Livianos(<3,5)		
	Livianos(<2,9)		
	Pesados	Magnética	
		0,4 a	
		0,9 a	
		1,5 a	
		1,5 no magnético	

Protocolo

A continuación el diagrama de flujo muestra la separación magnética de sulfuros polimetálicos:



Preparación de muestras para análisis por difracción de rayos X de polvo

Muestras desorientadas

Los materiales susceptibles de ser analizados por difracción de rayos X de polvo corresponden únicamente a compuestos sólidos de cualquier naturaleza. Usualmente se analizan muestras de rocas y minerales de origen natural. Sin embargo, la técnica es aplicable a otros materiales; por ejemplo, compuestos orgánicos e

inorgánicos de origen artificial, compuestos farmacéuticos, cementos y aleaciones, entre otros.

Las muestras deben ser susceptibles de ser pulverizadas y se asume que son representativas del lote o roca del cual provienen, y que son el resultado de un análisis concienzudo acerca de lo que se pretende buscar.

Equipo

Horno de secado.



Otros

Mortero de ágata (figura 4.15), espátulas, portamuestras, y papel de pesaje.



Figura 4.15. Mortero de ágata.

Procedimiento

Se disgrega la muestra previamente seca en forma natural o en horno a baja temperatura (menor de 50 °C). Se toman aproximadamente 100 g de muestra y se homogeneizan, luego se extraen alrededor de 5 g y se muelen manualmente en un mortero de ágata hasta obtener una fracción menor de 50 μm . Se tamiza en malla 325 con la ayuda de una espátula.

Montaje de muestras desorientadas

1. Se coloca el portamuestras sobre una superficie plana de vidrio con la cara frontal hacia abajo y se adiciona muestra de polvo sobre la zona interna (figura 4.16a).
2. Se coloca papel de pesaje sobre la muestra y se presiona fuertemente con las yemas de los dedos (pulgar) hasta compactar la muestra, teniendo cuidado de mantener inmovilizado el portamuestras (figura 4.16b).
3. Se retiran los residuos de muestra de la cara posterior del portamuestras y se verifica que la superficie es plana y está a ras de la cara frontal de la muestra desorientada sobre el portamuestras (figura 4.16c).



Figura 4.16. a. Adición de la muestra sobre el portamuestra. b. Fijación de muestra mediante prensado manual en la portamuestra. c. Limpieza del portamuestras y verificación del montaje.

Muestras orientadas

La difracción de rayos X es la técnica indicada para identificar y clasificar los minerales de arcilla. Usualmente se hace un registro desorientado de la muestra y se determina si hay presencia de minerales de arcilla. Cuando esto ocurre, se inicia una rutina de pretratamientos combinados con difractogramas para determinar los grupos y las especies de arcilla presentes. Con la orientación de los minerales de arcilla, se espera que sus planos basales (001) se orienten paralelos a la superficie de la muestra para obtener fuertes reflexiones basales como (001), (002), (003), característicos de cada mineral de arcilla, los cuales se encuentran en cuatro grupos principales: esmectitas, illitas, cloritas y kanditas (caolinitas).

Se toma como base la metodología de determinación de minerales de arcilla del laboratorio se suelos de la Universidad de Lieja, Bélgica (Thorez 1976), adaptada a los equipos del laboratorio.

Equipos y otros elementos

Balanza electrónica, horno de secado, desecador con llave para vacío, mortero de acero, mortero de ágata, centrifugadora (figura 4.17), vórtex (figura 4.18), portamuestras de vidrio, tubos de ensayo, vaso de precipitados.



Figura 4.17. Centrifugadora.



Figura 4.18. Vórtex.

Procedimiento

1. Se disgrega la muestra previamente secada en forma natural o en horno a baja temperatura (menor a 50 °C). Se toman aproximadamente 100 g de muestra y se homogeneizan, luego se extraen alrededor de 5 g y manualmente se muelen en un mortero de ágata hasta obtener una fracción menor de 75 μm (pueden pulverizarse mecánicamente también, pero no es deseable). Para verificar el tamaño, se tamiza en malla 200 mesh.
2. Se toman 10 g de muestra triturada a 75 μm y se suspenden en 300 mL de agua en un Beaker de 500 mL (mantener una relación de volumen de 1/20). Se agita vigorosamente y se deja decantar durante 15 minutos (figura 4.19a).

3. Con una jeringa se extraen 60 mL de suspensión de la parte superior del recipiente, aproximadamente a 1 cm de altura (figura 4.19b) y se depositan en un tubo de ensayo de 100 mL (figura 4.19c). Luego, se balancean los tubos de ensayo (figura 4.19d) para ingreso a la centrifugadora (figura 4.19e).
4. Se inicia la extracción de sales solubles por lavado de la muestra mediante centrifugación a 4000 rpm durante 5 min (opcional dos veces)(seis tubos de ensayo de 10 mL).
5. Se remueve el precipitado con ayuda del vórtex y se adiciona agua desmineralizada hasta completar 60 mL.
6. Se incorpora la solución en un vaso de precipitados de 100 mL (figura 4.19f) o en dos frascos, cada uno de 20 mm de diámetro o de 30 mL de capacidad cada uno (muestra y testigo).
7. Se agita, se homogeneiza y se deja decantar durante 50 min (figura 4.19g), separación granulométrica mediante aplicación de la ley de Stokes. Al cabo de este tiempo, se extraen 10 mL de la parte superior con jeringa o pipeta, ubicada a 1 cm de profundidad.
8. Se incorporan en un tubo de ensayo, se balancea de nuevo y se centrifuga a 4000 rpm durante 5 min (opcional 2 veces). Se desecha el sobrenadante y se completa 1 mL de solución para montaje de muestra orientada.
9. Se monta 1 mL de muestra sobre portamuestras de vidrio esmerilado con ayuda de la pipeta (figura 4.19h). Se distribuye sobre todo el portamuestras el volumen seleccionado con la fracción arcilla menor de $2\ \mu\text{m}$ (concentración de arcilla $3\ \text{mg}/\text{cm}^3$) y se deja en reposo hasta evaporación total de agua, 8 horas aproximadamente.
10. Posteriormente se hace un difractograma de la muestra orientada (figura 4.19i) con rango entre 2° y $30^\circ 2\theta$, *step* de 0,01 y $3^\circ/\text{min}$ de velocidad de escaneo.

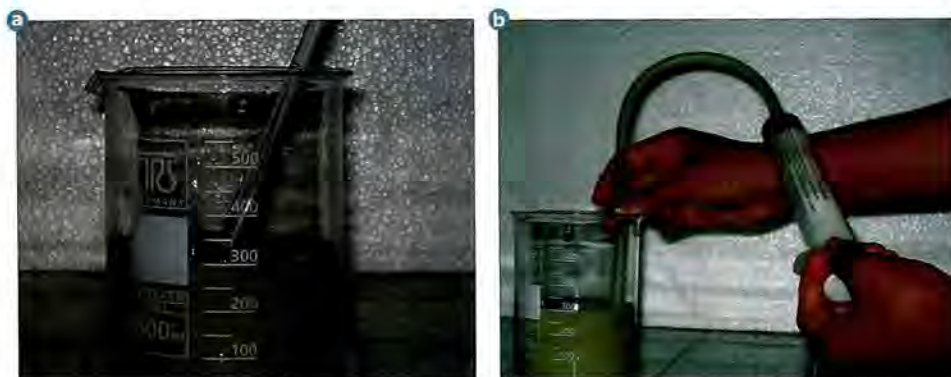


Figura 4.19. a. Agitación y decantación en Beaker. b. Extracción de la fracción limoarcillosa.



Figura 4.19. c. Llenado de tubos de ensayo para centrifugación. d. Balanceo de tubos de ensayo antes de la centrifugación. e. Centrifugación para eliminación de sales solubles. f. Adición de fracción limoarcillosa en un vaso de precipitados de 100 mL. g. Decantación durante 50 minutos. h. Montaje de muestra sobre vidrio esmerilado con ayuda de pipeta. i. Difractograma de la muestra.

Solvatación con etilen glycol

Los minerales de arcilla como esmectita, halloisitas y minerales interestratificados no son identificados plenamente mediante el registro de muestras orientadas. Algunos tienen un comportamiento expansivo cuando se hidratan con agua o con alcoholes.

Procedimiento

Consiste en introducir etilen glycol en la estructura para aumentar el tamaño de las distancias interlaminares. El plano basal (001) se expande y puede diferenciarse en el difractograma; con ello se establece diferenciación con otras especies minerales que no se expanden.

Por medio de este tratamiento se diferencian minerales como cloritas, esmectitas, illitas, caolinitas, vermiculitas, entre otros. El procedimiento consiste en:

1. Se introduce la muestra previamente orientada en un desecador con vacío, en cuyo interior se halla un recipiente con etilen glycol. Se le aplica el vacío y se deja actuar durante 12 horas. Alternativamente, se puede introducir el sistema de vacío en un horno de calentamiento a 40 °C (máximo), durante 4 horas, mínimo (figura 4.20).
2. Una vez terminada esta etapa de solvatación, se lleva la muestra para registro de DRX en las mismas condiciones como se midió la muestra orientada.
3. Para finalizar la rutina de arcillas, se calcinan las muestras orientadas a 500 °C (figura 4.21) con el objeto de identificar las especies que colapsan parcial o totalmente debido a la pérdida de fluidos interlaminares o a la destrucción de la estructura mineralógica.



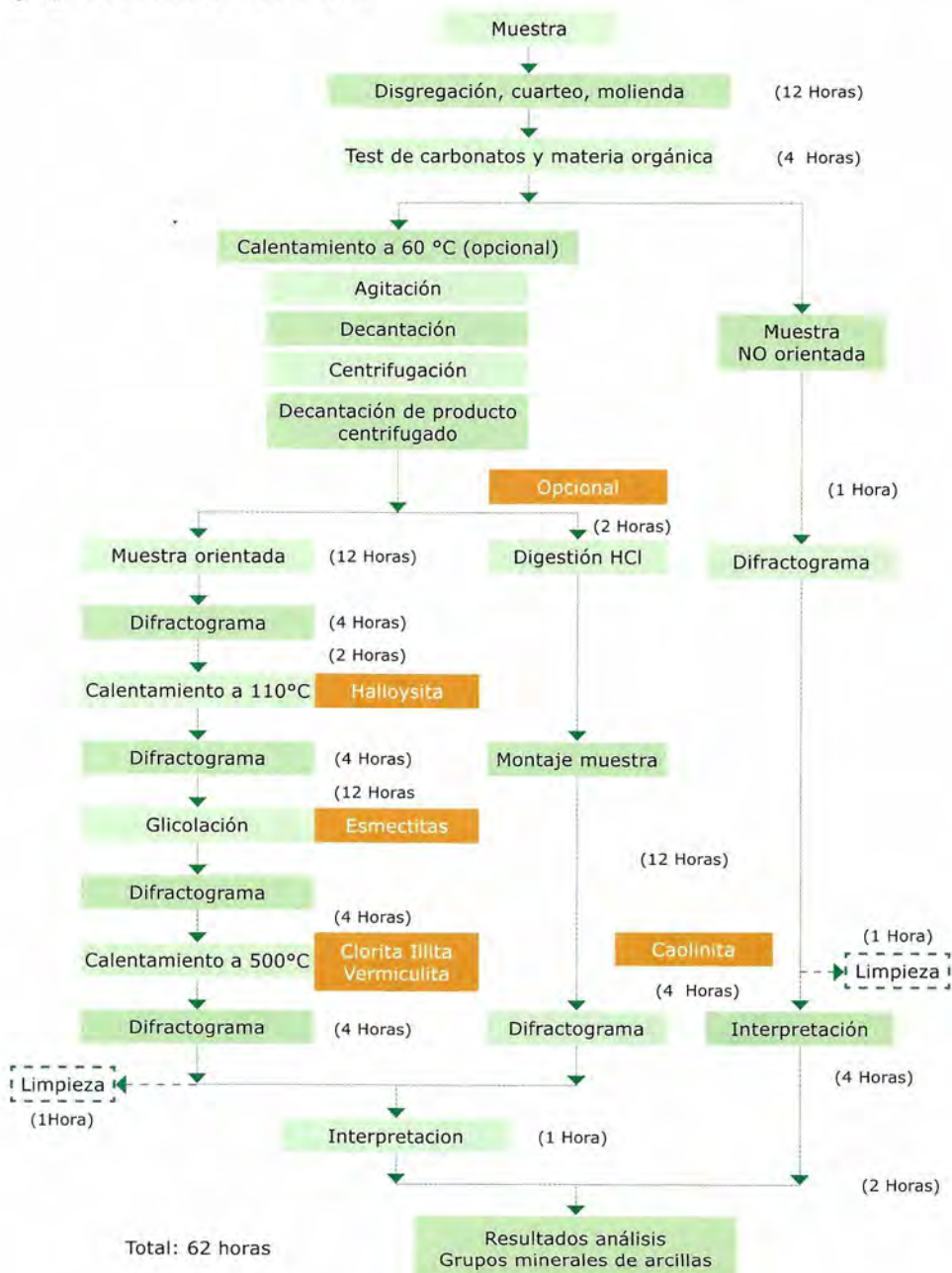
Figura 4.20. Solvatación con etilen glycol.



Figura 4.21. Calentamiento de la muestra orientada a 500 °C.

Protocolo

En el siguiente diagrama de flujo se resume la rutina básica de identificación de grupos de minerales de arcilla.



Análisis petrográficos y mineralógicos

Los minerales tienen propiedades ópticas que dependen exclusivamente de su composición y estructura cristalina, estas propiedades permiten identificarlos con alto grado de certeza.

Los minerales pueden ser opacos o translúcidos. Los translúcidos tienen la propiedad de transmitir la luz, ellos se analizan bajo el microscopio con el sistema de luz transmitida. Los minerales opacos reflejan la luz, se denominan opacos y se analizan con el sistema de luz reflejada.

El análisis de las secciones delgadas pulidas incluye la identificación de los minerales, descripción de forma, color, tamaño, textura, relaciones intercristalinas, cuantificación y otros rasgos particulares de los minerales. En el proceso de identificación de minerales se reconocen sus propiedades ópticas:

Ángulos de extinción. Valor del ángulo medido entre una línea característica del cristal (como la exfoliación) y la posición de extinción del cristal cuando se inserta el analizador.

Anisotropía. Es la propiedad de un mineral de mostrar una variación en color bajo luz polarizada (nicoses cruzados), con el analizador insertado y girando la platina. Las condiciones óptimas para observar esta característica son un objetivo de bajo poder para granos grandes (alto poder para granos pequeños), diafragma parcialmente cerrado y una fuente de luz intensa.

Birrefringencia. También llamada doble refracción. Propiedad óptica de algunos minerales para dividir un rayo de luz incidente en 2 rayos polarizados.

Color de interferencia. Es la característica que se identifica más fácilmente en un mineral. La mayoría de minerales metálicos presentan coloraciones muy débiles

en la sección delgada pulida o pulidos, solo algunos tienen coloraciones bien distintivas como es el caso de la covelina, la bornita y el oro.

Dureza de pulimento. Es la resistencia a la abrasión durante el proceso de pulimento.

Pleocroismo. Es el cambio de color o de tinte en un mineral cuando se gira la platina del microscopio estando en nicols paralelos. La identificación de esta propiedad se establece comparativamente, así se dirá que es muy débil, moderada, fuerte o muy fuerte. Es de resaltar que los minerales que cristalizan en el sistema cúbico o isométrico y las secciones basales de los cristales tetragonales o hexagonales, permanecen sin cambio en el pleocroismo al girar la platina. Algunos minerales que presentan pleocroismo son la covelina, la pirrotina y la cubanita.

Ejes ópticos. Direcciones preferenciales de incidencia de la luz dentro de un cristal. La propagación se realiza sin birrefringencia y se reconoce por puntos o líneas oscuras.

Reflexiones internas. Los minerales poseen un grado de opacidad variable, desde transparente hasta totalmente opacos. Las reflexiones internas se pueden observar cuando la luz penetra en el mineral y vuelve a reflejarse a través de grietas o superficies irregulares del cristal. Las reflexiones internas aparecen en estos casos como áreas internas o parches difusos constituyéndose así en una propiedad diagnóstica para algunos minerales. Esta propiedad se observa mejor con nicols cruzados. Ejemplos de minerales que tienen esta propiedad son la esfalerita, la proustita/pirargirita y la hematita.

Relieve. Es el contraste observado entre un mineral y su aglutinante o entre dos minerales debido a la diferencia en la refracción de la luz que atraviesa sus superficies. Esta propiedad se observa en el microscopio con nicols o polarizadores, paralelos.

Signo óptico. Propiedad óptica de algunos minerales indicado por el incremento o disminución de los colores de interferencia formados por la combinación de las longitudes de onda que pasan a través del cristal.

El aprender a reconocer estas propiedades junto con el manejo de las tablas de Minerales nos permitirá incrementar nuestra destreza para poder identificar cualquier mineral metálico.

Texturas

La mineralogía de menas involucra no solamente la identificación de los granos individuales de minerales presentes sino también las relaciones entre diversos granos (figura 5.1) denominadas texturas, las cuales proveen información sobre la naturaleza de los procesos que tienen lugar durante la formación y evolución de los depósitos minerales.

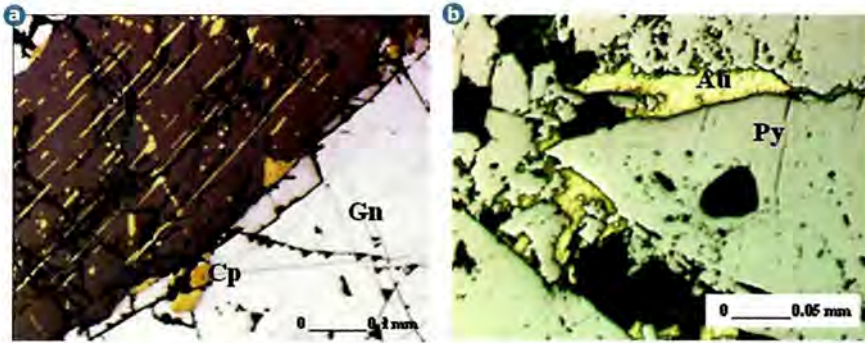


Figura 5.1. Sulfuros polimetálicos asociados con oro.

El estudio de las asociaciones y texturas esta orientado a determinar la secuencia de depositación de los minerales y a contribuir a la resolución de problemas de beneficio entre otros.

Las texturas se clasifican teniendo en cuenta la forma de presentación de los cristales, sus relaciones intergranulares y su morfología, características que indican los estados de cristalización e historia postdeposicional, así se reconocen texturas descriptivas según tamaño y forma, de depositación primaria, texturas secundarias resultantes de enfriamiento, reemplazamiento o deformación.

Características texturales genéticas

Texturas primarias a partir de un fundido: granular, porfirítica, micrográfica, bandeada, orbicular y nodular.

Texturas primarias de depósito en espacios abiertos. Custificación, relleno de fracturas menores, peine, brecha.

Texturas coloidales: botroidal, framboidal.

Texturas primarias de origen sedimentario: olítica, rítmicas.

Texturas secundarias de enfriamiento: recristalización, inversión, exsolución-descomposición, oxidación-reducción, expansión térmica, zonación, redisolución, fracturación, reacciones de borde.

Texturas secundarias de reemplazamiento: alteración, pseudomorfosis, dendrítica, caries, ojo de pájaro, relictica.

Texturas secundarias de deformación: maclas, kinkband, láminas de presión, schlieren, brechificación, cataclasis.

Descripción macroscópica de muestras

El primer paso en el proceso de identificación de rocas y minerales es la descripción macroscópica de la muestra obtenida en campo. Una vez se rotula e identifica, la muestra se deja libre de arcilla y otros materiales que impidan observar sus

características propias, estas características son el color predominante, el tamaño de grano, formas o texturas típicas como bandeamiento o zonación y finalmente se estiman visualmente los minerales observados claramente identificables. La información así obtenida se consigna en un formato previamente diseñado y constituye la base de trabajo para estudios posteriores.

Microscopía óptica

Es la técnica mas aceptada para identificar minerales y para clasificar las rocas. La identificación se efectúa teniendo en cuenta las propiedades ópticas de los minerales como color, relieve, birrefringencia, anisotropía, pleocroismo, y dureza entre otras. Estas características permiten su comparación con tablas de identificación cualitativa de minerales previamente elaboradas. Es necesario preparar una sección delgada pulida de la muestra para ser analizada en el microscopio.

El microscopio petrográfico

El Microscopio petrográfico es un instrumento óptico que permite ampliar la resolución y el campo visual hasta mil veces si se desea. Disponemos principalmente del microscopio Olympus BH2 para luz reflejada y transmitida (figura 5.2a). Tiene acoplada una cámara de fotográfica y el analizador de imágenes (figura 5.2b).

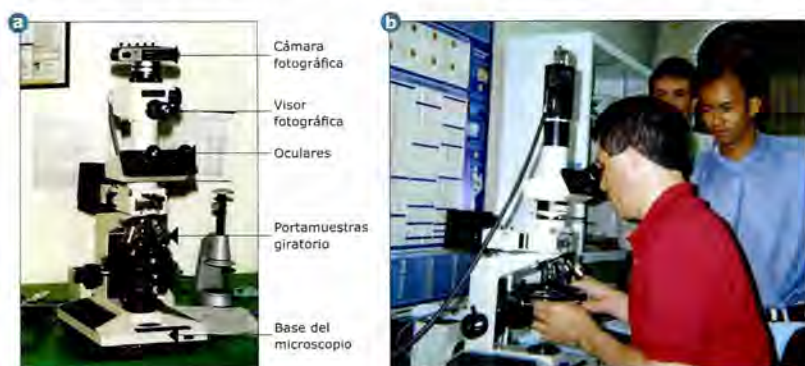


Figura 5.2. a. Microscopio petrográfico Olympus BH2. **b.** Microscopio petrográfico con cámara de video acoplada.

El microscopio esta constituido por una lámpara para luz transmitida y otra lámpara para luz reflejada. En el cuerpo del microscopio esta el sistema óptico el cual consta de: cinco objetivos, que tienen desde cinco hasta cien aumentos; polarizadores; diafragmas; lentes y oculares de diez aumentos; platina giratoria; y mecanismo de enfoque micrométrico (figura 5.2a).

El analizador de imágenes, disponible actualmente es Leika Qwin 500, permite editar y analizar imágenes y calcular campos y proporciones de minerales.



Figura 5.3. Equipos utilizados en el análisis de muestras: microscopio petrográfico Leitz (1), cámara CCD (2), analizador de imágenes Leika Qwin 500 (3), lupa binocular Olympus SZH (4), microscopio calcográfico Olympus BH2 (5).

Procedimiento

1. Se verifica el ajuste o calibración óptima del microscopio.
2. Se monta la sección debidamente orientada sobre el portamuestras giratorio.
3. Se ajusta el enfoque y condiciones de visión personales, según agudeza visual.
4. Iniciar la identificación de minerales con reconocimiento global de la muestra teniendo en cuenta las propiedades ópticas de los minerales tales como relieve, color de interferencia, anisotropía, pleocroismo y características ópticas particulares (figura 5.4).
5. El procedimiento de identificación de minerales se realiza teniendo en cuenta en primer lugar sus propiedades ópticas. En los minerales traslúcidos, con polarizadores paralelos, se tiene en cuenta principalmente color, relieve, pleocroismo, índice de refracción y alteración. Con polarizadores cruzados se observa birrefringencia, ángulo de extinción, maclamiento y elongación.
6. En los minerales opacos, sin polarizador, se observa principalmente el color, la microdureza, la reflectividad y el pleocroismo. Con polarizadores cruzados se observa anisotropía, color de anisotropía y reflexiones internas.
7. En segundo lugar se tienen en cuenta sus propiedades estructurales y morfológicas como forma, tamaño de grano, clivaje y zonación entre otras.
8. En tercer lugar se describen texturas propias de cada mineral o grupo de minerales.
9. En último lugar se establecen las proporciones entre los minerales de acuerdo a una técnica de estimación visual o de conteo de puntos.
10. Adicionalmente si se requiere se establecen relaciones geológicas y otras características derivadas de la naturaleza de la muestra como clasificación del tipo de roca o secuencia paragenética.
11. Se registran a medida que avance la observación los datos obtenidos en el formato diseñado para el objeto del estudio el cual fue diseñado para tal efecto (formato 5.2).

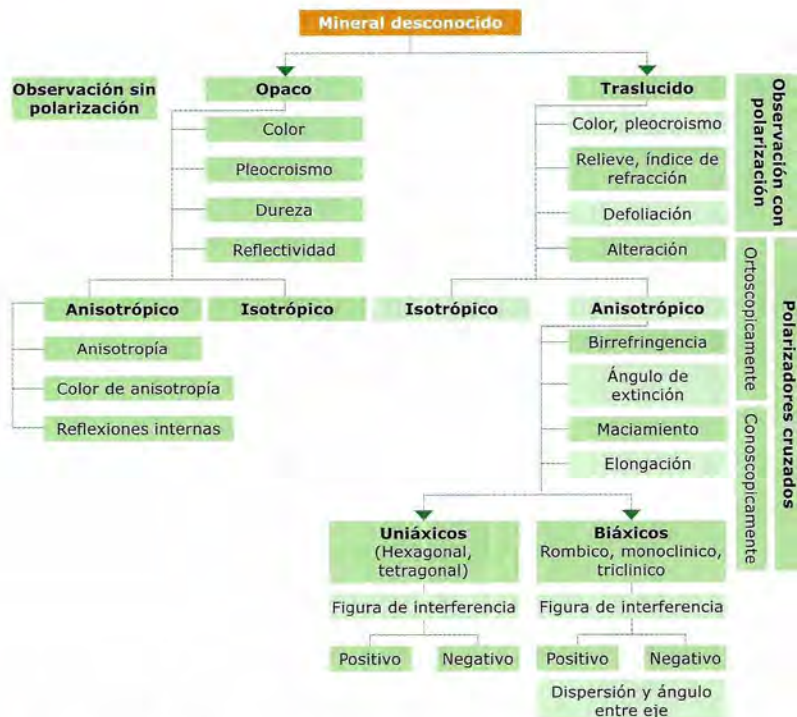


Figura 5.4. Rutina de identificación de minerales.

FORMATO 5.2
Ingeominas
HOJA DE ESTUDIO PETROGRÁFICO(2)

Fecha _____

IGM Coordenadas X _____ Y: _____

Nº de campo _____ Proyecto _____

Departamento _____ Localidad _____

Colector _____ Analizado _____

DESCRIPCIÓN MACROSCÓPICA Y CLASIFICACIÓN DE CAMPO

UNIDAD ROCA Y RELACIONES DE CAMPO

ANÁLISIS MICROSCÓPICO DE MINERALES

% mena _____ % ganga _____ % alteración _____

Textura _____ Asociaciones _____

OCURRENCIA DE ORO

Muestra _____ Forma _____

Tamaño _____ Localización _____

Comentario _____

Análisis mineralógicos por difracción de rayos x de polvo

La difracción de rayos X de polvo es una técnica instrumental que permite identificar fases cristalinas en muestras sólidas de compuestos químicos o minerales.

La técnica se basa en la aplicación de la ley Bragg, que relaciona la distancia interplanar de los compuestos con el ángulo de incidencia de los rayos X de acuerdo con la ecuación:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

donde,

λ = Longitud de onda.

θ = ángulo de incidencia de los rayos X.

d = Distancia interplanar.

Por tanto, es posible medir la distancia entre dos planos de la estructura de un mineral, según el ángulo de incidencia de los rayos X. La combinación de los planos y las distancias entre ellos permite deducir la estructura cristalina del mineral o compuesto.

Los rayos X se generan en un tubo en el cual se aceleran electrones con voltajes superiores a 20.000 voltios, los cuales chocan contra una placa metálica, generalmente de cobre. Los átomos de cobre se excitan y generan los rayos X característicos. La difracción ocurre cuando los rayos X penetran varias capas del compuesto. Estos se direccionan hacia la muestra variando el ángulo de incidencia, el cual se mide con un goniómetro colocado bajo el portamuestras. Los rayos X difractados se detectan por un centímetro que convierte esta energía en pulsos eléctricos. El ángulo de incidencia y la intensidad medida en cuentas por segundo se almacenan y con ellos se conforma un difractograma, en el cual cada compuesto muestra picos con intensidad y posición únicas.

Los análisis por difracción de rayos X tienen las siguientes ventajas:

- Determina fases cristalinas.
- No determina elementos químicos.
- Mide pequeñas cantidades de muestra pulverizada, desde 0,5 g.
- Es especialmente útil para muestras disgregadas de pequeño tamaño, como las arcillas.
- La muestra no se destruye.
- Rapidez en el registro e interpretación de los resultados.

Las principales desventajas son:

- El límite de detección puede ser alto.

- Regularmente detecta cantidades de alguna fase cristalina en proporciones mayores a 3% de la muestra, aunque en condiciones particulares puede ser inferior a 1%.
- Los resultados inicialmente son cualitativos ya que solamente puede establecer proporciones entre los compuestos. Posteriormente estos resultados se hacen cuantitativos con la ayuda de software de cuantificación (refinamiento Rietvelt).

Equipos

- Difractómetro Rigaku Rint 2200, el cual consta de: un regulador de voltaje; un sistema de refrigeración abierto y uno cerrado; un sistema de medición generador de rayos X; portamuestras; goniómetro, detector de rayos X.
- Todo este sistema está protegido por una cabina aislada y recubierta de plomo para prevenir fugas radioactivas.
- Por último, está una estación de trabajo para procesamiento y almacenamiento de datos. El *software* empleado para el análisis de difractogramas se denomina Dmax y es exclusivo de equipos Rigaku.

Procedimiento

El proceso de análisis de difracción de rayos X consta de dos partes:

Medición del difractograma

Es el procedimiento estricto de registro del difractograma.

Interpretación del difractograma

Consiste en tomar el difractograma y por comparación establecer que fases cristalinas están presentes en la muestra.

Registro de difractogramas

Una vez encendido el equipo y calentado el tubo de rayos X, durante 15 minutos, se coloca la muestra en el equipo; se asignan los parámetros de medición estándar; se define el intervalo de medición o rango (ejemplo 2° y $70^\circ 2\theta$), la velocidad de escaneo (ejemplo, $5^\circ/\text{min}$) y la frecuencia de escaneo (ejemplo scan de 0,02 seg.).

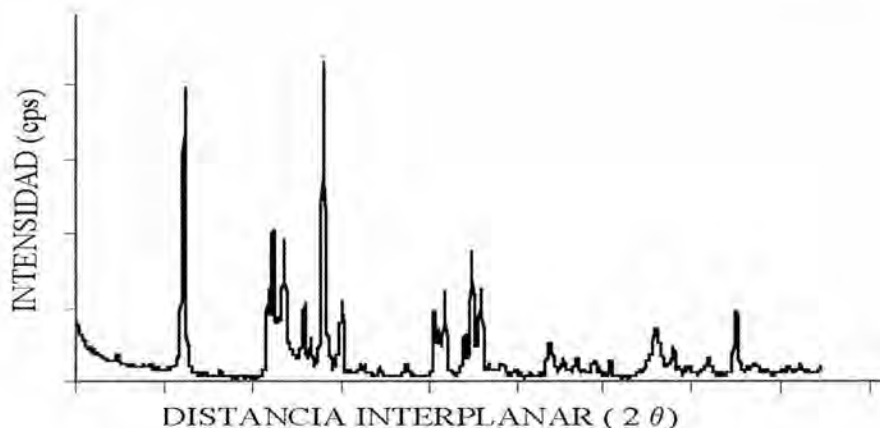
Para la determinación de minerales de arcilla se registran muestras orientadas teniendo en cuenta las siguientes condiciones instrumentales para el difractómetro:

Rango: $2^\circ - 30^\circ 2\theta$.

Scan: 0,02 segundos.

Velocidad de escaneo: $3^\circ/\text{min}$.

La siguiente gráfica muestra un difractograma típico de la caolinita.



Interpretación de difractogramas

Los difractogramas de rayos X presentan una serie de picos o reflexiones, las cuales reflejan las propiedades estructurales y composicionales de los minerales.

La identificación de compuestos se realiza mediante la comparación de las posiciones, forma e intensidad de los picos obtenidos para cada mineral registrado en el difractograma; con los valores estandarizados para cada uno y que se encuentran registrados en bases de datos, por ejemplo JCPDSPDF2 (*powder diffraction files*) de difractogramas estándar.

Las tarjetas de los minerales con difractogramas estándar son administradas y actualizados por el JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction System*) a través del ICDD (*International Centre of Diffraction Data*), donde están registrados cerca de 120.000 compuestos y 4000 minerales.

Para que la interpretación del difractograma sea objetiva, es preferible que la muestra a analizar vaya acompañada de análisis químicos.

Determinación de grupos de arcillas por difracción de rayos X

Los minerales de arcilla, en la fracción menor a $2\mu\text{m}$, se identifican sobre los difractogramas de las muestras cuyos planos basales están orientados.

Con lo anterior se obtienen las reflexiones basales para los cuatro grupos de minerales de arcilla: caolinita, illita, esmectita y clorita.

Como las reflexiones de varios de ellos se superponen, la diferenciación se logra con la ayuda de los postratamientos indicados en la preparación de las muestras y consolidados en la rutina de orientación natural etilen glycol y calentado a $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ (figura 5.5).

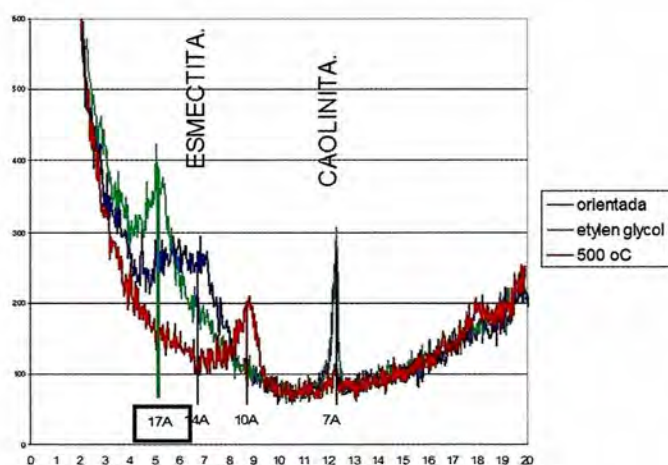


Figura 5.5.

Con las muestras orientadas es posible efectuar semicuantificación de los minerales de arcilla. El método se basa en la medición lineal de la intensidad de las reflexiones de cada mineral (tabla 5.1), con respecto a la línea base o background trazada en el extremo inferior del registro de cada difractograma. Los valores obtenidos se normalizan con respecto a un 100% para poder determinar la abundancia porcentual relativa que existe entre ellos.

Tabla 5.1. Valores de las reflexiones principales de los minerales de arcilla más comunes.

Mineral	Reflexión (en Å)	Natural	E.G.	Temperatura (500 °C)
Illita	10	10	10	10
Esmectita	14	12-15	17	9.6-10
Caolinita	7	7	7	Colapso
Clorita	14	14	14	14
Vermiculita	14	14	14	10
Pirofilita	4-9	4-9	4-9	4-9
Interestratificados	10-14	10-17	12-17	10-14
Halloisita	10	10	10-11	7

Fuente: Thorez, 2003.

Química



Introducción

La implementación de las técnicas analíticas y la utilización de la instrumentación en las diferentes líneas de la investigación buscan día a día optimizar los procesos, usar tecnologías mejoradas, resolver los problemas que se presentan en el seguimiento de los procesos, con la aplicación de métodos simples, económicos y versátiles, que muestren resultados confiables.

Desde el punto de vista químico, la instrumentación se ha mantenido a través de los últimos años en la aplicación de los métodos atómicos y moleculares para la identificación, cualificación y cuantificación de especies químicas o de elementos en diferentes tipos de muestras sólidas, líquidas y gaseosas como aporte de información en un estudio dado.

La figura 1.1 muestra dos grandes campos de estudio: los análisis cualitativos y los cuantitativos. Cada uno de ellos ofrece unas ventajas instrumentales que permiten evaluar un estudio de interés geológico, los procesos metalúrgicos o la valoración ambiental.

Caracterización del material de veta

Metodologías analíticas

Para la caracterización química de un mineral, se requiere la aplicación de metodologías analíticas para cualificar y cuantificar los diferentes materiales, bien sean muestras geológicas, como material de veta en estado sólido, o muestras líquidas provenientes de los diferentes procesos metalúrgicos. De esta manera, se interactúa y se apoya en la investigación con los laboratorios de metalurgia y mineralogía.

La aplicación de estas metodologías en la caracterización del material de veta, exige rigurosidad en la selección y utilización del material de vidrio, calidad y uso de los reactivos, la aplicación de ciertos rangos de trabajo y medidas de cuantificación. Estos parámetros están directamente relacionados con las condiciones del método o de la técnica instrumental que se va a utilizar.



Figura 1.1. Métodos analíticos e instrumentación.

Técnicas instrumentales

En lo que respecta a las técnicas instrumentales, estas se fundamentan en la utilización de métodos atómicos para la cualificación y cuantificación de elementos.

Estas técnicas se agrupan en:

- Espectrofotometría de absorción atómica (capítulos 3, 4, 5, 6, 7 y 8).
- Espectrofotometría de ultravioleta visible (capítulo 9 y 11).
- Espectrofotometría de emisión por fluorescencia de rayos X (capítulo 2).
- Espectrofotometría secuencial de plasma (capítulo 14).
- Potenciometría (capítulo 10).
- Cromatografía (capítulo 1).

Estas técnicas instrumentales se aplican en los diferentes procesos industriales dependiendo de la sensibilidad, versatilidad, rapidez y costos que el proceso requiera o dependiendo de la exactitud y confiabilidad del resultado.

De acuerdo con la figura 1.2, los componentes del sistema óptico que integran cada uno de los equipos utilizados en el laboratorio de química permiten analizar muestras en cualquier estado de la materia.



Figura 1.2. Procesos en la obtención de resultados analíticos de una muestra.

En muestras sólidas de material geológico, la caracterización química se inicia por la aplicación de la técnica de fluorescencia de rayos X. En un barrido a determinado rango de ángulo, se detecta semicuantitativamente gran número de elementos de la tabla periódica en unidades de partes por millón (ppm) hasta unidades de porcentaje desde el elemento flúor hasta el uranio. Se obtiene una información rápida de la composición de las muestras.

Según los resultados obtenidos con este primer análisis y dependiendo de las concentraciones de los elementos de interés presentes en las muestras, se decide utilizar, para la caracterización química, los métodos gravimétricos, volumétricos, o se seleccionan otros más sensibles y específicos que permitan detectar menores rangos de concentración.

Los fundamentos teóricos de las técnicas instrumentales mencionadas en este capítulo, se explican a continuación.

Espectrofotometría de absorción atómica

Principios

La absorción atómica es el proceso que ocurre cuando un átomo en su estado basal absorbe energía en forma de luz a una longitud de onda específica y es elevado a un estado excitado. La cantidad de energía lumínica absorbida a esta longitud de onda incrementará el número de átomos del elemento seleccionado en la trayectoria de luz.

La relación entre la cantidad de luz absorbida y la concentración del analito presente en estándares conocidos puede usarse para determinar concentraciones

no conocidas, midiendo la cantidad de luz que absorbieron los átomos, cumpliendo así la ley de Beer-Lambert.

Fuente lumínica

En la fuente lumínica de la absorción atómica, se emplea la lámpara de cátodo hueco (figura 1.3) como fuente lumínica que emite el mismo espectro que el del elemento que va a medirse.

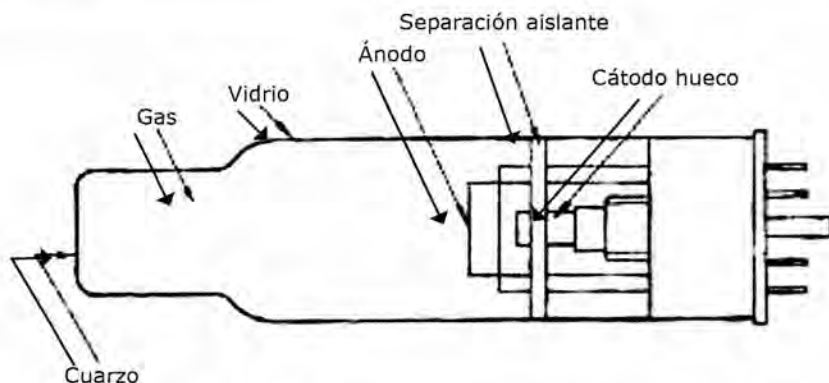


Figura 1.3. Lámpara de cátodo hueco.

La figura 1.4 muestra el principio de la técnica de absorción atómica de llama; en este ejemplo, en el oro.

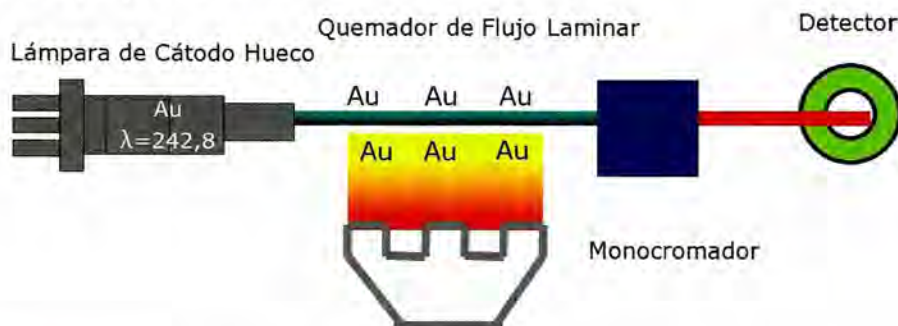


Figura 1.4. Principio de la espectroscopía óptica de absorción atómica. Llama para el oro.

En esta técnica, se usa una llama de aire acetileno u óxido nitroso-acetileno, se usa para evaporar la solución y disociar la muestra en los átomos que la componen.

Cuando la luz que viene de la lámpara de cátodo hueco (la cual se selecciona de acuerdo con el elemento que nos interesa analizar) pasa a través de la nube de

átomos, los átomos de interés absorben la luz de la lámpara. Esta absorción de luz la mide un detector y se usa para calcular la concentración del elemento en la muestra original.

El uso de la llama aire acetileno permite alcanzar la temperatura de excitación a un máximo de aproximadamente 2600 °C. Para muchos elementos, ese no es un problema. Por ejemplo, metales alcalinos y algunos de los metales pesados, como plomo o cadmio, y los metales de transición como manganeso y níquel, atomizan muy bien con este tipo de llama, con detecciones típicas en el rango de ppb.

Sin embargo, existen elementos refractarios como el vanadio, zirconio, molibdeno y boro, cuyos análisis no tienen buena respuesta utilizando llama, debido a que la temperatura máxima requerida por ellos, incluso con llama de óxido nitroso acetileno, no alcanzan a romper los enlaces de los compuestos que contienen estos elementos.

Esta técnica es relativamente económica por la calidad y el consumo de los gases.

La tabla 1.1 muestra las fortalezas y las limitaciones de la técnica instrumental espectrofotometría de absorción atómica (EAA).

Tabla 1.1. Fortalezas y limitaciones de la EAA.

Fortalezas	Limitaciones
Presenta relativamente pocas interferencias	Determinación de 1 a 10 elementos por muestra
Instrumentos muy compactos	Limitaciones para algunos elementos
Buen desempeño	Límites de detección moderados
Más económica	
Fácil de usar	
Muy rápida	
Interfaces robustas	

Pretratamiento o digestión de la muestra

Para realizar el pretratamiento de la muestra, se debe tener suficiente conocimiento sobre los diferentes métodos de descomposición que se pueden aplicar a cada una de las muestras según sus características.

La selección de la técnica analítica se basa en la descomposición de la muestra por vía húmeda mediante la adición de ácidos o mezcla de ácidos fuertes, teniendo en cuenta el peso de la muestra.

Después del pretratamiento, se disuelven las sales del material disgregado en agua o se concentran a determinado volumen para obtener una solución que se analiza directamente en el equipo.

Tanto para la técnica instrumental de absorción atómica como para la técnica secuencial de plasma, se debe asegurar una completa descomposición y posterior cuantificación de la concentración del elemento de interés en la solución aplicando los métodos de detección.

Análisis cuantitativo

En el análisis cuantitativo se traza la línea relacional o curva de calibración de la concentración conocida del elemento a analizar y la absorbancia y se obtiene la concentración del elemento del análisis en la solución de la muestra, según figura.



Método de curva de calibración

Se utiliza el espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA660 V4. Se miden previamente varias muestras estándar de concentración conocida, se traza la línea relacional (curva de operación) de la absorbancia y la concentración, se mide la muestra desconocida y se obtiene la concentración a partir de la siguiente curva de calibración.

Es un método común, pero cuando existe una gran diferencia de composición entre las muestras estándar y la desconocida, pueden producirse errores.

Como instrumentos acoplados a esta técnica instrumental de absorción atómica, se dispone del generador de hidruros y del analizador de mercurio por vapor frío. Estas técnicas son aplicables al análisis de soluciones que permiten la caracterización específica de elementos en bajas concentraciones en material de veta, muestras de proceso o control ambiental.

Generador de vapor de hidruros

Se utiliza el espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA 660 V4 acoplado a la unidad generadora de hidruros Shimadzu HVG-1.

Este método es aplicable para la determinación de arsénico por conversión de su hidruro con el reactivo borohidruro de sodio y la aspiración dentro de un atomizador de absorción atómica. Se aplica para las determinaciones de arsénico

disuelto total en aguas potables y superficiales, para soluciones acuosas que contengan elementos como arsénico (As), antimonio (Sb), bismuto (Bi), selenio (Se), estaño (Sn), telurio (Te), que reaccionan con hidrógeno nascente para generar hidruro gaseoso.

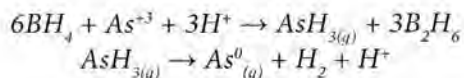
La técnica de generador de hidruros cubre el rango de linealidad de 44 ppm (44 mg/L) y presenta un límite de detección de 1,80 ppb.

Para el arsénico, por ejemplo, implica la generación de arsina (AsH_3) por reacción con borohidruro de sodio en medio ácido y su arrastre con gas inerte (argón de alta pureza o nitrógeno) a una celda de cuarzo caliente donde se descompone en arsénico elemental e hidrógeno.

En el ácido arsenioso, en solución ácida, el arsénico (III) es instantáneamente convertido por el reactivo borohidruro de sodio en su respectivo hidruro (arsina). El hidruro es arrastrado continuamente con argón o nitrógeno dentro de un atomizador apropiado de un espectrofotómetro de absorción atómica y convertido en átomos en fase gaseosa.

En una celda apropiada de reacción, el agente reductor borohidruro (por generación de hidruros), minimiza la dilución del hidruro por el transporte del gas y su rápido abastecimiento para la determinación sensible del arsénico.

A temperatura ambiente y en soluciones con valores de pH de 1 o menos, el ácido arsénico, en que el estado de oxidación del arsénico es As(V), es reducido lentamente por el borohidruro de sodio a As(III), el cual es instantáneamente convertido en arsina, según la reacción:



Este método se usa con más frecuencia en las determinaciones de arsénico disuelto total presente en aguas potables y superficiales. En la figura 1.5 se observa un diagrama de la formación del hidruro.

Analizador de mercurio por vapor frío

Se utiliza el espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu A.A660 V4, acoplado a la unidad generadora de vapor frío de mercurio, Shimadzu o analizador de mercurio NIC RA-3.

El mercurio elemental y muchos de sus compuestos poseen presiones de vapor suficientemente altas para producir una movilización importante de este material en fase de vapor. El mercurio puede ser metilado por microorganismos, constituyendo formas orgánicas como acetato de metil mercurio ($\text{CH}_3\text{HgOOCCH}_3$) y el

cianuro de metil mercurio (CH_3HgCN), mucho más tóxicas para el hombre que los compuestos inorgánicos del mercurio.

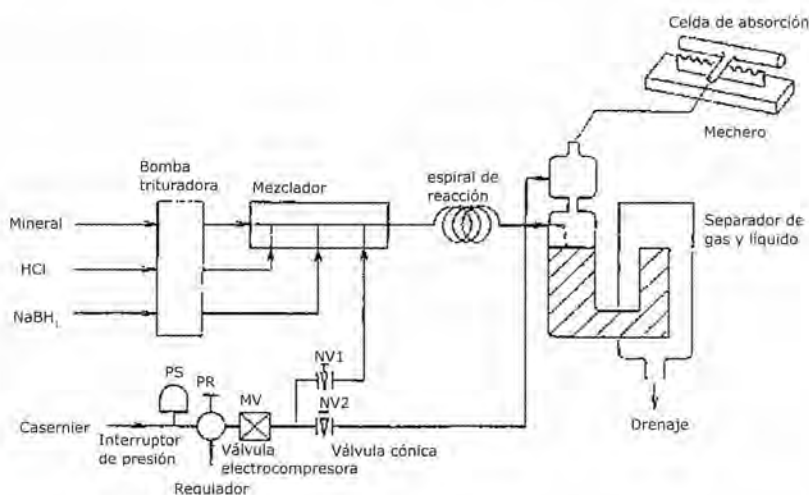


Figura 1.5. Diagrama de la formación de hidruros.

La técnica de vapor frío se basa en la absorción de radiación de vapor de mercurio a una longitud de onda de 253,7 nm. El método consiste en llevar a cabo una digestión oxidante, seguida por una reducción vigorosa del mercurio inorgánico y parte del mercurio orgánico presentes en la muestra a Hg elemental por la acción reductora del cloruro estañoso (SnCl_2). Luego se vaporiza en sistema cerrado.

La reacción es la siguiente:



El vapor de mercurio es arrastrado con aire hasta una celda de absorción irradiada con una luz proveniente de una lámpara de cátodo hueco del mismo elemento, la cual forma parte del equipo de absorción atómica.

Este método cubre las determinaciones de mercurio disuelto total en aguas potables, superficiales y residuales provenientes de procesos industriales y mineros.

La espectroscopía de absorción atómica, acoplada a la técnica del vapor frío, es una técnica adecuada por su alta sensibilidad, rapidez, conveniencia y costos moderados de los instrumentos. Esta técnica cubre el rango de linealidad hasta 20 ppb y presenta un límite de detección de 0,069 ppb. La figura 1.6 muestra un ejemplo del método de reducción y vaporización de mercurio.

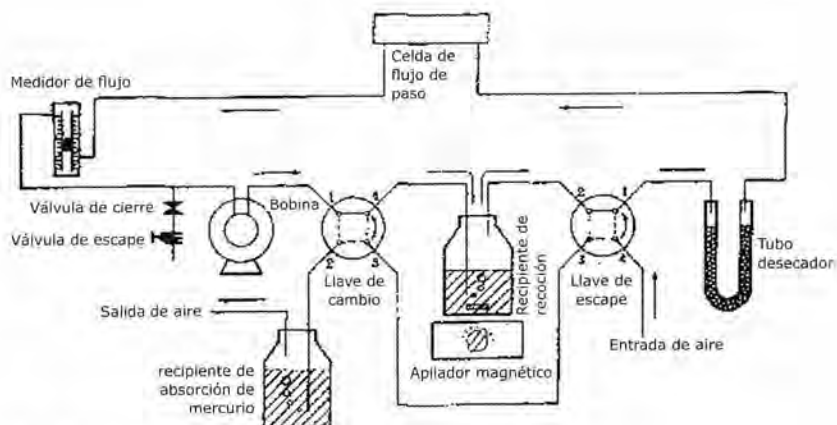


Figura 1.6. Formación del vapor de mercurio.

Espectrofotometría ultravioleta visible (UV-Vis)

Absorción de luz

Cuando se expone una sustancia a la luz con el espectro continuo, parte de este queda absorbido. La energía de la luz absorbida por átomos y moléculas que componen la sustancia los hace pasar a un mayor nivel energético, produciendo un espectro de absorción.

Cuando este cambio de nivel está relacionado con el nivel eléctrico del átomo, aparece un espectro de absorción correspondiente al alcance ultravioleta-visible, y cuando está relacionado con el nivel vibratorio o nivel rotacional del átomo, aparece un espectro de absorción correspondiente al alcance infrarrojo.

El fotón puede considerarse una partícula energética. Para que un fotón quede absorbido en especies químicas, es necesario que los dos colisionen; el número de colisiones es proporcional al número de fotones y de especies químicas.

A continuación se describe la ley principal del análisis cuantitativo, Ley de Beer-Lambert, que trata los cuantos de energía:

$$\log_{10} I_0/I = \log_{10} (1/T) = -\log_{10} T = A$$

donde, I_0 = luz incidente, I = luz transmitida, T = transmitancia y A = absorbancia.

La absorbancia y la concentración tienen una relación directa. Se emplea en los métodos de absorción atómica, colorimetría, emisión espectral ICP y de espectroscopía infrarroja.

Principio teórico

El principio de la espectroscopía ultravioleta-visible involucra la absorción de radiación ultravioleta-visible por una molécula, lo cual causa la promoción de un electrón de un estado basal a un estado excitado, liberándose el exceso de energía en forma de calor. La longitud de onda (λ) comprende entre 160 y 800 nm.

La luz visible o UV es absorbida por los electrones de valencia. Estos son promovidos a estados excitados (de energía mayor). Al absorber radiación electromagnética de una frecuencia correcta, ocurre una transición desde uno de estos orbitales a un orbital vacío. Las diferencias entre energías varían entre los diversos orbitales. Algunos enlaces, como los dobles, provocan coloración en las moléculas, ya que absorben energía en el visible, así como en el UV, como es el caso del β -caroteno.

Modos de excitación electrónica

Cuando un fotón ultravioleta-visible de energía adecuada incide en una especie absorbente, un electrón es promovido desde su estado fundamental a un estado electrónico excitado. En absorción ultravioleta-visible, pueden observarse las distintas transiciones electrónicas:

$$\text{Transiciones } \sigma \longrightarrow \sigma^*, \quad \lambda < 150 \text{ nm}$$

Este tipo de transiciones ocurre sobre todo en hidrocarburos que únicamente poseen enlaces σ C-H o C-C. La energía requerida para que tenga lugar esta transición es relativamente grande, perteneciente a la región espectral denominada ultravioleta de vacío.

$$\text{Transiciones } \eta \longrightarrow \sigma^*, \quad \lambda \text{ entre } 150\text{-}200 \text{ nm}$$

Correspondientes a hidrocarburos que poseen átomos con pares de electrones no compartidos (electrones de no enlace). La energía necesaria para que se produzca esta transición sigue siendo alta (aunque menor que en las $\sigma \rightarrow \sigma^*$). Estas pertenecen a la región espectral ultravioleta lejano.

$$\text{Transiciones } \eta \longrightarrow \pi^* \text{ y } \pi \longrightarrow \pi^*, \quad \lambda \text{ entre } 200\text{-}700 \text{ nm}$$

La mayoría de las aplicaciones de espectroscopía ultravioleta-visible están basadas en transiciones que ocurren en esta zona. Se requiere que las especies participantes aporten un sistema de electrones π (grupos cromóforos: compuestos con insaturaciones, sistemas aromáticos multicíclicos). Las energías de excitación en las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ son medianamente altas y corresponden a la región ultravioleta lejano y próximo, mientras que las $\eta \rightarrow \pi^*$ son considerablemente menores y corresponden a la región visible del espectro.

En espectroscopía ultravioleta-visible se irradia con luz de energía conocida suficiente para provocar transiciones electrónicas, es decir, promover un electrón desde un orbital de baja energía a uno vacante de alta energía.

Fuente lumínica

Se emplea en una región del visible de 320-900 nm de una lámpara de tungsteno (W). Se emplea en una región de ultravioleta de 160-400 nm de una lámpara de deuterio (lámpara D2). El alcance de medición de un espectrofotómetro normal es 200-900 nm, el cambio de la lámpara W por la D2 se hace casi automáticamente alrededor de 340 nm.

El espectro de absorción y su intensidad muestran características conforme a su grupo atómico, que proporciona información útil para análisis cualitativo y estructural de los compuestos.

Relativamente, tiene alta sensibilidad y permite analizar hasta la unidad de ppm, que no es posible por el método gravimétrico y el método volumétrico; además, es buena la reproductibilidad de los resultados de medición.

La aplicación de este método es relativamente sencilla y el tiempo de análisis es corto.

Como solventes, pueden emplearse agua y casi todos los solventes orgánicos: alcohol y hexano.

Por la fijación de determinada longitud de onda, se puede medir el cambio por el transcurso del tiempo, cambio por la temperatura y proceso de deterioro. En comparación con los de absorción atómica y de emisión espectral ICP, se requiere menos costo para una determinación.

Análisis cuantitativo

Método de curva de calibración

Se utiliza el espectrofotómetro ultravioleta-visible Shimadzu UV-1201.

Cuando una solución colorante objeto obedece a la ley de Beer-Lambert en una longitud de onda, $A = abC$, y si b emplea determinada celda, ab será un coeficiente y C deberá obtenerse a partir de A .

Sin embargo, en lugar de obtenerse a , se mide la absorbancia de varias soluciones estándar de concentración conocida mediante una celda de determinado espesor b . La concentración se establece en el eje horizontal y la absorbancia, en el eje vertical; se traza la línea de calibración a partir de la relación entre la concentración y la absorbancia y se obtiene la concentración a partir de la línea de calibración por la medición de la absorbancia de la muestra con la concentración desconocida.

La unidad de concentración en la línea de calibración que más se emplea es μg de un componente de cantidad constante en 1 mL del líquido final.

Es deseable que se emplee la línea de calibración dentro de un área donde se presente en línea recta. La línea de calibración trazada empleándose el líquido de ensayo blanco como líquido objeto y corregida del valor blanco de la celda pasa por el origen.

Las aplicaciones de este método son:

- Análisis cualitativo comparado con espectros de referencia.
- Estudio de la estructura y propiedades de sustancias orgánicas y su análisis cualitativo y cuantitativo.
- Determinación de la estructura e identificación de la sustancia.
- Control de pureza.
- Estudio de mecanismos de reacciones químicas.
- Estudio de velocidades de reacción.
- Medición exacta de la constante de disociación de ácidos y bases.
- Análisis cuantitativo de compuestos inorgánicos.
- Análisis de sulfatos, sulfuros.
- Análisis de hierro (II), hierro (III).
- Análisis de oro en soluciones cianuradas.
- Análisis de cromo (VI).
- Identificación de muestras por la medición de espectros.
- En general análisis cuantitativo de casi todos los cationes y aniones.

Potenciometría-electrodo de ión cianuro

Se utiliza el analizador de cianuro total Sugiyama Gen.

Para la cuantificación de especies altamente tóxicas, dentro de un proceso metalúrgico o de valoración ambiental, se dispone de otras técnicas instrumentales muy sensibles como el analizador de cianuro total.

El método consiste en una destilación para liberar cianuro de la muestra como HCN. Este se recoge en una solución alcalina para ser detectado y cuantificado en ppm por el electrodo iónico. Antes de iniciar la reacción, se adicionan varios reactivos, como el H_3PO_4 , para liberar el cianuro, EDTA para enmascarar iones metálicos, y otros reactivos como, ácido ascórbico, amidosulfato de amonio, acetato de Plomo o de zinc para eliminar interferencias. El límite de sensibilidad va hasta 0,05 ppm.

La destilación y medición va desde 30 minutos hasta una hora, haciéndolo más efectivo, simple y de rápida operación, comparado con otros métodos de medición como el espectrofotométrico y el volumétrico. Además, la lectura es menos afectada por interferencias como sulfitos, cloruros y nitritos.

Dependiendo de su concentración, existen diferentes métodos para la determinación cuantitativa de cianuro.

Método volumétrico: aplicable a soluciones con valores de cianuro mayores de 1 mg/L. Utiliza AgNO_3 como titulante y KI como indicador.

Método espectrofotométrico: aplicable a soluciones con valores de cianuro menores de 1 mg/L. Utiliza cloramina T y piridina/pirazolona como indicadores. Este método no es recomendable debido a la utilización de reactivos altamente tóxicos.

Método del electrodo iónico: aplicable a soluciones con valores de cianuro menores de 0,05 mg/L.

El equipo analizador de cianuro se basa en la destilación y cuantificación de la presencia de cianuro en muestras de agua residual por medio de un electrodo iónico de yoduro de plata. Este método instrumental combina las etapas de ebullición, evaporación y posterior detección con electrodo iónico, permitiendo cuantificar el cianuro total dado en las formas (cianuro libre y cianuros complejos). Se aplica para:

- Determinación de cianuro total presente en aguas potables, aguas de ríos, aguas de actividad minera.
- Análisis de cianuro iónico y complejos de cianuro en muestras como aguas de desecho de plantas, material de fondos acuosos, suelos y desechos industriales.
- Seguimiento y control de vertimientos.

En el siguiente diagrama de flujo se observa una clasificación general de los compuestos del cianuro.



Cromatografía

Principios teóricos

La cromatografía es un conjunto de técnicas basadas en el principio de retención selectiva cuyo objetivo es separar los distintos componentes de una mezcla y, en algunos casos, identificarlos si no se conoce su composición.

Las técnicas cromatográficas son muy variadas, pero en todas ellas hay una fase móvil que consiste en un fluido (gas, líquido o fluido supercrítico) que arrastra la muestra a través de una fase estacionaria que se trata de un sólido o un líquido fijado en un sólido.

Los componentes de la mezcla interactúan en distinta forma con la fase estacionaria y con la fase móvil. De este modo, los componentes atraviesan la fase estacionaria a distintas velocidades y se van separando. Después de haber pasado los componentes por la fase estacionaria y haberse separado, pasan por un detector que genera una señal que puede depender de la concentración y del tipo de compuesto.

Clasificación

Las distintas técnicas cromatográficas se pueden dividir según la disposición de la fase estacionaria:

Cromatografía plana

La fase estacionaria se sitúa sobre una placa plana o sobre un papel. Las principales técnicas son:

- Cromatografía en papel.
- Cromatografía en capa fina.

Cromatografía en columna

La fase estacionaria se sitúa dentro de una columna. Según el fluido empleado como fase móvil se distinguen:

- Cromatografía de líquidos.
- Cromatografía de gases.
- Cromatografía de fluidos supercríticos.

En la cromatografía líquida se destaca la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC, del inglés *High Performance Liquid Chromatography*), que es la técnica cromatográfica más empleada en la actualidad.

La cromatografía de gases es útil para gases o para compuestos relativamente volátiles, lo que incluye numerosos compuestos orgánicos.

La cromatografía de fluidos supercríticos (SFC) es una técnica híbrida entre la cromatografía de gases (GC) y la HPLC, que combina lo mejor de ambas técnicas. Esta técnica es importante porque permite la separación de mezclas en las que no es adecuada la aplicación de la GC ni de la HPLC. En concreto, se aplica a compuestos no volátiles o térmicamente inestables que no pueden ser separados mediante GC, o a aquellos que contienen grupos funcionales que imposibilitan su detección en HPLC.

Una serie eluotrópica es un rango de sustancia de diferentes polaridades que actúan como fase móvil y que permiten observar un mejor desplazamiento sobre una fase estacionaria. En la tabla 1.2, se resumen los tipos de cromatografías y las fases móvil-estacionaria utilizada en cada una.

Tabla 1.2. Tipos de cromatografía aplicada: planas y de columna.
Se resalta el tipo de cromatografía de interés.

Tipos de cromatografía	Fase	Fase estacionaria
Cromatografía en papel	Líquido	Sólido
Cromatografía en capa fina	Líquido	Sólido
Cromatografía de gases	Gas	Sólido o líquido
Cromatografía líquida en fase inversa	Líquido (polar)	Sólido o líquido (menos polar)
Cromatografía líquida en fase normal	Líquido (menos polar)	Sólido o líquido (polar)
Cromatografía líquida de intercambio iónico o cromatografía iónica	Líquido (polar)	Sólido
Cromatografía líquida de exclusión	Líquido	Sólido
Cromatografía líquida de adsorción	Líquido	Sólido
Cromatografía de fluidos supercríticos	Líquido	Sólido

Cromatografía iónica

Principios teóricos

En la cromatografía iónica la sustancia objeto de análisis es básicamente un ión o una sustancia que puede convertirse en ión por algún método.

En general, la medición se utiliza en iones inorgánicos, incluidos iones halógeno, iones metálicos alcalinos, iones amonio, iones metálicos de tierras alcalinas, iones metálicos de transición e iones de ácidos orgánicos.

La cromatografía iónica conserva los analitos basándose en las interacciones de *Coulomb*. La fase estacionaria muestra en la superficie grupos funcionales iónicos que interactúan con iones de carga opuesta del analito. Este tipo de cromatografía

se subdivide, a su vez, en cromatografía de intercambio catiónico y cromatografía de intercambio aniónico:



La cromatografía de intercambio cationico retiene cationes cargados positivamente debido a que la fase estacionaria muestra un grupo funcional cargado negativamente, como el ácido fosfórico. En la figura 1.7 se describe el proceso de retención del *cation* en la fase estacionaria cuando hay un incremento en la conductividad.

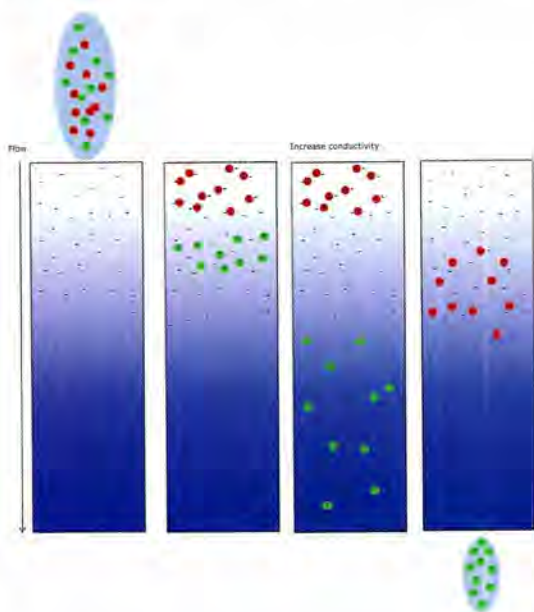


Figura 1.7. Retención de cationes en la fase estacionaria cuando aumenta la conductividad. Nótese la separación de los dos tipos de cargas, *cation* acumulación en la parte superior y *anion* acumulación parte inferior.

La cromatografía de intercambio de aniones retiene aniones usando grupos funcionales cargados positivamente, como un cation de amonio cuaternario (figura 1.8).

El sistema de análisis por cromatografía iónica es simple y fácil de operar. Las muestras a analizar son principalmente acuosas; sin embargo, algunas deben ser tratadas para que sean solubles y otras deben ser tratadas con antelación para prevenir el daño en las columnas.

Antes de realizar el análisis en el cromatógrafo iónico, la mayoría de las muestras deben ser filtradas directamente o después de la dilución a través de un filtro de $0,45 \mu m$ o menos, para remover componentes sólidos.

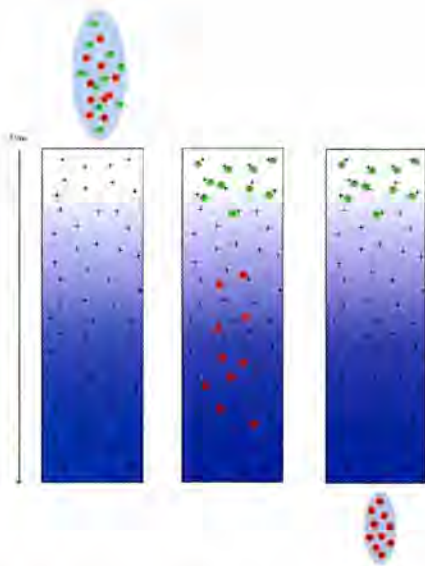


Figura 1.8. Separación de aniones.

Instrumentación

Equipos: cromatocorder 21; purificador MilliQ JR 8 de agua alta pureza, marca Millipore, conductividad $18,6 \mu\text{S}/\text{cm}$ (figura 1.9a); cromatógrafo iónico marca TOA, modelo IA-100 con sistema de detección conductividad eléctrica (figura 1.9b) y, esta compuesto por:

- Columna catiónica PCI 201-S.
- Columna aniónica PCI 301-S.
- Columna aniónica para determinar $\text{PO}_4^{=}$, F^- , Cl^- , Br^- , NO_2^- , NO_3^- y $\text{SO}_4^{=}$.
- Columna catiónica para determinar Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2} .
- Bolsa eluyente para aniones y cationes.
- Filtros de membrana inorgánica anotop 10 IC, marca Whatman, presentación: frasco por 250 unidades; $0,2 \mu\text{m}$; 10 mm.
- En el análisis de aniones el eluyente de separación es una mezcla de ácido ftálico, trishidroximetilamino-metano y ácido bórico.
- Conjunto de soluciones estándar de aniones: cloruro de sodio, fluoruro de sodio, nitrito de sodio, bromuro de sodio, nitrato de sodio y sulfato de sodio.
- En el análisis de cationes, el eluyente de separación es ácido metanosulfónico.
- Conjunto de soluciones estándar de cationes: cloruro de litio, cloruro de sodio, cloruro de amonio, cloruro de potasio, cloruro de calcio dihidratado, cloruro de magnesio hexahidratado.

La instrumentación con la cual cuenta el Laboratorio de Química II de Ingenierías, Cali, es: Cromatógrafo iónico marca TOA, modelo IA-100 con sistema de

detección conductividad eléctrica (figura 1.9b), registrador y purificador de agua alta pureza MilliQ (figura 1.9a).

El paquete de columnas iónicas permite seleccionar el modo de cromatografía adecuado para las muestras. Algunas columnas utilizadas se muestran en la figura 1.9c.



Figura 1.9. a. Purificador de agua Millipore MilliQ JR 8. b. Cromatógrafo iónico TOA IA-100. c. Paquete de columnas iónicas.

Configuración general de un cromatógrafo iónico marca TOA

Un cromatógrafo iónico está compuesto básicamente por una columna de separación, una bomba y un detector para realizar la medición. El cromatógrafo iónico marca TOA cuenta con un detector de conductividad. Los otros dos detectores descritos forman parte de otros cromatógrafos iónicos más completos. En la figura 1.10 se muestra la configuración general de un cromatógrafo iónico:

1. Torre de gas, desgasificador de eluyente y reactivos.
2. Bomba, control de flujo del reactivo (mL/min.) y control de presión del sistema (colocada en paralelo).
3. Detector electroquímico, medición de potencial redox de sustancias electroquímicamente activas.
4. Control de sistema, posee memoria para 10 programas, fija condiciones de medición.
5. Bomba, control de flujo del eluyente (mL/min.) y control de presión del sistema.
6. Concentrador de muestra, concentra los componentes de interés que se encuentran en muy bajos niveles.
7. Detector de conductividad, controla temperatura, polaridad y rangos de medición (micro Siemens/cm).

8. Detector UV-VIS, medición de compuestos después de pasar por la columna y reaccionar con un compuesto orgánico.
9. Horno columna-celda conductividad-inyector muestra, colocación de columna, celda de medición de conductividad e inyector de muestra.
10. Baño de reacción, se utiliza en combinación con el detector fotométrico.
11. Integrador, procesador de datos y graficador, tratamiento de datos y obtención del cromatograma.

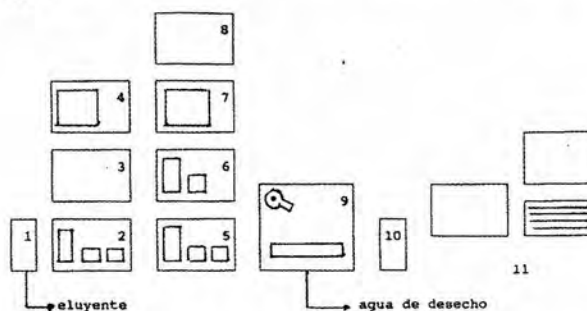


Figura 1.10. Diagrama de las partes de un cromatógrafo iónico.

En la siguiente tabla se muestran los tipos de resina utilizados en el análisis de cromatografía iónica, su composición química, la selectividad y la estabilidad térmica:

Resin type	Chemical constitution	Usual form as purchased	Common trade names		Selectivity	Thermal stability
			Rohm & Haas	Dow Chemical		
Strongly acidic cation exchanger	Sulfonic acid groups attached to styrene and divinylbenzene copolymer	$\text{Aryl-SO}_3\text{H}^+$	Amberlite IR-120	Dowex 50W	$\text{Ag}^+ > \text{Rb}^+ > \text{Cs}^+ > \text{K}^+ > \text{NH}_4^+ > \text{Na}^+ > \text{H}^+ > \text{Li}^+ > \text{Zn}^{2+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Co}^{2+}$	Good up to 150°C
Weakly acidic cation exchanger	Carboxylic acid groups attached to acrylic and divinylbenzene copolymer	$\text{R-COO}^-\text{Na}^+$	Amberlite IRC-50	—	$\text{H}^+ > \text{Ag}^+ > \text{K}^+ > \text{Na}^+ > \text{Li}^+ > \text{H}^+ > \text{Fe}^{2+} > \text{Ba}^{2+} > \text{Sr}^{2+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+}$	Good up to 100°C
Strongly basic anion exchanger	Quaternary ammonium groups attached to styrene and divinylbenzene copolymer	$\text{Aryl-CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}^-$	Amberlite IRA-400	Dowex 1	$\text{I}^- > \text{phenolate}^- > \text{HSO}_4^- > \text{ClO}_3^- > \text{NO}_3^- > \text{Br}^- > \text{CN}^- > \text{HSO}_3^- > \text{NO}_2^- > \text{Cl}^- > \text{HCO}_3^- > \text{IO}_3^- > \text{HCOO}^- > \text{acetate}^- > \text{OH}^- > \text{F}^-$	OH^- form fair up to 50°C Cl^- and other forms good up to 150°C
Weakly basic anion exchanger	Polyalkylamine groups attached to styrene and divinylbenzene copolymer	$\text{Aryl-NH(R)}_2\text{Cl}^-$	Amberlite IR-45	Dowex 3	$\text{Aryl-SO}_3\text{H} > \text{citric} > \text{CrO}_3 > \text{H}_2\text{SO}_4 > \text{tartaric} > \text{oxalic} > \text{H}_3\text{PO}_4 > \text{H}_4\text{AsO}_4 > \text{HNO}_3 > \text{HI} > \text{HBr} > \text{HCl} > \text{HF} > \text{HCO}_3\text{H} > \text{CH}_3\text{CO}_2\text{H} > \text{H}_2\text{CO}_3$	Extensive information not available; tentatively limited to 65°C

SOURCE: Adapted from J. X. Khym, *Analytical Ion-Exchange Procedures in Chemistry and Biology* (Englewood Cliffs, NJ: Prentice Hall, 1974).

Rangos de medida de aniones y de cationes

Los rangos de medida del cromatógrafo iónico para los cationes y los aniones, según el *loop* utilizado se presentan en la siguiente tabla.

	Rango de medida	20 μ l (mg/L)	200 μ l (mg/L)
Aniones	F ⁻ , Cl ⁻ , Br ⁻ , NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻	1,0 a 100	0,10 a 100
	SO ₄ ⁼	2,0 a 200	0,20 a 20
	PO ₄ ⁼	5,0 a 200	0,50 a 20
Cationes	Li ⁺	0,1 a 10	0,01 a 1
	Na ⁺ , NH ₄ ⁺ , Mg ²⁺	0,5 a 50	0,05 a 5
	K ⁺ , Ca ²⁺	10,0 a 100	0,10 a 10

Componentes principales de análisis

A continuación se enumeran los principales componentes de análisis por cromatografía iónica, según el tipo de anión y catión.

Aniones inorgánicos					
Br ⁻	S	HSCN	H ₃ PO ₄	H ₂ AsO ₃	PO ₄ ⁼
Cl ⁻	HI	HCO ₃	H ₂ SO ₃	H ₂ CrO ₄	Complejos de CN
CN	HBR	HNO ₂	H ₂ SO ₄	H ₂ SeO ₃	Complejos de EDTA
F ⁻	I	HNO ₃	H ₂ S ₂ O ₇	H ₃ WO ₄	Complejos AZO

Cationes inorgánicos										
Al	Au	As	Ba	Ca	Cd	Co	Cu	Cs	Fe	K
Li	Mg	Na	Ni	NH ₄	Pd	Pb	Rb	Sr	Zn	

Aniones orgánicos			
Ácido acético	Ácido cítrico	Ácido etilsulfónico	Ácido fórmico
Ácido láctico	Ácido málico	Ácido metilsulfónico	Ácido oxálico
Ácido propionico	Ácido succínico	Ácido sulfámico	Ácido tartárico

Cationes orgánicos				
Dimetilamina	Etanolamina	Etilamina	Metalonlamina	Metilamina

Aplicaciones

- Análisis de componentes medioambientales. Seleccionar el método de muestreo y tratamiento de muestras, el método de introducción, y el establecimiento de las condiciones de análisis.
- Muestras geoquímicas. Son muy variadas como: muestras líquidas (agua de mar, ríos, lagos y lagunas); muestras sólidas (rocas, meteoritos, sedimentos de

fondo) y muestras gaseosas en las cuales la medición se hace por cromatografía de gases (atmósfera, gas volcánico, gas de erupción).

- Análisis de calidad del agua de ríos, lagos, pantanos, potable, mar, lluvia subterránea, termal, industrial y de actividad minera.
- En agricultura, análisis de solución extractable de suelos.
- Análisis de contaminantes.
- Análisis de componentes menores del aire, análisis de impurezas en los gases industriales, análisis de concentración de gases mezclados y análisis de gases inactivos de alta pureza y materiales gaseosos especiales empleados en la industria de semiconductores. Análisis de agua de calderas de vapor, semiconductores, enfriadores, control de procesos.

A continuación se presentan algunos cromatogramas iónicos específicos de algunas de las aplicaciones anteriormente mencionadas.

- Cromatograma de la determinación directa de cianuro en soluciones fuertemente alcalinas aplicable a métodos de destilación para la determinación de cianuro total en aguas (figura 1.11). Se recomienda utilizar el equipo DIONEX DX 500, cromatografía iónica equipada con un detector electroquímico DIONEX ED 40.

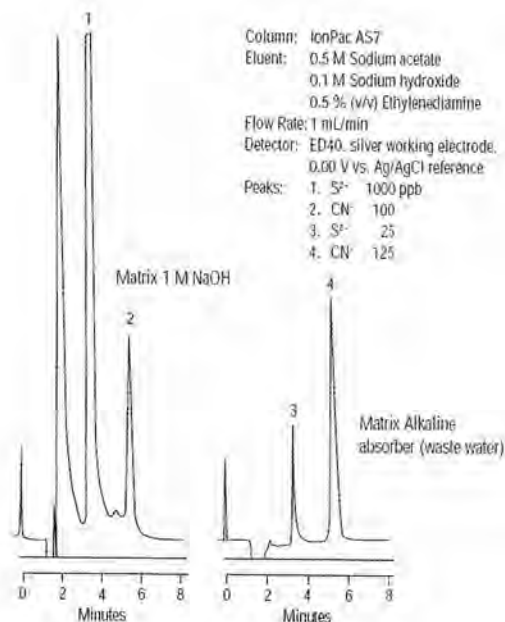


Figura 1.11. Determinación directa de cianuro en soluciones fuertemente alcalinas. Referencia Dionex, artículo número 107.

- Cromatograma de la determinación de aniones inorgánicos en agua de bebida por cromatografía iónica (figura 1.12). Se recomienda utilizar el equipo Dionex DX 120 o Dionex DX 500.

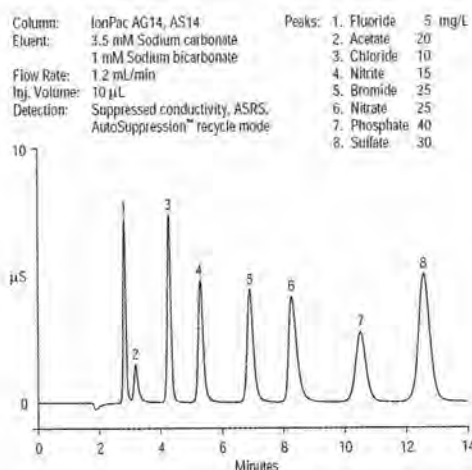


Figura 1.12. Determinación de aniones inorgánicos en agua. Referencia Dionex, artículo número 133.

- Cromatograma de la determinación de sulfatos y nitratos colectados sobre filtros usados en estudios de monitoreo de polución del aire (figura 1.13). Estándar anionicos de corridos sobre la columna de intercambio aniónico.

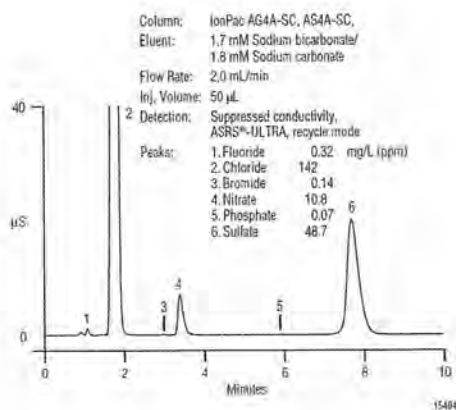


Figura 1.13. Determinación de sulfatos y nitratos colectados sobre filtros usados en estudios de monitoreo de polución del aire. Referencia Dionex, artículo número 2.

Introducción

Esta técnica instrumental permite elaborar un análisis rápido y ofrece información sobre la composición de las muestras para atender a las necesidades de los proyectos de investigación geológica en la caracterización de material de veta, en el seguimiento de un proceso metalúrgico y en la caracterización de residuos sólidos; por ejemplo, los análisis en las colas de los procesos metalúrgicos. Además, aporta información a la base de datos del equipo difractómetro de rayos X, lo cual permite confirmar con mayor exactitud la caracterización mineralógica realizada en el microscopio.

La técnica de espectrometría de Fluorescencia de rayos X se considera de superficie porque los rayos X primarios penetran la muestra solo medio centímetro, los rayos X secundarios son separados en sus componentes espectrales causados por cada elemento detectado. Al ser irradiada con los rayos X primarios emitidos del tubo de rayos X de rodio (Rh), una muestra emite rayos X secundarios o rayos fluorescentes (radiación α y radiación β), característicos de la muestra.

En Ingeominas, su aplicación se enfoca hacia la caracterización de muestras sólidas de material geológico porque detecta semicuantitativamente más de 33 elementos que estén contenidos en la muestra, haciendo un barrido de detección de elementos, según la tabla periódica, desde flúor hasta uranio. Es un análisis no destructivo; por tanto, la muestra queda intacta.

Esta técnica cuenta con un amplio campo de aplicación, ya que puede emplearse con cualquier elemento químico cuyo número atómico sea mayor que el del flúor; muestra relativa simplicidad del espectro de emisión de rayos X, ya que, en general, cada elemento presenta pocas líneas y su posición no depende del tipo de compuesto en que se encuentre el elemento.

Tipo de muestra

Entre los tipos de muestras que se pueden analizar están: muestras sólidas (metales no ferrosos, cementos, cerámicas, materiales refractarios, materiales electrónicos y magnéticos, películas cubiertas con metal, trozos de metal o aleaciones, trozos de láminas o tiras), muestras de procesos ambientales (productos agrícolas), muestras en polvo y muestras líquidas.

Insumos

Anillos de PVC para montaje de pastilla y espátula.

Reactivos

Etanol y tetraborato de litio y metaborato de litio (mezcla que se utiliza para hacer la pastilla cuando se dispone de poca muestra para el análisis).

La mezcla debe secarse a 500 °C por 4 horas; después debe guardarse en el desecador.

Equipos

Prensa para elaboración de pastillas, desecador para evitar la absorción de humedad de la muestra después de preparada y prensada y así evitar que absorban humedad y horno para fundición de muestras (figura 2.1).



Figura 2.1. Horno para fundición de muestras.

Procedimiento

Preparación de muestras líquidas

Se requieren cerca de 15 mL de cada muestra líquida, cuyos puntos de ebullición estén por encima de 99 °C.

Preparación de muestras sólidas

1. Se limpian con alcohol etílico los accesorios de preparación de muestras.
2. Sobre el soporte donde se prepara la pastilla se pone un anillo de PVC, se adiciona dentro de este de 5 a 10 g de muestra homogeneizada y pulverizada en malla < 200 hasta que lo cubra por completo (figura 2.2a).
3. Se lleva al equipo prensa y se hace la pastilla aplicando una presión máxima de 200 kilonewton (kN) (figura 2.2b).
4. Se retira la pastilla tomando el aro desde los lados y levantando inmediatamente hacia arriba sin perturbar el área. Seleccione la cara de mejor brillo revisando a la luz la superficie; confirme que esté libre de impurezas y que no presente fisuras causadas por efectos de exceso de presión (figura 2.2c).
5. Se procede al montaje de la pastilla en el portamuestras del equipo para realizar la determinación (figuras 2.2d y 2.2e).
6. Se realiza la lectura en el equipo FRX y se analizan los resultados obtenidos (figura 2.2f).

Para muestras con contenidos de azufre menores de 5% y que se disponen en cantidades muy pequeñas, se mezcla la muestra con el fundente, se lleva a fusión y se obtiene una pastilla transparente como el vidrio (figura 2.2g y 2.2h).



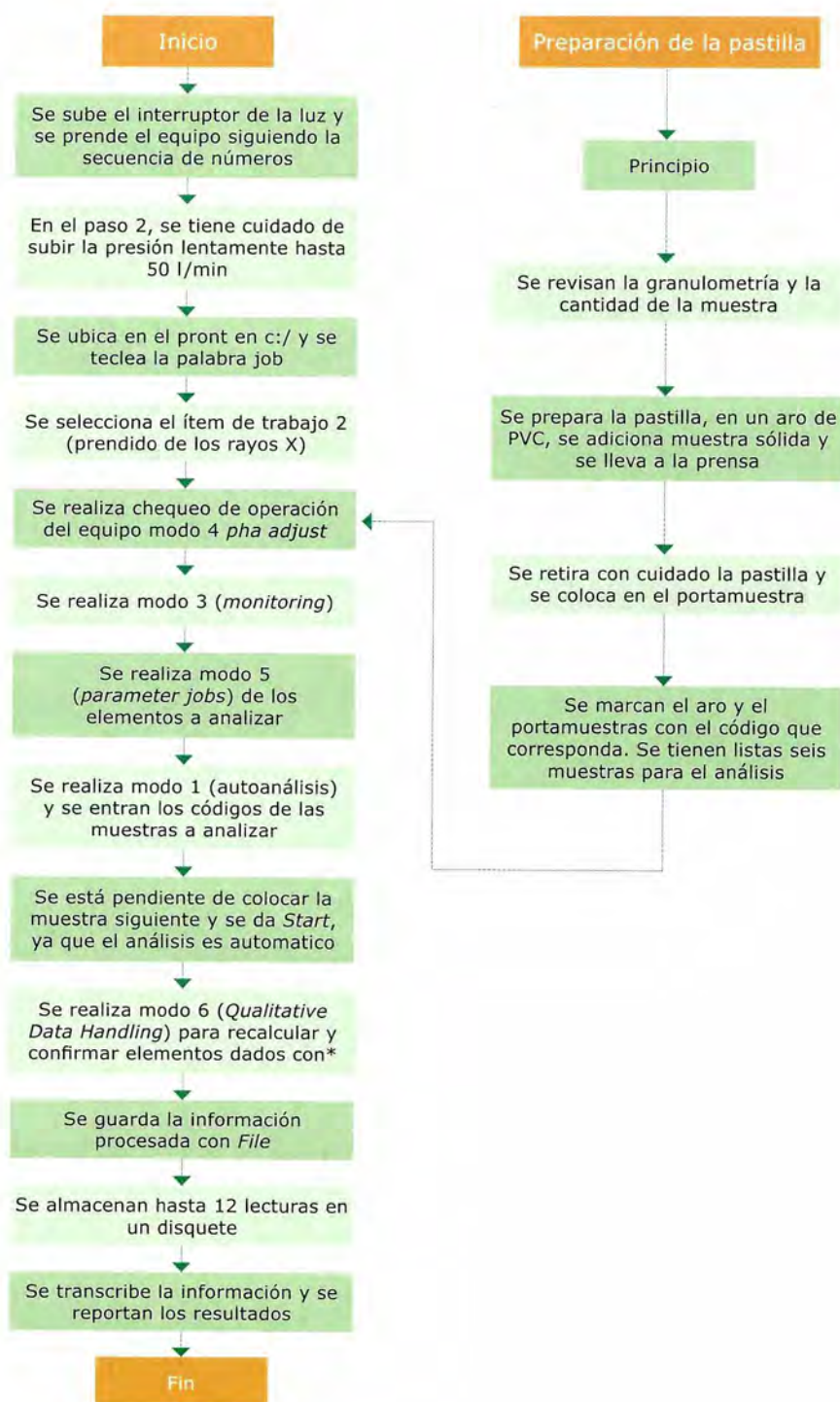
Figura 2.2. a. Montaje de muestra para la elaboración de pastilla en el soporte. b. Equipo prensa-preparación de pastillas.



Figura 2.2. c. Pastilla terminada. d. Montaje de la muestra. e. Muestra lista para ser analizada en el equipo FRX. f. Lectura en el equipo FRX y análisis de resultados. g. Horno donde se lleva a cabo la fusión de la pastilla. h. Pastilla fundida transparente.

Protocolo

A continuación se muestra una serie de pasos resumidos y ordenados para realizar el análisis de fluorescencia de rayos X.



Resultados

A continuación se muestra el espectrograma obtenido en el equipo de fluorescencia de rayos X, realizado en material de veta. Observe el amplio rango de elementos que pueden detectarse (figura 2.3).

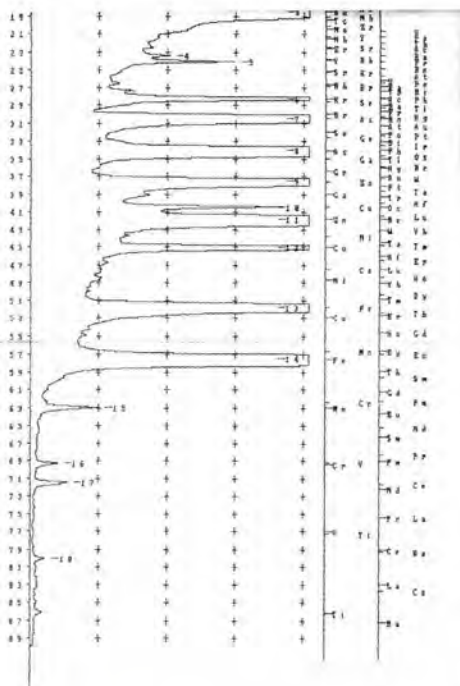


Figura 2.3. Resultados de un análisis de FRX para un material de veta.

Reporte de prueba

La tabla 2.1 muestra los resultados obtenidos en el análisis de fluorescencia de rayos X para caracterizar de un mineral proveniente de la mina La Victoria, ubicada en el departamento del Valle del Cauca.

Tabla 2.1. Caracterización química del mineral proveniente de la mina La Victoria, expresado en óxidos. Equipo FRX.

Oxidos	%	Oxidos	%	Oxidos	%
Al ₂ O ₃	6,12	MgO	1,33	SiO ₂	82,90
CaO	2,80	MnO	0,09	SO ₃	0,197
Cr ₂ O ₇	0,04	Na ₂ O	0,254	TiO ₂	0,275
CuO	0,008	NiO	0,01	ZnO	0,015
Fe ₂ O ₃	5,08	P ₂ O ₅	0,03	ZrO ₂	0,002
K ₂ O	0,73	PbO	0,075		

En el siguiente reporte se describen las condiciones de medida, concentración elemental porcentual y el error de absorbancia, para una muestra en estado sólido, la cual se analizó en un equipo Spectro X LAB- 2000:

SPECTRO X-LAB

Job Number: 1

Preset Sample Data

Sample Name:	Polvo Ingeominas	Dilution Material:	None
Description:	M&M 1	Sample Mass (g):	4.5847
Method:	Tqa-pgm	Dilution Mass (g):	0.0000
Job Number:	1	Dilution Factor:	1.0000
Sample State:	Alloys, 30 mm	Sample rotation:	No
Sample Type:	Legierung	Date of Receipt:	03/28/2008
Sample Status:	AAAXXX	Date of Evaluation:	03/28/2008

Results

The error is the statistical error with 1 sigma confidence interval

Z	Symbol	Element	Concentration	Abs. Error
12	Mg	Magnesium	0.75 %	0.10 %
13	Al	Aluminum	2.398 %	0.036 %
14	Si	Silicon	3.588 %	0.018 %
15	P	Phosphorus	> 0.4118 %	0.0044 %
16	S	Sulfur	0.00873 %	0.00028 %
22	Ti	Titanium	36.35 %	0.06 %
23	V	Vanadium	0.240 %	0.025 %
24	Cr	Chromium	0.0280 %	0.0012 %
25	Mn	Manganese	0.8220 %	0.0073 %
26	Fe	Iron	55.01 %	0.07 %
27	Co	Cobalt	0.0464 %	0.0045 %
28	Ni	Nickel	< 0.0020 %	(0.0) %
29	Cu	Copper	0.00358 %	0.00041 %
30	Zn	Zinc	0.0647 %	0.0013 %
33	As	Arsenic	< 0.00017 %	(0.0) %
40	Zr	Zirconium	0.2285 %	0.0037 %
41	Nb	Niobium	0.0313 %	0.0015 %
42	Mo	Molybdenum	0.0036 %	0.0011 %
44	Ru	Ruthenium	0.00064 %	0.00041 %
45	Rh	Rhodium	0.00088 %	0.00031 %
46	Pd	Palladium	< 0.00036 %	(0.0) %
47	Ag	Silver	0.00071 %	0.00019 %
48	Cd	Cadmium	0.00063 %	0.00010 %
50	Sn	Tin	0.00222 %	0.00017 %
51	Sb	Antimony	< 0.00020 %	(0.0) %
74	W	Tungsten	0.0033 %	0.0014 %
76	Os	Osmium	< 0.0027 %	(0.0) %
77	Ir	Iridium	< 0.0024 %	(0.0) %
78	Pt	Platinum	< 0.0020 %	(0.0) %
79	Au	Gold	< 0.0013 %	(0.0) %
82	Pb	Lead	< 0.00097 %	(0.0) %
83	Bi	Bismuth	< 0.0013 %	(0.0) %

Date: 03/28/2008

Page 1

Figura 2.4. Reporte de análisis por fluorescencia de rayos X.

Recomendaciones

1. Para la preparación de las pastillas se limpia con alcohol todo el material que va a utilizarse; si es necesario, se lava con agua y jabón el soporte donde se hace la pastilla, y se frota con un trapo, se cubre con papel y se deja secar en la estufa a 90°C. Se enfría y se utiliza de nuevo.

2. Para evitar que este material se dañe por la oxidación del medio, debe mantenerse protegido con papel en un lugar seco.
3. Cuando se dispone de poca muestra, se prepara una cama con la mezcla de tetraborato de litio y metaborato de litio seco (polvo de color blanco) sobre el aro. Por encima de esta capa se adiciona, la muestra en pequeñas porciones hasta que cubra y tape la mezcla y se forme bien la nueva capa.
4. Luego se prensa la pastilla y se pone en el portamuestras por el lado donde quedo la capa de la muestra.
5. Cuando se retira la pastilla, es recomendable no rozarla con la superficie del molde donde se hizo para evitar dañar el área que se va a analizar, ni llenarla de material particulado de los alrededores que altera la superficie lisa.

Introducción

En un material geológico, el oro y la plata generalmente se encuentran asociados a minerales como silicatos, carbonatos, minerales sulfurados (pirita, arsenopirita, galena, blenda) y otros. Una de las características principales del oro y la plata es su presentación en estado nativo o metálico en las menas debido a su alta estabilidad química en los ambientes naturales de la corteza terrestre, presentando afinidad con otros metales nobles como Cu, Hg, Pt e Ir, formando soluciones sólidas de minerales, oro nativo, oro electrum, calaverita, petzita, silvanita, auroestibnita.

Descripción del método

El método permite determinar desde bajas a altas concentraciones de oro tanto en muestras de roca o mineral como en muestras líquidas provenientes de procesos metalúrgicos. El límite de cuantificación del análisis es 0,25 ppm.

La muestra se disuelve con mezcla de ácidos, como ácido fluorhídrico (HF) concentrado, agua regia (3:1) y ácido perclórico (HClO_4) concentrado en condiciones rigurosas de calentamiento que hace todavía más poderoso su poder oxidante.

Hay que tener especial cuidado con aquellas muestras que contienen material orgánico, para evitar reacciones explosivas. La figura 3.1 muestra las diferentes asociaciones en las que se puede encontrar el oro en la naturaleza.

El oro es extraído favorablemente de las soluciones ácidas con metilisobutil cetona (MIBK) y los elementos interferentes se lavan con la solución indicada anteriormente.

El agua regia es utilizada por su habilidad para disolver oro. Los agentes activos son el cloruro de nitrosilo y el cloro por lo que se utiliza el agua regia diluida para garantizar que estos agentes activos estén mayor tiempo en contacto entre las redes de los minerales y asegurar la liberación total del elemento.

El ácido fluorhídrico (HF) centra su habilidad en la disolución de los silicatos refractarios y con la mezcla de ácidos se logra la descomposición completa.

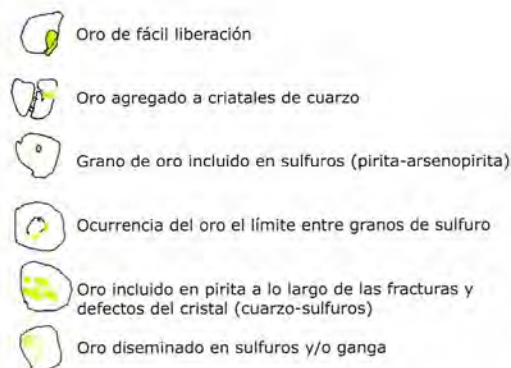


Figura 3.1. Algunas asociaciones del oro en la naturaleza.
Modificada de Ruiz (2006).

Equipos

Equipo de absorción atómica Shimadzu AA 660 V4 (figura 3.2a), balanza analítica: para pesaje de muestra problema con precisión de $\pm 0,0001$ g (figura 3.2b), plancha de calentamiento (figura 3.2c) y máquina agitadora, marca Yamato (figura 3.2d).

Reactivos

Agua regia, ácido fluorhídrico concentrado (HF), ácido perclórico concentrado (HClO_4), ácido clorhídrico (HCl 2M), ácido clorhídrico concentrado, (HCl (1:1)) y estándar de oro de 1000 ppm mezcla ácida serie de soluciones de oro para la calibración solución de MIBK en equilibrio, estándar certificado sólido con concentración conocida de oro (para control de calidad en los resultados) y se analiza junto con las muestras problema (figura 3.3).



Figura 3.2. a. Espectrofotómetro de absorción atómica, SHIMADZU AA 660 v4. b. Balanza analítica AND para pesaje de muestra problema.



Figura 3.2. c. Plancha de calentamiento, para garantizar un calentamiento homogéneo se coloca una capa de granito en la superficie de la plancha. d. Máquina agitadora Yamato.



Figura 3.3. Este estándar de referencia sólido contiene oro y plata en concentraciones 15,5 g/T y 9,0 g/T, respectivamente.

Vidriería

Tubos de ensayo, Beaker, pipeta de 10 mL volumétrica y probetas.

Otros

Gradilla para tubos de ensayo, vasos de teflón: especiales para las digestiones ácidas con HF, este material se utiliza debido a que el ácido fluorhídrico reacciona con el vidrio (figura 3.4a), recipiente de residuos ácidos y orgánicos: son canecas empleadas para la disposición final de residuos de solvente orgánico y ácidos (figura 3.4b), espátula, soportes y embudos de extracción (figura 3.4c).



Figura 3.4. a. Vasos de teflón.
b. Recipientes de residuos de solventes ácidos y orgánicos. c. Soportes para embudos de extracción.

Estándares de calibración

Estándar de referencia primario

Certificado de 100 ppm a partir del cual se preparan los estándares de calibración del equipo de absorción atómica (figura 3.5).



Figura 3.5. Estándar de referencia primario.

Estándares de calibración

Para realizar curva en el equipo de absorción atómica, el rango de concentración de los estándares debe ser proporcional entre los puntos y la muestra debe estar preferiblemente en la concentración media de la curva (figura 3.6).



Figura 3.6. Estándares de calibración.

Preparación de soluciones

Agua regia concentrada

1. En un vaso grande que contiene 400 mL de agua desmineralizada, se adicionan 600 mL de HCl concentrado y 200 mL de HNO_3 concentrado.
2. Se agita fuertemente para homogeneizar la solución y se envasa en un frasco plástico.
3. Se rotula indicando la fecha de preparación, el nombre de la solución.
4. Se debe mantener en el refrigerador.
5. Relación de ácido agua regia ($3\text{HCl}:1\text{HNO}_3$).

Mezcla ácida

1. En un recipiente que contiene 900 mL de agua desmineralizada se adicionan 50 mL de MIBK puro y 50 mL de HCl concentrado.
2. Se homogeneiza la mezcla agitando por tres minutos.
3. Se empaqueta y se rotula adecuadamente.

Solución de MIBK en equilibrio

1. Se miden exactamente 1000 mL de MIBK puro.
2. Se adicionan 100 mL de mezcla ácida.
3. Se agita y homogeneiza la solución uniformemente.
4. Se envasa y se rotula.

La solución se debe preparar con antelación para lograr mayor uniformidad y equilibrio.

Solución de HCl 2M

1. A 30 mL de agua desmineralizada se adicionan 20 mL de HCl concentrado y 10 mL de MIBK.
2. Se completa a volumen con agua en un balón de 100 mL.
3. Se agita y se homogeneiza la solución.

Curva de calibración

Solución estándar de 1000 ppm de oro

1. Se pesan 0,5000 g de oro metálico de 99,9% de pureza.
2. Se ponen en un vaso de 250 mL y se adicionan 20 mL de agua regia diluida preparada con antelación.
3. Se disuelve por completo disolución de la muestra, se pone en la plancha de calentamiento y se deja hervir hasta semisequedad.
4. Se deja enfriar la solución y se adicionan 10 mL de HCl concentrado.
5. Las paredes del vaso se lavan con 10 mL de agua y se dejan hervir por cinco minutos más.
6. Se deja enfriar y se pasa a un balón de 500 mL.
7. Se adicionan 30 mL de HCl concentrado.
8. Se adiciona agua desmineralizada, se agita muy bien y se completa a volumen. La solución de oro preparada queda de una concentración de 1000 ppm en una matriz de HCl 0,9 M.

Solución estándar de 100 ppm de oro

1. A partir de la solución anterior, se prepara la solución de 100 ppm.
2. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con una solución de ácido clorhídrico (1:9).
3. Se homogeneiza, se rotula y se almacena la solución preparada en un envase plástico.
4. Esta solución se utiliza para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se requieran.

Soluciones patrón para la curva de calibración

1. Para la preparación de soluciones de la curva de calibración se toman 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 y 10,0 mL de la solución de 100 ppm para que queden en la misma proporción de concentración en ppm de la alícuota tomada.
2. Una vez medida la alícuota a cada patrón, se adicionan 30 mL de HCl (1:1) y 70 mL de mezcla ácida.
3. Se adicionan 100 mL exactos de MIBK en equilibrio, medidos con una bureta.
4. Se agita fuertemente por tres minutos y se completa a volumen en un balón de 250 mL con mezcla ácida (figura 3.7).
5. Se marca adecuadamente y se almacena.



Figura 3.7. Estándar para calibración. Se observan las dos fases en solución. Se realiza teniendo en cuenta el mismo proceso al que se sometió la muestra problema.

Procedimiento

1. La muestra se recibe en el laboratorio de química de Ingeominas, previamente homogeneizada y cuarteada, con un tamaño de partícula de 75 micras. Este proceso se realiza en el laboratorio de metalurgia (figura 3.8a).
2. Se pesan 2,0000 g de muestra (homogeneizada y pulverizada a malla <200) sobre un vaso de teflón de 300 mL (figura 3.8b).
3. Se humedece la muestra con unas gotas de agua (figura 3.8c).
4. Se adicionan 15 mL de HF concentrado, 20 mL de agua regia concentrada y 5 mL HClO_4 . Se deja en reposo por 30 minutos (figura 3.8d).
5. Se calienta lentamente entre 200 y 250 °C para disolver la muestra, se agita frecuentemente, se sube la temperatura y se seca hasta eliminación total de humos blancos (figura 3.9a).
6. Se adicionan 10 mL de HCl concentrado, se calienta hasta sequedad. Se deja enfriar y se adicionan 30 mL de HCl (1:1), luego se deja ebulir durante 5 minutos (figura 3.9b).
7. Se recibe la solución sobre un embudo de separación graduado y se lava con mezcla ácida hasta completar un volumen de 70 mL con la misma mezcla (figura 3.9c).
8. Se adicionan 10 mL de MIBK en equilibrio con una pipeta aforada. Se agita la mezcla durante 3 minutos en la máquina agitadora. Se dejan separar las dos fases por 3 minutos y se elimina la fase acuosa. Se hacen dos lavados sucesivos usando 10 mL de HCL 2,0 M y se separa la fase acuosa (figura 3.9d-f).
9. Se recoge la fase orgánica en un tubo de 15 mL. Se hace la lectura por absorción atómica. Si la solución está muy concentrada, se toma una alícuota y se diluye con MIBK. Se lee de nuevo en el equipo (figura 3.9 g-h).

Nota. Los residuos orgánicos y los ácidos se eliminan en las canecas asignadas.

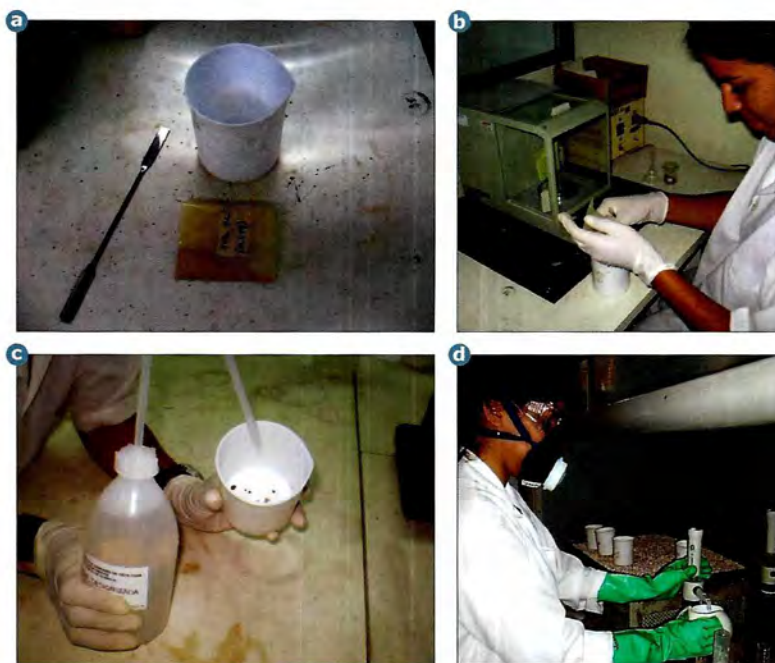


Figura 3.8. a. Recepción de la muestra. b. Pesaje de la muestra. c. Humectación de la muestra. d. Adición de químicos.





Figura 3.9. a. Muestra en proceso de sequedad. Se observa apariencia gomosa. b. Solución a traspasar al embudo de extracción. c. Recepción solución. d. Adición de MIBK. e. Mezcla en la máquina agitadora. f. Separación de dos fases orgánica-acuosa. g. Estándares de calibración. h. Lectura en absorción atómica.

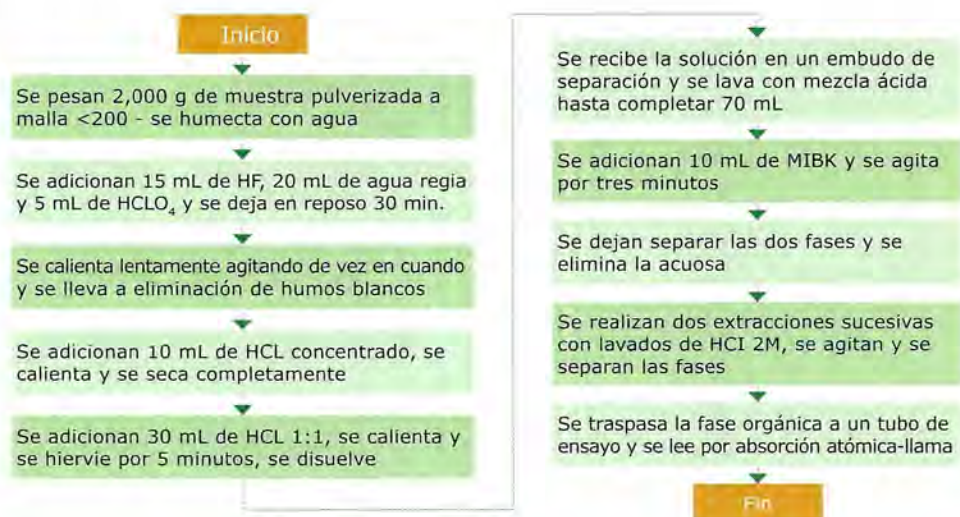
Recomendaciones

1. Con una adecuada cantidad de material, se hacen los cuarteos necesarios para asegurar que se pesa una muestra representativa y homogénea y disminuya el efecto pepita.
2. Durante la digestión, se controla la temperatura de calentamiento de la plancha y se evita que se seque la muestra.
3. Al realizar los lavados con la solución de $\text{HCl} 2\text{M}$, debe verificarse que no está adicionándose el MIBK presente en la solución porque se altera el volumen de solvente orgánico. Si esto sucede, se verifica y se registra para hacer los cálculos correctamente.
4. Si la concentración esperada de oro es muy baja, se toma mayor cantidad de muestra y se extrae con un volumen de 5 mL de solvente orgánico. De esta forma se garantiza concentrar el oro y detectar respuesta en la lectura.
5. Los métodos de disolución que incluyen HClO_4 requieren especial cuidado en su manipulación y en el uso de una campana extractora donde periódicamente debe hacerse mantenimiento lavando hacia abajo los pasos de salida y la parte interna completa.

6. Durante la digestión inicial, y mientras se esté utilizando HClO_4 , siempre debe existir HNO_3 presente en exceso para evitar formaciones de percloratos que, en un momento dado, pueden ocasionar explosiones por acumulación de los mismos en los ductos de salida de las emisiones gaseosas que causan obstrucciones.
7. Debe tenerse presente el riesgo y la peligrosidad en la manipulación de los ácidos fluorhídrico y perclórico. Debe mantenerse alerta con las precauciones de seguridad y utilizar siempre los implementos de protección.

Protocolo

A continuación se presenta el protocolo de los pasos realizados en el análisis de oro en minerales y su posterior lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica con llama:



Cálculos

El espectrofotómetro de absorción atómica arroja la concentración del analito en unidades de concentración (ppm, partes por millón). Este valor de concentración se multiplica por el volumen en el cual se realizó la determinación. Para el método analítico de oro en minerales este es 10 mL, debido a que corresponde al volumen de metilisobutilcetona adicionado para realizar la extracción. En caso de variar este volumen, debe cambiarse en la fórmula presentada. Posteriormente, este valor obtenido se divide entre el peso de muestra tomado para el análisis. Así, se obtiene el valor de concentración de oro en la muestra.

$$\text{Au (ppm)} = \frac{\text{ppm leídas} * 10 \text{ mL de MIBK}}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

Resultados

Reporte de prueba

Se presenta a continuación el reporte de prueba de laboratorio, donde se consignan las condiciones de ensayo para cada muestra (tabla 3.1).

Tabla 3.1

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO:	Cont. Ensayos Lab. Metalurgia
MÉTODO DE DETECCIÓN:	Vía Húmeda-Extracción con MIBK
TÉCNICA DE ANÁLISIS:	Absorción Atómica-Llama
ELEMENTO A DETECTAR:	Au
ANALISTA:	Verónica Ruiz
CONSECUTIVO DE ANÁLISIS:	0107
FECHA:	06/03/08

Número	Código muestra	Vaso teflon #	Peso (g)	Volumen aforo (mL)	ppm leídas	ppm calc.
01071	1580	20-1	2,00	10	0,15	0,75
01072	1580	20-2	2,00	10	0,11	0,55
01073	1583Cabeza	16-1	2,00	10	0,80	4,00
01074	1583Cabeza	16-2	2,00	10	0,70	3,50
01075	1583Colas	20-3	2,00	10	N.D.	N.D.
01076	1583Colas	20-4	2,00	10	N.D.	N.D.
01077	1584Cabeza	15-1	2,00	10	0,31	1,55
01078	1584Cabeza	15-2	2,00	10	0,19	0,95
01079	1584Colas	14-1	2,00	10	N.D.	N.D.
010710	1584Colas	14-2	2,00	10	N.D.	N.D.
010711	MC	MC-1*	2,00	10	3,05	15,25
010712	Blanco	BK	• • •	10	N.D.	N.D.

* MC-1: Muestra Control Certificada-Concentrado de oro y plata (Kushikino). Tenor de oro: 15,5 g/T

Informe de resultados

El informe de resultados presentado, muestra la concentración de tenores de oro en gramos por tonelada (g/T) (tabla 3.2).

Tabla 3.2. Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
 LABORATORIO DE QUÍMICA
 GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

INFORME DE RESULTADOS

SOLICITANTE: Lab. Metalurgia DIRECCIÓN: GTR Cali, Ingeominas
 TIPO DE MUESTRA: Solida para determinación de Au por vía húmeda
 PROCEDENCIA DE LA MUESTRA: Material de veta.
 CONSECUTIVO DEL ANÁLISIS: 0107 FECHA: 6-3-2008

Ref. Ingeominas	ID	Au g/T
01071	15081	0,75
01072	15802	0,55
01073	1583C1	4,0
01074	1583C2	3,5
01075	1583Co1	N.D.
01076	1583Co2	N.D.
01077	1584C1	1,55
01078	1584C2	0,95
01079	1584Co1	N.D.
010710	1584Co2	N.D.

Límite de detección instrumental: 0,29 ppm.

Introducción

La plata es un metal nativo, isoestructural perteneciente al grupo del oro que comprende: oro, plata y cobre. Es un metal de color blanco, brillo metálico, funde a 960 °C. Su fractura es astillosa, no tiene clivaje, es dúctil, maleable y excelente conductor de la electricidad y el calor (Skoog & Leary, 2001). Su símbolo químico es Ag, presenta estructura cristalina en forma de cubo de caras centradas, generalmente mal formadas y en grupos ramosos, arborescentes y reticulados. Su número atómico es 47 y su peso atómico es 107,87g.

La plata nativa contiene frecuentemente mercurio, cobre, oro en aleación y en algunos casos platino, antimonio y bismuto. Se encuentra como mena de plata, pero la mayor producción mundial proviene de otros minerales como acantita, Ag_2S , proustita Ag_3AsS_3 y pirargirita Ag_3SbS_3 (Cornelius et ál. 1982).

El oro y la plata es común encontrarlos en aleación natural en la mayor parte de los depósitos epitermales; la mayor parte del oro contiene plata y cuando el contenido de plata es de 20% o más la aleación oro-plata se conoce con el nombre de electrum (Kelly & Spottiswood, 1978).

La plata nativa proviene principalmente de tres tipos de depósitos primarios:

- Asociada a sulfuros, zeolitas, calcita, fluorita y cuarzo.
- Asociada a arseniuros y sulfuros de cobalto, níquel y con bismuto nativo.
- Con uranita y minerales de cobalto-níquel.

También se encuentran pequeñas cantidades de plata nativa primaria asociadas con Cobre nativo.

Entre el 60% y el 65% de la producción de plata es de minería subterránea, como subproducto de la explotación de plomo, zinc, cobre y oro en menor proporción (Ingeominas-Upme-Minercol, 1994-1995).

Se usa principalmente en la industria (76 %); en emulsiones fotográficas, plateado, aleaciones con cobre, cubiertos de mesa y equipo electrónico (Icontec, 2001).

Descripción del método

El método se basa en la digestión de la muestra con agua regia diluida seguida de un doble ataque con HCl concentrado hasta evaporar a semisequedad y la posterior disolución con HCl concentrado.

Las mezclas de HCl y HNO_3 son las más usadas en los trabajos de rutina y dependiendo del laboratorio se aplican los controles en la temperatura y en el tiempo de extracción.

Para prevenir la precipitación del AgCl, las soluciones de plata se deben de mantener en una concentración de HCl mayor de 2N.

Se puede utilizar esta solución original para determinar elementos como Mn, Ni, Mg, Ca, Al, Fe, Cu, Zn y otros exceptuando el plomo que se precipita a esta concentración de HCl.

Equipos

Equipo de absorción atómica-llama SHIMADZU AA 660 (figura 4.1); balanza analítica Shimadzu, Libror AEL 200 con precisión de +0,0001 g; plancha de calentamiento y la campana de extracción.



Figura 4.1. Cuantificación en el espectrofotómetro de absorción atómica de soluciones de plata.

Vidriería

Vasos de precipitados de 300 mL, vidrios de reloj de 10 cm de diámetro, embudos de vástago largo, balones volumétricos ambar de 100 mL, pipetas aforadas probeta de 500 mL.

Reactivos

Agua regia diluida, ácido clorhídrico concentrado HCl, patrón de plata de 1000 ppm, serie de soluciones de plata para la calibración y muestra de referencia.

Otros

Espátula, tamices, frasco lavador, pinzas, dispensador, papel de filtro y advantec 5B.

Procedimiento

1. Se pesa 1,0000 g (ver párrafo: cantidad de muestra para análisis) de muestra (molida a malla-200 y homogeneizada) sobre un vaso de 300 mL, o se mide 20 mL de solución (muestras líquidas). Se adiciona 30 mL de agua regia.
2. Se deja en digestión durante media hora a temperatura ambiente.
3. Se calienta lentamente a 200 °C, se deja secar hasta semisecedad, agitando periódicamente y se deja enfriar hasta temperatura ambiente.
4. Se adiciona 15 mL de HCl concentrado, se calienta y se lleva a semisecedad. Se deja enfriar hasta temperatura ambiente. Se repite nuevamente este paso controlando que no se seque la muestra.
5. Se adicionan 20 mL de HCl concentrado, se calienta y se disuelve la muestra, se filtra sobre papel de filtro Advantec 5B o 5A, directamente en balones aforados de 100 mL. Se completa a volumen con agua desmineralizada.
6. Se realiza lectura por absorción atómica.
7. Si el contenido de plata es alto; tomar una alícuota de 10 mL del balón de 10 mL, adicionar 15 mL de HCl concentrado y llevar a volumen de 100 mL en balón aforado. Se realiza nuevamente la lectura en el AA.

Cantidad de muestra para el análisis

Para muestras que contienen hasta 10 mg/L de Ag se pesa 2,0000 g en balanza analítica.

- Para muestras que contienen entre 10 y 100 mg/L de Ag se pesa 1,0000 g.
- Para muestras con contenido superior a 100 mg/L de Ag se pesa 0,1000 g.

Curva de calibración

Solución patrón de 1000 ppm de plata

1. Para la preparación de los patrones de plata se parte de soluciones patrón comerciales (Tritisol-Merck) ya preparados que contienen 1,0000 gramo de AgNO_3 en 5% de ácido nítrico.
2. Se transfiere cuantitativamente la solución a balones volumétricos de 1000 mL con pequeños lavados de agua.
3. Completar a volumen con agua desmineralizada y homogeneizar la solución y almacenar en recipientes oscuros.
4. Para la preparación y preservación de las soluciones de plata, se debe utilizar, un envase de color ámbar para evitar la precipitación del metal por efecto de la luz solar y se debe mantener almacenado en la oscuridad.

Solución patrón de 100 ppm de plata

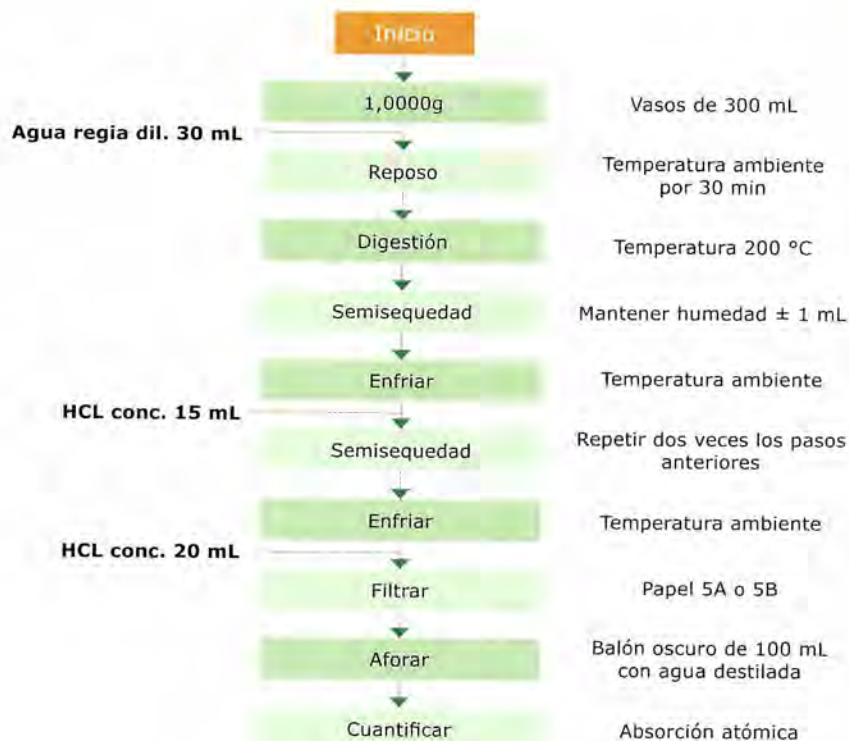
1. A partir de la solución anterior preparar la solución patrón de 100 ppm.
2. Adicionar 20 mL de ácido clorhídrico concentrado a un balón de 100 mL, luego una alícuota de 10 mL del patrón de 1000 ppm y completar a volumen por dilución con agua desmineralizada.
3. Homogeneizar, almacenar y rotular la solución preparada en un envase oscuro.

Recomendaciones

1. La adición de las correspondientes alícuotas del patrón de plata se debe hacer sobre el HCl concentrado para evitar la precipitación de la plata; se debe mantener una concentración $>2M$ para la mejor estabilidad de la solución y de la lectura.
2. Debido a las interferencias Químicas que presenta el análisis se recomienda utilizar una llama de combustible escaso, ya que de lo contrario se pierde exactitud.
3. Para mejorar la solubilidad de la plata se recomienda preparar la muestra el día anterior a la lectura en el equipo de absorción atómica.
4. Para muestras con contenido de plata entre 0 y 10 mg/L se recomienda pesar 2 gramos.
5. Para muestras con contenido mayor a 1000 mg/L de plata se recomienda pesar 0,1 g, para evitar la precipitación.
6. El método no es robusto frente a la estabilidad de las soluciones. La plata precipita con el tiempo, produciendo resultados bajos en la absorbancia para mediciones hechas a muestras tratadas en un tiempo posterior a 30 días; por lo cual se recomienda preparar soluciones estándar una vez al mes.

Protocolo

Se presenta a continuación el protocolo para determinar plata en minerales por espectrofotometría de absorción atómica:



Cálculos

El espectrofotómetro de absorción atómica arroja la concentración del analito en partes por millón (ppm), este valor de concentración es multiplicado por el volumen en el cual se realizó la determinación.

Para el método analítico de plata en minerales el volumen al cual se afora la solución final es de 100 mL, en caso de variar este volumen tener en cuenta que debe cambiarse en la formula. Posteriormente este valor obtenido es dividido entre el peso de muestra tomado para el análisis. Así, se obtiene el valor de concentración de plata en la muestra.

$$\text{Ag (ppm)} = \frac{\text{ppm leídas} \times \text{vol (total)} \times \text{factor dilución}}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

Resultados

A continuación se presenta el reporte de prueba para un análisis de plata realizado a muestras líquidas:

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
 LABORATORIO DE QUÍMICA
 GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI
 INFORME DE RESULTADOS

SOLICITANTE: Laboratorio de Metalurgia DIRECCIÓN: GTR Cali, Ingeominas
 TIPO DE MUESTRA: Plata disuelta en ácido nítrico
 PROCEDENCIA DE LA MUESTRA: Ensayos laboratorio de Metalurgia
 PROFESIONAL RESPONSABLE: Jorge Iván Londoño
 CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: CA-0105 FECHA: 28-2-2008

Ref. Ingeominas	Código muestra	Ag g/T
01051	M 94	17,03
01052	M 326	< L.D.
01053	M 298	31,54
01054	M 258	12,30
01055	M 390	32,35
01056	M 298-C4	< L.D.
01057	M 258	< L.D.
01058	M 390-C13	< L.D.
01059	M 94-9	< L.D.

Observaciones: Límite de detección instrumental: 0,5 ppm-0,0007%. Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

Introducción

En los procesos metalúrgicos y específicamente en la etapa de cianuración, se obtienen soluciones ricas en metales de interés y se hace necesario conocer sus concentraciones para efectos de control del proceso, especies reaccionantes que ejercen una respuesta distinta en las velocidades de disolución del oro, el consumo de cianuro, de cal y oxígeno.

La determinación de oro en solución cianurada provee al proceso información que permite calcular:

- Cinética de reacción.
- Porcentajes de recuperación.
- Efectividad de la lixiviación.

La determinación de oro por espectrofotometría de absorción atómica en medio cianurado, a un pH básico, consiste en una detección de absorción de oro presente en la solución cianurada y un registro basado en la señal emitida por el analito.

Nota. La presencia de otros metales en concentraciones elevadas causa interferencias en el momento de la detección del analito.

Reactivos

Hidróxido de sodio, cianuro de sodio y soluciones estándares para calibración del equipo.

Vidriería

Tubos de ensayo graduados de 20 mL y pipeta volumétrica de 8 mL.

Otros

Gradilla, embudo y papel de filtro medio (n.º 42).

Curva de calibración

Para la preparación de la curva de calibración se utiliza estándar de oro certificado de 1000 ppm o se prepara a partir del metal de un 99,9% de pureza (ver análisis de oro por MIBK). El estándar preparado contiene oro en forma de ácido tetracloroáurico, $H[AuCl_4]$ en HCl.

A partir del estándar de 1000 ppm se prepara un estándar de oro de una concentración que se encuentre dentro del rango de concentración de las muestras y, teniendo en cuenta el rango lineal del equipo instrumental, se enrasa con solución alcalina de cianuro de sodio (NaOH 15 g/L y NaCN 1 g/L).

De esta forma se obtiene una curva de calibración con matriz similar a la de las muestras problema, donde el oro se halla formando el complejo $Au(CN)_2^-$ y la concentración del NaOH se encuentra entre el rango de 10-20 mL. El blanco utilizado en la calibración es la misma solución alcalina de cianuro de sodio que se usó para enrasar (Gómez, 2003).

Procedimiento

1. Inicio de cianuración: se realiza toma de muestra aproximadamente cada dos horas para hacer seguimiento de disolución de oro en el tiempo (figura 5.1a).
2. Toma de muestra de 8 mL: se debe dejar que la solución decante por 5 minutos, para procurar filtrar solo la parte líquida (oro en solución). Es importante tomar solo la cantidad requerida para la lectura en el espectrofotómetro (figura 5.1b).
3. Filtración (figura 5.1c).
4. Lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica de las soluciones finales, para detección de oro en matriz compuesta por cianuro de sodio, se observa llama color naranja, característica del sodio (figura 5.1d).



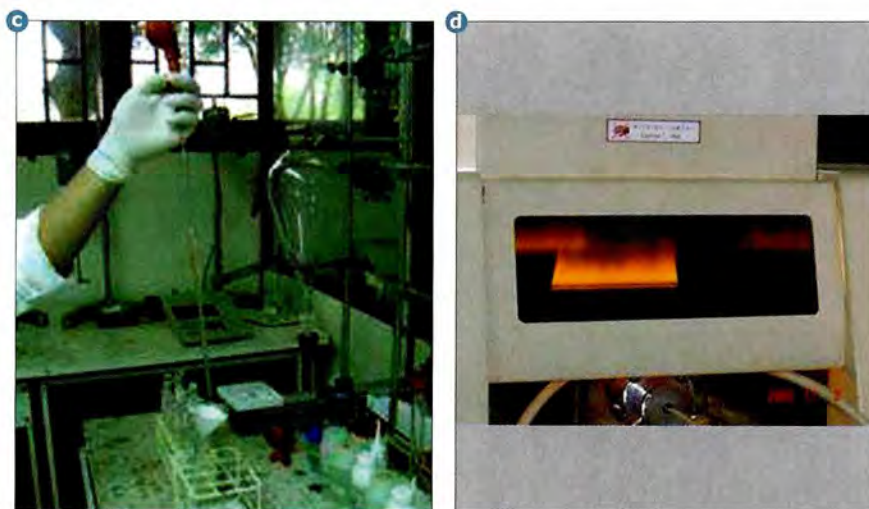
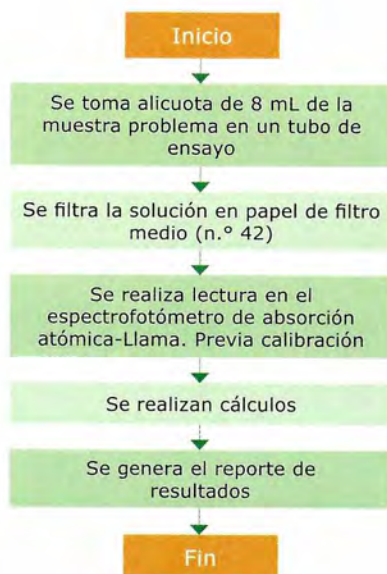


Figura 5.1. a. Cianuración de la muestra. b. Toma de muestra por medio de una pipeta. c. Proceso de filtrado. d. Espectrofotómetro donde se hace la lectura.

Protocolo

El siguiente gráfico muestra el protocolo para analizar oro en soluciones de cianuración por espectrofotometría de absorción atómica.



Resultados

La figura 5.2 describe el incremento en la recuperación de oro respecto al tiempo, para el ensayo mostrado se alcanzó un porcentaje de recuperación de oro del 96,2%. Resultados provenientes de la cuantificación por espectrofotometría de absorción atómica en 13 soluciones de oro cianuradas a pH básico.



Figura 5.2. Porcentaje de recuperación de oro respecto al tiempo.

Informe de resultados

En la tabla 5.1 se observa el informe de resultados para el análisis de oro en soluciones de cianuración por espectrofotometría de absorción atómica.

Tabla 5.1

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: CA-0106 FECHA: 29/02/08
PROYECTO: Laboratorio de metalurgia SOLICITANTE: Laboratorio Metalurgia
DIRECCIÓN: GTR- Cali Ingeominas
TIPO DE MUESTRA: Oro disuelto en cianuro de sodio
PROCEDENCIA DE LA MUESTRA: Ensayo metalúrgico E83-E84. Mineral proveniente de La Llanada-Nariño

Referencia	ID	Au ppm
01061	M1-83	0,52
01062	M2-83	1,22
01063	M3-83	1,81
01064	M4-83	2,30
01065	M5-83	3,06
01066	M6-83	3,41

Continúa

Continuación

01067	M1-84	0,18
01068	M2-84	0,57
01069	M3-84	0,82
010610	M4-84	0,88
010611	M5-84	1,34
010712	M6-84	1,51

Reporte de prueba

Se presenta a continuación el reporte de prueba de laboratorio, donde se consignan las condiciones de ensayo para cada muestra (tabla 5.2).

Tabla 5.2

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: 0106 FECHA: 29/02/08
 PROYECTO: Laboratorio de metalurgia
 MÉTODO DE DETECCIÓN: Lectura directa
 TÉCNICA DE ANÁLISIS: Absorción atómica-llama ELEMENTO A DETECTAR: Au
 ANALISTA: Verónica Ruiz

Número	Código muestra	ppm leídas	Observaciones
01061	M1-83	0,52	SCOSC*
01062	M2-83	1,22	SCOSC
01063	M3-83	1,81	SCOSC
01064	M4-83	2,30	SCOSC
01065	M5-83	3,06	SCOSC
01066	M6-83	3,41	SCOSC
01067	M1-84	0,18	SCOSC
01068	M2-84	0,57	SCOSC
01069	M3-84	0,82	SCOSC
010610	M4-84	0,88	SCOSC
010611	M5-84	1,34	SCOSC
010612	M6-84	1,51	SCOSC

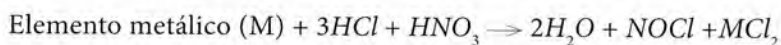
* SCOSC= Seguimiento de cinética de oro en solución cianurada.

Introducción

Este método cubre la determinación de hierro, cobre, plomo, zinc y otros metales como magnesio, níquel, manganeso, en muestras de suelos y rocas procedentes de una amplia variedad de muestras geológicas. La mayor parte de los minerales presentes en la muestra, se disuelven en la fase intercambiable correspondiente a los metales absorbidos sobre las arcillas, óxido de hierro y manganeso, fracciones ligadas a carbonatos, materia orgánica y los minerales en formas de óxidos carbonados y sulfuros.

El método cuantifica los contenidos de los metales mencionados en el orden de porcentajes hasta ppm. Con órdenes de concentraciones muy altas en las muestras, se usan los procedimientos de dilución de la muestra atacada o se evalúa la posibilidad de aplicar el método con menor peso de muestra.

El proceso consiste en la descomposición de la muestra con mezcla de HCl, HNO₃, HClO₄ hasta semisequedad para lograr una extracción completa; luego, el residuo se lixivia con HCl diluido. La reacción química general se expresa como:



La solución resultante de la disolución puede emplearse en la detección de elementos como Fe, Cu, Zn, Pb, etc., por espectrofotometría de absorción atómica.

En la selección de las mezclas ácidas de estos procesos de digestión, debe tenerse en cuenta la seguridad en la manipulación de los reactivos y la reducción de la corrosión del nebulizador del equipo de detección utilizado.

Reactivos

Ácido nítrico concentrado (HNO₃), ácido clorhídrico concentrado (HCl), ácido perclórico concentrado (HClO₄), ácido clorhídrico (HCl) (1:1), solución patrón de Fe, Cu, Pb y Zn de 1000 ppm, serie de soluciones de Fe, Pb, Cu y Zn para la calibración, y muestra de referencia sólida.

La solución final puede ser detectada por espectrometría secuencial de plasma.

Equipos

Espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA. 660 V4, espectrómetro secuencial de plasma (la solución final también puede ser detectada por este equipo) y balanza analítica.

Vidriería

Vasos de precipitados de 300 mL, vidrios de reloj de 10 cm de diámetro, embudos de vástago largo, balones volumétricos de 100 mL y pipetas aforadas.

Otros

Frasco lavador, espátula, pinzas y papel de filtro (Advantec 5B).

Procedimiento

1. Se pesan 0,5000 g de muestra (pulverizada a malla <200 y homogeneizada) o 10 mL de solución sobre un vaso de 300 mL (figura 6.1a).
2. Se adicionan 10 mL de HCl concentrado, 5 mL de HClO_4 concentrado y 5 mL de HNO_3 concentrado (figura 6.1b).
3. Se dejan en digestión durante media hora a temperatura ambiente.
4. Se calientan a 200 °C lentamente (figura 6.1c), se agita periódicamente y se lleva a semisequedad.
5. Se deja enfriar y se adicionan 20 mL de HCl (1:1) y se calientan nuevamente por 2 minutos.
6. Se filtra la solución en papel Advantec 5B, directamente en un balón aforado de 100 mL. Se lava varias veces con agua caliente (figura 6.1d).
7. Se completa a volumen con agua desmineralizada (figura 6.1e).
8. Se hace la lectura por absorción atómica en el espectrofotómetro de absorción atómica (figura 6.1f).



Continúa

Continuación



Figura 6.1. a. Pesaje de la muestra en la balanza analítica. b. Adición de HCl, HClO_4 y HNO_3 concentrados. c. Calentamiento de la muestra. d. Filtración de la solución. e. Agua desmineralizada. f. Lectura por absorción atómica

Curva de calibración

Patrones de zinc

Solución patrón de 1000 ppm de zinc

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro de Zn sobre un vaso de 150 mL y se adicionan 10 mL de HCl (1:1). La muestra se disuelve completamente mediante calentamiento moderado.
2. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón aforado de 500 mL. Se lava cuantitativamente el vaso y se afora con agua desmineralizada.
3. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
4. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal y concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz y concentración.

Solución patrón de 100 ppm de zinc

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se completa a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.
2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente con la fecha de preparación, el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.

Patrones de cobre

Solución patrón de 1000 ppm de cobre

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro de Cu en un vaso de 150 mL y se adicionan 15 mL de HNO_3 (1:1).
2. La muestra se disuelve completamente mediante calentamiento moderado.
3. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón aforado de 500 mL. Se lava cuantitativamente el vaso y se afora con agua desmineralizada.
4. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico previamente rotulado. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
5. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal y concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz y concentración.

Solución patrón de 100 ppm de cobre

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.
2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente incluyendo la fecha de preparación, el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.
3. Esta solución se utiliza para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se necesiten.

Patrones de plomo

Soluciones patrón de 1000 ppm de plomo

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro de Pb en un vaso de 150 mL y se adicionan 25 mL de HNO_3 2M.
2. La muestra se disuelve completamente mediante calentamiento moderado.
3. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón aforado de 500 mL. Se lava cuantitativamente el vaso y se afora con agua desmineralizada.
4. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico previamente rotulado. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
5. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal y concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz y concentración.

Solución patrón de 100 ppm de plomo

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.
2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente incluyendo la fecha de preparación, el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.
3. Esta solución se utilizará para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se necesiten.

Soluciones patrón combinadas para la curva de calibración

Para la preparación de las soluciones patrón combinadas a partir de las soluciones de 100 ppm de cada uno de los elementos que se quieren incluir (Cu, Pb, Zn) se procede así:

1. Se preparan patrones en un rango de concentración de 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 y 10 ppm, etc., dependiendo de las concentraciones que van a usarse en la curva y de cada uno de los metales.
2. Se toma la misma cantidad expresada en mL sobre un balón aforado de 100 mL.
3. Se adicionan 10 mL de HCl concentrado a cada uno de los patrones preparados y se completa con agua desmineralizada hasta un volumen de 100 mL.
4. Se homogeneiza y se rotula la selección indicando los nombres de los elementos incluidos en la preparación, la concentración de los mismos, la fecha en que se preparó y el nombre de quien la preparó.

Patrones de manganeso**Soluciones patrón de 1000 ppm de manganeso**

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro de Mn en un vaso de 150 mL.
2. Se adicionan 10 mL de HCl concentrado y se disuelve completamente la muestra mediante calentamiento moderado.
3. Se deja enfriar la solución y se transfiere a un balón aforado de 500 mL. Se lava cuantitativamente el vaso y se completa a volumen con agua desmineralizada.
4. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
5. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal y concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz y concentración.

Solución patrón de 100 ppm de manganeso

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.

2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente incluyendo la fecha de preparación y el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.

Esta solución se utilizará para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se necesiten, como se describió en la primera preparación de soluciones combinadas de patrones.

Patrones de níquel

Solución patrón de 1000 ppm de níquel

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro de Ni, se ponen sobre un vaso de 150 mL y se adicionan 15 mL de HNO_3 (1:1).
2. La muestra se disuelve completamente mediante calentamiento moderado.
3. Se deja enfriar la solución y se transfiere a un balón aforado de 500 mL. Se lava cuantitativamente el vaso y se completa a volumen con agua desmineralizada.
4. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico previamente rotulado. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
5. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal y concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz y concentración.

Solución patrón de 100 ppm de níquel

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.
2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente incluyendo la fecha de preparación, el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.

Esta solución se utilizará para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se necesiten.

Soluciones patrón combinadas para la curva de calibración

Para la preparación de las soluciones patrón combinadas a partir de las soluciones de 100 ppm de cada uno de los elementos que se quieren incluir (Mn, Ni), se procede así:

1. Se prepararan patrones en un rango de concentración de 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 y 10,0 ppm, etc., dependiendo de las concentraciones que van a usarse en la curva y de cada uno de los metales.
2. Se toma la misma cantidad expresada en mL sobre un balón aforado de 100 mL.

3. A cada uno de los patrones preparados se adiciona 10 mL de HCl concentrado y se completa con agua desmineralizada hasta 100 mL.
4. Se homogeneiza y rotula la solución indicando los nombres de los elementos incluidos en la preparación y la concentración de los mismos.

Patrones de hierro

Solución patrón de 1000 ppm de hierro

1. Se pesan 0,5000 g de metal puro, se ponen sobre un vaso de 150 mL y se adicionan 10 mL de HCl (1:1).
2. La muestra se disuelve mediante calentamiento moderado (debe asegurarse la disolución completa del metal).
3. Se deja enfriar y se adicionan 3 mL de HNO_3 (1:1).
4. Se continúa calentando y se lleva a semisecedad. Se deja enfriar a temperatura ambiente y se adicionan 20 mL de HCl (1:1).
5. Se calienta por 5 minutos para asegurar la disolución completa de la muestra. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón de 500 mL.
6. Se lava cuantitativamente el vaso y se completa a volumen con agua desmineralizada. Se homogeneiza la solución y se almacena en un recipiente plástico previamente rotulado. Esta solución contiene 1000 ppm de metal.
7. Se rotula la solución indicando fecha de preparación, nombre del metal, concentración, clase de patrón utilizado, tipo de matriz.

Solución patrón de 100 ppm de hierro

La solución patrón de 100 ppm se prepara a partir de la solución anterior.

1. Se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a volumen en un balón aforado de 100 mL por dilución con agua desmineralizada.
2. Se homogeneiza la solución, se rotula adecuadamente incluyendo la fecha de preparación, el nombre de la persona que la preparó y se almacena en un frasco plástico bien tapado.

Esta solución se utilizará para preparar los demás patrones de la curva de calibración en las concentraciones que se necesiten.

Soluciones patrón combinadas para la curva de calibración

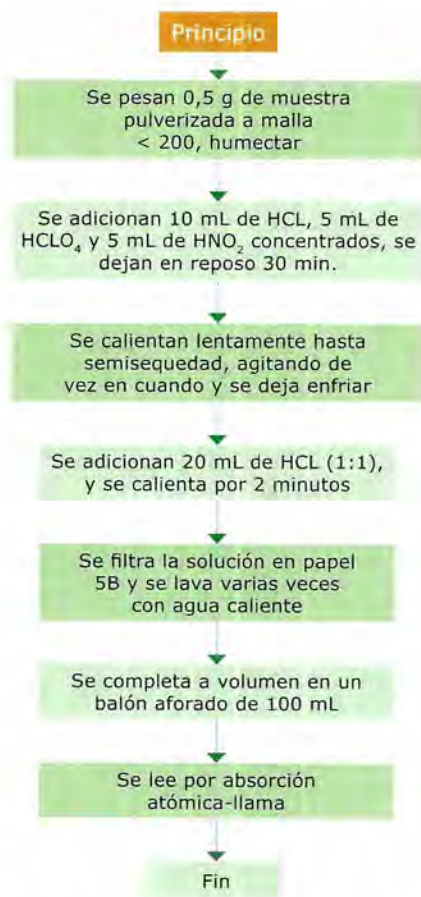
Para la preparación de las soluciones combinadas patrón que van a usarse en la curva de calibración del equipo, a partir de las soluciones de 100 ppm, se procede así:

1. Se preparan patrones en un rango de concentración de 0,2; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 y 25,0 ppm, etc., dependiendo de las concentraciones que van a usarse en la curva. Se toma la misma cantidad expresada en mL en un balón aforado de 100 mL.

2. A cada uno de los patrones preparados se adicionan 15 mL de HCl concentrado y se completa con agua desmineralizada hasta 100 mL.
3. Se homogeneiza y se rotula la solución indicando los nombres de los elementos incluidos en la preparación y la concentración de los mismos.

Protocolo

A continuación se presenta el protocolo para el análisis químico de metales. La solución final se cuantifica en el espectrofotómetro de absorción atómica:



Cálculos

El espectrofotómetro de absorción atómica arroja la concentración del analito en unidades de concentración: ppm (partes por millón). Este valor de concentración se multiplica por el volumen en el cual se realizó la determinación, para el método analítico de metales en minerales, se toman 100 mL, que corresponden al volumen

final de solución determinada en el capilar, en caso de variar este volumen debe tenerse en cuenta cambiarse en la fórmula presentada. El factor de dilución es el número de veces que se diluyó la solución en caso de estar por fuera del límite de detección del equipo. Posteriormente, este valor obtenido se divide en el peso de muestra tomado para el análisis: 0,5 g. Así se obtiene el valor de concentración del metal en la muestra en ppm. Para obtener el valor en porcentaje, se multiplica por 10^4 .

$$\text{Elemento (ppm)} = \frac{\text{ppm leídas} * (\text{Volumen total}) * \text{Factor de dilución}}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

o

$$\text{Elemento (\%)} = \frac{\text{ppm leídas} * (\text{Volumen total}) * \text{Factor de dilución}}{\text{Peso de la muestra (g)} * 10^4}$$

Manejo y conservación de muestras

Las muestras de rocas o suelos de origen geológico son secadas y molidas a < 200 mallas. Las muestras para el análisis deben permanecer en lugar seco y protegidas de cualquier contaminación, marcadas y rotuladas.

Resultados

Reporte de prueba

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: Cliente externo

MÉTODO DE DETECCIÓN: Ataque ácido

TÉCNICA DE ANÁLISIS: Absorción Atómica

ELEMENTO A DETECTAR: Cu

ANALISTA: Verónica Ruiz

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: 0110

FECHA: 27/03/08

Número	Código muestra	Volumen de aforo (mL)	f.d	ppm leídas	ppm calculadas	%	Peso (g)
01101	4271	100	25	4,856	24270,29	2,43	0,5002
01102	4272	100	25	4,740	23695,26	2,37	0,5001
01103	MC	100	25	8,963	224075,00	22,41	0,1000
01104	Blanco	100	1	N.D.	N.D.	N.D.	• • •

Observaciones: MC-1: Concentrado de cobre. Lote N.º 05826. %Cu: 23,60

Informe de resultados

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA

LABORATORIO DE QUÍMICA

GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

INFORME DE RESULTADOS

SOLICITANTE: Raúl Ordóñez DIRECCIÓN: GTR-Cali Ingeominas

TIPO DE MUESTRA: Roca

PROCEDENCIA DE LA MUESTRA: Mineral de roca

Ref. Ingeominas	ID	Cu%
01101	427	2,40

Observaciones: Límite de detección instrumental: 0,74 ppm-0,0007%.

Análisis de arsénico por espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros

Introducción

El arsénico es analizado mediante la técnica de generación de hidruros que se explicó detalladamente en Técnicas instrumentales de análisis químico de menas auríferas en el laboratorio de Ingeominas, Cali.

Unidad generadora de hidruros

Las soluciones de HCl y NaBH_4 se introducen en un colector manifold, por la bomba, mezcladas y enviadas a la rosca de reacción para generar el hidruro (el mercurio no produce hidruro, pero puede ser analizado en el generador de hidruros, figura 7.1a).

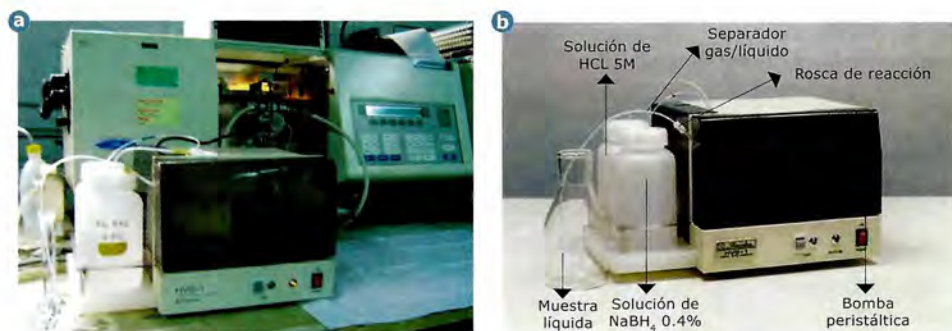


Figura 7.1. a. Unidad generadora de hidruros, HVG-1 Shimadzu acoplada al espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA 660 V4-llama. b. Unidad generadora de hidruros, HVG-1 Shimadzu (partes).

La reacción de la mezcla compuesta por el hidruro, hidrógeno, vapor de agua y residuos de reactivos son llevados hasta el separador gas/líquido por el gas de arrastre (argón). En el separador, la fase gaseosa es separada del líquido y conducida a la celda de absorción por el gas de arrastre, mientras el último se consume.

La celda de absorción es calentada por una llama aire-acetileno hasta pirrolizar el hidruro. Esto permite atomizar el elemento de interés para el análisis de absorción atómica (figura 7.2).



Figura 7.2. Montaje de la celda de absorción en la cabeza del quemador espectrofotómetro de absorción atómica.

Condiciones instrumentales

Modo de medida: Método de inyección continua.

Agente reductor: NaBH_4 .

Aspiración de la muestra: 0 a 8 mL/min, sujeto a variación.

Aspiración del reactivo: 0 a 3 mL/min, sujeto a variación.

Gas de mezcla: aire-acetileno.

Gas de transporte: gas argón con una presión de 3,2 gf/cm².

Velocidad de flujo: 70 mL/min.

Condiciones de lectura

Lámpara de cátodo hueco: Arsénico.

Corriente de la lámpara: 12 mA.

Rendija: 0,25 nm.

Longitud de onda: 193,7 nm.

Modo: BGC-D2.

Tiempo de integración: 10 segundos.

Análisis en muestra líquida

Equipos

Unidad generadora de Hidruros HVG-1 Shimadzu, acoplada al espectrofotómetro de absorción atómica-llama, Shimadzu AA 660 V4 (figura 7.1), balanza analítica y plancha calentadora.

Reactivos

Solución de ácido clorhídrico al 0,5 M, solución de yoduro de potasio (KI) al 20%, solución de borohidruro de sodio (NaBH_4) al 0,4%, y hidróxido de sodio.

Vidriería

Vasos de precipitados de 300 mL, vidrios de reloj de 10 cm de diámetro; embudos de vástago largo, balones volumétricos de 100 mL, probetas y pipetas aforadas.

Otros

Frasco lavador, pinzas y dispensadores.

Preparación de soluciones

Solución de yoduro de potasio (KI) al 20%

Se pesan 20 g de KI y se disuelven en agua. Luego se completan a volumen en un balón aforado de 100 mL.

Solución de borohidruro de sodio (0,4% NaBH_4)

Se disuelven 2,5 g de hidróxido de sodio y 2,0 g de borohidruro de sodio en agua destilada, en este orden, hasta completar un volumen de 500 mL. Se debe preparar diariamente. Luego se rotula y se empaca en envase plástico.

Procedimiento

Digestión y disolución de la muestra y estándares

La metodología de digestión se efectúa según lo establecido por Shimadzu Corporation.

1. Sobre una alícuota de 25 mL de cada muestra o estándar correspondiente, se adicionan 4 mL de solución HCl (1:1) y 2 mL de solución de KI (200 g/L).
2. Se agita la solución y se calienta suavemente sin dejar hervir hasta lograr una reducción del volumen a 10 mL, por un tiempo aproximado de 4 horas, manteniendo una temperatura menor de 60 °C para evitar pérdidas del elemento.
3. Se deja enfriar, se enrasa con agua desmineralizada en un balón aforado de 25 mL y se deja reposar por 15 minutos para asegurar la completa reducción del arsénico.
4. Leer por espectrofotometría de absorción atómica.

Preparación de soluciones estándar para lectura en muestras originalmente líquidas

A partir de As_2O_3 , preparado por disolución de 0,1320 g de As_2O_3 en 2 mL de solución de NaOH al 20%, se acidifica hasta ajustar el pH a 2 y se diluye hasta 100 mL con agua desmineralizada.

Para la preparación, es necesario utilizar ácidos y reactivos de alta pureza, dada la sensibilidad del método. Así se evitan contaminaciones en el proceso.

La preparación de los estándares de la curva de calibración para muestras líquidas esta resumida en la tabla 7.1.

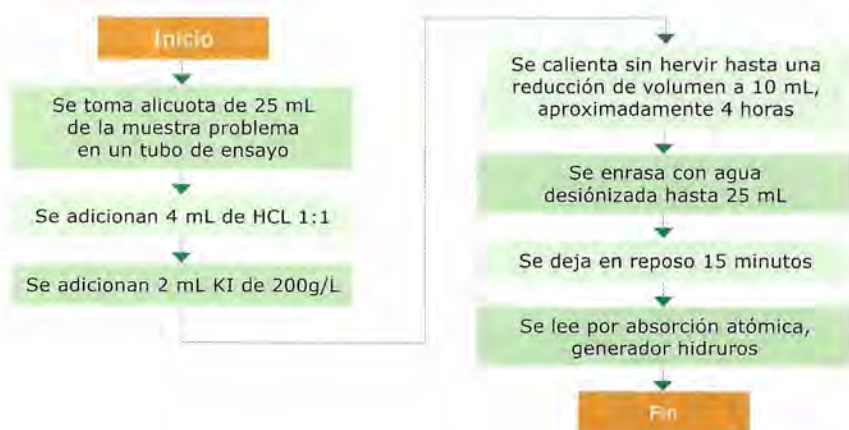
Tabla 7.1. Preparación de los estándares de la curva de calibración

Estándar base	1000 ppm	1 ppm = 1000 ppb			
Nanogramo	Concentración	Volumen del patrón (mL)	Adición de HCl de conc. (mL)	Adición de HNO_3 conc. (mL)	Adición agua desmineralizada
	10 ppm	10 (1000 ppm)	5		1000
	0,10 ppm	10 (10 ppm)	• • •	Depende del volumen de adición para la preservación	1000
Blanco	• • •	• • •	• • •		25
50	2 ppb	0,5 (0,1 ppm)	• • •		25
100	4 ppb	1,0 (0,1 ppm)	• • •		25
150	6 ppb	1,5 (0,1 ppm)	• • •		25
200	8 ppb	2,1 (0,1 ppm)	• • •		25
250	10 ppb	2,5 (0,1 ppm)	• • •		25
300	12 ppb	3,0 (0,10 ppm)	• • •		25
350	16 ppb	4,0 (0,10 ppm)	• • •		25
400	20 ppb	5,0 (0,10 ppm)	• • •		25

Nota. Puesto que las concentraciones de las soluciones estándar son muy bajas, los elementos de la solución pueden ser fácilmente absorbidos por el recipiente o ser evaporados; por tanto, las soluciones estándar se deben preparar inmediatamente antes de la medida.

Protocolo

Se presenta a continuación el protocolo para determinar arsénico en muestras líquidas:



Cálculos

Ajustando el equipo en modo concentración, la lectura obtenida corresponde al valor en ppb y no es necesario ningún cálculo a menos que se haya efectuado alguna dilución a la muestra, en este caso se multiplica el resultado obtenido por el factor de dilución.

Análisis en muestra sólida

Esta metodología se aplica a muestras de material de veta que contienen altas concentraciones de azufre. El método se fundamenta en el manejo de una sustancia soluble que es precipitada (hierro) con una sustancia insoluble a cuantificar (arsénico) mediante el fenómeno de coprecipitación.

Para asegurar una completa coprecipitación se debe de mantener la siguiente relación 1 mg de As = 40 mg de Fe.

A la muestra se le realiza una digestión con mezcla de HNO_3 , HBr y HCl . La adición de los dos primeros reactivos requiere de un control en la manipulación.

Después de la reacción inicial se oxida completamente bajo condiciones controladas de temperatura.

Luego de ajustar el pH por neutralización se precipita el $\text{Fe}(\text{OH})_3$, se disuelve cuantitativamente el precipitado en una solución diluida de HCl y se determina la concentración de arsénico directamente en el equipo de espectrofotometría de absorción atómica.

Para la lectura de la muestra no se utiliza la unidad generadora de hidruros HVG-1 Shimadzu.

Equipos

Espectrofotómetro de absorción atómica-llama, Shimadzu AA 660 V4 (figura 7.1), balanza analítica (figura 9.2) y plancha calentadora (figura 8.3).

Reactivos

Ácido nítrico concentrado (HNO_3), ácido bromhídrico (HBr) al 47 %, ácido clorhídrico concentrado (HCl), ácido sulfúrico (H_2SO_4 [1:1]), cloruro de amonio (NH_4Cl), cloruro férrico (FeCl_3), hidróxido de amonio (NH_4OH) al 29 %, ácido clorhídrico (HCl [1:1]), solución patrón de As de 1000 ppm, serie de soluciones patrón de calibración y muestra de referencia.

Vidriería

Vasos de precipitados de 300 mL, vidrios de reloj de 10 cm de diámetro, embudos de vástago largo, balones volumétricos de 100 mL y probetas de 50 y 500 mL.

Otros

Frasco lavador, espátula, papel de filtro Advantec 5B, pinzas y dispensadores.

Procedimiento

1. Se pesan 0,5000 g. de muestra (pulverizada a malla -200 y homogeneizada) en un vaso de 300 mL (figura 7.3a y 7.3b).
2. Se adicionan 10 mL de HNO_3 concentrado, se agita y se humecta bien la muestra. Se adicionan lentamente 10 mL de HBr y se deja que la reacción ocurra por lo menos durante 10 minutos, luego se adicionan 20 mL de HCl concentrado y se calienta, agitando periódicamente, durante 10 o 15 minutos para disolver la muestra. Se deja enfriar hasta temperatura ambiente (figura 7.3c).
3. Se adicionan 10 mL de H_2SO_4 (1:1), calentar hasta semisequedad y eliminar humos blancos. Dejar por 15 minutos más después de la aparición de los humos, enfriar hasta temperatura ambiente (figura 7.3d).
4. Se adicionan 30 mL de HCl (1:2), se calienta para disolver la muestra y se filtra sobre un papel Advantec 5B haciendo lavados con agua caliente. A la solución filtrada se adicionan 5 g de NH_4Cl y 150 mg de Fe; luego se agita. Se neutraliza esta solución con adición de NH_4OH concentrado, agregando 5 mL de exceso. Se calienta por 10 minutos, hasta que hierva la solución y se mantiene el volumen en 150 mL. Se filtra sobre el papel de filtro Advantec 5B lavando con solución caliente de NH_4OH (1:9) (figura 7.3e).
5. El precipitado se traspasa cuantitativamente a un vaso de 300 mL, con lavados sucesivos de agua caliente (figura 7.3f).

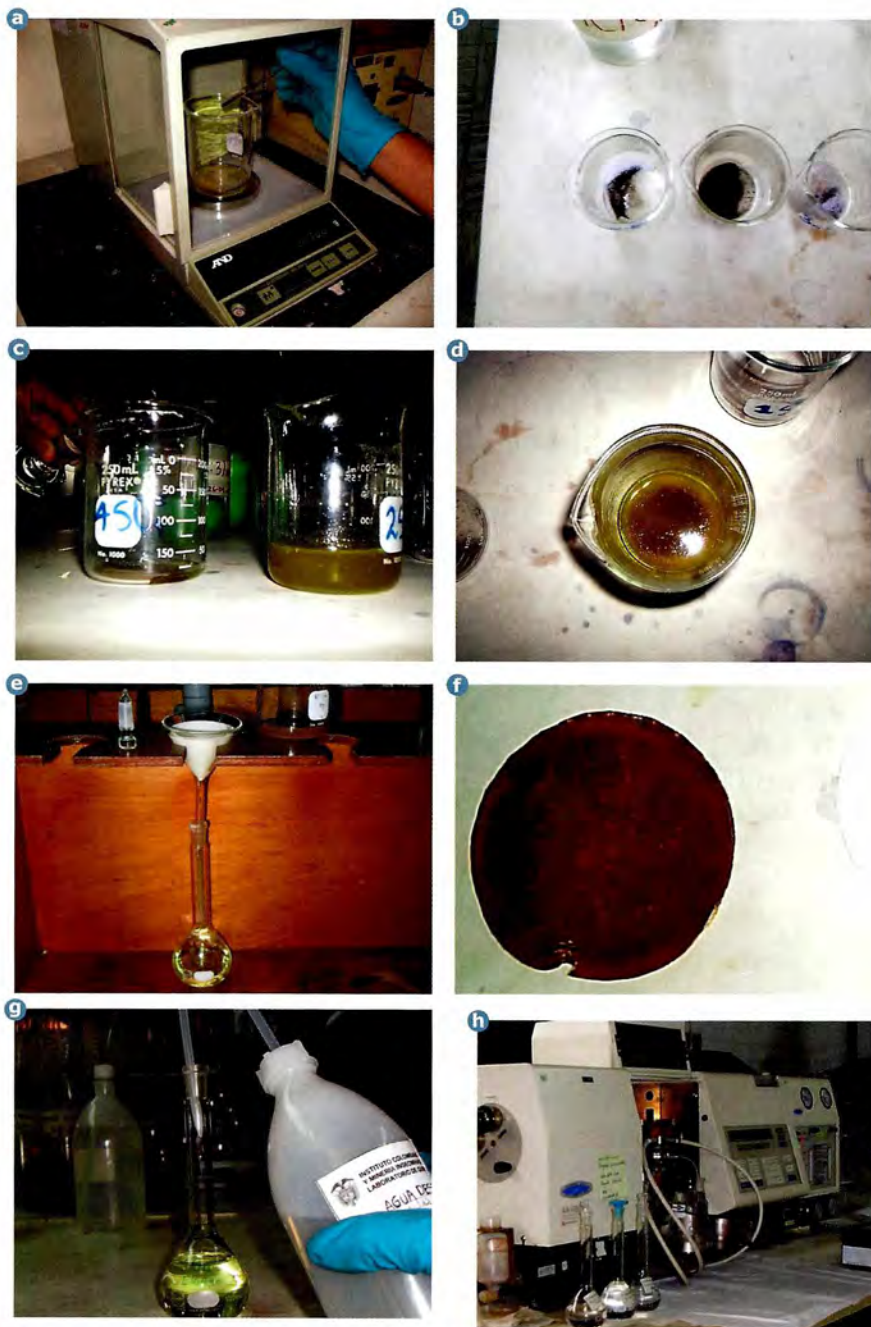


Figura 7.3. a y b. Pesaje de la muestra sobre baso de 300 mL. c. Adición HNO_3 concentrado. d. Enfriamiento de la muestra a temperatura ambiente. e. Filtración de muestra. f. Precipitado en vaso de 300 mL. g. Enrase de la solución con agua desmineralizada, en un balón de 100 mL. h. Se realiza la lectura por absorción atómica.

6. Se lava el papel de filtro con adición lenta de 15 mL de HCl (1:1). Luego varias veces con agua caliente para garantizar una disolución completa. Se calienta por 5 minutos la solución (que contiene el precipitado recuperado).
7. Se transfiere directamente la solución a un balón de 100 mL (figura 7.3g) y se completa a volumen.
8. Se realiza lectura por absorción atómica (figura 7.3h).

Preparación de soluciones estándar para lectura en muestras originalmente sólidas por el método de coprecipitación

Solución patrón de 1000 ppm de arsénico

Para la preparación de los patrones de arsénico, se parte de soluciones patrón comerciales (tritisol-merck) ya preparados que contienen 1,0000 gramo de As_2O_3 en agua.

Se transfiere cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 1000 mL con pequeños lavados de agua y se completa a volumen con agua desmineralizada. Se homogeneiza la solución, se almacena en recipientes plásticos y se rotula adecuadamente.

Se puede partir también de 1,0000 gramo de óxido arsenioso As_2O_3 seco a 110 °C, disolver en 20 mL de NaOH al 5%. Diluir a un litro con agua desmineralizada.

Empacar en un frasco de polietileno o antes de usar neutralizar con ácido clorhídrico (1:1) y 3 gotas de metil naranja al 0,1%, adicionar 5 a 10 mL en exceso de ácido y empacar en frasco de vidrio.

Solución patrón de 100 ppm de arsénico

A partir de la solución anterior, se prepara la solución de 100 ppm. Se toma una alícuota de 10 mL del patrón de 1000 ppm.

Se adicionan 15 mL de HCl (1:1) y 5 mL de FeCl_3 (10 mg Fe/mL). Se completa a volumen con agua desmineralizada en un balón aforado de 100 mL. Se homogeneiza la solución y se almacena en recipiente plástico.

Soluciones patrón para la curva de calibración

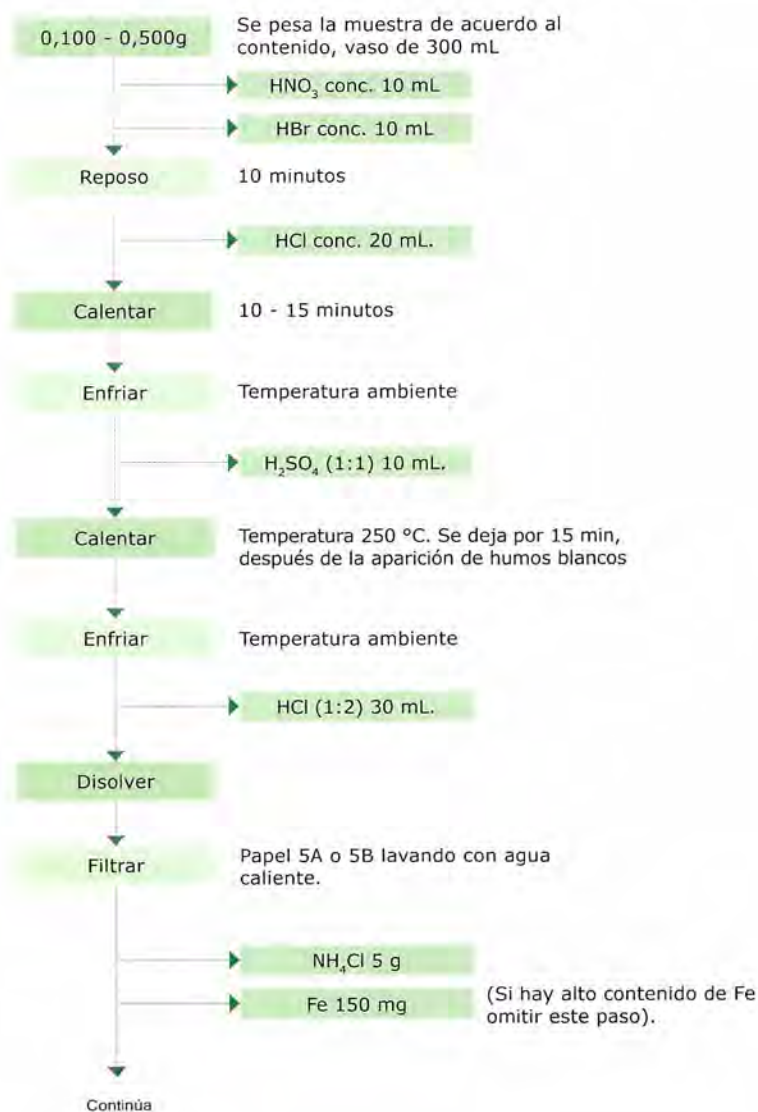
Preparar soluciones patrón para calibración a partir de la solución de 1000 ppm o de la solución de 100 ppm, según sea necesario en un rango de concentración de 10,0; 25,0; 50,0; 100,0; 200,0 y 400,0 ppm.

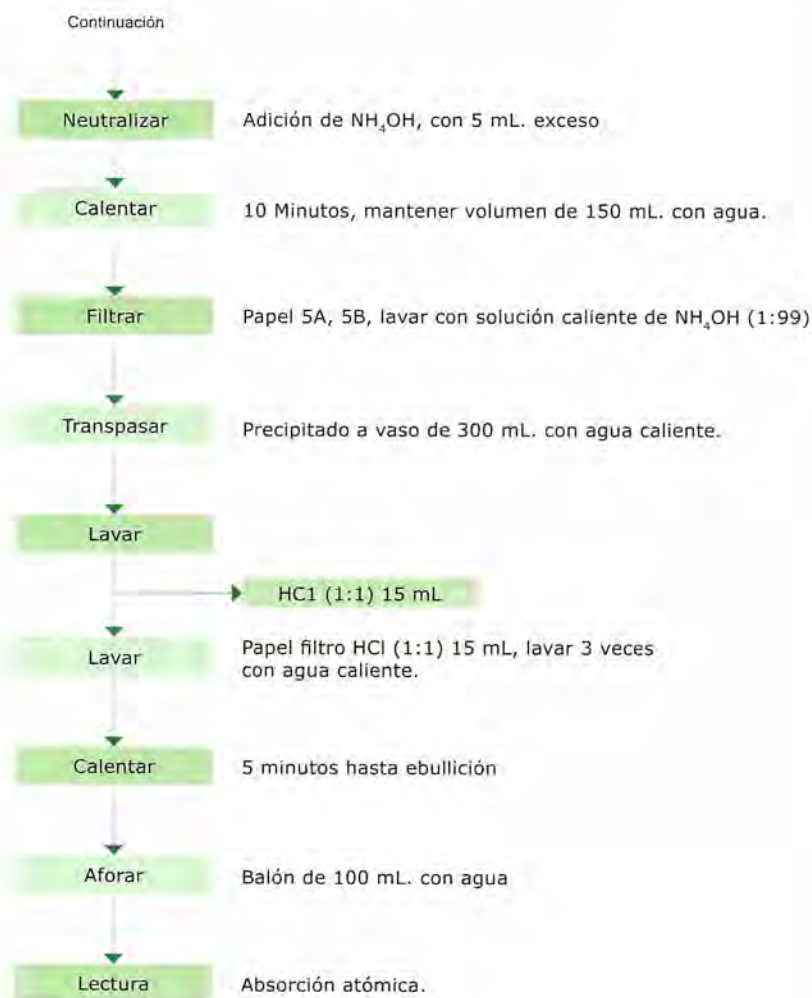
A cada patrón que se prepare adicionar la alícuota correspondiente y luego 10 mL de HCl (1:1) y 5 mL de FeCl_3 (10 mg Fe/mL). Se completa a volumen con agua

desmineralizada en un balón aforado de 100 mL, se homogeneiza la solución, se rotula y se almacena en recipientes plásticos.

Protocolo

El protocolo para la determinación de arsénico en muestras sólidas con contenidos de arsénico entre 0,1% y 5% y porcentajes de hierro entre 10-20% se muestra en el siguiente diagrama de flujo:





Cálculos

El espectrofotómetro de absorción atómica arroja la concentración del analito en unidades de concentración: ppm (partes por millón), este valor de concentración es multiplicado por el volumen en el cual se realizó la determinación. Para el método analítico de arsénico en minerales este es 100 mL, en caso de variar este volumen tener en cuenta que se debe de cambiar en la formula presentada). Posteriormente este valor obtenido es dividido en el peso de muestra tomado para el análisis. Así, se obtiene el valor de concentración de arsénico en la muestra.

$$\text{As (ppm)} = \frac{\text{ppm leídas} * \text{Volumen total} * \text{factor Dilución}}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

Introducción

En el laboratorio de química de Ingeominas, Cali, se puede realizar la detección del mercurio por medio de dos equipos diferentes. El primero, mostrado en la figura 8.1, es una unidad generadora de vapor frío de mercurio que necesita acoplarse al espectrofotómetro de absorción atómica AA 660 V4 para la detección de la señal y el respectivo registro, mientras que el equipo, mostrado en la figura 8.2, es un analizador de mercurio NIC RA-3 que posee todos los dispositivos para la detección y registro.



Figura 8.1. Unidad generadora de vapor frío de mercurio acoplada al espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA 660 V4.



Figura 8.2. Analizador de mercurio NIC RA-3.

Los dos equipos se basan en el mismo principio de generación de vapor frío que se explicó detalladamente en Técnicas instrumentales de análisis químico de menas auríferas en el Laboratorio de Ingeominas, Cali.

Existen diferentes metodologías para determinar cuantitativamente el mercurio. En este capítulo se describen tres de ellas: determinación de mercurio en muestras sólidas, determinación de mercurio en sedimentos, determinación de mercurio

presente en muestras líquidas. Así mismo, se muestra la versatilidad del análisis de mercurio, pues este puede ser medido en un equipo generador de vapor frío o en una unidad generadora de hidruros, en la cual no se forma hidruro, pero si el vapor de mercurio que finalmente es detectado por el espectrofotómetro de absorción atómica.

En las tres metodologías presentadas (muestra sólida, sedimentos y aguas), ocurre una oxidación de la muestra con agentes oxidantes: ácido nítrico concentrado HNO_3 y KMnO_4 en condiciones controladas de temperatura para evitar pérdidas de mercurio por volatilización. Luego, se realiza una concentración de la solución, filtración y lectura de la solución por espectrofotometría de absorción atómica.

En esta determinación, el mercurio presente reacciona con una mezcla de agentes oxidantes fuertes. Finalmente, es disuelto y la solución es leída por espectrofotometría, donde el cloruro estañoso realiza una reducción de Hg^{2+} a Hg^0 .

Determinación de mercurio en muestras sólidas (método de adición estándar)

La técnica consiste en la oxidación de la muestra con HNO_3 y KMnO_4 al 3% en condiciones controladas de temperatura. A la solución obtenida se aplica el método de adición estándar. Se incluye la metodología para la determinación de mercurio en sedimentos en la parte posterior a la determinación en muestras sólidas.

Determinación de mercurio en aguas

Este método cubre las determinaciones de mercurio disuelto total en aguas potables y superficiales. Se utiliza la técnica de espectrometría de absorción atómica acoplada a la técnica de vapor frío para evaluar la concentración de mercurio presente en muestras de agua.

En el ambiente acuático, se encuentran en forma de especies solubles (iones hidratados o complejos metálicos con ligando orgánicos) o en forma de material particulado insoluble, como material coloidal o complejos metálicos adsorbidos por material en suspensión.

Las distintas formas químicas y físicas de este elemento, sus propiedades tóxicas intrínsecas y las diferentes aplicaciones en la industria, agricultura y medicina lo catalogan en un estudio de riesgo especial.

La unidad generadora de vapor frío de mercurio se emplea para vaporizar Hg contenido en muestras en solución por vaporización por reducción, y está provista de un instrumento medidor (espectrofotómetro de absorción atómica, EAA, o analizador de mercurio, figura 8.3).

La vaporización por reducción es un método en que los iones de Hg^{2+} contenidos en la muestra en solución son vaporizados y reducidos por cloruro estañoso.

Se pone cierta cantidad de muestra en el vaso de reacción y se añade la solución de cloruro estañoso. El Hg contenido en la muestra se vaporiza en un tiempo corto. El vapor es arrastrado por un flujo de gas por el instrumento medidor por medio de una bomba peristáltica.

El vapor producido llega a la celda de cuarzo ubicada en la cabeza del quemador del AA. Allí puede determinarse la cantidad de Hg ser determinada por mediciones de absorción en una longitud de onda de resonancia de Hg 253,7 nm (figura 8.4).



Figura 8.3. Unidad generadora de vapor frío de mercurio.



Figura 8.4. Celda de cuarzo.

Analizador de mercurio NIC RA-3

El equipo RA-3 (figura 8.5) es un instrumento que mide mercurio en muestras líquidas provenientes de aguas potables, superficiales, residuales, alimentos, muestras biológicas (sangre, tejidos animales, orina), fertilizantes, productos farmacéuticos, utilizando vaporización-reducción y método de absorción atómica por vapor frío.

Cuando el ácido sulfúrico y el cloruro estañoso (II) son adicionados al agua de prueba en un inyector seguido por aireación, los iones de Hg^{2+} en el agua de prueba se convierten a Hg^0 por reacción de reducción con reactivos, luego se vaporizan. Aunque la mezcla ácida y el vapor de agua son generados durante la aireación-reducción, un filtro y una unidad de enfriamiento remueve el mercurio y lo deshumidifica.

El vapor de mercurio es introducido en una celda de absorción y el contenido de mercurio es determinado de la medida de absorbancia y la medida de absorción del mercurio a una longitud de onda de 253,7 nm.

Conectando el equipo RA-3 al automuestreador y a la unidad dispensadora de reactivos RD-3, pueden determinarse continuamente 10 muestras estándar y 50 muestras desconocidas.

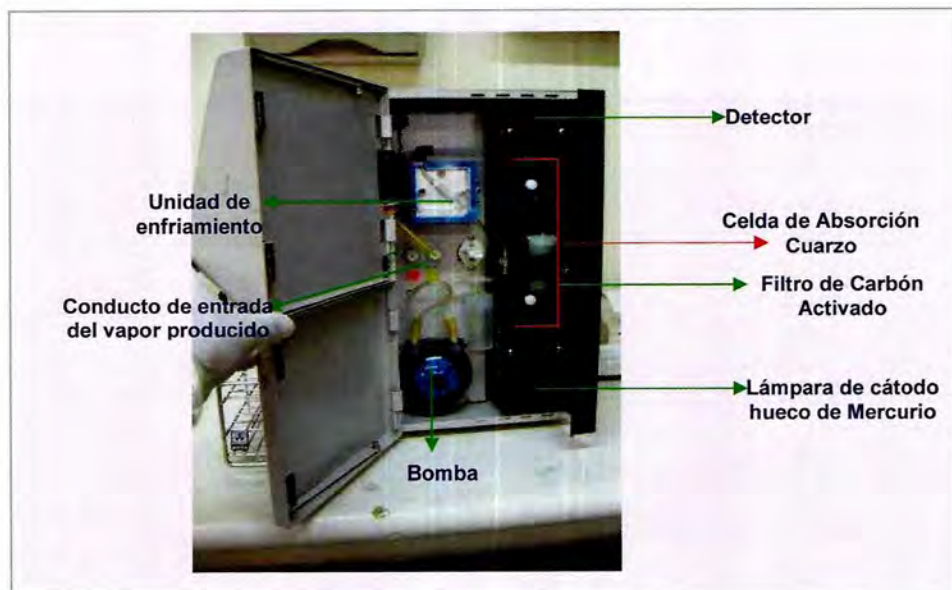


Figura 8.5. Parte interna del analizador de mercurio NIC RA-3.

Equipos

Unidad generadora de vapor frío de mercurio acoplada al espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu AA 660 V4 (figura 8.1), analizador de mercurio NIC RA-3 (figura 8.2), balanza analítica, y baño María Phillip Harris con capacidad para 15 muestras, posee controlador de temperatura (figura 8.6).



Figura 8.6. Baño María Phillip Harris.

Reactivos

Perclorato de Magnesio anhidro $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$: se usa en forma de gránulos de 20 a 30 mallas, como agente desecante del gas de arrastre en la unidad vaporizadora de mercurio para mantener seco el flujo de gas; ácido sulfúrico concentrado; ácido nítrico concentrado; permanganato de potasio (KMnO_4) en agua desionizada;

solución de cloruro de sodio (NaCl); cloruro de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) se utiliza en algunas ocasiones para quitar restos de coloración rosada generada por exceso de KMnO_4 , y solución de estándar certificado de mercurio de 1000 ppm; muestra sólida de referencia para seguimiento de digestión.

Vidriería

Termómetro con escala de 0-100 °C, bureta 25 mL, material volumétrico (Beakers, erlenmeyers, pipetas, balones) y embudo.

Otros

Tamices de malla 200, balanza, espátula y papel filtro medio Advantec 5B.

Nota. El papel de filtro, marca japonesa, Advantec n.º 5A, 5B y 5C, equivale al papel universal Watman números 41, 40 y 42, 44, respectivamente.

Preparación de soluciones

Solución estándar

Se puede partir de una sal de mercurio así: se disuelven 0,1354 g de cloruro de mercurio (HgCl_2) en una mezcla de 75 mL de agua y 10 mL de HNO_3 concentrado, se diluye a 100 mL con agua desmineralizada en un balón aforado. Luego se rotula y se guarda la solución en recipiente oscuro, de vidrio y protegido de la luz.

Solución estándar de mercurio

Se prepara una serie de soluciones estándar de mercurio conteniendo desde el blanco de los patrones a 2,5 o 5,0 microgramos/L por dilución apropiada de la solución patrón de mercurio. Estas soluciones estándar se deben preparar diariamente.

Solución de persulfato de potasio al 5%

Se disuelven 5 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ en 100 mL de agua destilada; se calienta la solución antes de completar a volumen para disolver completamente el persulfato.

Solución de cloruro de sodio y cloruro de hidroxilamina

Se pesan 120 g de cloruro de sodio (NaCl) y 120 g de cloruro de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), se disuelve y se lleva a un litro de solución en un balón volumétrico aforado.

Solución de cloruro estañoso (reactivo grado analítico)

1. Se prepara por disolución de 10 g de cloruro estañoso ($\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 20 mL de ácido clorhídrico concentrado. Se recomienda calentar un poco la solución para lograr una completa disolución.

2. Se deja enfriar y luego se completa a un volumen de 100 mL con agua destilada en un balón volumétrico aforado y se envasa en recipiente de vidrio. Este reactivo es usado como agente reductor.

Nota. Se recomienda utilizar material de vidrio que no haya sido expuesto a altos niveles de mercurio, dada la sensibilidad del método. Use reactivos grado analítico.

Procedimiento

Determinación de mercurio en muestras sólidas

(método de adición estándar)

1. Se pesan 2,0000 g de muestra (triturada a malla -100 y homogeneizada) en cada vaso de 250 mL.
2. Se adiciona en orden, 0 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL de solución estándar de Hg de 1000 ppm.
3. Se adicionan a cada vaso 20 mL de HNO_3 concentrado y 3 mL de KMnO_4 al 3% (hasta el viraje violeta). Se deja enfriar 1 hora a temperatura ambiente.
4. Se calienta a menos de 60 °C hasta que hierva, y concentrar a 10 mL aproximadamente.
5. Se filtra en papel Advantec 5B lavando el residuo con agua tibia. Se deja enfriar hasta temperatura ambiente.
6. Se transfiere a un matraz de 100 mL y se lleva a volumen con agua destilada. Se hacen las lecturas por absorción atómica y se aplica el método de adición estándar.

Determinación de mercurio en sedimentos

1. Se seca el sedimento a temperatura ambiente por una semana.
2. Se muele en un molino de bolas y pasar por un tamiz de malla 200 (malla plástica preferiblemente).
3. Se pesa 1 g de muestra, si se tiene conocimiento de una concentración grande de Hg, se pesa menos para evitar contaminación del equipo.
4. Se adicionan 5 mL de agua desionizada, 10 mL de H_2SO_4 , 5 mL de HNO_3 .
5. Se deja en reposo 15 minutos (figura 8.7a).
6. Se calienta a baño María a 60 °C por 2 horas (figura 8.7b).
7. Se adicionan 2 mL de H_2SO_4 , 1 mL de HNO_3 y KMnO_4 al 10% hasta que la solución cambie a un color rosado permanente.
8. Se filtra y se lava el papel filtro con agua caliente. Se afora a 100 mL (figura 8.7c).
9. Se cuantifica el mercurio presente en el equipo de absorción atómica por vapor frío.

Nota. Los estándares de la curva de calibración a utilizar, se preparan a partir de un estándar certificado de 1000 ppm y se digestan de igual forma que las muestras.



Figura 8.7. Muestra. **a.** Reposo. **b.** Calentar al baño María. **c.** Filtrado.

Cálculos

$$\text{Hg (ppb)} = \frac{\text{ppb leídas} \cdot \text{volumen total} \cdot \text{factor de dilución}}{\text{Peso de la muestra}}$$

Determinación de mercurio en aguas

1. Se transfieren 100 mL del blanco y de las muestras pretratadas en los frascos de reacción.
2. Se adicionan 5 mL de H_2SO_4 concentrado y 2,5 mL de HNO_3 concentrado.
3. Se agregan 2,5 mL de solución de permanganato de potasio KMnO_4 al 5% y se deja en reposo por lo menos 15 minutos.
4. Se agregan 8 mL de solución de persulfato de potasio, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ al 5 %.
5. Se calienta por media hora en baño de agua, manteniendo una temperatura entre 50-60 °C.
6. Se deja enfriar a temperatura ambiente.
7. Se lee por espectrofotometría de absorción atómica acoplada a la técnica de vapor frío.

Manejo y preservación de muestras

A las aguas de estudio, inicialmente se le determinan parámetros físicos químicos como pH, temperatura y turbidez, luego se filtran sobre filtros de membrana de 0,45 micrómetros y se refrigeran a 4 °C (ASTM International - Standards Worldwide 1991a, Norma 3770, 1991).

Para preservarlas se adiciona HNO_3 concentrado hasta mantener un pH menor o igual a dos para destruir la materia orgánica. Luego se rotula y se refrigera hasta su análisis.

La solución de agua es estable sólo por cinco semanas. Se recomienda almacenar en recipiente de vidrio y protegido de la luz.

Para el análisis de mercurio, la muestra debe estar preservada adicionando dos mL de dicromato de potasio al 20% $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, que se encuentra en una matriz de HNO_3 (1:1).

Interferencias

Cloro libre, benceno y otros hidrocarburos aromáticos que absorben fuertemente a 253,7 nm aproximadamente.

Sulfito, la cual puede ser eliminada por la adición de permanganato de potasio.

Agua marina y efluentes industriales con altos contenidos de cloruro, requieren permanganato adicional, aproximadamente 25 mL.

Materiales orgánicos volátiles, para esto la muestra debe ser analizada por el uso de un procedimiento regular y bajo condiciones de oxidación solamente, es decir, sin el cloruro estañoso.

Nota. Antes de iniciar cualquier lectura confirme que la manguera de evacuación de residuos de la unidad vaporizadora de mercurio está puesta en la botella o garrafa específica para residuos de análisis de mercurio, la cual contiene un litro de solución de permanganato de potasio al 5% con ácido sulfúrico.

El objetivo principal es atrapar el gas de mercurio remanente de las soluciones leídas para evitar contaminación al medio ambiente. Estos residuos se tratan posteriormente en la planta de tratamiento de aguas para su eliminación final.

Protocolo

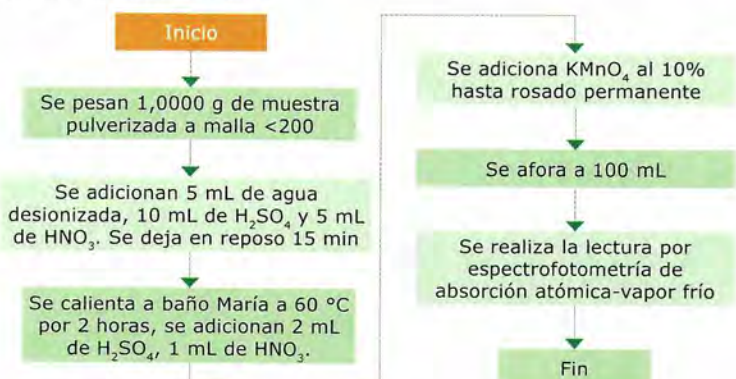
Determinación de mercurio en muestras sólidas, adición estándar

El siguiente diagrama de flujo muestra el protocolo para la determinación de mercurio en muestras sólidas, aplicando el método de adición estándar:



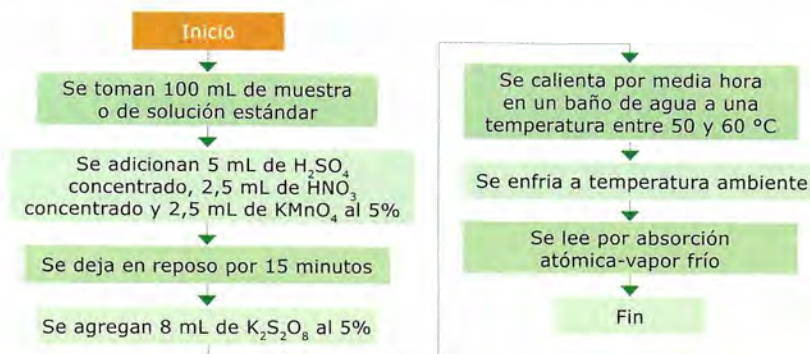
Determinación de mercurio en sedimentos

El siguiente diagrama muestra el protocolo para la determinación de mercurio en sedimentos en muestras sólidas:



Determinación de mercurio en aguas

Los pasos a seguir para la determinación de mercurio en muestras líquidas se describen en el siguiente diagrama:



Resultados

Reporte de prueba

La tabla 8.1 muestra los resultados obtenidos en el análisis de Hg por la técnica de vapor frío para muestras provenientes de sedimentos activos (zona minera de Ginebra, Valle del Cauca).

Tabla 8.1.

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: Ginebra

TÉCNICA DE ANÁLISIS: Absorción Atómica

MÉTODO DE DETECCIÓN: Vapor frío

ELEMENTO A DETECTAR: Hg

ANALISTA: Verónica Ruiz

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: 0035

FECHA: 06/12/06

Número muestra	Código muestra	Peso (g)	Volumen aforo (L)	ppm leídas (µg/L)	ppm calculadas (µg/g)
1	SA 21	1,0007	0,1	1,587	0,16
2	SA 22	1,0005	0,1	N.D.	N.D.
3	SA 23	1,0004	0,1	0,689	0,07
4	SA 24	1,0009	0,1	7,201	0,72
5	SA 25	1,0012	0,1	1,002	0,10
6	SA 26	1,0002	0,1	11,26	1,13
7	SA 27	1,0014	0,1	32,06	3,20
8	SA 28	1,0007	0,1	15,87	1,59
9	SA 29	1,0003	0,1	1,19	0,12
10	SA 30	1,0007	0,1	2,213	0,22
11	SA 31	1,0001	0,1	9,748	0,97
12	SA 32	1,0009	0,1	10,10	1,01
13	SA 33	1,0006	0,1	11,46	1,15
14	SA 34	1,0001	0,1	10,95	1,09
15	SA 35	1,0004	0,1	19,88	1,99
16	SA 36	1,001	0,1	21,94	2,19
17	SA 36 D	1	0,1	11,39	1,14
18	SA 37	1,0005	0,1	11,04	1,10
19	SA 37 D	1,0009	0,1	17,51	1,75
20	SA 38	1,0001	0,1	37,87	3,79
21	SA 39	1,0002	0,1	14,22	1,42

Observación. Se utilizó estándar para sedimentos activos GSD-5 Standard Reference Sample Drainage Hg Sediment.

Introducción

La determinación de oro por colorimetría es una alternativa de análisis instrumental aplicada en el caso de no contar con espectrofotómetro de absorción atómica (AA) o espectrómetro de emisión de plasma inductivamente acoplado (ICP). Este método es aplicable en trabajo en campo.

Para la determinación de micro cantidades de oro en soluciones cianuradas, se realiza la precipitación con zinc para eliminar interferencias. Esta precipitación se realiza con soluciones cianuradas que contengan una concentración de cianuro mayor que o igual a 1 g/L, y que se encuentren a valores de pH mayores de 11 unidades.

El precipitado formado se disuelve y se desarrolla el color, usando el método de cloruro estañoso. Este reactivo permite cuantificar oro en soluciones, usando la prueba del Método Púrpura de Cassius (figura 9.1).



Figura 9.1. Color desarrollado después de 40 minutos, adicionando la solución de cloruro estañoso en la solución áurica acidificada.

Esta metodología se aplica a la determinación de oro en soluciones cianuradas, con concentraciones superiores a 1 ppm en solución. Rango de medición en el equipo: 1,5-20 ppm.

Equipos

Balanza analítica (figura 9.2), campana de extracción (figura 9.3), espectrofotómetro ultravioleta visible (figura 9.4) y plancha de calentamiento.



Figura 9.2. Balanza analítica (superior izquierda).

Figura 9.3. Campana de extracción y plancha de calentamiento (superior derecha).

Figura 9.4. Espectrofotómetro de UV-Vis, Shimadzu 1201. Se utiliza en modo de cuantificación a una longitud de onda de 437 nm (inferior izquierda).

Reactivos

Cloruro estañoso: se disuelven 5 g de cloruro en 50 mL de ácido clorhídrico (se calienta hasta disolver), acetato de plomo (10% p/v), solución de cianuro (10% p/v), polvo de zinc, agua regia (tres partes de HCl y una parte de HNO_3), ácido clorhídrico concentrado (32%-35%), y ácido nítrico concentrado.

Vidriería

Material volumétrico y vasos.

Preparación de estándares de oro para curva de calibración

En balones de 100 mL o 50 mL, se prepara una curva de calibración de 0,0; 1,0; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0; 10,0 y 15,0 ppm. Se adicionan 4 mL de cloruro estañoso y se leen después de 40 minutos (figura 9.5).



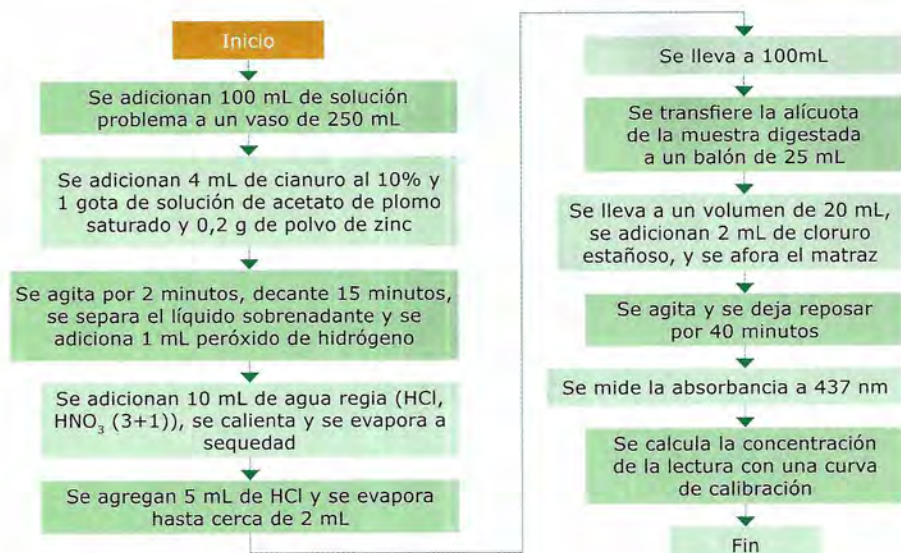
Figura 9.5. Estándares de oro para calibración en el V-Vis. A partir del segundo estándar se tienen las siguientes concentraciones 0,0; 2,5; 5,0; 10,0 y 15,0 ppm.

Procedimiento

1. En un vaso de 250 mL se adicionan 100 mL de solución problema, 4 mL de cianuro al 10 %, 1 gota de solución de acetato de plomo saturado y 0,2 g de polvo de zinc. Se agita por dos minutos.
2. Se transfiere a un vaso de 100 mL y se decanta por 15 minutos; luego se separa el líquido sobrenadante. Se adiciona peróxido de hidrógeno para eliminar el cianuro en forma segura.
3. Se disuelve el precipitado en 10 mL de agua regia (HCl , HNO_3 , (3+1)), se calienta y se evapora lentamente a sequedad (evitar chisporroteo); posteriormente, se agregan 5 mL de HCl y se evapora hasta cerca de 2 mL. Luego se lleva a 100 mL o menos, según la necesidad.
4. Se transfiere una alícuota de la muestra digerada a un balón de 25 mL, se lleva a un volumen de 20 mL, se adicionan 2 mL de cloruro estañoso, se afora el matraz, se agita y se deja reposar por 40 minutos antes de medir la absorbancia a 437 nm.
5. Se calcula la concentración de la lectura, con una curva de calibración realizada con las siguientes concentraciones: 0,0; 1,5; 3,0; 6,0; 10,0; 15,0; 20,0 y 30,0 ppm.

Protocolo

El protocolo presentado a continuación para el análisis de oro colorimétrico resume la técnica analítica para lograr, al final, la detección del complejo coloreado por espectrofotometría ultravioleta-visible:



Cálculos

$$\text{Concentración} = \text{lectura curva de calibración} * \left(\frac{25 \text{ mL}}{\text{alícuota de muestra digerida}} \right)$$

Resultados

Reporte de prueba

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: RS5-03

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS: Oro cianurado

MÉTODO DE DETECCIÓN: UV-Vis.

ELEMENTO A DETECTAR: Au

ANALISTA: Héctor Mario Gutiérrez

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: RS5-03

FECHA: 19/09/03

Código de la muestra	Ppm Au
1176 - M1	9,2
1176 - M2	48,0
1176 - M3	133,6
1176 - M4	130,9
1176 - M5	115,1
1176	132,2

El límite de detección del equipo es 0,4 ppm.

Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

Introducción

El método de electrodo de ión selectivo integrado al analizador de cianuro, se fundamenta en la destilación de la solución de cianuro mediante enfriamiento de aire; el ácido cianhídrico (HCN) producido durante la reacción es condensado y absorbido por burbujeo en una solución de hidróxido de sodio (NaOH 0,1 N) e inmediatamente es detectado y leído usando el electrodo de ión selectivo para cianuro.

El análisis permite determinar cianuro total en cualquier tipo de soluciones, con un rango de detección desde cinco ppb a 260 ppm. Puede ser aplicado para análisis de aguas residuales y aguas procedentes de procesos metalúrgicos y actividad minera.

Aplicaciones

El cianuro tiene aplicación en el campo de la industria minera para la recuperación de oro y plata, en el proceso de galvanización, en la industria de la fotografía y en la fabricación de compuestos de cianuro.

El agua de desecho de estas industrias es una fuente de contaminación para las aguas de los ríos, lagos y pantanos.

El cianuro se considera altamente tóxico porque obstruye la formación de oxígeno en plantas y animales lo que ocasiona un desequilibrio ecológico.

Según las normas vigentes se establece como límite permisible de desecho 1 mg CN/L y como no detectado en agua potable.

Cianurómetro

El cianurómetro (figura 10.1) combina los métodos de ebullición, evaporación y determinación con electrodo iónico, analizando cianuro total (cianuro libre y cianuros complejos).

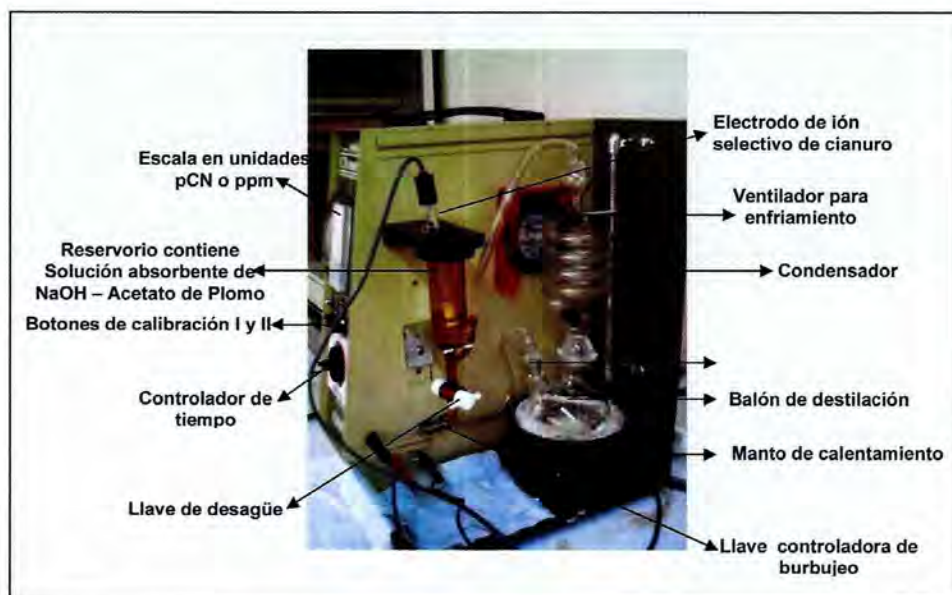


Figura 10.1. Partes del cianurómetro.

Este instrumento combina los métodos de ebullición, evaporación y determinación con electrodo iónico, analizando cianuro total (cianuro libre y cianuros complejos).

Este equipo está diseñado para controlar los pasos de la destilación y la lectura de forma automática. La escaleta de medida muestra los valores en unidades de ppm (escaleta logarítmica) y unidades de potencial pCN los cuales son convertidos en unidades de ppm según la tabla anexa en el manual de operación.

A pesar de la facilidad en la operación debe manejarse con cuidado sobre todo al analizar bajas concentraciones.

Equipos

Analizador de cianuro total, Marca Sugiyamagen, Modelo CN-S.

Reactivos

Acetato de plomo ($\text{Pb}, (\text{CH}_3\text{COO})_2$); ácido fósfórico concentrado, ácido L-ascórbico; amido sulfato de amonio ($\text{NH}_4\text{OSO}_2\text{NO}_2$), etileno diamino tetracético (EDTA), hidróxido de sodio (NaOH); solución estándar pCN_3 , solución estándar pCN_5 y solución de fenoltaleína.

Preparación

Hidróxido de sodio (NaOH, 01N)

Pesar 4 g de NaOH, disolver, dejar enfriar temperatura ambiente, y aforar al 1L con agua. Guardar en botella plástica.

Solución de fenoltaleína (0,5% W/W)

Pesar 0,5 de fenoltaleína, disolver en 50mL de etanol y aforar a 100mL con agua.

Acetato de Plomo (Pb, $(\text{CH}_3\text{COO})_2$ al 10% W/W)

Pesar 2,5 g de acetato de plomo y disolver en 50 mL de agua. A parte pesar 2 g de NaOH y disolver en 100 mL de agua. Llevar la solución de acetato de plomo a un balón de 250 mL y agregar el hidróxido de sodio poco a poco para evitar la formación de precipitados. Agitar y filtrar la solución en un papel de filtro medio, sin humedecer el papel.

Acido L-ascórbico (10% W/V)

Pesar 10 g de ácido, disolver y aforar con 100 mL de agua. Envasarlo en una botella ámbar, protegido de la luz.

Amido sulfato de amonio ($\text{NH}_4\text{OSO}_2\text{NO}_2$ al 10% W/V)

Pesar 10 g de ácido, disolver y aforar a 100 mL con agua.

Etilendiaminotetracético (EDTA) (10% w/v)

Pesar 100 g de EDTA - 2Na, disolver con solución de Na OH al 2% y aforar al 1L con agua. Si es necesario calentar.

Ácido fosfórico concentrado

Solución estándar pCN_3 , 10-3M, 26 ppm. Conservar refrigerado y protegido de la luz.

Solución estándar pCN_3 , 10-5M, 0,26 ppm. Tomar 1 mL del estándar pCN_3 en un balón de 100 mL y aforar hasta la marca con NaOH 0,1 N.

Función de los reactivos en la muestra problema

La formación de complejos de iones metálicos se ve afectados por el pH de la solución. La presencia de una cantidad apreciable de ión hidrógeno en solución produce una reacción en la que el ligando se combina con el hidrógeno en una o más etapas para generar especies no disociadas del ácido débil del cual se derivó el ligando. El ácido etilendiaminotetracético, EDTA, representa esta situación. El

anión completamente disociado de este ácido es un agente quelante y reacciona con iones metálicos para formar los correspondientes iones complejos.

El ácido fosfórico baja el pH a menos de 2 para generar el ácido cianhídrico.

El ácido ascórbico al 10% W/V, elimina 20 mg de cloruros.

El acetato de plomo 10% W/V elimina 28 mg de iones sulfuro, agregando más si la muestra contiene más iones sulfuro.

El ácido sulfato de amonio 10% W/V, elimina efectos de iones nítricos, 1 mL equivale a 35 mg de iones nítricos.

Procedimiento

El cianuro libre es medido por volumetría antes de realizar el análisis de cianuro total (cianuro libre y complejo). El resultado de cianuro libre se resta al valor obtenido en el análisis de cianuro total para así obtener el valor del contenido de cianuro complejo.

Calibración del cianurómetro

1. Preparación del electrodo: un día antes del análisis, se deja el electrodo en NaOH 0,1N para reactivarlo (figura 10.2a).
2. Sin conectar el electrodo, se gira a la derecha los botones de calibración I y II (figura 10.2b).
3. Se pone en *on* al analizador (figura 10.2c).
4. Se confirma que la escala pCN marque $5 \pm 0,5$.
5. Se pone en *off* al analizador (figura 10.2c).
6. Se vuelve a la posición inicial los botones de calibración I y II.
7. Se conecta el electrodo (figura 10.2d).
8. Se sumerge el electrodo en el estándar pCN₃, se agita suavemente. (figura 10.2e).
9. Se da *on* al cianurómetro.
10. Se ajusta hasta la marca pCN₃, con el botón de calibración I.
11. Se da *off* al cianurómetro.
12. Se sumerge el electrodo en el estándar pCN₃, y se agita suavemente (figura 10.2e).
13. Se da *on* al cianurómetro.
14. Se ajusta hasta la marca pCN₃, se gira el botón de calibración II.
15. Se da *off* al cianurómetro.
16. Se realiza esta calibración 3 veces con cada estándar.

Medición

Con solución de NaOH 0,1N, confirmar lectura del blanco de $< 0,05$ ppm. Si al introducir el electrodo en esta solución no se obtiene una cifra menor de 0,05 ppm se necesita laminar el sensor, cambiar la solución interior del electrodo o utilizar una solución de NaOH más diluida o cambiar el electrodo (figura 10.3a):



Figura 10.2. a. Reactivación del electrodo de ión selectivo para cianuro. b. Ajuste de los botones de calibración. c. Encendido y apagado del analizador. d. Conexión del electrodo al equipo analizador. e. Calibración del cianurómetro con los diferentes estándares.

- Se agrega al matraz de destilación 20 mL de muestra (figuras 10.3b y 10.3c).
- Se lleva hasta la marca de 200 mL con agua (figura 10.3d).
- Se adicionan piedritas de ebullición (figura 10.3e).
- Se añade 1 gota de fenolftaleína (indicador de pH), si la muestra es alcalina (color rosado) se agrega H_3PO_4 hasta que desaparezca el color, de lo contrario no se realiza este procedimiento (figuras 10.3f y 10.3g).
- Se adiciona 1 mL de amido sulfato de amonio al 10 %, 5 mL de ácido L-ascórbico al 10 %, 10 mL de ácido etilendiaminotetracético al 10 % (figuras 10.3h, 10.3i y 10.3j).
- En el reservorio se añade 15 mL de NaOH 0,1N y 5 mL de acetato de plomo al 10% (figuras 10.3k y 10.3l).
- Se sumerge el electrodo en el reservorio (figura 10.3m).

- Se adiciona el matraz de destilación 10 mL de H_3PO_4 y se coloca el matraz de destilación en el manto del equipo (figura 10.3n y 10.3o).
- Se prende el registrador.
- Se da *on* al cianurómetro (figura 10.3p).
- Se abre el aire y se gradúa la entrada de aire (figura 10.3q).
- Se toma la lectura del blanco.
- Se destila por 60 minutos, se ajusta el *timer* (figura 10.3r).
- Al finalizar se abre todo el aire, y se anota la lectura.
- Se da *off* al cianurómetro.
- Se saca el electrodo, se lava, y se deja en NaOH 0,1N.
- Se evacúan los residuos en recipientes diferentes.

Nota. El volumen de la muestra puede variar de acuerdo a la concentración de la muestra.



Figura 10.3 . a. Confirmación de lectura del blanco: < 0,05 ppm. **b.** Toma de 20 mL de muestra. **c.** Adición al matraz de destilación. **d.** Adición de agua desionizada.



Figura 10.3 . e. Adición de piedritas de ebullición. f. Adición de indicador fenolftaleína. g. Adición de ácido fosfórico. h. Adición de 1 mL de amido sulfato de amonio al 10%. i. Adición de 5 mL de ácido L-ascórbico al 10 %. j. Adición de 10 mL de ácido etilendiaminotetracético al 10%. k. Adición de acetato de plomo al 10 %. l. Adición de hidróxido de sodio al 10%.



Figura 10.3 . m. Introducción del electrodo en el reservorio. **n.** Adición de ácido fosfórico. **o.** Ajuste de matraz de destilación en el manto de destilación. **p.** Encendido del cianurómetro. **q.** Ajuste de válvula para regulación de la entrada de aire. **r.** Ajuste del timer, tiempo de destilación: 60 minutos.

Recomendaciones

1. Mantenimiento del electrodo: debido a la alta sensibilidad del electrodo de ión selectivo a la luz, se debe evitar realizar la medida bajo la luz directa de la radiación solar o cerca de la ventana.
2. Si el switch del medidor esta prendido cuando la señal no esta iluminada o si el electrodo es sacado de la solución absorbente el electrodo puede dañarse.
3. Es necesario guardar el electrodo completamente seco y con el gorro puesto. Si no se utiliza por un tiempo prolongado, se debe chequear el estado de la solución interior cada 2-3 meses, adicionando KCl si es necesario.
4. Si tiene mucho tiempo sin utilizarse antes de realizar una medición se sumerge el electrodo en una solución de 1 ppm de NaOH durante 30 minutos.

Cálculos

La concentración de cianuro total se realiza comparando el resultado registrado por equipo y haciendo la comparación con la curva de calibración.

Obtenida la concentración de la curva de calibración se multiplica por el valor del volumen en donde se recibió el ión cianuro después de la destilación (volumen de NaOH y acetato de plomo contenido en el reservorio).

Finalmente se divide por el volumen de muestra tomado en el análisis. Si existe factor de dilución multiplicar el resultado.

$$\text{ppm CN}^- = \left\langle \frac{A * 20}{B} \right\rangle * F$$

donde,

A = ppm de CN^- obtenidos en la curva de calibración, o en el equipo.

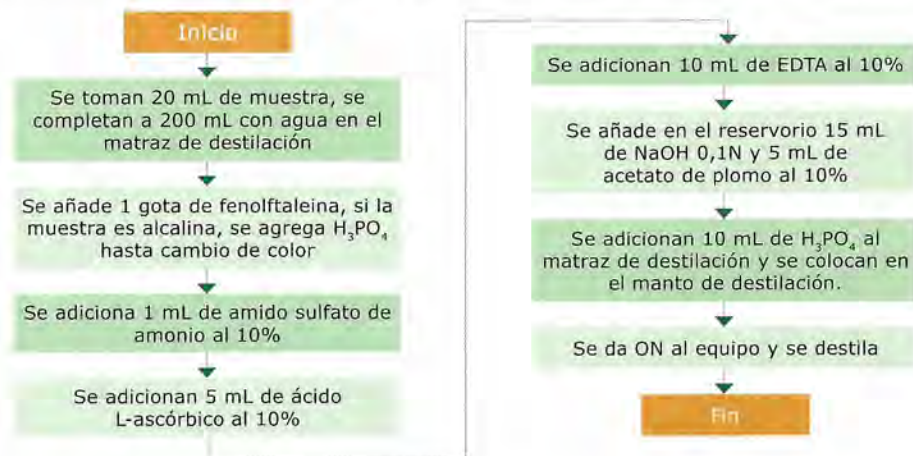
B = volumen de muestra tomado para la destilación (si es diferente de 20).

20 = mL contenidos en el reservorio.

F = factor de dilución (si lo hay).

Protocolo

A continuación se presenta el protocolo seguido en el análisis de cianuro total, la secuencia se debe de seguir paso a paso en este orden de adición de reactivos.



Resultados

Reporte de prueba

A continuación se presenta un informe de resultados del seguimiento de tratamiento cloro alcalino y peróxido de muestras de aguas residuales provenientes de ensayos de cianuración.

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: RS5-03

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS: Cianuro total MÉTODO DE DETECCIÓN: Electrométrico

PARÁMETRO ANALIZADO: Cianuro

ANALISTA: Héctor Mario Gutiérrez

FECHA: 23/10/03

Código de la muestra		ppm CN-
1165		880,00
1165	Tratamiento cloro-alkalino	180,00
1165	Tratamiento con peróxido de hidrógeno	184,00
1165	Tratamiento con peróxido-floculación	100,00
207		1400,00
207	Tratamiento cloro-alkalino	5,20
207	Tratamiento con peróxido de hidrógeno	18,00
207	Tratamiento con peróxido-floculación	0,74
1188		900,00
1188	Tratamiento cloro alkalino	90,00
1188	Tratamiento cloro alkalino-floculación	80,00
1188	Tratamiento con peróxido de hidrógeno	64,00
1188	Tratamiento de peróxido de hidrógeno-floculación	21,00

Observaciones. El límite de detección del equipo es 0,5 ppm. Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

Informe de resultados

La figura 10.4 muestra el registro generado por el cianurómetro para una muestra problema.

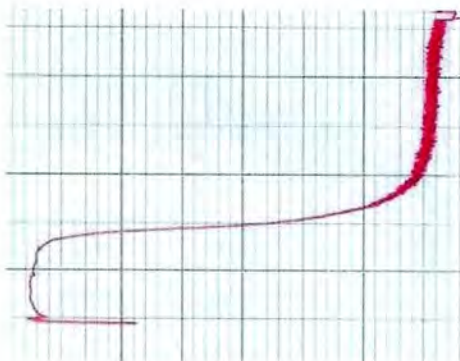


Figura 10.4. Resultado obtenido en el análisis de cianuro.

Análisis de azufre en mineral por espectrofotometría ultravioleta-visible (método turbidimétrico)

Introducción

En los minerales el azufre puede estar combinado como sulfuros de Hierro (pirita, FeS_2), sulfatos ferroso y férrico, pirrotita (pirita cúprica, CuFeS_2), galena (PbS), etc.

Para poder realizar el análisis del azufre presente en un material se debe aprovechar las características de solubilidad de las diferentes formas. Los sulfatos son solubles en agua y en concentraciones bajas de ácidos inorgánicos y los sulfuros de metales pueden disolverse en concentraciones bajas de ácidos inorgánicos (sulfuros de sodio, potasio, estroncio, cesio, calcio, bario, magnesio, manganeso y hierro) y concentraciones altas de ácidos inorgánicos (sulfuros de plata, mercurio, cobre, bismuto, cadmio, plomo, zinc, cobalto y níquel). Los sulfuros se llevan a sulfatos gracias a procesos oxidativos.

Descripción del método

El análisis del azufre presente se realiza por medio de la inicial oxidación de todas las formas de azufre a sulfato, posteriormente se cuantifica por medio de la adición del cloruro de bario formando el sulfato de bario, esta sal queda en suspensión e inicia su precipitación, se mide la opalescencia generada a 420 nm. Una interferencia es el hierro, el cual puede coprecipitar con los sulfatos al adicionar el cloruro de bario, por ello es necesario eliminar esta interferencia, el color también puede ser una interferencia y por tanto se debe hacer un blanco de procedimiento exceptuando la adición del cloruro de bario.

Así, la medición del ión sulfato por el método turbidimétrico, parte del supuesto de que la dispersión de un rayo de luz, ocasionada por el precipitado de sulfato de bario, es directamente proporcional a la concentración de ión sulfato en la muestra. Normalmente se pueden medir con bastante aproximación concentraciones entre 5 y 60 ppm, con celdas de 2,5 cm de camino óptico. Como es de esperar, si el camino óptico es mayor, celdas de 5,0 cm de ancho, se pueden medir rangos

de concentración aún mas finos, entre 2,0 y 20 ppm, por ejemplo. Se utiliza una curva de calibración con NaSO_4 anhidro con estándares de 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, y 40 ppm.

Esta técnica se puede aplica a la cuantificación de sulfatos y sulfuros como azufre en material mineral y tiene como límites de cuantificación para los sulfatos como S 38,9 ppm y para sulfuros como azufre 390,8 ppm.

Reactivos

Ácido nítrico concentrado, ácido nítrico (1+7): 1 parte de HNO_3 y siete partes de agua; ácido clorhídrico concentrado; ácido clorhídrico (2+3): 2 partes de HCl y tres de agua; hidróxido de amonio; naranja de metilo; clorato de potasio; cloruro de bario; solución NaCl-HCl : 240 g de cloruro de sodio y 20 mL de ácido clorhídrico, y el concentrado se lleva a un litro.

Equipos y materiales

Espectrofotómetro Ultravioleta-visible, campana de extracción, plancha de calentamiento, agitador magnético, material volumétrico y papel filtro.

Procedimiento

Tratamiento para la extracción de SO_4^{2-} como S de un mineral

1. Se pesa 1,0000 a 5,0000 g de muestra (si la cantidad de azufre presente es alta pesar menos muestra) en un beacker de 250 mL.
2. Se adicionan 50 mL de HCl (2:3) en pequeños incrementos mientras se agita, se adicionan unas pocas gotas de etanol para humectar la muestra (figura 11.1a).
3. Se calienta y se coloca a ebullicir generosamente por 30 min. Se filtra sobre papel de filtro rápido, el filtrado se lava con HCl (2:3) y agua desionizada caliente. A la solución obtenida se adicionan 3 gotas de indicador naranja de metilo (1% P/V) y se agrega NH_4OH (30 %).
4. Después del viraje del indicador (rosado $\rightarrow$ amarillo), se adiciona un exceso de NH_4OH (30 %), aproximadamente 5 mL, cuando aparezca el coloide café perteneciente al $\text{Fe}(\text{OH})_3$, se filtra sobre un papel de filtro rápido y se lava con NH_4OH (30 %) caliente (figura 11.1b).
5. Se adicionan 3 gotas de naranja de metilo (1% P/V) y se adiciona HCl concentrado hasta el viraje del indicador (amarillo $\rightarrow$ rosado), finalmente se enrasa con agua desionizada a 100 mL en un balón y se proceder a la cuantificación en el espectrofotómetro UV-Vis* (figura 11.1c).



Figura 11.1. a. Adición de HCl para posterior calentamiento en la plancha. b. Filtración en caliente. c. Soluciones finales para ser cuantificadas en el espectrofotómetro de ultravioleta visible.

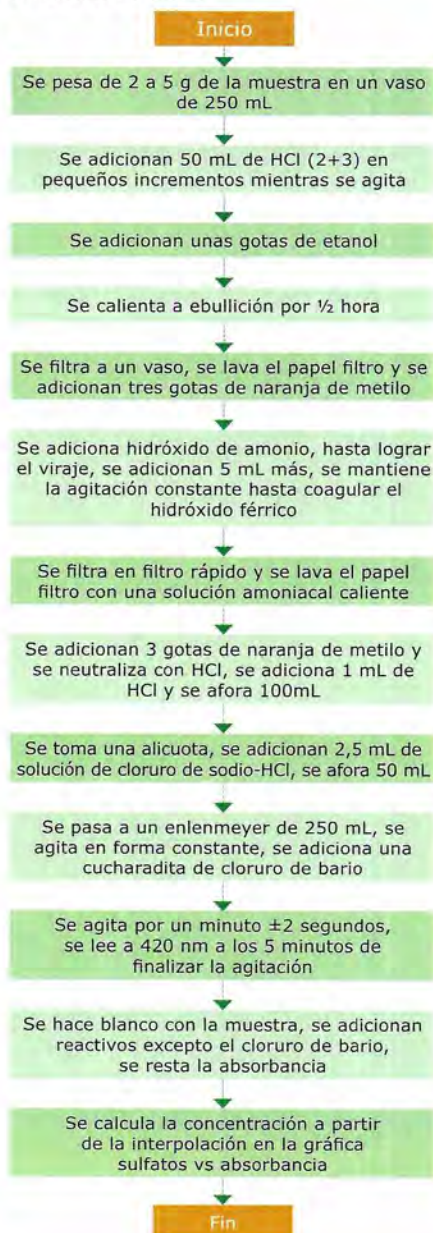
Tratamiento para la extracción de S^{2-} como S de un mineral

1. Se pesa 0,5 g de la muestra (si la cantidad de azufre presente es alta pesar menos muestra) y se adicionan 2 g de $KClO_3$, 5 mL de agua desionizada y 20 mL de HNO_3 .
2. Se deja en digestión una noche.
3. Se calienta lentamente a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, hasta sequedad, se enfría a temperatura ambiente y se adiciona 10 mL de HCl concentrado, se repite este paso 3 veces (para garantizar la oxidación de los sulfuros a sulfatos).
4. Se adicionan 50 mL de agua desionizada y 10 mL de HCl concentrado, calentar nuevamente, disolver y filtrar la muestra. El filtrado se lava con HCl (2:3) y agua desionizada caliente.
5. A la solución obtenida se adicionan 3 gotas de indicador naranja de metilo (1% P/V), y se agregan NH_4OH (30 %), después del viraje del indicador (rosado→amarillo), se adiciona un exceso de NH_4OH (30 %) 5 mL aproximadamente, cuando aparezca el coloide café perteneciente al $Fe(OH)_3$.
6. Se filtra sobre un papel de filtro rápido (n.º 41), y se lavar con NH_4OH (30 %) caliente. Se adiciona 3 gotas de naranja de metilo (1% P/V) y se adiciona HCl concentrado hasta el viraje del indicador (rosado→rosado).
7. Finalmente se enrasa con agua desionizada a 100 mL en un balón y se procede a la cuantificación en el UV-Vis*.

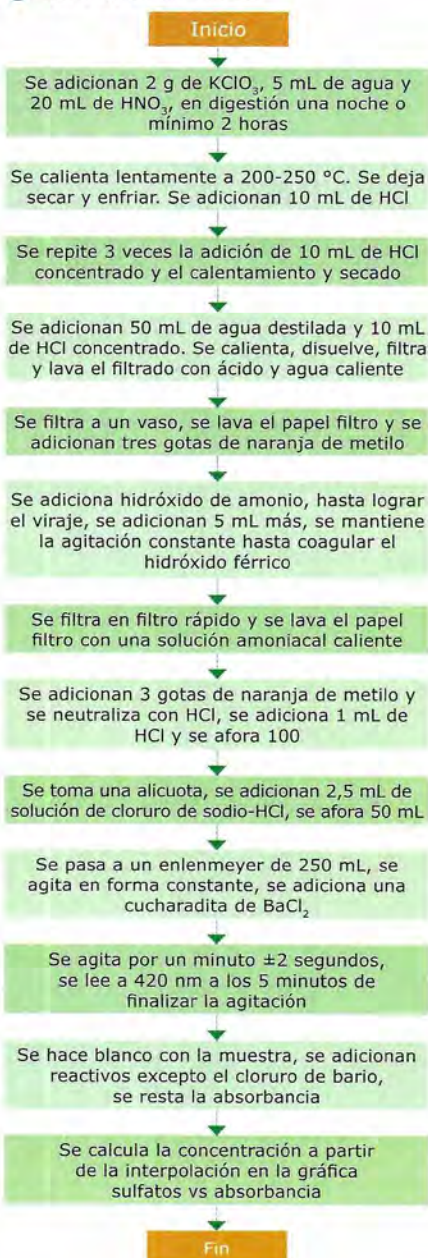
Protocolo

En los diagramas de flujo (a y b) se muestran los dos protocolos para realizar la determinación por espectrofotometría de ultravioleta visible de azufre como forma de sulfato y como de sulfuro contenido en un mineral.

a Sulfatos como azufre



b Sulfuros en un mineral



Preparación de curva de calibración

Solución estándar de sulfato

Se disuelven 0,1479 g de Na_2SO_4 anhidro en agua desionizada y se diluye a 1 L, para obtener una concentración final de 100 ppm en sulfato o alternatively se diluye 10,4 mL de H_2SO_4 0,0200 M, a 100 mL con agua destilada.

Se preparan estándares, con incrementos de 5 en 5 ppm, en el rango de 0 a 40 ppm de SO_4^{2-} . Por encima de estas concentraciones, la precisión de las medidas disminuye debido a la pérdida de la estabilidad de las suspensiones de BaSO_4 .

Cuantificación de azufre en el espectrofotómetro de ultravioleta-visible*

1. Se toma una alícuota, adicionar 2,5 mL de solución de cloruro de sodio-HCl (240 g NaCl y 20 mL de HCl y llevar a un litro), se afora 50 mL (el factor de dilución más bajo es 1.25; es decir, 40 mL de muestra y se lleva a 50 mL).
2. Se pasa a un erlenmeyer de 250 mL, se agita en forma constante, se adiciona una cucharadita de cloruro de bario (la cuchara debe tener un volumen entre 0,2 y 0,3 mL), se agita por un minuto $\pm$ 2 segundos.
3. Se cuantifica a 420 nm a los 5 minutos de finalizar la agitación.
4. Se calcula la concentración a partir de la interpolación en la gráfica.
5. Se debe tener una gráfica de sulfatos vs absorbancia. La curva debe incluir las concentraciones de 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 y 40 ppm.
6. Se prepara un blanco con la muestra y la adición de reactivos con excepción del cloruro de bario, se resta la absorbancia obtenida y se hace la lectura en la gráfica.
7. La gráfica no tiene un comportamiento lineal.



Figura 11.3. Cuantificación de soluciones en el espectrofotómetro UV-Vis.

Importante

La solución acondicionadora es utilizada para mantener en suspensión el BaSO_4 , haciendo esto que la medida de turbidez sea la correcta, debido a que esta suspensión no es muy estable en tiempos prolongados.

Se debe utilizar una velocidad de agitación constante e imanes de forma y tamaño parecidos. La velocidad exacta de agitación no es crítica, pero debe mantenerse constante para cada serie de muestras y estándares, ajustándola para evitar salpicaduras.

La solución acondicionadora también puede prepararse de la siguiente forma: 50 mL de glicerol mezclados con una solución que contiene 30 mL de HCl concentrado, 300 mL de agua destilada, 100 mL de alcohol isopropílico o etílico al 95% y 75 g de NaCl.

Cálculos

El espectrofotómetro UV-Vis arroja valores de concentración en unidades de concentración al igual que el espectrofotómetro de absorción atómica. Para este análisis son utilizadas unidades en ppm, la concentración de sulfuros es el resultado de la cantidad de azufre total menos la cantidad de azufre en forma de sulfato en la muestra.

$$\text{ppm de Sulfatos como azufre} = \frac{\text{Conc. SO}_4^{-2} \text{ mg/L} * \text{fact.dil.} * 0.1 \text{ L} * 0.33 * 1000 \text{ g/Kg}}{\text{g de muestra}}$$

$$\text{ppm de Azufre total S} = \frac{\text{Conc. SO}_4^{-2} \text{ mg/L} * \text{fact.dil.} * 0.25 \text{ L} * 0.33 * 1000 \text{ g/Kg}}{\text{g de muestra}}$$

Sulfuros como S = Azufre total – Sulfatos como S

Para convertir a % se multiplica por 0,0001.

Resultados

Reporte de prueba

Se presentan dos reportes de prueba realizado para un análisis de azufre como sulfato y como sulfuro (tablas 11.1 y 11.2)

Tabla 11.1

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: RS5-03

TÉCNICA DE ANÁLISIS: UV-vis

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS: Extracción ácida

PARÁMETRO ANALIZADO: Sulfato

ANALISTA: Héctor Mario Gutiérrez

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: RS5-03

FECHA: 17/07/03

Código de la muestra	Sulfato como S ppm
806686	87,4
806687	72,1
806688	74,8
806689	75,6
806690	156,7

Observaciones. El límite de detección del equipo es 23,3 ppm. Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

Tabla 11.2

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: RS5-03

TÉCNICA DE ANÁLISIS: UV-vis

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS: Extracción ácida

PARÁMETRO ANALIZADO: Sulfuro en mineral

ANALISTA: Héctor Mario Gutiérrez

CONSECUTIVO DE ANÁLISIS: RS5-03

FECHA: 17/07/03

Código de la muestra	Sulfuros como S ppm
806686	15.586
806687	670
806688	<391
806689	19.525
806690	7339

Observaciones. El límite de detección del equipo es 391 ppm. Los resultados corresponden exclusivamente a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.

Introducción

Fundición es la operación metalúrgica por medio de la cual los minerales o metales y aleaciones son sometidos a procesos térmicos de alta temperatura para que cambien de estado sólido a estado líquido, con o sin adición de materiales fundentes que contribuyan con el cambio.

Cuando se funden minerales metálicos con fundentes se presentan reacciones diversas de carácter reductor, oxidante o neutro, cuyo efecto resultante es un metal o una aleación metálica, generalmente llamada buillón, y una fase vítrea llamada escoria, y en ocasiones unas fases intermedias llamadas *matte* y *speis* (Duran, 1958).

La ganga más común en minerales auríferos y argentíferos la constituye el cuarzo y silicatos en general, pero también son frecuentes los minerales que contienen óxidos de hierro, cobre, manganeso, carbonatos de calcio y sulfuros metálicos. Durante su fundición se escorifican estos componentes mediante la formación de silicatos y borosilicatos complejos. Los metales preciosos constitutivos quedan aleados en un buillón y permanecen inalterados químicamente durante la fundición, ya que no reaccionan con los materiales fundentes a tales condiciones y ello permite que al final queden metalizados y separados de la escoria.

El ensaye al fuego es una rama del análisis químico cuantitativo, por el cual se determina la proporción de un metal en un mineral o producto metalúrgico con ayuda del calor y de reactivos secos. Este método se aplica hoy principalmente a la determinación de oro, plata y metales del grupo del platino.

El ensaye al fuego de oro y plata depende principalmente de:

- El alto grado de solubilidad de estos metales en plomo metálico fundido y su casi completa insolubilidad y asociación química en escorias de conveniente composición.
- La marcada diferencia de gravedad específica entre los dos líquidos de la fundición: plomo y escoria; lo cual permite la separación de los metales preciosos

que van con el plomo fundido al fondo, separándose de la escoria que se coloca superficialmente.

- El hecho de que el plomo puede ser prácticamente removido y separado de los metales preciosos, por medio de un procedimiento térmico oxidante llamado copelación.
- La diferencia de reactividad del oro y la plata en ácido nítrico, lo cual permite su separación entre sí.

El peso que se ha definido como estándar en los ensayos al fuego de oro y plata es de 30 g de material a analizar, de tal forma que con la fundición se obtenga un botón de plomo, de 30 g de peso que tendrá disuelto en su seno los metales preciosos. Este botón de plomo se somete a un proceso térmico llamado de copelación cuyo objetivo es absorber el plomo en la copela, dejando expuesto el botón de oro, plata y demás metales preciosos presentes en el material de ensayo.

El botón de oro y plata se somete a digestión con ácido nítrico para disolver la plata, de tal manera que el botón final es el oro que estaba presente en el material analizado.

La composición de la carga fundente a utilizar depende del carácter del material de análisis. En este sentido al material a analizar se le debe conocer de antemano su carácter oxidante, reductor, ácido (Alta proporción de SiO_2) o básico; y así definir la mezcla fundente, la cual debe compensar ese carácter de tal manera que resulte una mezcla

La literatura agrupa los materiales en distintas clases para las cuales recomienda las correspondientes cargas fundentes (Bugbee, 1981).

En ocasiones el material a analizar presenta componentes que por su proporción o carácter ponen dificultades al ensayo al fuego. En algunos de estos casos es recomendable hacer una calcinación previa del material a fin de neutralizar la acción de estos compuestos.

Cuando el botón resultante es de un tamaño tal que aunque se perciba se hace inmanejable, se puede barrer de la copela a un vaso de precipitación y atacarlo directamente, primero con ácido nítrico y luego con agua regia para leer plata y oro por espectrometría de absorción atómica.

Equipos

Balanza de 0,01 g de precisión (figura 12.1a), balanza micrométrica de 0,000001 g de precisión (figura 12.1b) y horno de fundición y copelación (figura 12.1c).



Figura 12.1. a. Balanza de 0,01 g de precisión. b. Balanza micrométrica de 0,000001 g de precisión. c. Horno de fundición y copelación.

Insumos

Ácido nítrico concentrado, ácido nítrico al 10%, agua desmineralizada, bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), carbón o harina de trigo; carbonato de sodio (Na_2CO_3), clavos, cloruro de sodio como colector, litargirio (PbO), nitrato de sodio o potasio y sílice (SiO_2).

Otros

Acetatos para movilizar o recoger muestras, aspirador de plástico, bandeja para manejar copelas (figura 12.2a); copela para absorber plomo y pinzas para crisoles de arcilla (figura 12.2b); cinta para medir pH; crisol de arcilla, pincel, suspensión de óxido de hierro para marcar crisoles de arcilla (figura 12.2c); crisoles de porcelana (figura 12.2d); pinzas para crisoles de porcelana; Payonera: molde de hierro para material fundido (figura 12.2e); yunque, martillo y pinzas para separar copela y escoria (figura 12.2f); yunque y martillo de acero inoxidable para limpiar botón precioso (figura 12.2g), y vasos de precipitación.



Figura 12.2. a. Bandeja para manejar copelas. b. Copela para absorber plomo y pinzas para crisoles de arcilla. c. Crisol de arcilla, pincel, suspensión de óxido de hierro. d. Crisoles de porcelana, pinzas para crisoles de porcelana. e. Payonera. f. Yunque para separar copela y escoria, martillo y pinzas. g. Yunque y martillo de acero inoxidable para limpiar botón precioso.

Elementos de seguridad

En la figura 12.3 se muestran los elementos de seguridad.



Figura 12.3. Guantes de material refractario, guantes para manejo de soluciones, gafas con filtro ultravioleta, delantal de material refractario y careta.

Procedimiento

Preparación de la muestra fundente

Caracterización del material a analizar. Para materiales convencionales, y con un microscopio, o como mínimo con una buena lupa, una persona con conocimientos básicos de las características físicas de los minerales, puede determinar la clase de material del que se trate y así decidir entre las mezclas fundentes propuestas la que se corresponda.

Preparación de la muestra

1. Se seca el material.
2. Se tritura y se muele el mineral hasta un d_{80} de 150 micrones.
3. Se cuartea (figura 12.4).
4. Se pesan 30 g de mineral (figura 12.1a).
5. Se prepara el crisol de arcilla y se marca (figura 12.2c).



Figura 12.4. Proceso de cuarteo.

Fundición

1. Se pesan los fundentes según la caracterización de la mena y se homogeneiza en una bolsa (figura 12.1a).
2. Se lleva la carga fundente al crisol y se adiciona la muestra. Se homogeneiza con una espátula mientras se gira el crisol hasta que la mezcla sea uniforme.
3. Se cubre el crisol con sal o bórax. El crisol no se debe llenar más de los $\frac{2}{3}$ de su capacidad.
4. Se lleva el crisol al horno y se calienta hasta 600 °C (figura 12.5a).
5. Se deja a 600 °C por 20 min.
6. Se incrementa la temperatura hasta 1100 °C.
7. Se deja a 1100 °C hasta la total fundición del material.
8. Se pasa el material fundido a las Payonera caliente y cubierta con parafina (figura 12.5b).
9. Se deja enfriar para separar el botón de plomo y la escoria.
10. Se da forma de dado al botón de plomo mediante martilleo (figura 12.5c).



Figura 12.5. a. Crisol a fundición. b. Vaciado del material fundido en la payonera. c. Separación del botón de Plomo de la escoria y moldeado mediante martilleo.

Copelación

1. Se precalienta la copela en el horno copelador hasta 200 °C.
2. Se coloca cuidadosamente el botón en la copela y cerrar el horno (figura 12.6a).
3. Se incrementa la temperatura hasta alcanzar 600 °C hasta lograr la total fundición del botón de plomo (figura 12.6b).

4. Se incrementa suavemente la temperatura hasta alcanzar 900 °C. Se vigila que el procedimiento no genere ebullición violenta del fundido.
5. Se retira la copela una vez se haya copelado todo el plomo y aparezca la perla de oro y plata.
6. Se lamina el botón para facilitar el pesaje (figura 12.6c).
7. Se pesa el botón en la balanza micrométrica (figura 12.1a).



Figura 12.6. a. Copelación. b. Ebullición normal del Plomo durante la copelación. c. Botón laminado.

Digestión de la plata

1. Se lleva el botón de oro y plata a un crisol de porcelana (figura 12.7).
2. Se adiciona de 10-15 mL de HNO_3 al 10%.
3. Se deja en digestión durante 10 minutos a 95 °C, aproximadamente.
4. Se lava el botón y se adiciona HNO_3 concentrado.
5. Se calienta por 10 min., aproximadamente.
6. Se retira el ácido y se adiciona agua desmineralizada.
7. Se lava con agua repetidamente hasta que el pH sea neutro.
8. Se seca el botón resultante.
9. Se pesa el botón en la balanza micrométrica.
10. Se verifica que el peso del oro equivalga como mínimo a la cuarta parte del peso del botón de oro y plata, si ésta proporción es mayor, hay que encuartar.



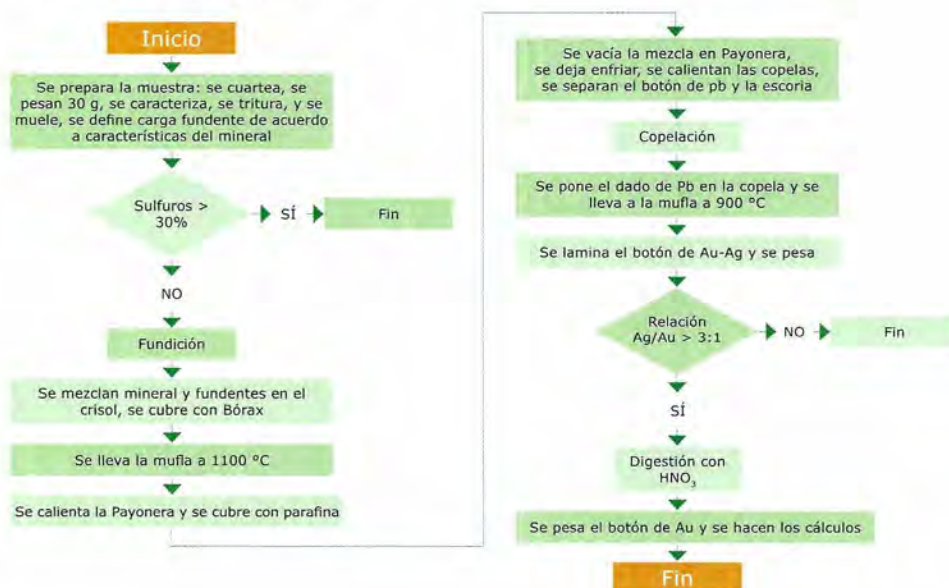
Figura 12.7. Digestión de la plata.

Encuartación

1. Se realiza la encuartación si la relación de plata-oro es menor de 3:1.
2. Se adiciona una cantidad de plata tal que la proporción plata/oro sea mayor de 3:1. El recipiente utilizado para esto puede ser una copela.
3. Se funde en un solo botón el botón de oro y la plata adicionada. Esta fundición puede hacerse en un horno o puede utilizarse un soplete de mano.
4. Se repite el procedimiento de digestión de la plata.

Protocolo

En el siguiente diagrama de flujo se describen los pasos a seguir en la determinación de oro y plata por vía seca.



Cálculos

Para obtener el valor del tenor de oro y plata se divide el peso del botón de oro en gramos obtenido entre el peso inicial de la muestra, para expresar el resultado en unidades de concentración en gramos de oro por tonelada de mineral se multiplica por el factor 10^6 .

$$\text{Tenor oro (g/t)} = \frac{\text{Peso del botón de oro (g)}}{\text{Peso de la muestra (g)}} * 10^6.$$

Tenor plata (en g/t) =

$$\frac{\text{Peso botón de oro y plata (g)} - \text{Peso botón de oro (g)}}{\text{Peso muestra (g)}} * 10^6.$$

Resultados

Reporte de prueba

A continuación se presenta el reporte de resultados (tabla 12.1) de un análisis de ensaye al fuego realizado a muestras provenientes de la región de La Llanada, departamento de Nariño.

Tabla 12.1. Reporte de prueba

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO DE QUÍMICA
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI

PROYECTO: Arenas de la Llanada

FECHA: 18/04/08

TÉCNICA DE ANÁLISIS: Ensaye al fuego

ELEMENTO A DETECTAR: Oro y plata

Muestra	Peso base (g)	Crisol de prueba	Peso plata (mg)	Peso oro (mg)	g/t oro	g/t plata	Tenor promedio oro (g/t)
439A	21,50	1'	N.D.	0,191	8,88	0,00	15,04
439B	23,30	1"	N.D.	0,483	20,73	0,00	15,04
440A	21,50	2'	0,023	0,128	5,95	1,07	5,80
440B	21,20	2"	N.D.	0,1197	5,65	0,00	5,80
441A	23,00	3'	N.D.	0,027	1,17	0,00	2,43
441B	23,10	3"	N.D.	0,085	3,68	0,00	2,43
442	40,80	4'	0,1825	0,0405	0,99	4,47	0,99
443	31,90	5'	0,074	0,0385	1,21	2,32	1,21

Continúa

Continuación

444	20,80	6'	N.D.	0,012	0,58	0,00	0,58
445	14,70	7'	0,175	0,0285	1,94	12,07	1,94
446	11,70	8'	N.D.	0,00	0,00	0,00	0,00
447	30,90	9'	0,0545	0,035	1,13	1,76	1,13
448	19,80	10'	N.D.	0,004	0,20	0,00	0,20
449A	23,34	11'	0,0635	0,0265	1,14	2,72	1,10
449B	26,20	11"	0,1495	0,028	1,07	5,71	
Reactivo	Muestra						
	439 a 441	442 a 449					
Borax	10	10					
Carbonato de sodio	25	30					
Nitrato	1	2					
Litargirio	70	80					
Harina	7	7					

Observaciones. Las muestras (439, 440, 441) se sometieron a tostación a 450 °C, se les adiciona carbón, y luego se subió nuevamente la temperatura a 700 °C y se apagó con el fin de volatilizar el arsénico y telururos presentes. La adición de carbonato se hace de acuerdo a la cantidad del material a fundir (igual peso)

Introducción

Selección del proceso de tratamiento de aguas residuales

Existe un enorme número de procesos de tratamiento de aguas residuales; por tanto, es importante seleccionar el proceso más adecuado de acuerdo con el tipo de aguas residuales y el objetivo del tratamiento. Si después de realizar una especie de prueba no se logran suficientes resultados, se recomienda considerar la posibilidad de aplicar un proceso de alto grado de tratamiento, como adsorción, intercambio iónico, etc.

Métodos de tratamiento físicoquímico

Los métodos de tratamiento de aguas contaminadas se pueden clasificar en dos grupos principales: los métodos físicoquímicos y los biológicos. Generalmente, las aguas residuales que contienen sustancias orgánicas se procesan por métodos biológicos, pero se requieren operaciones físicoquímicas, como las operaciones unitarias de separación sólido-líquido o absorción de oxígeno, que se integran al proceso de tratamiento.

Las sustancias contaminantes se clasifican en sustancias suspendidas y disueltas. A su vez, se clasifican en orgánicas e inorgánicas.

Los objetivos del tratamiento de las aguas residuales son descomponer, separar del agua y concentrar las sustancias contaminantes aplicando métodos que se combinan: físicoquímicos y biológicos. Los objetivos se pueden agrupar de la siguiente manera:

- Separación sólido-líquido (sustancias suspendidas, aceite, etc.).
- Descomposición por oxidación o reducción de sustancias orgánicas y reductoras (DBO, DQO, etc.).
- Regulación del pH.
- Eliminación de sustancias nocivas.
- Eliminación de sales nutrientes inorgánicas (principalmente fosfatos, nitratos).
- Tratamiento y disposición de lodos.

Método de tratamiento de sustancias nocivas

Cuando se trata de compuestos químicos, se utilizan las tecnologías para descomposición o conversión en sustancias inocuas; cuando se trata de sustancias que se regulan por el nombre de sus elementos, como metales pesados que no pueden descomponerse más, se utilizan tecnologías que los eliminan de las aguas residuales. Entre las sales de metales pesados y las sales de ácido mineral, sus sales de nitratos son fácilmente solubles, mientras que sus sales de sulfatos, carbonatos e hidróxidos (óxidos) son difícilmente solubles.

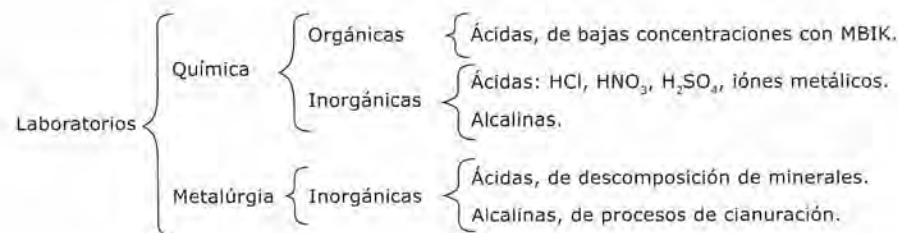
Entre los compuestos químicos orgánicos, pueden descomponerse fácilmente los iones de cianuro o los bencenos. Es imposible descomponer los compuestos químicos orgánicos de cloruros, agroquímicos, cloruro de polibifenilo (PBC), con los métodos de tratamiento biológico aplicados a los compuestos orgánicos; a veces son difíciles de descomponer aun con métodos físicoquímicos, como oxidación por cloro, oxidación por ozono y oxidación por electrólisis. Aunque se han descubierto algunas tecnologías que logran descomponerlos, en muchas ocasiones, no son aplicables por costo e instalación. Lo que requiere mayor atención es el tratamiento posterior de los adsorbentes usados o el de los lodos que contienen sustancias nocivas. En el caso de que se lixivien sustancias nocivas de estos residuos, no se puede aplicar la disposición por entierro.

Los tratamientos de estabilización, de reducción de volumen o de conversión a recursos para los lodos que se descargan de las instalaciones de tratamiento de aguas residuales serán cada día más importantes para la prevención del medio ambiente y el aprovechamiento racional de los recursos.

Caracterización de las aguas residuales de los laboratorios

Existen dos laboratorios que generan aguas residuales que deben tratarse: el de química y el de metalurgia. En estos se producen los siguientes tipos de aguas residuales:

- Aguas ácidas (metales pesados: Cr, Zn, Cu).
- Aguas básicas (cianuradas).
- Aguas orgánicas ácidas (MIBK).



Tratamientos de aguas cianuradas

Alcance y campo de aplicación

Dependiendo del proceso industrial de donde provengan las aguas de desecho, contendrán concentraciones variadas de cianuro y de metales pesados coexistentes por lo que fácilmente se forman complejos a partir de estos elementos pesados con el cianuro.

Específicamente las operaciones de extracción aurífera generan materiales de desperdicio que deben ser tratados para evitar riesgos de contaminación que presenten los constituyentes tóxicos, como los diversos compuestos del cianuro, los iones metálicos tóxicos y los excesos de pH, bien sea en la superficie o en los afluentes cercanos al lugar donde se realiza la operación de beneficio.

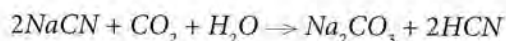
Para el tratamiento de residuos que emplea la cianuración como proceso de lixiviación del oro se utilizan varios métodos: el método cloroalcalino, el método del peróxido de hidrógeno, el método del ácido de Caro, tratamientos biológicos, seguidos de la adición de una solución de sulfato ferroso, lo que permite disminuir considerablemente el cianuro libre y la mayoría de los compuestos de cianuro.

Compuestos del cianuro y propiedades químicas

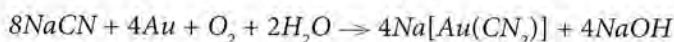
Entre los compuestos del cianuro, están las sales metálicas del ácido cianhídrico (HCN) y las sales complejas de cianometales combinados por el ión cianuro (CN^-) en exceso y metales, entre otros. Estos compuestos de cianuro, aunque tienen diferentes tamaños, forman iones de compuestos de cianuro libres cuando están presentes en solución; por eso son tóxicos.

Entre sus propiedades químicas están:

- La fácil tendencia a formar ácido, fácil oxidación con KMnO_4 y cloro gaseoso (en estas condiciones y en solución alcalina, el NaCN se convierte a CO_2 y N_2).
- La solución acuosa diluida presenta alcalinidad al hidrolizarse y otro ácido débil libera HCN en presencia de CO_2 :



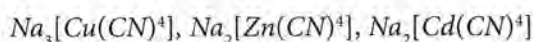
Además, forma complejos ciano al disolver metales nobles como el oro y la plata en baja presencia de oxígeno:



Las sales de metales pesados con cianuro son comparativamente insolubles, pero el cianoquilato es soluble en agua. En elementos que son muy estables, vuelve a un estado extremadamente estable y forma un compuesto quelato.

Estos compuestos de cianuro pueden convertirse en sustancias inofensivas a través de descomposición por oxidación, pero para los compuestos que forman quelatos específicos, se requiere usar otros métodos, además de la descomposición por oxidación (método de *Prussian Blue*, método de intercambio iónico, método de combustión), para tratarlos por completo.

Para la descomposición del cianuro proveniente del cianuro libre y del cianuro complejo, se utiliza el método cloroalcalino. El cianuro libre proveniente de las sustancias de NaCN y del KCN, quelatos de Cu, Zn y Cd, del tipo:



Los quelatos de hierro, cobalto y oro no se pueden descomponer bajo existencia de cloro; en exceso son estables; no se puede emplear el método de adsorción y el método de formación de cloruros de difícil solubilidad.

Para eliminar eficientemente las formas de cianuro, de acuerdo con el tipo de clase de agua que va a tratarse, se debe aplicar el método de descomposición de las concentraciones de cianuro.

Método cloro-alcalino

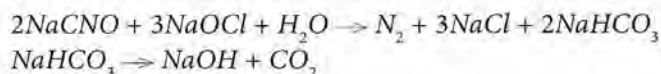
El método más ampliamente usado es el método cloroalcalino, en que el cianuro se descompone en dos etapas mediante la adición de cloro a pH alcalino seguido de otro proceso que añade cloro en pH neutro. Generalmente, el cloro se usa como hipoclorito de sodio. El control de la adición de reactivo se lleva a cabo a través de la medición de los valores de potencial de oxido-reducción (ORP) y potencial de hidrogeniones (pH).

Las dos reacciones que se producen son:

1. pH > 10 y ORP de 300 a 350 mV



2. pH 7-8 y ORP de 600 a 650 mV.

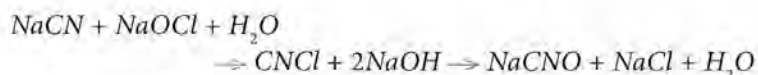


A partir de las ecuaciones 1 y 2 se tiene:



Como puede observarse, finalmente el cianuro se descompone en dióxido de carbono y nitrógeno. En la primera reacción es necesario ajustar a un pH > 10,0 para promover la hidrólisis del cloruro de cianógeno (CNCl), compuesto muy

volátil y con toxicidad de un tercio respecto al ácido cianhídrico (HCN), el cual se hidroliza rápidamente a ión cianato (CNO^-):

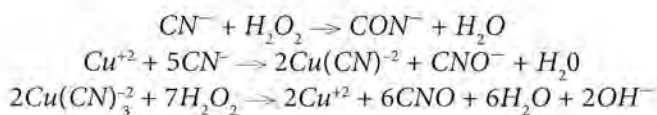


En la segunda reacción se ajusta a un pH neutro para acelerar la reacción de descomposición del cianato, que es lenta, a pH alcalino. Para la primera reacción, el tiempo es 10 minutos aproximadamente y para la segunda es 30 minutos.

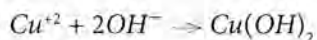
Para la descomposición del cianuro por el método cloroalcalino, si se grafica el valor de ORP vs la adición de Cl_2 , en la primera descomposición se observa que el valor de ORP se eleva por el exceso de cloro al final de la reacción; pero si se baja el pH, el cianato y el cloro en exceso reaccionan y el pH baja otra vez. Si el cianato se descompone por completo, usando exceso de cloro, el ORP se incrementa otra vez más.

Método del peróxido de hidrógeno

El peróxido de hidrógeno, en presencia del catalizador de cobre, puede oxidar los cianuros simples, fácilmente disociables y complejos. Las reacciones son:

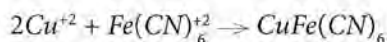


El ión cúprico liberado reacciona con el ión hidróxido y se precipita como hidróxido de cobre:

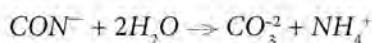


La precipitación de hidróxidos consume alcalinidad y, por tanto, debe estar controlándose por medio de la adición de hidróxido de sodio.

El ión cúprico también precipita el ferrocianuro como ferrocianuro cúprico:



El cianato formado por la oxidación del cianuro se convierte en dióxido de carbono y amonio:



En la reacción se consume de peróxido en peso entre 5 y 8 veces respecto al peso del cianuro presente, debido a que otras especies, como los sulfuros, sulfatos y tiocianatos, también se oxidan.

El rango óptimo del proceso es: pH entre 9,5 y 11,0, concentración de cobre < a 25 ppm y tiempo de reacción de 3 horas, después de lograr la conversión a cianato.

El efluente de este tratamiento requiere remover formas de cianuro que no se han transformado y remover metales. Generalmente se aplica el proceso de co-precipitación adicionando sulfato férrico. Este proceso se lleva a cabo en forma óptima en un pH de 5 a 6; el sulfato ferroso adicionado está en una proporción de 0,5 a 5 moles de Fe por mol de CN^- .

Reactivos

Peróxido, 35 %, ácido sulfúrico diluido (1:5) y hidróxido de sodio 1M.

Equipos

Plancha agitadora, extractor, medidor de ORP, medidor de pH, bureta y cronómetro.

Método de tratamiento y seguimiento

Se mide pH, ORP y concentración de cianuro libre durante toda la operación de adición del peróxido de hidrógeno al 35% para detener la reacción en determinado tiempo y medir la velocidad de conversión del cianuro a cianato. Se toman 10 ml de muestra y se adiciona 1 ml de ácido ascórbico al 10% (el ácido ascórbico actúa como agente reductor). En el momento de la desaparición del cianuro, se deja continuar la reacción de hidrólisis de los cianatos por tres horas y se mide la concentración de cianuro libre y total. La concentración final de cianuro total permite calcular la adición de sulfato de hierro en una proporción 0,5 a 5 moles de Fe^{+2} por cada mol de cianuro cuantificado. Al final del tratamiento, se mide cianuro total y libre del sobrenadante.

Descripción de los procesos y operaciones unitarias empleadas en Ingeominas, Cali

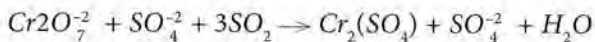
Reacciones principales de óxido-reducción

El tratamiento de las aguas residuales se basa en reacciones de precipitación y de descomposición para el control de los iones presentes. Las condiciones propicias para el desarrollo de estas reacciones las proporciona el sistema mediante la generación del pH y el potencial Redox, mediante la adición automática de reactivos oxidantes, reductores, ácidos y básicos según se requieran, y mediante el control automático con electrodos de pH y ORP.

Control del cromo (Cr^{+6})

Reductor: NaHSO_3

Reacción:



En el rango donde la curva se hace más pendiente (figura 13.1), la reacción transcurre con una cinética muy baja. Se puede observar que cuando la diferencia de potencial final es 300 mV, la reacción ocurre y se completa, lo cual se nota con el cambio de pendiente observado en la figura 13.1. En este punto, el pH tiene un valor aproximado de 2,2.

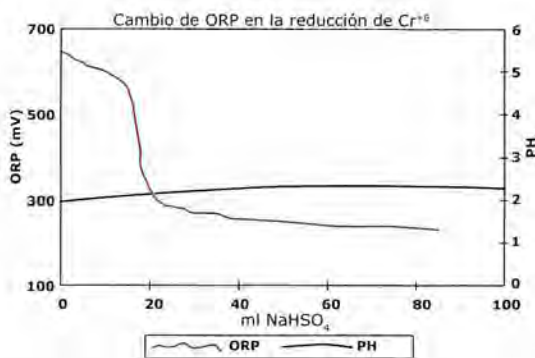


Figura 13.1. Seguimiento del ORP y el pH durante la reducción del cromo.

Control de cianuro (CN^-)

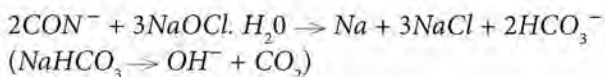
Reductor: NaOCl

Reacción 1: pH 10



Esta reacción finaliza cuando se alcanza un ORP entre 300-350 mV.

Reacción 2: pH 7-8



Esta reacción concluye cuando se alcanza una diferencia de potencial de 600 a 650 mV.

Reacción completa:



La oxidación del CN se lleva a cabo en dos etapas y finaliza totalmente cuando se alcanza un potencial de óxido-reducción de 600 mV, como se observa en la figura (13.2).

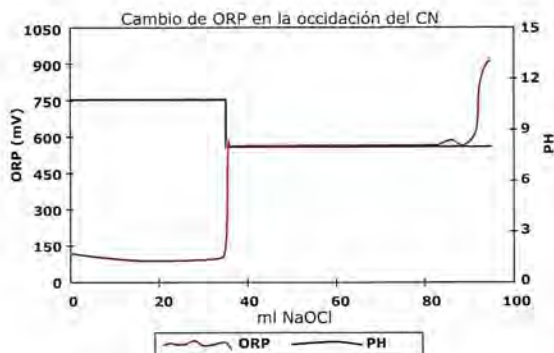
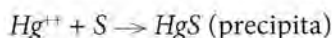


Figura 13.2. Seguimiento del pH y el ORP durante la descomposición del cianuro.

Control del mercurio (Hg)

Reactivo precipitante: MHG(RNaS)

Reacción:



No se aprecia un cambio de potencial al producirse la precipitación. Esta figura es importante porque muestra los cambios de potencial al ir aumentando el pH, lo que se requiere en la planta de tratamiento de aguas (figura 13.3).

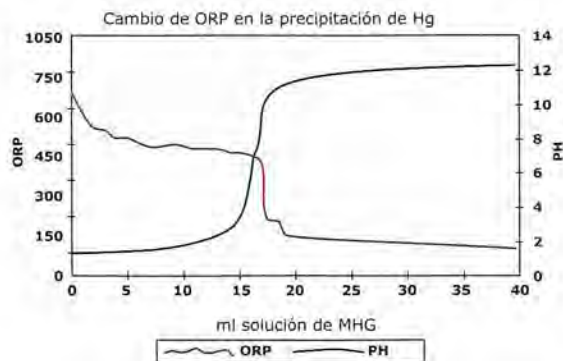


Figura 13.3. Seguimiento del ORP y el pH durante la adsorción del mercurio.

Filtración

Proceso de separación de partículas sólidas suspendidas en un líquido, forzando la mezcla a través de una barrera porosa. Esta barrera puede ser un tejido de estructura muy espesa, una tela de alambre metálico o (a escala mucho menor) una fina membrana de plástico de elevada porosidad (varios millones de poros/cm²). Las suspensiones de arcilla se filtran por electroforesis de flujo forzado. Muchos materiales fibrosos o particulados (a menudo llamados adyuvantes de filtración) pueden efectuar la filtración. Por ejemplo papeles especiales, tierras diatomáceas, etc.

Casi siempre la filtración forma una capa (o torta) de partículas sólidas en la superficie de un cuerpo poroso que es con frecuencia una tela que forma el medio de filtración. Una vez formada esta capa, su superficie actúa como medio de filtro, de modo que los sólidos se depositan y se agregan al espesor de la torta, mientras el licor pasa por ella.

Flotación

Proceso para separar los minerales de las rocas superfluas o los distintos sólidos entre sí. Esto se consigue por agitación del sólido pulverizado en agua, aceite y productos químicos de flotación. Si se eligen adecuadamente, estos producen la humectación de ciertas partículas sólidas por el aceite, en tanto que las otras permanecen sin humedecer. Estas últimas son llevadas a la superficie por las burbujas de aire; entonces, se separan de las partículas humedecidas. Con frecuencia se añade también un agente espumante, el cual estabiliza las burbujas formando una espuma que puede separarse del líquido con facilidad. Este proceso se conoce como flotación por espuma.

Floculación

La combinación o agregación de partículas sólidas suspendidas de modo que formen pequeños grumos o mechones de aspecto parecido a la lana. El término se usa vagamente como sinónimo de coagulación. Con frecuencia, los requisitos de claridad del sobrenadante dictan alguna forma de floculación para retirar las partículas divididas finamente que, de otro modo, permanecerían en el efluente. La floculación se logra, por lo común, por medios mecánicos o químicos, aunque se puede utilizar un campo magnético en ciertas partículas que contengan hierro.

Floculante

Sustancia que induce a la floculación. Los floculantes se utilizan en purificaciones de agua, tratamiento de desperdicios líquidos y otras aplicaciones especiales (floculantes inorgánicos con cal, alumbre y cloruro férrico). Los polielectrolitos son ejemplos de floculantes orgánicos.

Electrólisis

Descomposición de sustancias ionizables por medio de una corriente eléctrica. El compuesto se desdobra en iones positivos y negativos, los cuales emigran y se acumulan en los electrodos negativo y positivo.

Electrolito

Sustancia que cuando está en forma de solución o fundida, se disocia en iones, conduciendo entonces la corriente eléctrica (por ejemplo, H_2SO_4).

Adsorción

Adherencia de los átomos, iones o moléculas de un gas o un líquido a la superficie de otra sustancia, llamada adsorbente. Los sistemas más conocidos son gas-sólido y líquido-sólido. Los materiales finamente diluidos o microporosos con gran área de superficie activa son fuertes adsorbentes y se utilizan para eliminar colores, olores y vapor de agua (carbón activado, alúmina, sílica gel). La fuerza activa de adsorción es relativamente pequeña (del orden de las fuerzas de VanderWaals). Cuando están presentes moléculas de dos o más sustancias, las de una sustancia pueden ser adsorbidas más fácilmente que las de las otras. Este fenómeno se llama adsorción preferente.

Adsorbente

Sustancia que tiene la facultad de condensar o retener moléculas de otra sustancia en su superficie.

Carbón activado

Una forma de carbón amorfa, caracterizada por su gran capacidad de adsorción de gases, vapores y sólidos coloidales. El carbón activado se obtiene por destilación destructiva de madera, conchas, huesos de animales u otros materiales carbonáceos. Se activa por calentamiento a 800-900 °C con vapor o dióxido de carbono, que da como resultado una estructura interna porosa (semejante al panal de miel). La superficie interna de carbón activo se calcula en unos 334,5 m² por gramo; la densidad varía entre 0,08 y 0,5 g/cm³.

Sedimentación

La Sedimentación es el retiro de partículas sólidas suspendidas de una corriente de líquido, mediante el asentamiento por gravedad. Este campo se puede dividir entre las dos operaciones funcionales de espesamiento y clarificación. La finalidad primordial del espesamiento es incrementar la concentración de una cantidad relativamente grande de sólidos suspendidos en una corriente de alimentación, mientras que la de clarificación es retirar una cantidad relativamente pequeña de partículas finas suspendidas y producir un efluente claro.

Equipos e insumos

Características de diseño del equipo

En la figura 13.4 se puede observar el esquema representativo de las partes constitutivas y la distribución de la planta.



Figura 13.4. Planta de tratamiento de aguas residuales de laboratorio.

Capacidad de tratamiento

1. 100 litros por ciclo (reactor).
2. 50 litros/hora (tratamiento final).
3. Incluidas la precipitación de flóculos (3 horas) y la filtración. Cada ciclo de 20 litros de solución residual tratada puede tardar 6 horas.

Descripción del sistema de la planta

La planta consta de los siguientes accesorios:

Tanque de almacenamiento de H_2SO_4 . Este tanque almacena el H_2SO_4 a una concentración del 10% (figura 13.5).

Tanque de almacenamiento del reactivo MHG. El reactivo MHG es ajustado a una concentración de 20 g/l y se almacena en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar PAC. Una solución estándar de PAC crudo, como se produce en la fábrica, es almacenada en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar el coagulante. El coagulante es ajustado a una concentración de 1 g/l y se almacena en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar el NaOH. El NaOH ajustado a una concentración del 10% es almacenado en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar $NaHSO_3$. El $NaHSO_3$ es ajustado a una concentración de 100 g/l y se almacena en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar NaOCl. El NaOCl al 12% que viene directo de fábrica es almacenado en este tanque (figura 13.5).

Tanque para almacenar floculante. El reactivo de flotación ajustado a una concentración de $0,2 \text{ cm}^3/\text{L}$ es almacenado en este tanque (figura 13.5).

Reactor. En este se reciben las aguas residuales según el ciclo que vaya a tratarse (alcalino o ácido) y se realizan las reacciones de descomposición de sustancias nocivas (figura 13.5).

Tanque electrolítico. El tanque está compuesto por dos ánodos (láminas de aluminio puro) y cuatro cátodos (láminas de acero inoxidable SUS304). Se hace pasar corriente directa sobre ambos polos del rectificador. Los metales pesados disueltos en muy pequeñas cantidades en el agua residual, son convertidos en hidróxidos mediante electrólisis (llegan a ser insolubles) al mismo tiempo que son atrapados en hidróxido de aluminio, el cual es producido por disolución del ánodo de aluminio, que tiene una característica de flotación fuerte y forma flóculos. Esta solución es enviada luego al flotador (figura 13.5).

Flotador. Este tanque está compuesto de dos ánodos (láminas de platino enchapado en titanio) y tres cátodos (láminas de acero inoxidable SUS304) y se hace pasar un voltaje de corriente directa sobre ambos polos de un rectificador. Una cantidad de floculante fija se adiciona continuamente para la flotación electrolítica en el tanque de electrólisis para promover la floculación y el crecimiento de los flóculos; estos son convertidos en espuma con finas burbujas de hidrógeno gaseoso generados desde los polos del cátodo y también por agitación del aire. Esta espuma se separa del líquido y se lleva al tanque de filtración para separar las partículas sólidas del líquido (figura 13.5).

Tanque de filtrado. Después de la reacción el agua residual y la espuma que sale del flotador electrolítico extraída por un raspador de espuma. Se filtran en este tanque. El filtrado se envía a microfiltración, mientras el lodo es removido por un filtro (figura 13.5).

Tanque de solución filtrada. La Solución del tanque de filtración es almacenada temporalmente en este tanque y luego es enviada al flotador electrolítico por medio de una bomba (figura 13.5).

Cámara de mercurio. Cámara llena con resina para adsorción de mercurio (ALM 25), la cual forma un fuerte lazo con el mercurio (figura 13.5).

Cámara de carbón activado. Cámara llena de carbón activado que, por medio de una fuerte adsorción fisicoquímica, remueve el cromo, el material orgánico, los aceites y otros elementos y desodoriza y decolora para producir una solución limpia (figura 13.5).

Microfiltros. Los microfiltros remueven los sólidos suspendidos remanentes en el líquido sobrenadante del electrolito (figura 13.5).

Tanque de agua tratada. El agua tratada proveniente de la cámara de resina de intercambio iónico se almacena temporalmente en este tanque y se descarga fue-

ra de la planta (figura 13.5) después que su calidad ha sido confrontada con la reglamentación nacional para vertimientos (artículos 72 y 74 del capítulo VI del decreto 1594 de 1984).

Tanques de depósito de aguas residuales. Las aguas residuales clasificadas en soluciones ácidas y alcalinas son almacenadas temporalmente en sus tanques respectivos; una cantidad fija de agua residual es enviada al reactor por medio de una bomba (figura 13.5).



Figura 13.5. Las partes numeradas corresponden a: 1. Tanque H_2SO_4 ; 2. Tanque MHG; 3. Tanque PAC; 4. Tanque coagulante; 5. Tanque NaOH ; 6. Tanque NaHSO_3 ; 7. Tanque NaOCl ; 8. Tanque floculante; 9. Reactor; 10. Tanque electrolítico y flotador; 11. Tanque de filtrado; 12. Cámara de mercurio; 13. Cámara de carbón activado y 14. Microfiltros; 15. Tanque de agua tratada; 16. Tanque de agua ácida y 17. Tanque de agua alcalina.

Reactivos y accesorios requeridos para el funcionamiento de planta

Reactivos (MHG , flotador R-1, coagulante, PAC, H_2SO_4 , NaOH , NaHSO_3 , NaOCl); electrodo de aluminio; microfiltro, filtro Cloth; carbón activado, y resina para adsorción de mercurio.

Descripción de algunos reactivos

MHG: es un reactivo usado para remover mercurio; es una sal compleja y orgánica. Su componente principal es un compuesto orgánico sulfuroso (reactivo para sulfitación o sulfuro de sodio) que remueve metales pesados.

PAC (Poli cloruro de aluminio): el principal componente es $[Al_2(OH)_n Cl_{6-n}]m$. Tiene una alta densidad y núcleos de condensación polimérica estables. Es efectivo para el tratamiento de aguas de ríos, aguas residuales y aguas subterráneas. Presenta formación rápida de flóculos, es de fácil manejo y manipulación, los rangos de pH para la coagulación son amplios y se disuelve fácilmente en agua.

Floculante: polímero de alto peso molecular. Cuando se emplea en aguas industriales o domésticas, produce una caída en el potencial superficial y en la neutralización. Es un líquido usado para producir la flotación característica del material sólido suspendido; por ejemplo, hidróxidos de metales, separando estos por flotación. El floculante se adhiere a los hidróxidos, los cuales son hidrofílicos y cambian su superficie a hidrofóbica (repeliéndose).

Es una mezcla de aceites vegetales y animales, tipo de interfase activador y no es tóxico ni peligroso. El consumo es de 2 a 10 ppm contra el agua residual para transferencia de espuma de flotación.

Preparación de los reactivos

Mezclado

Para el mezclado de los químicos, siga los procedimientos mencionados en la tabla 13.1.

Tabla 13.1. Preparación de reactivos.

Tanque de químicos	Capacidad (L)	Concentración	Método de mezcla
H ₂ SO ₄	14	10,00%	1L H ₂ SO ₄ (98 %) + 9L H ₂ O
MHG	14	20 g/L	200 g MHG + 10L H ₂ O + 500g NaOH
PAC	14	sln. cruda	Al ₂ O ₃ efectivo: 10%
Coagulante (Konan Floc)	14	1 g/L	100 g coagulante + 10 L H ₂ O
NaOH	24	10,00%	4 kg NaOH + 16 L H ₂ O
NaHSO ₃	24	100 g/L	2 kg NaHSO ₃ + 20 L H ₂ O
NaOCl	24	sln. cruda	Cl efectivo: 12%
Flotador (R-1)	24	0,2 cm ³ /L	4cm ³ de flotador + 24 L H ₂ O

Método de mezclado

1. Se mezcla cada químico en un recipiente separado siguiendo el procedimiento mencionado y alimentando luego la mezcla al tanque de almacenamiento correspondiente.

2. H_2SO_4 al 10 %: se adiciona 1 litro de H_2SO_4 comercial lentamente en 9 litros de agua para diluirlo.
3. 20 g/L de reactivo MHG: se disuelven 500 g de hojuelas de NaOH en 9,5 litros de agua. Se adicionan 200 g de MHG y luego se agrega agua para hacer 10 litros de solución.
4. PAC (Poli cloruro de aluminio): se usa solución cruda desde la fábrica.
5. 10 g/L de coagulante: se disuelven 100 g de floculante (Konan Floc M o algún equivalente) en 10 litros de agua.
6. NaOH al 20%: se disuelven 4 kg de hojuelas de NaOH en 16 litros de agua y se completa con agua hasta hacer 20 litros de solución.
7. 100 g/L de $NaHSO_3$: se disuelven 2 kg de $NaHSO_3$ en 18 litros de agua y se completa con agua hasta hacer 20 litros de solución.
8. NaOCl al 12%: se usa solución cruda como es producida en la fábrica.
9. Flotador: se disuelven 4 cm³ de flotador Konan Floc M en 20 litros de agua.

Procedimiento

Antes de iniciar la operación se deben verificar que los tanques auxiliares para almacenamiento de los reactivos estén llenos con los reactivos correspondientes.

1. Para empezar, las aguas residuales son almacenadas en el tanque respectivo.
2. De aquí se bombean 20 litros al reabrir la unidad principal, los cuales son diluidos hasta completar 100 litros de solución. En dicho reactor ocurren reacciones de óxido-reducción para la precipitación de los iones metálicos y la descomposición del cianuro mediante la adición de aditivos químicos. Después que completa el tiempo de reacción, se deja reposar la solución dentro del reactor para que sedimenten los sólidos producidos en las reacciones.
3. Ocurrida la sedimentación, se procede a descargar el reactor mediante dos válvulas que se encuentran en la parte inferior del tanque. La válvula superior es para descargar la solución clarificada; la inferior, para descargar el sedimento. La solución descargada del reactor pasa a una unidad de filtración por gravedad, donde el sedimento (hidróxidos) es filtrado y separado de lo líquido. El líquido filtrado pasa a almacenarse temporalmente en el tanque de filtrado para proceder a aplicar el tratamiento final.
4. El tratamiento final se inicia enviando la solución del tanque de filtrado a la unidad de tratamiento electrolítico donde ocurre la flotación de los metales que aún quedan suspendidos; de ahí pasa a unos microfiltros que remueven los sólidos aún remanentes en la solución, luego pasan a la cámara de carbón activado, donde es removido el material orgánico que puede contener la solución, y después van a la cámara de resina para la retención de mercurio.
5. Con esto finaliza el proceso de tratamiento y el agua es enviada a un tanque de almacenamiento de agua tratada, a la cual se le realizan los análisis químicos

correspondientes para ver si cumplen las normas legales para el desecho de aguas residuales. Si cumple, es descargada al alcantarillado; si no, se retorna al reactor para aplicarle de nuevo el tratamiento.

Procedimiento para operar la planta

Tratamiento de aguas residuales ácidas (línea del cromo)

Preparación y confirmación antes de iniciar la operación

Preparación de los químicos

1. Se asegura que los siguientes químicos estén listos: 24 litros de NaHSO_3 y NaOH ; 14 litros de H_2SO_4 , PAC, reactivo MHG y floculante.
2. Se limpia bien el tanque de reacción antes de iniciar la operación.

Calibración de pH, ORP y temporizadores

Consulte el manual de instrucciones para el pH, ORP y temporizadores adjunto en el instructivo propio de la casa matriz.

Iniciación de la operación

1. Encendido de la planta (potencia).
2. Se coloca el interruptor principal del panel de control en *On*, con esto se enciende el bombillo (amarillo) indicador de encendido.

Procedimiento

1. Se abre la válvula de suministro de agua del reactor (capacidad 100 litros), para llenarlo con una cantidad de agua para dilución de 65 litros. Terminado el proceso, se cierra.
2. Se presiona el *On* de la bomba de agua residual ácida (el interruptor es un botón *On-Off*) para alimentar aproximadamente 20 litros de agua residual ácida.
3. La bomba de agua residual ácida para cuando el nivel de la solución en el reactor alcance el nivel alto o bajo.
4. Operación automática de la línea de tratamiento de aguas residuales ácidas.
5. Se enciende el botón de trabajo automático para aguas residuales ácidas. El agitador se enciende cuando el botón de operación automática de la línea ácida es presionado.
6. Las bombas de H_2SO_4 y NaOH operan sincronizadamente con el sensor de pH para ajustar el valor entre 2,5 y 3,0. Este es el valor de pH más adecuado para la reducción del cromo. Si el valor del pH es más alto que este valor, el potencial de reducción disminuye; si es más bajo, el agente reductor es descompuesto y se puede generar una gran cantidad de dióxido de azufre.

7. Cuando el valor del pH del agua residual alcanza entre 2,5 y 3,0, la bomba de NaHSO_3 inicia su operación y, por sincronización con el sensor de ORP, el NaHSO_3 es adicionado hasta que el voltaje de ORP de la solución tratada es 300 mV. Durante este tiempo, el valor del pH cambia y, por tanto, el NaOH y H_2SO_4 se adicionan manteniendo el valor del pH en este rango.
8. Cuando el voltaje en el sensor ORP alcanza un valor de 300 mV, se suspende la adición de NaOH y H_2SO_4 . En este momento se inicia un tiempo (T2), después del cual se suspende completamente la adición de NaHSO_3 (cuando el voltaje excede 300 mV dentro del tiempo (T2), se adiciona NaHSO_3).
9. Después que el tiempo fijo (T2) ha pasado, se adiciona el MHG por un tiempo fijo (T3) con una bomba de MHG de operación cronometrada.
10. Cuando la bomba de MHG se detiene, la bomba de PAC es operada después de un tiempo fijo (T4) y el PAC es adicionado por un tiempo fijo (T5).
11. Cuando ha pasado un tiempo fijo (T6) después de completada la adición de PAC, operan las bombas de NaOH y H_2SO_4 y, por sincronización con el medidor de pH, el valor del pH de la solución tratada es ajustado entre 9,0 y 9,5.
12. Cuando ha pasado un tiempo fijo (T7), después de ajustado el valor del pH, se adiciona coagulante por un tiempo fijo (T8) por operación cronometrada de la bomba de coagulante.
13. Cuando ha pasado un tiempo fijo (T9) después de adicionado el coagulante, se enciende un bombillo que indica el final de la reacción.
14. Confirmado que el bombillo indicador de tratamiento completo está encendido, se presiona el *Off* del botón de la línea de tratamiento para aguas residuales ácidas.
15. Después de cierto tiempo, las sustancias producidas por las reacciones se precipitan en el reactor.
16. Se abre la válvula de salida superior del reactor y se desaloja el líquido sobrenadante directamente en el tanque de filtrado. Luego, se abre la válvula de salida inferior del reactor para descargar la mezcla en el filtro (se abre la válvula tan suavemente como sea posible, y si la solución llegara a rebosar el tanque de filtración, entonces se descarga la solución en varios baches).
17. Cuando el filtro Cloth esté seco, se saca del tanque de filtración y se tira el lodo (o precipitado) formado fuera del tanque de filtración.

Fin de la operación

1. Se pone en *Off* los interruptores de cada equipo.
2. Se pone en *Off* el interruptor principal.
3. Se cierran las válvulas superior e inferior del reactor.
4. Se abre la válvula de suministro de agua y se llena con agua por encima de los electrodos de pH y ORP.

Tratamiento de aguas residuales alcalinas (línea del cianuro)

Preparación y confirmación antes de iniciar la operación

Preparación de los químicos

1. Se asegura que los siguientes químicos estén listos: 24 litros de NaOCl y NaOH, 14 litros de H_2SO_4 , PAC y floculante.
2. Se limpia bien el tanque de reacción antes de iniciar la operación.

Calibración de pH, ORP y temporizadores

Consulte el manual de instrucciones para el pH, ORP y temporizadores adjunto en el instructivo propio de la casa matriz.

Iniciación de la operación

1. Encendido de la planta (potencia).
2. Se coloca el interruptor principal del panel de control en *On*, con esto se enciende el bombillo (amarillo) indicador de encendido.

Procedimiento

1. Se abre la válvula de suministro de agua del reactor (capacidad 100 litros) para llenarlo con una cantidad de agua para dilución de 65 litros. Se cierra la válvula.
2. Se presiona el *On* de la bomba de agua residual alcalina (el interruptor es un botón *On-Off*) para alimentar aproximadamente 20 litros de agua residual alcalina.
3. La bomba de agua residual alcalina se detendrá cuando el nivel de la solución en el tanque de agua residual alcalina alcance el apropiado en el reactor.
4. Operación automática de la línea de tratamiento de aguas residuales alcalinas.
5. Se enciende el botón de trabajo automático para aguas residuales alcalinas.
6. El agitador se enciende al presionar el botón de operación automática de la línea alcalina.
7. *Primera descomposición del cianuro.* Las bombas de NaOH y H_2SO_4 operan sincronizadamente con el sensor de pH, para ajustar el valor del pH del agua residual entre 10,5 y 11.
8. Cuando el valor del pH del agua residual alcanza entre 10,5 y 11,0, la bomba de NaOCl inicia su operación y, por sincronización con el sensor de ORP, el NaOCl es adicionado hasta que el voltaje de ORP de la solución tratada llega a ser 300 mV. De ahí en adelante, la primera descomposición del cianuro toma lugar en un tiempo fijo (T10).
9. Cuando el voltaje en el sensor ORP alcanza un valor de 300 mV, se suspende la adición de NaOCl.

10. *Segunda descomposición del cianuro.* Después de pasado un tiempo fijo para la primera descomposición del cianuro (T10), la bomba de H_2SO_4 opera y, por sincronización con el sensor de pH, el valor del pH del agua residual es ajustado entre 9,0 y 9,5. Después se inicia la bomba de NaOCl y, por sincronización con el sensor de ORP, se adiciona el NaOCl hasta que el voltaje del OPR de la solución tratada llega a 650 mV.
11. Cuando el voltaje del ORP llega a 650 mV, se suspende la adición de NaOCl.
12. La bomba de PAC es operada después de un tiempo fijo (T4) y el PAC es adicionado por un tiempo fijo (T5).
13. Después de la adición de PAC, se encienden las bombas de NaOH y H_2SO_4 y, por sincronización con el sensor de pH, el valor del pH de la solución tratada es ajustado entre 9,0 y 9,5.
14. Cuando ha pasado un tiempo fijo (T7) después de ajustado el valor del pH, se adiciona coagulante durante un tiempo fijo (T8) por operación cronometrada de la bomba de coagulante.
15. Cuando ha pasado un tiempo fijo (T9) después de adicionado el coagulante, se enciende un bombillo que indica la terminación del tratamiento.
16. Se presiona el *Off* del botón de la línea de tratamiento para aguas residuales alcalinas.
17. Después de cierto tiempo, las sustancias producidas por las reacciones se precipitan en el reactor.
18. Se abre la válvula superior de evacuación del reactor y se desaloja el líquido claro directamente hacia el tanque de filtrado. Luego, se abre la válvula inferior de evacuación del reactor para cargar la mezcla en el filtro (se abre la válvula tan suavemente como sea posible, y si la solución llegara a rebosar el tanque de filtración, entonces se descarga la solución en varios baches).
19. Cuando el filtro Cloth esté seco, se saca del tanque de filtración y se tira el lodo (o precipitado) formado, fuera del tanque de filtración.

Fín de la operación

1. Se pone en *Off* los interruptores de cada equipo.
2. Se pone en *Off* el interruptor principal.
3. Se cierran las válvulas superior e inferior del reactor.
4. Se abre la válvula de suministro de agua y se llena con agua por encima de los electrodos de pH y ORP.

Tratamiento final

Preparación y confirmación antes de iniciar la operación.

Preparación de los químicos

1. Se asegura de que 24 litros de floculante estén listos.
2. Se asegura que las válvulas de desagüe del flotador electrolítico estén cerradas.
3. Se llena cada celda del flotador electrolítico con agua antes de iniciar la operación.
4. Después se adicionan 10 g de sal (concentración: 1 g/L) para mantener la conductividad eléctrica de la solución.
5. Se asegura que la válvula para aire de agitación esté abierta.

Iniciación de la operación

1. Encendido de la planta (potencia).
2. Se coloca el interruptor principal del panel de control en *On*, con esto se enciende el bombillo (amarillo) indicador de encendido.

Procedimiento

1. Se presiona el interruptor del tratamiento final. Entonces, el rectificador del flotador electrolítico, la pala eliminadora de espuma y la operación se inician de golpe después de un ciclo de alimentación (T11).
2. Después de pasado este tiempo (T11), la bomba de alimentación y la bomba de floculante inician su operación.
3. Se abren las válvulas de purga de aire de la cámara de carbón activado y la cámara de mercurio para purgar el aire. Se cierran de nuevo.
4. La bomba de alimentación, la bomba del floculante y el rectificador del tanque de electrólisis se colocan en *Off* cuando el nivel en el tanque de agua tratada asciende al límite superior, o cuando el nivel en el tanque de filtración alcanza el límite inferior.
5. Después de (T12), el rectificador del tanque flotador y el desespumador se detienen de golpe.
6. Cuando el nivel de filtrado en el tanque de filtrado llega a el límite inferior, se detiene la bomba de alimento. La electrólisis es colocada en *Off* y el sistema entero de tratamiento final se detiene automáticamente.
7. Si el resultado del análisis en el tanque de agua tratada muestra que la solución está dentro de las especificaciones de la normatividad nacional, entonces se abre la válvula de descarga para descargar el agua tratada.
8. Si el agua tratada ha sido devuelta al tanque de reacción, se coloca en *On* la bomba de retorno manualmente.
9. La bomba de retorno es colocada en *Off* cuando el nivel en el tanque de agua tratada alcanza el límite inferior o cuando el nivel en el reactor llega al límite superior.

Fin de la operación

1. Se pone en *Off* los interruptores de cada equipo.
2. Se pone en *Off* el interruptor principal.

Estándar de control

Cantidad de químicos a ser adicionados

Reducción del cromo

En la siguiente tabla se muestran las condiciones de operación para el tratamiento ácido.

Reactivos	Escala bomba	Tiempo (minutos)	Cantidad (L/ciclo)
NaOH (10%)	3	Operación <i>On-Off</i> con los sensores de pH y ORP	
H ₂ SO ₄ (10%)	3		
NaHSO ₃ (10%)	3	-	2,5-3,7
PAC	6	2	0,16
MHG (20 g/L)	7	5	0,5
Coagulante	8	1	0,11

Reducción del cianuro

En la siguiente tabla se muestran las condiciones de operación para el tratamiento alcalino.

Reactivos	Escala bomba	Tiempo (minutos)	Cantidad (L/ciclo)
NaOH (10%)	3	Operación <i>On-Off</i> con los sensores de pH y ORP	
H ₂ SO ₄ (10%)	3		
NaOCl (12%)	3	-	1,5
PAC	6	2	0,16
MHG (20 g/L)	7	-	0,5
Coagulante	8	1	0,11

Flotador electrolítico

En la siguiente tabla se observan las condiciones de operación para el tratamiento final.

Reactivos	Escala bomba	Cantidad (L/ciclo)
Floculante	2	4,8
NaCl	-	10 g

Corriente eléctrica

A continuación se muestran los parámetros eléctricos de la operación.

Rectificador	Capacidad	Amperaje
Celda electrólisis	10 V x 2 A	1-2
Flotador	10 V x 2 A	1-2

Las tablas de reducción del cromo, del cianuro y flotador electrolítico se basan en el tratamiento de 100 litros de solución por ciclo.

Valor del pH

Reducción del cromo. Valor del pH ajustado

- Durante la reducción de cromo, pH 2,5 - 3,0
- Durante la neutralización, pH 9,0 - 9,5

Descomposición del cianuro

- Durante la primera descomposición del cianuro, pH 10,5-11.
- Durante la segunda descomposición del cianuro, pH 9,0-9,5.
- Durante la neutralización, pH 9,0-9,5.

Valor del ORP

Reducción del cromo

- 300 mV.

Descomposición del cianuro

- Durante la primera descomposición del cianuro, 300 mV.
- Durante la segunda descomposición del cianuro, 650 mV.

Velocidad del flujo

La velocidad de flujo en el proceso de tratamiento final 0,85 L/min.

Tiempos fijos para las válvulas escala de pH y ORP

T-1		5 seg
T-2	Tiempo de reacción para reducción de cobre	10 min
T-3	Tiempo de adición de MHG	5 min
T-4	Tiempo de reacción del MHG	25 min
	(Tiempo de reacción para la segunda descomposición del cianuro CN)	
T-5	Tiempo de adición de PAC	2 min

Continúa

Continuación

T-6	Tiempo de reacción del PAC	10 min
T-7	Tiempo para la reacción de neutralización	10 min
T-8	Tiempo para la adición de floculante	1 min
T-9	Tiempo de finalización de la reacción	5 min
T-10	Tiempo para la primera reacción de descomposición del CN	10 min
T-11	Tiempo de inicio de alimentación	3 min
T-12	Tiempo de parada de electrólisis	30 min

Precauciones durante la operación

1. Se verifica la cantidad de químicos que hay en los tanques de almacenamiento.
2. Se asegura que no haya fuga en ninguna parte del equipo.
3. Se verifica tiempo a tiempo la cantidad de agua a ser tratada y la cantidad de reactivos adicionados.
4. Se debe evitar la operación de bombas y agitadores durante la carga.
5. En caso que la acidez del agua residual sea alta, se ajusta al rango de pH >1 antes de alimentarla dentro del equipo (en la fuente o en el tanque reservorio de agua residual, etc.).
6. Se verifica tiempo a tiempo el valor de la comente del rectificador y se ajusta.
7. El voltaje se alcanza gradualmente. Cuando este sobrepasa el voltaje considerado del rectificador, se limpian o se remplazan los ánodos de aluminio.
8. Nunca se tocan los electrodos o electrolitos durante la operación de los aparatos de electrólisis.
9. En caso de reducción de cromo, esta reacción es exotérmica. Así se diluye el agua residual reservada para mantener la temperatura especificada (el control estándar es cerca a 50 °C).
10. Se debe asegurar la protección de ojos con gafas y manos con guantes de goma, cuando se manipula y mezcla los reactivos.
11. Cuando se detecta un cortocircuito, se apaga el interruptor principal de encendido y se busca la causa. Después, se resume la operación.
12. Se debe asegurar de pulsar *Reset* en el interruptor.
13. Cuando suena una alarma fuera o durante la operación, el tanque de filtrado está lleno. Si es así, se presiona el botón para la operación de tratamiento final automático para tratar el filtrado.
14. El agitador en el reactor puede no girar si los electrodos no tienen un nivel de solución a tratar que logre sumergirlos.
15. El sistema de tratamiento final puede no ser operado si no hay solución en el tanque de filtrado.

Alarmas

El equipo emite las siguientes alarmas:

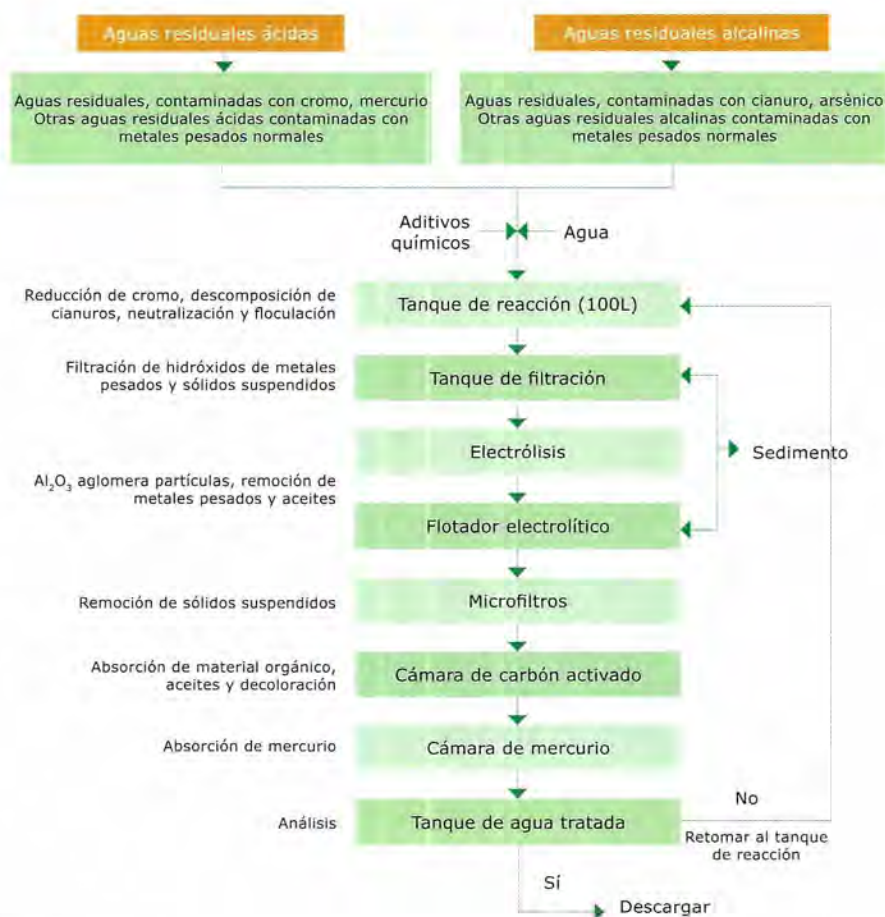
- Cuando el valor del pH en el reactor es anormal después de la descomposición del cromo y del cianuro. En este caso, se ajusta manualmente el valor del pH entre 7,5 y 9,5.
- Cuando el tanque de filtración está lleno. En este caso, se enciende la bomba de alimentación al tanque de electrólisis y se hace el tratamiento final.

Puntos de mantenimiento

- Se limpian y ajustan periódicamente los sensores de pH y ORP.
- Se limpia periódicamente la válvula de alimentación en el lado de la succión de la bomba de reactivos.
- Es necesario remplazar continuamente el microfiltro y el filtro Cloth.

Protocolo

En el siguiente cuadro de flujo se observa el protocolo de operación de la planta de tratamiento de aguas residuales del laboratorio.



Resultados

Reporte de prueba

Tratamiento descomposición de cianuro por oxidación con H_2O_2

- Cianuro libre inicial = 1219 mg/L
- Cianuro total inicial = 1400 mg/L
- % H_2O_2 en solución = 34,8%
- Volumen de muestra = 200 mL
- Cianuro libre final tratamiento con peróxido = < 1 ppm CN^-
- % Remoción CN libre = 99,9%
- Cianuro total final. Tratamiento con peróxido = 18 ppm CN^-
- % Remoción CN total final. Tratamiento con peróxido = 98,7%
- Cianuro total final tratamiento con peróxido-floculación = 0,74 ppm CN^-
- % Remoción CN total final tratamiento con peróxido-floculación = 99,95%

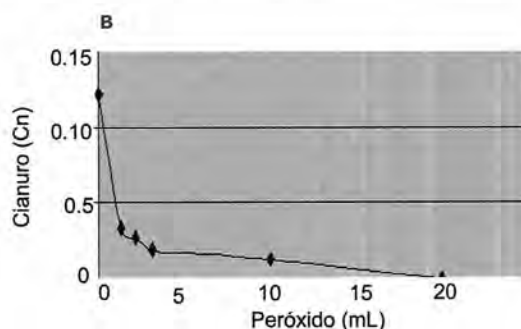
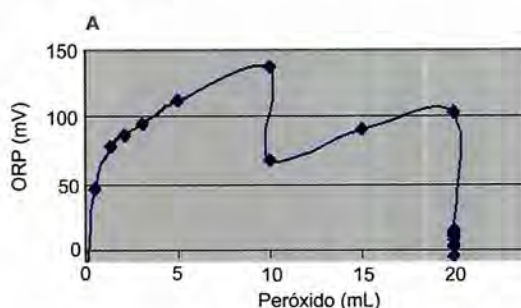
La siguiente tabla muestra el seguimiento de la prueba.

Minutos	pH (Und)	ORP (mV)	H_2O_2 (ml)	CN Libre g/L	Observaciones
0	11,98	-29	0,00	1,22	
1	11,31	46	0,50		
4	11,70	77	1,30	0,33	10 ml de muestra
10	10,45	86	2,10	0,27	10 ml de muestra
15	10,25	94	3,10	0,18	10 ml de muestra
21	9,92	112	5,00		
25	9,48	137	10,00	0,13	10 ml de muestra
29	10,40	68	10,00		Adición NaOH 0,1N
35	10,13	90	15,00		10 ml de muestra
40	9,89	103	20,00	0,00	10 ml de muestra
45	9,87	15	20,00		
55	9,86	15	20,00		
65	9,86	14	20,00		
75	9,84	12	20,00		
85	9,83	11	20,00		
95	9,82	8	20,00		
165	9,80	4	20,00		
180	9,80	3	20,00		
240	9,85	-5	20,00		50 ml de muestra

- De 20 ml H_2O_2 , se consumió 34,8%, equivalente a 7 g de peróxido para 200 ml de muestra. Entonces, se necesitan 34,8 g de peróxido para tratar un litro de muestra.
- Se utilizaron 10 ml de NaOH (1N), equivalentes a 0,2 g por litro.
- El tratamiento se realizó con una agitación fuerte. También se utilizó 1,1 ml de ácido sulfúrico (1+5) en el tratamiento; por tanto, se necesita 1 ml de ácido sulfúrico concentrado para tratar 1 litro.

La figura A presenta el seguimiento del ORP en el tratamiento de descomposición de cianuro con peróxido de hidrógeno.

La figura B presenta la descomposición de cianuro con respecto a la concentración de H_2O_2 .



Introducción

La espectrometría secuencial de plasma, es uno de los últimos avances de la investigación óptica. Se presenta como un instrumento de medida que ofrece mayor sensibilidad, rapidez y versatilidad para la determinación secuencial o simultánea de varios elementos en una misma muestra o solución comparada frente a la espectrofotometría de absorción atómica.

Su utilización requiere también del ajuste de condiciones de operación y adecuación de parámetros para cada elemento a determinar. Los límites de sensibilidad o límites de detección son muy bajos. Este equipo presenta una muy buena sensibilidad para la cuantificación de estos elementos y se muestra como una gran herramienta instrumental en la cuantificación de elementos altamente contaminantes.

El análisis de emisión espectral ICP (Inductively Coupled Plasma) es un método de emisión espectral que tiene como fuente luminosa el plasma de acoplamiento inductivo de alta frecuencia. Consiste en calentar la muestra a alta temperatura, medir la longitud de onda emitida de los átomos contenidos en la muestra para identificar el elemento y obtener su concentración a partir de la intensidad de luz emitida en una longitud de onda determinada.

El ICP es un plasma de argón que se forma por la interacción de un campo de radio frecuencia. El gas argón ionizado con temperaturas entre 5500 y 8000 °K, alcanza temperaturas hasta 10.000 °K. Estas temperaturas permiten una atomización completa de los elementos.

Fuente de excitación ICP

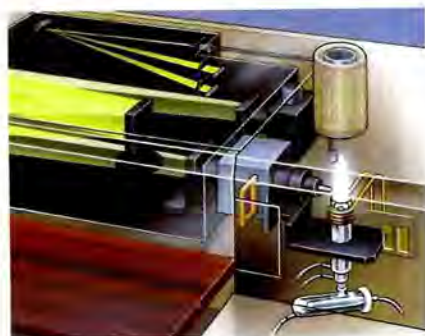
Es la fuente de excitación más empleada actualmente en el método de emisión espectral para las muestras en solución y se llama ICP, que son las siglas de las palabras inglesas de Inductively Coupled Plasma.

ICP significa el plasma encendido sobre la antorcha (tubo de descarga) por un acoplamiento inductivo de alta frecuencia.

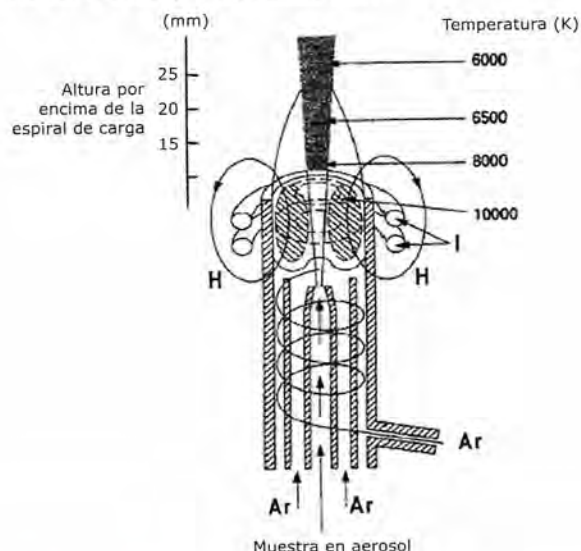
Para el encendido del plasma se necesitan la antorcha de plasma, fuente de energía eléctrica de alta frecuencia, acople y espiral de alta frecuencia.

Se emplean normalmente las ondas de alta frecuencia de 27,12 MHz, con la potencia máxima de 2,5 KW y como fuente de alta frecuencia, se emplea generalmente el oscilador de cuarzo del que se obtienen ondas de alta frecuencia estables.

En la figura siguiente se aprecia el sistema óptico del equipo de plasma en operación.



La figura siguiente muestra las diferentes regiones de temperatura alcanzadas en una descarga de plasma ICP.



Aplicación

Su aplicación se enfoca hacia la caracterización de muestras líquidas de material geológico, ambiental e industrial entre otros.

Ventajas

1. Detecta cualitativa y cuantitativamente cerca de 72 elementos.
2. Presenta límites de detección de ng/mL para casi todos los elementos.
3. Ofrece mayor sensibilidad, rapidez y precisión analítica.
4. Se requieren pocas diluciones.
5. Rango lineal de trabajo de 4 a 5 órdenes de magnitud.
6. Determinación de elementos trazas y elementos mayores sobre la misma solución.
7. Determinación secuencial de varios elementos en una misma solución.
8. Para los metales, los elementos de tierras raras y elementos como el aluminio, el vanadio, el wolframio, el fósforo y el azufre que presentan un límite de detección no muy bueno en la absorción atómica, puede obtenerse buen límite de detección.
9. El estado del plasma de ICP, es bastante estable y bajo una condición adecuada, de una iluminación continua de 4-5 horas, se obtiene la estabilidad del 1-2%.
10. La autoabsorción es poca, el área recta de la curva de calibración alcanza a 5-6 dígitos y es bastante amplio el rango dinámico.
11. Con una misma condición se pueden excitar múltiples elementos y es posible la determinación simultánea de muchos elementos de componente principal, componentes medios y componentes trazas.
12. Casi no existen interferencias químicas ni iónicas entre elementos.
13. El plasma presenta alta temperatura y la muestra entra en el hueco en forma de rosquilla y permanece dentro, un tiempo relativamente largo.
14. El gas empleado es argón inactivo, es seguro sin peligro de explosión.

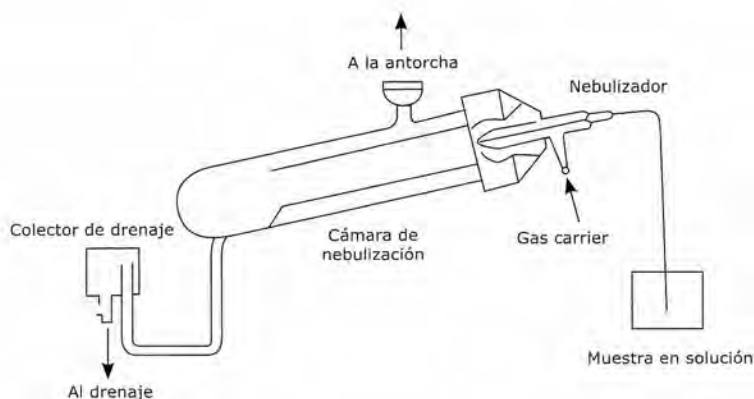
Sección de introducción de muestras

En el caso de ICP, la sección de introducción de muestras consiste básicamente en un nebulizador que nebuliza la solución convirtiéndola en gotas diminutas y una cámara de nebulización donde se selecciona el tamaño de las gotas de la solución nebulizada y se introducen sólo las gotas refinadas en la sección de espectrómetro.

El nebulizador aspira y nebuliza la solución de muestra, según el principio de nebulización, y la cantidad nebulizada es de 0,5-2 mL/min.

La boquilla del nebulizador es muy estrecha (menos de 0,5 mm) y puede quedarse fácilmente atascada por un poco de suspendidos, por lo que hay que tener cuidado, impide la medición correcta.

A continuación se muestra un ejemplo de la sección de introducción de muestras.



El nebulizador aspira y nebuliza la solución de muestra, según el principio de nebulización. La cantidad nebulizada es de 0,5-2,0 ml/min.

La boquilla del nebulizador es muy estrecha (menos de 0,5 mm) y puede quedarse fácilmente atascada por un poco de suspendidos, por lo que hay que tener cuidado ya que esto impide la correcta medición.

Equipos

Espectrómetro secuencial de plasma (figura 14.1). El equipo consta de las siguientes partes:

- Generador de radio frecuencia 27,12 MHz.
- Automuestreador con capacidad para 50 muestras.
- Antorcha de plasma de cuarzo.
- Cámara vaporizadora de doble paso.
- Nebulizador tipo coaxial.
- Espectrómetro de 1 metro.



Figura 14.1. Espectrómetro marca Shimadzu, modelo ICP-AES 1000 IV

- Doble red de dispersión, montaje Czerny Turner.
- Sistema de Detección.
- Tubo fotomultiplicador.

Reactivos

Soluciones de ácido nítrico (HNO_3); soluciones de ácido clorhídrico (HCl); ácido clorhídrico (HCl , 1:1); soluciones patrón de cada elemento a determinar: Fe, Cu, Pb, Au, Ag, Zn, con una concentración de 1000 ppm, y serie de soluciones de cada elemento a determinar para realizar la curva de calibración de acuerdo al rango seleccionado.

Vidriería e insumos

Vasos de precipitados de 30 mL; pipetas aforadas; balones volumétricos de 25, 50 o 100 mL; frasco lavador, y papel de filtro Advantec 5B.

Procedimiento

1. Si se inician labores en el equipo, se debe prender con antelación para estabilizar el sistema. Se oprime el botón bomba *on* que aparece al frente de la bomba peristáltica.
2. Se deja equilibrar la temperatura a 38 °C, las condiciones de vacío del equipo y se verifican las condiciones de seguridad, luego se inicia el procedimiento de rutina (figura 14.2a).
3. Para prender el equipo eléctricamente, se sigue la numeración consecutiva que aparece en cada una de las partes que conforman el equipo y para apagarlo se realiza la operación siguiendo el orden anterior pero de atrás para adelante.
4. Cuando este prendido el equipo incluyendo la antorcha, se confirma si los seis botones o sistemas de seguridad del generador de radio frecuencia están prendidos. Si todo esta funcionando bien, aparece la luz verde encendida en cada uno de ellos. Estos mismos controles se aprecian desde la pantalla con descriptores gráficos, la no activación se representa con un gráfico en rojo (figura 14.2b).
5. Cuando haya encendido la antorcha, se confirma que por el capilar por donde se absorbe la muestra, este circulando libremente agua completamente limpia, hacia el nebulizador y al pasar a la cámara vaporizadora, se forme una nube bien definida de neblina.
6. Con las soluciones ya listas para leer, envasadas en vasos de 30 mL y preparadas las soluciones de la curva de calibración, se ubican las soluciones patrón en los primeros lugares del automuestreador en concentraciones de menor a mayor y luego se siguen ubicando las muestras en el automuestreador hasta completar los espacios disponibles.

7. Se ingresa la información de las muestras como: código, factor de dilución, elementos a determinar, y tipo de análisis a realizar (figura 14.2c).
8. Para conseguir información adicional sobre la concentración, estado de estabilidad, selección de longitud de onda y respuesta de las muestras, se realiza inicialmente un análisis cualitativo (figura 14.2d).
9. Para iniciar el análisis cualitativo, se selecciona cada uno de los elementos a determinar en la tabla periódica (figura 14.2e). El elemento seleccionado queda



Figura 14.2. a. Confirmación condiciones seguras de operación del equipo. b. Confirmación encendido de la antorcha y activación control de flujo de gas en las bombas. c. Ingreso de la información de las muestras al sistema. d. Selección del tipo de análisis a realizar, en este caso análisis cualitativo. e. Selección de elementos. f. Verificación de longitudes y posiciones en el automuestreador.

activado en color rojo en la tabla. Se seleccionan las tres mejores longitudes de onda para cada elemento y se verifica la información de las posiciones de las muestras (figura 14.2f).

10. Se registra la información que genera el análisis cualitativo (valor de atenuador o ATT, Back Ground), se selecciona y se registra la mejor longitud de onda para cada elemento (figura 14.3a).

Nota. Una vez realizado el análisis cualitativo no se puede apagar la antorcha para luego analizar los resultados porque la información procesada se pierde, se borra automáticamente. El sistema guarda en memoria únicamente la señal del patrón que se tomó como pico de referencia.

11. Con la información obtenida en el análisis cualitativo, se procede a realizar el análisis cuantitativo. En esta etapa es necesario haber programado el equipo dejando el sistema de la antorcha prendido hasta que se terminen de leer todas las muestras. Finalmente se procesa la información necesaria (figura 14.3b).
12. Nuevamente, se confirma la información inicial sobre la muestra, se verifican los elementos a analizar y se alimenta la base de datos con la información generada en el análisis cualitativo (figura 14.3c).
13. También se puede programar el sistema si se decide cancelar el análisis de un elemento (figura 14.3d).
14. Finalizado el análisis cuantitativo. Lectura de los estándares y de cada una de las muestras, se imprimen las diferentes curvas de calibración para cada uno de los elementos programados en el análisis (figura 14.3e).
15. Con la información de intensidad y concentración para cada muestra leída, se realizan los cálculos correspondientes y se genera el reporte de resultados.
16. Las curvas de calibración y el registro de datos incluyen la información estadística de las muestras como son: coeficiente de correlación, pendiente, intercepto y otros (figura 14.3f).

Nota. Después de prender el equipo se recomienda estabilizar el sistema eléctrico y esperar de 15 a 20 minutos. Una vez prendida la antorcha se deja encendida por cinco minutos antes de realizar el paso siguiente de calibración.

La falta de la nube de vapor, indica que puede estar obstruido el capilar o en su defecto, el nebulizador ha recibido una carga fuerte de sales que lo han obstruido lo cual se nota porque en la parte inferior del capilar que está sumergido en la solución acuosa comienza a burbujear el gas de arrastre hacia la superficie de la solución acuosa o agua de lavado del capilar.

Es importante que en el momento de ajustar la antorcha esta quede centrada con respecto al serpentín de cobre sin tocar ninguno de sus límites para garantizarle mayor tiempo de vida útil. La altura debe estar confirmada con la medida estándar de la reglilla metálica.

Se debe revisar el nivel del agua del burbujeador de gas de carga y el nivel del agua de la manguera en forma de U que esta conectada al final de la cámara vaporizadora, el cual debe estar hasta el nivel indicado. Esto garantiza que el gas circulante al sistema pase humedecido.

Se confirma la entrada de gas argón al sistema de tubería del equipo desde el manómetro de la pared y la entrada del mismo gas por el manómetro que está en la parte posterior del espectrómetro ($3,5 \text{ kg/cm}^2$).

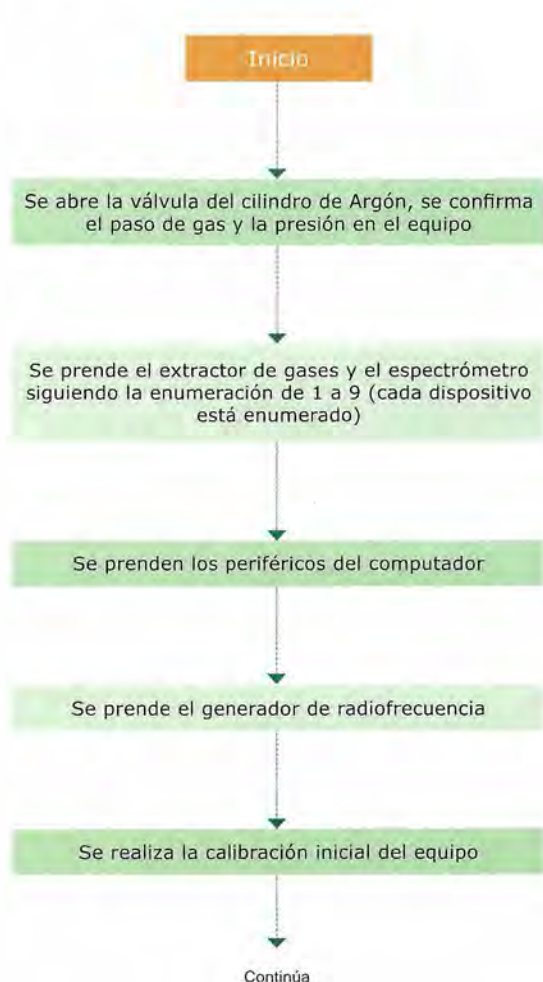


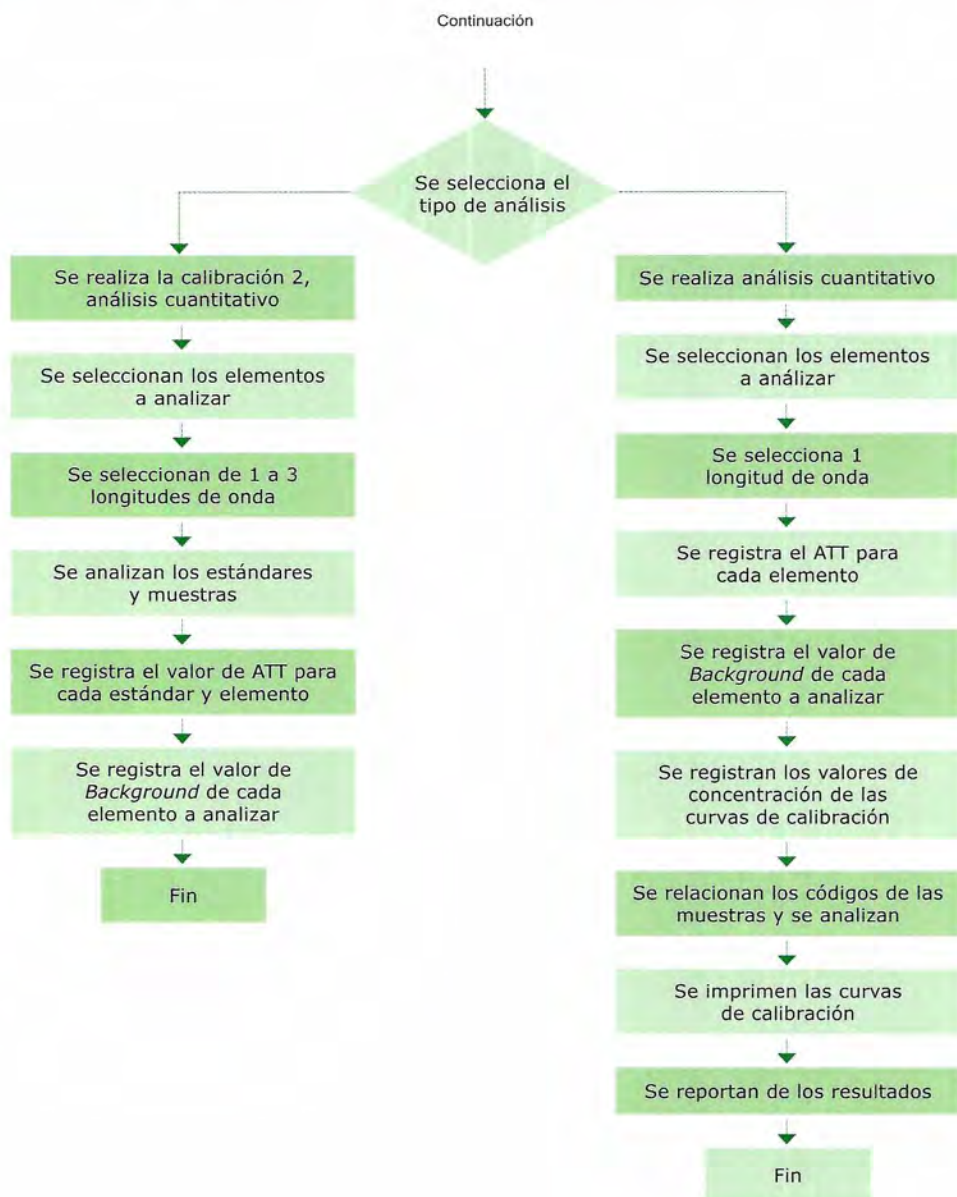
Figura 14.3. a. Muestra de las tres mejores longitudes de onda de un elemento. b. Selección del tipo de análisis a realizar: análisis cuantitativo. c. Verificación de elementos. d. Cancelación de un elemento. e. Registro de las diferentes curvas de calibración para cada elemento analizado. f. Registro de la curva de calibración para un elemento específico.

Se revisa el nivel del agua del vaso y la calidad del agua donde está sumergido el capilar del automuestreador, si está baja, se llena hasta que se rebose y prenda la bomba peristáltica para que automáticamente se controle esta labor (siempre y cuando no se descuide el nivel del frasco del contenedor de la bomba peristáltica que está debajo de la mesa del equipo, el cual se debe alimentar frecuentemente).

Protocolo

A continuación se muestra el protocolo para el proceso de cuantificación elemental en el espectrómetro de emisión.





Metalurgia



1

Preparación de la muestra en el laboratorio de metalurgia

La muestra

La cantidad y conformación de las muestras que llegan al laboratorio de metalurgia de Ingeominas están determinadas por su origen. Por ejemplo, si vienen de un muestreo de frente de exploración o explotación, en cuyo caso entran como bloques y partículas de distintos tamaños no mayores de 10 cm de longitud característica y en cantidades variadas (figura 1.1a) o si provienen de una operación metalúrgica con distribuciones de tamaño tipo arena o más fino (figura 1.1b).

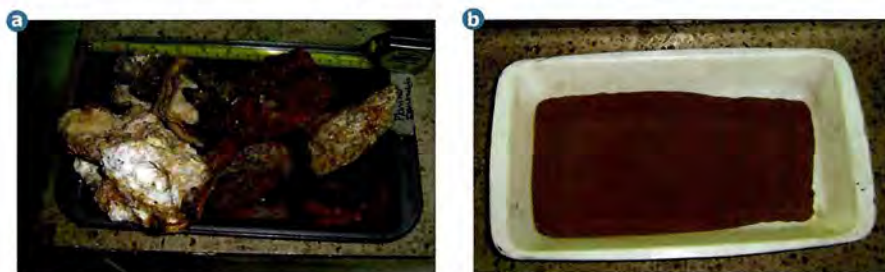


Figura 1.1. Tipo de muestras que llegan al laboratorio: **a.** De frente. **b.** De una operación metalúrgica.

Si el interés en la muestra consiste en un estudio de laboratorio completo de caracterización química, mineralógica y metalúrgica, la cantidad disponible no debe ser menor de 15 kg. Si el interés está en análisis químicos o mineralógicos, generalmente la muestra se acepta a partir de 500 g.

La representatividad de la muestra

La representatividad de una muestra de un lote de material es función de la cantidad y la forma en que se tome. La cantidad que debe tomarse depende de la distribución de tamaño de partícula que posea el lote: cuanto mayor sea el tamaño promedio de la partícula del lote, mayor debe ser la cantidad tomada de la muestra.

Se debe tener especial cuidado en el caso de la determinación de oro, en razón de su distribución irregular dentro de un material y la tendencia natural a segregarse (acumularse en lugares preferenciales del espacio que ocupa el lote).

La preparación de la muestra

El agregado mineral de estudio se reduce de tamaño para disponerlo a la serie de operaciones y procesos extractivos de prueba, o a los análisis químicos y mineralógicos del caso. La distribución de tamaño de partícula a la que se reduce el material está determinado por el objetivo de la preparación.

Preparación del material para un estudio integral químico, mineralógico y metalúrgico

La idea, en este caso, es reducir de tamaño el material y propiciar una relativa homogeneización de la distribución del tamaño de partícula, por medio de sucesivas reducciones y clasificaciones, a un tamaño tal que se conserven sus características mineralógicas y se pueda someter a cuarteos confiables. Se utiliza la malla de 1,4 mm como malla de clasificación.

Preparación de una muestra para análisis químico

El objetivo en esta preparación es lograr las liberaciones de todos los minerales componentes del agregado, de manera que se dejen expuestos para el ataque químico. La referencia es la malla de 75 micrones.

Equipos e insumos

La figura 1.2 muestra los equipos e insumos utilizados en la preparación de muestras, los cuales se listan a continuación.

Equipos

Balanza; cuarteador, pulverizador de anillos; sistema de secado: mufla de secado, lámparas infrarrojas, secadora de lámparas; trituradoras: de discos y de quijadas.

Otros

Acetatos, bolsas plásticas, bandejas, elementos de protección, manual de operación, palas de mano y tamiz de 1,4 mm.

Procedimiento

Preparación de muestra de material para un estudio integral de caracterización química, mineralógica y metalúrgica. Este material viene de un programa de exploración o explotación del depósito y está compuesto por partículas de tamaño heterogéneo que pueden ir desde varias pulgadas hasta partículas de milímetro o fracciones de milímetro.



Figura 1.2. Equipos para la preparación de muestras: **a.** Balanza. **b.** Cuarteador. **c.** Molino de anillos. **d.** Secador con aire caliente. **e.** Molino de discos. **f.** Trituradora de quijadas.

El objetivo es homogeneizar el material de prueba pulverizando el material a un tamaño que facilite su cuarteo posterior y que no altere las características mineralógicas originales. Los bloques mayores de una pulgada se trituran y pulverizan, mientras se van separando permanentemente las que se hayan reducido a 1,4 mm.

Se procede sometiendo el material a los siguientes procesos:

1. Limpieza de todos los equipos e insumos a utilizar.
2. Registro o reseña.
3. Secado.
4. Pesaje.
5. Trituración en trituradora de quijadas (1,4 pulgadas).
6. Opcional el cuarteo en cuarteador Jonnes grande.
7. Clasificación, tamiz de 1,4 mm (malla 18).

8. Molienda en pulverizador de discos del material menor a 1,4 mm.
9. Clasificación tamiz 1,4 mm (malla 18).
10. Iteración de los pasos 6 y 7 con cierres secuenciales entre los discos.
11. Recolección de producto.
12. Cuarteo.
13. Disposición del material para pruebas y análisis.
14. Pulverización en el pulverizador de anillos (opcional para análisis químico).
15. Material a archivo.
16. Limpieza y recaudo de todos los equipos e insumos utilizados.

Preparación de muestra de material para análisis químico

Dado que el objetivo de esta preparación es facilitar el ataque químico para la disolución de los elementos de interés, se somete el material a una molienda intensa (menor a $75\ \mu\text{m}$) para liberar los minerales unos de otros.

La diferencia con respecto a la preparación general de una muestra está en la etapa de la pulverización fina, que en este caso se lleva a cabo mediante la operación en el pulverizador de anillos. Este se alimenta con no más de 100 gramos de material molido (d_{80} de 1,4 mm o menos) y se deja en sacudimiento no más de 30 segundos, dependiendo de la dureza del material.

Protocolo

Preparación general de una muestra

En la figura 1.3a se indican los pasos a seguir para la preparación general de una muestra.

Preparación de una muestra para análisis químico

Los pasos que deben seguirse para preparar una muestra que va a ser analizada químicamente se muestran en la figura 1.3b.

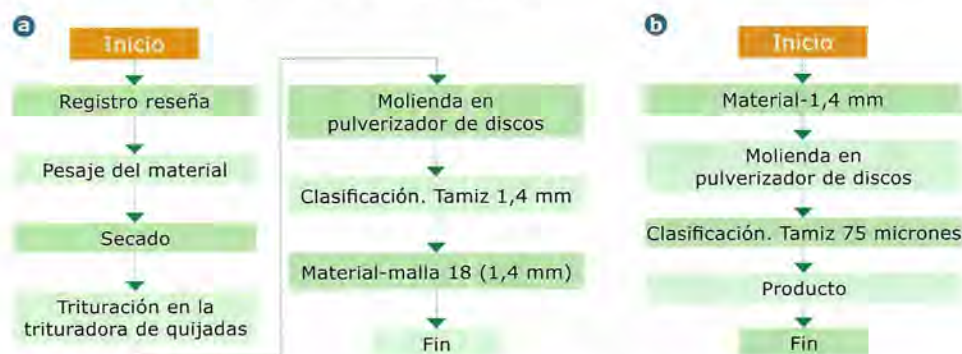


Figura 1.3. Preparación muestras: **a.** General. **b.** Para análisis químico.

Introducción

El molino rotatorio de bolas es un tambor cargado aproximadamente con un 45% de su volumen con medios moledores (bolas de acero en este caso), que son arras-tradas conjuntamente por la superficie de las paredes bajo la acción de la fuerza centrífuga y la fuerza de rotación, a una altura determinada, a partir de la cual se deslizan o caen libremente y muelen el material suministrado por impacto, aplas-tamiento y fricción. El material también se tritura entre la superficie del interior del molino y la del cuerpo moledor, así como entre las superficies de estos.

Dependiendo del tipo de medio moledor, los molinos rotatorios se clasifican en molinos de bolas (figura 2.1), de barras y autógenos cuando el medio moledor es el mismo mineral.

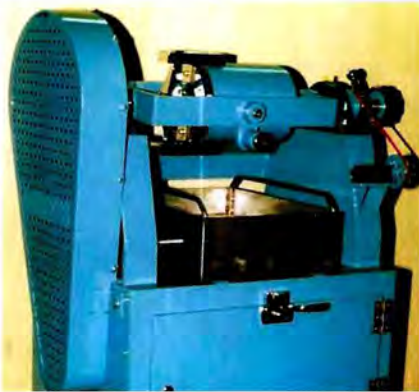


Figura 2.1. Molino de bolas del laboratorio de Ingeominas-Cali.

La molienda se puede realizar por vía húmeda o por vía seca. La molienda aporta el tamaño de grano requerido por las operaciones subsiguientes. Con la molienda se liberan partículas (sulfuros, oro, silicatos, óxidos) o grupos de partículas (asocia-ciones sulfuro-oro, sulfuro-sulfuro, etc) entre sí, fracturando el agregado mineral original, de manera que se comporten según su propia identidad mineralógica en las operaciones de beneficio y extracción.

La caracterización mineralógica aporta la información sobre los tipos de asociaciones mineralógicas propias del material de trabajo y la distribución de tamaños de partícula de las especies minerales y, por consiguiente, los tamaños de liberación de ellas.

Dicha información da indicios de las oportunidades que tiene el material para ser beneficiado por uno u otro medio. Así se dispone del criterio para saber hasta qué grado de molienda se debe llevar el material. Esta es una información crucial en el proceso de beneficio del material, puesto que el tamaño y la liberación de la partícula son variables decisivas que deben manejarse con mucho cuidado para obtener los mejores resultados en las operaciones de beneficio y procesos extractivos. Se debe tener en cuenta que la operación de molienda es costosa; por tanto, es determinante optimizar esta operación unitaria.

A diferencia del molino de laboratorio, un molino industrial de bolas funciona en estado continuo (entrada y salida de material en permanente circulación) y está provisto de una unidad de clasificación del producto con el propósito de que regrese al molino el material que no alcanzó el tamaño exigido.

El molino del laboratorio de Ingeominas, Cali, es un molino de bolas discontinuo (por cochadas), cuya función primordial es acondicionar la distribución de tamaño de partícula de un agregado mineral de acuerdo con la operación metalúrgica que se planea ejecutar. Para este acondicionamiento particular del material, hay que conocer de antemano la respuesta de dicho material a las condiciones del molino del laboratorio a fin de establecer, sobre todo, el tiempo de molienda para alcanzar la distribución de tamaño de partícula buscada. Esto se obtiene con la prueba de moliendabilidad, la cual consiste en someter una carga estandar de material (500 gramos) con una distribución de partícula normalizada (generalmente d_{80} 1,4 mm), a diferentes tiempos de molienda, al cabo de los cuales se hace un análisis granulométrico para conocer el avance y la velocidad de la reducción de tamaño de las partículas. Así se establece un diagrama de distribución de tamaño de partícula *versus* el tiempo para el material en particular y para la condición de distribución de tamaño alimentada (figura 2.2).

Antes de la molienda, se ha triturado el material por los procedimientos de laboratorio descritos. Este material llega con un d_{80} de 1,4 mm. Esta condición garantiza que el material conserva características mineralógicas originales. Este material es la línea base de las pruebas de moliendabilidad y la materia prima de todos los análisis y pruebas que en adelante se hagan en los estudios.

El estudio de variables de molienda, como consumos de potencia, capacidad de producción, velocidad de rotación, carga de cuerpos moledores, carga circulante, densidad de pulpa, no es el objetivo del molino de laboratorio. Estos estudios se llevan a cabo en el molino de bolas de la planta piloto de Ingeominas, Cali.

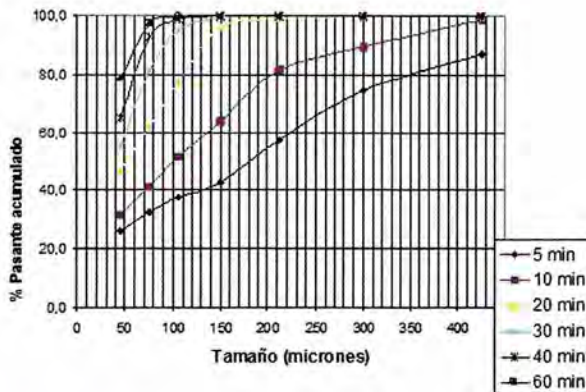


Figura 2.2. Curvas de distribución de tamaño de partícula a distintos tiempos de molienda.

Equipos

Cilindro graduado, unidad de filtración, unidad de secado, balanza y equipo de molienda (figura 2.3).

Insumos

Bolas de acero; elementos auxiliares (vasijas, brocha, frasco dispensador, elementos de aseo), implementos de seguridad (ropa, guantes), malla de un centímetro de apertura y serie de tamices (o analizador láser).

Características del molino de bola

A continuación se describen las distintas partes que conforman el equipo de molienda: 1. Cámara del molino, 2. Tapa del molino, 3. Bandeja colectora, 4. Sistema de ajuste del molino para fijar posición horizontal del molino, 5. Contador de vueltas, 6. Protector y correas de transmisión, 7. Cámara del motor y motor, 8. Interruptor de encendido, y 9. Anclaje.



Figura 2.3. Partes que conforman el molino de bolas del laboratorio de metalurgia de Ingeominas, Cali.

El equipo trabaja con un motor a 110 voltios y tiene las medidas y condiciones de operación descritas en la tabla 2.1.

Tabla 2.1.

Condiciones de operación del molino de bolas del laboratorio de metalurgia de Ingeominas, Cali.

Tipo de variable	Variable	Condición
Diseño del equipo	Longitud del molino	203 mm
	Diámetro interno del molino	152 mm
	Volumen interno del molino	3684 cm ³
Operativa	Velocidad de rotación del molino	86 rpm
	Densidad de pulpa	60%
	Carga del mineral	500 g
	Peso de los cuerpos moledores (bolas de acero)	5 kg
	Distribución de los cuerpos moledores	Diámetro (cm)
		Cantidad
		7,00
		9
		2,00
		18
		2,54
		11
		2,20
		10
		1,90
		13
		1,60
		11
		1,30
		17
		1,10
		54

Procedimiento

1. Se carga el molino con los cuerpos moledores.
2. Se agrega agua.
3. Se tapa el molino.
4. Se rota el molino y se pone horizontalmente.
5. Se asegura la posición horizontal con el anclaje y el tornillo lateral respectivo.
6. Se pone a rotar el molino durante cinco minutos.
7. Se detiene el molino, se desancla y se sitúa en posición vertical.
8. Se destapa el molino.
9. Se sacan las bolas y el agua.
10. Se enjuagan las bolas y el interior del molino para terminar de desalojar los óxidos.
11. Se carga nuevamente la carga de bolas.
12. Se agregan 500 gramos de material a moler.

13. Se agregan el agua, dependiendo de la densidad de pulpa que se busque (generalmente es 60% de sólidos por peso, para lo cual se agregarían 333 mililitros de agua).
14. Se cierra herméticamente el molino.
15. Se lleva a posición horizontal y se fija.
16. Se enciende el motor y se deja girando el tiempo seleccionado de molienda.
17. Se apaga, se desbloquea, se lleva a posición vertical, y se destapa.
18. Se descarga el molino utilizando una malla metálica con una apertura tal que retenga los cuerpos moledores, recibiendo el material pasante en una vasija.
19. Se lava la cámara del molino.
20. Se lavan los cuerpos moledores.
21. Se filtra.
22. Se secan los sólidos y se pesan.
23. Se dispone del producto molido.

Protocolo

1. Se lavan el molino y los cuerpos moledores.
2. Se carga nuevamente la carga de bolas.
3. Se agregan 500 gramos de material a moler.
4. Se agrega el agua.
5. Se cierra herméticamente el molino.
6. Se lleva a posición horizontal y se fija.
7. Se enciende el motor y se deja girando el tiempo seleccionado de molienda.
8. Se apaga, se desbloquea, se lleva a posición vertical y se destapa.
9. Se descarga el molino.
10. Se lava la cámara del molino.
11. Se lavan los cuerpos moledores.
12. Se filtra el material molido.
13. Se secan los sólidos y se pesan.

Variables de operación

De entrada respecto al material de trabajo

- Distribución de tamaño de partícula del alimento.
- Composición mineralógica del alimento (índice de Bond y otras características).
- Cantidad de material alimentado (se sugieren 500 gramos).
- Cantidad de agua (densidad de pulpa. Se sugiere 60 %).

De entrada respecto a la operación del equipo

- Tiempo de molienda (número de giros).
- Peso de la carga de los cuerpos moledores (bolas).
- Distribución del tamaño de los cuerpos moledores (bolas).
- La velocidad de giro es constante.

De salida

- Distribución del tamaño de partícula del producto de molienda.

Resultados

La figura 2.2 muestra el avance de la reducción del tamaño de partícula en el tiempo. Se aprecia que a los cinco minutos de molienda, 80% del material pasa 350 micrones y, a los 10 minutos, 195 micrones.

3

Medición de la distribución de tamaño de partícula (análisis granulométrico)

Introducción

El material que alimenta operaciones de beneficio y extracción está constituido por partículas de una amplia gama de tamaños. Este rango en el tamaño de partícula determina en gran medida la respuesta del material a dichas operaciones. Por ello la información que reporta un análisis granulométrico es crucial en el planeamiento, seguimiento y control en el procesamiento de un material. Generalmente, la manera más común para referirse al tamaño de partícula de un material es definiendo la malla por la cual el 80% de la masa de ese material, pasa. Es decir el tamaño por debajo del cual está el 80% de la masa del material. Es lo que se llama el d_{80} , en el argot mineralúrgico. El d_{80} queda establecido con un análisis de distribución de tamaño de partícula. En el análisis granulométrico por tamices el material se hace pasar a través de una serie de mallas de manera que la fracción de partículas con un tamaño de partícula mayor al agujero de la malla, queda retenido en ella. Esto puede hacerse forzando el paso del material a través de las mallas por medio del sacudimiento producido por una máquina especialmente dispuesta para ello (Ro-tap, figura 3.1), en cuyo caso se tiene el análisis en seco. En el análisis en húmedo el paso a través de las mallas se induce por el arrastre producido por el agua.



Figura 3.1. Ro-tap.

El análisis por vía húmeda promueve la desaglomeración de las partículas evitando que partículas finas queden adheridas a las gruesas, efecto que aportaría inexactitudes al análisis (figura 3.2). El análisis en seco busca evitar este fenómeno por medio de un mayor tiempo de sacudimiento.



Figura 3.2. Clasificación por vía húmeda.

Además del análisis físico de la distribución de tamaño de partícula con los tamices, el laboratorio de metalurgia de Ingeominas Cali, también cuenta con un equipo electrónico para dicho análisis (figura 3.3). Este equipo funciona por difracción de rayo láser y tiene un rango de lectura entre 0,1 y 1000 micras. Se emplea sobre todo para análisis de materiales finos, por ejemplo, menores a 300



Figura 3.3. Equipo de difracción de rayo láser para la determinación de la distribución de tamaño de partícula.

micras. Se recomienda trabajarlos con materiales que no presenten una distribución de tamaño de partícula muy amplia (heterogénea) porque se incurre en resultados inexactos e imprecisos.

Equipos

Máquina de sacudimiento de tamices (Ro-tap), serie de tamices (figura 3.4), y balanza.



Figura 3.4. Serie de tamices.

Insumos

Agua, manguera, secador, bandejas, brochas, recipientes receptores, unidad de filtración y juego de tamices disponibles en el laboratorio de Ingeominas, Cali.

Procedimiento

En Ingeominas se emplean dos procedimientos para el análisis por tamices de la distribución de tamaño de partícula: procedimiento en seco y procedimiento en húmedo.

Procedimiento en seco

Peso de muestra rango de 50 a 500 gramos. Conjunto de tamices debidamente organizadas. Generalmente se emplea en Ingeominas la serie Sanpo especificada en la tabla 3.1. Disposición de tamices en la máquina de sacudimiento de tamices. Tiempo de sacudimiento aproximadamente entre 15 y 20 minutos. Al final de la operación anterior el material que queda retenido en cada malla se extrae y se pesa. Llenado del formato de análisis.

Tabla 3.1. Serie Sanpo

Serie Sanpo

Apertura (μ)	425	300	212	150	106	75	45	(Fondo)
N.º de malla	425	300	212	150	106	75	45	(Fondo)

Serie USA Standard

Apertura (μm)	2000	1400	1000	710	500	355	250	180	125	89	63	45	(Fondo)
N.º de malla	10	14	18	25	35	45	60	80	120	170	230	325	(Fondo)

Procedimiento en húmedo

Peso de muestra rango de 50 a 500 gramos. Conjunto de tamices debidamente organizadas. Generalmente se emplea en Ingeominas la serie Sanpo especificada en la tabla anterior. Disposición de tamices sobre un recipiente receptor de agua de lavado. Disponer en la primera malla el material a lavar. Adicionarle dosificadamente agua para el lavado, mientras se va sacudiendo la malla. Cuando el agua sale clarificada de la malla que se lava, se pasa a la siguiente y así sucesivamente con las otras mallas. El material acumulado en cada tamiz se seca y se pesa. El material que queda en el reservorio se extrae por filtración, se seca y se pesa. Llenado del formato de análisis.

Se debe tener cuidado de no dejar inundar los tamices que están recibiendo el lavado, sacudiéndolos regularmente para desalojarles el agua retenida.

Protocolo

Procedimiento en seco

1. Se pesa la muestra.
2. Se conforma la serie de tamices.
3. Se procesa tamizaje en el Ro-tap.
4. Se extrae y se pesa el material retenido en cada malla.
5. Se llena el formato de análisis.

Procedimiento en húmedo

1. Se pesa muestra.
2. Se conforma serie de tamices.
3. Se dispone de tamices sobre un recipiente receptor de agua de lavado (figura 3.2).

4. Se dispone en la primera malla el material.
5. Se lava el material en cada malla.
6. Se seca y se pesa el material acumulado en cada tamiz.
7. Se seca y se pesa el material del reservorio.
8. Se llena el formato de análisis.

Resultados

Registro de un análisis por tamices

La tabla 3.2 reporta la cantidad de material retenido en cada fracción (malla) y la cantidad de material menor a cada fracción con su respectivo porcentaje.

Tabla 3.2. Registro de un análisis por tamices.

Malla sanpo (tamaño del agujero en micrones)	Gramos retenidos por malla	Gramos pasantes	% Retenido en la malla	% Pasante
4750	0	230,5	0	100,00
2000	3,1	227,4	1.34	98,66
1400	9,2	218,2	3.99	94,66
1180	5	213,2	2.17	92,49
1000	5,2	208	2.26	90,24
600	34,2	173,8	14.84	75,40
425	34,5	139,3	14.97	60,43
300	27,8	111,5	12.06	48,37
212	21,7	89,8	9.41	38,96
150	25,9	63,9	11.23	27,72
106	14,2	49,7	6.16	21,56
75	17,1	32,6	7.42	14,14
45	27,2	5,4	11.80	2,34
Fondo	5,4		2.34	

De la figura 3.5 se deduce que para la curva correspondiente a 10 minutos, el 80% del material tiene un tamaño menor de 210 micrones.

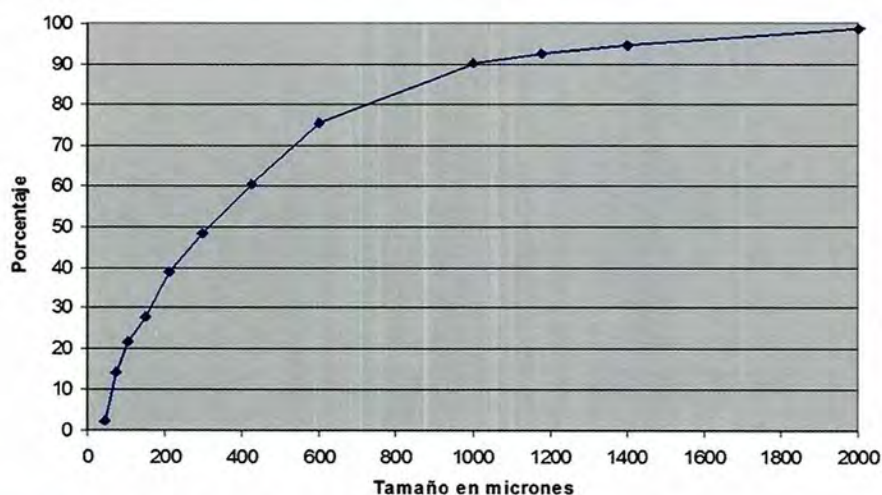


Figura 3.5. Distribución granulométrica. Material pasante.

Introducción

El diseño de equipos y operaciones de trituración y molienda requiere un conocimiento preciso de la demanda de energía generada por la reducción de tamaño del material de trabajo. Tradicionalmente se han empleado los índices de Bond y Hardgrove.

El método de Bond es un procedimiento normalizado para establecer el consumo de energía que demanda la reducción de tamaño de un agregado mineral. Este depende de sus características mineralógicas, como composición, cristalinidad, texturas, fracturamientos. En general se reporta en kilovatios-hora por tonelada métrica.

Bond determinó que el trabajo útil en la fractura que se ha aplicado a un peso dado de material homogéneo quebrado es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del diámetro de las partículas del producto (Kelly & Spottiswood, 1990a), así:

$$W = \frac{K}{\sqrt{d}}$$

La ecuación básica de Bond es

$$W = 10W_i \left(\frac{1}{\sqrt{d_0}} - \frac{1}{\sqrt{d_i}} \right)$$

donde W_i es el índice de trabajo que se define como el trabajo total necesario para reducir una partícula desde el tamaño infinito a $100 \mu\text{m}$. El valor de este parámetro se consigue en pruebas normalizadas en un molino tipo Bond.

La literatura reporta tablas con el índice de trabajo Bond para los minerales homogéneos. Por ejemplo, para el carbón mineral es 12,51 kWh/t, para el feldespato, 12,84 kWh/t; para cuarzo, 14,05 kWh/t; para basalto, 12,45 kWh/t (Kelly & Spottiswood, 1990a).

Para carbones, se ha establecido un método normalizado que permite determinar el gasto energético para reducirlos de tamaño, conocido como Hardgrove.

Una de las ventajas de este método es la facilidad con que se hace en lo relativo al equipo y al procedimiento. Por este motivo se han realizado estudios para establecer una correlación entre ambos métodos, de manera que se pueda aplicar el método Hardgrove a minerales diferentes al carbón.

En el boletín de junio de 1980 de la revista *Mineral Engineer* se reporta un trabajo donde se establece esta correlación (McIntyre & Plitt, 1980).

El índice de molienda Hardgrove se establece mediante la fórmula:

$$GI = 13 + 6,93M \quad (1)$$

Siendo M el peso en gramos de la fracción menor de malla 200, que resulta luego de la prueba en el molino Hardgrove. Se calcula como 50 g (peso inicial) - peso de la fracción mayor de malla 200 de la prueba normalizada.

La conversión del índice de molienda Hardgrove (GI) al índice de molienda de Bond (W) se efectúa de acuerdo con la fórmula:

$$W_i = \frac{1,1 * 4,35}{(GI)^{0,91}} \text{ en kWh/t} \quad (2)$$

Reactivos

Estándar de carbón con un índice GI de 65 y patrones secundarios.

Equipos

Balanza de 0,01g de precisión (figura 4.1a), molino Hardgrove: 1. Cuerpo principal, 2. Carcaza del molino, 3. Contador de revoluciones, 4. Interruptor principal, 5. Lámpara piloto y 6. Tornillo de acople (figura 4.1b).

Insumos

Bandejas, brochas y tamices (figura 4.1c).

Procedimiento

Molienda

1. Se ajusta el detector de número de revoluciones para que se apague automáticamente a las 60 revoluciones.
2. Se limpia con una brocha el cuerpo moedor inferior y las bolas moedoras.
3. Se prepara 1 kg de mineral pasándolo por la trituradora de conos, de modo que aproximadamente 95% pase a la malla 14 (1190 μm).
4. Se separa la fracción granulométrica entre la malla 14 (1190 μm) y la malla 28 (590 μm).

5. Se pesan 50 gramos con una precisión de 0,019 g.
6. Se esparce uniformemente, en el cuerpo molidor inferior, algunos gramos de los 50 g pesados y se colocan igualmente espaciadas las 8 bolas de 1 pulgada de diámetro.
7. Se vierte el mineral restante y se distribuye con una brocha pequeña, de modo que las partículas queden en un lecho horizontal.
8. Se pone el anillo superior sobre las bolas. Se ajusta el extremo superior del eje a la muesca transversal del disco. Se ajusta fuertemente el elemento de la molienda inferior al cuerpo principal con los dos tornillos fijadores.
9. Se coloca la carga y se ajusta a 60 el número de revoluciones.
10. Se pone en 0 el contador de revoluciones y se acciona el interruptor.
11. El equipo gira aproximadamente a 15 revoluciones por minuto y el número total de revoluciones es $60 \pm \frac{1}{4}$.
12. Cuando la máquina se detenga automáticamente, se acciona a apagado el interruptor y se vierte el mineral a una malla 200 ($74 \mu\text{m}$). Vea el procedimiento de tamizaje.



Figura 4.1. a. Balanza. b. Partes del molino Hardgrove. c. Juego de tamices. Dentro del tamiz se observan las bolas molidoras y el cuerpo acoplado al rotor.

Tamizaje

1. Una vez el mineral fue vertido a la malla 200, se desprende el mineral adherido al anillo superior y se limpia con una brocha.
2. Para limpiar totalmente las bolas molidoras y el cuerpo molidor inferior, se coloca una malla de 4,76 mm (es posible hasta 10 mm) sobre la malla 200 y se vierten las bolas molidoras y el cuerpo molidor inferior sobre esta (no lo haga directamente sobre la malla 200). Se permite que caiga todo el mineral sobre la malla 200 limpiando con una brocha.
3. Se tamiza el mineral por diez minutos en la malla 200. Se remueve la malla y se elimina el blindaje limpiando con cuidado el lado inferior de la malla con una brocha.
4. Se tamiza de nuevo durante cinco minutos. Se repite el proceso de limpieza y tamizaje durante otros cinco minutos y se pesan las dos fracciones obtenidas.
5. El procedimiento anterior se usa en caso de que la malla permanezca relativamente limpia. Puede ser necesario, en algunos casos, modificar el procedimiento agregando más etapas de limpieza y tamizaje.

Cálculos

- Se efectúa el pesaje con una precisión de 0,01 g y de forma rápida para no tener cambios por humedad.
- Se reemplaza el valor pesado en la ecuación (1) y se obtiene el índice de molienda Hardgrove (GI).
- Se reemplaza el GI obtenido en la ecuación (2) para obtener el índice de Bond (WI).

Tolerancias y patrones

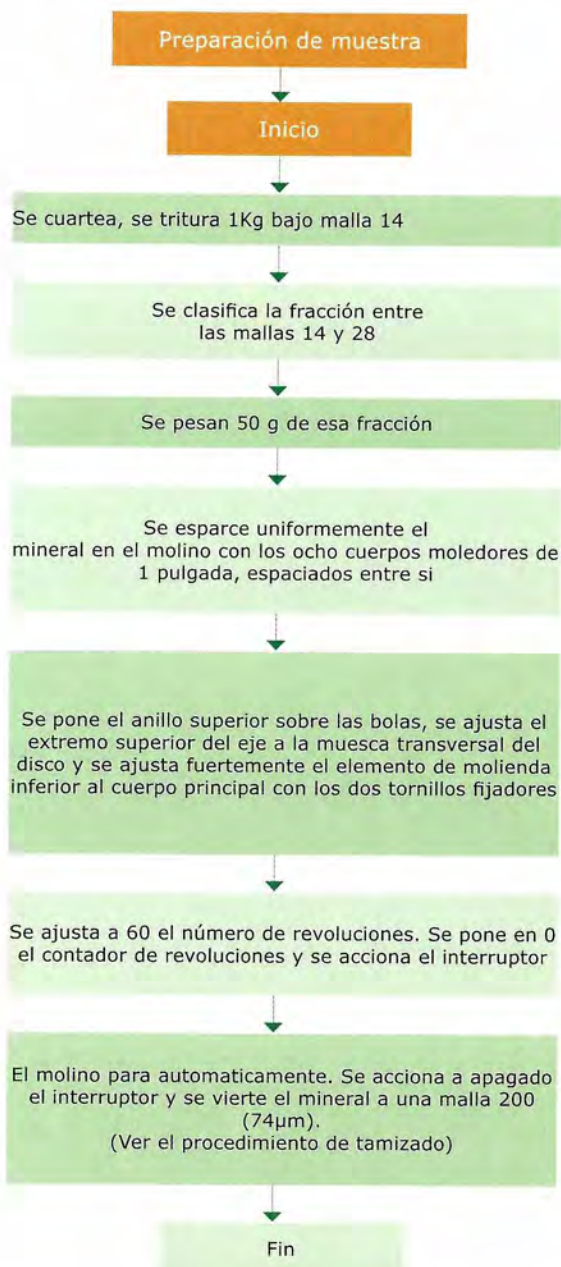
La tolerancia en la determinación del índice GI por duplicado no deberá exceder los siguientes límites:

- En el laboratorio de metalurgia de Ingeominas: 2%.
- En otros laboratorios: 3%.

Al efectuar la medida del índice, factores climáticos como alta humedad pueden alterar los resultados; por tanto, se deben evitar los días de lluvia. El laboratorio dispone de un estándar de carbón con un índice GI de 65. En el caso de que la medida efectuada en el patrón exceda 3%, el equipo estaría descalibrado. Esto quizá se debe al desgaste de los cuerpos molidores.

Protocolo

En el siguiente diagrama de flujo se describen los pasos a seguir en la determinación del índice de molienda Hardgrove.



Resultados

Reporte de prueba

A continuación se presentan los resultados de un análisis de Hardgrove para una muestra de carbón:

INSTITUTO COLOMBIANO DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
 LABORATORIO DE METALURGIA
 GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI
 ÍNDICE DE MOLIENDA HARDGROVE

N.º DE ENSAYO 1605.

FECHA 28/04/08

USUARIO Carbonera San Francisco

RESPONSABLE Grupo de trabajo

RESULTADOS					
Muestra	Peso de referencia (g)	Peso del material > 75 micrones (sobre malla 200)	Peso del material < 75 micrones (bajo malla 200)	Índice Hardgrove	Índice de Bond
453	50,00	26,7	23,30	174,47	4,36
Fórmulas para el cálculo		Índice Hardgrove ($GI = 13 + 6.93 W$) W es el peso del material en gramos inferior a 75 micrones (malla 200)			
		Índice de Bond ($B = (1.1 * 435) / (G.I.)0.91$) en Kwh por tonelada métrica			

Introducción

En el beneficio de minerales, una operación de concentración consiste en una separación inducida de las especies presentes en un material con el propósito de que el mineral de interés quede separado en el mayor grado posible de los otros minerales para aprovecharlo posteriormente. Muchos métodos de separación mecánica entre partículas minerales se basan en el movimiento diferenciado de ellas en el seno de un fluido, según sus características.

Cada mineral tiene su propio peso específico. Este puede ser tan diferenciable entre ellos que se utiliza como una propiedad para separarlos, aprovechando que responden de manera diferente a las fuerzas inerciales y de gravedad. La concentración gravitacional puede definirse como la separación de dos o más especies minerales de diferente peso específico (diferente densidad), causada por el movimiento relativo, sea en un medio acuoso o en el aire (SENA, 1992, módulo 6).

Para utilizar eficientemente un método de concentración gravitacional, debe existir una diferencia de densidad entre los minerales que van a separarse, tal que la relación conocida como criterio de concentración sea igual o mayor de 2.5, la cual se define como (SENA, 1992, módulo 6)

$$CC = \frac{(\rho_p - \rho_f)}{(\rho_l - \rho_f)}$$

donde,

ρ_p = densidad de partícula pesada.

ρ_f = densidad del fluido, generalmente agua.

ρ_l = densidad de partícula liviana.

La mesa de concentración trabaja con pulpas minerales y aprovecha la diferencia en el peso específico de los minerales para separarlos en tres corrientes: la del concentrado, los medios y las colas (figura 5.1).



Figura 5.1. Proceso de separación de pulpas minerales.

El material concentrado contiene los minerales de mayor peso específico o tamaños grandes. Los medios contienen los minerales de un peso específico medio y partículas de mediano tamaño. Las colas están generalmente compuestas por el material de bajo peso específico o de tamaño fino, y podrían contener partículas muy finas de minerales pesados.

La respuesta de la partícula a los efectos de las fuerzas gravitacional y de inercia es función de sus características, como peso específico, tamaño, forma, asociación; y de las características de la operación, como inclinación del plano de la mesa, longitud y frecuencia del recorrido de la mesa, caudal de agua y densidad de la pulpa. De esta manera, con la mesa se controlan variables como la inclinación del plano, la longitud del recorrido, la frecuencia del movimiento, el caudal de agua y la tasa de alimentación del material.

Equipos

Balanzas, dispensadores de agua, secador, sistema de filtración y Mesa de concentración Wilfley:

- Longitud de la plataforma de la mesa: 99 centímetros;
- Anchura mayor de la plataforma de la mesa: 48 centímetros;
- Anchura menor de la superficie de la mesa: 39 centímetros;
- La amplitud de recorrido de la mesa del laboratorio de Ingeominas, Cali, varía en el rango entre 10 mm y 2 mm.
- La frecuencia está entre 240 y 325 golpes por minuto;
- Patrón de enrillado: espacio 1/4 a 2", con alturas de 0 a 1/4 ;

Insumos

Agua, bandejas, mangueras, recipientes auxiliares para coleccionar el material sobrenadante de las bandejas y válvulas de flujo.

Procedimiento

1. Primero se prepara el material de prueba. Este debe tener un tamaño de partícula propicio para este tipo de operación ya que las partículas muy finas no responden adecuadamente a las fuerzas inerciales producidas en la mesa.
2. Se separan lotes de 500 gramos, previamente cuarteados, y se prepara una pulpa a un porcentaje de sólidos por peso de 30%.
3. Se disponen los recipientes colectores de las corrientes de la mesa, juntándolos con una piezas de anclaje de manera que formen un solo conjunto. Se conectan las mangueras a los colectores y se preparan las canecas que reciben el sobreflujo de estos colectores (figuras 5.2a).
4. Se limpia la superficie de la mesa cuidando de no rayarla con utensilios o arenas y se asegura que no queden áreas engrasadas. Evite el uso de jabones con abrasivos.
5. Se fija el ángulo de trabajo (figura 5.2b).
6. Se enciende la mesa y se verifica su recorrido y frecuencia.
7. Se gradúa el caudal de agua para la tolva de alimentación y para la flauta que distribuye el agua en la superficie de la mesa. El caudal de agua suministrado debe ser tal que abastezca suficientemente el receptor de alimento y toda la superficie de la mesa.
8. Se acomoda la serie de receptores en el lugar correspondiente y se procede a alimentar la mesa en el receptáculo correspondiente (tolva).
9. La alimentación debe mantener un régimen constante.
10. El ángulo de operación puede variar durante la prueba para lograr la mejor posición de acuerdo con las circunstancias. Lo mismo puede decirse para el caudal de agua.
11. De esta forma, pasado un tiempo, se van conformando las distintas corrientes de mineral sobre la mesa.
12. De acuerdo con la conformación de estas corrientes, se van situando los colectores para tener una operación de recolección más eficiente.
13. En general tanto los concentrados como los medios son reprocesados individualmente en la mesa para su respectiva refinación.
14. Al finalizar la prueba, se filtra el contenido de todos los recipientes, se secan los sólidos y se pesan.
15. Los resultados son reportados en un formato donde aparecen la fecha de la prueba, el número consecutivo que le corresponde, la identificación de la procedencia del material, su ubicación geográfica, el objetivo específico de la prueba. El formato tiene un espacio para describir el circuito de concentración probado con la mesa. Aparecen en él las variables de operación para colocar el valor con las que se trabajaron. Por último, aparecen las diferentes casillas para anotar todos los pesos de los productos de este análisis.



Figura 5.2. a. Proceso de concentración. b. Medidor del ángulo de inclinación de la mesa de concentración. c. Pulpa para alimentar la mesa.

Protocolo

La figura 5.3 muestra el diagrama proceso de concentración en la mesa Wilfley.

Variables de operación

Variables de entrada respecto al material de trabajo

- Distribución de tamaño de partícula.
- Composición: concentración de sulfuros, arcillas, silicatos y el tenor de oro y plata.
- Cantidad de material alimentado.
- Tiempo de alimentación.

Variables de entrada respecto a la operación del equipo

- Caudal de agua.
- Frecuencia del movimiento.
- Amplitud del recorrido.
- Grado de inclinación de la mesa.



Figura 5.3. Diagrama del proceso de concentración.

Variables de salida

- Masa total de las pulpas de las distintas corrientes.
- Peso de los productos en base seca (concentrado, medios, colas).
- Tenor de oro y plata en los productos.
- Concentración de otras especies en los productos.

Índices metalúrgicos

Razón de concentración

Este índice representa la relación entre la masa del concentrado y la masa del material alimentado. Una razón de concentración de 5 quiere decir que la masa del alimento es cinco veces la masa del concentrado.

Recuperación másica

Es el porcentaje de la masa con respecto al total alimentado que sale en una corriente.

Recuperación de oro y plata

Este índice representa el porcentaje de oro y plata, que se halla en el concentrado, o en alguna otra corriente, con relación al total de oro contenido en el material de cabeza.

Tenor de oro y plata

Generalmente la composición de oro y plata en cada corriente se da en términos de gramos por tonelada.

Concentración de sulfuros

Usualmente el concentrado se compone de sulfuros en mayor proporción. La concentración de estos es un indicio del rendimiento de la concentración.

Resultados

La tabla 5.1 es un ejemplo de los reportes generados como producto de los ensayos de concentración en mesa Wilfley.

Tabla 5.1
INGEOMINAS-GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI
LABORATORIO DE METALURGIA
CONCENTRACIÓN EN MESA WILFLEY

FECHA: 9 de octubre de 2007

PRUEBA: 1566

INTERESADO: Alcaldía de La Llanada e Ingeominas

MATERIAL: Arenas de rechazo de la planta de La Llanada

UBICACIÓN GEOGRÁFICA: La Llanada, Nariño

OBJETIVO: Medir la respuesta de una primera etapa de concentración en mesa y posterior flotación del rechazo.

Variables de operación			Resultados				
Variable	Valor	Magnitud	Tipo	Peso (G)	% Másico	Tenor de oro en g/t	% Rec
Peso alimento seco	1850	Gramos	Concentrado	139	7,67	23.85	45.22
Tenor de oro en cabeza	4.3	Gramos por tonelada	Rechazo	1673	92,33	2.40	54.78
Tamaño de partícula (d80)	289	Micras	Totales	1812			
Caudal de agua	390	Litros por hora	Tenor reproducido de cabeza			4.05	
Tiempo de la operación	25	Minutos	Razón de concentración	13,3			
Densidad de pulpa (% peso en solidos)	30	%	% Perdida de masa	2			
Frecuencia	325	Ciclos por minuto					
Recorrido mesa	5	Milímetros					
Inclinación de la mesa	2.8	grados					
Datos de molienda (molino de laboratorio)	15	Minutos					

Resultados del proceso de concentración en mesa Wilfley.

Principios y definiciones

Objetivo

La concentración gravimétrica sirve para separar dos o más especies minerales de diferente peso específico, debido al movimiento relativo en un medio acuoso o en el aire, como respuesta de los sólidos a las fuerzas gravitacionales de arrastre y empuje.

JIG

Es un equipo de concentración gravimétrica en que la concentración del mineral de interés sucede en un recipiente rectangular abierto en la parte superior, que contiene una mezcla de partículas de diferente peso específico, formando un lecho sobre una malla, el cual se expande y compacta cíclicamente por medio de pulsos de agua con el fin de que las partículas de mayor gravedad específica viajen hasta el fondo del lecho, mientras las partículas de menor gravedad específica se colectan en el tope por un drenaje.

Elementos básicos de un JIG

- Una malla para soporte del lecho artificial (figura 6.1a).
- Un tanque que contiene el líquido bajo la malla.
- Un medio para crear el movimiento entre el líquido y el lecho.
- Un método para la modulación del pulsado del JIG en forma de onda.
- Un método de regulación del flujo de agua.
- Un método de alimentación del mineral.
- Un método de remoción de productos encima de la malla y en el fondo (figura 6.1b).

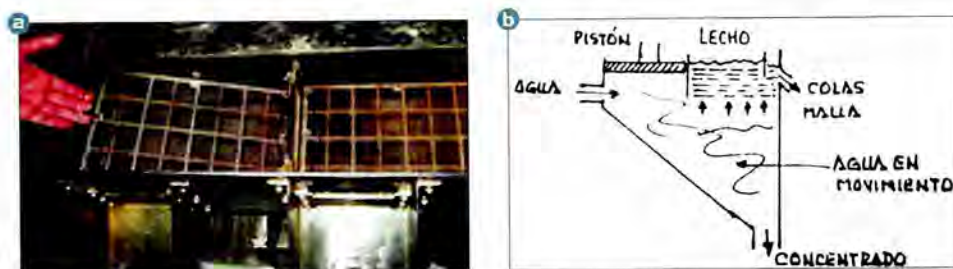


Figura 6.1. a. Malla para soporte lecho. b. Modelo operativo de un JIG.

Principio de separación

Las partículas pueden ser tratadas por los principios generales de movimiento de partículas en condiciones de asentamiento obstaculizado bajo flujo pulsado, deducidas de las ecuaciones de Newton y de Stokes, para el movimiento de partículas en fluidos, en las que el descenso o ascenso de una partícula es el resultado de un efecto combinado de su volumen y su peso específico.

Consideremos dos esferas *A* y *B* de igual diámetro, de masas *MA* y *MB*, respectivamente, donde *A* es más densa que *B*. Al someterlas a una fuerza *F*, adquieren una aceleración *aA* y *aB*:

$$F = MA * aA$$

$$F = MB * aB$$

siendo la fuerza externa *F*, igual para ambas partículas,

$$MA * aA = MB * aB$$

y como $MA > MB$; entonces $aA < aB$.

La distancia recorrida por una partícula (*S*) está dada por

$$S = V_o t + \frac{1}{2} a t^2$$

donde,

V_o = velocidad inicial.

t = tiempo.

a = aceleración, suponiendo que la fuerza de arrastre es igual para ambas o los movimientos son tan rápidos que la partícula no actúa enteramente.

Si

$$V_o = 0 \text{ y } MA > MB$$

entonces,

$$S = \frac{1}{2} at^2$$

Por tanto, para un tiempo t , la distancia recorrida por B será mayor que la distancia recorrida por A . Entonces podemos deducir que en el pulso de ascenso del agua se generará un mayor recorrido de las partículas livianas que de las pesadas.

En el descenso de las partículas (suponemos que todas están situadas en la elongación máxima superior, luego en el tiempo inicial ($t = 0$) comienza el descenso) después de un corto tiempo, todas poseen igual aceleración, puesto que las partículas y el fluido son de igual volumen.

$$a \text{ inicio de la caída} = \left(1 - \frac{\rho_f}{\rho_s}\right) * g$$

donde,

ρ_f = densidad del fluido.

ρ_s = densidad del sólido.

g = aceleración de la gravedad.

En la ecuación vemos que la aceleración a depende de la densidad del fluido y del sólido y no del tamaño de la partícula; por tanto, las partículas densas se aceleran más que las partículas livianas. Este fenómeno se denomina “aceleración diferencial al inicio de la caída”. Luego ocurre un fenómeno de sedimentación obstaculizada, ya que las partículas empiezan a chocar entre ellas o con el lecho al tratar de descender. Por último, cuando el lecho está compactado, las partículas de diámetro pequeño se percolarán por los intersticios del lecho comprimido. Este fenómeno se llama “escurrimiento intersticial”. Esto se repite cíclicamente generando la separación entre los sólidos.

Equipos

Descripción del equipo Harz JIG del laboratorio de metalurgia, Ingeominas:

1. Cámara concentradora.
2. Cámara del pistón (generación de pulsos).
3. Interruptor de encendido.
4. Motor.
5. Pistones y control de velocidad de movimiento.
6. Salida de concentrados.
7. Salida de sobrenadantes.
8. Tolla de alimentación.
9. Válvulas de agua.

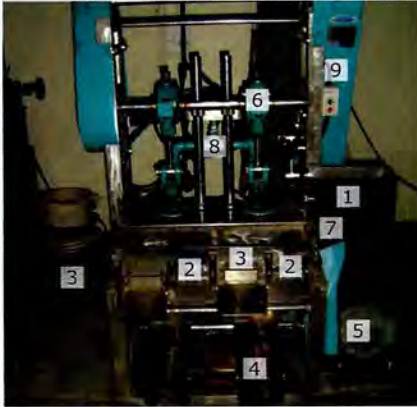


Figura 6.2. Partes del Harz JIG.

Algunas especificaciones del equipo son:

- Área de la cámara de concentración: 200 mm x 300 mm.
- Motor impulsor: Hitachi 3 fases. Motor de inducción. Salida: 750W. Suministro de potencia: 220 VAC, 60Hz.
- Controlador de la velocidad de rotación: entre 150 y 400 rpm, (60 Hz).
- Excéntrica: dos pistones ajustables de 7 a 30 mm (figura 6.4).

Insumos

Cuatro recipientes para la recolección de los productos y subproductos; cronómetro; espátula; balanza.

Procedimiento

El JIG Harz debe ser operado como sigue:



Figura 6.3. Regulador de velocidad de pistón.



Figura 6.4. Excéntrica de amplitud de pistón.

1. Se usa un tamiz con el fin de seleccionar las partículas de minerales por tamaño antes de ponerlas en el concentrador (figura 6.5a).
2. Se selecciona la malla apropiada de acuerdo con la distribución de tamaños de partícula del alimento y se ajusta en la cámara (figura 6.5b).



Figura 6.5. a. Tamiz vibratorio. **b.** Malla.

3. Se prepara el concentrador abriendo las dos válvulas de abastecimiento de agua y se llena la cámara de concentración hasta que el agua esté entre 3 y 6 cm sobre la malla. Deben ser organizadas de manera que el nivel del agua esté siempre al tope del lecho mineral (figura 6.6a).

4. Se carga la tolva de alimento de mineral localizada a la derecha del JIG. La velocidad de alimentación de minerales puede ser controlada manualmente, ajustando la posición de la lámina aislante de la salida de la tolva (figura 6.6b).



Figura 6.6. a. Válvulas de control de agua. b. Lecho artificial. Tolva de alimentación.

5. Cuando el JIG está operando, el pistón en la cámara sumergible se mueve por la acción de los excéntricos. El movimiento vertical del pistón tiene el efecto de mover el agua en la cámara de concentración con la malla (arriba-abajo) a intervalos frecuentes y regulares.
6. La criba en la cámara concentradora se encaja de manera que haya una diferencia de niveles de 15 mm entre el primer compartimiento y el segundo. Esto permite al lecho de colas del primer compartimiento ser extraído de manera continua con el flujo de agua del efecto de expansión, desplazándolo al segundo compartimiento que está más abajo que el primero.
7. El concentrado puede ser descargado de cada canal junto con el agua en el primer y segundo compartimientos. En este caso, también las 5 láminas de inserción (Lainas: barreras de control de profundidad del lecho) para el control de altura están dispuestas de forma que cada compuerta ajuste el lecho y la cantidad de concentrado (figura 6.7).

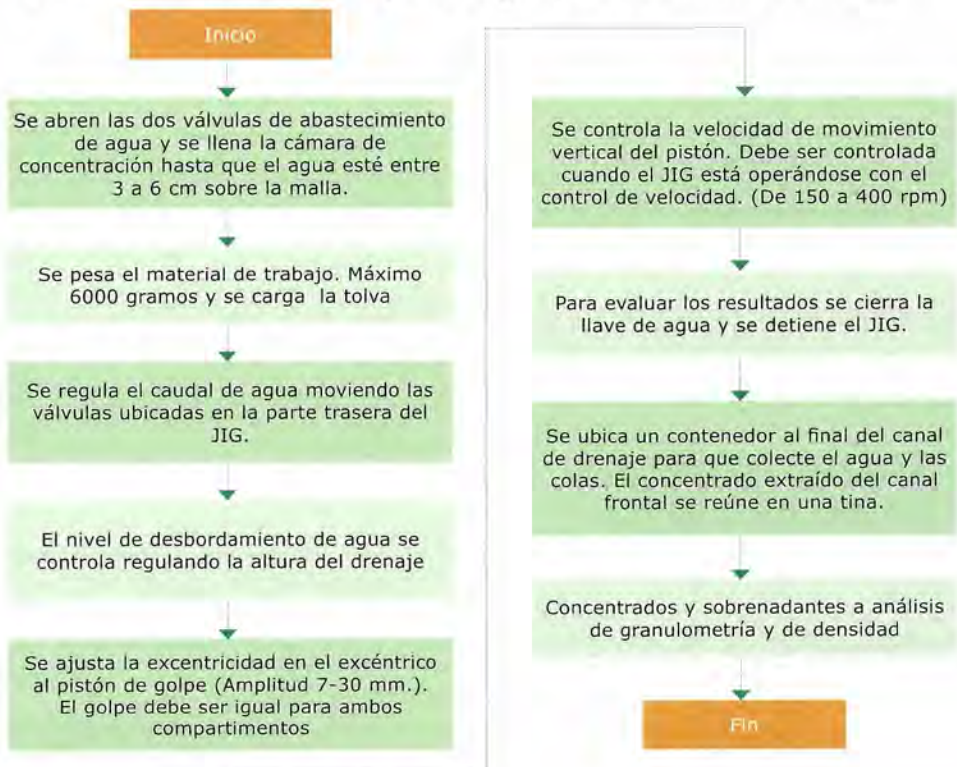


Figura 6.7. Salida de sobrenadantes y concentrados.

8. La velocidad de rotación (velocidad de movimiento vertical del pistón) puede ser controlada cuando el JIG está operándose con el control de velocidad. En el ajuste del engranaje (rango de la frecuencia: 150-400 rpm), la velocidad no debe ser graduada mientras el concentrador no esté funcionando.
9. Se ajusta la excentricidad en el excéntrico al pistón de golpe (amplitud 7-30 mm). El golpe deberá ser igual para ambos compartimientos.
10. Para evaluar los resultados, se cierra la llave de agua y se detiene todo el JIG.
11. Un contenedor se debe ubicar al final del canal de drenaje para que colecte el agua y las colas.
12. El concentrado extraído del canal frontal, sacando el tapón de caucho ubicado al fondo, debe ser reunido en una tina.
13. Cuando finalice la prueba, cualquier mineral remanente en la criba y las partículas restantes en el tanque de drenaje deben ser eliminadas cuidadosamente. El JIG se debe revisar. Se debe asegurar de que no haya agua o cualquiera de los componentes.

Protocolo

A continuación se observan los pasos a seguir para la concentración en JIG.



Variables operativas

Variables de entrada respecto al material de trabajo

Granulometría, composición y densidad de pulpa.

Variables de entrada respecto a la operación del equipo

Caudal de agua; velocidad de alimentación; amplitud del pistón; frecuencia de oscilación; altura de drenajes; diámetro de la malla; profundidad del lecho; densidad de las partículas del lecho y tamaño de las partículas del lecho.

En la tabla 6.1 se detallan las variables para este equipo.

Tabla 6.1. Datos de referencia para la operación del equipo.

Parámetro	Justificación	Operación
Flujo másico	Recomendado por el diseño del equipo. Pruebas de máximo 15 min.	Hasta 400 (g/min).
Densidad de pulpa	Recomendada (30-70% de humedad)	
Caudal de agua	Poco caudal estanca el material; mucho lo arrastra.	10-18 (l / min)
Composición del material	Disponibilidad del material ya estudiado	
Granulometría del material	De acuerdo con el tamaño de liberación de los pesados.	Dp entre 500 y 80 μ m
Densidad del lecho artificial	Mejora las condiciones de separación. Debe ser intermedia a la de los sólidos que se desea separar (pesados y livianos)	
Altura de drenajes	Garantiza una piscina sobre el lecho	
Frecuencia de oscilación	Alta frecuencia para tamaños finos. Hace más rápido o pausado el levantamiento del material.	De 150 a 400 rpm
Amplitud del pistón	Para distribuciones entre 100 μ m y 500 μ m, la amplitud requerida es pequeña	De 3 a 20 mm
Profundidad del lecho	Mejora el escurrimiento intersticial	0,5 y 3 cm
Diámetro de malla	Acorde con el tamaño de partícula	

Cálculos

Índices de cuantificación

Existen diversos índices metalúrgicos que permiten la cuantificación de la operación unitaria de concentración de sólidos.

Índices que relacionan la calidad de la concentración

Razón de enriquecimiento (Rw). Es la relación que existe entre el tenor del concentrado respecto al tenor de la alimentación

$$Rw = \frac{T_c}{T_a}$$

donde,

T_c = tenor del concentrado.

T_a = tenor del alimento.

índice de selectividad (IS). Este índice compara la calidad de la separación entre dos especies A y B que se quieren separar en el proceso de la concentración. Se define como

$$IS = \frac{T_{aA} * T_{cB}}{T_{aB} * T_{cA}}$$

donde,

T_{aA} y T_{aB} son los tenores de las especies A y B en el alimento.

T_{cA} y T_{cB} son los tenores de las especies A y B en el concentrado.

Índices que relacionan la capacidad de la concentración

Recuperación (R). Es la relación que existe entre el peso del material útil que hay en el concentrado con respecto al peso de ese mismo material que hay en la alimentación.

$$R = \frac{C * T_c}{A * T_a}$$

donde,

R = masa mineral útil en el concentrado/Masa mineral útil en la alimentación.

C = total en el concentrado.

A = masa de la alimentación.

Rendimiento (Rd). Es la relación entre el flujo másico de sólidos en el concentrado F_c , con respecto al flujo másico de sólidos en el alimento F_a :

$$Rd = \frac{F_c}{F_a}$$

Resultados

La tabla 6.2 muestra un reporte de resultados de un ensayo en el JIG del laboratorio de Ingeominas, Cali.

Tabla 6.2. Reporte de prueba de la concentración en JIG.

INGEOMINAS
LABORATORIO DE METALURGIA
CONCENTRACIÓN EN JIG - HOJA DE PRUEBA

FECHA: 11/07/05 PRUEBA: n.° 1284
MATERIAL: Diamante UBICACIÓN GEOGRÁFICA: Nariño
OBJETIVO PRUEBA: 1. Ensayos finales-(A-1, L-0, M-1)
RESPONSABLES: Jorge Iván Londoño y Harold Iván Concha

Variables de operación			
Amplitud 1 (mm)	26,00	Amplitud 2 (mm)	26,00
Lecho 1 (mm)	5,00	Lecho 2 (mm)	30,00
Altura S ₁ (mm) (lainas)	15,00	Altura S ₂ (mm) (lainas)	15,00
Agua (L)	250,00	Tiempo de ensayo (min.)	13,50
Alimento seco (g)	6000,00	Humedad (%)	33,30
Malla 1 (micras)	400,00	Malla 2 (micras)	300,00
Inclinación (grados)	2,00	Tamaño partícula alimento (micras)	< 600,00
Densidad del lecho (g/mL)	6,94	Diámetro esferas lecho (mm)	6,00

Resultados			
Corrientes	Peso (g)	% de pesados del alimento Peso de pesados del alimento	8,651 519,06
Alimento 1	6000	Densidad del alimento	2,69
Concentrado 1	3158	Densidad de pesados	3,79
Sobrenadante 1	1635	Densidad de livianos	2,62
Retenido 1	25	Densidad de C1	2,75
Concentrado 2	188	% de pesados C1	16,19
Sobrenadante 2	540	Peso de pesados C1 (g)	511,28
Retenido 2	64	Rendimiento de concentración C1	52,63
Total recuperado	5610	% de recuperación C1	98,50

Introducción

La flotación es un proceso físicoquímico utilizado en la separación selectiva de minerales mediante la extracción de cierto tipo de ellos en una espuma que brota en la superficie de la celda de flotación, y la conservación del resto de minerales en el seno de la mezcla.

La flotación, patentada en 1906, ha permitido la explotación de yacimientos complejos y de bajo contenido, los cuales habrían sido dejados como marginales sin la ayuda de ese proceso (Alcalá et ál., n.d.).

En la mayoría de los procesos de flotación modernos se emplean distintas sustancias y aire para ayudar a flotar el mineral de interés en una espuma que lo transporta. En ocasiones, se aplica la flotación invertida, donde el material de interés es aquel que no flota.

La flotación es un proceso físicoquímico de separación de minerales o compuestos finamente molidos, basados en las propiedades superficiales de los minerales (mojabilidad), que hace que un mineral o varios se queden en una fase o pasen a otra. Las propiedades superficiales pueden ser modificadas a voluntad con ayuda de reactivos.

El proceso de flotación se basa en las propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas de los minerales. Se trata fundamentalmente de un fenómeno de comportamiento de sólidos frente al agua. Los metales nativos, sulfuros o especies como el grafito, carbón bituminoso, talco y otros son poco mojables por el agua y se llaman minerales hidrofóbicos; generalmente salen arrastrados con la espuma. Los sulfatos, carbonatos, fosfatos, etc., son hidrofílicos, o sea, mojables por el agua.

De esta manera es posible separar los sulfuros y las partículas de oro fino, asociados o no a ellos, de los silicatos de un agregado mineral. Así se obtiene un producto enriquecido con el mineral valioso que se quiere extraer, y un descarte de material sin valor.

Equipos

Balanzas, dosificador de gotas, medidor de pH, unidad de filtración, unidad de secado, celda de flotación y máquina de flotación (figura 7.1).



Figura 7.1. Máquina de flotación y su proceso.

Insumos

Agua, pala de mano y bandejas.

Descripción de la máquina de flotación

A continuación se enumeran las partes de la máquina de flotación del laboratorio de metalurgia de Ingeominas, Cali (figura 7.2).

1. Agitador con capucha, hecho de acero SUS-304.
2. Manija para subir o bajar el agitador.
3. Motor y control de velocidad del agitador.
4. Entrada de aire con tornillo de control de flujo.
5. Soporte para bandeja de medidas 290 x 220 x 80 mm.
6. Soporte para el contenedor de acero.
7. Interruptor de la celda.
8. Tubo de vidrio en U, que comunica las dos cámaras, con desprendimiento para la salida de las colas de flotación.
9. Cámara de agitación.
10. Cámara de salida de la espuma con los concentrados.
11. Soporte para ajuste del contenedor al agitador.
12. Ranura de comunicación entre las cámaras.

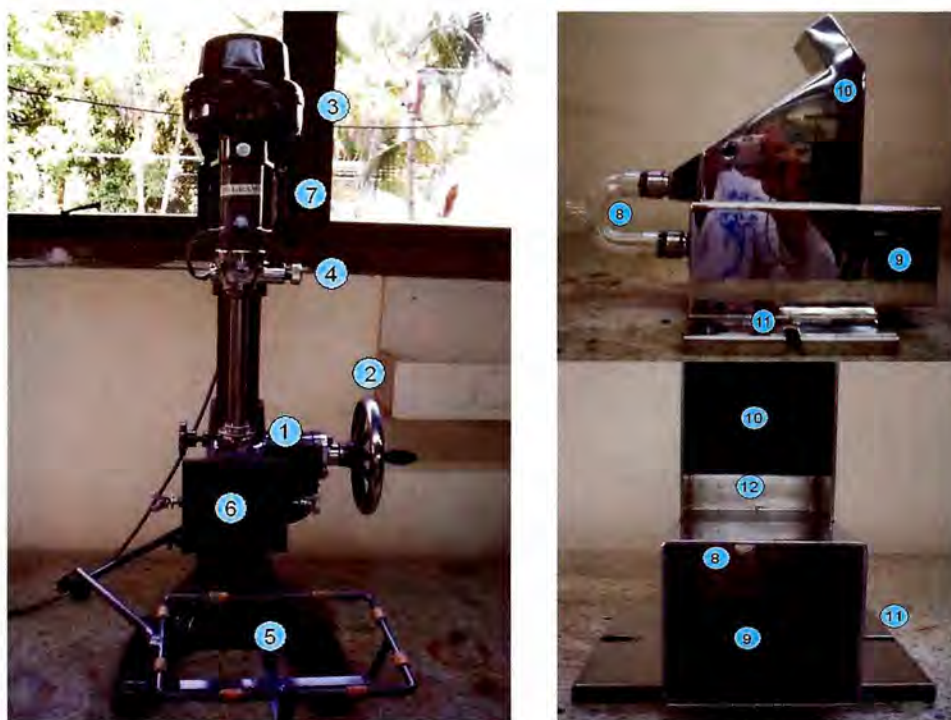


Figura 7.2. Partes y accesorios de la máquina de flotación de laboratorio.

La máquina de flotación está integrada por la celda de flotación, el sistema agitador (compuesto por un motor conectado a un eje que rota dentro de un cilindro y termina conectado a una hélice que es el cuerpo que agita la pulpa). El sistema de rotación induce la entrada de aire al sistema por convección. El cilindro del sistema de rotación se puede mover verticalmente para facilitar la manipulación de los implementos e insumos de la prueba. La celda cuenta con un soporte para la bandeja que recibe el material concentrado. Las colas se disponen en otra bandeja localizada en la parte inferior de la máquina.

La celda de flotación está constituida por dos cámaras. La agitación mecánica de la pulpa se produce en la primera cámara en la cual entra el agitador. La segunda cámara es la de flotación, la cual se agita solo por la convección del movimiento de la pulpa en el sistema. Las dos cámaras se comunican en la parte inferior por un tubo de vidrio en U, el cual posee el conducto para la descarga final de la celda, y por una ranura localizada en la parte superior de las cámaras. El sistema de agitación de la pulpa genera un movimiento de esta al succionar desde la primera cámara, por efectos hidráulicos, el material contenido en la cámara de flotación,

llevándolo al seno de la primera cámara, lanzándolo hacia arriba para desbordarse por la ranura y caer de nuevo a la cámara de flotación, completando así el circuito del movimiento de la pulpa en la celda.

Especificaciones de la celda de flotación

- Capacidad: 100, 250 y 500 gramos de mineral.
- Suministro de energía: 110 VAC y fase de 60 Hz.
- Motor de impulso: motor de inducción de una sola fase marca Hitachi, con salida de 200W, voltaje de 110 VAC, 4 polos y ciclos de 60Hz.
- Dispositivo de mando de velocidad: provisto con un control de velocidad variable con un rango entre 900-3500 rpm.
- Dispositivo de control de aire: provisto con un tornillo regulador de flujo de aire.
- Dispositivo de agitación: provisto de un dispositivo corredizo vertical con manija para operar manualmente.
- Material del compartimiento: acero inoxidable (SUS-304).
- Tamaño global del equipo: 895 mm de alto, 835 mm de largo y 555 mm de ancho.
- Peso total del equipo: 120 kg aproximadamente.
- Peso del grueso: 160 kg aproximadamente.
- Tamaño del equipo, empacado: 110 mm de alto, 95 mm de largo y 85 mm de ancho.
- Manufacturado por Ohta Kikai Seisakusho Co. 25, Rengazo-cho, Syogoin, Sakyo-ku, Kyoto, Japón.

Procedimiento

1. Se selecciona la unidad que se va a utilizar de acuerdo con la cantidad de material que se va a trabajar. Se cuenta con celdas para tratar 500, 250 y 100 gramos de material.
2. Se adiciona agua hasta cubrir la mitad de la celda, de manera que el agitador no trabaje en vacío.
3. Se baja el agitador. Se lleva hasta el fondo y luego se levanta un poco para que quede apropiadamente ubicado.
4. Se enciende la máquina. El agitador debe estar cubierto por el agua adicionada al comienzo. Se gradúan las revoluciones de la máquina de acuerdo con la escala expuesta y según las necesidades de la prueba.

5. Se introduce una lámina acrílica para taponar la ranura de comunicación superior entre las dos celdas con el fin de facilitar el proceso de formación de la suspensión.
6. Se alimenta el mineral de manera dosificada para evitar taponamiento del conducto inferior de comunicación.
7. Se adiciona todo el mineral, se quita la barrera de acrílico y se completa el volumen con agua.
8. Se tiene así a todo el material en mezcla completa. Se mide el pH y se procede a la adición de los reactivos de flotación.
9. Primero se adiciona un activador de superficie de sulfuros: el sulfato de cobre, que se dispone en una concentración de 0,5 %.
10. A continuación se agregan los colectores, empezando por el xantato.
11. Después se agregan los otros aditivos: el aeropromoter 208, el 3477 de sodio, el aerofroath 65 y el espumante aceite de pino. Se espera un tiempo de acondicionamiento de toda esta mezcla reactiva. Este tiempo puede ser de 8 minutos en el laboratorio aproximadamente.
12. Se mide el pH.
13. Pasado el tiempo de acondicionamiento, se abre la entrada de aire, el cual entra en el sistema por convección, halado por el vórtice generado por las aspas del agitador. La celda tiene un conducto por donde insuflar aire adicional con una bomba.
14. Se genera una espuma que lleva las partículas de superficie hidrofóbica (en este caso, los sulfuros). Se extrae con una paleta durante un tiempo que puede estar entre cinco y diez minutos.
15. Al terminar el tiempo de espumación, se apaga la agitación y se sube el agitador. Se lava. Se extrae por el fondo todo el material que queda en la celda y se recoge en la bandeja dispuesta para ello.
16. Se lava la celda, se filtran los productos recogidos, se sacan y se pesan.
17. Se escriben los datos de ensayo en el formato respectivo, el cual contiene el número del consecutivo de la prueba, la fecha, el proyecto, la descripción de la muestra, la ubicación geográfica y el objetivo de la prueba.
18. En este formato se puede especificar las variables de operación utilizada, así como describir la formulación de reactivos utilizada. Existen casillas para anotar los pesos de los productos de la flotación y las observaciones del caso.

Protocolo

En la figura 7.3 se muestra el protocolo de concentración por flotación.

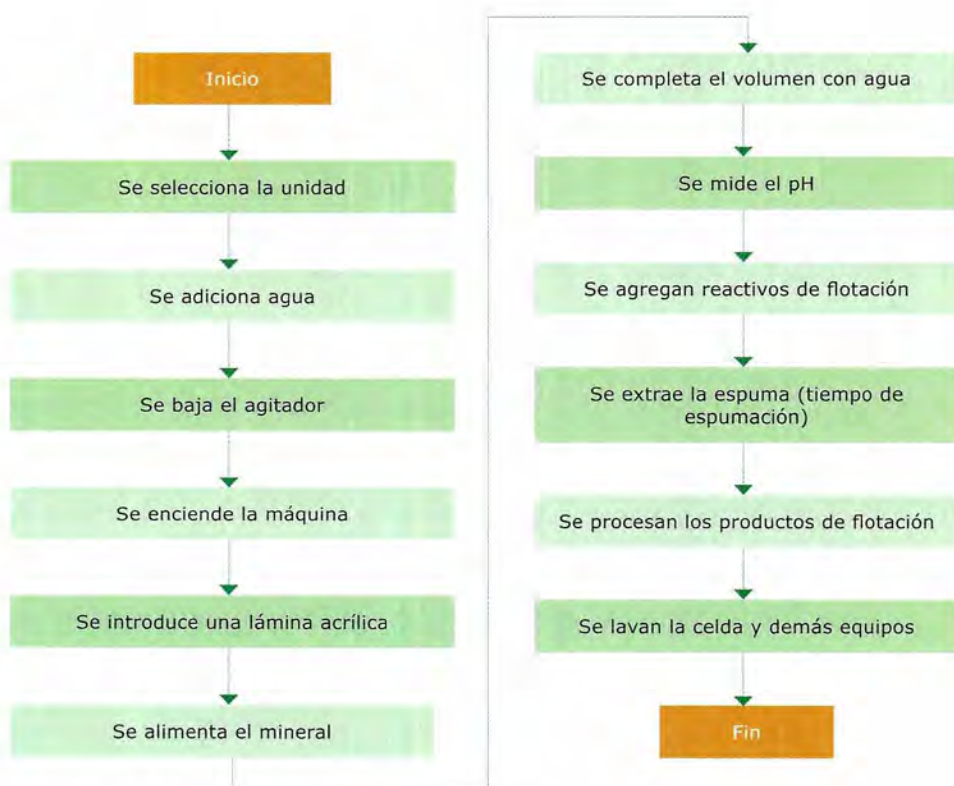


Figura 7.3. Protocolo del proceso de concentración por flotación.

Variables de operación

De entrada respecto al material de trabajo

- Distribución de tamaño de partícula.
- Composición: concentración de sulfuros, arcillas, silicatos y el tenor de oro y plata.

De entrada respecto a la operación del equipo

- Densidad de pulpa.
- Agitación.
- Caudal de aire.

- Tiempo de acondicionamiento.
- Tiempo de espumación.
- pH.
- Formulación.

De salida

- Masa total de las pulpas de las distintas corrientes.
- Peso de los productos en base seca (concentrado, medios, colas).
- Tenor de oro y plata en los productos.
- Concentración de otras especies en los productos.

Índices metalúrgicos y cálculos

Razón de concentración

Este índice representa la relación entre la masa del concentrado y la masa del material alimentado. Una razón de concentración de 5, indica que la masa del alimento es cinco veces la masa del concentrado.

Recuperación másica

Es el porcentaje de la masa con respecto al total alimentado que sale en una corriente.

Recuperación de oro y plata

Este índice representa el porcentaje de oro y plata que se halla en el concentrado, o en alguna otra corriente, con relación al total de oro contenido en el material de cabeza.

Tenor de oro y plata

Generalmente la composición de oro y plata en cada corriente se da en términos de gramos por tonelada.

Concentración de sulfuros

Usualmente el concentrado se compone de sulfuros en mayor proporción. La concentración de estos es un indicio del rendimiento de la concentración.

Resultados

A continuación se muestra el ejemplo de un reporte de resultados para un proceso de concentración por flotación.

INGEOMINAS
GRUPO DE TRABAJO REGIONAL CALI
LABORATORIO DE METALURGIA
PRUEBA DE FLOTACIÓN

FECHA: 30 / 4 / 2008

PRUEBA: n.º 1607

USUARIO: Alcaldía de La Llanada-Ingeominas.

MATERIAL: Arenas residuales de concentración gravimétrica de la planta de beneficio de La Llanada.

UBICACIÓN GEOGRÁFICA: Municipio de La Llanada.

OBJETIVO DE LA PRUEBA: Concentración por flotación para evaluar el comportamiento del material molido 15 minutos. Refuerzo de los reactivos en el segundo minuto.

Variables de operación					
Variable	Valor	Magnitud	Variable	Valor	Magnitud
Cabeza	508	gramos	Densidad pulpa (% peso)	25	%
Tenor oro cabeza	3.02	g/t	Etapas flotación	1	
Tamaño partícula (d_{80})	130	micrones	Capacidad celda	500	gramos
Agua agregada	1500	mililitros	Velocidad rotación	1370	rpm
pH pulpa	6.1		Acondicionamiento	8	minutos
Caudal aire		Litros	Espumación	8	minutos

Formulación					
Compuesto	Dosis	Magnitud	Variable	Valor	Magnit.
CuSO ₄ (0.5%)	40	mililitros	Af 65	4 + 2	gotas
Xantato sodio (0.05%)	7 + 2	mililitros	MIBC (metil isobutil cetona)	4+2	gotas
A 208	4 + 2	gotas	Aceite de pino	2 + 2	gotas
Ap 3477	4 + 2	gotas			
Compuesto	Gota	Peso(G)	Variable	Gota	Peso(G)
A 208	1	0.006	Af 65	1	0.005
Ap 3477	1	0.0065	MIBC	1	0.004

Resultados					
Corriente	Peso (g)	% másico	Tenor oro (g/t)	Ug de oro	% Recuperación
Concentrado 1 (2 minutos)	21.2	4.21	32.38	686,456	45.15
Concentrado 1 (2 minutos)	25.1	4.98	12.10	303,71	19.98
Concentrado 1 (2 minutos)	23.7	4.71	7.00	165,9	10.91
Rechazo	433.6	86.10	0.84	364,224	23.96
Totales	503.6	100	4.30	1520,29	100
Tenor reproducido de cabeza			3.02		
Perdidas	4.4	0.87			

Introducción

Entre los pretratamientos de menas que por su composición química inhiben la cianuración del oro se encuentra la descomposición de sulfuros a alta presión y temperatura en autoclave.

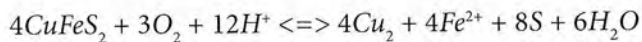
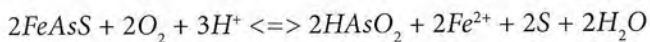
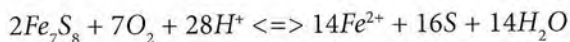
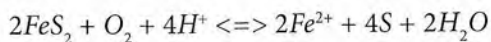
El objetivo de este procedimiento es convertir en óxidos los sulfuros que reaccionan activamente con el ión cianuro y el oxígeno en procesos de lixiviación de oro y plata.

Con el autoclave se acelera el proceso de descomposición del sulfuro por el aumento controlado de la presión y la temperatura del medio. Como agente oxidante se utiliza el oxígeno. El ión férrico es otro oxidante activo.

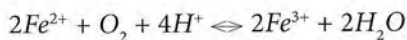
La oxidación de sulfuros en autoclave puede ser ácida o neutra.

En condiciones fuertemente ácidas ($\text{pH} < 2$), a temperaturas por encima de 100°C y en presencia de oxígeno, las principales reacciones de oxidación para pirita, pirrotina, arsenopirita y calcopirita, son:

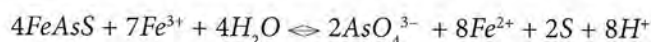
(Marsden & House, 1992)



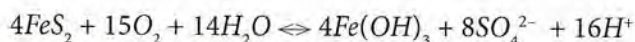
Además, el ión ferroso puede ser oxidado a férrico en estas condiciones:



El ión férrico también es un fuerte oxidante que interviene en este proceso de oxidación:



En soluciones alcalinas y neutras, y en presencia de oxígeno disuelto, la pirita y otros sulfuros oxidan así:



Equipos e insumos

El autoclave para oxidación de minerales es un equipo donde se llevan a cabo transformaciones químicas de la matriz mineral de materiales, en un medio cerrado, que dispone de resistencias eléctricas para trabajar a altas temperaturas y presiones, ajustadas mediante un controlador electrónico. Posee un sistema de agitación con aspas impulsado por inducción magnética para garantizar el aislamiento del medio. Cuenta con alimentación de oxígeno (figura 8.1).

Componentes

El autoclave está constituido por las siguientes unidades.

- Resistencias eléctricas para trabajar altas temperaturas y presiones, ajustadas mediante un controlador electrónico.
- Sistema de agitación con aspas, impulsado por inducción magnética para garantizar el aislamiento del medio.
- Alimentador de oxígeno.
- Sistema de agitación (figuras 8.2a y 8.2b).
- Recipiente de reacción (figuras 8.3).
- Resistencias.



Figura 8.1. Autoclave.

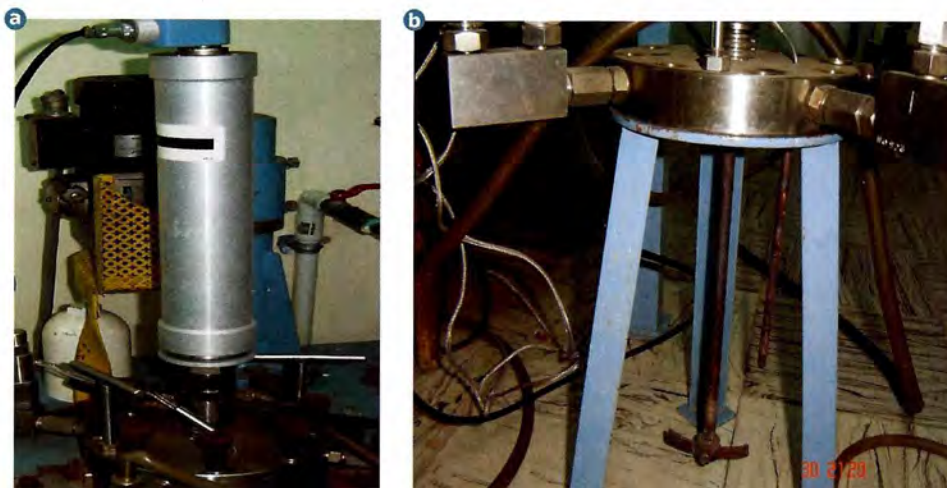


Figura 8.2. a. Sistema de agitación. b. Ábabe del sistema de agitación.

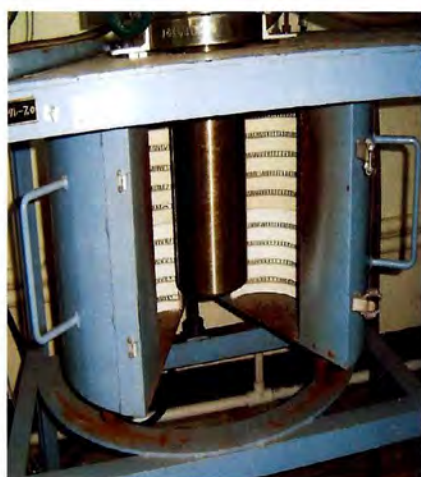


Figura 8.3. Recipiente de reacción y resistencias.

- Vaso de vidrio para la reacción; no incluido en el equipo de autoclave original (figura 8.4a).
- Unidad de control (temperatura y agitación), figura 8.4b.
- Tanque de oxígeno (figura 8.5).

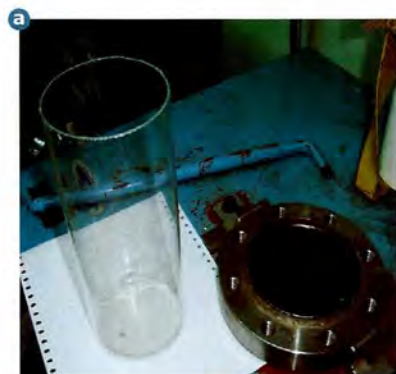


Figura 8.4. a. Vaso de vidrio para la reacción. b. Controlador.



Figura 8.5. Suministro de oxígeno.

- Tornillos de fijación y sello (anillo metálico) de la tapa del autoclave (figura 8.6).

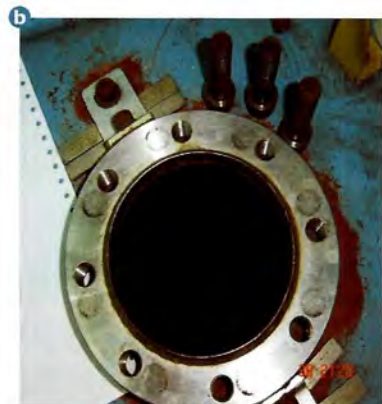


Figura 8.6. Sistema de fijación de la tapa del autoclave con tornillos.

Insumos

Material que se va a oxidar, agua, ácido sulfúrico (eventual) y oxígeno.

Procedimiento

Rangos de las variables de trabajo

- Temperatura: 24 °C – 220 °C.
- Rango de precisión de temperatura: ± 15 °C a temperaturas altas.
- Presión: máxima 30 kgf/cm².
- Agitación: 0-250 rpm.
- Presión de oxígeno: 14 kgf/cm².
- Volumen de recipiente de oxidación: 3,3 litros.

Funciones del equipo

Control de la velocidad de aumento de temperatura

Se logra por medio del controlador de potencia que tiene una escala de 0 a 100%. Este regula el voltaje y amperaje de trabajo de las resistencias de calentamiento. Sin embargo, si la temperatura de trabajo requerida es mayor de 150 °C, es posible que no se obtenga a potencias inferiores de 70%.

Una ventaja de trabajar a bajas potencias es que la temperatura no aumenta mucho con respecto a la seleccionada.

Presión de oxígeno inicial

La presión inicial de oxígeno está restringida de acuerdo con la temperatura de trabajo. Para una temperatura de 180 °C, la presión de oxígeno máxima sería 10 kgf/cm².

Volumen del recipiente

La cantidad de mineral que se va a tratar está restringida a la cantidad de oxígeno inicial que pueda suministrarle.

- Estequiométricamente, para un mineral de sulfuros, se requieren 20 kg de oxígeno por tonelada de mineral y 1% de azufre. Para un mineral que contenga 10% de azufre, se requieren 200 kg de O₂ por tonelada.
- Para tratar 100 g de mineral, se requieren 20 g de O₂. Suponiendo un volumen de 2 L para el oxígeno, a una presión de 8 kgf/cm², se tendrían aproximadamente 21 g de oxígeno, que sería la cantidad requerida, sin tener en cuenta reacciones con arsénico y antimonio, 8,5 y 5,3 kg de O₂ por tonelada por cada 1%, respectivamente. La eficiencia de oxígeno varía entre 50 y 90%, lo que para el ejemplo

podría requerir dos etapas de oxidación. En caso de trabajar con mayor cantidad de mineral, se requerirá aumentar las etapas de oxidación.

Agitación

Para obtener una eficiente agitación, se requiere trabajar mínimo con 700 cm³ de pulpa; de otra forma, se presentan sedimentos en el centro del recipiente de reacción.

Control de temperatura

Al trabajar a temperaturas de 180 °C y ciclos de una hora es posible que en términos reales esté trabajándose a 195~200 °C, ya que la temperatura continúa en aumento hasta 200 °C a pesar de que el control ha apagado las resistencias a los 180 °C y tarda aproximadamente 50 minutos en bajar hasta 180 °C.

Indicativos de la operación del equipo sobre el proceso de oxidación

En las reacciones de oxidación de sulfuros en autoclave, la presión de operación del equipo da indicaciones del proceso.

Si no hay carbonatos minerales presentes, la presión total del sistema esta dada principalmente por la presión del oxígeno y la de vapor de agua. Si el oxígeno se consume totalmente en la reacción, la presión a 180 °C debe ser 13,5 kgf/cm².

Se anexa una hoja de operación, para un concentrado mineral, el cual requirió etapas de oxidación (figura 8.1).

Precauciones con el equipo

- Al iniciar la etapa de calentamiento, se asegura que el sistema de enfriamiento de la agitación tenga flujo de agua.
- Al descargar el equipo, se lavan muy bien los sitios donde se acopla el recipiente de reacción con el sistema de agitación, ya que las soluciones creadas son altamente corrosivas y cualquier pequeña oxidación en este sitio puede dañar el sistema de sellado. En caso de que esto ocurra es necesario rectificar las partes en un torno industrial.

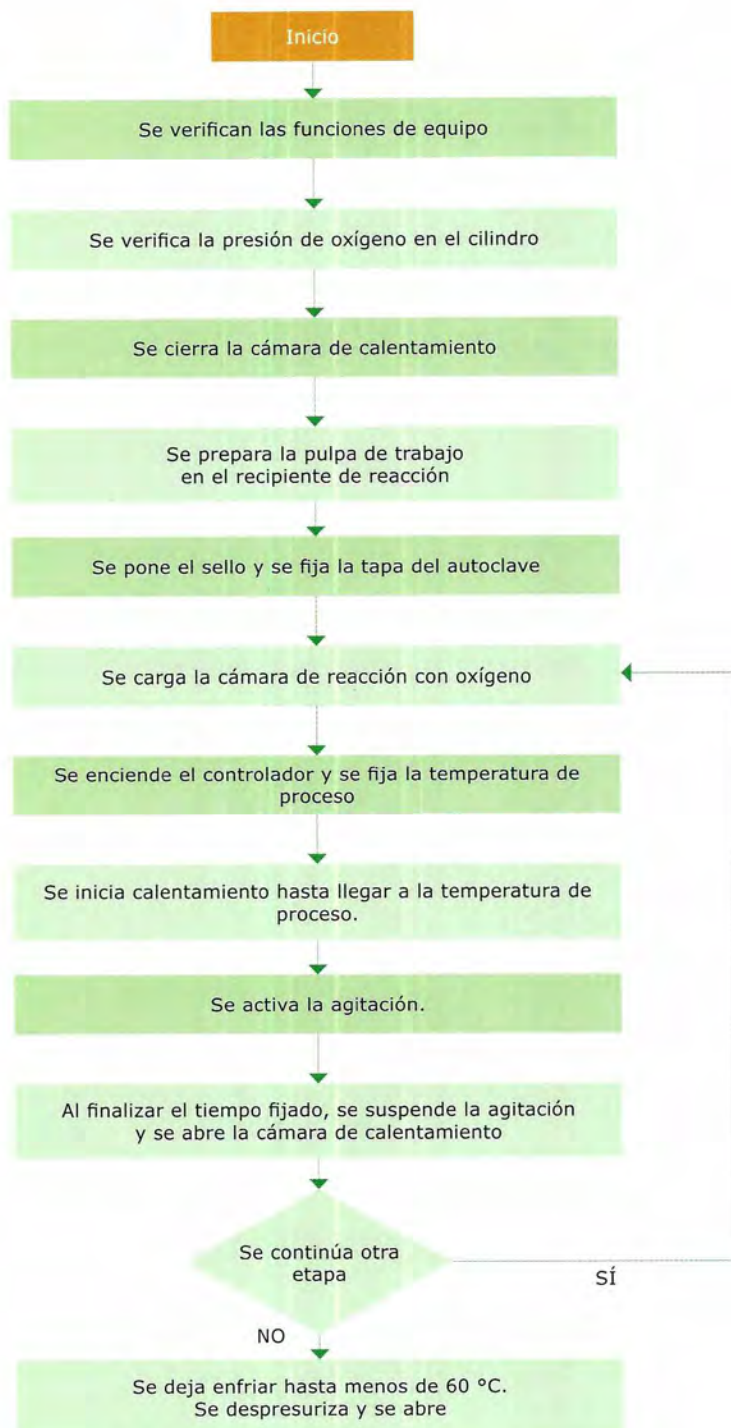
Funcionamiento del equipo

1. El vaso de vidrio donde se realiza la oxidación se introduce en el recipiente de acero inoxidable.
2. El equipo trabaja en forma batch; por tanto, se carga la pulpa al porcentaje de sólidos por peso de pulpa seleccionado y se instala el sistema de agitación, pero sin ponerlo a funcionar.

3. Se monta el sello de la tapa (anillo metálico) y se cierra la tapa con los tornillos respectivos, apretándolos en cruz.
4. Se suministra el oxígeno inicial que, para una temperatura de aproximadamente 180 °C, no debe exceder 10 kgf/cm², ya que al alcanzarse la máxima temperatura, y por tanto la máxima presión de vapor de agua, pueden excederse los 30 kgf/cm² y dispararse la válvula de seguridad. Esto puede suceder a temperaturas menores, en caso de que el material que va a oxidarse contenga minerales de carbonatos que produzcan CO₂.
5. Una vez cargado el equipo con el oxígeno, se selecciona la temperatura de trabajo con el controlador de temperatura y se asegura que el sensor de temperatura esté instalado. El controlador de temperatura activa una alarma cuando se excede la temperatura máxima permisible. Sin embargo, este sensor no es muy preciso y puede tener un rango de precisión de ± 15 °C. La velocidad de aumento de la temperatura puede controlarse con un potenciómetro con escala de 0 a 100%.
6. Al alcanzar la temperatura de trabajo se pone en funcionamiento el sistema de agitación. Hacerlo funcionar antes puede ser contraproducente ya que las reacciones de oxidación se iniciarían a temperaturas inferiores a las deseadas.
7. Al finalizar el proceso, de acuerdo con el tiempo seleccionado de oxidación, se deben apagar el sistema de agitación y el sistema eléctrico de calentamiento. Las resistencias pueden abrirse para disminuir el tiempo de enfriamiento.
8. Es posible que se requieran varias etapas de oxidación; por tanto, es necesario permitir que la temperatura del autoclave disminuya a menos de 95 °C para descargar la presión remanente e inicial un nuevo ciclo.
9. Una vez concluido el proceso de oxidación, se mide la presión, el potencial de óxido-reducción y el pH de la pulpa y de la solución filtrada.
10. Lavado del equipo.

Protocolo

En el siguiente diagrama se indican los pasos a seguir para la preparación general de una muestra.



Resultados

En la tabla 8.1 se muestra un ejemplo de los datos operacionales de un ensayo de oxidación de sulfuros a alta presión.

Tabla 8.1. Datos operacionales de un ensayo de oxidación de sulfuros a alta presión.

MATERIAL: <u>Concentrados de flotación</u>	CANTIDAD DE CONCENTRADO: <u>100 g</u>
PULPA: <u>10% de sólidos por peso</u>	TEMPERATURA: <u>190 °C.</u>
ETAPAS DE OXIDACIÓN: <u>4</u>	TIEMPO DE OXIDACIÓN POR ETAPA: <u>1 hora</u>
pH INICIAL DE LA PULPA: <u>6,0</u>	pH FINAL DE LA PULPA: <u>0,86</u>

Hora	Temp (°C)	Presión (kg/cm ²)	Voltaje (V)	Corriente (Amperios)	Potencia	Nota
10:45	24,6	8,0	205	17,0	80	Se prende autoclave
11:00	52,1	9,0	205	17,0	80	
11:15	95,8	10,5	205	17,0	80	
11:30	153,4	13,5	205	17,0	80	
11:45	190,0	18,0	205	17,0	80	Se apaga autoclave 12:45
11:52	193,8	22,5	0	0,0	80	
11:54	196,8	23,0	0	0,0	80	
12:10	202,9	21,0	0	0,0	80	
12:25	198,4	18,0	0	0,0	80	
12:45	186,1	13,5	205	17,0	80	Apagado autoclave, etapa 1
02:20	89,2	21,0	0	0,0	80	Se descarga
02:25	87,3	8,0	205	17,0	80	Se prende
02:40	103,6	9,5	205	17,0	80	
02:55	148,1	12,0	205	17,0	80	
03:12	190,0	18,5	205	17,0	80	Se apaga autoclave 4:12
03:18	196,1	22,0	0	0,0	80	
03:25	203,3	22,0	0	0,0	80	
03:40	202,1	19,5	0	0,0	80	
03:55	193,2	15,5	0	0,0	80	
04:12	186,7	13,0	205	17,0	80	
41:51	128,4	3,5	0	0,0	80	
08:00	• • •	0,5	0	0,0	80	
08:23	24,8	8	210	17,5	80	Se prende autoclave
08:40	59,0	9,5	210	17,5	80	

Continúa

Continuación

08:55			210	17,5	80	
09:10	143,9	15,0	210	17,5	80	
09:22	190,0	20,5	210	17,5	80	Se apaga autoclave 10:22
09:40	205,4	23,5	0	17,5	80	
09:55	203,1	21,0	0	0,0	80	
10:10	194,9	16,5	0	0,0	80	
10:22	187,3	14,0	0	0,0	80	Se apaga autoclave, etapa 3
11:52	9,0	2,5	0	0,0	80	Se descarga autoclave

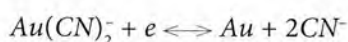
Potencial final de la pulpa 426 mV (ORP).

Introducción

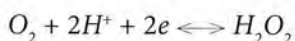
El cianuro ha sido el agente lixivante en la industria hidrometalúrgica del oro desde 1887, cuando McArthur y Forrest la pusieron en práctica (Marsden & House, 1992).

Con la ayuda de un oxidante como el oxígeno, un pH básico (10,5-11,5) y un potencial de óxido-reducción en un rango aproximado de -400 a +250 milivoltios (Londoño, 2002), el ión cianuro acompleja al oro y a otros metales que puedan estar presentes, como plata, cobre, zinc, antimonio, quedando disueltos en la solución acuosa.

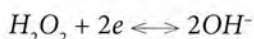
Habashi demostró la naturaleza electroquímica del proceso de cianuración del oro (Habashi, 1966, 1967). En solución acuosa, el cianuro alcalino oxida y disuelve el oro a Au+1 en forma de un cianuro complejo, $Au(CN)_2^-$. Reacción de oxidación anódica del oro:



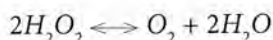
En soluciones acuosas aireadas de cianuro alcalino la reacción de disolución anódica es acompañada por la reducción catódica del oxígeno. Hay varios mecanismos propuestos para esta reacción (Marsden & House, 1992).



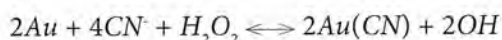
El peróxido de hidrógeno formado es un agente oxidante fuerte que puede tomar parte en una reacción de oxidación posterior:



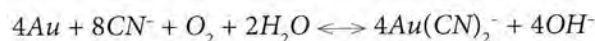
Sin embargo, la reducción de esta especie sobre la superficie del oro ha mostrado dificultades para desarrollarse. También se ha demostrado que 85% del peróxido se descompone en agua y oxígeno, así (Marsden & House, 1992):



La reacción neta de disolución de oro en soluciones aireadas de cianuro alcalinas, considerando las reacciones de media celda de oxidación y reducción, queda apropiadamente descrita por dos reacciones que marchan paralelamente (Marsden & House, 1992):



y que sumadas dan la ecuación de Elsner:



Esta ecuación es estequiométricamente correcta, pero no describe por completo las reacciones catódicas asociadas a la disolución (Marsden & House, 1992).



Figura 9.1. Proceso de cianuración.

Los sulfuros metálicos, como la pirrotina ($Fe_{1-x}S$) (Hurlburt, 1982), la marcasita (FeS_2), la covelina (CuS), la calcosina (Cu_2S), la bornita ($FeCu_3S_4$), la pirita

arseniosa y el oropimente (As_2S_3) se descomponen rápidamente en soluciones alcalinas de cianuro aireadas (George, 1999), formando iones metálicos, óxidos o complejos metálicos de cianuro y varias otras especies que contienen azufre, incluidos tiocianato, sulfuros y iones tiosulfatos. En general, la reacción de disolución en cianuro para un sulfuro metálico es:



Para el caso de la pirrotina, se ha identificado la reacción (Marsden & House, 1992):



Para controlar la presencia de estos agentes activos en la cianuración, se aplican pretratamientos para neutralizarlos. El laboratorio cuenta con medios para hacer pretratamientos por tostación controlada, oxidación en autoclave (figura 9.2) y separaciones selectivas por flotación.



Figura 9.2. Autoclave para oxidación de minerales a alta presión y temperatura.

La prueba de laboratorio de cianuración tiene el propósito de medir el grado de disolución de oro del material de estudio en el tiempo y el gasto relativo de cal y cianuro de sodio durante el proceso. Así mismo, el estudio diagnostica el grado de inhibición del material a la cianuración (refractariedad) mediante el seguimiento del potencial de óxido-reducción, la oxigenación del sistema y el análisis químico y mineralógico de los productos entregados por la prueba. Se ha estandarizado un procedimiento que se lleva a cabo en un vaso de precipitación con agitación por álabes.

El laboratorio cuenta con varios sistemas para desarrollar pruebas de cianuración de materiales auríferos, a saber:

- Cianuración en recipiente agitado por álabes (figura 9.3a).
- Cianuración por percolación (figura 9.3b).
- Cianuración tipo Pachuca (figura 9.3c).
- Cianuración en tanque rotatorio (figura 9.4).
- Cianuración con carbón activado (en pulpa, en lixiviación y en columna).



Figura 9.3. Cianuración: **a.** En recipiente agitado por álabes. **b.** Por percolación. **c.** Tipo Pachuca.



Figura 9.4. Cianuración en tanque rotatorio.

El sistema agitado por álabes es la prueba estándar en el laboratorio de metalurgia de Ingeominas, Cali. Los demás sistemas se aplican en condiciones particulares, generalmente buscando la adaptación del material a las mejores condiciones de cianuración.

Insumos y equipos para la prueba normalizada

Reactivos

Agua desmineralizada, hidróxido de calcio, cianuro de sodio (NaCN), nitrato de plata (AgNO_3) y yoduro de potasio (KI).

Equipos

Balanzas, agitadores mecánicos, medidor de pH, medidor de potencial óxido-reducción, medidor de oxígeno disuelto, sistema de filtración y sistema de secado.

Insumos

Bureta, embudos de vidrio, erlenmeyer, pipetas, tubos de ensayo, gradilla para tubos de ensayo, vasos de precipitación, vidrios de reloj, espátula y papel de filtro.

Procedimiento

Preparación de la muestra

1. Se tritura y se muele el material al grado de liberación definido para las partículas de oro del material en particular. Si no se cuenta con esta información, muela a n.º 200 ($75 \mu\text{m}$) (d_{80}).

2. Se cuartea y se toma mínimo 100 g para cianurar.
3. Se deja una fracción del cuarteo para ensayo de oro y plata.

Montaje de la prueba

1. Se pesa el vaso de precipitación donde se desarrollará la prueba.
2. Se adiciona el mineral.
3. Se adiciona el agua garantizando un porcentaje de sólidos de 30%.
4. Se agita la pulpa durante 5 min. Se comprueba que la agitación sea tal que todo el sólido quede en suspensión.
5. Se mide concentraciones de sales solubles.
6. Se repulpa hasta lavar las sales disueltas.
7. Se mide el agua necesaria para el lavado de sales.
8. Se mide el pH y se adiciona el compuesto alcalinizante (puede ser hidróxido de sodio o cal) para llevar el pH hasta 9,5. Se anotan los gramos de cal adicionados.
9. Se deja agitando por 5 min.
10. Se adiciona NaCN, según la concentración definida. Una cianuración convencional se desarrolla bien a una concentración de cianuro de sodio de 1 gramo por litro.
11. Se mide nuevamente el pH y se ajusta en 11 (rango recomendado: entre 10,5 y 11,5).
12. Se sigue el formato de laboratorio destinado para la prueba.
13. Se anota la hora de inicio de la prueba correspondiente al momento de la adición del cianuro de sodio.
14. Se toma una muestra entre 10 y 15 mL. Se mide la concentración de cianuro libre y el pH cada hora; se adicionan cal y cianuro cuando sea necesario. Se anota la cantidad adicionada y la hora.
15. Se marca la muestra extraída y se conserva para análisis de concentración de oro por absorción atómica.

Determinación de cianuro libre, CN^- , por titulación

1. Para tomar muestras, se apaga el agitador y se deja reposar dos minutos.
2. Se prepara una solución 0,1 molar de nitrato de plata (16,99 gramos de nitrato de plata en 1 litro de agua).
3. Se toma entre 10 y 15 mL de solución de cianuración con una pipeta, habilitada con perilla de succión, tratando de tomarla lo más superficialmente posible (zona clarificada), evitando tomar material sólido (figura 9.5).

4. Se lleva la muestra extraída a un embudo con filtro de papel y se filtra en un tubo de ensayo. Se marca el tubo con el número de la prueba y la muestra.
5. Se toma entre 2 y 5 mL de solución desde el tubo de ensayo (solución filtrada) y se deposita en un erlenmeyer.
6. Se adicionan 20 mL de agua desmineralizada aproximadamente.
7. Se adicionan 5 gotas de una solución de yoduro de potasio como indicador de la titulación.
8. Cada mililitro de la solución titulante 0,1 molar de nitrato de plata titula 9,8 miligramos de cianuro de sodio.
9. De la bureta, se adiciona nitrato de plata hasta que aparezca la primera señal de opalescencia (turbidez). El punto final se define cuando la más leve opalescencia permanece enturbiando la solución. Se anotan las lecturas iniciales y finales de la bureta.
10. Se deja el resto de la muestra del tubo para lecturas por absorción atómica de oro y plata disueltos.
11. Se toman muestras cada hora durante las primeras cinco horas. En adelante, se toman cada dos horas y media.
12. Después de finalizada la cianuración, se pesa el sistema y se filtra la pulpa para separar la solución rica de las colas.
13. Se realiza análisis de oro para la solución y las colas.



Figura 9.5. Toma de solución de cianuración con pipeta.

Resultados

La tabla 9.1 muestra un ejemplo de seguimiento y manejo de resultados de una prueba en el laboratorio.

Tabla 9.1.

Ingeominas. Grupo de trabajo regional Cali Laboratorio de metalurgia Prueba de cianuración		
Tipo de cianuración: Convencional. Tanque agitado		
Fecha	14/04/2008	
Consecutivo de prueba	1596	
Muestra	m.432 - concentrado de flotación arenas La Llanada	
Objetivo de la prueba	Medir comportamiento y recuperación	
Usuario	Ingeominas	
Responsable técnico	Grupo (Verónica, Harold, Benedicto, Jorge I)	
Parámetros de operación		
Densidad de pulpa (% por peso)	35	
Concentración de cianuro de sodio (g/l)	1,5	
Potencial oxido-reducción solución sin reactivos (mv)		
pH de la pulpa antes de reactivos	5,5	
Datos de balance de masa		
Parámetro	Valor	Unidad
Recipiente de ensayo	228,9	gramos
Muestra	58	gramos
Tenor de oro en cabeza	15,00	gramos por tonelada
Oro en cabeza	870	microgramos
Agua adicionada	135	mililitros
Sistema inicial	421,9	gramos
Sistema final	395,8	gramos
Sólidos residuales (cola)	55,6	gramos
Tenor de oro en colas	2,2	gramos por tonelada
Oro en colas	122,32	ug (microgramos)
Solución final en el sistema	111,3	mililitros
Concentración oro en solución final	4,9	miligramos por litro
Oro en solución final	549,33	microgramos
Oro acumulado alícuotas	151,68	microgramos
Volumen promedio alícuotas	9,3	mililitros
Oro total extraído en solución	701,0	microgramos
Pérdidas de solución	5,7	%
Recuperación de sólidos	95,9	%

Seguimiento. Prueba 1574

Fecha	Tiempo (horas)	Adiciones		pH	ORP	Concentración O ₂ (mg/l)	Concentración NaCN (g/l)	Muestra tomada	Concentración oro (mg/l)
		NaCN(g)	Ca(OH) ₂ (g)						
14/04/08				5,5					
			0,25	9,74	-180				
	0,00	0,2	0,08	10,5					
	0,50			10,3	-121	3,5		M1	1,21
	1,93			10,08	-97		0,25	M2	1,49
	2,10		0,05	10,6					
	2,42	0,2				3,0			
	3,98			10,35	-107		0,75	M3	3,04
	4,25	0,08							
	5,83			10,44	-109		0,25	M4	3,98
	6,12	0,064				4,0			
14/04/08	21,33			9,43	-40		0	M5	4,3
	21,67	0,16	0,02	10,5	-117				
	23,83			10,67	-109		1,5	M6	4,94
								Solución Final	
Total		0,704	0,40						

Tratamiento de los datos

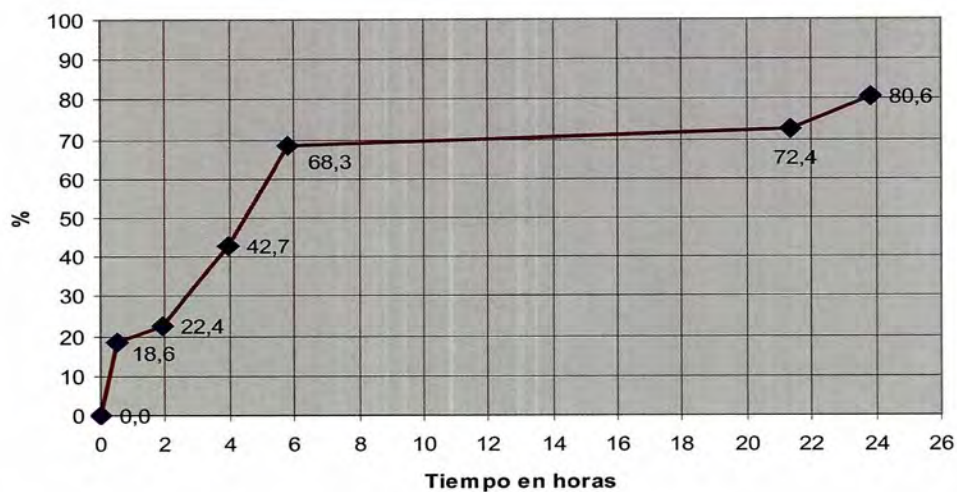
Tiempo (horas)	Concentración oro en solución (mg/l)	Volumen de solución en el vaso de reacción (ml)	Oro en solución en el vaso de reacción (ug)	Oro en alícuotas (ug)	Oro acumulado en alícuotas (ug)	Oro total disuelto (ug)	% Recuperación	Consumo de NaCN (k/t)	Consumo de cal (k/t)
0,0	0,0	135,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0		
0,5	1,2	125,7	152,1	9,7	9,7	161,8	18,6		
1,9	1,5	116,4	173,4	11,9	21,6	195,0	22,4		
4,0	3,0	107,1	325,6	24,3	45,9	371,5	42,7		
5,8	4,0	129,8	516,6	31,8	77,8	594,4	68,3		

Continúa

Continuación

	21,3	4,3	120,5	518,2	34,4	112,2	630,3	72,4		
	23,8	4,9	111,2	549,3	39,5	151,7	701,0	80,6	1,2	0,7
	Tenor oro cabeza (g/t) por análisis				15,0					
	Tenor oro cabeza (g/t) reconstruida por datos de balance				14,2					
Conclusiones	Con seis horas de cianuración se alcanzó una recuperación del 68,3 % del oro. A las 23 horas de 72,4 %. A las 24 horas de 80,6 %.									
	Se tuvo un gasto específico de 1,2 kilogramos de cianuro de sodio por tonelada métrica de material lixiviado.									
	Se tuvo un gasto específico de 0,7 kilogramos de cal por tonelada métrica de material lixiviado.									

% Recuperación de oro en solución



Introducción

La cianuración industrial de un material aurífero produce una solución cuya concentración de oro está generalmente por encima de 2 miligramos de oro por litro (ppm), dependiendo del material lixiviado y el sistema utilizado. Los sistemas de cianuración por tanque de percolación pueden entregar soluciones de 20 ppm o más. Los sistemas por agitación producen soluciones más diluidas.

El proceso final de recuperación del oro y la plata allí disueltos puede pasar por: una fase de concentración previa a la precipitación del metal o directamente a dicha precipitación.

La fase de concentración consta de dos etapas: la primera, conocida como adsorción, en la que la solución es despojada del oro y la plata disueltos, por medio de un adsorbente, por ejemplo carbón activado, resina de intercambio iónico o solventes; y la segunda, llamada desorción, en la que el medio adsorbente es a su vez despojado del oro adsorbido produciéndose una solución altamente concentrada de oro y plata (mayores de 200 miligramos por litro), aptas para conseguir la metalización del oro y la plata por electroobtención o por precipitación con zinc y fundición final.

Actualmente los métodos de precipitación de oro y plata más utilizados son la precipitación con zinc, con aluminio y la electroobtención.

La extracción por precipitación de oro en zinc desde soluciones cianuradas de oro fue introducida comercialmente en 1890 (método Merrill Crowe) (Gonzaga, 1994). En 1983 se patentó el método de precipitación de oro con aluminio.

A partir de 1970 empezó a incluirse el carbón activado en el campo industrial en el circuito de recuperación de oro de soluciones diluidas, instaurándose el método de adsorción-desorción-precipitación que produce una solución relativamente concentrada de oro (mayores de 200 ppm) que, a su vez, es despojada del oro por medio de electroobtención o zinc.

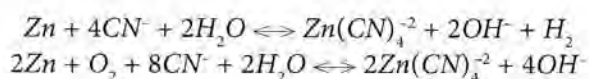
La precipitación de oro en zinc

Durante la precipitación de oro en zinc, la solución aurífera entra en contacto con el zinc y, espontáneamente, dado que el zinc es mucho más electropositivo que el oro, ocurre un intercambio por medio del cual el zinc metálico se va solubilizando en la solución mientras el oro se va precipitando desde ella.

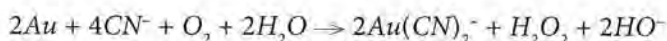
Una expresión química que representa el modelo de precipitación de oro en zinc es:



El zinc puede corroerse por mecanismos que involucren la reducción del agua y oxígeno:



En la práctica se deben adicionar entre 5 y 30 veces más que los requerimientos estequiométricos. Así mismo, la presencia de oxígeno disuelto puede provocar la redisolución del oro ya precipitado:



En las condiciones que se aplican típicamente a la industria, se ha encontrado que la transferencia de masa es el paso determinante para el proceso de precipitación. Por ello es fundamental que el zinc presente una extensa y limpia superficie de reacción. Se recomienda el zinc en polvo, previniendo el bloqueo de su superficie a causa, por ejemplo, de sílice coloidal, arcillas o hidróxido de zinc.

Para soluciones diluidas de cianuro de oro a baja temperatura y a un pH de 10,5, la concentración crítica de cianuro (CN^-) está en un rango entre 0,05 y 0,2 gramos por litro. Para soluciones concentradas y calientes (entre 20 y 100 g/t), la concentración mínima está en un rango entre 2 y 5 g/L.

La velocidad de disolución de zinc decrece con el incremento de la concentración de iones de zinc. La máxima concentración depende el pH y de la concentración de cianuro. Por ejemplo, para 3 g/L de NaCN y pH de 11, la concentración máxima será 0,75 g/L de Zn^{2+} . Se consideran elevadas las concentraciones mayores de 2 g/L para circuitos cerrados.

En soluciones diluidas a temperatura ambiente, el oxígeno influye en concentraciones de 0,5 a 1 mg/L. Para soluciones calientes y concentradas, que se obtienen de la elusión con carbón, no es necesario la desaireación, dado que en estas condiciones el oxígeno disuelto es muy poco (Marsden & House, 1992).

Es muy conocido el efecto benéfico de los iones de plomo en la precipitación a baja temperatura, debido a sus efectos electroquímicos. Concentraciones de Pb^{2+} de 0,01 g/L ejercen un buen efecto para soluciones de 1 a 10 g/t de oro, y debe cuidarse de no estar por debajo de este valor. Excesos de 0,06 a 0,1 g/L de plomo divalente perjudican el proceso.

Otros iones metálicos divalentes como Hg, Th, Bi, Cd y Cu, en concentraciones muy bajas, han mostrado efectos similares al del plomo.

Otra ventaja del uso del plomo es que reacciona con los iones sulfuro formando sulfuro de plomo insoluble.

Los iones sulfuro tienen un efecto severo y detienen completamente la precipitación en concentraciones mayores de 20 mg/L, debido a la formación de sulfuro de zinc sobre la superficie del zinc, inhibiendo tanto su disolución como la precipitación del oro.

La presencia de material particulado fino suspendido en la solución, particularmente arcillas y silicatos coloidales, reducen la eficiencia de la precipitación, posiblemente por cubrir la superficie del zinc.

Equipos

Sistema Merrill Crowe (figura 10.1), dispositivo de agitación magnética, espectrofotómetro de absorción atómica, magneto agitador, medidor de oxígeno disuelto, bomba de vacío y cámara de vacío.



Figura 10.1. Sistema Merrill Crowe.

Reactivos

Acetato de plomo, zinc en polvo y solución aurífera de cianuro.

Insumos

Tapón de caucho con dos bocas, embudo de vidrio, manguera, dos pinzas de estrangulamiento, tubos de ensayo, vaso con tapa de caucho, papel de filtro y erlenmeyer con salida lateral (figura 10.2).



Figura 10.2. Erlenmeyer.

Prueba Merrill Crowe

Procedimiento

1. Se introducen en el erlenmeyer 350 mL de la solución cargada. Se coloca el tapón y se enciende el agitador y la bomba de succión hasta alcanzar el vacío deseado en el sistema, estableciendo un tiempo de estabilización de 10 min.
2. A través del embudo superior, se introduce la cantidad de zinc necesaria y se inicia la toma consecutiva de muestras a diferentes tiempos, a medida que la reacción avanza. El polvo de zinc se agrega al embudo que está comunicado con el interior del erlenmeyer por una manguera, en cuyo trayecto hay dos pinzas formando una cámara previa, que mantienen aislado el sistema dentro del erlenmeyer.
3. Se abre la primera pinza. El zinc pasa del embudo a la cámara que ha quedado entre las dos pinzas. Se cierra la primera pinza.

4. Se abre la segunda pinza y el polvo de zinc cae al erlenmeyer sin que entre aire al sistema.
5. La toma de muestras, para control del nivel de oxígeno disuelto y para el control del avance de la reacción, se hace conectando una jeringa en la manguera lateral saliente de la boca del erlenmeyer, manipulando la pinza una vez más para no perder vacío (figuras 10.3 a y 10.3 b).
6. Una vez se extrae cada muestra, esta se filtra al vacío para retirar el zinc presente en suspensión, de modo que la reacción no continúe. Entonces, la muestra puede ser almacenada para leerla posteriormente en el espectrofotómetro.
7. Para la medición del oxígeno disuelto en la solución, se tienen en cuenta dos hechos importantes. La muestra, una vez fuera del montaje al vacío, es susceptible de disolver oxígeno del aire de nuevo, así que debe estar aislada de esto lo mejor posible. Para esto, la muestra extraída en la manguera se inyecta a un vaso aislado previamente despresurizado, el cual es inundado completamente por la muestra.
8. Como el medidor de oxígeno puede trabajar solo en condiciones atmosféricas, la medición no se debe hacer dentro del erlenmeyer por estar sometido a vacío. De esta forma, la medición se hace dentro del recipiente donde se vertió la muestra.

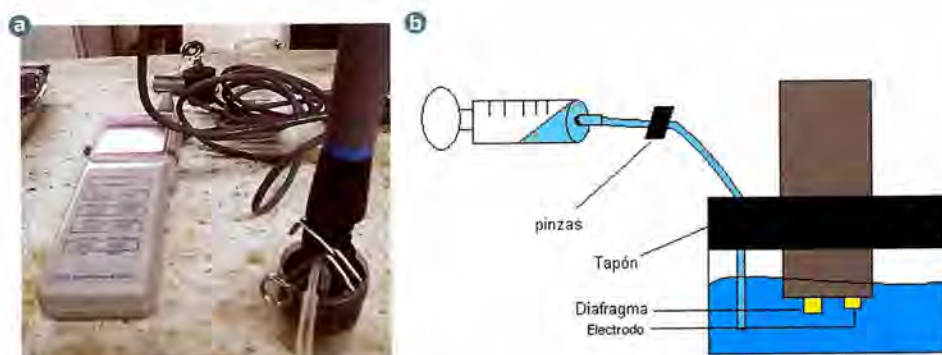


Figura 10.3. a. Medición del oxígeno disuelto. b. Método para determinar cantidad de oxígeno disuelto.

9. Una vez medido el oxígeno disuelto, la muestra se almacena en un tubo de ensayo abierto a la espera de ser leída en el espectrofotómetro.
10. Las muestras se toman periódicamente de forma que se mida la disminución de oro en el tiempo y la concentración final alcanzada.

Resultados

Tabla 10.1 de concentración de oro en el tiempo para el despojamiento de 350 mililitros de una solución con un contenido inicial de oro de 11,6 mg/L, variando la cantidad de polvo de zinc entre 0,5 y 2,0 gramos a una presión de vacío de 60 cm de Hg (Universidad del Valle, 2006).

Tabla 10.1. Concentración de oro en la solución aurífera sometida a precipitación por el método de Merrill Crowe.

Tiempo en minutos	Concentración de oro (mg/L) Cantidad polvo Zn adicionado	
	0,5 g	2,0 g
0,0	11,6	11,6
0,5	8,7	6,4
3,0	3,8	0,0
5,0	3,3	0,2
7,5	2,1	
10,0	3,0	0,0
15,0	4,1	0,9
25,0	2,4	
30,0	3,2	
40,0	2,3	0,4

Adsorción de oro con carbón activado

El carbón activado debe sus propiedades adsorbentes a la acción de la gran cantidad de puntos electrostáticamente activos distribuidos en la extensa superficie compuesta por la intrincada red de poros que conforman su textura. La superficie específica del carbón generalmente es común que sea 1000 metros cuadrado por gramo (Marsden & House, 1992).

Las materias primas más comunes para la elaboración del carbón activado son carbones (lignito, carbón bituminoso y antracita), cáscaras de coco, semillas de durazno, cascarilla de arroz, mazorcas, celulosas, llantas viejas y otros materiales carbonáceos. Para las aplicaciones hidrometalúrgicas extractivas, la cáscara de coco es una de las materias primas más apetecidas debido a su alta resistencia mecánica, que previene su desintegración durante los procesos (Arias, 1998).

Las velocidades típicas de adsorción de oro están entre 10 y 100 g/h por tonelada de carbón (Arias, 1998). En condiciones normales de temperatura y presión (25 °C y 0,8 atmósferas), un estudio en el laboratorio de Ingeominas, Cali, relacionó condiciones de equilibrio entre carbón activado y solución cargada por medio de una isoterma de Freundlich. Se halló que 10 mg/L en la solución estaban en equilibrio con una carga de 28 miligramos de oro por gramo de carbón, y que

1 mg/L en la solución estaban en equilibrio con una carga de 7,5 mg de oro por gramo de carbón (Arias, 1998).

Las principales variables químicas que afectan la cinética y el equilibrio en la adsorción del ión aurocianuro sobre carbón activado son:

- Concentración de oro en la solución.
- Concentración de cianuro: tanto la capacidad como la velocidad en el carbón activado disminuyen con el aumento del cianuro libre. Este efecto se atribuye a la competencia por los centros activos de adsorción. Un rango normal de trabajo estaría entre 0,1% y 0,2% en peso de NaCN.
- pH.
- Fuerza iónica.
- Otros metales en solución: los iones metálicos compiten por los sitios activos del carbón. La capacidad de adsorción de cianuro de plata es sustancialmente menor que la de cianuro aurífero. Una concentración de 100 mg/L de cobre afecta severamente los procesos de adsorción de oro.

Entre las variable físicas que deben tenerse en cuenta están el tipo de carbón, la presencia de sólidos suspendidos en la solución, la temperatura y, en menor escala, la granulometría.

Procesos industriales de adsorción de oro en carbón activado

Proceso de carbón en pulpa (CIP, Carbon in Pulp)

El proceso CIP se aplica para la extracción de oro directamente desde lodos cianurados de lixiviación o pulpas, y constituye una tecnología bien establecida. El proceso se configura con el carbón fluyendo en contracorriente del lodo en tanques agitados (figura 10.4) (Arias, 1998).

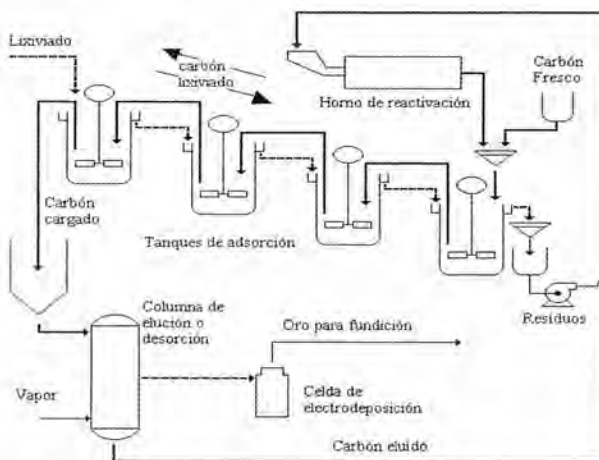


Figura 10.4. Ejemplo de un circuito CIP en cascada de cuatro etapas.

La pulpa se pone en contacto con el carbón, después de la cianuración, en numerosas etapas de adsorción, dependiendo del tamaño de los tanques, la concentración de carbón, la cantidad de oro que va a removerse y otros factores como agitación, velocidad de flujo. Se emplea en sistemas que tratan grandes cantidades de mineral o donde hay presencia de material fino que dificulta la filtración.

Proceso de carbón en lixiviación (CIL, Carbon in Leach)

El proceso CIL es una modificación del CIP, donde la lixiviación y la adsorción ocurren simultáneamente en un tanque. El proceso ofrece ventajas de menor costo de capital –evita procesos de separación de lixiviación y adsorción– y mejoras en extracción de oro de menas que contienen otros adsorbentes del metal lixiviado (figura 10.5). Sin embargo, el CIL tiene desventajas inherentes:

- Se requiere un gran inventario de carbón, en consecuencia, las existencias de oro “encerrado” en planta son mayores.
- Aumentan las pérdidas de carbón por atrición.
- Las cargas de oro en carbón son más bajas puesto que se tratan soluciones de grado menor y se incrementa la frecuencia de transferencia de carbón, desorción y posiblemente, reactivación.

En este tipo de sistemas –aunque se puede aplicar a otros–, se usa aire u oxígeno para favorecer los procesos de lixiviación y de adsorción y mezcla, además de la oxidación final del cianuro.

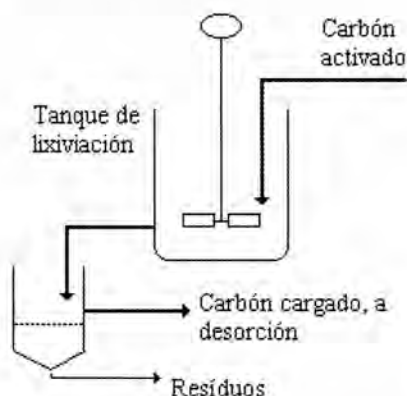


Figura 10.5. Esquema de operación CIL.

Proceso de carbón en columna (CIC, Carbon in Column)

En este sistema, el carbón se dispone en una torre por donde se hace pasar de manera continua la solución cargada con oro, para que este quede adsorbido en la torre (figura 10.6).

El carbón activado puede usarse para extraer oro de un amplio rango de soluciones aurocianuradas, incluidas soluciones de lixiviado en pilas o de tanques de percolación, así como soluciones filtradas de lixiviación de tanque agitado.

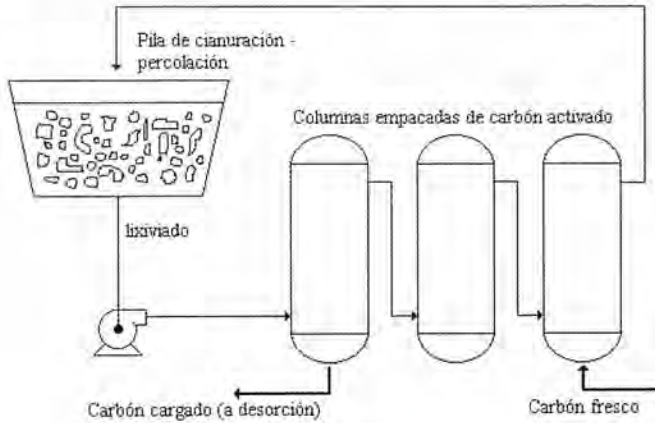


Figura 10.6. Circuito de tres columnas empacadas para tratar lixiviado de pilas.

Resultados de una prueba de campo

En la mina El Diamante, municipio de Guachavez, departamento de Nariño, Ingenieros realizó una prueba de adsorción de oro en carbón activado en columna. La figura 10.7 muestra el proceso seguido en dicha prueba. Se trabajó con la solución rica producto de la cianuración por percolación del material de mina que previamente se había desarrollado. Esta solución se tomó del tanque de solución clarificada (percolada) (1). La bomba (2) impulsa la solución a las columnas de adsorción en carbón activado (3). La solución despojada del oro vuelve al tanque de percolación (4). En esta prueba, la solución despojada queda almacenada en el tanque de percolación y no vuelve al tanque de solución clarificada.

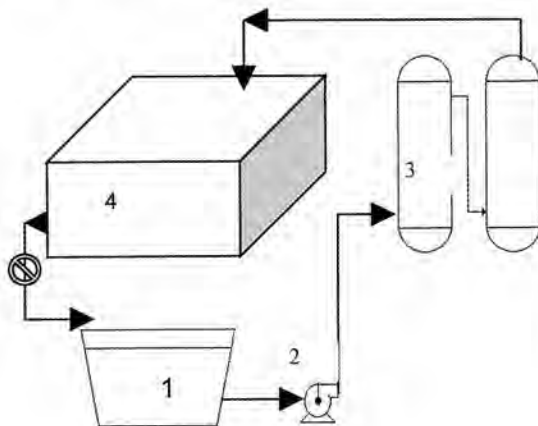


Figura 10.7. Esquema del sistema de ensayo en la mina El Diamante: 1. Tanque, 2. Bomba, 3. Columna, 4. Tanque de percolación.

Resultados

En la tabla 10.2 se muestran las condiciones de la prueba en el seguimiento de la concentración de oro en la solución despojada en el proceso de adsorción de oro sobre el carbón activado. En la tabla 10.3 se presentan los resultados del mismo.

Tabla 10.2. Condiciones de prueba.

Condiciones de la prueba	
Columnas	2, en paralelo
Dimensiones	Diámetro:10 cm; altura:140 cm
Material de las columnas y tubería	PVC
Solución cianurada	
Volumen de solución tratada	4,181 litros
Temperatura (promedio)	10 °C
pH	9,5-10,5
Caudal promedio de trabajo	135 L/h
Carbón activado	Kintal WA 10-30
Carga de oro en el carbón activado	12,5 gr Au/kg de carbón activado
Peso de carbón activado por torre	5 kg
Altura de empaque	100 cm, aproximadamente.

Desorción de oro desde carbón activado

Desorción

El carbón cargado con oro debe sufrir un proceso de desorción, obteniéndose una solución de poco volumen, pero con una concentración de oro relativamente alta, apropiada para la etapa de recuperación. La desorción se realiza con el carbón dentro de columnas de acero inoxidable, donde el complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es despojado de la superficie del carbón. Existen diversos métodos de desorción. Entre estos se hallan el método angloamericano y el Zadra (con sus diferentes variaciones).

Para la desorción del oro desde el carbón activado (elusión), el método Zadra emplea soluciones eluentes de cianuro en medio básico (generalmente, 1% de NaOH y 0,1% NaCN) a temperaturas que pueden variar de 95 a 300 °C, con presiones en el rango de 1 a 5 atmósferas. Esta solución de desorción cargada con oro (> 50 mg/L) pasa luego al proceso de recuperación.

El método angloamericano utiliza agua caliente como medio desorbente del oro, previa acción de una solución acuosa concentrada de cianuro y soda.

Recuperación

El proceso de recuperación se define como la remoción del oro de la solución acuosa a una forma sólida y concentrada, no necesariamente pura.

Tabla 10.3. Procesos de recuperación.

Fecha	Hora	Tiempo (H)	Caudal (L/H)	Muestra n.º	mg/L de oro en solución
V - 14 - 96	23:00	0,0	0,0	1	26,0
	23:00	0,0	127,2		
V - 15 - 96	00:00	1,0	123,6	2	0,02
	01:00	2,0	122,4		
	02:00	3,0	114,0		
	03:00	4,0	114,2		
	04:00	5,0	112,8		
	05:00	6,0	110,4	3	0,03
	06:00	7,0	110,4		
	07:00	8,0	105,6		
	08:00	9,0	108,0		0,7
	09:00	10,0	116,4	4	
	09:30	10,5	112,8		
	10:30	11,5	151,2		
	11:30	12,5	135,6		
	12:00	13,0	145,2		
	13:00	14,0	136,8		
	13:50	15,0	0,0		
	14:00	15,0	0,0		
	14:30	15,0	108,0		
	14:50	250,2			
	15:00	15,5	159,6	5	
	15:45	270,0	2,9		
	16:00	16,5	174,6		
	17:00	17,5	114,0		
	17:30	169,2			
	18:00	18,5	129,6		
	19:30	20,0	112,8		
	20:30	21,0	121,2		
	21:30	22,0	108,0		1,1
	22:30	23,0	141,6		
V-16-96	23:30	24,0	120,0	6	
	00:30	25,0	75,6		
	01:30	26,0	133,0		
	02:30	27,0	121,0		
	03:30	28,0	115,2		
	04:30	29,0	72,0		
	05:30	30,0	115,2	7	
	06:30	31,0	108,0		0,8

Los métodos más importantes empleados en la recuperación del oro son precipitación con zinc y electroobtención (recuperación electroquímica).

Electroobtención

La electroobtención o recuperación electroquímica provee un método económico y conveniente para la recuperación de oro y plata a partir de soluciones producidas en la desorción de carbón cargado con oro. Los cátodos con el metal depositado y el sedimento catódico requieren relativamente poca refinación posterior.

Sistema de desorción

Está compuesto originalmente de cuatro torres en acero inoxidable colocadas en serie y bien apoyadas en un soporte. El sistema tiene la facilidad de desmontarse para trabajar con el número de torres necesarias y permitir una manipulación sencilla tanto en su alimentación como en su evacuación (figura 10.8).



Figura 10.8. Sistema de desorción de oro de carbón activado.

Componentes

1. Recipiente dispensador de solución desorbente.
2. Bomba dosificadora.
3. Plancha de calentamiento.
4. Torres de desorción. Están conformadas por: flanges en los extremos de las torres (tapas superior e inferior); válvulas de evacuación de las torres; trampas para carbón activado en los extremos de las torres; válvula de seguridad de presión; termómetro; manómetro; válvulas, mantas de calentamiento de las torres y chasis de las torres.

Procedimiento para el manejo de las columnas de desorción

1. Se preparan las torres que van a utilizarse.
2. Se instalan los sellos de las tapas y las trampas inferiores para carbón activado (malla).
3. Se llenan las torres con el carbón activado que va a utilizarse (630 gramos aproximadamente).
4. Se instalan los sellos en los flanches y las trampas superiores para el carbón activado.
5. Se conectan las tuberías entre las torres.
6. Se instalan termómetros y manómetros.
7. Se instalan las mantas de calentamiento.
8. Se dispone de recipientes colectores.
9. Se prueba con agua el sistema (fugas, caudal, temperatura).
10. Se calienta agua en la plancha y se precalienta el sistema con esta misma agua como fluido. Se verifica el funcionamiento de las mantas. Se ajusta el caudal con los controles de la bomba.
11. Se calientan las soluciones de trabajo.
12. Se inicia el proceso de desorción.
13. Se realiza la prueba. Se toman muestras de solución periódicas en diferentes puntos.
14. Se vigila la presión (3 bares) del sistema.
15. Se finaliza la prueba. Se evacuan los líquidos residuales por las válvulas inferiores.
16. Se lavan con agua los lechos en las torres.
17. Se evacua el carbón activado de las torres.

Soluciones y condiciones de trabajo para los sistemas de desorción en pruebas

Carbón activado {

- 500 gramos.
- Carga de 12,5 gramos de oro por kilogramo de carbón activado.

Solución para el lavado ácido {

- 3% en volumen de HCl.
- 95 °C de temperatura.
- 3 bares de presión.
- 2 volúmenes de lecho por hora (24 mililitros por minuto) de caudal.
- 16 litros de volumen total.

Sistema Zadra	• Eluyente: 0,1% de NaCN y 1% de NaOH. • pH de 11,25. • 95 °C de temperatura. • 3 bares de presión.
Sistema angloamericano (AARL)	• Agua desmineralizada como eluyente. • 95 °C de temperatura. • 3 bares de presión. • 2% de NaCN y 5% de NaOH forman la solución activadora. • Agua desmineralizada. • Flujo de solución efluente: entre 1 (12 mililitros por minuto) y 4 volúmenes de lecho por hora.

Tomado de (Paredes & Peñuela, 1998).

Resultados de una prueba de desorción con el método Zadra

En la tabla 10.4 se presentan los resultados de una prueba de desorción con el método Zadra a un caudal de solución eluyente de 12 mL/m (Paredes & Peñuela, 1998).

Tabla 10.4. Recuperación de oro: 92,22. Concentración promedio de la solución eluida: 367,69 ppm.

Muestra	Tiempo (Horas)	Volumen acumulado (L)	Concentración Au (mg/L)
1	0,0	0,00	0,0
3	1,0	0,43	0,2
5	2,0	0,86	1,9
11	5,0	2,58	418,8
20	9,5	6,45	580,3
31	15,5	11,18	345,3
34	18,5	12,47	127,4
37	20,0	13,76	56,7
40	21,5	15,05	7,4

Electroobtención de oro desde soluciones desorbidas

La precipitación electrolítica de oro sobre cátodos (Gómez, 2003) es una de las técnicas aplicada industrialmente para la recuperación del oro disuelto en soluciones de cianuración (figura 10.9).



Figura 10.9. Equipo de electroobtención.

La baja eficiencia eléctrica propia de esta técnica se compensa con su alta capacidad productiva y facilidad operativa, de manera que se convierte en una buena alternativa para tratar soluciones concentradas de oro (mayores de 300 mg de oro/L), mas no para tratar las soluciones diluidas salidas directamente de los procesos de cianuración (en general menores de 30 mg/L). Se aplica en plantas con altos volúmenes de producción de soluciones cargadas, como las propias de los montajes de lixiviación por pilas (*Heap Leaching*).

Una semirreacción de reducción catódica en solución acuosa se lleva a cabo mediante la aplicación de un voltaje a través de un par de electrodos inmersos en la solución. El voltaje aplicado debe exceder el potencial reversible de la celda para que la reacción deseada ocurra. Se debe tener en cuenta la caída de voltaje debida a la resistencia de la solución, una función de la conductividad. La cantidad en la cual el voltaje aplicado excede el potencial reversible de la celda (E_{rev}) se denomina sobrepotencial (η).

$$\eta = E_{\text{aplicado}} - E_{\text{rev}}$$

La reducción en el cátodo está acompañada por una semirreacción de oxidación paralela en el ánodo que, generalmente, es la oxidación del ión OH^- en medio básico (reacción de descomposición del agua).

Considerando la electroreducción de un ión metálico (M^{z+}), el potencial total de celda está representado por

$$E_{\text{celda}} = E\left(\frac{\text{O}_2}{\text{OH}^-}\right) - E\left(\frac{\text{M}^{z+}}{\text{M}}\right) + \eta_a - \eta_c + IR$$

donde,

η_a y η_c son los sobrepotenciales anódico y catódico, respectivamente.

IR representa la caída de potencial a través de la solución debida a la resistencia eléctrica de la misma.

$$E\left(\frac{O_2}{OH^-}\right) \text{ y } E\left(\frac{M^{z+}}{M}\right)$$

Son los potenciales termodinámicos reversibles relacionados con el ánodo y el cátodo, respectivamente. Estos valores pueden calcularse a partir de los potenciales estándar por medio de la ecuación de Nernst.

La velocidad de la reacción es controlada por la transferencia de masa.

La densidad de corriente a la cual esto ocurre se conoce como la densidad de corriente límite (j_l), la cual se expresa en unidades de A/cm^2 .

$$j_l = nFm_o C_b$$

donde,

n = número de electrones implicados en la reacción.

F = constante de Faraday (culombios/mol).

m_o = coeficiente de transferencia de masa (cm/s).

C_b = concentración de la especie b (mol/cm³).

El valor de la densidad de corriente límite es importante, ya que es la máxima corriente que puede pasar a través de la solución (antes de que la corriente se desperdicie en reacciones colaterales), puesto que la reacción no se producirá más rápido que el valor de j_l . El valor de la densidad de corriente límite y, en consecuencia la velocidad de deposición, se incrementa cuando aumenta la concentración del ión metálico que va a depositarse.

Eficiencia de corriente

Cuando dos o más procesos de transferencia electrónica pueden ocurrir simultáneamente en un electrodo, la fracción de corriente total (i_{total}) que pasan al k -ésimo proceso se llama eficiencia de corriente instantánea.

$$\text{Eficiencia de corriente instantánea para el } k\text{-ésimo proceso} = \frac{i_k}{i_{total}}$$

Una eficiencia del (100 %) implica que solo ocurre un proceso en el electrodo. Cuando se considera el resultado de una electrólisis en algún periodo, la eficiencia de corriente neta representa la fracción del número total de culombios (Q_{total}) involucrados en el k -ésimo proceso.

$$\text{Eficiencia de corriente para el } k\text{-ésimo proceso} = \frac{Q_k}{Q_{\text{total}}}$$

Muchas veces es conveniente definir el consumo de energía involucrado en un proceso. Así, si para realizar el proceso de interés se ha gastado un número total de culombios (Q_{total}), entonces la energía consumida en watts-hora es:

$$\text{Consumo de energía (Watt-h)} = E * Q * 3600$$

donde,

E = voltaje aplicado dado en voltios.

Q = cantidad total de culombios que pasan por la celda.

La eficiencia de corriente y, por tanto el consumo de energía, es un indicativo de la rentabilidad de un proceso electroquímico determinado.

Celda y electrodos

En el transcurso evolutivo de la recuperación electroquímica de oro, varias organizaciones han desarrollado diferentes tipos de celdas, por ejemplo la celda Zadra, la AARL y la de láminas paralelas.

Varios tipos de electrodos han sido desarrollados para incrementar el área superficial del cátodo y mejorar las características de flujo a través del mismo. Entre estos se encuentran los electrodos tridimensionales, compuestos de lana de acero. Estos últimos proveen mucha más área catódica superficial y gran espaciamiento, a la vez que generan excelentes características de flujo intersticial. Es económica y brinda un producto del cual puede recuperarse el oro.

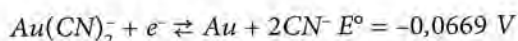
La lana de acero puede ser cargada hasta 20 veces su peso en metales preciosos. Sin embargo, los cátodos son removidos normalmente con cargas de 1 a 2 kg de oro/kg de lana.

Los ánodos se construyen de malla de acero inoxidable para asegurar un flujo uniforme de la solución a través de la celda. Para una solución suficientemente básica, el acero inoxidable 316 es un material anódico satisfactorio. Sin embargo, si la neutralización de la solución ocurre en la vecindad del ánodo, el acero inoxidable se corroe reduciendo la vida del electrodo.

Reacciones catódicas

Reducción catódica del oro

El oro es electrolíticamente desplazado de la solución acuosa de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, en medio básico, de acuerdo con la reacción:



donde,

$$E_{\text{rev}} = -0,669 + 0,0591 \log[\text{Au}(\text{CN})_2^-] - 0,118 \log[\text{CN}^-]$$

La deposición del metal ocurre a potenciales catódicos más negativos que $-0,7$ V con respecto al ENH, aunque el potencial exacto al cual comienza la reducción, depende de las condiciones de la solución, como la concentración de especies iónicas y la temperatura. Se han reportado valores que varían entre $-0,7$ y $-1,1$ V vs ENH.

Reducción catódica de otros metales

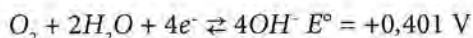
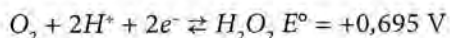
Muchos otros complejos de cianuro con metales (por ejemplo Ag, Hg y Pb) son reducidos, en preferencia al oro, a potenciales aplicados para la reducción del mismo. A menudo es deseable la recuperación de plata como un subproducto económico en la recuperación del oro, lo cual tiene cierta posibilidad ya que la diferencia en los potenciales estándar de reducción del cianuro, de oro y de plata es $0,2$ V en exceso. En situaciones en que la concentración de plata es mayor de 50% de la concentración de oro, esta se deposita en preferencia al oro.

El mercurio, si se encuentra presente en concentraciones significativas, puede afectar la recuperación electroquímica de oro, debido a que tiende a depositarse casi totalmente antes de que comience la deposición de oro.

La deposición de mercurio puede afectar la calidad del depósito catódico, fomentando la formación de sedimentos, en lugar de un depósito catódico cohesivo.

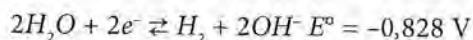
Reducción de oxígeno y agua

El oxígeno que envuelve al ánodo por descomposición del agua puede difundirse hacia el cátodo, donde es reducido a agua mediante rutas de dos o cuatro electrones.



Se ha demostrado que la reducción del oxígeno puede consumir cerca de 50% de la corriente catódica.

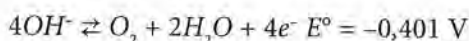
El agua puede ser reducida a hidrógeno, según la reacción:



Reacciones anódicas

Oxidación de los iones OH^- y cianuro

En solución alcalina de cianuro, la reacción principal en el ánodo es la oxidación del ión OH^- , descomposición del agua:

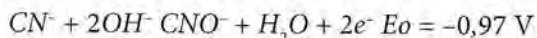


donde,

$$E_{\text{rev}} = -0,401 - 0,015 \log PO_2 + 0,0591[OH^-]$$

Esta reacción tiende a disminuir el pH de la solución cerca al ánodo: una importante consideración en la determinación de posible corrosión anódica.

El cianuro puede ser oxidado a cianato en el ánodo, según la reacción



Voltaje de celda

El voltaje que debe ser aplicado a una celda para lograr mayor eficiencia en la recuperación de oro depende del diseño de la celda y de las condiciones de la solución, incluidas la conductividad, el pH, la temperatura y las concentraciones de todas las especies presentes. En las celdas industriales, los voltajes aplicados están en el orden de 2-4 V.

Corriente de celda

La corriente de celda está en relación directa con el potencial aplicado, siempre y cuando se sobrepase un potencial mínimo (conocido como potencial de descomposición). El aumento prácticamente lineal por delante del potencial de descomposición es una consecuencia de la ley de Ohm.

$$V = IR$$

donde,

V = voltaje de celda.

I = corriente total.

R = resistencia eléctrica a través de los electrodos en la solución.

Los sistemas convencionales industriales pueden operar la celda con corrientes entre 200 y 8000 amperios, con eficiencias de corriente típicas de 2 a 8%, dependiendo de las configuraciones de celda, la concentración de oro, la composición y las propiedades de transporte de masa del electrolito.

Otras variables que deben considerarse

Concentración de oro en solución

La corriente límite depende de la concentración total de oro.

Transferencia de masa

La agitación o movimiento del electrolito (convección) y la difusión son los medios más importantes para el transporte de masa de la especie $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ hacia el cátodo.

Temperatura

Elevar la temperatura del electrolito incrementa el coeficiente de difusión del cianuro de oro, así como la conductividad. La solubilidad del oxígeno se reduce, disminuyendo la cantidad de oxígeno disponible para su reducción en el cátodo.

Área catódica y densidad de empaquetado

Maximizar el área catódica incrementa la eficiencia de la recuperación electroquímica. Es conveniente definir la densidad de empaquetado, que se refiere a la cantidad de lana de acero introducida en la unidad de volumen de espacio catódico. La densidad de empaquetado es importante, ya que determina el área total del electrodo.

Conductividad

Cuanto mayor sea la conductividad, menor es la pérdida eléctrica en la solución y, por tanto, se logra mayor eficiencia de corriente.

Concentración de cianuro

La velocidad de reacción para la reducción del oro a potenciales donde la deposición de este metal es controlada por el transporte de masa no cambia significativamente con la concentración de cianuro.

Efecto de otras especies en solución

Los iones sulfuro, que pueden estar presentes en bajas concentraciones en las soluciones auríferas, son oxidados a polisulfuros en el ánodo. Estos iones pueden

ser transportados hacia el cátodo, donde pueden reaccionar con el oro depositado, formando complejos estables y causando redisolución del metal depositado.

Manejo y tratamiento del producto

Los cátodos cargados con oro son removidos periódicamente de la celda para la recuperación final del metal y la producción del lingote. Existen tres opciones principales para el manejo de los productos de la recuperación electroquímica para obtener el lingote de oro.

- Los cátodos de lana de acero, cargados con oro, son tratados directamente mediante refinación por digestión ácida de los cátodos y posterior precipitación del oro o por fundición.
- El depósito del metal precioso es retirado de los cátodos usando agua a presión. Se recogen los sedimentos y se refinan posteriormente.
- Los cátodos cargados con oro son transferidos a un segundo sistema electroquímico para el electroplateado del oro sobre láminas de acero inoxidable.

Equipos y materiales en la electroobtención

Equipos

En los procesos de desorción y recuperación electroquímica de oro se utilizaron los siguientes equipos:

- Columna de desorción. Construida en acero, con una altura de 70 cm y un diámetro de 4,2 cm. Accesorios termómetro 0-200 °C, manómetro 0-35 kg/cm², válvulas de control, correas de calentamiento.
- Bombas peristálticas. a. Con flujo variable de 1-50 mL/min y una presión máxima de operación de 15 kg/cm², marca Iwaki; b. Con flujo fijo de 240 mL/min, marca Nikkiso EiKo; c. Con flujo variable de 1-330 mL/min, marca Elepon ECAP.
- Bomba centrífuga con capacidad máxima de 3 L/min (figura 10.10).
- Fuente regulada de voltaje marca Metronix modelo CMT 6-18 (figura 10.11).
- Celda electroquímica. Construida en plástico resistente, con dimensiones 20 * 11 * 8,7 cm, volumen práctico: 1,2 L.
- Ánodos de lámina perforada de acero inoxidable (figura 10.12a).
- Cátodos de lana de acero (figura 10.12b).
- Transformador variable 0-120 V ca, marca Tokyo-Rikosha.
- Espectrómetro de absorción atómica marca Shimadzu, modelo AA 660.



Figura 10.10. Bomba centrífuga.



Figura 10.11. Rectificador de corriente.

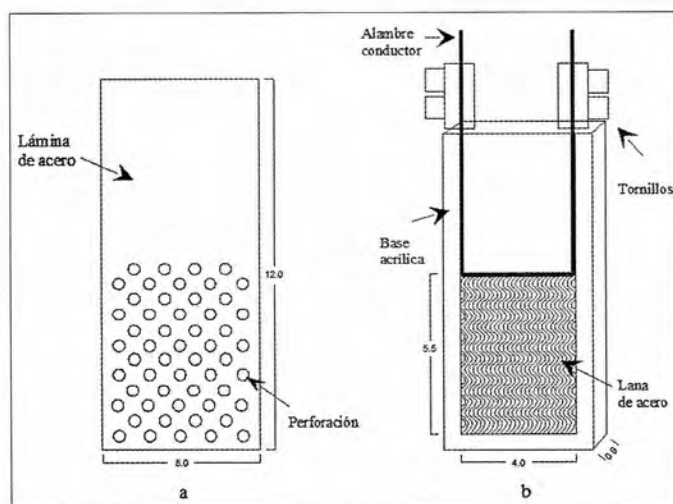


Figura 10.12. Electrodo empleados en el sistema electroquímico. **a.** Ánodo. **b.** Cátodo.

Insumos

Carbón cargado con oro (12 g Au/kg de carbón), lana de acero (105 cm²/g), láminas perforadas de acero inoxidable, soporte catódico en acrílico, con un volumen disponible de 19,8 cm³, separadores de madera (12 mm de ancho), malla de nailon, mangueras, alambre de acero y cables eléctricos.

Reactivos

Cianuro de sodio grado analítico, hidróxido de sodio grado analítico, ácido clorhídrico, agua desionizada y solución estándar de oro, 1000 ppm.

Obtención de la solución cargada con oro

La solución cargada con oro proviene del proceso de desorción a partir del carbón cargado con dicho elemento. Esta solución pasa al proceso de recuperación electroquímica.

Carbón cargado con oro

El carbón cargado se produjo en el proceso de adsorción sobre carbón activado del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, del lixiviado generado en el proceso extractivo de un mineral aurífero. El mineral (procesado en la planta piloto de Ingeominas, Cali) proviene de la mina El Diamante, departamento de Nariño.

Después del proceso de adsorción, el carbón quedó con una carga promedio de 12,5 gramos de oro por kilogramo de carbón.

Diseño del sistema electroquímico

Celda electroquímica

La celda empleada en este trabajo está construida con láminas de plástico resistente de 3 mm de grosor. Sus dimensiones son 20 x 11 x 8,7 cm. Su volumen interno es de aproximadamente 1700 cm³, con un volumen útil de 1200 cm³. Tiene una entrada en la parte superior de uno de los lados y una salida en la parte inferior del lado contrario. Además, tiene unas divisiones internas que permiten distribuir mejor el flujo del electrolito (figura 10.13).

Ánodos

Los ánodos empleados fueron láminas perforadas de acero inoxidable de 1 mm de espesor, con dimensiones de 12 * 5 cm. El diámetro de los agujeros fue 3,5 mm.

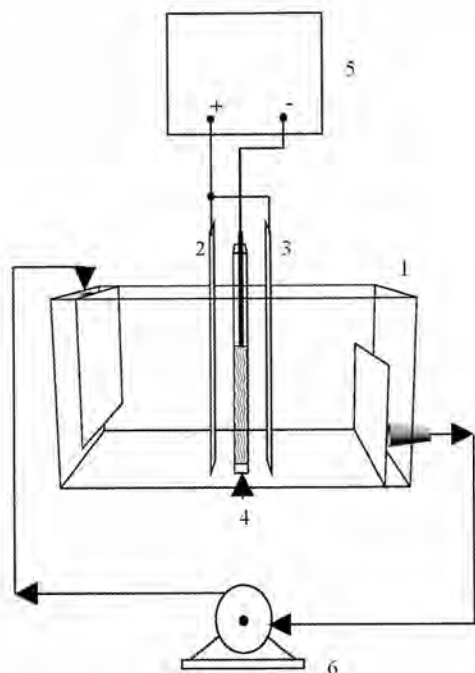


Figura 10.13. Sistema electroquímico:
 1. Celda electroquímica, 2-3. Ánodos,
 4. Cátodo, 5. Fuente regulada de voltaje,
 6. Bomba centrífuga.

Cátodos

El material catódico empleado fue lana de acero. Para sujetarla se utilizó un marco construido en acrílico con un volumen disponible de $19,8 \text{ cm}^3$. Un alambre de acero provee el contacto eléctrico entre la fuente y la lana de acero.

La separación entre ánodo y cátodo se realizó mediante listones de madera de 12 mm de espesor. El cátodo se encerró en una funda de nailon para mantener la lana de acero en su lugar y evitar su posible desprendimiento hacia el electrolito.

Lana de acero

La lana de acero empleada como material catódico estuvo compuesta por múltiples hilos de acero. Una caracterización de la lana mostró que poseía un diámetro de $94 \mu\text{m}$ y un área específica aproximada de $105 \text{ cm}^2/\text{g}$.

Fuente regulada de voltaje

La fuente regulada de voltaje utilizada, marca *Metronix* modelo CMT 618, puede operarse de dos modos: 1. De 0 a 6 voltios y 5 amperios de corriente máxima; 2. De 0 a ± 18 voltios y 2 amperios de corriente máxima.

Se escogió el primer modo de operación debido a que posee una mayor capacidad de corriente.

Bomba centrífuga

Se empleó una pequeña bomba tipo centrífuga, con una capacidad máxima de flujo de 3 L/min. La bomba produce un flujo de electrolitos a través de los electrodos en la celda, proveyendo el transporte de masa por convección. La ventaja de emplear esta bomba está en no introducir agitadores mecánicos en la celda misma, además de que se asegura que en todos los ensayos exista flujo constante y reproducible del electrolito a través del cátodo en la celda electroquímica (Gómez, 2003).

Resultados

Corresponde al reporte de las condiciones y resultados de un estudio estadístico de electroobtención de oro en el sistema del laboratorio de Ingeominas, en el que se evaluaron las variables (concentración de soda, voltaje y área catódica) en tres niveles, aplicando el diseño estadístico BoxBehnken (tablas 10.5 y 10.6).

Tabla 10.5. Factores mantenidos constantes durante cada experimento del diseño Box-Behnken.

Factor	Valor
Volumen de solución	1,2 L
Flujo de la bomba (recirculación)	2,0 L/min
Temperatura de solución	26,0 °C
Número de cátodos	1
Número ánodos	2
Distancia ánodo-cátodo	12,0 mm
Concentración de NaCN	1,0 g/L
Concentración inicial de oro	109,5 mg/L

Tabla 10.6. Combinación de variables y valores de las mismas para cada experimento.

Variables de prueba				Respuestas		
Experimento Número	Potencial aplicado Voltios	(NaOH) g/L	Densidad empaquetado g/cm ²	Consumo de energía kW-h	Tiempo Mín	Recuperación Au en el depósito catódico %
1	3,5	20	0,05	13,94	76,0	99,90
2	2,5	20	0,05	4,33	108,5	98,50
3	2,5	10	0,05	3,43	115,0	97,10
4	3,0	20	0,03	10,95	119,8	97,20
5	3,0	15	0,05	7,79	88,9	99,40
6	3,5	10	0,05	9,38	78,7	99,80

Continúa

Continuación

7	3,0	10	0,08	5,32	79,1	99,50
8	3,0	15	0,05	7,64	87,4	99,30
9	2,5	15	0,08	3,29	78,9	99,70
10	3,0	20	0,08	7,13	62,6	99,99
11	3,0	10	0,03	7,43	124,8	96,60
12	3,0	15	0,05	6,87	80,3	99,50
13	3,5	15	0,03	15,66	113,2	99,70
14	3,0	15	0,05	7,75	93,8	99,10
15	3,0	15	0,05	6,70	80,0	99,50
16	2,5	15	0,03	5,73	173,9	90,50
17	3,5	15	0,08	9,45	57,4	99,90

Diseño BoxBehnken.

Fundamentos teóricos

Densidad

Es la relación entre el peso de un material y su respectivo volumen a unas condiciones de temperatura y presión determinadas.

Peso específico

Es la relación entre densidad de un material y la densidad del agua. Es adimensional.

Pulpa

Hace referencia a la mezcla de sólidos en un líquido.

Medición del peso específico (método del picnómetro)

Materiales e insumos

Balanza, picnómetro, embudo, pincel y mineral con granulometría menor de 1 mm., agua destilada y parafina o alcohol.

Procedimiento

1. Se limpia bien el picnómetro. Su limpieza puede efectuarse con amoníaco o algún disolvente de grasa. Se lava con agua destilada y se seca en estufa.
2. La muestra de ensayo puede estar con su humedad natural o se seca en estufa a 80 °C hasta obtener masa constante.
3. Se pesa el picnómetro seco, vacío y tapado. Se anota su peso: W_1 (figura 11.1).
4. Se retira el picnómetro de la balanza. Se agrega el mineral problema dentro del picnómetro y se pesa de nuevo, W_2 (figura 11.2).
5. Se agrega algo de líquido evitando la formación de burbujas hasta alcanzar aproximadamente 3/4 de la capacidad del picnómetro.



Figura 11.1. Peso del picnómetro vacío.



Figura 11.2. Adición del sólido problema.

6. Se remueve el aire atrapado. Se emplea uno de los siguientes procedimientos: Se somete el contenido a un vacío parcial (menor de 100 mm Hg). Para evitar burbujeo excesivo, se aplica en forma gradual hasta llegar al máximo y se mantiene así de 10 a 15 minutos hasta conseguir un desaireado completo. Se sacude de nuevo el picnómetro para ayudar a la remoción del aire (figura 11.3).



Figura 11.3. Extracción de aire por vacío.

7. Se calienta por lo menos durante 10 minutos haciendo girar ocasionalmente el picnómetro para ayudar a la remoción del aire. En este caso se debe esperar que el picnómetro alcance nuevamente la temperatura ambiente para conseguir la prueba.
8. Se agrega agua destilada hasta llenar el picnómetro (figura 11.4). Se limpia y se seca el exterior con papel toalla y se pesa de nuevo, W_3 (figura 11.5). Se pone particular atención al colocar la tapa del picnómetro. Se debe desalojar el exceso de agua sin sustraer mineral.



Figura 11.4. Llenado del picnómetro con líquido.



Figura 11.5. Peso del picnómetro lleno.

9. Finalmente, se vacía el contenido y se lava bien el picnómetro. Se vuelve a llenar por completo con el líquido (figura 11.4). Se seca exteriormente y se pesa, W_4 (figura 11.5).

Cálculos

$$\rho_s = \frac{(w_2 - w_1)}{(w_4 - w_1) - (w_3 - w_2)} * l$$

donde,

ρ_s = densidad del sólido se da en kg/L o g/cm³.

l = densidad del agua a la temperatura de trabajo.

$w_2 - w_1$ = Peso del mineral.

$(w_4 - w_1) - (w_3 + w_2)$ = peso del agua desalojada por el mineral.

Medición de la densidad de una pulpa (balanza Marcy)

La balanza Marcy está constituida principalmente por una balanza graduada provista de un recipiente (vaso) con volumen fijo de 1000 cc. La balanza se cuelga de manera tal que quede suspendida libremente en el espacio (figura 11.6).

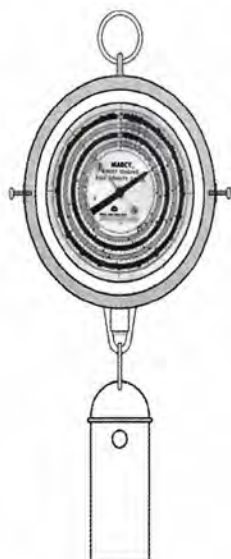


Figura 11.6. Balanza Marcy.

Calibración

Se llena el recipiente con agua limpia hasta los orificios de aforo y se cuelga del gancho de la balanza. La aguja de la balanza deberá marcar 1000 g en el anillo exterior del dial, quedando en posición vertical. Si es necesario, se gira el tornillo de ajuste ubicado en la parte inferior hasta obtener 1000 g.

En ese momento, la balanza está calibrada (figuras 11.7a y 11.7b).



Figura 11.7. a. Calibración de la balanza Marcy.



Figura 11.7. b. Balanza calibrada.

Determinación de gravedad específica, porcentaje de sólidos y densidad de pulpa

1. Se prepara una muestra seca representativa de material, cuyo tamaño esté entre -10 y +100 mallas.
2. Se cuelga el recipiente vacío y seco de la balanza y se comienza a llenar hasta que la aguja indique 1000 g en el anillo exterior del dial.
3. Se vacía la muestra en un recipiente.
4. Se llena un tercio del volumen del recipiente, asegurándose de que cada partícula se moje y se eliminen las burbujas de aire.
5. Se cuelga el recipiente de la balanza y se completa el volumen con agua hasta los orificios de aforo.
6. Se lee la gravedad específica del sólido directamente en el anillo interior del dial. Al determinar la gravedad específica del sólido, se puede medir el porcentaje de sólidos y la densidad de la pulpa. La Balanza Marcía permite medir porcentaje de sólidos y densidades de pulpa para diferentes escalas de densidad de sólidos.
7. Se toma una muestra del flujo de pulpa que se va a ensayar.
8. Se vierte la pulpa sobre el recipiente hasta que rebose por los agujeros de aforo.
9. Se limpia el material de la parte exterior del recipiente.
10. Se coloca en la balanza y se define la gravedad específica del sólido contenido en la pulpa; por ejemplo, 2.6 g/cm³ (figura 11.8).



Figura 11.8. Identificación de la densidad de los sólidos.

11. Se ubica en el dial el anillo correspondiente al valor de la gravedad específica determinada y se lee el porcentaje de sólidos correspondiente (40% de sólidos), figura 11.9.



Figura 11.9. Lectura del porcentaje de sólidos.

12. Se lee la densidad de la pulpa en el anillo exterior del dial: 1325 g/L; 2.6 g/cm³; 40% sólidos (figura 11.10).



Figura 11.10. Lectura de densidad de pulpa.

Planta piloto



■ | Introducción

La planta piloto de procesamiento de minerales auríferos de veta de Ingeominas, Regional Cali, es un medio experimental que reproduce a mediana escala las fases de un proceso productivo a través del cual se adoptan, complementan y proyectan a nivel industrial los resultados obtenidos en el laboratorio.

La planta piloto tiene una capacidad de procesamiento de 50 kilogramos por hora. Está constituida por ocho secciones:

- Trituración.
- Molienda.
- Concentración.
- Sedimentación y espesamiento.
- Lixiviación.
- Filtración.
- Precipitación y adsorción.
- Tratamiento de efluentes.

Es operada desde seis unidades o paneles distribuidos por todas las secciones de la planta.

Fundamentos teóricos

La trituración se define como el conjunto de operaciones cuyo objeto es reducir de tamaños grandes trozos de material a fragmentos para facilitar las operaciones subsiguientes (transporte, molienda, etc.). Aunque su fin es meramente la reducción de tamaños en la operación se debe controlar o evitar la generación de finos.

La trituración de los materiales se realiza mediante el aplastamiento (compresión), la penetración (corte), la fricción (cizalla) y el impacto.

En la mayoría de los casos, estas acciones se utilizan combinadas. Los tipos de esfuerzos sobre las partículas o fragmentos, tienen una importancia fundamental en la selección y construcción de las máquinas que se utilizan en la trituración.

Dependiendo de las propiedades físico-mecánicas y de las dimensiones (tamaños) de los fragmentos del material a triturar se selecciona uno u otro tipo de acción. Así, la trituración de materiales duros y quebradizos se efectúa por compresión, penetración y por impacto, la de materiales duros y viscosos por compresión y fricción. La trituración de materiales se realiza generalmente por vía seca.

El resultado de la trituración se caracteriza por la razón de reducción o grado de reducción (R_r). Es decir, como el cociente entre el tamaño promedio (característico) para la corriente de alimentación y el tamaño promedio característico para la corriente del producto de la trituradora.

La acción triturante se realiza en las diferentes máquinas por la aplicación de esfuerzos, los cuales deben exceder los esfuerzos de resistencia del material. El punto de rotura de un material se determina de su curva esfuerzo-deformación. Esto constituye el punto de partida para la definición del sistema de trituración.

Las trituradoras se diseñan para fracturar la roca de manera que los fragmentos resultantes sean menores que un tamaño máximo determinado, pero no para que produzca cierto porcentaje de material que exceda un tamaño mínimo determinado. Siempre habrá por consiguiente la producción de un material que se tritura hasta un tamaño demasiado pequeño para el objetivo propuesto. Es decir, una pérdida de material en el rango de tamaño no deseado.

La reducción de tamaño de las rocas y minerales hasta lograr su adaptación a las operaciones de molienda y concentración se debe realizar por etapas para reducir los costos de energía, la reducción en una sola etapa incurre en mayores gastos energéticos.

Por su aplicación las máquinas trituradoras se dividen convencionalmente en: trituradoras para gruesos (primaria), para medios (secundaria) y para finos (terciaria).

En la trituración gruesa se emplean trituradoras de quijada y giratorias (cónicas) bajo la acción fundamentalmente de las fuerzas de compresión, penetración y fricción. En la trituración media o fina se utilizan trituradoras cónicas de impacto (martillos) y de cilindros (o de rodillos).

La distribución granulométrica del producto de las trituradoras depende de las propiedades físico-mecánicas del material, el tipo de trituradora, de la etapa de trituración, de la procedencia del mineral y preparación de la trituración. No obstante es el ancho de la abertura de descarga, el *set* en posición abierta o cerrada el que regula la distribución granulométrica.

Objetivos

Objetivo general

El objetivo general de la Unidad de trituración de la planta de piloto del la Unidad Operativa Regional Cali de Ingeominas, es reducir el material de un tamaño no mayor de cuarenta milímetros y menor de cinco milímetros.

Objetivos específicos

- Obtener un tamaño óptimo de mineral para llevar a la etapa de molienda.
- Determinar parámetros de control como razones de reducción y consumos específicos de energía para los diferentes minerales procesados en la planta de prueba.

Equipos

La unidad de trituración está compuesta por los siguientes equipos:

1. Banda alimentadora BC-A101.
2. Tolva, alimentador de plataforma corrediza antes; ahora alimentador de plataforma vibratoria: HP-A102, FD-A102.
3. Trituradora de quijada (trituración primaria): CR-A103.
4. Criba vibratoria (clasificador): VC-A104.
5. Cangilón de retorno de material triturado de la trituradora secundaria.
6. Cangilón de producto clasificado a menos cinco milímetros.
7. Trituradora cónica (trituración secundaria): ML-A105.
8. Banda de descarga: BC-A106.
9. Gabinete de controles (unidad A).

Los datos técnicos de los equipos se encuentran consignados en el manual de descripción general de los equipos. En la figura 1.1 se observa la unidad de trituración de la planta de prueba donde se está indicando los equipos que la componen.

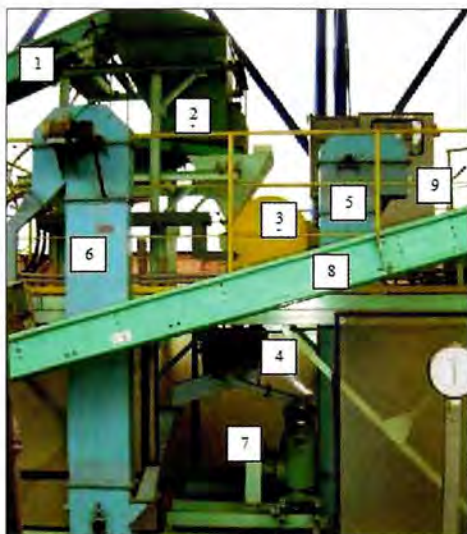


Figura 1.1. Unidad de trituración de la planta piloto de Ingeominas, Cali.

Insumos

Energía eléctrica y mineral de trabajo.

Operación de la unidad de trituración

Banda alimentadora: BC-A101

La banda alimentadora, como se indica en la figura 1.2, es usada para transportar mineral crudo menor de 40 mm desde el depósito de material a procesar hasta la tolva de la trituradora de quijadas HP-A102.



Figura 1.2. Banda alimentadora BC-A101 y detector de metales.

Esta banda esta equipada con un detector de metales el cual detiene la operación cuando detecta piezas metálicas en el material crudo y se activa una alarma en el panel de control. Este detector de metales posee una señal en grado automático y modo de registro para todos los metales donde detecta metales ferrosos y no ferrosos, cuando este detector se ajusta rechaza los metales ferrosos y detecta los metales no ferrosos.

Operación

- Se verifica que sobre la banda no exista ninguna pieza metálica que pueda activar la alarma del detector de metales ni otro elemento extraño.
- Se verifica el nivel de la tolva HP-A102 durante la operación de llenado. No debe exceder el 60% de su capacidad, para evitar la acumulación de material en la trituradora de quijadas.
- La banda inicia su operación cuando se oprime el botón *on* del BC-A101 en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Antes de apagar la banda transportadora, se verifica que ésta no tenga mineral.

Tolva con alimentador de plataforma corrediza: HP-A102, FD-A102

La unidad es usada para almacenar material crudo en la tolva HP-A102 (figura 1.3a) y suministrarlo con un alimentador vibratoria la trituradora de quijadas (trituradora primaria) (figura 1.3b).



Figura 1.3. a. Tolva de almacenamiento. b. Alimentador vibratorio

La cantidad de mineral descargado por el alimentador vibratorio esta regulada por la frecuencia de vibración del sistema, que son regulados desde el mismo alimentador.

Operación

Para proceder al llenado de la tolva y la operación del alimentador vibratorio debe tener en cuenta:

- Se ajusta la frecuencia de vibración del alimentador.
- Se debe cuidar que la tolva sea ocupada solamente a un 60% de su capacidad para que no haya caída de material sobre el chute de alimentación de la trituradora de quijadas y así evitar su taponamiento por exceso de carga.

Alimentador de plataforma vibratorio

El sistema original de alimentación de la unidad de trituración se reemplazo por un alimentador de plataforma vibratorio.

Este alimentador cuenta con una bandeja o plato, el cual esta sujeto a la estructura por medio de unos tensores que se ajustan de acuerdo a la inclinación deseada. Este equipo cuenta además con un reóstato que permite graduar una escala de vibración entre 0 y 100, de acuerdo al flujo de alimentación requerido por la unidad.

Operación

La operación del alimentador vibratorio se realiza de la siguiente forma:

- Se ajusta y se verifica la inclinación de la bandeja por medio de los tornillos tensores, si esto es necesario.
- Para encender el alimentador vibratorio se oprime el botón *on* del FD-A102 en el panel de control de la unidad A, oprimiendo el switch en el panel del reóstato que se encuentra sobre la estructura de la tolva y se ajusta el reóstato para obtener la frecuencia deseada.
- Para detener el alimentador se lleva la escala de frecuencia del reóstato a cero, se apaga el switch en el panel del reóstato y luego en el panel de control de la unidad A oprimiendo el botón *off* del FD-A102 se apaga el alimentador.

Trituradora de quijada (trituradora primaria): CR-A103

Esta trituradora reduce de 40 mm hasta 10 mm, el mineral suministrado por el alimentador vibratorio (figura 1.4).

Operación

- Se verifica la abertura del set de trituración de la máquina.
- Se verifica que sobre las placas no haya material ni piezas metálicas o de otro tipo que impidan el arranque normal de la trituradora. La trituradora opera oprimiendo el botón *on* del CR-A103 en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Se debe evitar alimentar con material húmedo, de hacerlo crearía atascamiento en el equipo.

Criba vibratoria: VC-A104

Este equipo como se muestra en la figura 1.6, recibe el mineral que sale de la trituradora de quijadas CR-A103 y lo separa en dos productos empleando una malla de 5 mm de abertura, y la vibración que le transmite el sistema electromecánico dispuesto para este fin, las partículas de menor tamaño pasan a una tolva de depósito y las de mayor tamaño son alimentadas a la trituradora de conos (trituración secundaria) ML-A105 a una velocidad constante.



Figura 1.6. Criba vibratoria.

Funcionamiento

La vibración de la criba se genera al hacer entrar en operación un motor de 0,5 HP el cual actúa sobre un eje con una excéntrica. La vibración hace que el mineral alimentado se desplace sobre la malla y realice la esperada separación de las partículas para luego ser transportados a la siguiente etapa cada uno de los dos productos obtenidos (figura 1.7).

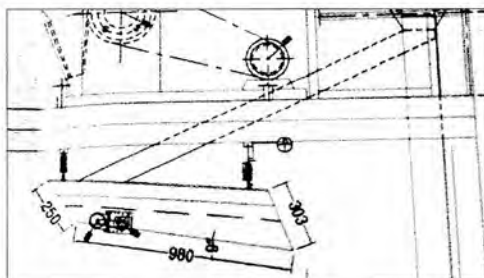


Figura 1.7. Plano de criba vibratoria VC-A104.

Operación

- Se verifica que el conducto de alimentación de la trituradora no se encuentre obstruido y se enciende la trituradora.
- Se enciende el motor que genera la vibración de la criba. Este se enciende oprimiendo el botón *on* del VC-A104 en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- La velocidad de alimentación se ajusta según el volumen deseado.

Trituradora cónica (trituración secundaria)

El material proveniente de la trituración primaria y que aún no está al tamaño adecuado, es separado mediante una criba vibratoria y alimentado a la trituradora de conos (figura 1.8a y 1.8b) en donde se reduce a un tamaño menor de 5 mm.

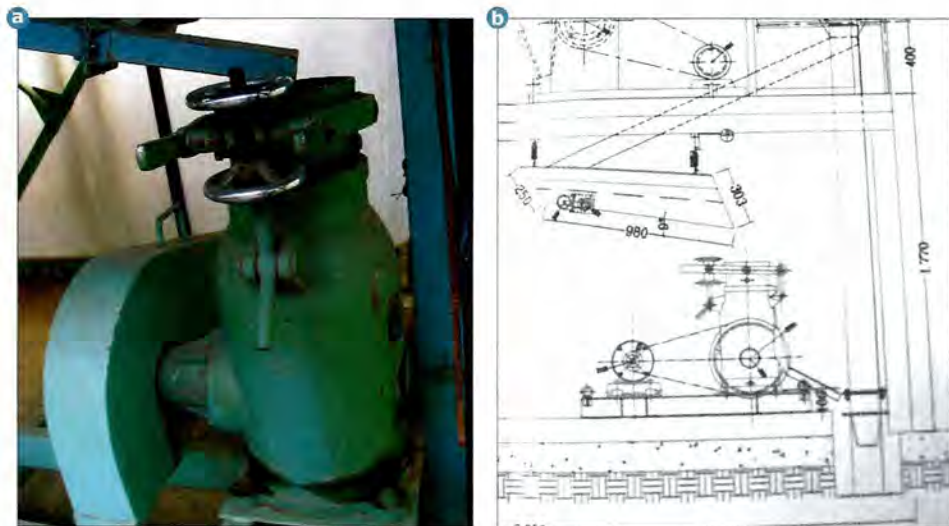


Figura 1.8. a. Trituradora de conos (secundaria) ML-A105. b. Plano de la trituradora cónica.

Funcionamiento

Esta trituradora ocasiona la fractura del mineral por compresión, ya que este es el método más práctico de aplicar la fuerza de fractura a las partículas grandes. Su capacidad depende del tamaño de la abertura de descarga y de la velocidad de la máquina. Este equipo realiza la reducción de tamaño por los esfuerzos de compresión generados por el movimiento de giro excéntrico y continuo de un manto móvil sobre un manto fijo.

Una característica notable de esta máquina es que a medida que disminuye el tamaño de la partícula, la superficie externa de trituración va cambiando a un cono en posición vertical y se vuelve cada vez más paralela a la superficie de la campana giratoria.

Operación

- Se ajusta el *set* de abertura de los conos, evitando que estos se peguen entre sí, esto se hace necesario solamente cuando los conos hayan sufrido un alto desgaste y la reducción del tamaño de las partículas ya no es notoria.
- Se revisa el estado de las bandas o correas del motor.
- Se debe evitar alimentar la trituradora con mineral muy húmedo, pues este material se puede quedar adherido en los conos y ocasionar la parada del equipo.
- Para iniciar su operación se oprime el botón *on* del BC-A106 en el panel de control de la unidad A y para detenerla se oprime *off*.
- Una vez terminada la operación se debe dejar el equipo operando en vacío por un corto tiempo para su respectivo descargue.

Elevador de Cangilones 1 VC-A104

Este recibe el mineral que ha sido reducido de tamaño en la trituradora cónica y lo descarga en la criba vibratoria para ser clasificado (figura 1.9).

Operación

- Se verifica que no se encuentre obstruido por mineral u otro objeto extraño.
- El elevador se opera oprimiendo el botón *on* en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Al finalizar la operación de trituración, se deja trabajando el elevador hasta que todo el mineral triturado y clasificado haya sido evacuado completamente para evitar obstrucciones y futuros daños en el equipo, luego sí se procede a apagarlo.



Figura 1.9. Elevador de Cangilones 1.

Elevador de Cangilones 2 ML-A105

Este recibe el mineral que ha sido clasificado en la criba y está con un tamaño menor a 5 mm, lo alimenta a la banda transportadora que descarga en la tolva alimentadora del molino n.º 1 (figura 1.10).



Figura 1.10. Elevador de Cangilones 2.

Operación

- Se verifica que no se encuentre obstruido por mineral u otro objeto extraño.
- El elevador se opera oprimiendo el botón *on* en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Al finalizar la operación de trituración, se deja trabajando el elevador hasta que todo el mineral triturado y clasificado haya sido evacuado completamente para evitar obstrucciones y futuros daños en el equipo, luego si se procede a apagarlo.

Operación de la unidad

Para operar la unidad de trituración se deben de tener en cuenta los siguientes aspectos:

- Para iniciar la operación de la unidad se debe revisar que cada uno de los equipos esté sin material de una operación anterior (vacíos).
- Una vez verificado el estado de cada uno de los equipos se procede a encender la unidad en el panel de control de ésta (unidad A), el cual se detalla a continuación.
- Se revisa que haya suministro de energía eléctrica al panel de la Unidad A(ACPL). Se debe cerciorar que la lámpara de suministro de energía en el panel de control esté encendida.

En la figura 1.11 se muestra la secuencia de encendido y apagado de la unidad.

La banda alimentadora BC-A101 funciona únicamente en operación manual, sin embargo cuando el detector de metales se activa, la banda se detiene y el sistema emite una alarma, y se apaga oprimiendo el botón *reset* que se encuentra en el panel de control de la unidad. Para continuar con la operación revise sobre la banda y retire el metal.

La unidad de trituración opera en automático oprimiendo el botón *on* en el panel de control de la unidad A y se detiene oprimiendo el botón *off*.

El tiempo de operación en automático se controla con el *Timer* T1 en el panel de control de la unidad A.

- Una vez terminada la alimentación de mineral a la unidad se debe dejar operar hasta que los diferentes equipos que la componen queden sin ningún tipo de carga.
- En el momento que los equipos queden completamente descargados (libres de mineral triturado), se procede a apagar la unidad de manera inversa a la secuencia de encendido.

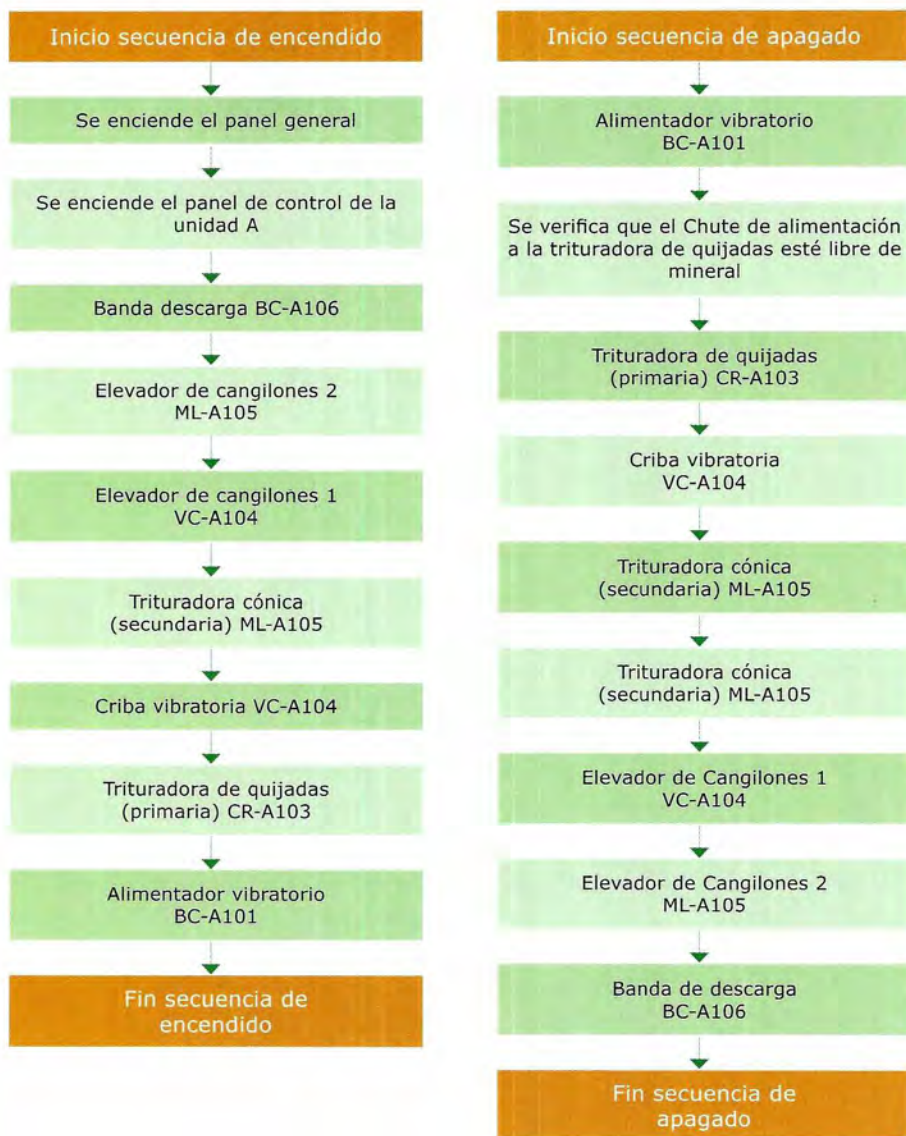


Figura 1.11. Secuencias de encendido y apagado de la unidad de trituración.

Diagrama de flujo para la unidad de trituración

En las figuras 1.12 y 1.13 se presentan el esquema y el diagrama de flujo para la unidad de trituración en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

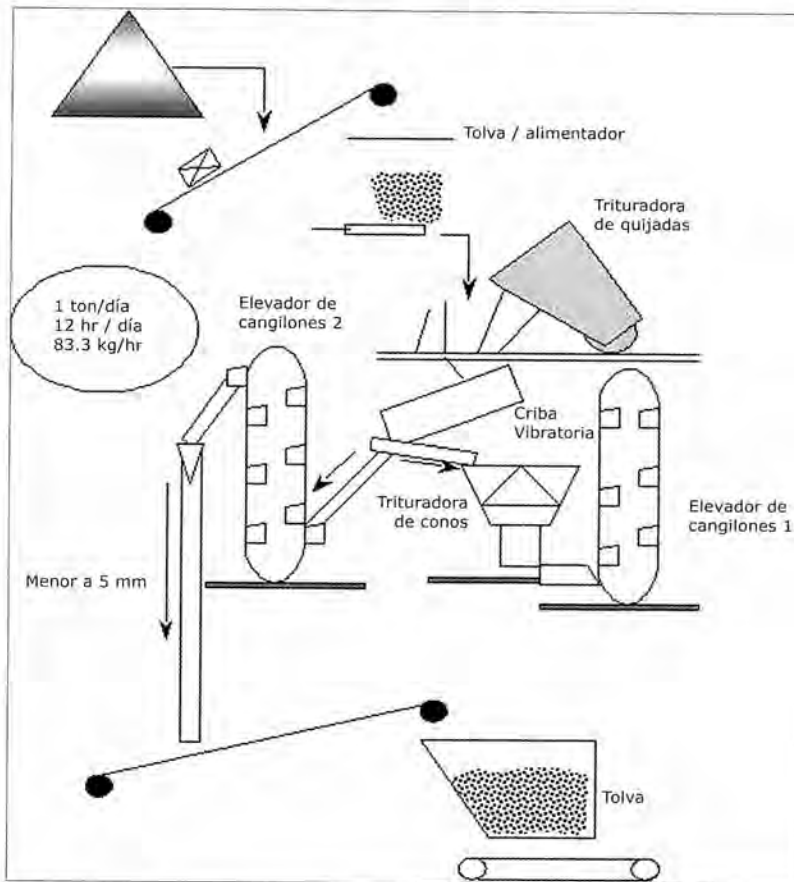


Figura 1.12. Esquema de funcionamiento de la unidad de trituración.

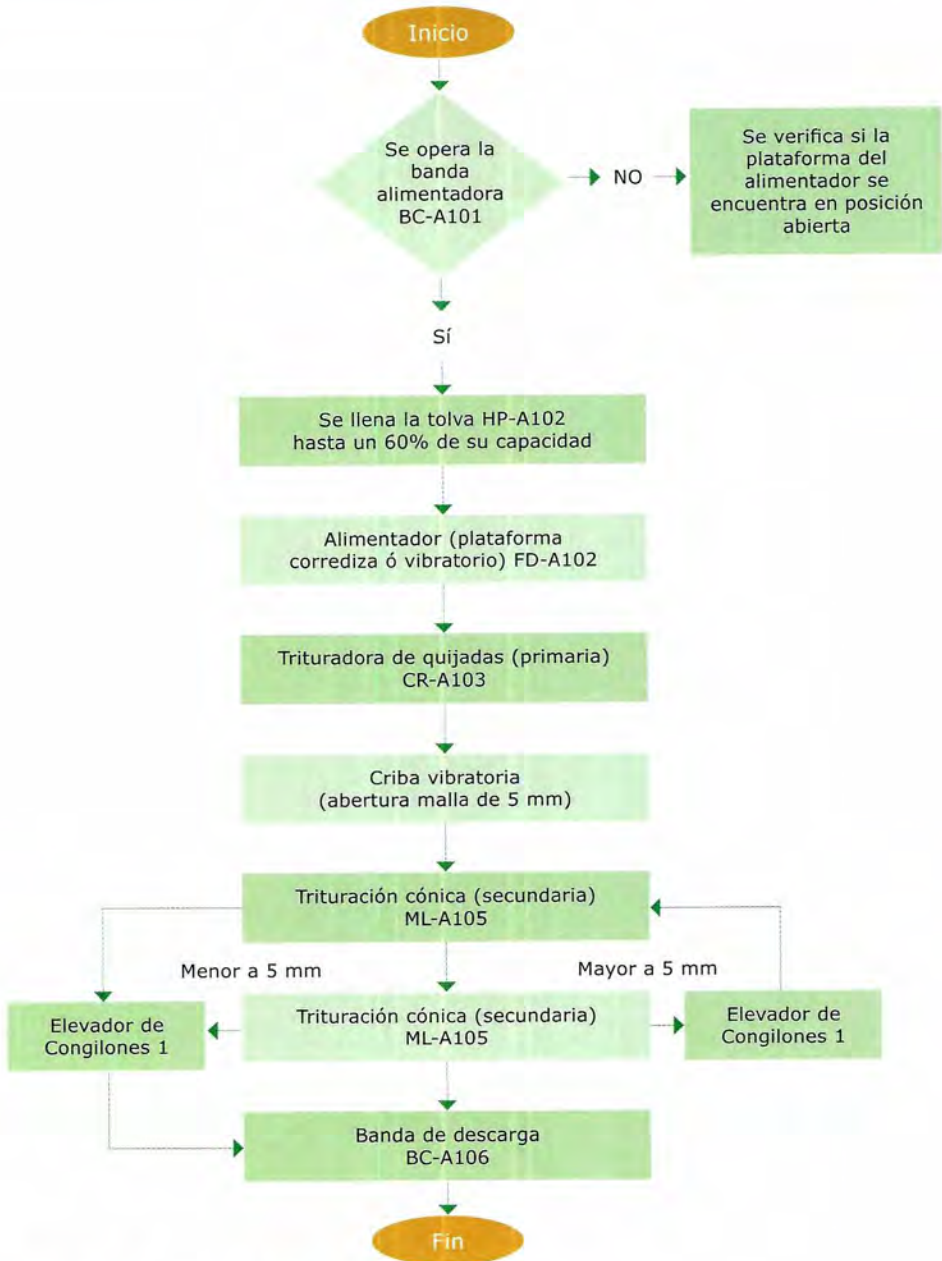


Figura 1.13. Diagrama de flujo de la unidad de trituración.

Fundamentos teóricos

Molienda

Operación de reducción de tamaño de partícula a partir de tamaños generados por la operación de trituración. En la planta piloto de Ingeominas, Cali, se dispone de dos molinos de bolas semejantes. El molino primario recibe un material no mayor a 5 milímetros aportado por la trituradora de cono y la clasificación en la zaranda vibratoria. En este molino primario el material se lleva a un tamaño apropiado para la concentración en mesa, generalmente no mayor a 355 micrones (malla 45), dependiendo de las características mineralógicas, por ejemplo el grado de liberación y asociación de las partículas. El molino secundario se aplica para disponer el tamaño del material a operaciones como la de flotación o lixiviación, generalmente inferiores a 120 micrones. El molino remoldador de la planta entrega un producto con una distribución de tamaño de partícula cuyo d_{80} es de 75 micrones.

Los molinos rotatorios se diseñan para dar una acción combinada de esfuerzos de impacto y de cizalla sobre las partículas bajo altas unidades de presión. Estos molinos son los más utilizados en la práctica industrial.

Las bolas (cuerpo moledor) están completamente sueltas, móviles y son relativamente grandes o pesadas comparadas con las partículas de material a moler. Los medios moledores (bolas) son arrastrados y levantados por la rotación del tambor en un ángulo tal que la fuerza de gravedad (su propio peso) supera las fuerzas de cohesión y centrífuga de rotación del tambor. Estas, entonces caen en movimiento de cascada y catarata, fracturando las partículas por impactos y atricciones continuas y repetidas. Las bolas en contacto con la superficie interna del tambor se mueven en la misma dirección y con velocidad proporcional a la de este. En la rotación del molino, a una velocidad suficientemente alta, las bolas de la cima son lanzadas por el claro del tambor, algunas golpeando el lado opuesto del molino, pero la gran mayoría caen en el pie de la carga moledora produciendo el mayor impacto fracturador. Cuando el molino rota a baja velocidad las bolas no suben tan alto y tienden a rodar en forma de cascada en menor movimiento

violento. La molienda por fricción depende de la cantidad de cizallamiento que tenga lugar. El cizallamiento tiene su máxima magnitud en la zona activa en el pie de la carga (figura 2.1).

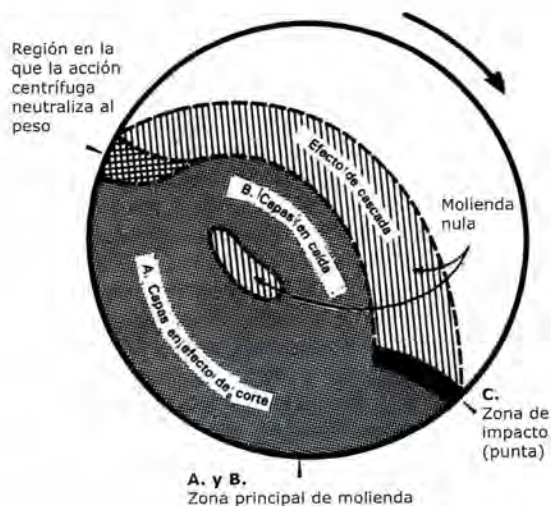


Figura 2.1. Movimiento de la carga en un molino rotatorio.

Fuente: Kelly & Spottiswood (1978).

Variables de la operación de molienda

Variables de entrada respecto al material de trabajo

- Distribución de tamaño de partícula del alimento.
- Composición mineralógica del alimento (índice de Bond y otras características).
- Caudal de alimentación del material.
- Caudal de agua (densidad de pulpa) (se sugiere del 60 %).

Variables de entrada respecto a la operación del equipo

- Longitud del molino.
- Diámetro del molino.
- Peso de la carga de los cuerpos moledores (bolas).
- Distribución del tamaño de los cuerpos moledores (bolas).
- La velocidad de giro.
- Aditamentos internos.
- Condición del sistema de recirculación (clasificador).

Variables de salida

- Distribución del tamaño de partícula del producto de molienda.
- Caudal de producto molido.
- Densidad de pulpa del producto.
- Energía específica consumida.

La figura 2.2 representa un esquema de molienda en circuito cerrado como se dispone en la planta piloto de Ingeominas, Cali, caracterizado por disponer de un sistema de clasificación por medio del cual el sobre tamaño es regresado al molino permanentemente, obteniendo de este modo un producto de molienda con una distribución de tamaño relativamente homogénea (Sánchez, 1992).

Cuando se ha alcanzado el régimen estacionario en este sistema cerrado se tiene por las ecuaciones de balance de materiales que:

$$A = I, \quad M = A + S, \quad M = P, \quad P = I + S$$

Aunque pueden trabajar tamaños mayores, los molinos de bolas por lo general reciben mineral con una distribución de tamaño de partícula menor de 13 mm y pueden reducirlo hasta 0,074 mm (200 mallas Tyler) (Sánchez, 1992).

La zaranda que controla el tamaño de alimentación al molino tiene una malla con un agujero cuadrado de 5 milímetros de lado. La distribución de tamaño de partícula del producto depende de las características mineralógicas del mineral del trabajo.

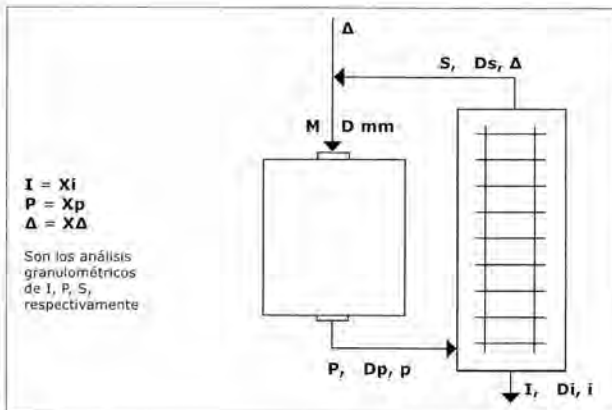


Figura 2.2. Distribución de las corrientes en un molino rotatorio en ciclo cerrado.

Los molinos rotatorios en boca de salida entregan un producto con un 20% del material con el tamaño deseado, y un 80% con sobre tamaño, que tiene que ser retornado al molino.

La razón de circulación (R_c) es la relación entre la cantidad de sólido que retorna al molino (S) desde el clasificador y la cantidad de sólido nuevo (A) que entrega la tolva al sistema de molienda.

$$R_c = \frac{S}{A}$$

Se puede dar en porcentaje. Son corrientes razones de circulación de un 200%.

La razón de reducción es la relación entre el tamaño característico del material alimentado (puede ser el d_{80}) y el del material molido.

Los molinos rotatorios generan razones de reducción comprendidas entre 5:1 y 30:1. Para el sistema en ciclo abierto se tienen las menores razones de reducción.

Entre los conceptos a tener en cuenta en la operación de molienda se tienen:

La velocidad crítica de rotación

Aquella para la cual los cuerpos moledores quedan pegados a la pared del molino por efectos de la fuerza centrífuga del giro.

La velocidad crítica, en revoluciones por minuto (rpm) está dada en la práctica por la ecuación:

$$N_c = \frac{42,3}{\sqrt{D}}$$

donde,

N_c = velocidad crítica.

D = diámetro interno del molino dado en metros (Barraza & Menco 2000).

Velocidad óptima de giro

Magnitud teórica dada por la siguiente ecuación:

$$N_{opt} = 36,4 - 40 \log D$$

donde,

N_{Copt} = velocidad óptima de giro.

D = diámetro interno.

Fracción óptima de velocidad

Magnitud teórica dada por la siguiente ecuación:

$$f_{Copt} = \sqrt{D}(0,86 - 0,95 \log D)$$

donde,

f_{Copt} = fracción óptima de velocidad.

D = diámetro interno del molino.

Velocidad de trabajo

Es la velocidad, rpm, a la que debe ponerse a girar el molino en la práctica y es igual al producto de la velocidad óptima de giro por la fracción óptima de velocidad.

$$N_{trabajo} = N_{\text{óptima}} * f_{C\text{óptima}}$$

donde,

N = velocidad.

Medios molidores

Son los cuerpos que dentro del molino producen la reducción de tamaño de partícula. Estos cuerpos pueden ser, por lo general, bolas (molino de bolas), barras (molino e barras) o rocas (molinos autógeno).

Generalmente los diámetros de bolas más usados están comprendidos entre 90 y 25 mm. Las bolas menores de 20 mm son inútiles y deben ser sacadas del sistema (Waganoff, 1956). El material recomendado de las bolas es el acero al carbono, al manganeso y al cromo.

Existen varias formulas para calcular el diámetro de las bolas. Por ejemplo, el tamaño óptimo para moler un alimento de rango estrecho es

$$d = kx_o^p$$

donde,

d = es el diámetro de bola en centímetros.

x_o = tamaño máximo del alimento en centímetros.

k = una constante referida a la dureza del material entre 7 y 12 (7 para caliza, 9 para dolomita y 12 para cuarzo).

p = un exponente que varía entre 0,4 y 0,67 (Barraza & Menco, 2000).

Solo al comienzo el molino se alimenta con bolas de distinto tamaño y de allí en adelante durante toda su vida de operación solo se sigue reemplazando solo el tamaño mayor (Sánchez, 1992).

El espacio ocupado por la carga de bolas esta comprendido por lo general entre el 40% y el 45% del volumen útil del molino (Sánchez, 1992).

Entre los cuerpos moledores hay espacios vacíos cuyo volumen total representa aproximadamente un 40% del volumen total ocupado por la carga de cuerpos moledores (Sánchez, 1992).

Densidad de pulpa

Hace referencia a la proporción por peso entre la cantidad de mineral y la cantidad de agua con que está mezclado dentro del molino. Generalmente para menas no arcillosas y con densidades normales la proporción de sólido a agua es del 60% para molienda fina y del 75 al 80% para molienda gruesa.

Consumo de potencia

La ecuación básica (ecuación de Bond) para el cálculo de la potencia necesaria para la reducción de tamaño está dada por:

$$W = 10W_i \left(\frac{1}{\sqrt{d_0}} - \frac{1}{\sqrt{d_1}} \right)$$

donde,

W = potencia en kilovatios.

W_i = índice de Bond en kilovatios hora por tonelada.

d_0 y d_1 = diámetro en micrones de la partícula después y antes de la reducción respectivamente.

Esta fórmula está en función del material y las condiciones de reducción de tamaño. Esta potencia está relacionada con las condiciones de operación del molino mediante ecuaciones tal como (Kelly & Spottiswood, 1978)

$$P = 8,44 D_M^{2,5} L K_{MT} K_L K_{sp}$$

donde,

D_M = diámetro interno del molino en metros.

K_{MT} = factor del tipo de molino (1,0, para molinos de derrame en medio húmedo).

K_L = factor de carga.

K_{sp} = factor de velocidad.

L = longitud del molino en metros.

P = consumo de potencia en kW.

Estas son las ecuaciones básicas en el cálculo del diseño de referencia de un molino para un trabajo específico.

Clasificación

Como se ha mencionado, el control del tamaño de partícula durante las operaciones de reducción de tamaño mediante sistemas de clasificación es una condición fundamental para el aprovechamiento eficiente de la energía y del mineral beneficiado.

Para ello la planta piloto cuenta para el sistema de molienda primario con un hidrociclón complementado con un clasificador de rejilla, y con un tornillo clasificador tipo Atkins. La molienda secundaria cuenta con un segundo hidrociclón.

El hidrociclón

Es un clasificador de tamaño que consiste en un recipiente de forma externa cilíndrica (cónica internamente) abierto en su ápice o descarga inferior, que está unido a una sección cilíndrica superior por donde entra la alimentación tangencialmente. La parte superior de la sección cilíndrica está cubierta con una placa a través de la cual pasa un tubo de derrame axialmente montado.

El tubo se extiende hacia el interior del cuerpo del ciclón por medio de una sección corta, el cual evita que la alimentación entre directamente hacia el derrame (figura 2.3).



Figura 2.3. Hidrociclón CY-B301.

La alimentación se realiza a presión, mediante una bomba centrífuga de impulsor cerrado a través de la entrada tangencial, lo cual imparte un movimiento de remolino a la pulpa. Esto genera un vórtice (remolino) dentro del ciclón, así como una zona de baja presión a lo largo del eje vertical. A lo largo de este eje se

desarrolla un núcleo o corazón de aire, que generalmente se conecta a la atmósfera a través del vórtice de salida, pero creado en parte por el aire disuelto que sale de la pulpa en la zona de baja presión. La teoría clásica de la acción del hidrociclón es que las partículas dentro del modelo de flujo están sometidas a dos fuerzas opuestas: una fuerza centrífuga hacia afuera y una fuerza de arrastre que actúa hacia el interior.

La fuerza centrífuga que se desarrolla acelera la velocidad de asentamiento de las partículas. Se tiene evidencia que demuestra que la ley de Stokes se aplica con razonable exactitud a las separaciones en ciclones de diseño convencional; de este modo, las partículas se separan de acuerdo a su tamaño y gravedad específica. Las partículas de asentamiento más rápido se mueven hacia la pared del ciclón donde la velocidad es más baja y emigran hasta el ápice de salida. Debido a la acción de la fuerza de arrastre, las partículas de asentamiento más lento se mueven hacia la zona de baja presión a lo largo del eje del ciclón y son transportadas hacia arriba a través del buscador de remolino hasta el derrame (figura 2.4).

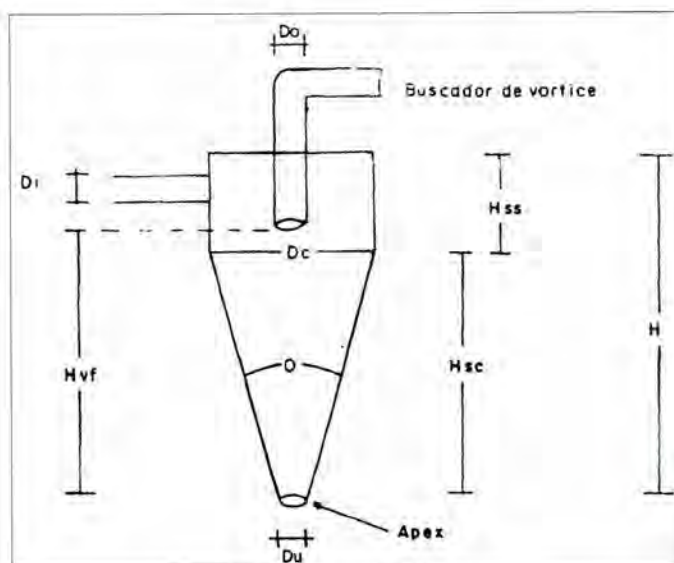


Figura 2.4. Plano del hidrociclón.

El método más común de representar la eficiencia de un ciclón es por una curva de rendimiento o curva de *Tromp*, la cual relaciona la fracción de peso o porcentaje de cada tamaño de partícula en la alimentación que se reporta al ápice o descarga con el tamaño de la partícula. El punto de corte o tamaño de separación del ciclón frecuentemente se define como aquel punto sobre la curva *Tromp* para el cual el 50% (d_{50}) de las partículas de ese tamaño en la alimentación se presentan en el

derrame, es decir, las partículas de ese tamaño tienen una igual oportunidad de ir con el derrame o con la descarga. La eficiencia de la separación esta dada por:

$$I = \frac{d_{75} - d_{25}}{2d_{50}}$$

Para la selección de un hidrociclón la variable más importante es obtener el diámetro de este (o sea, el diámetro de la sección cilíndrica) para generar el tamaño de corte deseado. Ello va a generar una capacidad propia del equipo, lo que implica que si se desea aumentar la cantidad de pulpa a procesar se debe recurrir a otro hidrociclón.

Las variables operacionales típicas en la operación de un hidrociclón son:

- Fracción en peso de alimentación, se recomienda que no exceda un 50% en peso de sólidos.
- Presión en la alimentación.
- Tipo de descarga. La descarga por el ápex (salida inferior) del hidrociclón debe ser tipo spray. Esto se debe a la presencia del núcleo de aire.

El Tornillo clasificador tipo Atkins

Dispositivo inclinado, paralelo al molino, compuesto por un eje helicoidal (tornillo sin fin) que rota dentro de una cámara donde se recibe el material que sale del molino. Las espirales de este tornillo van recogiendo la fracción gruesa de la pulpa y la van subiendo retornándola a la boca del molino (figura 2.5).

La fracción fina va saliendo por sobreflujo en la piscina que se forma en la parte inferior de la cámara.

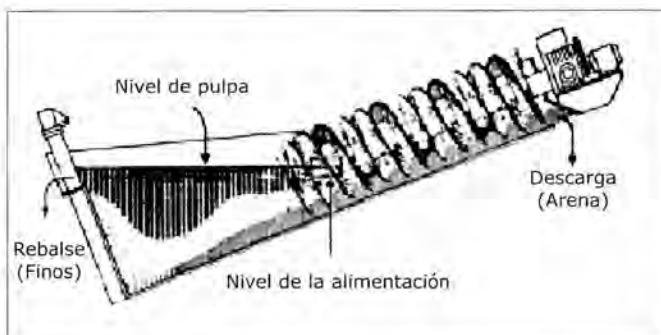


Figura 2.5. Unidad de clasificación Atkins.

En la figura 2.6 se pueden distinguir las cuatro zonas de trabajo.

Zona A: ubicada en el fondo del estanque, es una capa estacionaria de partículas de grano grueso, por debajo de los rastrillos o la espiral.

Zona B: partículas de grano grueso que han sedimentado y serán transportadas.

Zona C: suspensión de partículas en agua. Zona de asentamiento retardado, de alta densidad y turbulencia.

Zona D: corriente horizontal de pulpa desde el punto de alimentación hasta el rebalse (overflow).

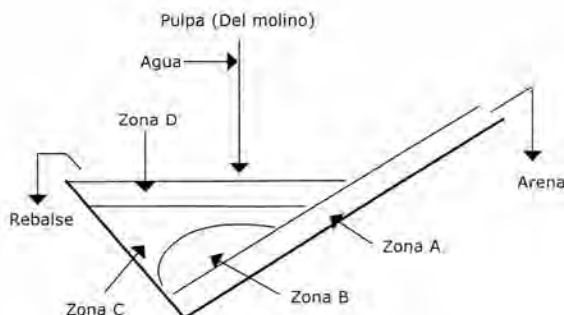


Figura 2.6. Zonas de trabajo del clasificador Atkins.

Variables de operación y diseño del Atkins

Altura del rebalse (variable de operación), permite regular el área de la zona de sedimentación. Un aumento de la altura, produce un aumento del área de la piscina y una disminución del tamaño máximo de la partícula en el overflow.

Caudal de pulpa en la alimentación (variable de operación), un aumento en el caudal, aumenta la velocidad de la corriente horizontal y por tanto también aumenta el tamaño de separación.

Porcentaje de sólidos en el sobreflujo (variable de operación), importante porque determina el tamaño de separación del clasificador y está en función de la cantidad de agua que se añade al circuito. Una disminución del porcentaje de sólidos en el overflow, disminuye el tamaño de separación, esto ocurre hasta un valor denominado dilución crítica (aproximadamente 10% de sólidos).

Pendiente del tanque (variable de diseño), determina el área de la zona de sedimentación y por tanto también determina el tamaño de partículas que van hacia el sobreflujo.

Velocidad (variable de diseño), es importante desde el punto de vista de agitación del baño y su efecto en el tamaño de separación.

Especificaciones técnicas

- Inclinação = 10 a 18°.
- Reducción de capacidad: para 10°=10%, para 15°=26% y para 18°=30%.
- Diámetro de la hélice = 6”.
- Paso de la hélice = 6”.
- Longitud del transportador 2 m, aproximadamente.
- RPM de 30 a 60.
- Potencia 0,5 H.P.

Objetivos**General**

Con la molienda se reduce el tamaño de grano con el fin de exponer la superficie de la partícula a los efectos de operaciones y procesos posteriores (concentración y lixiviación).

Específicos

- Llevar las partículas a un tamaño tal que queden parcial o totalmente liberadas unas de otras.
- Lograr una distribución de tamaño de partícula apropiada para operación y procesos posteriores como la concentración gravimétrica, flotación espumante y la cianuración.
- Confirmar el tamaño apropiado que obtenemos según las pruebas de laboratorio y probar las otras condiciones y oportunidades.

Equipos

El proceso de molienda se realiza en la unidad de proceso B (figura 2.7), de las seis unidades que componen la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

La unidad de molienda está compuesta por los siguientes equipos:

- Banda alimentadora BC-B201.
- Tolva, alimentador HP-B202 y BC-B202.
- Molino de bolas n.º 1: ML-B203.
- Tanque de molino de bolas n.º 1: TK-B204.
- Bomba del tanque del molino de bolas n.º 1: PU-B204.
- Hidrociclón n.º 1: CY-B301.
- Clasificador de espiral tipo Atkins.
- Clasificador de rejilla SN-B205.
- Molino de bolas n.º 2: ML-B307.
- Tanque del molino de bolas n.º 2: TK-B308.

- Bomba del tanque del molino n.º 2: PU-B308.
- Hidrociclón n.º 2: CY-B314.

Los datos técnicos de los equipos se encuentran consignados en el manual de descripción general de los equipos (Ingeominas, 2002).

Insumos

El proceso de molienda requiere de los siguientes insumos: energía eléctrica, agua y bolas (20, 30, 40 y 50 mm).

Operación de la unidad y de los equipos que la componen

Banda alimentadora BC-B201

La banda alimentadora como se muestra en la figura 2.8. Esta banda alimenta el mineral triturado a la tolva del molino n.º 1 HP-B202.

Operación

- Se verifica que sobre la banda no exista ninguna pieza metálica u otra que pueda obstruir el shutt de alimentación a la banda de alimentación del molino n.º 1 BC-B202.
- La banda inicia su operación cuando se oprime el botón *on* del BC-B202 en el panel de control de la unidad B, y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Se verifica antes de apagar la banda que esta no se encuentre cargada, luego se procede a apagar la banda.

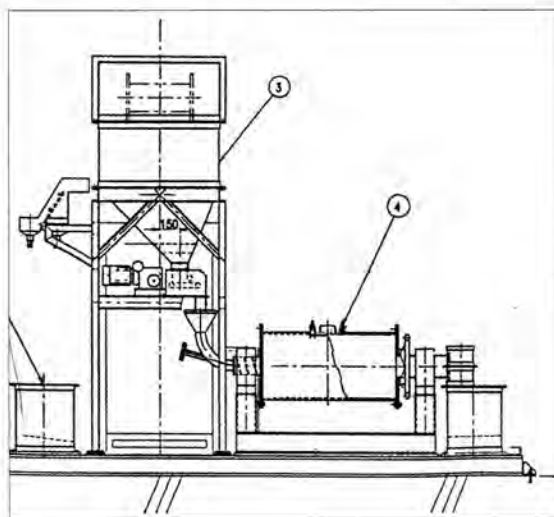


Figura 2.7. Unidad de molienda y clasificación.



Figura 2.8. Banda alimentadora a tolva del molino.

Tolva HP-B202 y alimentador BC-B202

Esta unidad es usada para almacenar el mineral triturado en la tolva HPB302 y suministrarlo con un alimentador de banda BC-B202 al molino de bolas n.º 1 ML-B203.

Funcionamiento

El alimentador al molino n.º 1 posee una banda que se opera bajo la combinación de dos sistemas, uno de ellos regula la velocidad de la banda y el otro los temporizadores (*Timer T - on* y *Timer T - off*) de activación y desactivación de la banda que están localizados en el panel de control de la unidad B.

El regulador de velocidad de desplazamiento de la banda esta provisto de una escala la cual se gradúa de acuerdo a la razón de alimentación deseada. Los temporizadores se ajustan de manera que se tenga una alimentación constante o por fracciones de tiempo (tiempo activo e inactivo).

Operación

- Se verifica el nivel de la tolva HP-B202.
- Se establece la escala de velocidad de desplazamiento de la banda.
- Se establece *Timer T-on* para el estado activo y *T-off* para el estado inactivo de alimentación en el panel de control de la unidad B.
- El alimentador inicia su operación oprimiendo el botón *on* del BC-B202 en el panel de control de la unidad B, y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Molino de bolas n.º 1: ML-B203

Este molino como se indica en las figuras 2.9a y 2.9b, muele el material triturado a un tamaño de partícula determinado, para luego ser enviado a través de la bomba del molino a los sedimentadores.

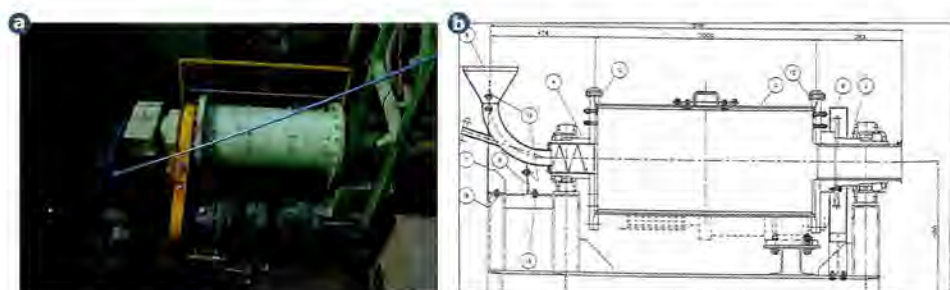


Figura 2.9. a. Molino de bolas n.º 1. b. Plano del molino de bolas n.º 1.

Funcionamiento

El molino consta de un tambor cargado aproximadamente en un 45% de su volumen con medios moledores (bolas de acero). Durante la rotación del tambor los medios moledores son arrastrados conjuntamente por la superficie de las paredes bajo la acción de la fuerza centrífuga y la fuerza de rotación a una altura determinada y luego se deslizan o caen libremente, y muelen el material por impacto, aplastamiento y fricción.

El molino se alimenta por el ducto de alimentación y la salida del material molido se hace a través del muñón de descarga. El movimiento del material se produce por la acción de las diferentes alturas del material de entrada y salida, bajo la acción de la rotación del tambor. La salida del material se produce por el flujo de agua, el cual entra al molino conjuntamente con el material a moler y al pasar desde el muñón de alimentación al muñón de salida arrastra las partículas. La pulpa que sale del molino se somete a un proceso de clasificación.

El motor del molino de bolas n.º 1 cuenta con un regulador de velocidades el cual hace incrementar o disminuir el número de revoluciones al molino.

Operación

El molino de bolas acondiciona el material para etapas posteriores en el proceso, para su operación se debe tener en cuenta:

- Se verifica la carga de bolas de acero (aproximadamente 350 kilogramos).
- Se tapa el molino, este cuenta con una tapa con un sistema de seis (6) tornillos.
- Se determina la velocidad de revolución (escala del regulador de velocidad).
- Se controla el agua de alimentación al molino, la cual se puede hacer por la parte inferior del shutte o por la parte superior desde el tanque colector de agua.
- Se determina la velocidad de revolución (escala del regulador de velocidad).
- El molino inicia su operación oprimiendo el botón *on* del BC-B203 en el panel de control de la unidad B y se detiene oprimiendo el botón *off*.

- La densidad de pulpa de descarga del molino debe ser del 60% aproximadamente.

Tanque del molino de bolas n.º 1: TK-B204

Este tanque almacena la pulpa de la descarga del molino de bolas n.º 1.

Este tanque cuenta con un agitador que se opera manualmente desde el panel de control de la unidad B con el *break* ELB02.

Bomba del tanque del molino de bolas n.º 1: PU-B204

Esta bomba como se indica en la figura 2.10, envía la pulpa desde el tanque de descarga del molino de bolas n.º 1: TK-B204, hacia el hidrociclón CYB301. Actualmente la bomba impulsa el material fino ya clasificado por el Atkins, al sedimentador.

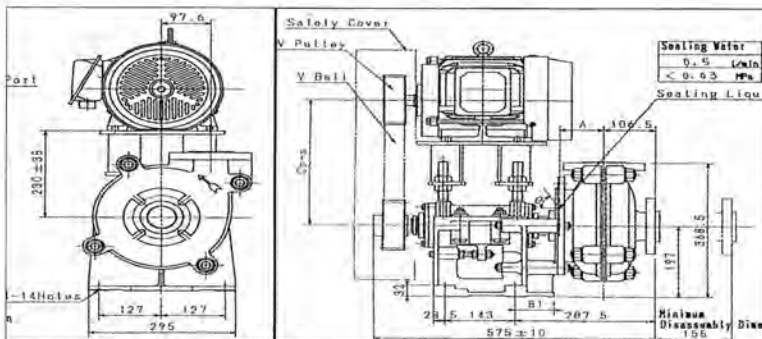


Figura 2.10. Bomba del tanque de descarga del molino n.º 1.

Operación

- Se verifica que el tanque de descarga del molino de bolas n.º 1 se encuentre con agua en el momento del arranque de la bomba, para evitar el arranque de la bomba en vacío.
- Se verifica que la pulpa en el tanque este agitada, garantizando la homogeneidad de la pulpa. La bomba se opera manualmente oprimiendo el botón *on* del PU-B204 en el panel de control de la unidad B y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Para operar la bomba en automático se activa el switch *aut* y esta se apaga según el nivel del tanque ya que cuenta con un sensor de nivel.

Hidrociclón n.º 1: CY-B301

El hidrociclón como se muestra en la figura 2.3, clasifica los productos del molino de bolas n.º 1: ML-B203 a un tamaño específico, los tamaños finos son enviados al

próximo proceso como un producto de la molienda y el tamaño grueso se envía al clasificador de rejilla SN-B205. Actualmente su función ha sido reemplazada por el clasificador Atkins.

Funcionamiento

Este es un aparato de sección cilíndrica superior y sección cónica inferior. La partícula se clasifica por la acción combinada de una fuerza centrífuga que lanza las partículas hacia las paredes del hidrociclón y una fuerza centrípeta dirigida al centro del aparato.

El hidrociclón tiene dos salidas coaxiales con el eje del aparato, un buscador de vórtice por donde sale el rebalse que es la corriente de tamaños finos y otra el ápex por donde se evacua la corriente de descarga compuesta de partículas gruesas de la distribución granulométrica que ingreso al aparato. La pulpa ingresa con una alta velocidad tangencial la que desarrolla un vórtice. Las partículas debido a este movimiento circular del vórtice se ven sometidas a la fuerza centrífuga que lanza las partículas hacia las paredes del hidrociclón. La otra fuerza que se genera (centrípeta) va dirigida al centro del aparato.

En la alimentación al hidrociclón se encuentra instalado un manómetro el cual indica la presión de entrada de la pulpa.

Clasificador de espiral tipo Atkins

Este equipo clasifica el producto del molino de bolas n.º 1 ML-B203 y los finos pueden ser enviados al tanque acondicionador de flotación TK-B302, sedimentador n.º 2 SL-B402, molino de bolas n.º 2 ML-B307, espesador THB-403. Los gruesos nuevamente al molino de bolas n.º 1.

Molino de bolas n.º 2: ML-B307

Este equipo muele los medios y colas provenientes de la mesa concentradora FT-B206, para luego ser enviados al hidrociclón n.º 2. Es semejante al molino 1.

Funcionamiento

El molino consta de un tambor cargado aproximadamente en un 45% de su volumen con medios moledores (bolas de acero). Durante la rotación del tambor los medios moledores son arrastrados conjuntamente por la superficie de las paredes bajo la acción de la fuerza centrífuga y la fuerza de rotación a una altura determinada y luego se deslizan o caen libremente, y muelen el material por impacto, aplastamiento y fricción.

Se alimenta por el muñón de alimentación y la salida del material molido se hace a través del muñón de descarga. El movimiento del material se produce por la acción de las diferentes alturas del material de entrada y salida, bajo la acción de

la rotación del tambor. La salida del material se produce por el flujo de un líquido, el cual entra al molino conjuntamente con el material a moler y al pasar desde el muñón de alimentación al muñón de salida arrastra las partículas finas. La pulpa que sale del molino se somete a un proceso de clasificación posteriormente.

El motor del molino de bolas n.º 2 cuenta con un regulador de velocidades el cual hace incrementar o disminuir el número de revoluciones al molino.

Se recomienda trabajar entre 900 y 1200 revoluciones el motor del molino.

Operación

El molino de bolas acondiciona el material para la etapa posterior de flotación en el proceso, para su operación se debe tener en cuenta:

- Se verifica la carga de bolas de acero (medios moledores de 20, 30 y 40 mm).
- Se determina la velocidad de revolución que se controla con el reductor de velocidad, esta velocidad es variable.
- Se controla el suministro de agua y la cantidad de mineral que se va alimentar al molino, para obtener una densidad de pulpa óptima, granulometría desea entre otros, para lograr el estado estacionario del proceso que se este desarrollando.
- El molino inicia su operación oprimiendo el botón *on* del ML-B307 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Tanque de molino de bolas n.º 2: TK-B308

Este tanque almacena la pulpa de la descarga del molino de bolas n.º 2.

Este tanque cuenta con un agitador que se opera manualmente desde el panel de control de la unidad D.

Bomba del tanque del molino de bolas n.º 2: PU-B308

Esta bomba envía la pulpa desde el tanque de descarga del molino de bolas n.º 2 hacia el hidrociclón CY-B314. En la figura 2.10 antes mencionada se detalla la bomba.

Operación

- Se verifica que el tanque de descarga del molino n.º 2 no contenga piezas metálicas ni de madera que puedan afectar la bomba.
- Se verifica que las válvulas de salida del tanque estén abiertas antes de iniciar su operación.
- Para el inicio de operación de la bomba se debe tener lleno el tanque de descarga del molino n.º 2 de agua o de pulpa para no operar la bomba en vacío.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del PU-B308 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *off*. Cuando el switch se coloca en *aut*, esta opera automáticamente en estado *on* y se apaga dependiendo del nivel del tanque.

Hidrociclón n.º 2: CY-B314

Este equipo clasifica los productos del molino de bolas a un tamaño específico, los tamaños finos son enviados al próximo proceso como un producto de la remolienda y el tamaño grueso se retorna al molino de bolas n.º 2: ML-B307 para ser remolido.

Funcionamiento

Este es un aparato de sección cilíndrica superior y sección cónica inferior. La partícula se clasifica por la acción combinada de una fuerza centrífuga que lanza las partículas hacia las paredes del hidrociclón, y una fuerza centrípeta dirigida al centro del equipo.

El hidrociclón tiene dos salidas coaxiales con el eje del aparato, un buscador de vórtice por donde sale el rebalse que es la corriente de tamaños finos y otra el ápex por donde se evacua la corriente de descarga compuesta de partículas gruesas de la distribución granulométrica que ingresó al aparato. La pulpa ingresa con una alta velocidad tangencial la que desarrolla un vórtice. Las partículas debido a este movimiento circular del vórtice se ven sometidas a la fuerza centrífuga que lanza las partículas hacia las paredes del hidrociclón. La otra fuerza que se genera (centrípeta) va dirigida al centro del aparato.

Debido a la diferencia de presión entre el vórtice y su centro se origina una fuerza para tratar de llenar el vacío (fuerza de arrastre).

Operación

- Se verifica que la tubería de alimentación al hidrociclón no este obstruida.
- Se verifica que el hidrociclón no se encuentre obstruido por ninguna de sus corrientes.
- se verifica que cada una de las mangueras que llevan la pulpa de cada una de las corrientes estén bien instaladas.

Operación de la unidad de molienda y clasificación

Teniendo presente las condiciones operativas de cada uno de los equipos mencionados se debe tener en cuenta entre otros los siguientes aspectos:

Suministro de agua

El suministro de agua al molino se realiza ya sea con agua del acueducto o con agua del tanque colector proveniente de los sedimentadores y el espesador.

El agua se puede suministrar ya sea por el tubo localizado en el *shutt* de alimentación al molino o por la descarga del alimentador del molino. Ambos sistemas

tienen válvula la cual permite regular el caudal. La cantidad de agua suministrada dependerá de las condiciones establecidas para cada prueba (cantidad de mineral suministrada, densidad de pulpa, granulometría, etc.).

Alimento molino

El molino también recibe alimentación proveniente del sedimentador n.º 1 o del retenido del clasificador de rejilla. Este material es revertido cuando no cumple las condiciones de tamaño establecidas para un determinado proceso.

Control del proceso de molienda

Establecimiento del estado continuo (estacionario) estabilizado

Se debe verificar el nivel del tanque de la descarga del molino con adición de agua, como también establecer el caudal de alimentación del sólido de la tolva al molino y determinar el flujo de masa que pasa por el molino en la unidad de tiempo (máximo 240 kg/h).

El estado estacionario se alcanza cuando el clasificador Atkins este funcionando plenamente, generalmente tres horas después de haber iniciado la molienda. el estado estable de Atkins puede inducirse sembrándole material extra.

Muestreo en la alimentación al molino n.º 1

Se debe realizar seguimiento al flujo de alimentación al molino para determinar la cantidad de material molido en una determinada prueba.

Muestra en la descarga del molino n.º 1

Toma de muestra de la pulpa para determinar la densidad de pulpa, porcentaje de sólidos, granulometría para determinar la eficiencia del proceso de molienda y control de las condiciones operativas.

Toma de medidas y muestras

Se debe realizar la toma de medidas para determinar caudales y muestras para densidades de pulpa y análisis granulométrico en las diferentes corrientes generadas en el proceso.

Antes de iniciar la secuencia de encendido de la unidad de molienda se revisa que haya suministro de energía en el panel de control de la Unidad B (BCPL), subiendo los interruptores MCB en el panel. La lámpara que ilumina el interior del panel de control se debe encender.

La banda alimentadora BC-B201 se puede operar estando en marcha la unidad de molienda y alimentar la tolva HP-B202.

Para la molienda secundaria solo se debe encender el molino n.º 2 y su respectiva bomba desde el panel de control de la unidad D.

Cálculo de la densidad de pulpa

Determinación de la densidad de pulpa utilizando la balanza Marcy

En este sistema de medición de densidades de pulpa se utiliza un recipiente con volumen exacto de un litro, el cual se llena completamente con la pulpa y se suspende de la balanza Marcy de la cual se obtiene de manera directa el valor de densidad de la pulpa. Para obtener este valor de densidad de pulpa se requiere conocer previamente el valor de la densidad específica del mineral procesado.

Determinación de la densidad de pulpa por pesada

Se toma un volumen de pulpa conocido (preferiblemente un litro) y se determina el peso de esta pulpa en una balanza. El valor de densidad de pulpa se determina mediante la ecuación:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

donde,

ρ = densidad de pulpa

m = masa de pulpa

V = volumen de pulpa

$$\% \text{ Peso de sólidos} = \frac{\text{Cantidad de mineral}}{(\text{Cantidad de mineral} + \text{Cantidad de agua})}$$

$$\text{Agua a adicionar al molino} = \left(\frac{\text{Cantidad de mineral}}{\% \text{ sólidos}} \right) - \text{Cantidad de mineral}$$

Diagrama de flujo para el procedimiento

Las figuras 2.11, 2.12 y 2.13, muestran el proceso de molienda y clasificación primaria y secundaria en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

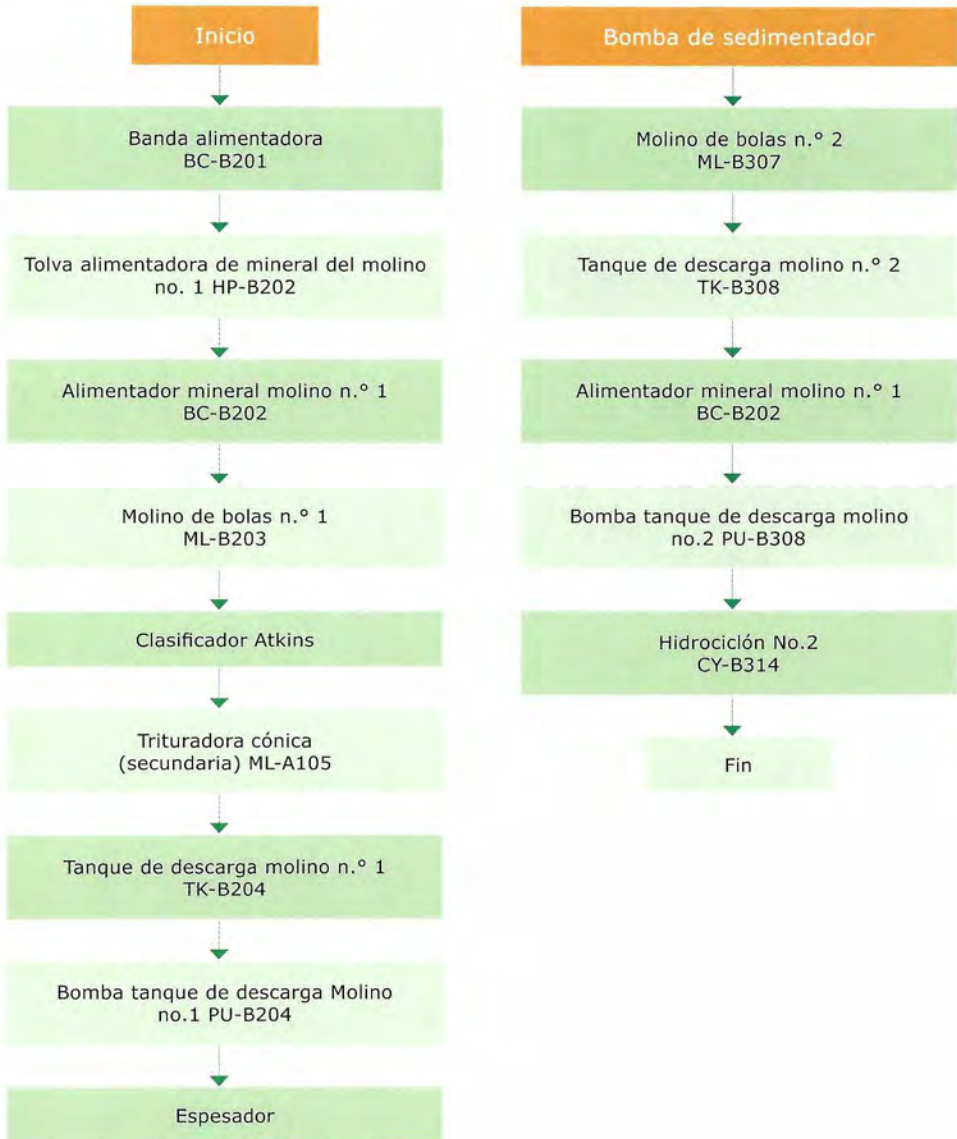


Figura 2.11. Diagramas de flujo de la unidad de molienda y de clasificación.

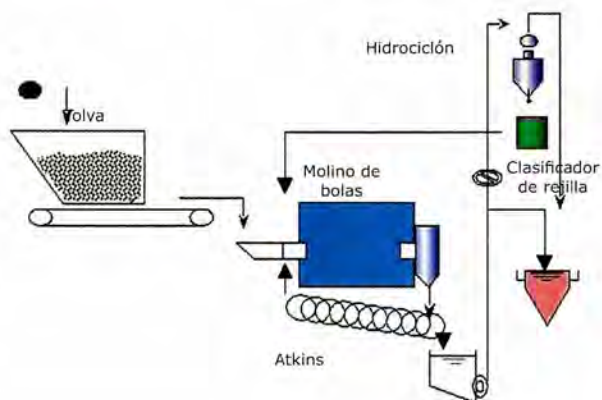


Figura 2.12. Unidad de molienda primaria y clasificación.

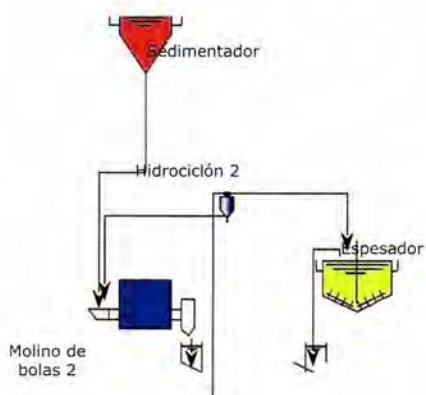


Figura 2.13. Unidad de molienda y clasificación secundaria.

Fundamentos teóricos

La planta de prueba para el procesamiento de minerales posee una unidad de concentración de minerales (concentración gravimétrica y flotación espumante).

La concentración gravitacional puede definirse como la separación de dos o más especies minerales de diferente peso específico (diferente densidad), causada por el movimiento relativo bien sea en un medio acuoso o en aire debido a la respuesta de los sólidos a las fuerzas: gravitacionales, de arrastre y empuje.

Para una eficiente concentración gravitacional debe tenerse en cuenta:

- Una buena liberación de partículas.
- La distribución de tamaños en alimentación.
- La forma de las partículas.
- Las diferencias de densidad de los sólidos a separar.
- Disponibilidad de agua.

Concentración gravimétrica en mesa vibratoria

Cuando una masa de agua se desplaza en flujo laminar sobre una superficie plana e inclinada, la capa de agua más próxima a dicha superficie avanza más lentamente que las capas superiores por efectos de fricción absorbida. Cuando un material particulado se suspende en una columna de agua, el material de mayor peso específico ocupa la parte inferior de ella. Este efecto hace que el material particulado que viaja con la masa de agua en un plano inclinado como la mesa se segrega haciendo que las partículas de mayor peso específico vayan a las capas inferiores, adquiriendo así una velocidad más lenta que las de menor peso específico.

La separación por película o capa fluida se utiliza en el concentrador de mesa vibratoria y desde el punto de vista metalúrgico es la forma más eficiente de concentrador por gravedad, en cuanto a su función como concentrador, aunque su capacidad no sea muy alta, respecto a los demás concentradores gravimétricos.

El tamaño de partícula desempeña un papel muy importante en las separaciones en mesa; a medida que aumenta la amplitud de la distribución de tamaños en la alimentación de la mesa, la eficiencia de la separación disminuye. Si la alimentación de la mesa está formada de una amplia distribución de tamaños de partícula, algunos de esos tamaños no se concentran eficientemente. En una separación idealizada los medios que se producen no son “verdaderos medios”, es decir partículas de mineral y ganga asociadas, sino partículas pesadas relativamente gruesas y partículas finas ligeras. Si estas partículas se regresan al circuito de molienda, junto con los verdaderos medios, se muelen innecesariamente.

La superficie de la mesa posee un tendido de listones paralelos que forman canales entre si que se van desvaneciendo en altura a medida que se aproximan al extremo lateral de la mesa. El material pesado es conducido por ellos hacia el lado lateral de la mesa, mientras que el liviano supera estos canales y salen por el lado frontal. Los rifles deben decrecer hacia la salida de concentrado con el fin de dar oportunidad a la estratificación. Los tipos de enriflados de mesas se pueden dividir en tres categorías: rifle normalizados para limpieza, rifle de limpieza para operaciones muy selectivas y rifle “rougher” para desbaste o preconcentración.

El espaciamiento entre los rifles $\frac{1}{4}$ a 2 pulgadas con alturas de $\frac{1}{2}$ pulgada en su parte más profunda a cero junto a la salida.

Las variables operacionales en una mesa concentradora son: capacidad, frecuencia y amplitud, agua de lavado, ángulo de inclinación y potencia.

La capacidad de una mesa vibratoria varía de acuerdo al tamaño de las partículas de la alimentación y del criterio de concentración.

La frecuencia varía entre 230-280 pulsos por minuto y la amplitud está alrededor de $\frac{3}{4}$ de pulgada.

La cantidad de agua de lavado varía de acuerdo al ángulo de inclinación de la mesa y otras variables de difícil cuantificación. El ángulo de inclinación es variable y se halla experimentalmente. El consumo de potencia es de aproximadamente 0,75-1,0 Hp por mesa. En mesas con una capacidad entre 0,6 y 1,0 tonelada la potencia necesaria puede llegar a los 2 HP.

Concentración mediante flotación espumante

La concentración mediante flotación espumante es una alternativa en la concentración de minerales generalmente asociados a sulfuros.

La flotación espumante se basa en la capacidad que posee una superficie de un sólido a ser humectado o no por el agua.

Cuando un sólido se deja humectar (absorbiendo agua en su superficie) se dice que es hidrofílico, mientras que si no se deja mojar se dice que es hidrofóbico.

Una superficie hidrófoba se puede obtener al untarle grasa sobre ella. Si se le trata de mojar, se notará como el agua no se esparce uniformemente sobre la su-

perficie y solo se observan puntos o gotas de agua dispersas que pueden fácilmente desligarse del sólido.

Existe, en la naturaleza, sólidos que por su estructura cristalina o molecular son hidrófobos. Ellos son pocos; a saber: molibdenita, grafito, azufre y talco.

Si estos minerales se introducen en agua, al ser ellos hidrófobos, sus superficies no formarán enlaces con los grupos polares del agua y por ende en presencia de una fase gaseosa (por ejemplo una burbuja que asciende desde el fondo del tanque hacia la superficie) se adhiere más a esta fase y la acompaña a tratar de flotar junto con la burbuja.

Este fenómeno es independiente de la densidad de las partículas, o sea que no se relaciona directamente con la separación de los medios densos.

Por la tensión superficial de los líquidos, aunque la burbuja salga del medio acuoso a la atmósfera la partícula no podrá hacerlo y permanecería un poco más abajo del nivel del agua.

Para evitar lo anterior, es necesario agregar un reactivo químico (tensoactivo) que baje la magnitud de la tensión superficial y por lo tanto la partícula puede cruzar el nivel de la interfase agua/aire. Este tensoactivo produce una tercera fase similar a una espuma, la que se localiza flotando sobre él.

Es por lo anterior que la operación recibe su nombre: flotación espumante.

Luego de que las partículas hidrófobas lleguen a la fase espuma esta es retirada con una paleta (manual o mecánicamente) y se obtiene un concentrado el cual sale en la espuma y unas colas.

Debido a que la gran mayoría de los minerales son hidrófilos; es necesario agregar otro reactivo químico que se absorba selectivamente sobre las superficies de las partículas que se desean hidrofobizar para que sean extraídos con la espuma. Este reactivo se denomina “agente colector”.

Partículas de oro libre de pequeño tamaño son propensas a flotar, de tal manera que este método es una alternativa para la recuperación de oro fino que no responde a la concentración gravimétrica (Marsden, 1992 & Ingeominas, 2008).

Reactivos de flotación

Agente colector

En el caso del oro; como generalmente se flota es una mena compuesta de sulfuros, dentro de los cuales está el oro, se emplean colectores tiólicos (afines al azufre) y los más comunes son los xantatos.

Agente espumante

Es el tensoactivo encargado de generar la espuma. Uno de los más utilizados en la industria es el aceite de pino.

Reguladores de PH

Para la flotación de sulfuros se recomienda tener un PH entre 6,0 y 7,0.

Activador

Es un reactivo que mejora la adsorción del agente colector sobre una superficie mineral (ejemplos CuSO_4 y Na_2S).

Depresor

Es un reactivo que inhibe la hidrofobización de una superficie (cianuro, Na_2CO_3).

Objetivos

General

Aprovechar las propiedades físicas de los minerales para realizar separaciones selectivas entre ellos y obtener un producto enriquecido y un material de rechazo.

Específicos

- Obtener un concentrado del mineral, acondicionándolo posteriormente para otras etapas en el proceso de beneficio de minerales.
- Evitar los sulfuros y otros minerales que afectan la recuperación del oro en la etapa de cianuración como “cianicidas”.
- Minimizar costos de operación obteniendo concentrados de alta calidad por medio de la concentración gravimétrica y flotación espumante separando la mayor cantidad de ganga del mineral tratado.
- Recuperar partículas libres de oro de tamaño fino que no responden a la concentración gravimétrica.

Equipos

La unidad de concentración (gravimétrica y flotación espumante) esta compuesta por los siguientes equipos:

- Mesa concentradora FT-B206.
- Tanque de la mesa concentradora TK-B207.
- Bomba del tanque de la mesa concentradora PU-B207.
- Tanque acondicionador TK-B302.
- Agitador del tanque acondicionador AG-B302.
- Celdas de flotación FT-B306.
- Agitador de las celdas de flotación AG-B306.
- Tanque de xantato TK-B303.

- Bomba del tanque de xantato MP-B303.
- Tanque de CuSO_4 TK-B304.
- Bomba del tanque de CuSO_4 MP-B304.
- Tanque de NaOH (aceite de pino) TK-B305.
- Bomba del tanque de NaOH (aceite de pino) MP-B305.
- Agitador del tanque de los químicos AG-B303.
- Tanque de espumas TK-B311.
- Bomba del tanque de espumas PU-B311.

Los datos técnicos de los equipos se encuentran consignados en el manual de descripción general de los equipos (Ingeominas, 2002). En las figuras 3.1 y 3.2 se observa la unidad de concentración de la planta de prueba donde se indican los equipos que la componen.

Insumos

Energía eléctrica, agua, reactivos de flotación (xantato, CuSO_4 , NaOH), promotores (ditiofosfatos como el AP3477, AP208) y espumantes (aceite de pino, MIBC).

Operación de la unidad de concentración

Mesa concentradora FT-B206

Este equipo mostrado en la figura 3.3, recibe el material del clasificador *Akins*, después de que la pulpa ha sido acondicionada en un tanque sedimentador e impulsada por un bomba de diafragma.

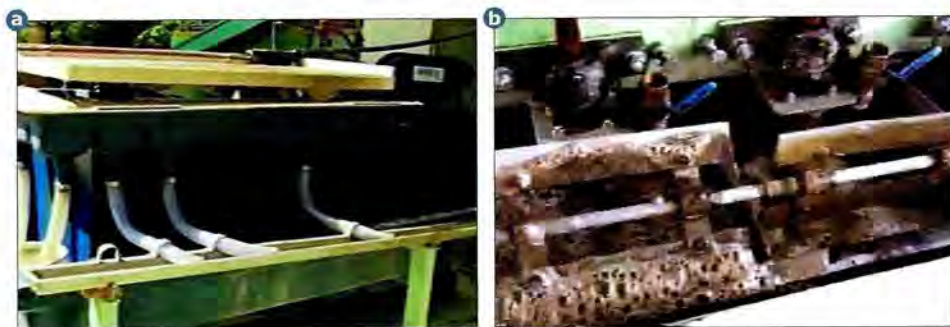


Figura 3.1. Unidad de concentración: a. Mesa concentradora b. Flotación espumante.

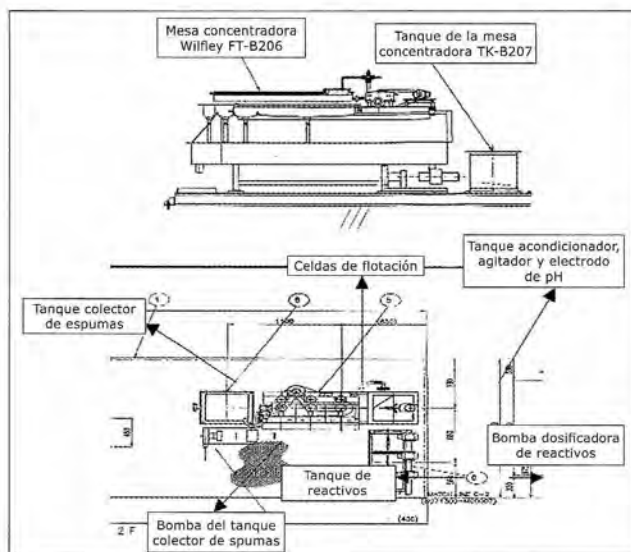


Figura 3.2. Planos de la unidad concentradora.

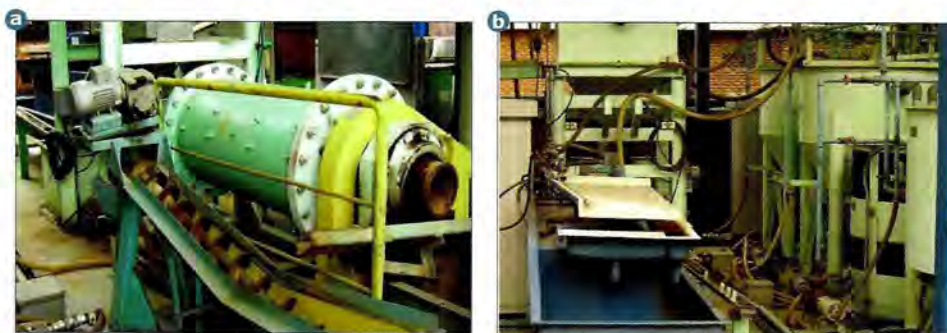


Figura 3.3. Circuito molino, clasificador, sedimentador, bomba, mesa.

Funcionamiento

Este concentrador consiste en una cubierta ligeramente inclinada, que puede tener un enrillado en paralelo, que se recomienda para partículas gruesas, o enrillado angular, que se utiliza para finos (limos). Sobre esta cubierta, la alimentación con un porcentaje de aproximadamente 25% en peso de sólidos, se introduce en la caja de alimentación y se distribuye a lo largo de esta, el agua de lavado se reparte a lo largo del resto del lado de alimentación desde el tubo distribuidor (flauta). La mesa vibra longitudinalmente, por medio de su mecanismo (longitud del *stroke*). Usando una carrera lenta hacia la izquierda y un rápido retorno a la derecha, genera que las partículas minerales se arrastren lentamente a lo largo de

la cubierta paralela a la dirección del movimiento más lento. De este modo, los minerales están sujetos a dos fuerzas, la debida al movimiento de la mesa y otra perpendicular a la anterior debido al arrastre de la capa fluida de agua sobre las partículas. El efecto neto es que las partículas se mueven diagonalmente a través de la cubierta desde el extremo de la alimentación y como el efecto abanico sobre la mesa, las partículas más pequeñas y más pesadas viajan se segregan hacia el punto de recolección de concentrado en el extremo distante, mientras que las partículas más ligeras y grandes (medios y colas) son conducidas al lugar de recolección de estos, el cual corre a lo largo de la longitud de la mesa, zonificándose según sea el caso (figura 3.4).

La vibración se controla ajustando el VR (regulador de frecuencia) cuya escala esta graduada de 0 a 9 y se encuentra ubicado en el panel de control de la unidad B y la velocidad de vibración es variable.

La mesa cuenta con dos tipos de cubiertas, de enriflado paralelo y angular.

El enriflado paralelo se utiliza para material grueso, el enriflado angular para material fino. Además se tiene una cubierta totalmente plana sin rifles.

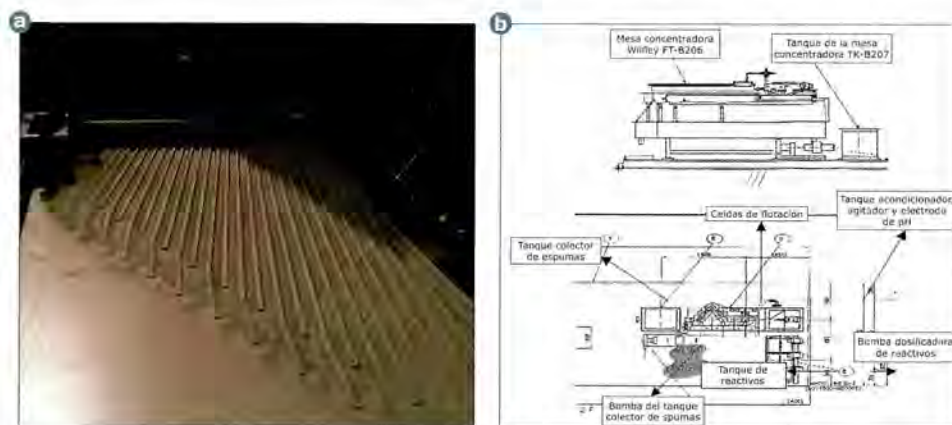


Figura 3.4. Mesa concentradora wilfley. a. Cubierta de la mesa. b. Planos de la mesa concentradora.

Operación

- Se verifica que la superficie de la mesa se encuentre completamente limpia y libre de grasa.
- Se define y se verifica el ángulo de inclinación de la cubierta.
- Se define y se verifica la velocidad de vibración desde el panel de control de la unidad B.
- Se suministra el agua de lavado a la mesa y se cerciora que cubra toda la superficie.

- Se inicia la operación de la mesa concentradora FT-B206. La mesa inicia su operación oprimiendo el botón *on* en el panel de control de la unidad B y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Se verifica la densidad de pulpa en la alimentación a la mesa concentradora (aproximadamente 25% en porcentaje de sólidos).
- Se verifica la posición de los separadores ajustables de cada una de las corrientes (concentrado, medios y colas).

Tanque de la mesa concentradora TK-B207

Este tanque es utilizado para almacenar los medio y colas provenientes de la mesa concentradora.

Bomba del tanque de la mesa PU-B207

Esta bomba envía los medios y colas provenientes de la mesa concentradora al sedimentador n.º 1.

Funcionamiento

Esta bomba sumergible consta de un impeller tipo vortice-abierto, un eje con sello mecánico doble y un rodamiento de bolas, además de un motor de inducción de 2 polos sumergible con un protector térmico entre otros elementos. Esta bomba suspende la operación cuando el nivel de succión de la bomba esta 65 mm por debajo de su nivel.

Operación

- No es recomendable operar la bomba en vacío, se debe verificar el nivel del tanque de la mesa TK-B207.
- Se verifica la posición de las válvulas (sedimentador n.º 1) localizadas después de la salida de la bomba de acuerdo a donde se vaya a enviar la pulpa.
- Generalmente la bomba opera en forma automática. La bomba opera de forma manual oprimiendo el botón *on* del PU-B207 en el panel de control de la unidad B y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Se verifica que en el fondo del tanque de la mesa TK-B207 no se presenta sedimentación del sólido, para evitar la obstrucción de la bomba.

Tanque acondicionador TK-B302

Este tanque acondiciona la pulpa proveniente del sedimentador n.º 2 con los reactivos antes de enviar la pulpa a las celdas de flotación FT-B306.

Este tanque cuenta con un agitador AG-B302 como se muestra en la figura 3.5, que se opera manualmente y de un electrodo controlador de pH, el cual puede ser programado.

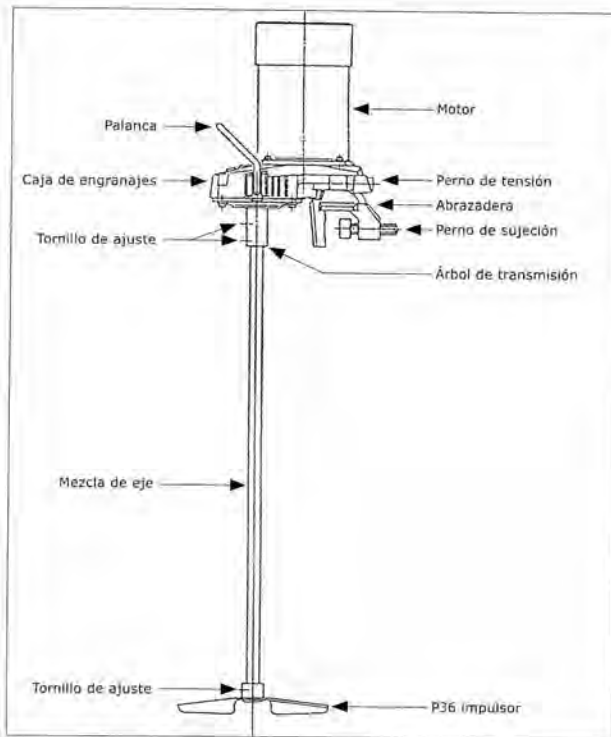


Figura 3.5. Agitador tanque acondicionador.

Operación

- Antes de iniciar la operación del agitador se debe verificar que en el tanque no haya ninguna pieza metálica o algún elemento que impida el movimiento del agitador.
- Se programa el electrodo controlador de PH, según el rango.
- El agitador inicia su operación cuando se oprime el botón *on* del AG-B502 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Celdas de flotación FT-B306

En este equipo como se muestra en las figuras 3.6a y 3.6b, se realiza la flotación de los finos provenientes del hidrociclón n.º 1 almacenados en el sedimentador n.º 2. Estas celdas cuentan con paletas encargadas de retirar la espuma de las celdas de flotación. Estas paletas cuentan con velocidad variable que se ajusta desde el panel de control de la unidad D.

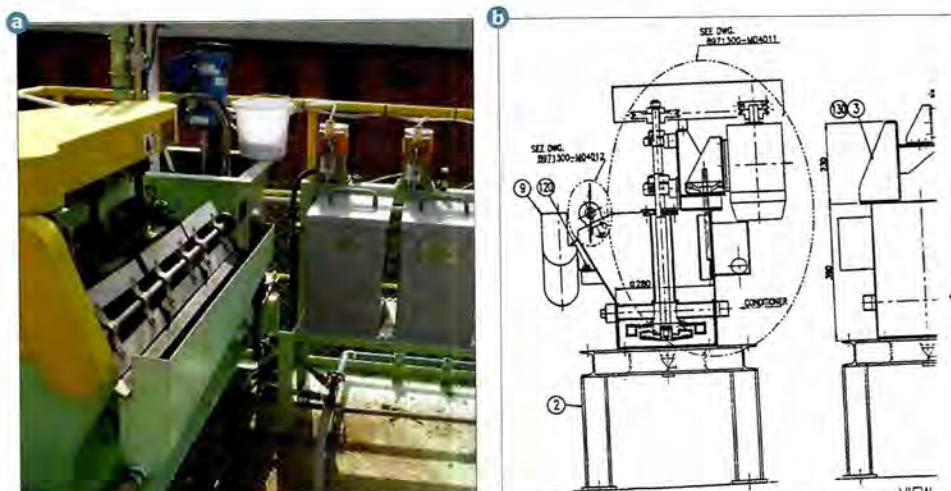


Figura 3.6. a. Celdas de flotación. b. Plano de las celdas de flotación.

Agitador de las celdas de flotación AG-B306

Este equipo agita el contenido dentro de las celdas de flotación y genera la espuma.

Funcionamiento

Este tipo de máquina posee un impulsor que gira dentro de mamparas. Se introduce aire a través del impulsor para proporcionar buena dispersión y suficiente mezclado para dar origen a las colisiones entre partículas y burbujas que son el prerequisite esencial para la adherencia de partículas a las burbujas.

La descarga de la espuma se efectúa con la ayuda mecánica de paletas despuadoras. El flujo de pulpa de una celda a la siguiente se realiza a través de un vertedero de derrame entre celdas, ubicado en la parte trasera de las celdas. Este vertedero posee altura variable, la cual controla la velocidad de descarga de las colas. Esta unidad consta de tres celdas de flotación, además de un regulador de velocidad del impulsor.

Operación

- Se establece la velocidad de rotación del impulsor, que se encuentra ubicado en el panel de control de la unidad D.
- Se verifica que en las celdas de flotación no hayan elementos extraños.
- Se inicia la operación y se llenan de agua las celdas para proteger el eje y que éste no se doble. Cuando se arranca sin carga el eje simplemente se dobla.

- Se inicia la operación del equipo oprimiendo el botón *on* del AG-B306 en el panel de control de la unidad D y una vez terminado el proceso se oprime el botón *off*.

Tanques de reactivos

Se tienen tres tanques como se muestra en la figura 3.7, marcados como tanques de xantato, sulfato de cobre, NaOH. Estos tanques tienen una capacidad de 30 litros cada uno.

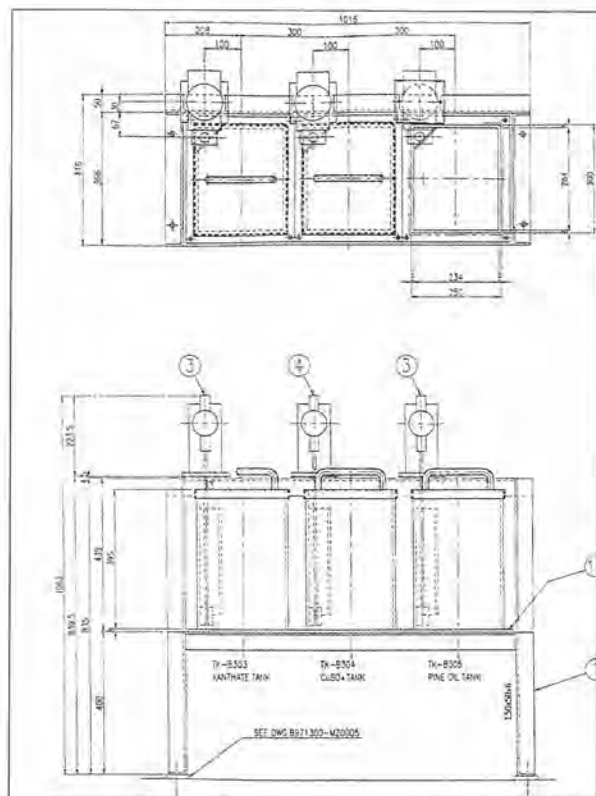


Figura 3.7. Tanque de reactivos.

Estos tanques cuentan con unas bombas dosificadoras como se muestra en la figura 3.8, que alimenta el reactivo al tanque acondicionador. Estas bombas operan mediante un mecanismo excéntrico que convierte la operación de rotación del motor en un movimiento recíprocante que acciona un diafragma, cuyos movimientos hacia atrás u hacia delante succionan y expulsan el líquido a bombear.

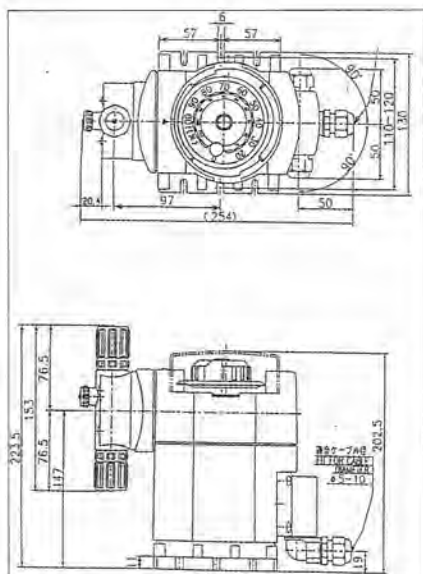


Figura 3.8. Bomba dosificadora.

Operación

- Al iniciar el proceso de flotación se verifica el nivel de los tanques de reactivos.
- La bomba opera en modo manual. Esta bombas inician su operación cuando se oprime el botón *run* del MP-B303/304/305 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- En modo automático. Cuando se ajusta a un rango de trabajo el electrodo controlador de PH, este se hace de manera automática la operación de la bomba se realiza según el programa establecido para la adición de NaOCl.
- Las bombas envían los reactivos al tanque acondicionador de flotación. Se debe estar revisando periódicamente el consumo de reactivo, para adicionar más al tanque cuando sea necesario.

Tanque de espumas TK-B311

Este tanque almacena las espumas provenientes de las celdas de flotación.

Operación

Al iniciar el proceso de flotación se verifica que el tanque se encuentre vacío.

Bomba del tanque de espumas PU-B311

Esta bomba como se muestra en la figura 3.9, envía las espumas de la flotación hasta los tanques de lixiviación.

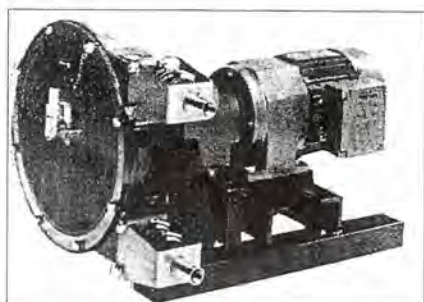


Figura 3.9. Bomba tanque de espumas.

Operación

- Se verifica el estado de las mangueras tanto de la succión como de la descarga que no se encuentren obstruidas.
- Se verifica que las mangueras tengan una línea directa y que tanto en la succión como en la descarga sus pendientes sean leves.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del PU-B311 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off* o se detiene automáticamente cuando el nivel en el tanque de las espumas alcanza su límite inferior. Cuando el nivel del tanque está por debajo de su límite mínimo, la bomba no opera.

Protocolo de operación de la unidad de concentración

En la figura 3.10 se muestra la secuencia de encendido y apagado de la unidad de concentración.

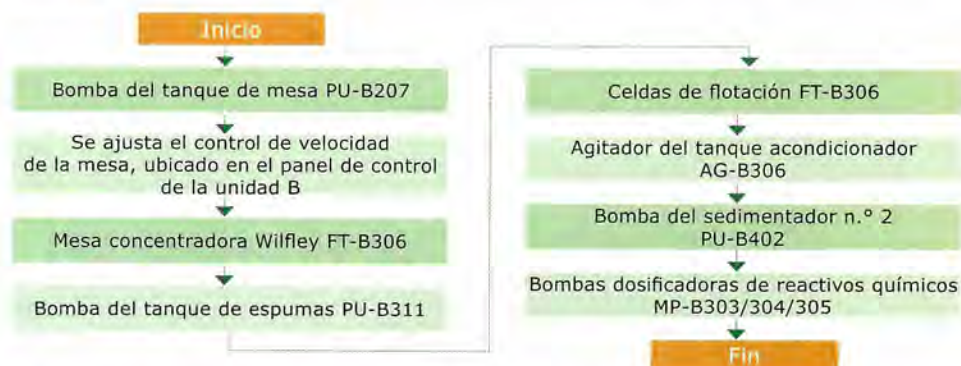


Figura 3.10. Secuencia de encendido de la unidad de concentración.

Antes de iniciar la secuencia de encendido de la unidad revise que haya suministro de energía en el panel de control, subiendo los interruptores

MCB en el panel. La lámpara que ilumina el interior del panel de control se debe encender.

La secuencia de apagado de la unidad se debe comenzar de lo último que se encendió hacia lo primero, teniendo presente las condiciones de operación de cada uno de los equipos como se mencionó antes.

Es importante tener en cuenta que antes de encender la unidad se deben tener los reactivos preparados y ubicados en cada uno de su recipiente correspondiente.

Diagrama de flujo para la unidad de concentración

En la figura 3.11, se presenta el diagrama de flujo para el proceso de flotación en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

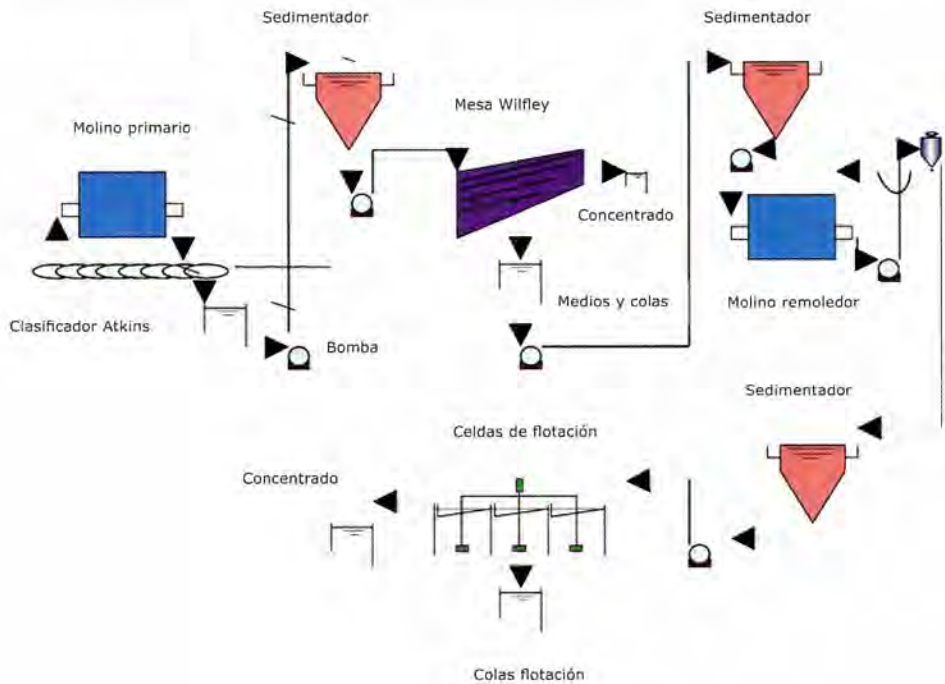


Figura 3.11. Diagrama de flujo de la unidad de concentración.

4

Operación de la unidad de sedimentación y espesamiento

Introducción

La unidad de sedimentación y espesamiento de la planta piloto de Ingeominas, Cali, está constituida por dos sedimentadores, un espesador y un tanque colector de agua clarificada. El primer sedimentador recibe el producto de molienda y alimenta la mesa Wilfley. El segundo sedimentador recibe el rechazo de la mesa y alimenta el molino secundario. El espesador recibe el concentrado de flotación u otro material acondicionado para ser cianurado. Todos ellos tributan agua clarificada al tanque colector (figura 4.1).

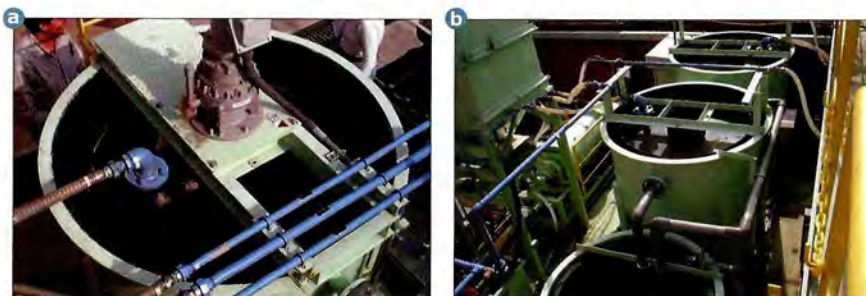


Figura 4.1. Zona de percolación de la planta piloto: **a.** Sedimentadores. **b.** Espesador.

La sedimentación se define como la decantación de partículas sólidas en suspensión en un líquido, que se presenta por asentamiento gravitacional. Tales operaciones pueden dividirse en espesamiento y sedimentación.

Aunque se rigen por principios semejantes, estos procesos difieren en algunos aspectos. El espesador opera con partículas más finas que el sedimentador y además difiere de este en que la decantación es promovida por un sistema rotativo.

En el caso de la planta piloto la unidad de sedimentación y espesamiento de Ingeominas, Cali, se tiene el propósito de controlar la densidad de la pulpa para

alimentar debidamente las operaciones subsiguientes (concentración, remolienda, cianuración).

Estas unidades tienen particular importancia en el manejo de pulpas residuales (relaves) de plantas de beneficio, en tanto que permite reutilizar el agua desechada y controlar la disposición final de los residuos sólidos (disposición en canchas de relaves).

En una operación de sedimentación hay que considerar variables de la pulpa tales como: peso específico de las especies minerales presente; tamaño de las partículas; relación sólido-líquido, pH; y variables propias de la operación tales como caudal a tratar; área del sedimentador; presencia de floclulantes.

La suspensión (pulpa) va entrando al sedimentador por su parte central al tiempo que va entregando agua clarificada rebosada por su periferia. Se asume en teoría que la partícula mientras recorre el trayecto de salida del centro a la periferia se va decantando en forma parabólica, de manera que al alcanzar el extremo del sedimentador se ha hundido haciendo que la porción de agua que le correspondía al entrar, salga sin ella. Al tener el sedimentador una forma cónica y el espesador una aspa colectora, las partículas van colectándose en el fondo, de donde se sustraen periódicamente.

En el diseño de un sedimentador la variable determinante es el área.

Esta define la capacidad de tratamiento del equipo y la eficiencia de sedimentación. Para conocer el área de sedimentación que se requiere puede realizarse una sencilla prueba de laboratorio a las condiciones a las que se trata la pulpa del caso.

Cálculo del área de sedimentación libre

La velocidad de precipitación se determina experimentalmente mediante un ensayo de sedimentación (figuras 4.2a, 4.2b, 4.2c y 4.3), en el cual se mide el avance de una zona de clarificación dentro de un cilindro graduado, donde previamente se ha vertido la pulpa. Simultaneamente se va formando una zona de compresión en el fondo, con la cual se define la altura del sedimentador.

Según la fórmula de Coe y Clevengers, se tiene que (Ingeominas, 1996):

$$F = \frac{A * v * S_{\%s}}{\rho_f * (S_{\%s} - S_{\%e})}$$

donde,

F = caudal de pulpa a alimentar (sólido + líquido) ($\text{m}^3/24$ horas).

A = área requerida para el espesador (m^2).

v = velocidad de sedimentación (metros/24 horas).

$S_{\%s}$ = pulpa a la salida del espesador (% de sólidos por peso).

ρ_f = peso específico de la pulpa.

$S\%e$ = pulpa a la entrada del espesador (% de sólidos por peso).

En la fórmula se despeja A y se puede calcular el área requerida por tonelada de mineral que entra al espesador.

La altura del espesador se calcula determinando la velocidad de conformación de la zona de compresión (velocidad de formación del volumen de la pulpa en la zona de compresión).

La altura del espesador se calcula relacionando el área, el volumen de la zona de compresión y el tiempo de retención del material en esta zona de compresión, teniendo en cuenta que esa altura deberá ser 2 y 3 veces la altura de la pulpa en la zona de compresión.

Procedimiento de la prueba de sedimentación

Equipo requerido

Cilindro graduado de 1000 cm³; agitador de pulpa: varilla de 5 mm de diámetro y 50 cm de largo, con un empaque plástico agujereado en la parte inferior y del diámetro del cilindro; cronómetro y una cinta de papel de 40 cm de largo, graduada al milímetro.

Procedimiento

- Se pega la cinta graduada de 40 cm al cilindro graduado de 1000 cm³, tal que el cm 40 quede en la parte inferior del cilindro y el '0' en la parte superior, se calcula el volumen total (puede estar entre 1200 cm³ y 1300 cm³). Se registra como volumen inicial de pulpa (figura 4.2a).
- Se preparan 1300 cm³ de la pulpa a la cual se desea medir la velocidad de sedimentación.
- Se agita la pulpa y se vierte en el cilindro graduado hasta el punto '0' centímetros (figura 4.2b).
- Se agita la pulpa con la varilla que contiene el empaque plástico (figura 4.2c).
- Se mide el avance de la zona de clarificación en la parte superior de la columna, a intervalos de tiempo. Al inicio de la prueba un intervalo de tiempo prudencial es de 2 a 5 minutos, dependiendo de la pulpa (figura 4.3).
- Se grafica el tiempo de sedimentación contra la altura de nivel de pulpa en mm (la altura del nivel de pulpa sería 400-altura agua clarificada).
- Con los datos de volumen inicial de pulpa y los datos obtenidos del gráfico se calcula el área unitaria del espesador requerido aplicando las fórmulas de Coe y Clevengers ya enunciadas.



Figura 4.2. a. Posición de la cinta graduada. b. Vertimiento de pulpa en cilindro graduado. c. Agitación de la pulpa.

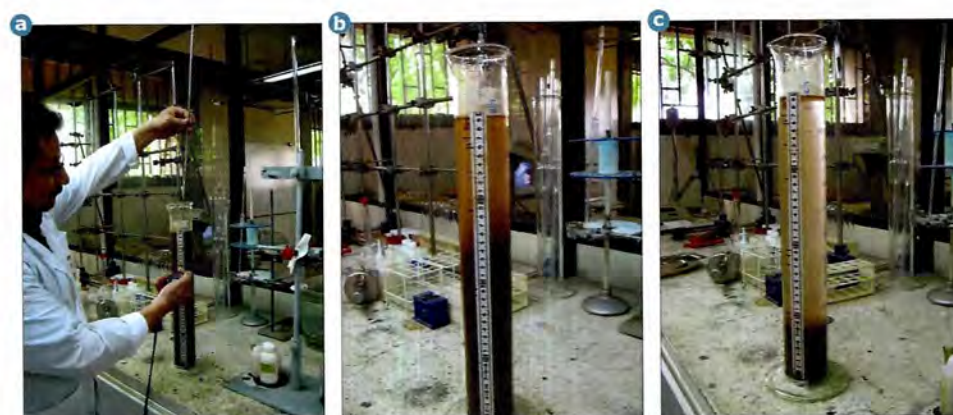


Figura 4.3. Avance de la zona de clarificación a diferentes tiempos.

Objetivos

General

Decantar la mayor cantidad de partículas posibles presentes en una pulpa de tal manera que separe el agua clarificada de los sólidos entregados en dicha pulpa y producir una pulpa de mayor proporción por peso de sólidos.

Específicos

- Aumentar la densidad de pulpa (concentración de sólidos) para etapas posteriores del proceso.
- Aprovechar el agua utilizada en las primeras operaciones de molienda y concentración.

Equipos

La unidad de sedimentación y espesamiento esta compuesta por los siguientes equipos:

- Sedimentador n.º 1: SL-B401.
- Bomba del sedimentador n.º 1: PU-B401.
- Sedimentador n.º 2: SL-B402.
- Bomba del sedimentador n.º 2: PU-B402.
- Espesador TH-B403.
- Unidad conductora del espesador RG-B403.
- Bomba del espesador PU-B403.
- Tanque colector de agua TK-B404.
- Bomba del tanque colector de agua PU-B404.

Los datos técnicos de los equipos se encuentran consignados en el manual de descripción general de los equipos. En la figura 4.4 se observa la unidad de sedimentación y espesamiento de la planta piloto indicando los equipos que la componen.

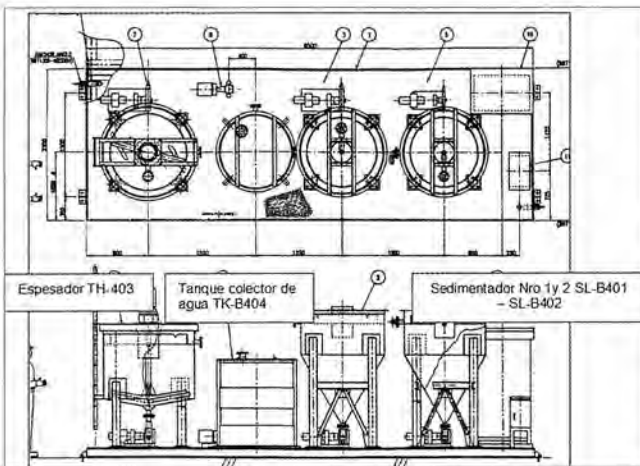


Figura 4.4. Planos en planta y lateral de la unidad de sedimentación y espesamiento.

Operación de la unidad de sedimentación y espesamiento

Sedimentador n.º 1: SL-B401

Este equipo como se indica en las figuras 4.5a y 4.5b, sedimenta y separa el material molido en la molienda primaria enviando el líquido sobrenadante al tanque colector de agua TK-B404. El material decantado alimenta la mesa de concentración.

Este equipo tiene una capacidad de 1000 litros. Consta de una sección cilíndrica en la parte superior y una sección cónica en la parte inferior por donde se descarga la pulpa.

Operación

- Se verifica que la válvula de salida ubicada en la parte inferior del tanque esté cerrada, para dar inicio al llenado del tanque.
- Se verifica que el tanque no contenga más del 40% de su capacidad de llenado de sólidos.
- Se verifica la densidad de la pulpa de salida del tanque.
- Para evacuar la pulpa del tanque sedimentador, se abre la válvula del tanque y se enciende la bomba PU-B401 verificando su destino (molino de bolas n.º 1: ML-B203).

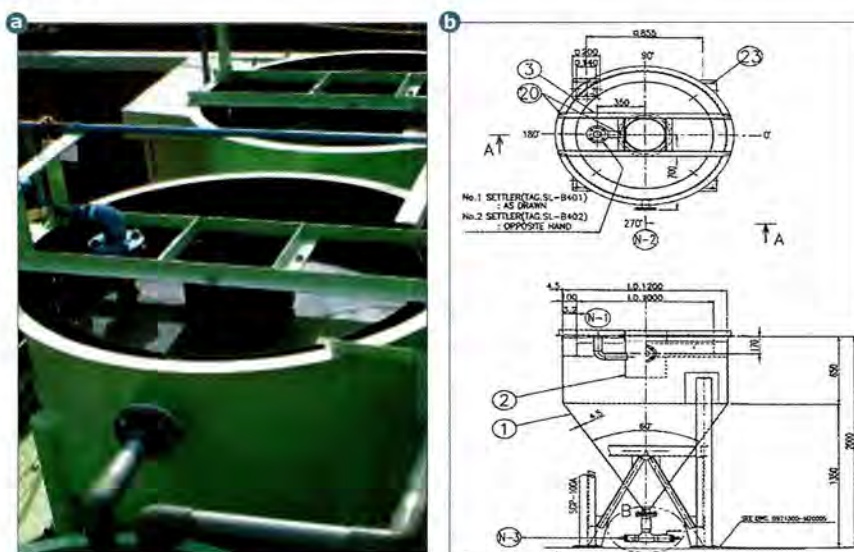


Figura 4.5. a. Sedimentadores 1 y 2. b. Plano lateral y en planta de los sedimentadores.

Bomba del sedimentador n.º 1: PU-B401

Esta bomba indicada en la figura 4.6 envía la pulpa separada a la mesa de concentración Wilfley.

Operación

- Se verifica el estado de las mangueras tanto de la succión como de la descarga que no se encuentren obstruidas.
- Se verifica que las mangueras tengan una línea directa y que tanto en la succión como en la descarga sus pendientes sean leves.
- Se verifica el destino de la manguera de salida.
- Para el inicio de la bomba se inyecta inicialmente solo agua y se abre la válvula del tanque localizada en la parte inferior del tanque, después se retira la inyección de agua.

- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del PU-B401 en el panel de control de la unidad C y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- Se establece el caudal manipulando el control de velocidad de trabajo de la bomba.
- Cuando finalice la operación se debe asegurar que no quede material en las mangueras, para evitar taponamientos.

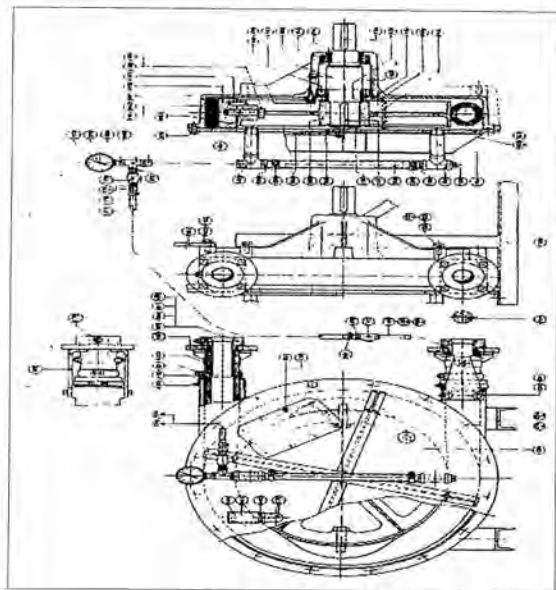


Figura 4.6. Plano de la bomba de los tanques sedimentadores.

Sedimentador n.º 2: SL-B402

Este equipo sedimenta y separa los sólidos provenientes del rechazo de la mesa de concentración. Es semejante al sedimentador ya descrito.

Operación

- Se verifica que la válvula de salida del tanque esté cerrada, para dar inicio al llenado del tanque.
- Se verifica que el tanque no contenga más del 40% de su capacidad de llenado de sólidos.
- Se verifica la densidad de la pulpa de salida del tanque.
- Para evacuar la pulpa del tanque sedimentador, se abre la válvula del tanque y se enciende la bomba PU-B401 verificando su destino.

Bomba del sedimentador n.º 2: PU-B402

Esta bomba envía la pulpa separada al molino de bolas n.º 2: ML-B307 (figura 4.7).



Figura 4.7. Bomba PUB-402.

Operación

- Se verifica que las mangueras tanto de la succión como de la descarga no se encuentren obstruidas.
- Se verifica que las mangueras tengan una línea directa y que tanto en la succión como en la descarga sus pendientes sean leves.
- Se verifica el destino de la manguera de salida.
- Para el inicio de la bomba se inyecta inicialmente solo agua y se abre la válvula del tanque localizada en la parte inferior del tanque, después se retira la inyección de agua.
- Se verifica el destino de la manguera de salida.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del PU-B402 en el panel de control de la Unidad C y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Espesador TH-B403

Este equipo sedimenta y separa mecánicamente los tamaños finos destinados a ser cianurados.

Este tanque es cilíndrico. La base del tanque es un cono de poca profundidad que sirve para facilitar la extracción de los lodos en su ápice.

El agua que sale por rebose es conducida al tanque colector de agua TKB404.

Operación

- Se verifica que en el tanque no se encuentren objetos extraños (piezas metálicas o pedazos de madera).
- Se verifica el estado de la manguera y de la válvula que se encuentra localizada en la parte inferior del tanque.

Unidad colectora del espesador RG-B403

Esta unidad recolecta mecánicamente la pulpa sedimentada en el espesador y la conduce hacia el centro de este.

Funcionamiento

Este equipo consta de un rastrillo cuyo objetivo es dirigir el lodo hacia la descarga central. Este movimiento también tiene como propósito la ruptura de los flóculos, dando lugar a una mayor densidad de pulpa.

Operación

- Esta unidad se enciende una vez se inicie la alimentación al tanque espesador.
- La unidad inicia su operación cuando se oprime el botón *on* del RG-B403 en el panel de control de la unidad C y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Bomba del espesador PU-B403

Esta bomba envía la pulpa sedimentada en el espesador a los tanques de lixiviación TK-B309.

Operación

- Se verifica el estado de las mangueras tanto de la succión como de la descarga que no se encuentren obstruidas.
- Se verifica que las mangueras tengan una línea directa y que tanto en la succión como en la descarga sus pendientes sean leves.
- Para el inicio de la bomba se inyecta inicialmente solo agua y se abre la válvula del tanque localizada en la parte inferior del tanque, después se retira la inyección de agua.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del PU-B403 en el panel de control de la unidad C y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Tanque colector de agua TK-B404

Este tanque almacena el agua proveniente de los tanques sedimentadores 1, 2 y del espesador. Este tanque cuenta con un sensor el cual emite una alarma en el momento en que se encuentre lleno.

Bomba PU-B404 del tanque colector de agua

Esta bomba indicada en la figura 4.8, envía el agua almacenada en el tanque TK-B404 al molino de bolas n.º 1 ML-B203, al tanque acondicionador de flotación TK-B302 o a los tanques de lixiviación TK-B309.

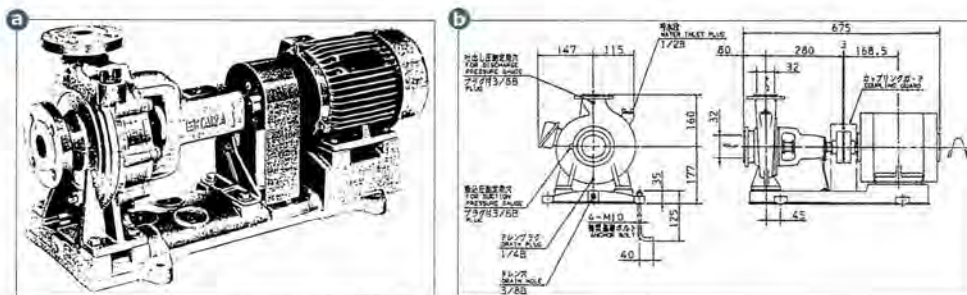


Figura 4.8. a. Bomba PU-B404. b. Plano de la bomba del tanque colector de agua.

Funcionamiento

Esta es una bomba en acero que sirve para succionar agua fresca. Su principio de funcionamiento consiste en la succión realizada por un impeler que es movido por un motor eléctrico. Cuando el impeler gira, succiona el líquido a bombear y el diseño de los alabes hacen que el líquido salga a 90° con respecto a la dirección de entrada.

Operación

- La bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *start* de la PUB404 del panel de control de la unidad C y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Cuando esta bomba opera se deben manipular las válvulas adjuntas para controlar el caudal de la solución a sus siete destinos.
- Cuando el tanque se encuentra lleno, el sensor emite un sonido de alarma el cual se apaga desde el panel de control de la unidad C y cuando el nivel es bajo la bomba se apaga automáticamente emitiendo una señal de alarma que igualmente se apaga desde el panel de control de esta misma unidad.

Protocolo de operación de la unidad de sedimentación 1 y 2

Antes de iniciar la secuencia de encendido de la unidad de sedimentación y espesamiento, se revisa que haya suministro de energía en el panel de control de la unidad C (C-CPL), subiendo los interruptores MCB en el panel. La lámpara que ilumina el interior del panel de control se debe encender.

La operación de los equipos de esta unidad depende del tipo de prueba que se vaya a desarrollar, entonces de acuerdo a esto se establece la secuencia de encendido de las bombas para su operación (figura 4.9).

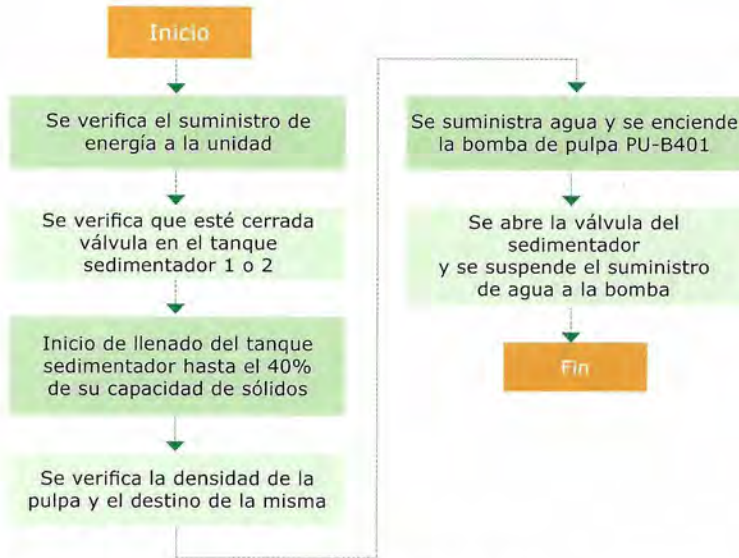


Figura 4.9. Protocolo de operación de la unidad de sedimentación.

Protocolo de operación de la unidad de espesamiento

En la figura 4.10 se muestran los pasos para operar la unidad de espesamiento de la planta piloto de Ingeominas, Cali.

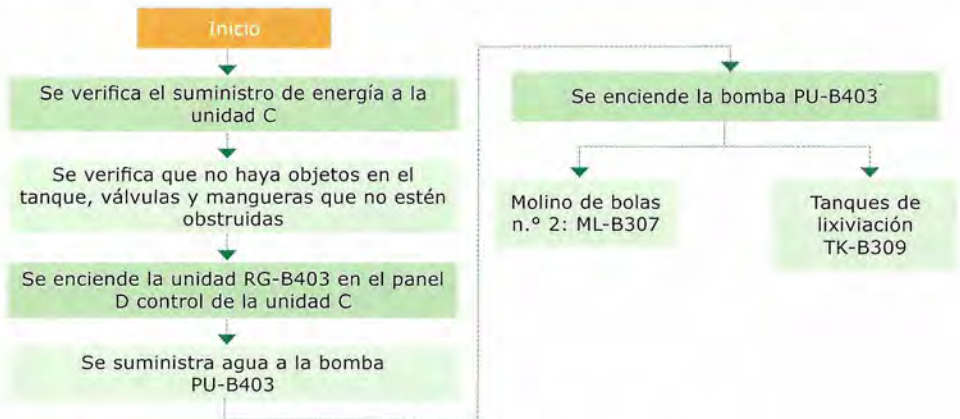


Figura 4.10. Protocolo de operación de la unidad de espesamiento.

Diagrama de flujo para la unidad de sedimentación y espesamiento

En la figura 4.11 se presenta el diagrama de flujo para la unidad de sedimentación y espesamiento en la planta piloto para el procesamiento de minerales.

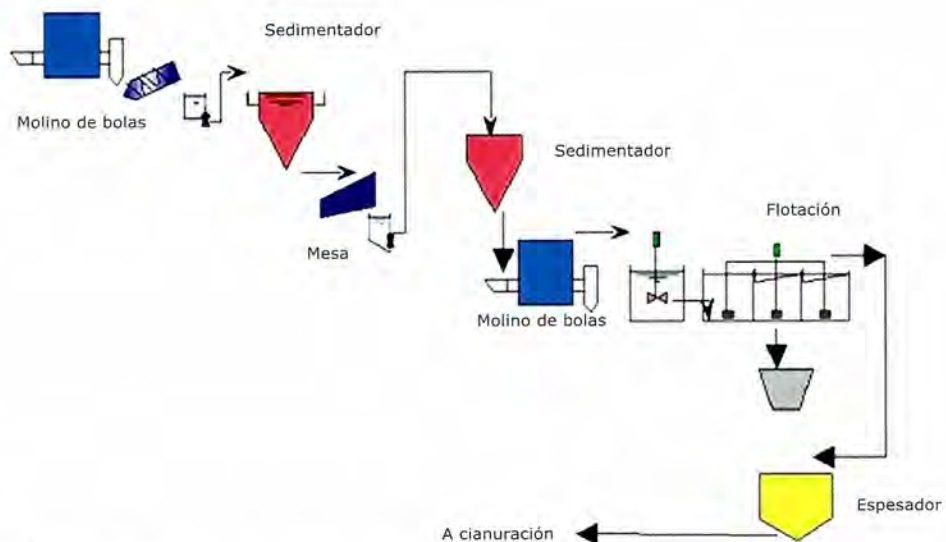


Figura 4.11. Distribución de la unidad de sedimentación y espesamiento.

Introducción

En general la lixiviación se define como la disolución selectiva de uno o varios componentes de una mezcla sólida en un líquido. En un proceso de lixiviación de oro de un agregado mineral se requiere de un agente acomplejante y de un agente oxidante.

El cianuro ha sido tradicionalmente el agente lixivante en la industria hidrometalúrgica del oro desde 1887 cuando MacArthur y Forrest la pusieron en práctica (Marsden, 1992). En el proceso de cianuración se busca la disolución del oro en una solución acuosa utilizando cianuro y oxígeno proveniente del aire (como agente oxidante), trabajando a un pH básico (10,5–11,5) y un potencial de óxido-reducción en un rango aproximado de -400 a $+250$ milivoltios (Londoño, 2002), el ión cianuro acompleja tanto al oro como a otros metales que puedan estar presentes tales como plata, cobre, zinc, antimonio, quedando disueltos en la solución acuosa.

Objetivos

General

Realizar pruebas de cianuración convencional y no convencional (CIL carbón activado en lixiviación) para presentarlas a nivel productivo.

Específicos

- Determinar los índices metalúrgicos propios del proceso tales como recuperación de oro, consumo de reactivos, tiempos de cianuración, etc.
- Comprobar y ajustar los tiempos de residencia para los diferentes minerales estudiados en la planta de prueba.
- Comprobar las técnicas de control ambiental, de efectos inhibitorios y optimización del proceso.
- Generar información para el cálculo de costos del proceso de cianuración para minerales particulares.

Equipos

El proceso de cianuración se controla con la unidad de proceso D, de las seis unidades que controlan la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

La unidad de cianuración está compuesta por los siguientes equipos:

- Tanques de lixiviación: TK-309A/B/C.
- Soplador (Blower) BL-B309.
- Tolva de carbón activado: HP-B309.
- Alimentador del carbón activado: VC-B309.
- Tanque de NaCN: TK-B313.
- Tanque de NaOH: TK-B312.
- Bomba del tanque de NaOH: MP-B312.
- Tanque de pulpa lixiviada: TK-B310.
- Bomba del tanque de pulpa lixiviada: PU-B310.
- Compresor.

Insumos

El proceso de cianuración requiere de los siguientes insumos: energía eléctrica, agua, cianuro de sodio comercial, hidróxido de sodio comercial, cal apagada y carbón activado para recuperación de oro a partir de soluciones aurocianuradas.

Operación de los equipos

Tanques de lixiviación TK-309A/B/C

La planta de prueba cuenta con tres tanques de lixiviación tipo Pachuca, es decir, que son tanques de fondo cónico y que poseen un anillo interno distribuidor de aire en el fondo, el cual permite el suministro de oxígeno al proceso y a la vez mantiene en agitación la pulpa procesada (figura 5.1).

Cuando la pulpa cumple las condiciones de densidad establecidas se alimenta a los tanques de cianuración (porcentaje de sólidos según diseño de la planta=40%), hasta que se llene a su nivel máximo. Cuando se inicia el llenado de los tanques también se da inicio a la operación del compresor y del soplador para mantener agitada la pulpa y evitar así la sedimentación del mineral. Los tres tanques de cianuración se comunican por un sistema de rebose, mediante tuberías de acero, en su parte superior, de tal manera que cuando se llena el tanque TK-B309A, empieza a llenar al tanque TK-B309B y cuando éste se ha llenado, empieza alimentar pulpa al tanque

TK-B309C. Una vez llenos los tanques de cianuración, se realiza la medición del pH de la pulpa y si es necesario se ajusta manualmente a un valor de 10,5-11,0. El

proceso de lixiviación da inicio cuando se agrega el cianuro en la concentración establecida (depende del tipo de mineral a cianurar).

Luego de un tiempo de residencia, determinado a partir de ensayos de laboratorio, la pulpa lixiviada es enviada al tanque de pulpa lixiviada TKB310, desde el tanque de lixiviación TK-B309C mediante el sistema de vasos comunicantes ubicado en la parte superior de este tanque.

Operación

La versatilidad de operación de la planta de prueba permite alimentar la pulpa a los tanques de cianuración desde diversos puntos del proceso, pero generalmente la pulpa es alimentada desde el espesador TH-B403, en donde se ajusta la densidad de pulpa a los valores que se requieren para el proceso de cianuración. La planta puede operar con uno, dos o los tres tanques de lixiviación, para ello:

- Se verifica que las válvulas del fondo cónico de los tanques de lixiviación estén cerradas.
- Si la pulpa a procesar cumple con el valor de densidad definido para la prueba se inicia el llenado del(los) tanque(s) que se va(n) a operar. Para esto se inicia la operación de la bomba del espesador.
- Se deja cianurar la pulpa durante el tiempo de lixiviación definido para la prueba.
- Se toman las muestras necesarias para el seguimiento del proceso de cianuración.
- Luego de finalizar una prueba en la planta de prueba, los tanques de lixiviación TK-B309 deben ser vaciados y esta pulpa se envía al tanque de pulpa TK-B310.
- Cuando se para la planta por largo tiempo, se desocupan los tanques y se llenan de agua nuevamente para defenderlos de la oxidación.



Figura 5.1. Tanques de cianuración tipo Pachuca: **a.** Parte superior. **b.** Parte inferior.

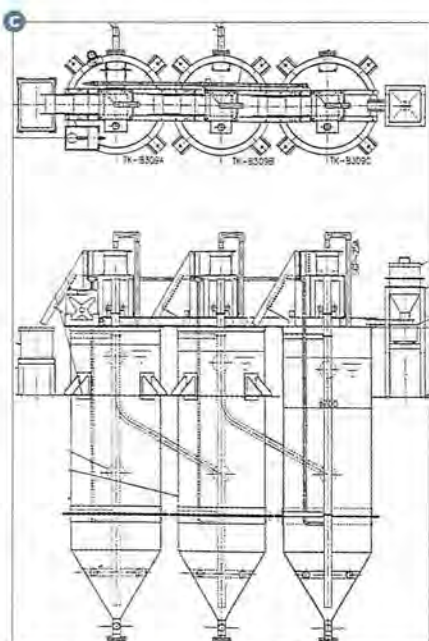


Figura 5.1. c. Planos de los tanques.

Soplador (Blower) BL-B309

Este equipo burbujea aire dentro de los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C a través de la tubería central que poseen estos tanques, de tal manera que se produce un efecto de bombeo que hace circular la pulpa desde el fondo cónico hasta la parte superior del tanque. Luego que la pulpa llega a la parte superior se puede proceder de dos formas según la operación que se esté realizando: que la pulpa regrese al mismo tanque (por ejemplo cuando solo se esta operando uno de los tanques) o que pase al siguiente tanque (cuando se esta operando en continuo todo el sistema de cianuración-tres tanques).

Este equipo consta básicamente del soplador (impellers y carcaza, figura 5.2), del motor y de equipos accesorios. Este equipo toma aire del ambiente, a presión atmosférica, y lo comprime mediante dos impellers helicoidales rotatorios de tres lóbulos. Estos impellers son accionados por el motor mediante poleas.



Figura 5.2. Soplador: BL-309.

Operación

- La operación del soplador se inicia simultáneamente al momento en que se empiezan a alimentar los tanques de cianuración.
- El soplador inicia su operación oprimiendo el botón *run* del BL-B309 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se ajustan las válvulas de entrada de aire desde el soplador BL-B309 a cada uno de los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C, de tal manera que la pulpa ascienda desde el fondo hasta la parte superior del tanque.

Tolva de carbón activado HP-B309

Esta tolva almacena el carbón activado para utilizar en el proceso CIL. Cuando se opera en continuo con los tres tanques de cianuración, el carbón activado se suministra primero al tanque de lixiviación TK-B309C, luego utilizando el soplador BL-B309 se bombea al tanque TK-B309B y posteriormente al tanque TK-B309A. De esta manera se establece el flujo en contracorriente de la pulpa con el carbón activado necesario para el proceso CIL.

Operación

- El carbón activado se alimenta de manera manual a la tolva.
- La tolva opera cuando se hace funcionar el alimentador vibratorio ubicado debajo de la tolva. Así el carbón activado sale por su parte inferior y pasa al alimentador, que lo alimenta al tanque TK-B309C.

Alimentador del carbón activado VC-B309

Este equipo (figura 5.3) alimenta el carbón almacenado en la tolva de carbón activado al tanque de lixiviación a una velocidad constante.

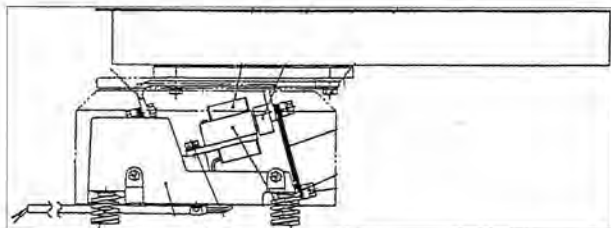


Figura 5.3. Plano de alimentador vibratorio de carbón activado.

Este alimentador vibratorio electromagnético consta básicamente de un canal por donde se conduce el carbón activado, un sistema vibrador y cuatro resortes para transmitir la vibración al canal alimentador.

La vibración del alimentador se genera al hacer entrar en resonancia dos masas ubicadas en el interior del alimentador vibratorio. Esta vibración es transmitida al canal alimentador mediante cuatro resortes sobre los cuales está soportado el alimentador. La cantidad de carbón alimentado se puede variar aumentando o disminuyendo la vibración del alimentador mediante un controlador de vibraciones, que básicamente es un circuito con un reóstato.

Operación

- El alimentador de carbón activado VC-B309 se opera para suministrar el carbón activado al tanque TK-B309C cuando se está operando el proceso CIL (carbón in leaching).
- Se verifica que el tanque de lixiviación TK-B309C esté lleno con la pulpa de mineral.
- Se enciende el alimentador de carbón activado VC-B309.
- Este alimentador se opera cambiando a *on* el interruptor de control que está en la parte lateral del alimentador y se detiene cambiándolo a *off*.
- La velocidad de alimentación se ajusta según el volumen deseado de carbón activado.
- Se suministra el carbón activado que sea necesario para las condiciones determinadas de la prueba.

Tanque de NaCN: TK-B313

Este tanque almacena el NaCN. La cantidad de cianuro de sodio que se agrega al tanque de lixiviación se ajusta abriendo su válvula. En la figura 5.4 se muestra el tanque de cianuro de sodio TK-B313.

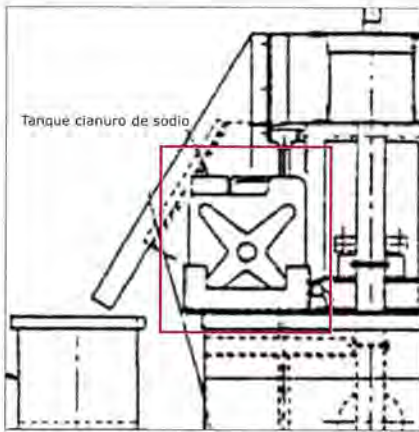


Figura 5.4. Tanque de cianuro de sodio TK-B313.

Operación

- El cianuro de sodio se prepara en el laboratorio según la concentración que se utilizará en la prueba y se almacena en el tanque de NaCN.
- El caudal de alimento de la solución de cianuro de sodio se ajusta con la válvula del tanque según las condiciones que se vayan a utilizar en la prueba.
- Se debe estar pendiente del momento en que el tanque se vacía para llenarlo nuevamente.

Tanque de NaOH TK-B312

Este tanque almacena el NaOH para ajustar el pH de la pulpa de mineral en los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C.

Operación

- La solución de NaOH o la lechada de cal, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, se prepara en el laboratorio y se lleva al tanque de NaOH o se puede preparar directamente en el tanque.
- Debido a que los tanques de cianuración no poseen sensores de pH, el ajuste de esta variable se realiza de manera manual, es decir se debe utilizar un pHmetro portátil y adicionar la solución básica que se requiera para ajustar el valor entre 10,5-11,0.
- La adición de la solución básica a los tanques de cianuración se realiza mediante una bomba de diafragma. El caudal enviado con esta bomba se puede ajustar variando la rotación del motor de estas bombas.

Bomba del tanque de NaOH MP-B312

Esta bomba envía el NaOH al tanque de lixiviación. En la figura 5.5 se muestra un esquema de la bomba del tanque de NaOH.

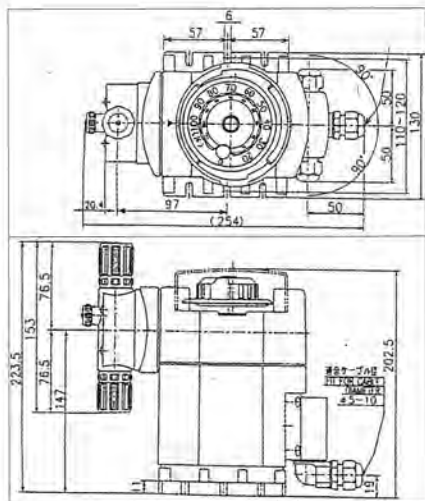


Figura 5.5. Bomba del tanque de NaOH.

La bomba MP-B312 opera mediante un mecanismo excéntrico que convierte la operación de rotación del motor en un movimiento reciprocante que acciona un diafragma, cuyos movimientos hacia atrás y hacia delante succionan y expulsan el líquido a bombear. Esta bomba es utilizada para ajustar el pH de la pulpa de mineral entre 10,5 y 11,0 dentro de los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C.

Operación

- Se verifica que los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C estén llenos con la pulpa de mineral.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *run* del MP-B312 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se ajusta el flujo de NaOH. El caudal de suministro de NaOH se controla mediante una perilla de ajuste que reduce o aumenta el movimiento del diafragma.

Compresor

La planta de prueba para el procesamiento de minerales cuenta con dos sistemas de suministro de aire:

- Un compresor para suministro de oxígeno a través del anillo distribuidor de aire, que a su vez sirve como sistema de agitación.
- Un soplador (blower) para suministrar aire hasta el fondo de los tanques Pachuca, que también sirve como sistema de agitación.

Descripción

El compresor fue acondicionado para suministrar aire por el anillo distribuidor para el proceso. La información que se presenta a continuación es la correspondiente al compresor.

Este compresor suministra aire para el aporte de oxígeno en el proceso de cianuración a través de un anillo distribuidor de aire ubicado en el fondo de los tanques de lixiviación. De la misma manera genera la agitación de la pulpa dentro de los tanques. En la figura 5.6 se muestra una imagen del compresor utilizado en la planta de prueba.



Figura 5.6. Compresor.

Operación

- El compresor se enciende cuando el nivel de pulpa esté por encima del anillo distribuidor de aire durante la operación de llenado de los tanques de lixiviación.
- El compresor inicia su operación oprimiendo el botón *run* del compresor en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se ajustan las válvulas de entrada del circuito de aire proveniente desde el compresor, ubicadas en la parte superior de los tanques de cianuración, de tal manera que la agitación sea similar en los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C.

Tanques de pulpa lixiviada TK-B310A/B/C

En este tanque se almacena y se mantiene en agitación la pulpa lixiviada procedente de los tanques de cianuración TK.B309A/B/C (figura 5.7).

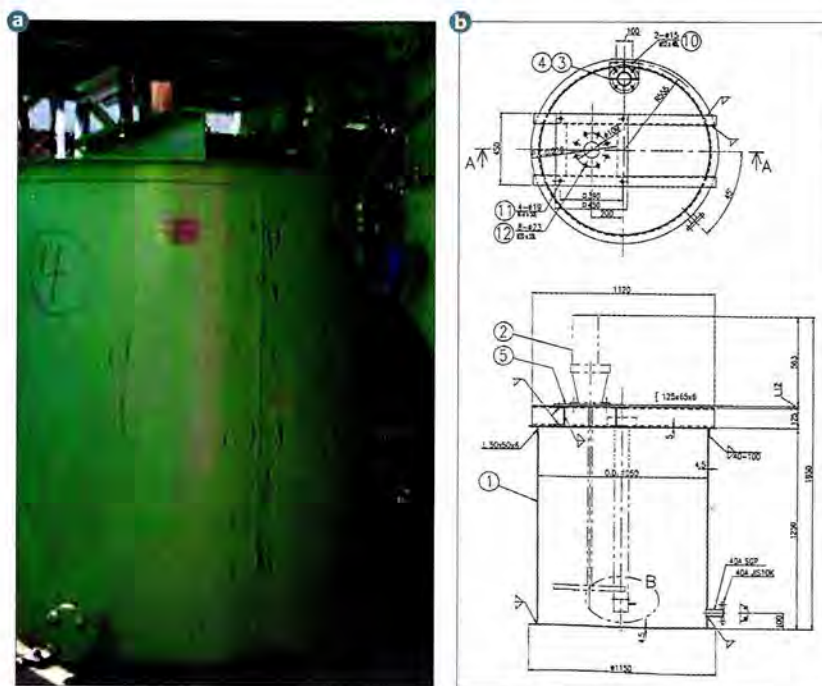


Figura 5.7. a. Tanques de pulpa lixiviada. b. Plano del tanque.

Operación

- El tanque de pulpa lixiviada se empieza a llenar cuando el tanque de lixiviación, TK-B309C, se ha llenado y empieza a dejar pasar pulpa por un sistema de rebose ubicado en la parte superior (cuando se utilizan los tres tanques de lixiviación), que utiliza una manguera para conducir la pulpa por gravedad hasta el tanque de pulpa lixiviada TK-B310.
- El agitador del tanque de pulpa lixiviada, AG-B310, no opera hasta que la pulpa lixiviada alcanza el nivel de los sensores de nivel. Es necesario estar pendiente de este momento para dar inicio a la operación del agitador oprimiendo el botón *start* del AG-B310 en el panel de control de la unidad D.
- El tanque de pulpa lixiviada se vacía operando la bomba de este tanque, que envía la pulpa hacia el filtroprensa 1.

Agitador del tanque de pulpa lixiviada AG-B310

Este equipo agita el contenido del tanque de pulpa lixiviada. Está formado por las aspas, el eje del agitador y el motor que hace rotar el sistema.

Operación

- El agitador inicia su operación oprimiendo el botón *start* del AG-B310 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*.
- El agitador no opera cuando el nivel del tanque está por debajo del nivel mínimo para que moje el sensor de nivel.

Bomba del tanque de pulpa lixiviada: PU-B310

Esta bomba (figura 5.8) envía la pulpa lixiviada al filtroprensa 1, FP-C501.



Figura 5.8. Bomba del tanque de pulpa lixiviada.

Operación

- Se verifica que la válvula de salida del tanque de pulpa esté abierta y que el filtroprensa 1 se encuentra disponible para recibir la pulpa lixiviada.
- La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *start* de la PU-B310 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Operación de la unidad de cianuración

Llenado de los tanques de lixiviación

Para dar inicio al llenado de los tanques de cianuración, TK-309A/B/C se requieren dos condiciones de la pulpa de alimentación:

- Porcentaje de sólidos adecuado para el proceso de cianuración, el cual es de 40%.
- Tamaño de partícula adecuado que permita la exposición del oro metálico al efecto lixivador del cianuro. Este tamaño de partícula se determina por los ensayos mineralógicos realizados al mineral de cabeza procesado.

Generalmente la pulpa de mineral que alimenta a cianuración proviene del espesador TH-B403, en donde se ajusta la densidad de pulpa a un valor óptimo para el proceso. El tamaño de partícula adecuado para el proceso ya se alcanzó en los procesos anteriores de conminución y de clasificación.

El llenado de los tanques de lixiviación TK-309A/B/C se realiza así:

- Se hace operar la bomba del espesador TH-B403, oprimiendo el interruptor *on* de PU-B403 en el panel de control de la unidad C y se detiene oprimiendo el botón *off*. Para operar esta bomba debe tener en cuenta que estén abiertas la válvula de salida del espesador TH-B403 y la válvula que va al tanque de cianuración TK-309A.
- Se verifica el correcto funcionamiento de la bomba observando que haya entrada de pulpa al tanque de cianuración. Mientras el espesador se encuentre con pulpa en su interior, se debe tener precaución en mantener siempre operando el agitador, para evitar la sedimentación del mineral y prevenir que las aspas del agitador queden frenadas al momento de su operación.
- Durante los primeros 5 minutos de operación de la bomba del tanque espesador PU-B403, se debe hacer seguimiento al funcionamiento de ésta, específicamente se debe estar pendiente que la pulpa de mineral esté siendo enviada al tanque de cianuración TK-309A, ya que en algunas ocasiones se puede presentar tapo-namiento de la bomba debido a los elevados valores de densidad de pulpa que inicialmente son enviados al tanque de cianuración TK-309A.
- Se registra la hora en que el tanque de cianuración TK-309A comienza a llenarse y se toma lectura de la densidad de pulpa inicial a la entrada del tanque de cianuración.

Suministro de aire a los tanques de cianuración TK-309A/B/C

Cuando la pulpa empiece a ingresar al tanque de cianuración de inicio a la operación del soplador. Se enciende este equipo (Burbujeador (Blower) BLB309) oprimiendo el interruptor *on* de BL-B309 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Cuando el nivel del tanque alcance el anillo distribuidor de aire de inicio a la operación del compresor. Se enciende el equipo oprimiendo el interruptor *on* del compresor en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*. Se revisa que se esté produciendo agitación vigorosa dentro de los tanques de cianuración TK-309A/B/C.

Control del proceso de cianuración

Determinación de la densidad de pulpa

Se debe realizar seguimiento a la densidad de pulpa a la entrada de los tanques de cianuración TK-B309A para garantizar su llenado con pulpa de densidad adecuada para el proceso de cianuración.

Ajuste de pH

- Se realiza la medición de pH a muestras de pulpa de mineral con el objetivo de mantener este valor de pH entre 10,5 y 11,0, mediante la adición de solución de NaCN, desde el tanque de cianuro.
- Se utiliza un agente de tipo básico (cal apagada) para ajustar la pulpa a este valor de pH. Por ningún motivo se utiliza un agente de tipo ácido para tratar de bajar el pH en caso tal que haya quedado en un valor mayor que 11.

Adición y ajuste de la concentración NaCN

La concentración de cianuro utilizada en el proceso de cianuración generalmente, es de 1 g/L, pero esta concentración depende del tipo de mineral a tratar. Las menas refractarias que contienen minerales consumidores de cianuro (cianicidas) requieren un control más estricto de la concentración de cianuro.

Tiempo de operación para el proceso de cianuración

La pulpa permanece en lixiviación durante el tiempo establecido en los ensayos de cianuración realizados en laboratorio con el mineral en estudio.

Vaciado de los tanques de lixiviación TK-B309A/B/C

El vaciado de los tanques de cianuración TK-B309, se realiza a través de la válvula ubicada en la parte inferior de cada tanque mediante vaciado libre. Debido a la zona muerta que presentan los tanques de lixiviación, en su parte inferior (bajo el anillo distribuidor de aire), se produce la sedimentación de una parte del mineral que se está lixivando, lo que ocasiona que al momento de abrir la válvula no haya salida de pulpa. Esta situación se soluciona suministrando agua en contracorriente por la válvula ubicada en la parte inferior de los tanques de lixiviación. Inicialmente el mineral sedimentado opone una resistencia a la entrada del agua, sin embargo el suministro de agua se sostiene hasta que se observe que el agua está ingresando al tanque de lixiviación. Inmediatamente suspenda el suministro de agua y durante 30 s reciba la pulpa en un recipiente. En este momento la pulpa se puede enviar al tanque de pulpa lixiviada.

En la planta de prueba existe un inconveniente de diseño para que la pulpa pase directamente al tanque de pulpa lixiviada (para el proceso de vaciado de los tanques de lixiviación), debido a que el nivel inferior de los tanques Pachuca comparado con el nivel de entrada al tanque de pulpa lixiviada no es el adecuado para que se descarguen por gravedad. Debido a esto se debe enviar la pulpa a un recipiente y de ahí debe ser bombeada hasta el tanque de pulpa lixiviada. Una de las posibilidades para realizar esta operación es la de conectar una manguera hasta el tanque de la mesa TK-B207 y desde allí bombearla mediante la bomba del tanque de la mesa, PU-B207.

Bomba del tanque de la mesa TK-B207

Operación

- Se enciende este equipo oprimiendo el interruptor *on* de PU-B207 en el panel de control de la unidad D y se detiene oprimiendo el botón *off*. Para esta operación de vaciado de los tanques TK-B309 es más conveniente operar esta bomba colocando el interruptor en *aut* (automático).
- Se operan adecuadamente las válvulas y se conecta una manguera hasta el tanque de pulpa TK-B310 de manera que la bomba del tanque de la mesa PU-B207 envíe la pulpa lixiviada al tanque de pulpa TK-B310.
- Se realiza esta operación hasta que los tanques de lixiviación TK-B309 estén vacíos. Generalmente una cantidad de mineral queda sedimentada en la parte baja de los tanques Pachuca, se utiliza la mínima cantidad de agua para desalojar completamente este material mediante el mismo proceso explicado anteriormente.
- Durante la operación se está pendiente de las mangueras de conducción de pulpa ya que la presión de la pulpa puede hacer que las mangueras se salgan de los tanques y se produzcan derrames de solución con cianuro.
- Al terminar la operación de vaciado de los tanques de cianuración se apaga la bomba o corte el paso de pulpa mediante la válvula de la bomba del tanque de la mesa ya que se puede presentar un efecto sifón que hace que se regrese la pulpa.

Diagramas de flujo para el proceso

En la figura 5.9 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de cianuración en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

Diagramas de flujo según el diseño de la planta de prueba

En la figura 5.10 se presenta el diagrama con los balances de masa, según el diseño de la planta de prueba para el proceso de cianuración.

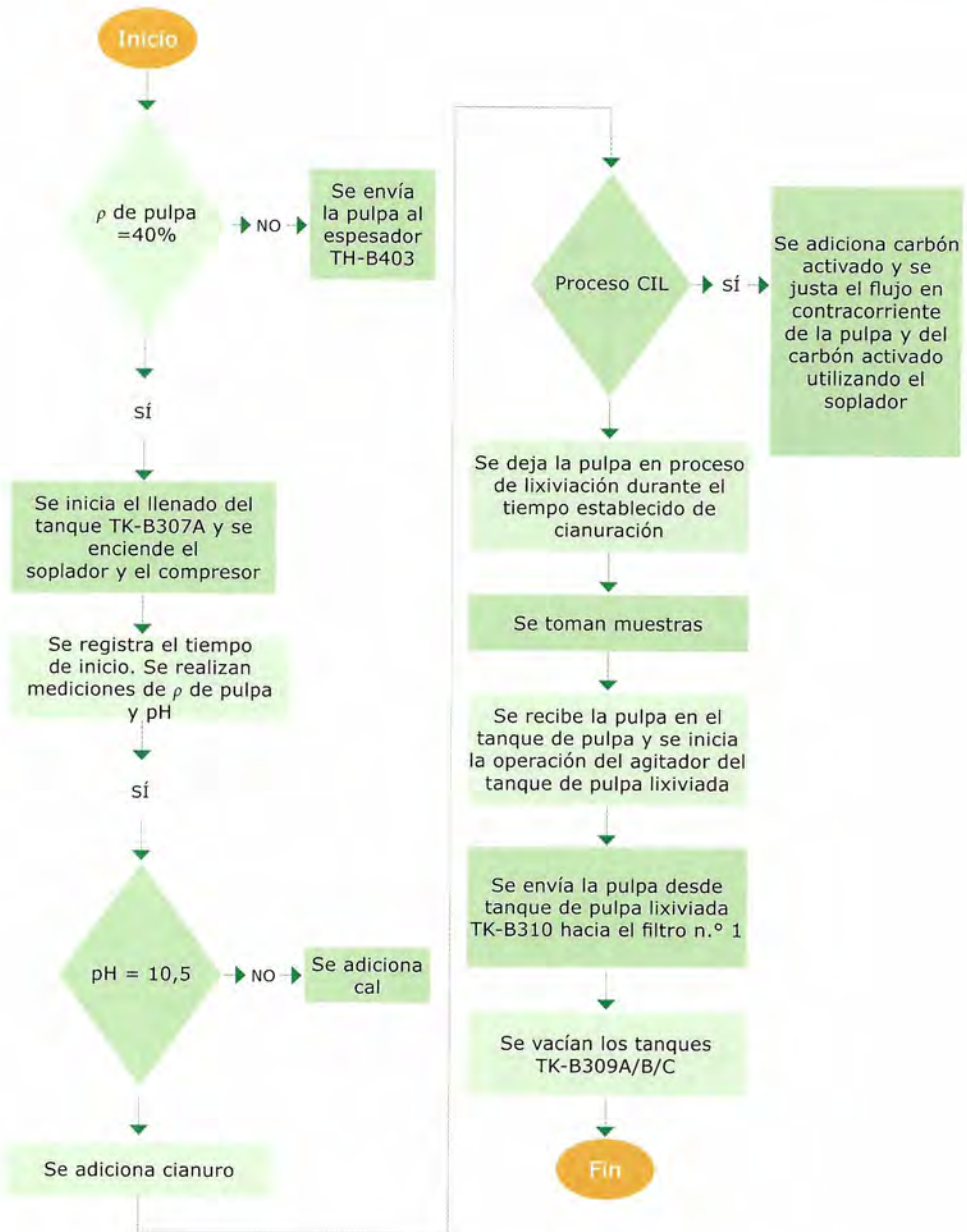


Figura 5.9. Diagrama de flujo para el proceso de la unidad de cianuración.

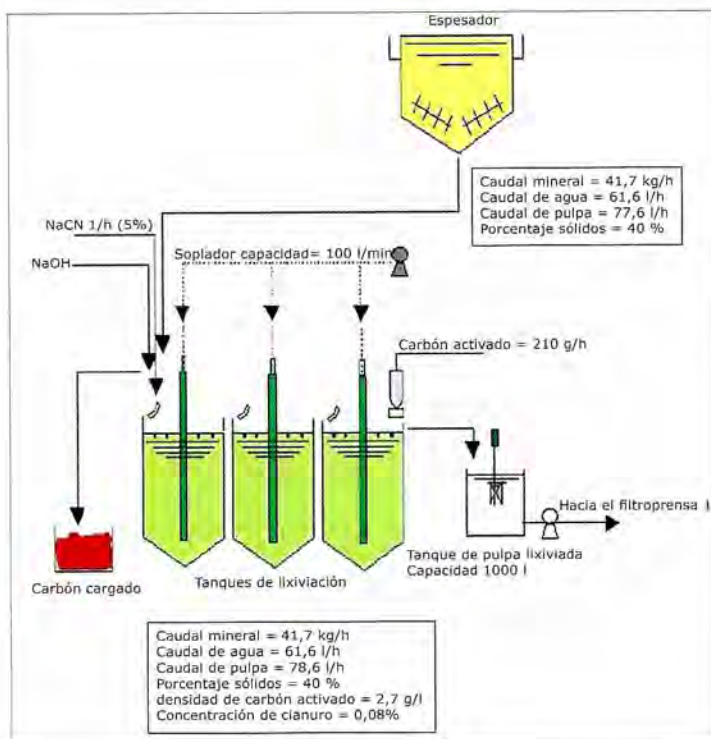


Figura 5.10. Proceso de cianuración con balances de masa.

Cálculo del tiempo de llenado de los tanques de lixiviación

Para su estimación se determina el caudal a la entrada del tanque de cianuración, tomando un volumen determinado de pulpa y registrado el tiempo para la toma de dicho volumen.

$$t_{\text{llenado}} = \frac{700}{Q} * 3600$$

Pero $Q = V/t$, por tanto la ecuación anterior se puede escribir como:

$$t_{\text{llenado}} = \frac{t * 700}{V} * 3600$$

donde,

t_{llenado} = tiempo de llenado del tanque de cianuración TK-B309 en horas.

V = volumen de pulpa tomado (litros).

t = tiempo empleado en la toma del volumen V (segundos).

700 litros = volumen del tanque de cianuración TK-B309A.

3600 = factor de conversión para pasar de segundos a horas.

Q = caudal.

Cálculo de la densidad de pulpa para el proceso de cianuración

La densidad de pulpa se puede determinar directamente, utilizando la balanza Marcy o determinando el peso de un volumen conocido de pulpa.

Determinación de la densidad de pulpa utilizando la balanza Marcy

Este sistema de medición de densidades de pulpa consta de un recipiente de un volumen exacto de un litro, el cual se llena completamente con la pulpa. Para obtener este valor de densidad de pulpa se requiere conocer previamente el valor de la densidad específica del mineral procesado. En la balanza Marcy se obtienen directamente la densidad de pulpa y el porcentaje de sólidos por peso.

Determinación de la densidad de pulpa por pesada

Se toma un volumen de pulpa conocido (preferiblemente un litro) y se determina el peso de esta pulpa en una balanza. El valor de densidad de pulpa se determina mediante la ecuación:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

donde,

ρ = densidad de pulpa en g/L.

V = volumen de pulpa tomado (litros).

m = masa del volumen de pulpa tomado (gramos).

Cálculo para preparar una solución de cianuro de una determinada concentración

Una vez definido el porcentaje de sólidos (% sólidos) al cual se va a operar el proceso de cianuración, y por consiguiente la densidad de pulpa de operación, se define la concentración de cianuro (C) que será utilizada para la lixiviación y se procede a su alimentación al tanque de lixiviación TK-B309A.

La cantidad de cianuro a adicionar (m_{cianuro}) se calcula mediante la siguiente ecuación y se requiere conocer la cantidad de agua que está en la pulpa del tanque de lixiviación (V).

$$m_{\text{cianuro}} = \frac{V * C}{\% \text{Pureza}}$$

donde,

m_{cianuro} = peso de cianuro que se debe adicionar al tanque de lixiviación TK-B309A para tener la concentración de cianuro (C) establecida.

C = concentración de cianuro establecida para la prueba de cianuración (g/l).

V = volumen de líquido que está en la pulpa y se calcula mediante la ecuación anterior.

% pureza = porcentaje de pureza del cianuro utilizado.

$$V = 700 * \left(1 - \frac{\% \text{ sólidos}}{100}\right)$$

donde,

700 = volumen del tanque de lixiviación TK-B309A en L.

% sólidos = porcentaje de sólidos por volumen de la pulpa.

Cálculo para hallar el porcentaje de recuperación de oro del proceso de cianuración

Este valor se determina a partir de los datos de concentración de oro en la alimentación y las colas del proceso de cianuración mediante la ecuación.

% recuperación Au = 100% - % recuperación de oro en las colas

donde el % de oro en las colas del proceso se determina mediante la ecuación.

$$\% \text{ recuperación de oro en las colas} = \frac{\text{Tenor Au alimento} - \text{tenor Au colas}}{\text{Tenor Au alimento}} * 100$$

Determinación de la concentración de cianuro

- Se toma una muestra de pulpa de los tanques de cianuración (200 mL aproximadamente).
- Se deja sedimentar el mineral, para tomar la muestra de solución a la cual se le va a determinar la concentración de cianuro libre.
- Se toman 5 mL de solución con una pipeta tratando de no tomar material sólido.
- Se filtra en un tubo de ensayo. Se marca el tubo con el código de la prueba y la muestra.
- Se toma 1 mL de solución desde el tubo de ensayo y se deposita en un erlenmeyer.
- Se adicionan 20 mL de agua desmineralizada aproximadamente.
- Se adiciona yoduro de potasio como indicador de la titulación.
- Se adiciona nitrato de plata hasta que aparezca un color amarillento. Se anotan las lecturas iniciales y finales de la bureta.
- Se deja el resto de la muestra del tubo para lecturas por absorción atómica de oro y plata disueltos.

Introducción

En la planta piloto para el procesamiento de minerales se utilizan dos métodos de separación sólido-líquido, la sedimentación y la filtración. La sedimentación se utiliza cuando hay gran diferencia en la densidad entre el líquido y el sólido, como es el caso de los procesos realizados en los sedimentadores SL-B401 y SL-B402. La filtración se utiliza para recuperar un líquido retenido en un precipitado o en una pulpa con un porcentaje de sólidos del 50 al 80% procedente de una etapa de espesamiento.

La filtración es el proceso que separa sólidos de líquidos usando un medio poroso que retiene el sólido pero permite pasar al líquido.

Los factores que afectan la velocidad de filtración son:

- La caída de presión desde la alimentación hasta la salida del filtro.
- El área de la superficie de filtración.
- La viscosidad del filtrado.
- La resistencia de la torta del filtro.
- La resistencia del medio filtrante y de las capas iniciales de la torta.

El proceso de filtración se ve afectado por la presencia de lodos, ya que tienden a tapar el medio filtrante. Este fenómeno se reduce mediante la floculación. En la planta piloto se ha usado la cal apagada como floculante, brindando buenos resultados en las ocasiones en que se ha tenido la presencia de lodos durante el procesamiento de minerales.

Objetivos

General

Separar eficientemente los sólidos y líquidos de las pulpas generadas en la planta de piloto para el procesamiento de minerales y obtener soluciones clarificadas.

Específicos

- Determinar índices de eficiencia para la operación de filtración como tiempos de saturación de los filtros prensa, influencia del porcentaje de sólidos de las pulpas y de la granulometría del mineral procesado sobre la operación.
- Generar información para el cálculo de costos del proceso de filtración para minerales particulares.

Equipos

La unidad de filtración se compone de los siguientes equipos:

1. Para el filtro prensa 1: tanque de pulpa lixiviada TK-B310, bomba del tanque de pulpa lixiviada PU-B310, filtro FP-C501 y tanque de solución rica TK-C601.
2. Para el filtro prensa 2: tanque de solución rica TK-C601, alimentador de zinc en polvo FD-C509, bomba de la torre desoxigenadora PU-C510, filtro FP-C511 y tanque de solución pobre TK-C602.
3. Para el filtro prensa 3: tanque reactor de tratamiento TK-C502, bomba del tanque reactor de tratamiento PU-C502, filtro FP-C513 y tanque de solución tratada TK-C603.

En la figura 6.1 se muestra la ubicación de la unidad de filtración dentro de la planta de prueba.

En la figura 6.2 se observan las vistas de la unidad de filtración en donde se muestran los equipos que la componen. La información técnica sobre estos equipos se encuentra en el Manual de descripción general de equipos.

Insumos

En la unidad de filtración se utilizan los siguientes insumos: agua, telas filtrantes y solución ácida (HNO_3 al 10%) para el lavado de las telas filtrantes del filtro prensa 2 (Proceso Merrill Crowe).



Figura 6.1. Filtro prensa de la planta piloto.

Operación para el filtro prensa 1: FP-C501

Tanque de pulpa lixiviada TK-B310

En este tanque se almacena y se mantiene en agitación la pulpa lixiviada procedente de los tanques de cianuración TK.B309A/B/C. La operación de este tanque se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de cianuración*.

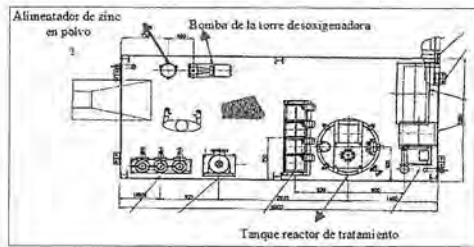
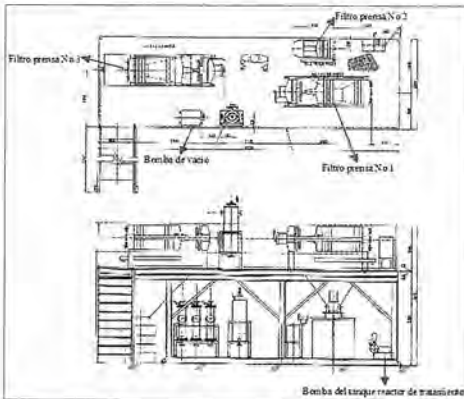


Figura 6.2. Equipos que componen la unidad de filtración.

Bomba del tanque de pulpa lixiviada PU-B310

Esta bomba envía la pulpa lixiviada al filtro prensa 1, FP-C501. La operación de este tanque se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de cianuración*.

Filtro prensa FP-C501

En este filtro prensa se separa la pulpa lixiviada proveniente del tanque de pulpa TK-B310 en dos corrientes del proceso: residuos sólidos, que se envían al tratamiento de residuos y solución rica, que se envía al tanque de solución rica TK-C601 y posteriormente a los procesos de recuperación de oro mediante precipitación con zinc (Merrill Crowe) o adsorción sobre carbón activado.

Este filtro prensa está compuesto por 13 paneles de teflón (figura 6.3a) e igual número de telas que actúan como filtros. Los paneles de teflón están maquinados de tal forma que al ser unidos, se forman unas cavidades vacías internas entre estos, en donde se retiene el sólido (figura 6.3b).

La pulpa ingresa al filtro prensa por medio de la bomba PU-B310 desde el tanque que la contiene y es alimentada a una presión tal que hace pasar la pulpa por un orificio central a través de los paneles que forman el filtro prensa, reteniéndose el sólido en las telas y dejando pasar solamente la solución hacia unos canales tallados en los paneles y luego evacuada del filtro prensa a través de un conducto interno en una de las esquinas de los mismos.

La presión de la operación se registra a la entrada del filtroprensa mediante un manómetro; ésta va aumentando a medida que se satura de sólidos el filtroprensa hasta alcanzar un límite máximo de presión, momento en el cual el controlador de la bomba del tanque de pulpa lixiviada hace que ésta detenga su operación. A este momento se le conoce como la saturación del filtroprensa.

Operación

- Se verifica que las mangueras de llegada de la pulpa hacia el filtroprensa FPC501, estén disponibles para la operación; igualmente, se cerciora que las mangueras que llevan la solución desde el filtroprensa hasta el tanque de solución rica TK-C601, están disponibles para la operación.
- Se inicia la operación de la bomba del tanque de pulpa PU-B310. La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *run* de la bomba PU-B310 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se verifica que la pulpa está entrando al filtroprensa 1, FP-C501, observando la presión que registra el manómetro en la manguera de entrada.
- Se verifica que la solución está saliendo del filtroprensa 1, FP-C501 observando en la manguera de salida o en la llegada al tanque de solución rica TK-C601.
- El filtroprensa FP-C501 operará hasta que se sature con sólidos y un controlador hará que se detenga la operación de la bomba del tanque de pulpa PU-B310, cuando se alcance el límite máximo establecido en el control automático de presión.

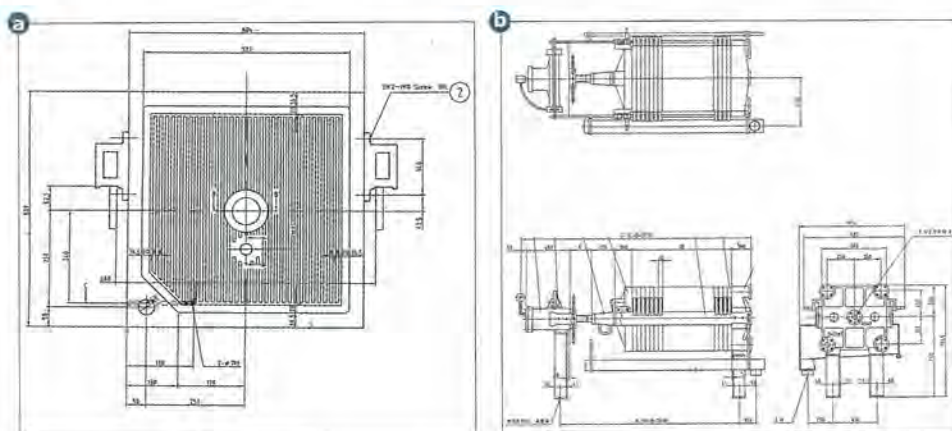


Figura 6.3. Filtración prensa 1: a. Filtración prensa. b. Planos.

Tanque de solución rica TK-C601

Este tanque almacena la solución rica. La operación de este tanque se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de precipitación y adsorción de oro sobre carbón activado*.

Para el filtroprensa FP-C511

Tanque de solución rica

Este tanque almacena la solución rica. La operación de este tanque se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de precipitación y adsorción de oro sobre carbón activado*.

Alimentador de zinc en polvo FD-C509

Este alimentador agrega el polvo de zinc a la solución rica. La operación de este alimentador se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de precipitación y adsorción de oro sobre carbón activado*.

Bomba de la torre desoxigenadora: PU-C510

Esta bomba envía la solución desoxigenada al filtroprensa 2. La operación de esta bomba se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de precipitación y adsorción de oro sobre carbón activado*.

Filtroprensa FP-C511

El filtroprensa 2 se utiliza en la planta piloto, para realizar la recuperación de oro, desde la solución rica, utilizando el proceso Merrill Crowe. En este filtroprensa se retiene el polvo de zinc que es suministrado desde el alimentador FD-C509, dispuesto para esto e ingresa al filtroprensa con la corriente de solución rica proveniente de la torre desoxigenadora TC-C508, presentándose de manera casi instantánea las reacciones de precipitación. A medida que el filtroprensa retiene el polvo de zinc, solamente deja pasar la solución pobre en complejos de aurocianuro y terminan dentro de él, las reacciones de precipitación con las cuales se recupera el oro de la solución rica.

Este filtroprensa está compuesto por 6 paneles de teflón (figura 6.4) e igual número de telas que actúan como filtros. La solución rica junto con el zinc en polvo es alimentada al filtroprensa con la bomba PU-C510 de la torre desoxigenadora, a una presión tal que hace pasar la solución con el zinc en polvo por un orificio central a través de los paneles que forman el filtroprensa, reteniéndose el zinc en las telas y dejando pasar solamente la solución hacia unos canales tallados en los paneles y luego evacuada del filtroprensa a través de un conducto interno en una de las esquinas de los mismos. La presión de la operación se registra a la entrada

del filtroprensa mediante un manómetro; ésta va aumentando a medida que se satura con el precipitado, producto de las reacciones de precipitación del oro, hasta alcanzar un límite máximo de presión, momento en el cual el controlador de la bomba PU-C510 de la torre desoxigenadora hace que ésta detenga su operación. A este momento se le conoce como la saturación del filtroprensa.

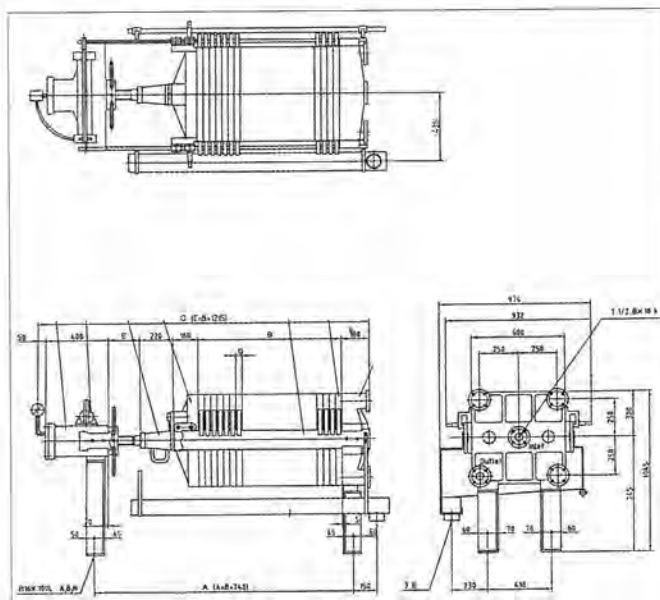


Figura 6.4. Panel de teflón.

Operación

- Se verifica que las mangueras de alimentación de la solución rica junto con el zinc en polvo hacia el filtroprensa FP-C511, estén disponibles para la operación. Se hace lo mismo con las mangueras que llevan la solución desde el filtroprensa hasta el tanque de solución pobre TK-C602.
- Se inicia la operación de la bomba PU-C510 de la torre desoxigenadora. La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *run* de la PU-C510 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se verifica que la solución rica junto con el zinc en polvo está entrando al filtroprensa 2, FP-C511 observando en la manguera de entrada.
- Se verifica que la solución está saliendo del filtroprensa 2, FP-C511 observando en la manguera de salida o en la llegada al tanque de solución pobre TK-C602.

- El filtroprensa FP-C511 operará hasta que se sature con el precipitado producto de las reacciones de precipitación para recuperar el oro y un controlador hará que se detenga la operación de la bomba PU-C510 de la torre desoxigenadora, cuando se llegue al límite máximo establecido en el control automático de presión (figura 6.5).

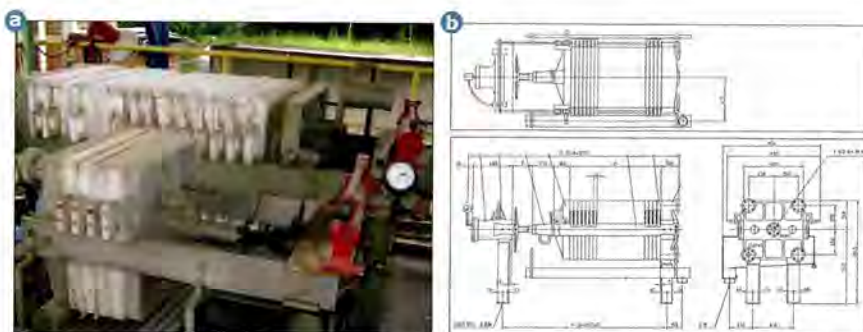


Figura 6.5. a. Filtroprensa. b. Planos del filtroprensa FP-C511.

Cuando se inicia el procedimiento de alimentación de zinc, el filtroprensa 2 ha sido vaciado previamente y los paneles se encuentran sin carga, así que se debe ajustar el caudal de alimentación dentro de los parámetros determinados (480 L/hora), para su operación con el fin de evitar fugas de solución, de precipitado, o mezcla de los dos.

- Se verifica que los paneles del filtroprensa 2 están haciendo buen sello entre sí. Si es necesario se abre el filtro, se ajustan las telas filtrantes y se cierra nuevamente.
- Se disminuye el caudal de entrada de la mezcla solución rica-zinc, al filtroprensa para que haya una distribución uniforme de zinc y se sellan los poros por donde está ocurriendo la fuga.
- Durante esta operación se recoge la solución pobre en un recipiente, de tal manera que allí se quede el zinc que ha escapado del filtroprensa 2. Esta solución se reingresa al proceso a través del alimentador de zinc en polvo, cuando la operación del filtroprensa 2 haya regresado a su estado normal. De esta forma se evita que caiga zinc al tanque de solución pobre de donde es más difícil recuperarlo.

Tanque de solución pobre TK-C602

Este tanque almacena la solución pobre producto del proceso Merrill Crowe.

Este equipo se describe en el *Manual de operación de la unidad de tratamiento de residuos*.

Para el filtroprensa FP-C513

Tanque reactor de tratamiento TK-C502

En este reactor se convierte nuevamente a pulpa los sólidos de las colas de cianuración con la solución pobre y en él se realiza la descomposición del cianuro y el ajuste del pH a los residuos para poder enviarlos al ambiente. Este equipo se describe en el *Manual de operación de la unidad de tratamiento de residuos*.

Bomba del tanque reactor de tratamiento PU-C502

Esta bomba envía la pulpa desde el tanque de tratamiento hacia el filtroprensa. Este equipo se describe en el *Manual de operación de la unidad de tratamiento de residuos*.

Filtroprensa FP-C513

En este filtroprensa se separa la pulpa tratada en el tanque de reacción TK-C502 en dos corrientes del proceso: residuos sólidos tratados, que se envían al patio de colas y la solución tratada que se envía al tanque de solución tratada TK-C603.

Este filtroprensa está compuesto por 13 paneles de teflón e igual número de telas que actúan como filtros (figura 6.6).

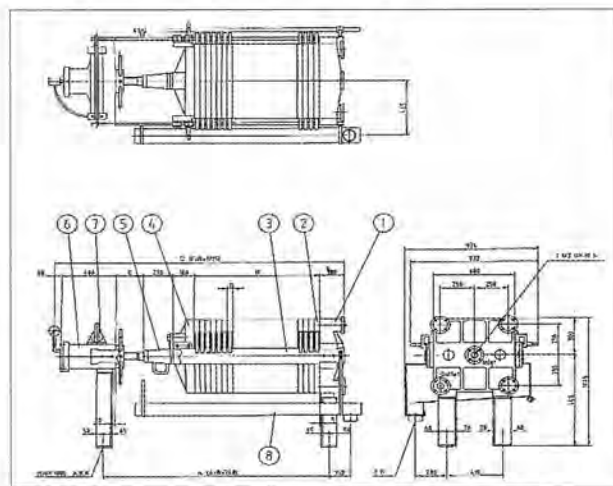


Figura 6.6. Planos del filtroprensa 3, FP-C513.

Los paneles de teflón están maquinados de tal forma que al unirlos a otros paneles similares se forman unas cavidades vacías internas, en donde se retiene el sólido. La pulpa ingresa al filtroprensa desde la bomba PU-C502 del tanque reactor a una presión tal que hace pasar la pulpa por un orificio central a través de los paneles que forman el filtroprensa, reteniéndose el sólido en las telas y dejando pasar solamente la solución hacia la salida del filtroprensa. La solución es recogida

en unos canales tallados en los paneles de teflón y es evacuada del filtroprensa a través de un conducto interno en una de las esquinas de los paneles.

La presión de la operación se registra a la entrada del filtroprensa mediante un manómetro; ésta va aumentando a medida que se satura de sólidos el filtroprensa hasta alcanzar un límite máximo de presión, momento en el cual el controlador de la bomba del tanque de tratamiento hace que ésta detenga su operación. A este momento se le conoce como la saturación del filtroprensa.

Operación

- Se verifica que las mangueras de llegada de la pulpa hacia el filtroprensa FP-C513, estén disponibles para la operación. Igualmente se cerciora de que las mangueras que llevan la solución desde el filtroprensa hasta el tanque de solución tratada TK-C603, están disponibles para la operación.
- Se inicia la operación de la bomba PU-C502 del tanque de tratamiento. La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *run* de la PU-C502 en el panel de control de la unidad D, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se verifica que la pulpa esté entrando al filtroprensa FP-C513, observando la presión del manómetro en la manguera de entrada.
- Se verifica que la solución esté saliendo del filtroprensa FP-C513 observando en la manguera de salida o en la llegada al tanque de solución tratada TK-C603.
- El filtroprensa FP-C513 operará hasta que se sature con sólido y un controlador hará que se detenga la operación de la bomba PU-C502, del tanque de tratamiento, cuando se llegue al límite máximo establecido en el control automático de presión.

Tanque de solución tratada TK-C603

Este tanque almacena las aguas de desecho tratadas. Este equipo se describe en el *Manual de operación de la unidad de tratamiento de residuos*.

Operación de la unidad de filtración

Para operar los tres filtros prensas de la planta de prueba se sigue el mismo procedimiento. Se debe tener en cuenta que los filtroprensa 1 y 3 son exactamente iguales y separan sólidos y líquido de una pulpa, mientras que el filtroprensa 2 lo que hace es separar el precipitado producto de una corriente formada por solución rica y polvo de zinc, para que dentro de él finalice el proceso de precipitación.

Procedimiento

1. Se verifica que los paneles del filtroprensa estén bien ajustados y que las mangueras que alimentan el filtroprensa y las mangueras que llevan la solución filtrada

- a los respectivos tanques de almacenamiento, se encuentren disponibles para al operación.
2. Se opera la bomba respectiva que envía la pulpa hacia el filtroprensa.
 3. Se verifica que la pulpa esté entrando al filtroprensa, observando la presión en el manómetro de la manguera de alimentación.
 4. Se verifica que la solución esté saliendo del filtroprensa, observando en la manguera de salida o en la llegada al tanque de acumulación de solución respectivo.
 5. El filtroprensa operará hasta que se sature con sólido, en este momento se llega valor establecido en el control automático de presión y éste hará que se detenga la operación de la bomba del respectivo tanque.

Cuando el filtroprensa ha alcanzado su estado de saturación se debe proceder a la evacuación de los sólidos contenidos dentro de él para poder continuar el proceso de filtración. A continuación se explica el procedimiento de vaciado de los filtros prensas existentes en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

Procedimiento de vaciado

El procedimiento de vaciado básicamente consiste en la separación de los paneles del filtro, retirar los sólidos y almacenarlos, limpiar muy bien las superficies de sello de los paneles y cerrar mediante presión los paneles del filtro.

- Se aplica presión (15 MPa) al sistema de los paneles con el gato hidráulico. Esta presión hace que el eje que ajusta los paneles los cierre aún más y libera la contratuerca que estuvo sosteniendo la presión de ajuste de los paneles.
- Se gira esta contratuerca varias veces alejándola de los paneles del filtroprensa.
- Se retira la presión que ejerce el gato hidráulico, abriendo su válvula para liberar presión.
- Se gira varias veces el eje que ajusta los paneles del filtroprensa de manera que se puedan retirar los acoples de acero que se encuentran en el extremo del eje.
- Se verifica que haya un recipiente para recibir los sólidos que van a ser descargados.
- Se separa el primer panel, se desprende la torta de sólido de la tela filtrante y se deja caer al tanque de sólidos.
- Se repite esta operación para cada uno de los paneles que tiene el filtro.
- Cada vez que vacíe un panel se realiza una limpieza muy cuidadosa de la superficie de sello de cada panel, es decir que se debe asegurar que las telas estén colocadas en la posición correcta de operación, sin la presencia de pliegues que interfieran en el sello de los paneles y libres de residuos sólidos.
- Una vez finalizada la evacuación de los sólidos contenidos en el filtroprensa se procede al cierre de éste y se continúa la operación de filtración.

Procedimiento para cerrar un filtroprensa

1. Se ajusta el primer panel del lado de la placa fija del filtroprensa. Se verifica la correcta posición de las telas filtrantes.
2. Se continúan ajustando los demás paneles asegurándose de la correcta posición de cada una de las telas y el buen montaje de los paneles de teflón.
3. Se gira la tuerca del eje que aplica la presión a los paneles, se acerca el eje al panel final y se coloca en posición de cierre los acoples de acero.
4. Se continúa girando esta tuerca para que el eje empiece a ejercer presión al sistema de paneles. Se aplica la máxima presión que pueda hacer manualmente.
5. Se continúa aplicando presión al sistema de paneles con el gato hidráulico. Para esto se cierra la válvula del gato hidráulico y se empieza a bombear para aumentar la presión hasta 15 MPa.
6. Sin descargar la presión del gato hidráulico, se gira la contratuerca hacia la tuerca del eje y se ajusta al máximo contra ella.
7. Se abre la válvula del gato hidráulico y se libera la presión de éste. Se inicia nuevamente la operación de filtrado.

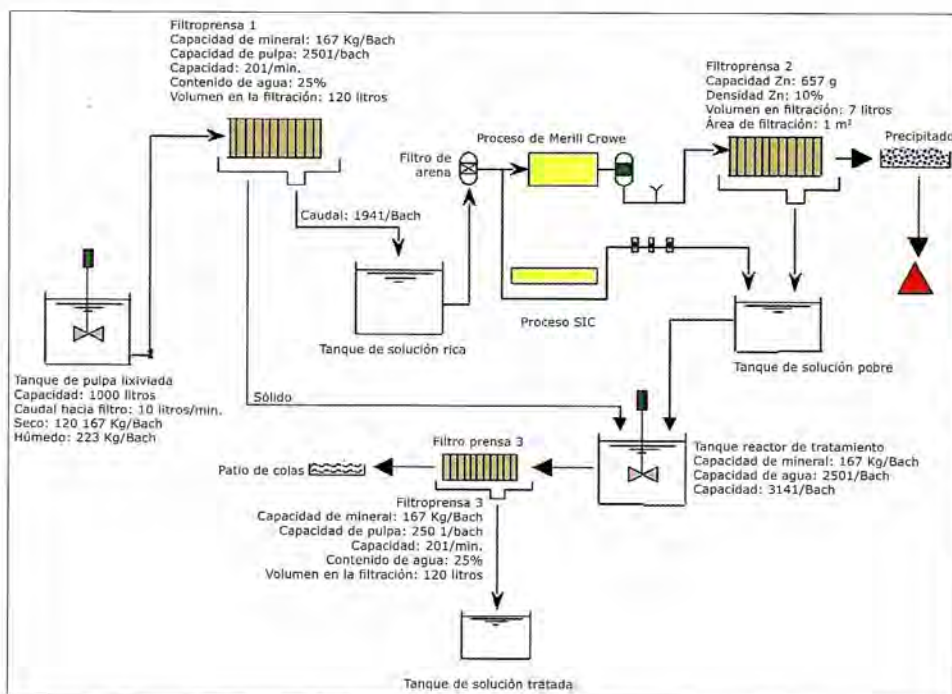
Protocolo para la operación

El siguiente diagrama de flujo indica el protocolo a seguir para la operación de una unidad de filtración:



Diagrama del proceso

A continuación se presenta el diagrama con los balances de masa, según el diseño de la planta piloto para la unidad de filtración.



Introducción

En la planta de prueba para el procesamiento de minerales, el oro contenido en la solución rica, como un complejo de aurocianuro, se puede recuperar mediante precipitación, utilizando zinc en polvo o realizando la adsorción del oro sobre carbón activado.

Precipitación del oro utilizando zinc en polvo

Básicamente, el proceso Merrill Crowe consiste en agregar zinc en polvo a un volumen de solución obtenida del proceso de cianuración. Luego de un período de reacción entre el zinc metálico y los iones de aurocianuro se tiene una solución donde el zinc ha pasado al estado iónico (oxidación) y el oro ha pasado al estado metálico (reducción). Mediante un proceso de filtración se recupera el precipitado (sólido), en donde se encuentra el oro y la solución pobre en oro se recircula, para utilizar su contenido de cianuro, o se envía a la unidad de tratamiento de residuos. Finalmente el precipitado es sometido a fundición para recuperar el oro metálico.

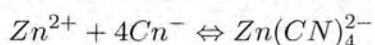
La recuperación de oro mediante el proceso Merrill Crowe se basa en las reacciones electroquímicas de oxidación del zinc y la reducción de los complejos de aurocianuro. Es decir, que es un proceso químico en donde se requiere que haya una reacción anódica y una catódica.

Reacción anódica

El zinc se oxida en soluciones acuosas mediante la siguiente reacción:



y en soluciones cianuradas forma el siguiente complejo de cianuro estable:



Reacción catódica

La reacción que se desea es la de precipitación del oro y de otros metales preciosos, sin embargo también ocurren otras reacciones colaterales, no deseables, como la reducción del agua, del oxígeno y de otras especies en solución. Para evitar la reducción del oxígeno (reacción no deseable), las soluciones deben ser sometidas a procesos de vacío, en donde se pueda reducir al mínimo la concentración de oxígeno. La presencia de oxígeno en la solución hace que el zinc se oxide y quede inservible para el proceso de precipitación. Por tanto, el consumo de zinc en el proceso Merrill Crowe se aumenta.

Adsorción de oro sobre carbón activado

La adsorción sobre carbón activado se puede utilizar en la planta de prueba para el procesamiento de minerales mediante tres procesos CIP, CIL y CIC. Los procesos CIP y CIL son utilizados principalmente cuando hay presencia de lodos muy finos que hacen difícil la separación sólido-líquido en el proceso de filtración. El CIL es ventajoso por ejemplo para minerales que presenten comportamiento pre-robbing (reprecipitación de oro) ya que el carbón activado adsorbe el oro que va pasando al estado iónico.

Carbón en pulpa (CIP)

En términos generales, el proceso consiste en mezclar carbón activado a la solución (o pulpa) que contiene los complejos de aurocianuro y mediante un proceso físico, en este proceso, primero se realiza la etapa de lixiviación y posteriormente se realiza la etapa de adsorción del oro sobre carbón activado. Cuando se ha terminado la etapa de adsorción, la mezcla de carbón activado y pulpa se somete a un proceso de separación (generalmente mediante un clasificador de rejillas), el carbón cargado de oro se almacena y la pulpa es enviada al tratamiento de residuos. Posteriormente el carbón activado cargado es procesado para recuperar el oro mediante un proceso de elución-electrodeposición o mediante la quema del carbón cargado.

Carbón en lixiviación (CIL)

Este es un proceso donde la etapa de lixiviación del oro y de adsorción sobre carbón activado se realiza simultáneamente en el mismo tanque. La mezcla de carbón activado y pulpa se somete a un proceso de separación (generalmente mediante un clasificador de rejillas), el carbón cargado de oro se almacena y la pulpa es enviada al tratamiento de residuos. Posteriormente el carbón activado cargado es procesado para recuperar el oro mediante un proceso de elución-electrodeposición o mediante la quema del carbón cargado.

Carbón en columnas (CIC)

En este proceso, primero se realiza la etapa de lixiviación del oro y la pulpa obtenida es enviada a filtroprensa para separar la solución rica y los residuos sólidos. En una segunda etapa la solución rica se hace pasar a través de varias columnas que contienen el carbón activado, hasta que la solución quede despojada del oro. Posteriormente las columnas son vaciadas y el carbón sigue las mismas etapas de los anteriores procesos: el carbón activado cargado es procesado para recuperar el oro mediante un proceso de elución-electrodeposición o mediante la quema del carbón cargado.

Objetivos de la recuperación de oro mediante el proceso Merrill Crowe

General

Realizar la precipitación del oro obtenido en la cianuración convencional.

Específicos

- Integrar al proceso extractivo del oro de un mineral en la planta de prueba el proceso de recuperación de oro disuelto mediante el proceso de: precipitación con zinc.
- Alcanzar buenas eficiencias del proceso Merrill Crowe ajustando el caudal de flujo de la solución rica y del zinc garantizando una óptima desoxigenación de la solución junto con la separación del precipitado de oro de la solución despojada.

Objetivos de adsorción de oro sobre carbón activado

General

Lograr la máxima adsorción de los complejos de aurocianuro sobre el carbón activado.

Específicos

- Operar eficientemente los procesos con carbón activado que se utilicen en la planta de prueba, CIP, CIL o CIC, de tal manera que se den las condiciones óptimas para lograr que la mayor proporción posible del complejo de aurocianuro se adsorba sobre la superficie del carbón activado.
- Alcanzar buenas eficiencias del proceso adsorción de oro sobre carbón activado ajustando el caudal de flujo, el suministro del carbón y la forma como se separen las fases.

Equipos

En la figura 7.1 se muestra la ubicación de la unidad de precipitación de oro con zinc (proceso Merrill Crowe).



Figura 7.1. Unidad de precipitación y adsorción de oro: a. Sistema Merrill Crowe. b. Columnas de adsorción.

Recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo

La unidad de recuperación de oro utilizando el proceso Merrill Crowe se compone de los siguientes equipos:

- Tanque de solución rica TK-C601.
- Bomba del tanque de solución rica PU-C601.
- Flujometro.
- Filtro de arena FL-C507.
- Torre desoxigenadora TC-C508.
- Bomba de vacío VP-C514.
- Alimentador de zinc en polvo FD-C509.
- Bomba de la torre desoxigenadora PU-C510.
- Filtroprensa FP-C511.
- Tanque de solución pobre TK-C602.

Adsorción de oro sobre carbón activado

La unidad de adsorción de oro sobre carbón activado se compone de los siguientes equipos dependiendo del proceso de adsorción que se realice:

Proceso de adsorción CIP y CIL

- Tanques de cianuración TK-B309A/B/C.
- Soplador (Blower).

- Compresor.
- Clasificadores de rejilla SN-B309A/B/C.
- Tanque de pulpa lixiviada TK-B310.

Proceso de adsorción CIC

- Tanque de solución rica.
- Bomba del tanque de solución rica.
- Filtro de arena.
- Columnas de carbón activado.
- Tanque de solución pobre.
- La figura 7.1 muestra los equipos que componen la unidad de precipitación de oro con zinc y la unidad de adsorción de oro sobre carbón activado, respectivamente.

Insumos

La unidad de recuperación de oro utilizando el proceso Merrill Crowe requiere de los siguientes insumos: energía eléctrica y zinc en polvo.

Adsorción de oro sobre carbón activado

La unidad de adsorción de oro sobre carbón activado requiere de los siguientes insumos dependiendo del proceso de adsorción que se realice:

Proceso de adsorción CIP y CIL

Energía eléctrica, cianuro de sodio comercial, cal apagada y carbón activado.

Proceso de adsorción CIC

Energía eléctrica, carbón activado.

Descripción de la unidad de precipitación y absorción de oro Tanque de solución rica TK-C601

Descripción

Este tanque almacena la solución rica. En la figura 7.2, se muestra el tanque de solución rica.

Operación

1. Se verifica que la válvula de salida del tanque esté cerrada, para dar inicio al llenado del tanque.
2. El tanque se llena con solución rica proveniente del filtro prensa FPC501. Esta solución llega por efecto de la gravedad.

3. Se verifica que la solución llega clara al tanque de solución rica. Si la solución rica tiene presencia de arcillas o lodos se debe suspender la operación del filtroprensa 1, es decir que se debe apagar la bomba del tanque de pulpa lixiviada, PU-B310. Se procede a ajustar y verificar que queden perfectamente sellados los paneles del filtroprensa 1.
4. Para evacuar la solución del tanque de solución rica, se abre la válvula del tanque y se enciende la bomba TK-C601.
5. La salida del tanque de solución rica está a una altura de 15 cm del fondo del tanque por tanto en él siempre habrá un remanente de solución cuyo volumen es 125 L.

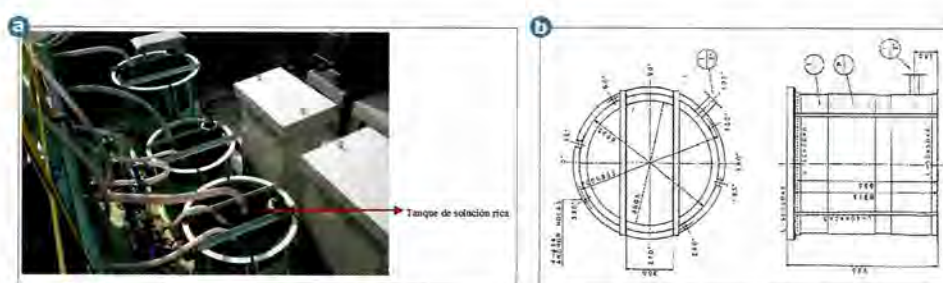


Figura 7.2. a. Tanque de solución rica. b. Esquema del tanque de solución rica.

Bomba del tanque de solución rica PU-C601

Descripción

Esta bomba envía la solución rica al filtro de arena. En la figura 7.3, se muestra un esquema de la bomba del tanque de solución rica.

Esta es una bomba en acero inoxidable que sirve para succionar líquidos potencialmente corrosivos como agua, agua de mar, aceites y químicos líquidos. Su principio de funcionamiento consiste en la succión realizada por un impeler que es movido por un motor eléctrico. Cuando el impeler gira, succiona el líquido a bombear y el diseño de los alabes hacen que el líquido salga a 90° con respecto a la dirección en que entró.

Operación

- Para operar esta bomba se confirma que el tanque de solución pobre esté vacío.
- Cuando se esté trabajando con polvo de zinc se selecciona la salida de la bomba en 480 L/h en el flujómetro y cuando se esté trabajando con carbón activado opere a 96 L/h.
- La bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *start* de la PUC601 del panel de control de la unidad F y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

- Este equipo se detiene automáticamente cuando el nivel del tanque de solución rica descende hasta el límite mínimo.
- Este equipo opera automáticamente *on/off* según el nivel de la torre desoxigenadora.
- La bomba no funciona cuando el nivel en el tanque de solución rica esta por debajo del límite mínimo o cuando el nivel en la torre desoxigenadora esta por encima del límite máximo.

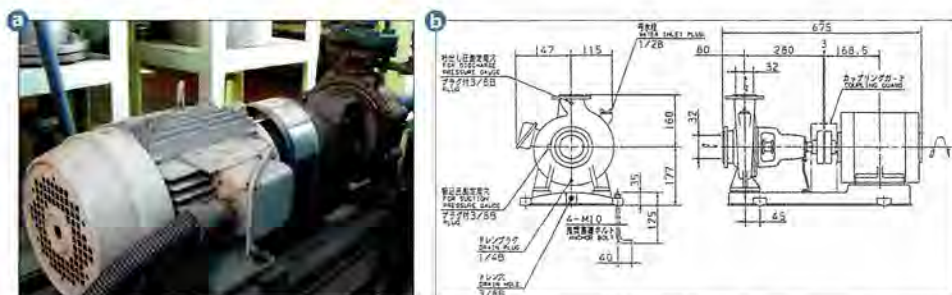


Figura 7.3. a. Bomba del tanque de solución rica. b. Esquema de la bomba del tanque de solución rica.

Filtro de arena FL-C507

Este filtro retiene los sólidos suspendidos que se encuentren en la solución rica. En la figura 7.4, se muestra el filtro de arena.

Este filtro consiste en una columna de acero inoxidable que se llena con carbón antracítico, para que actúe como medio filtrante de la solución rica.

La solución rica ingresa al filtro de arena por la parte superior y de esta manera, si existen partículas suspendidas en la solución, son retenidas por el carbón antracítico.

Otros medios filtrantes se pueden usar para este equipo como por ejemplo sílice pura.

Operación

- Se abren las válvulas de entrada (superior) y salida (inferior) del filtro de arena FL-C507.
- Se enciende la bomba del tanque de solución rica. Cuando se esté trabajando con zinc en polvo, se selecciona la salida de la bomba en 480 L/h en el flujómetro y cuando se esté trabajando con carbón activado opere a 96 L/h.
- Se verifica que haya entrada y salida de solución en el filtro de arena.
- Cuando la presión a la entrada del filtro de arena alcance valores muy altos, significa que se ha obstruido con impurezas de la solución rica y se debe lavar en contracorriente.

- Cuando se realice el lavado en contracorriente la válvula V076 que está a la entrada del filtro debe ser cerrada y la V077 debe ser abierta, la válvula de salida V079 debe estar cerrada y la V080 debe estar abierta. Una vez hecho esto se opera la bomba PU-C602 para enviar el agua de lavado en corriente al TK-C502.



Figura 7.4. Filtro de arena.

Torre desoxigenadora TC-C508

El oxígeno presente en la solución rica es retirado mediante vacío para prevenir la oxidación del zinc en polvo. En la figura 7.5 se muestra un esquema de la torre desoxigenadora.



Figura 7.5. Torre desoxigenadora TC-C508.

Este equipo es una columna cilíndrica en acero inoxidable. La torre tiene dos entradas de solución por la parte superior, una proviene del filtro de arena y la otra es solución recirculada desde la bomba de la torre de desoxigenadora. Una bomba de vacío, adjunta a la torre desoxigenadora, crea una presión de vacío que hace que, mientras la solución cae dentro de la torre, le sea extraído el oxígeno. Por tanto las condiciones para un buen funcionamiento de la torre desoxigenadora son las de mantener un nivel de solución constante y mantener la presión de vacío dentro de la torre.

Operación

- Se verifica que las válvulas de entrada y de salida de la torre desoxigenadora estén abiertas.
- Para iniciar el llenado de la torre desoxigenadora se enciende la bomba del tanque de solución rica. La solución pasará por el filtro de arena y llegará a la torre desoxigenadora.
- Se deja llenar la torre hasta la ventana visora e inmediatamente se ajustan los caudales de salida de la solución rica en el flujómetro y la válvula de recirculación de la bomba de la torre desoxigenadora (las dos válvulas están ubicadas en el primer piso), de tal manera que el nivel de la torre se mantenga en la mitad de la ventana visora.
- La presión de vacío que se debe mantener en la torre desoxigenadora depende de la capacidad de la bomba de vacío y se debe establecer en un valor tal que

las concentraciones de oxígeno sean menores a 0,5 ppm en la salida de la torre desoxigenadora.

Bomba de vacío VP-C514

Esta bomba crea el vacío en la torre desoxigenadora. En la figura 7.6, se muestra la bomba de vacío.

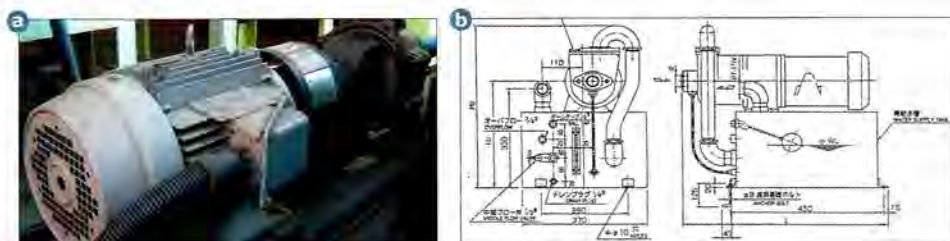


Figura 7.6. a. Bomba de vacío. VP-4C65714. b. Esquema de la bomba de vacío.

Operación

La bomba de vacío inicia su operación luego de encender la bomba del tanque de solución rica. La Bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del VP-C514 en el panel de control de la unidad E, y se detiene oprimiendo el botón *off*. Sin embargo ella opera automáticamente en *on/off* según la presión en la torre desoxigenadora.

La presión de la bomba de vacío aplicada a la torre desoxigenadora se controla mediante la válvula ubicada al lado de la torre. El valor de la presión de vacío se lee en el manómetro de la torre de vacío.

Alimentador de zinc en polvo FD-C509

Este alimentador agrega el polvo de zinc a la solución rica. En la figura 7.7 se muestra un esquema del alimentador de zinc en polvo.

El alimentador consta de la tolva de zinc, el tanque de mezcla, la válvula de entrada de solución, la válvula cónica de dosificación de zinc, la válvula de salida de la mezcla zinc-solución rica. Este equipo se alimenta con el zinc en polvo por la parte superior del alimentador. El zinc se deja caer de manera dosificada al tanque de mezcla, mediante una válvula cónica, que corresponde a la parte inferior del alimentador, aquí se mezclan, el zinc y la solución rica, gracias al movimiento rotacional que se genera en la solución debido a que la solución entra de manera tangencial al alimentador de zinc.

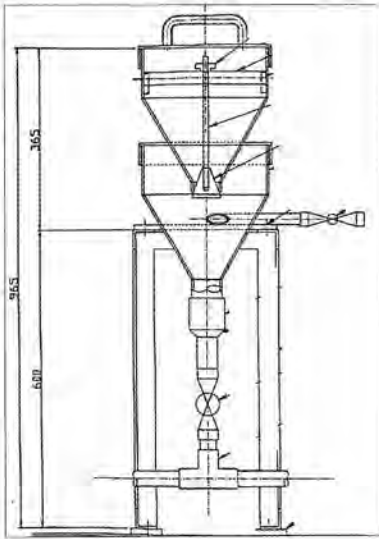


Figura 7.7. Esquema del alimentador de zinc en polvo.

Operación

Para realizar la operación de alimentación de zinc, debe haber circulación de solución rica, lo que significa que debe estar operando el sistema de la bomba del tanque de solución rica, el filtro de arena, la torre desoxigenadora, la bomba de vacío y la bomba de la torre desoxigenadora. Esto indica que hay paso de solución hacia el filtroprensa 2.

- Se abre la válvula de entrada de solución rica al tanque de mezcla. La solución ingresa tangencialmente y llena el tanque de mezcla.
- Cuando el tanque de mezcla esté lleno a la mitad de su capacidad, se abre la válvula de salida del alimentador de tal manera que el tanque de mezcla mantenga su nivel. Para esto se manipulan las válvulas de entrada y de salida del alimentador de zinc, de tal manera que el caudal de salida sea igual al caudal de entrada.
- Se suministra zinc en polvo al tanque de mezcla, manipulando la válvula cónica (gírala).
- Cuando se hace este procedimiento de alimentación de zinc, el filtroprensa 2 ha sido vaciado previamente y los paneles se encuentran vacíos, así que un caudal de entrada elevado, de la mezcla solución rica-zinc, puede causar escapes de zinc en polvo por el filtroprensa 2 o en la solución pobre.

Bomba de la torre desoxigenadora PU-C510

Esta bomba envía la solución desoxigenada al filtroprensa 2. En la figura 7.8, se muestra un esquema de la bomba de la torre desoxigenadora.

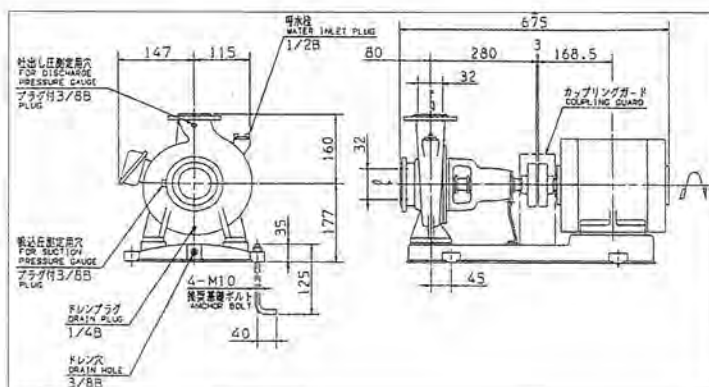


Figura 7.8. Esquema de la bomba de la torre desoxigenadora.

Esta es una bomba en acero que sirve para succionar agua fresca. Su principio de funcionamiento consiste en la succión realizada por un impeler que es movido por un motor eléctrico. Cuando el impeler gira, succiona el líquido a bombear y el diseño de los alabes hacen que el líquido salga a 90° con respecto a la dirección en que entró.

Operación

- Para operar esta bomba deben estar operando la bomba del tanque de solución rica, el filtro de arena, la torre desoxigenadora y la bomba de vacío.
- La bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *start* de la PUC510 del panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Cuando esta bomba opera se deben manipular las válvulas adjuntas a este equipo para controlar el caudal de la solución que va al filtro prensa 2 y el caudal de solución que regresa a la torre desoxigenadora como una corriente de recirculación.

Filtro prensa 2: FP-C511

Este filtro prensa se utiliza cuando se opera el proceso Merrill Crowe para la precipitación del oro. La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de filtración*.

Tanque de solución pobre TK-C602

Este tanque almacena la solución pobre. La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de tratamiento de residuos*.

Adsorción de oro sobre carbón activado

Procesos CIP y CIL

Los equipos que componen estas dos unidades son los mismos que se utilizan en la unidad de cianuración.

Como se explicó anteriormente, la diferencia entre estos dos procesos se encuentra en que, para el CIP (carbón en pulpa), primero se realiza la etapa de lixiviación y posteriormente la etapa de adsorción mientras que para el CIL (carbón en lixiviación), las dos etapas se realizan simultáneamente.

Las etapas posteriores son similares para los dos procesos:

- Se separa el carbón activado de la pulpa lixiviada (generalmente mediante rejillas de separación).
- El carbón activado se lleva a un proceso de elución para obtener una solución concentrada en oro, que posteriormente se lleva a un proceso de electrodeposición. También se puede llevar este carbón activado a una etapa de quemado para obtener cenizas ricas en oro y de allí recuperar el oro metálico.

Tanques de lixiviación TK-309A/B/C

La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de cianuración*.

Soplador (Blower) BL-B309

La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de cianuración*.

Compresor

La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de cianuración*.

Tanque de pulpa lixiviada TK-B310

La descripción de este equipo se encuentra en el *Manual de la unidad de cianuración*.

Clasificadores de rejillas SN-B309A/B/C

Estos equipos se encuentran en la parte superior de cada tanque de cianuración con el objetivo de recibir la mezcla de pulpa-carbón activado que se está cianurando y en ellos se retiene el carbón activado, de tal manera que la pulpa vuelve al

tanque de cianuración y el carbón activado cae al siguiente tanque para continuar su proceso de adsorción de oro. Ver las figuras 7.9a, y 7.9b.

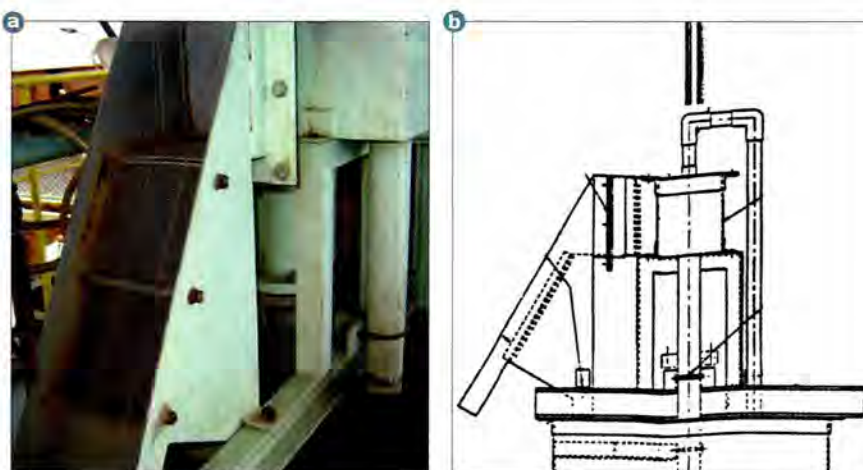


Figura 7.9. a. Clasificador de rejilla. b. Esquema del clasificador de rejilla.

Proceso CIC

Tanque de solución rica TK-C601

Este tanque almacena la solución rica. La operación de este equipo se encuentra en la parte de recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo, de este manual.

Bomba del tanque de solución rica PU-C601

Esta bomba envía la solución rica al filtro de arena. La operación de este equipo se encuentra en la parte de Recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo, de este manual.

Filtro de arena FL-C507

Este filtro retiene los sólidos suspendidos que se encuentren en la solución rica. La operación de este equipo se encuentra en la parte de Recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo de este manual.

Columnas de carbón activado TC-C512A/B/C

Los metales preciosos en solución son adsorbidos sobre el carbón activado que está dentro de estas columnas (figuras 7.10a y 7.10b). La planta de prueba cuenta con un sistema de tres columnas para adsorción de oro utilizando el proceso CIC.

Básicamente son cilindros de acero inoxidable, dentro de los cuales se carga el carbón activado. La solución rica proveniente del filtro de arena ingresa a la columna TC-C512A por la parte superior y sale por su parte inferior. Esta solución se conduce por tubería a la segunda columna, TC-C512B, e igualmente ingresa por la parte superior y sale por su parte inferior. El mismo proceso ocurre con la columna TC-C512C. La solución es enviada al tanque de solución pobre y el carbón activado se continúa utilizando hasta que alcance su máxima capacidad de carga de oro.

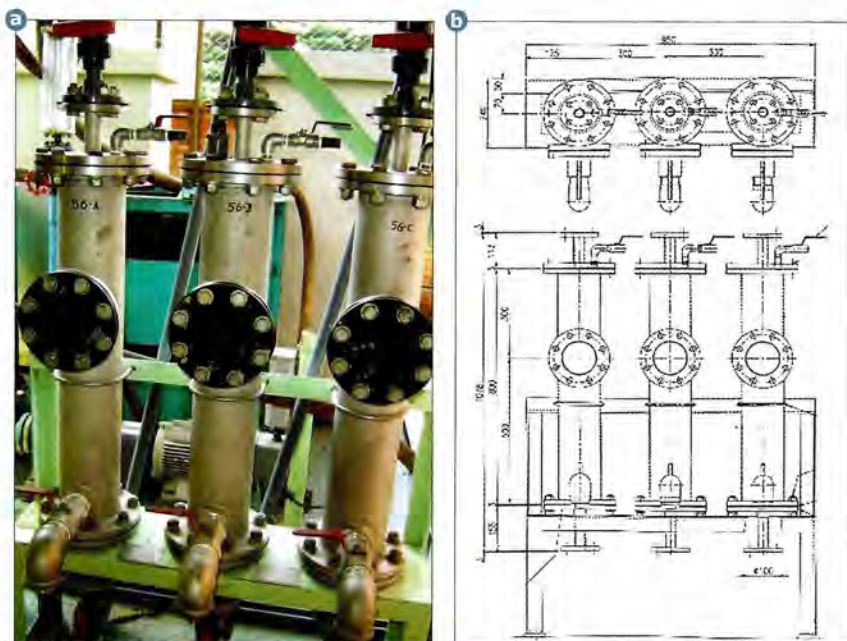


Figura 7.10. a. Columnas de carbón activado. b. Esquema de las columnas de carbón activado.

Operación

- Se verifica que en el tanque de solución rica haya un volumen suficiente para operar la bomba del tanque solución rica. Si el nivel de la solución esta por debajo de los sensores, la bomba no opera.
- El sistema CIC se puede operar con una, con dos o las tres columnas a la vez. Se define cuántas columnas se van a utilizar y se accionan las válvulas de entrada y de salida de la solución en cada columna de carbón activado.
- Se opera la bomba de la solución rica y se ajusta el caudal en 100 L/h aproximadamente.

- Se verifica la entrada de solución rica a las columnas al igual que la llegada de la solución pobre al tanque de solución pobre.
- Se apaga la bomba del tanque de solución rica y se cierran las válvulas.

Tanque de solución pobre TK-C602

Este tanque almacena la solución pobre. La operación de este equipo se encuentra en el *Manual de operación de la unidad de tratamiento de residuos*.

Recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo

El proceso Merrill Crowe se realiza en la planta de prueba siguiendo siempre el mismo procedimiento operacional, excepto cuando el filtro prensa 2, se ha saturado. Cuando ocurre esta situación se requiere la descarga de los precipitados que están dentro del filtro prensa y la adición de zinc en polvo nuevo. El proceso Merrill Crowe se realiza de la siguiente manera en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

Inspección preliminar del sistema para la operación

- Se revisa que haya solución en el tanque de solución rica y que esté libre de impurezas o elementos extraños como por ejemplo insectos muertos.
- Se revisa toda la línea de tubería con la cual se opera el proceso de Merrill Crowe, verificando la posición abierta de las válvulas que se requieren para el proceso y el buen ajuste de las abrazaderas en cada manguera. En este proceso se opera con soluciones cianuradas y se deben evitar los derrames de solución.
- Se abre un 20% las siguientes dos válvulas: la que controlan el paso de solución rica hacia el filtro prensa 2 y la que recircula una parte de la solución hacia la torre desoxigenadora.
- Se verifica que la manguera de salida del filtro prensa 2 esté puesta en el tanque de solución pobre.

Envío de solución rica al proceso Merrill Crowe y control caudal

- Se enciende la bomba del tanque de solución rica, TK-C601 y se establece un caudal de solución en la mitad de la escala del flujómetro que está después de la bomba, regulando adecuadamente la válvula de paso de solución rica.
- Se verifica que la solución rica entra y sale del filtro de arena, si esto no ocurriese o el caudal de salida de la solución rica fuera muy pequeño será un indicio de que el filtro de arena se ha saturado, como ocurre cuando las soluciones ricas tienen presencia de arcillas que no fueron retenidas en el filtro prensa 1. Para solucionar este inconveniente se debe realizar el procedimiento de lavado del filtro arena.

Control de la torre desoxigenadora

La solución rica empieza a llenar la torre desoxigenadora por su parte inferior. Se deja que suba el nivel hasta que llegue a la ventana de visión de la torre desoxigenadora. Para mantener la operación estable de la torre desoxigenadora se mantiene el nivel de la solución rica a la mitad del visor.

Cuando se llena la torre desoxigenadora por arriba de este nivel los sensores de la torre hacen que se apague la bomba del tanque de solución rica, y se debe esperar a que la bomba de la torre desoxigenadora extraiga la solución en exceso de la torre, para que se vuelva a iniciar el envío de solución desde el tanque de solución rica a la torre desoxigenadora.

La bomba del tanque de solución rica no se vuelve a encender cuando la torre desoxigenadora alcanza nuevamente su nivel normal de operación, por tanto se debe estar pendiente del momento en que el nivel esté en la mitad de la ventana para dar inicio a la operación de la bomba.

Para mantener el nivel de la solución en la mitad de la ventana de la torre desoxigenadora se deben controlar los caudales de solución en:

- Válvula de entrada de solución rica a la torre desoxigenadora.
- Válvula de recirculación de la bomba de la torre desoxigenadora.

Estas dos válvulas permiten la entrada de solución a la torre desoxigenadora, por tanto se debe controlar su operación, haciendo que el volumen de solución de entrada sea igual al volumen de salida.

Seguimiento de control al proceso

El proceso de precipitación comienza a ser ineficiente cuando se ha agotado el zinc en polvo, cuando hay presencia de oxígeno en la solución rica debido a una operación irregular de la torre desoxigenadora o cuando hay fuga de zinc desde el filtro prensa 2 hacia el tanque de solución pobre. El seguimiento del proceso Merrill Crowe se realiza determinando las concentraciones de oro presentes en la solución antes y después del proceso. Un proceso eficiente de Merrill Crowe no debe mostrar la presencia de oro en la solución pobre.

Diagrama de flujo para la recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo

En la figura 7.11 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de recuperación de oro mediante precipitación con zinc en polvo (proceso Merrill Crowe) en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

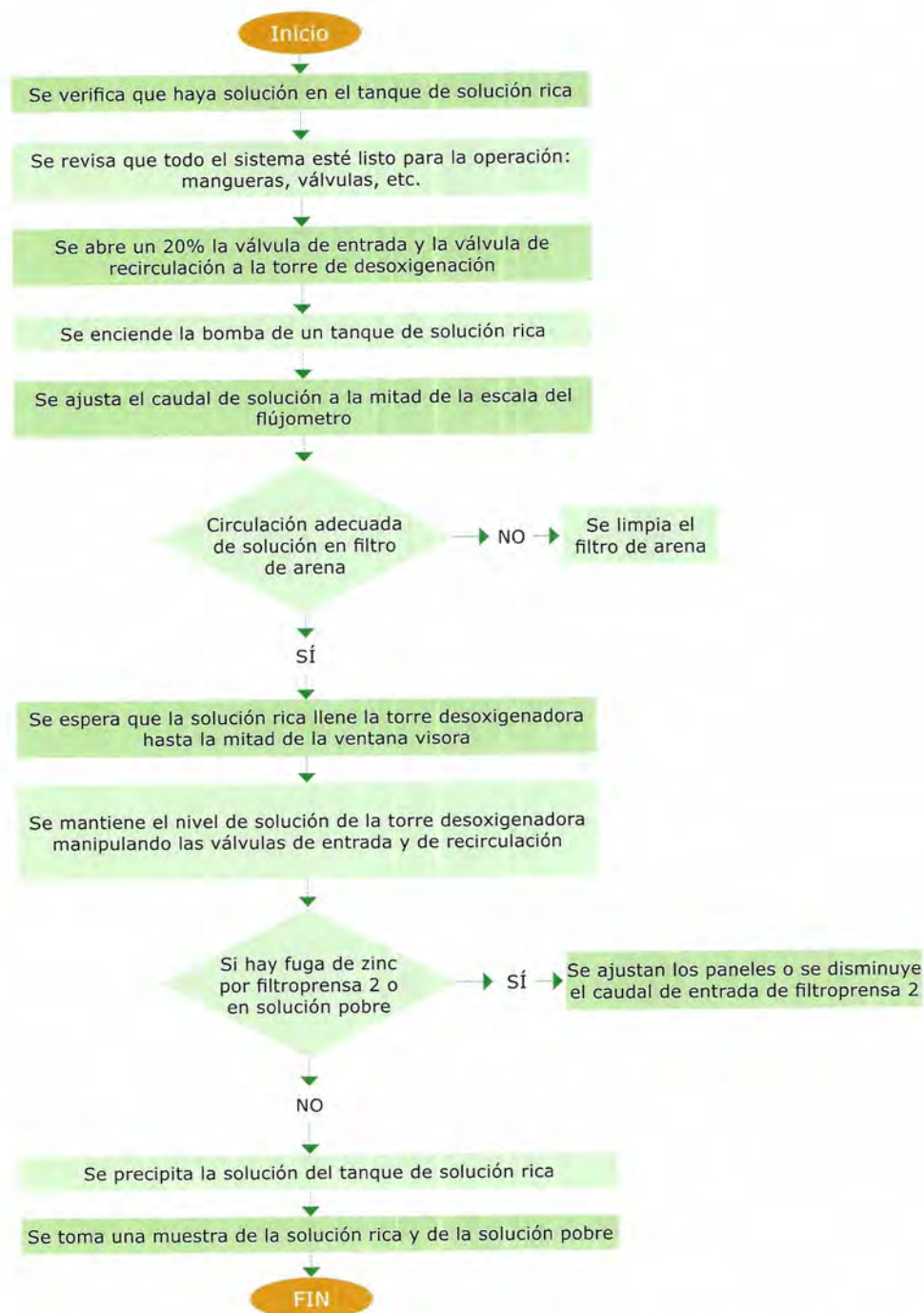


Figura 7.11. Diagrama de procedimiento para la operación de la unidad de Recuperación de oro mediante precipitación con Zinc en polvo (proceso Merrill Crowe).

Adsorción de oro sobre carbón activado

Para el proceso CIP

En la figura 7.12 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIP, en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

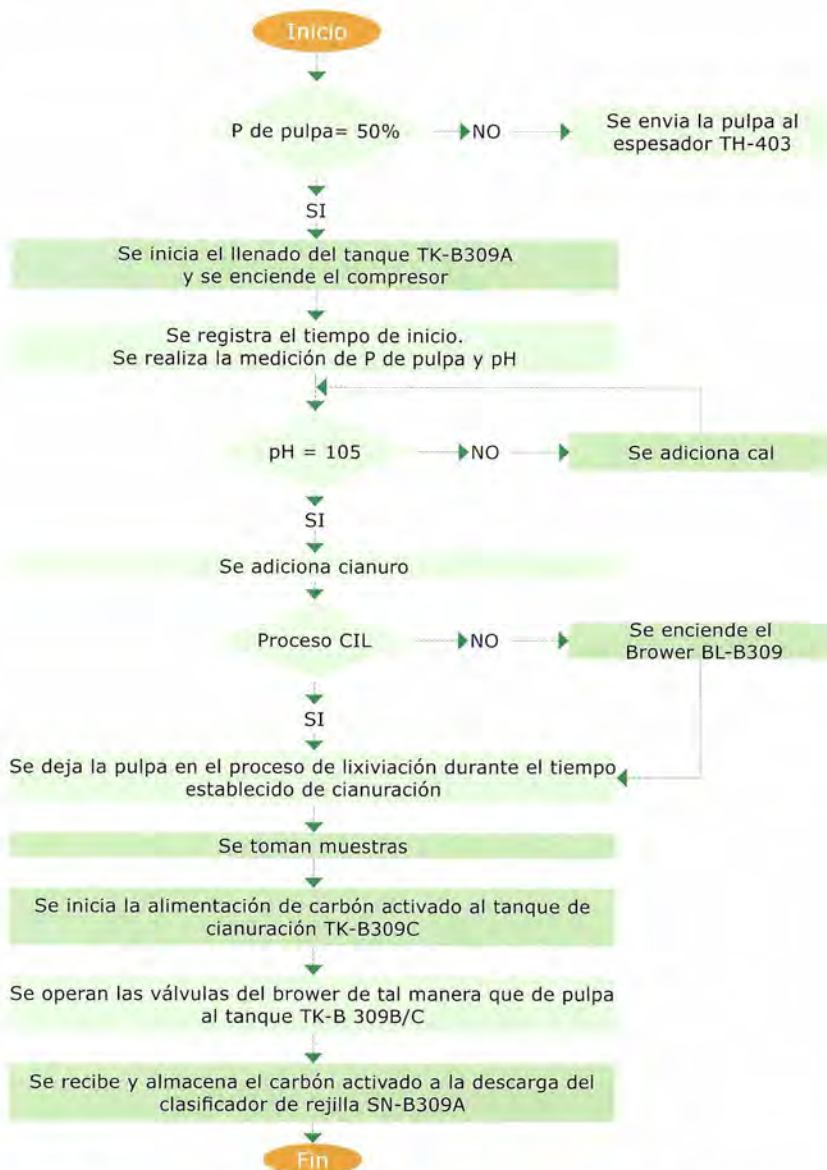


Figura 7.12. Diagrama de procedimiento para la operación de la unidad de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIP.

Para el proceso CIL

En la figura 7.13 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIL, en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

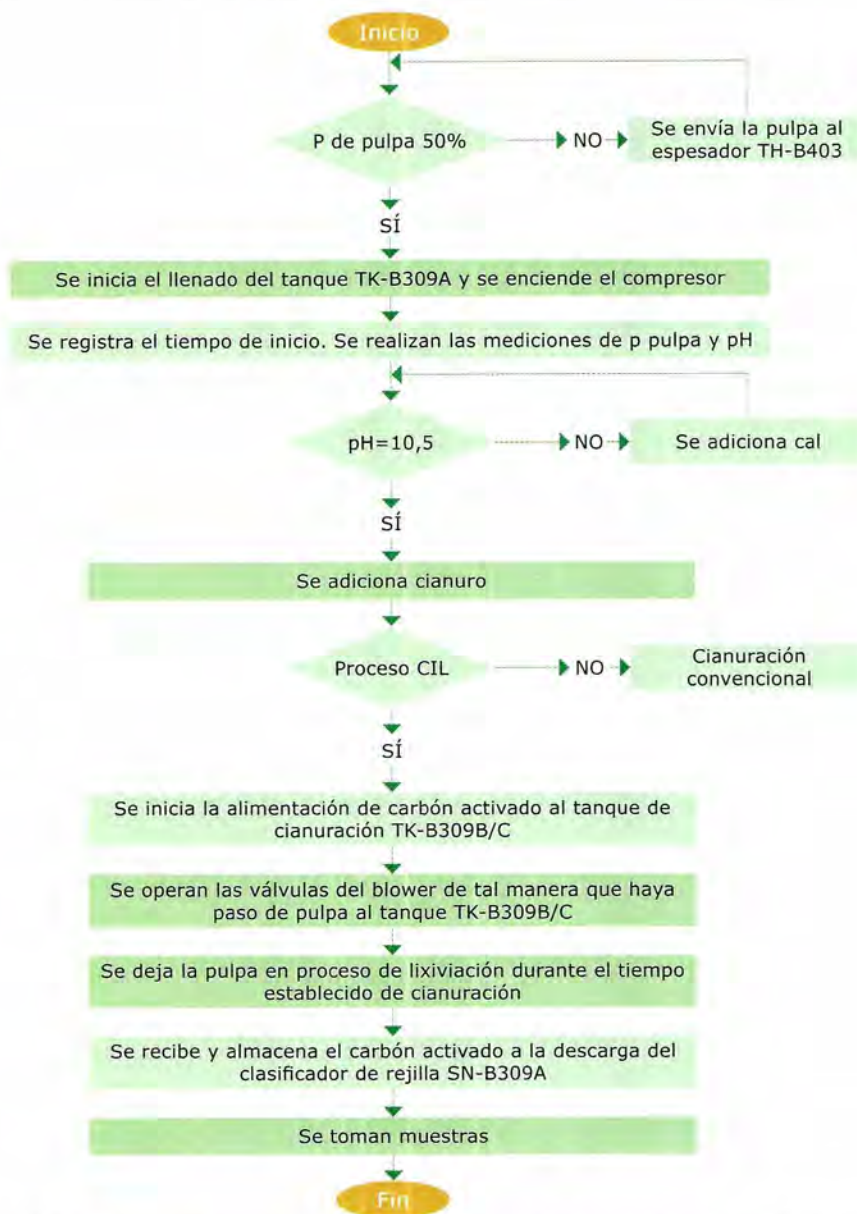


Figura 7.13. Diagrama de procedimiento para la operación de la unidad de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIL.

Para el proceso CIC

En la figura 7.14 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIC, en la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

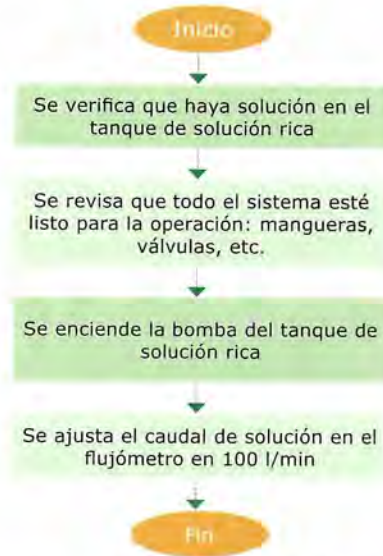


Figura 7.14. Diagrama de procedimiento para la operación de la unidad de adsorción de oro sobre carbón activado utilizando el proceso CIC.



Figura 8.1. Unidad de tratamiento de la pulpa residual del proceso de beneficio.

Fundamentos teóricos

La planta de prueba para el procesamiento de minerales posee una unidad de tratamiento de residuos (Unidad E) en donde se neutraliza el cianuro mediante la adición de hipoclorito. Este proceso se conoce como el método de cloro-álcali.

Al reactor de tratamiento TK-C502 son enviados los residuos sólidos del filtro prensa 1 FP-C501, provenientes de la pulpa lixiviada y la solución pobre luego del proceso de recuperación del oro (Precipitación con proceso Merrill Crowe-absorción sobre carbón activado), para neutralizar sus contenidos de cianuro.

El proceso consiste en descomponer el CN^- en CO_2 y N_2 mediante reacciones químicas de óxido-reducción.

Método cloro-álcali para la neutralización de cianuro

Este método de neutralización de cianuro se realiza en dos etapas, en las cuales se adiciona cloro, en forma de hipoclorito de sodio, primero en un pH alcalino y luego en un pH neutro. El control de la adición del hipoclorito de sodio se realiza haciendo seguimiento a la medición del ORP (potencial de óxido-reducción).

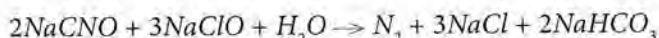
Primera reacción

Formación de cianato de sodio en medio básico ($\text{pH} > 10$) y ORP de 300-350 mV.

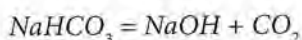


Segunda reacción

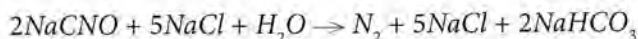
Formación de bicarbonato de sodio en medio neutro ($\text{pH} = 7-8$) y ORP de 600-650 mV.



y el bicarbonato se disocia en medio acuoso según la reacción



Las reacciones primera y segunda dan como resultado la reacción global de neutralización de cianuro



Objetivos

General

Disminuir los contenidos de cianuro presentes en los residuos sólidos provenientes del filtro prensa 1 y en la solución pobre luego de los tratamientos de recuperación de oro, mediante los procesos de Merrill Crowe y absorción sobre carbón activado, hasta los valores límites permisibles establecidos en la legislación ambiental colombiana.

Específicos

- Enviar al ambiente soluciones tratadas que cumplan los requerimientos ambientales en cuanto a concentración de cianuro y pH.
- Controlar el suministro de reactivos al proceso de tal forma que se disminuyan las concentraciones de cianuro hasta el límite permisible según la legislación ambiental colombiana y se obtenga un proceso de tratamiento económicamente viable.

Equipos

El proceso de tratamiento de los residuos generados en la planta de prueba se realiza en la unidad de proceso E, de las seis unidades que componen la planta de prueba para el procesamiento de minerales.

La unidad de tratamiento de residuos está compuesta por los siguientes equipos:

- Filtroprensa 1, FP-C501.
- Filtroprensa 3, FP-C513.
- Reactor de tratamiento TK-C502.
- Electrodos sensores de ORP y pH.
- Agitador del tanque de tratamiento AG-C502.
- Bomba del tanque de tratamiento PU-C502.
- Tanque de NaOCl, TK-C503.
- Bomba del tanque de NaOCl, MP-C503.
- Tanque de H_2SO_4 , TK-C504.
- Bomba del tanque de H_2SO_4 , MP-C504.
- Tanque de NaOH, TK-C505.
- Bomba del tanque de NaOH, MP-C505.
- Tanque de floculante, TK-C506.
- Bomba del tanque de floculante, MP-C506.
- Agitador de químicos, AG-C503.
- Tanque de acumulación de soluciones tratadas.

En la figura 8.2 se muestran los equipos que componen la unidad de tratamiento de residuos sólidos. En la figura 8.3 se muestran los tanques de acumulación de soluciones que son utilizados en la unidad de tratamiento de residuos en la planta de prueba.

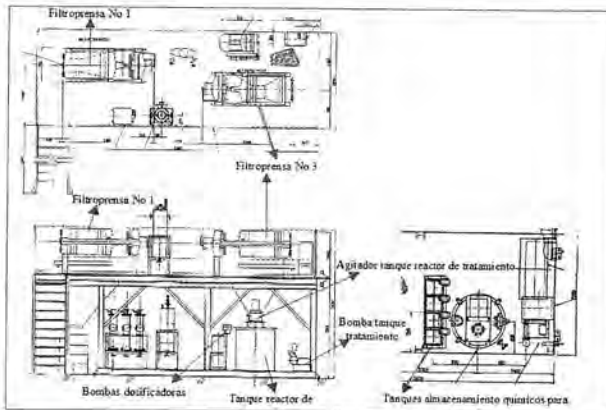


Figura 8.2. Equipos que componen la unidad de tratamiento de residuos.

Insumos

El proceso de tratamiento de residuos requiere de los siguientes insumos: energía eléctrica, agua, hipoclorito de sodio, ácido sulfúrico, hidróxido de sodio, sulfato ferroso.

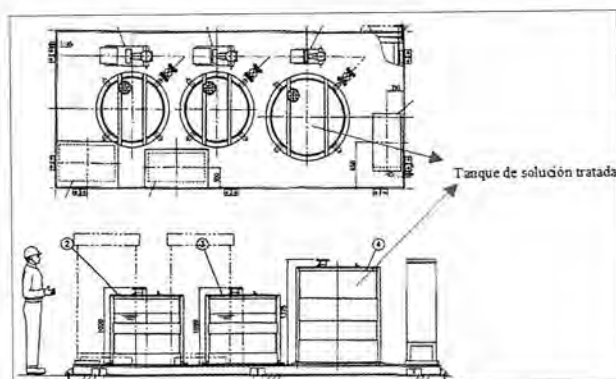


Figura 8.3. Tanques de acumulación de soluciones.

Operación de los equipos que componen la unidad de tratamiento de residuos

Filtroprensa FP-C501

En este filtroprensa se separa la pulpa lixiviada proveniente del tanque de pulpa TK-B310 en dos corrientes del proceso: residuos sólidos, que se envían al tratamiento de residuos y solución rica TK-C601 que se envía al tanque de solución rica TK-C601. La operación de este equipo se encuentra en el manual de operación de la unidad de filtración.

Filtroprensa FP-C513

En este filtroprensa se separa la pulpa tratada en el tanque de reacción TK-C502 en dos corrientes del proceso: residuos sólidos tratados, que se envían al patio de colas y la solución tratada que se envía al tanque de solución tratada TK-C603. La operación de este equipo se encuentra en la manual de operación de la unidad de filtración.

Tanque reactor de tratamiento TK-C502

En este reactor se convierte nuevamente a pulpa los sólidos de las colas de cianuración con la solución pobre y en él se realiza la descomposición del cianuro y el ajuste del pH a los residuos para poder enviarlos al ambiente.

En la figura 8.4, se muestra el tanque reactor de tratamiento, TK-C502.

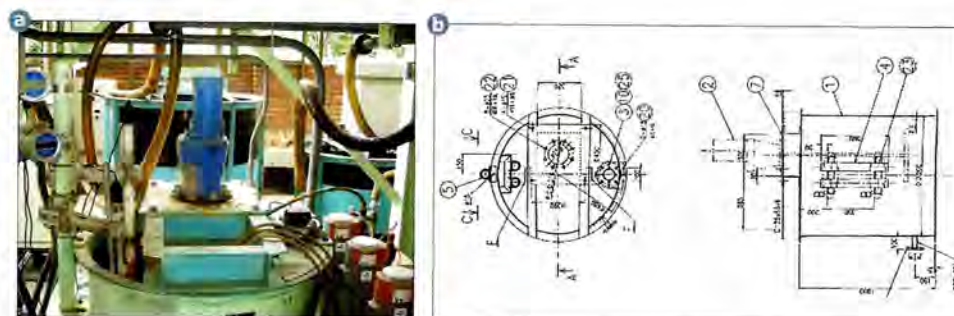


Figura 8.4. a. Tanque reactor de tratamiento TK-C502.

Para la realización del tratamiento de los residuos se alimentan al tanque reactor de tratamiento TK-C502, los sólidos provenientes del filtroprensa FP-C501 y la solución pobre proveniente del tanque de solución pobre TK-C602. Previamente se ha encendido el agitador del tanque reactor de tratamiento para mezclar los sólidos y el líquido y obtener una pulpa homogénea. A continuación se adicionan los reactivos químicos para neutralizar las concentraciones de cianuro presentes en la pulpa y ajustar el pH a un valor neutro. La pulpa tratada es extraída del tanque reactor de tratamiento mediante la bomba del tanque reactor de tratamiento PU-C502, y es enviada al filtroprensa 3, FP-C513.

Operación

- Se alimenta solución pobre desde el tanque de solución pobre TK-C602 hasta aproximadamente la mitad de su capacidad, para esto se enciende la bomba del tanque de solución pobre PU-C602. La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *run* de la PU-C602 en el panel de control de la unidad F, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se inicia la operación del agitador del tanque reactor de tratamiento AG-C502.
- El agitador inicia su operación oprimiendo el botón *run* de la AG-C502 en el panel de control de la unidad E, y se detiene oprimiendo el botón *stop*. El agitador no funciona cuando el nivel del tanque está por debajo del límite mínimo de los sensores del tanque.
- Se alimentan los residuos sólidos provenientes del filtroprensa 1 FP-C501 (ver operación de vaciado del filtroprensa 1, FP-C501 en el *Manual de operación de la unidad de filtración*). Al finalizar esta operación el tanque debe alcanzar su volumen máximo de operación. Si esté volumen máximo es superado sonará una alarma indicando que el tanque está sobrepasando su nivel de operación y la alimentación de residuos sólidos debe ser suspendida.

Nota. El proceso de tratamiento de residuos sólidos en la planta de prueba para el procesamiento de minerales se puede realizar en modo manual o en modo automático.

Operación automática del tanque reactor de tratamiento

Oprimiendo el interruptor *aut* en el panel de control de la unidad E, el tanque de tratamiento operará automáticamente según el siguiente procedimiento:

- La bomba de NaOH, MP-C505 cambia de *on/off* según el valor de pH (pH 10) establecido para el tanque de tratamiento.
- La bomba de NaOCl, MP-C503 cambia de *on/off* según el valor de ORP (ORP 350 mV) establecido para el tanque de tratamiento.
- Cuando se alcanzan los valores establecidos de pH y ORP el temporizador (T1) empieza a contabilizar el tiempo que se le ha programado.
- La bomba de ácido sulfúrico, MP-C504 cambia de *on/off* según el valor de pH (pH 8.0) establecido para el tanque de tratamiento.
- La bomba de NaOCl, MP-C503 cambia de *on/off* según el valor de ORP (ORP 650 mV) establecido para el tanque de tratamiento.
- Cuando se alcanzan los valores establecidos de pH y ORP el temporizador (T2) empieza a contabilizar el tiempo que se le ha programado.
- Luego, la bomba del tanque de floculante MP-C506 opera para el tiempo establecido en el temporizador (T3).
- Después del tiempo establecido en el temporizador (T3), suena una alarma avisando que el tratamiento ha terminado.

Tratamiento con sulfato ferroso

Para disminuir las concentraciones de cianuro hasta los valores límites permisibles de la legislación ambiental colombiana, se realiza un tratamiento con sulfato ferroso, posterior al tratamiento de cloro-álcali:

- De modo manual se opera la bomba del ácido sulfúrico MP-C504, para llevar el pH hasta un valor de 6.
- Se programa de modo automático la bomba MP-C506 para que adicione sulfato ferroso hasta llevar el valor de ORP a menos de 100 mV.
- Se deja en agitación la pulpa bajo estas condiciones durante el tiempo que se haya estimado para finalizar el tratamiento (En lo posible hasta el día siguiente).
- Se ajusta el pH de la pulpa hasta un valor de 7,5, operando la bomba de NaOH, MP-C505, en modo automático.
- Se inicia la operación de la bomba del tanque reactor de tratamiento, PUC502, para enviar la pulpa tratada al filtro prensa, FP-C513. Esta bomba inicia su

operación oprimiendo el botón *run* de la AG-C502 en el panel de control de la unidad E, y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

El agitador no funciona cuando el nivel del tanque está por debajo del límite mínimo de los sensores del tanque.

Agitador del tanque de tratamiento AG-C502

Este equipo agita el contenido del tanque reactor de tratamiento.

El agitador inicia su operación cuando se oprime el botón *start* del AGC502 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*. El agitador no funciona cuando el nivel del tanque está por debajo del límite mínimo.

Bomba del tanque reactor de tratamiento PU-C502

Esta bomba envía la pulpa desde el tanque de tratamiento hacia el filtro prensa FP-C513. En la figura 8.5, se muestra un esquema de la bomba del tanque reactor de tratamiento.

La bomba del tanque reactor de tratamiento; PU-C502, es una bomba de diafragma con un regulador de presión automático hidráulico de tipo pistón horizontal. La bomba consiste básicamente de un mecanismo hidráulico que utiliza aceite y un pistón para aplicar presión a una cámara en donde se encuentra el diafragma de la bomba. Cuando el pistón va hacia atrás, una válvula esférica se abre para permitir la succión de la pulpa y cuando el pistón se mueve hacia adelante presiona al diafragma de tal forma que la válvula de entrada se cierra y otra válvula esférica se abre para permitir la salida de la pulpa.

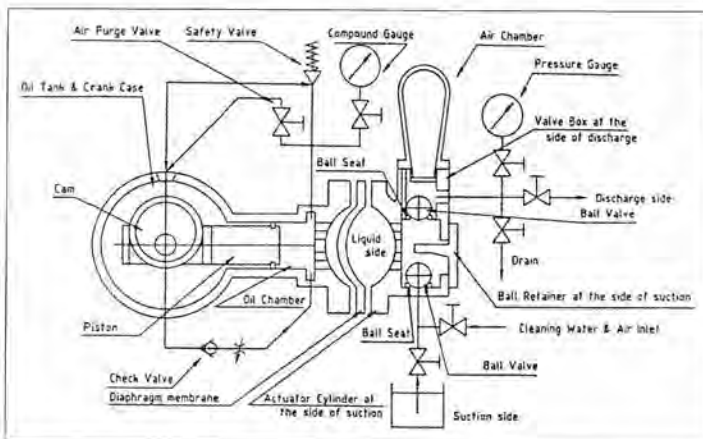


Figura 8.5. Bomba del tanque reactor de tratamiento.

Operación

- Se verifica que las mangueras que llevan la pulpa desde la bomba del tanque reactor de tratamiento, PU-C502, hasta el filtro prensa FP-C513, estén disponibles para la operación.
- La bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *start* del PU-C502 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.
- Se cerciora que la pulpa esté siendo enviada hacia el filtro prensa FP-C513, observando en la manguera de entrada del filtro prensa.
- La bomba del tanque reactor de tratamiento se detiene automáticamente por dos motivos:
 - Que el filtro prensa FP-C513, se haya saturado.
 - Que el nivel del tanque reactor de tratamiento haya llegado al límite mínimo, punto en el cual los sensores de nivel del tanque detendrán la operación de la bomba y el agitador del tanque reactor de tratamiento.

Tanque de NaOCl TK-C503

Este tanque almacena el NaOCl (figuras 8.6 y 8.7).

Operación

- Al iniciar el tratamiento de los residuos se verifica que el tanque se encuentre lleno de hipoclorito de sodio.
- La bomba del tanque de hipoclorito enviará este reactivo hasta el tanque reactor de tratamiento.

Nota. Hay que estar pendiente del consumo de NaOCl, para adicionar más hipoclorito al tratamiento de residuos, si es necesario.



Figura 8.6. Tanques de almacenamiento de reactivos químicos para tratamiento de residuos (NaOH, H₂SO₄, NaOCl, floculante.)

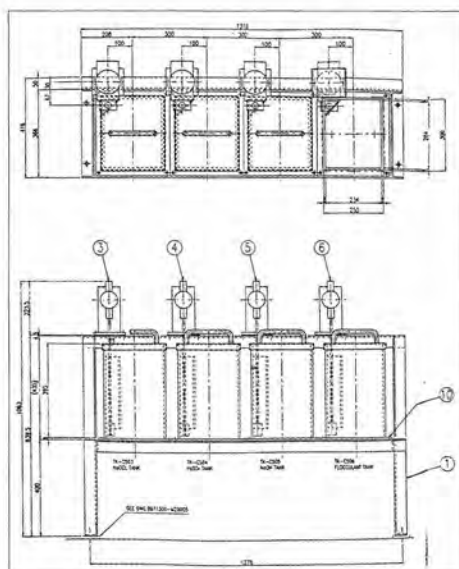


Figura 8.7. Esquema de los tanques de almacenamiento de reactivos químicos.

Bomba del tanque NaOCl, MP-C503

Esta bomba envía el NaOCl al tanque reactor de tratamiento. En las figuras 8.8 y 8.9, se muestra un esquema de la bomba del tanque de NaOCl.



Figura 8.8. Bomba de los tanques de NaOH, H₂SO₄, NaOCl, floculante.

La bomba MP-C503 opera mediante un mecanismo excéntrico que convierte la operación de rotación del motor en un movimiento reciprocante que acciona un diafragma, cuyos movimientos hacia atrás y hacia delante succionan y expulsan el líquido a bombear.

Operación

En modo manual. Esta bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *run* del MP-C503 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

En modo automático. Cuando el tratamiento de los residuos se hace de manera automática la operación de la bomba se realiza según el programa establecido para la adición de NaOCl.

Tanque de H_2SO_4 : TK-C504

Este tanque almacena el ácido sulfúrico. Este tanque es igual al mostrado en las figuras 8.6 y 8.7.

Operación

- Al iniciar el tratamiento de los residuos se verifica que el tanque se encuentre lleno de ácido sulfúrico.
- La bomba del tanque de ácido sulfúrico enviará este reactivo hasta el tanque reactor de tratamiento.
- Hay que estar pendiente del consumo de H_2SO_4 , para adicionar más ácido sulfúrico al tratamiento de residuos, si es necesario.

Bomba del tanque de H_2SO_4 : MP-C504

Esta bomba envía el H_2SO_4 al tanque de tratamiento. Esta bomba es igual a la mostrada en las figuras 8.8 y 8.9.

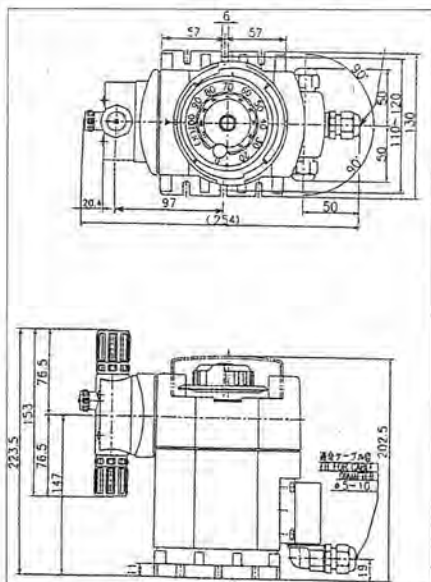


Figura 8.9. Esquema de la bomba de los tanques de almacenamiento.

Operación

En modo manual. Esta bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *run* del MP-C503 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

En modo automático. Cuando el tratamiento de los residuos se hace de manera automática la operación de la bomba se realiza según el programa establecido para la adición de H_2SO_4 .

La bomba inicia su operación oprimiendo el botón *on* del MP-C504 en el panel de control de la unidad E, y se detiene oprimiendo el botón *off*.

Tanque de NaOH, TK-C505

Este tanque almacena Hidróxido de sodio. Este tanque es igual al mostrado en las figuras 8.6 y 8.7.

Operación

- Al iniciar el tratamiento de los residuos se verifica que el tanque se encuentre lleno de hidróxido de sodio.
- La bomba del tanque de hidróxido de sodio enviará este reactivo hasta el tanque reactor de tratamiento.
- Hay que estar pendiente del consumo de NaOH, para adicionar más hidróxido de sodio al tratamiento de residuos, si es necesario.

Bomba del tanque de NaOH: MP-C505

Esta bomba envía el hidróxido de sodio al tanque de tratamiento. Esta bomba es igual a la mostrada en las figuras 8.8 y 8.9.

Operación

En modo manual. Esta bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *run* del MP-C504 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

En modo automático. Cuando el tratamiento de los residuos se hace de manera automática la operación de la bomba se realiza según el programa establecido para la adición de NaOH.

Tanque floculante TK-C506

Este tanque almacena el floculante. Este tanque es igual al mostrado en las figuras 8.6 y 8.7.

Operación

- Al iniciar el tratamiento de los residuos se verifica que el tanque se encuentre lleno de floculante.
- La bomba del tanque de floculante enviará este reactivo hasta el tanque reactor de tratamiento.
- Hay que estar pendiente del consumo de floculante, para adicionar más reactivo al tratamiento de residuos, si es necesario.

Bomba del tanque floculante MP-C506

Esta bomba envía floculante al tanque de tratamiento. Esta bomba es igual a la mostrada en las figuras 8.8 y 8.9.

Operación

En modo manual. Esta bomba inicia su operación cuando se oprime el botón *run* del MP-C506 en el panel de control de la unidad E y se detiene oprimiendo el botón *stop*.

En modo automático. Cuando el tratamiento de los residuos se hace de manera automática la operación de la bomba se realiza según el programa establecido para la adición de NaOH.

Agitador químico AG-C503

Este agitador es usado para disolver el NaOCl, ácido sulfúrico, NaOH y el floculante. En la figura 8.10 se muestra el agitador químico.

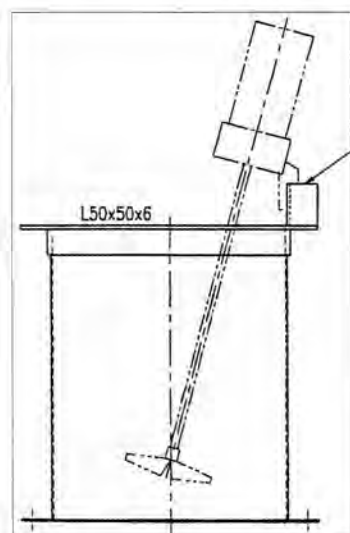


Figura 8.10. Agitador químico.

de control de la unidad F, y se detiene oprimiendo el botón *stop*. Esta bomba se detiene automáticamente cuando el nivel del tanque de solución pobre desciende hasta el límite mínimo. La bomba no funciona mientras el nivel del tanque esté por debajo del nivel mínimo de solución.

- Se verifica que la solución tratada esté siendo descargada al canal de soluciones tratadas.
- Cuando termine la operación de vaciado se cierra la válvula de salida del tanque de solución tratada.

Operación de la unidad de tratamiento de residuos

- Se confirma el estado de los filtro prensa FP-C501 y FP-C513, se realiza el vaciado de los filtro prensa si es necesario.
- Se envía la solución pobre desde el tanque de solución pobre hasta el tanque reactor de tratamiento. Se verifica el paso de la solución y se llena hasta la mitad de la capacidad de su volumen.
- Se inicia la operación del agitador del tanque reactor de tratamiento para que se inicie la homogeneización de la pulpa.
- Se adicionan los sólidos contenidos en el filtro prensa FP-C501 al tanque reactor de tratamiento. Se agita durante 10 minutos y se asegura la homogeneización de la pulpa. En este paso se recomienda confirmar la cantidad de sólido que se adiciona y evitar un exceso que puede afectar posteriormente la eficiencia de separación en el filtro prensa FP-C513.
- Se registra en el formato de la prueba las condiciones de operación y se inicia el tratamiento de la pulpa operando el panel de control en modo automático.
- Durante esta etapa se lleva a cabo la primera y segunda reacción con la adición del hipoclorito de sodio hasta disminuir las concentraciones de cianuro a valores cercanos a 20-50 mg/L dependiendo de su concentración inicial.
- Se verifica y controla que se estén cumpliendo las condiciones de operación establecidas como los valores de pH, ORP, los tiempos T1 y T2, volumen de las bombas y las novedades que haya que registrar.
- Se ajusta el pH con la adición de H_2SO_4 en cantidades de 0,5 a 1 litro hasta lograr bajar el valor de pH hasta 6. Se adiciona solución de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ utilizando el panel de control en modo manual y ajustando el potencial de oxido reducción hasta valores inferiores a 100 mV. En esta etapa se consigue continuar la descomposición del cianuro a concentraciones menores de 3 mg/L de cianuro.
- Una vez termina el tratamiento de la pulpa en el tanque reactor, se pasa esta pulpa por el filtro prensa FP-C513. En esta etapa se descarga completamente el tanque hasta que suene la alarma que indica que el tanque ha llegado a su nivel inferior.

- Se retiran los sólidos contenidos en el filtro prensa FP-C513 a una caneca de recolección de residuos.
- Se analizan las concentraciones de cianuro de las diferentes muestras tomadas durante el tratamiento, mediante el método de destilación y detección por electrodo de ión selectivo.
- Se registra el volumen de pulpa en el tanque rector de tratamiento antes y después del tratamiento, se registra la densidad de pulpa, el consumo de reactivos y de agua del acueducto. Con estos datos y el registro de los tiempos utilizados en cada etapa se evalúan los costos del tratamiento.

Diagrama de flujo

En la figura 8.12 se describe el diagrama de flujo para el tratamiento de residuos de la planta piloto.

Cálculos

Preparación de la solución de ácido sulfúrico

La solución de ácido sulfúrico que se utiliza es al 10%.

Preparación de la solución de hidróxido de sodio

La solución de hidróxido de sodio que se utiliza es al 10%.

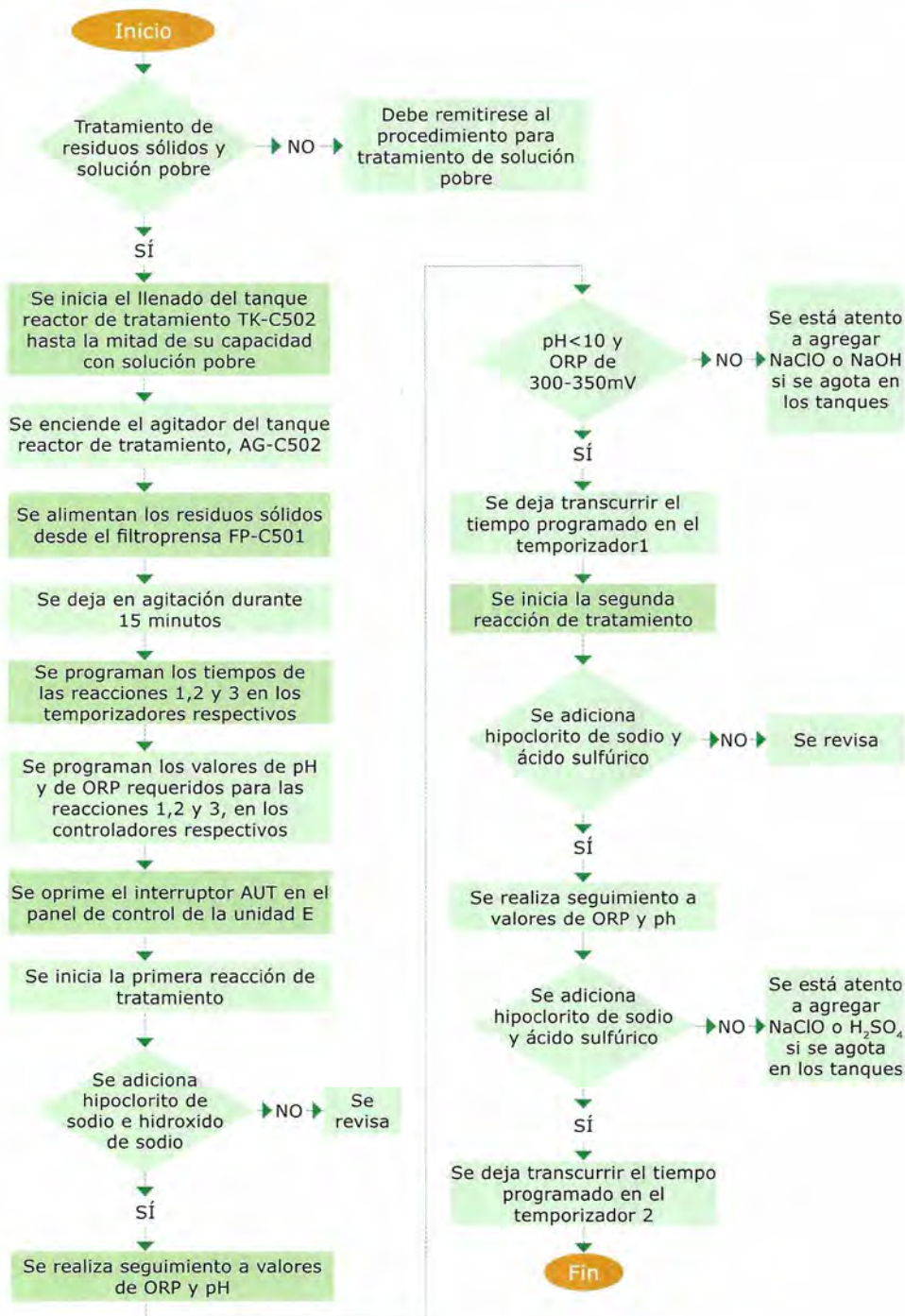


Figura 8.12. Protocolo para el tratamiento de residuos de la planta piloto.

Bibliografía

- Alcalá, E. B. Corrales, A. F. & Beltrán, A. (n.d.). Capacitación de mineros en escuela minera de chiripujio.
- Alfaro, M. A. (2003). *Introducción al muestreo minero*. Santiago de Chile: Instituto de Ingenieros de Minas de Chile.
- Álvarez, J. (1986). Exploración y prospección de placeres. En el I Taller Latinoamericano sobre Exploración y Explotación de Oro Aluvial. Medellín, Colombia, p. 56.
- American Standard Testing Methods. (1986). *Form of sulfur in coal*. Technical report. American Standard Testing Methods, D2492-84.
- American Standard Testing Methods. (1991). *Form of sulfur in coal*. Technical Report. American Standard Testing Methods.
- American Standards Worldwide. (1987). Standard test method for density (specific gravity) of solid pitch (pycnometer method). In: *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 4. ASTM, D 2320-87.
- Annels, A. E. (1991). *Mineral deposit evaluation: a practical approach*. London: Chapman & Hall.
- Arias, M. (1998). *Recuperación electroquímica de oro a partir de soluciones del proceso extractivo de un mineral aurífero*. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle.
- ASTM International-Standards, A. B. (1991a), *Norma D 2972*, 11(01). American Society for Testing and Materials.
- ASTM International-Standards Worldwide. (1991b). *Water (I)*, 11(01). ASTM. Normas D3370 y D3359.
- ASTM International-Standards Worldwide. (1991c). *Water (I) y (II)*, 11(01 y 02). ASTM. Normas D3223.
- Aubrey, W. M. & Stone, R. L. (2007). Laboratory testing for gravity concentration circuit design. Technical Report, SME.
- Azegami, K. (s.f.). *Fundamentos de las técnicas analíticas e instrumentación química*, Centro de Investigación para la Prevención de la Contaminación Ambiental Minera Industrial de la República de Argentina, Argentina. Convenio JICA, Japón y CIPCAMI, Argentina.
- Barnes, H. L. (1979). *Geochemistry of hydrothermal ore deposits*. New York: John Wiley & Sons.
- Barraza, L. & Menco, J. (2000). *Beneficio de minerales*, vol. II. Editorial Copyclase.

- Bautista, F. (2004). *Técnicas de muestreo para manejadores de recursos naturales*. México: Instituto Nacional de Ecología. Consultado en www.ine.gob.mx/ueajei/publicaciones/libros/459/cap3.html.
- Berenson, M. & Levine, D. (2005). *Estadística para administración*. México: Alhambra.
- Botz, M. M. (2001). Overview of cyanide treatment methods. Mining environmental management. *Mining Journal Ltd.*, 28-30.
- Boyle, R. W. (1979). The geochemistry of gold and its deposits. *Bulletin of the Geological Survey of Canada*, 280, 583.
- Brindley, G. W. & Brown, G. (1980). *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification*. London: Mineralogical Society.
- Bugbee, E. (1981). *A textbook of ore assaying*. Golden: Colorado School of Mines Press.
- Concha, H. I. (2007). *Estudio de la concentración gravimétrica de un mineral en un IIG de laboratorio*. Cali: Universidad del Valle-Ingeominas.
- Corporation, S. (1995). *Manual de operación y mantenimiento del espectrómetro de absorción atómica AA-660*.
- Craig, J. & Vaughan, D. (1981). *Ore microscopy and ore petrography*. New York: John Wiley & Sons.
- Dionex. (1998a). Direct determination of cyanide in strongly alkaline solutions. Applicable to distillation methods for determination of total cyanide in water. Technical Report. Dionex Corporation. Application Update 107.
- Dionex. (1998b). *Determination of nitrate and sulfate collected on air filters*. Technical Report. Dionex Corporation. Application Note 2.
- Dionex. (1999). Determination of inorganic anions. In *Drinking water by Ion Chromatography*. Technical Report. Dionex Corporation. Application Note 133.
- Duran, A. (1958). Ensayes al fuego. En: Conferencias sobre metalurgia general. Medellín: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas.
- Edwards, R. & Atkinson, K. (1986). *Ore deposit geology*. London: Chapman and Hall.
- EPA. (1994). Gold Placers. In: Technical Resource Document. *Extraction and Beneficiation of Ores and Minerals*, 6. Environmental Protection Agency Office of Solid Waste Special Waste Branch. Washington.
- Español, S. (1997). Aspectos históricos, medioambientales y salud humana. En: *Curso Internacional. El mercurio en la minería del oro: hacia una correcta gestión sanitaria y medio ambiental*. Pasto, Colombia: CORPONARIÑO, pp. 2-16.
- Esparta, M. L. (1995). *Programa de aseguramiento de la calidad analítica en laboratorios ambientales del CEPIS*. Lima: Cooperación Técnica en Saneamiento Ambiental Básico (CEPIS).
- Evans, A. (1993). *Ore geology and industrial minerals: an introduction*. 3rd edition. Oxford: Blackwell Science.
- Geankoplis, C. (1998). *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. 3.ª edición. México: Editorial Continental.
- George, P. (1999). Seminario Taller Sobre Tecnologías Limpias en la Recuperación de Oro. Convenio Canadá-Colombia.
- Gómez, J. E. (2003). *Recuperación electroquímica de oro a partir de soluciones del proceso extractivo de un mineral aurífero*. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle.

- Gonzaga, L. (1994). *Tecnología actual de los procesos de recuperación de oro y plata*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander-Colciencias.
- González, M. D. C. (1996). *Manual de manejo de espectrómetro de fluorescencia de rayos X marca Rigaku 1000*. Santiago de Cali: Ingeominas, Centro Operativo Regional Cali
- Guilbert, J. M. & Park, C. F. (1986). *The geology of ore deposits*. New York: W. H. Freeman & Co.
- Gutiérrez, H. M. (1996). Informe final y tratamiento de residuos líquidos, Technical Report. Cali: Ingeominas, Laboratorio de química, Unidad Operativa Cali.
- Habashi, F. (1966). Minerals beneficiation-the theory of cyanidation. In: *AIME Transactions*, p. 4.
- Habashi, F. (1967). Kinetics and mechanism of gold and silver dissolution in cyanide solution. *State Montana Bureau Mines Geology*, 59.
- Habashi, F. (1979). *Principles of extractive metallurgy*. New York: Plenum Press.
- Habashi, F. (1996). Minerals beneficiation-the theory of cyanidation. In: *AIME Transactions*, p. 4.
- Hall, S. H. (1979). A Rapid Method for Gold Extraction Using MIBK. *Atomic Absorption Newsletter*, 6(18), 126.
- Hedenquist, J. W. (1987). Mineralization associated with volcanic-related hydrothermal systems in the circum pacific basin. In: E. Horn (ed.). 4th Circum Pacific Energy and Mineral Resources Conference. *American Association of Petroleum Geologists*, 513-524. Singapore.
- Hedenquist, J. W. (1996). Hydrothermal processes and metallogenesis. *Applied Geoscienc. The Geological Society*.
- Hedenquist, J. W., Izawa, E., Arribas, A. & White, N. C. (1996). Epithermal gold deposits: styles, characteristics and exploration. *Resource Geology*. Special Publication, 1, 16.
- Heinrich, E. W. (1965). *Microscopic identificación of minerals*. New York: McGraw Hill.
- Henley, K. J. (1975). Gold ore mineralogy and its relation to metallurgical treatment. *Minerals Science and Engineering*, 7(4), 289-312.
- Higueras, P. & Oyarzun, R. (n.d.). *Un manual on-line de recursos minerales*. Madrid: Universidad Complutense de Madrid. Consultado en <http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/marco-nuevo.htm>
- Hillebrand, W. F. & Lundell, G. E. (1953). *Applied inorganic analysis with special reference to the analysis of metals, minerals and rocks*. 2nd edition. New York: John Wiley & Sons.
- Hurlbut, J. R., Cornelius, S. & Klein, C. (1982). *Manual de mineralogía de Dana*. 3.ª edición. Barcelona: Reverté.
- Hurtado, C. I. (1997). *Determinación de arsénico en aguas superficiales por espectroscopia de absorción atómica acoplado un generador de hidruro*. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle, Facultad de Ciencias, Departamento de Química.
- ICONTEC (2001). *Guía para las pequeñas empresas*. Bogotá: ICONTEC. ISO 9000:2000
- Ineson, P. R. (1989). *Introduction to practical ore microscopy*. London: Jhon Wiley & Sons, Longman.
- Ingeominas. (1996a). *Manual de metodologías de los laboratorios de la unidad operativa Cali*.
- Ingeominas. (1996b). *Manual de procedimientos y protocolos de análisis químico*. Cali: Laboratorio de Química. Unidad operativa Cali

- Ingeominas. (2000). *Técnicas analíticas de los laboratorios de mineralogía, química y metalurgia de la Unidad Operativa Regional Cali*. Cali: Ingeominas.
- Ingeominas. (2002). *Manual de operación de la planta de procesamiento de minerales. Descripción general de los equipos de la planta piloto*.
- Ingeominas (2006). *Manual de metodologías de los laboratorios de Ingeominas*. Cali.
- Ingeominas. (2007). *Archivos del laboratorio de metalurgia*. Unidad operativa de Cali.
- Ingeominas (2008a). Hojas de prueba. Technical Report. Cali: Ingeominas, Laboratorio de metalurgia.
- Ingeominas (2008b). Hojas de prueba del laboratorio de metalurgia. Technical Report. Cali: Ingeominas
- Ingeominas (2008c). Manual del equipo JIG.
- Ingeominas-JICA. (2007a). *Memorias Curso de Segundo País*. Cali: Ingeominas.
- Ingeominas-JICA (2007b). *Técnicas de muestreo menas de oro*. Memorias del Curso Procesamiento de Minerales Auríferos y Tratamiento de Aguas Residuales.
- Ingeominas-UPME-MINERCOL. (1994). *Minerales estratégicos para el desarrollo de Colombia*.
- Jensen, M. L. & Bateman, A. M. (1979). *Economic mineral deposits*, 3th edition. New York: John Wiley & Sons.
- JICA. (n.d.). *Procesamiento metalúrgico del oro*. Proyecto: Mejoramiento tecnológico del procesamiento de minerales en la pequeña y mediana minería en Colombia. Cali: Ingeominas-JICA-MINERCOL.
- Kelly, E. G. & Spottiswood, D. J. (1978). *Introducción al procesamiento de minerales*. México: Noriega-Limusa.
- Kelly, E. G. & Spottiswood, D. J. (1990a). *Introducción al procesamiento de minerales*. México: Noriega Editores.
- Kelly, E. G. & Spottiswood, D. J. (1990b). *Introduction to mineral processing*. New York: John Wiley & Sons.
- Kerr, P. (1977). *Optical mineralogy*. 4th edition. New York: McGraw-Hill.
- Khym, J. X. (1975). Analytical ion-exchange procedures in chemistry and biology. *Journal of Chromatography A* 115-2(24), 690.
- Laboratorio de química, Unidad Operativa Cali (1997). *Manual de manejo del espectrofotómetro de absorción atómica, AA-660*. Cali: Ingeominas.
- Laboratorio de química, Unidad Operativa Cali. (2000a). *Manual de procedimientos de operación de equipos instrumentales*. Cali: Ingeominas.
- Laboratorio de química, Unidad Operativa Cali. (2000b). *Manual de procedimientos y protocolos*. Cali: Ingeominas.
- Laboratorio de química, Unidad Operativa Cali. (n.d.). *Manual de instrucciones de planta de tratamiento de aguas residuales de los laboratorios*. Cali: Ingeominas.
- Laplante, A. R. & Spiller, D. E. (2002). Mineral processing plant design, practice, and control. In: *Mineral Processing Plant Design. Control and Practice Conference in Vancouver, British Columbia*, vol. 2.
- Londoño, J. I. (2002). *Estudio comparativo de sistemas de lixiviación de oro en un agregado mineral de difícil cianuración*. Tesis de maestría. Cali: Universidad del Valle.
- Manual de operación de cromatógrafo iónico TOA (2002).

- Manual de operación del purificador de agua MilliQ (2002).
- Manual de operación del registrador de cromatogramas (2002).
- Marsden, J. & House, I. (1992). *The chemistry of gold extraction*. New York: Ellis Horwood Limited.
- Matamoras, Z. & Vargas, O. (1994). *Manual de procedimientos y protocolos de análisis de minerales*. Bogotá: Ingeominas.
- McCabe, W. L. & Smith, J. C. (1975). *Operaciones básicas de ingeniería química*. Barcelona: Reverté.
- McIntyre, A. & Plitt, L. R. (1980). The interrelationship between bond and hargrove grandibilities. *Canadian Institute of Mining and Metallurgy Bulletin*, 63, 149-155.
- Meza, L. & Gaviria, A. (1992). Programa modular: procesamiento de minerales auroargentíferos. Módulo 4. Convenio Universidad Nacional de Colombia-Cimex-Mineralco-Sena.
- Mikami, T. (2001). Descomposición de cianuro por método cloro-alcálico. Notas de curso de capacitación.
- Miller, J. C. & Miller, J. N. (1993). *Estadística para química analítica*, 2.ª edición. Wilmington: Addison-Wesley Iberoamericana.
- Mindeco- Mesco Inc. (2000a). Equipment for Granted for Improvement of Ore Dressing Technology Under Project Type Technical Collaboration for Medium and Small Scale Mines in the Republic of Colombia. Mindeco-Mesco Inc. Instruction Manual.
- Mindeco, Mesco Inc. (2000b). Equipment for Granted for Improvement of Ore Dressing Technology Under Project Type Technical Collaboration for Medium and Small Scale Mines in the Republic of Colombia. Mindeco-Mesco Inc. As-Built Drawing.
- Molano, J. C. & Londoño, S. E. (2003). *Aplicación de la mineralogía en la aplicación de procesos metalúrgicos*. Cali: Ingeominas.
- Montoya, M. F. (1997). *Estudio de la contaminación con mercurio en aguas superficiales aledañas a una zona aurífera por espectrometría de absorción atómica acoplada a la técnica de vapor frío*. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle, Facultad de Ciencias, Departamento de Química.
- Moore, D. & Reynolds, R. C. (1989). *X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals*. New York: Oxford University Press.
- Organización Mundial de la Salud. (1989). Mercury environmental aspects. Technical Report. Génova: Organización Mundial de la Salud.
- Ortiz, G. (2007). Introducción a la geoestadística y al análisis espacial aplicada al modelamiento de recursos geológicos. En: Memorias del XI Congreso Colombiano de Geología. Bucaramanga.
- Oyarzun, R. (s.f.). *Apuntes de geología de minas. Exploración y evaluación*.
- Paredes, A. & Peñuela, L. (1998). Desorción de oro a partir de carbón activado cargado. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle-Ingeominas.
- Pedraza, J. E., Córdoba, E. M., García, I. H., Gelves, G. A. & Maldonado, A. (1999). Seminario taller sobre tecnologías limpias en la recuperación del oro. Producción técnica. Proyecto CERI-ACDI. Convenio Canadá-Colombia. Universidad Industrial de Santander.
- Puddephatt, R. J. (1978). *The Chemistry of Gold*, Amsterdam: Elsevier.
- Putnis, A. (1992). *Introduction to mineral sciences*. Cambridge: Cambridge University Press.

- Ramdhor, P. (1980). *The ore minerals and their intergrowths*. 2nd edition. Oxford: Pergamon Press.
- Richard, B. (1978). *Conceptos, instrumentación y técnicas en EAA*. Perkin Elmer Corporation.
- RIGAKU. (1995). *Manual de operación y mantenimiento. Espectrómetro de fluorescencia de rayos X*. Casa matriz RIGAKU.
- Ruiz, V. (2006). *Estudio de la recuperación de oro de un mineral secundario por medio de lixiviación con cianuro*. Tesis de grado. Cali: Universidad del Valle.
- Schroeter, T. & Poulsen, H. (1996). Carbonate hosted disseminated Au-Ag. *Selected British Columbia Mineral Deposit Profiles*, 2, 1-7.
- Secretaría de Energía, Minas e Industria Paraestatal, SEMIP. (1993). *Manuales sobre medio ambiente*. Consejo de Recursos Minerales. Agencia de Cooperación Internacional del Japon (JICA). vol. I, caps. I y III; vol. III, cap. II.
- SENA (1992). Programa modular: procesamiento de minerales auroargentíferos. Convenio Universidad Nacional de Colombia-Cimex-Mineralco-Sena.
- Shimadzu Corporation. (1994). Shimadzu Secuential Type Plasma. Emission Spectrometer Model ICPS-1000 IV. Operation Manual. Kyoto, Japan.
- Sillitoe, R. H. & Hedenquist, J. W. (2003). Linkages between volcanotectonic settings, ore-fluid compositions, and epithermal precious metal deposits. *Society of Economic Geologists*, Special Publication 10, pp. 315-343.
- Sillitoe, R. H. (2003). Iron oxide-copper-gold deposits: an andean view. *Mineralium Deposita*, 38(7), 787-812.
- Sillitoe, R. H. & Bonham, H. F. (1984). Volcanic landforms and ore deposits. *Economic Geology*, 79, 1286-1298.
- Skoog, A. D. & Leary, J. J. (2001). *Análisis instrumental*. Madrid: McGraw Hill.
- Skoog, D. A., Holler, J. F. & Nieman, T. A. (2001). *Principios de análisis instrumental*. Madrid: McGraw Hill.
- Smith, K. (2003). Waste pile and watersampling. Assessing the toxicity potential of mine-waste piles workshop. Technical Report. USGS.
- Sánchez, L. E. (1992). Programa modular: procesamiento de minerales auroargentíferos. Módulo 5. Convenio Universidad Nacional de Colombia-Cimex-Mineralco-Sena.
- Society for Mining, M. & Exploration. (1985). *Mineral processing handbook*, vol. 1. The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers. Editor N. L. Weiss.
- Spry, P. & Gedlinske, B. (1987). *Tables for the determination of common opaque minerals*. New Haven: Economic Geology Publishing Co.
- Stanton, R. (1976). *Analytical methods for use in geochemical exploration*. London: Edward Arnold.
- Stanton, R. L. (1972). *Ore petrology*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Subcommittee on Arsenic in Drinking Water, N. R. C. (1993). Review of the draft drinking water. Technical Report. Environmental Protection Agency (EPA). Document on Inorganic Arsenic.
- Sugiyama Gen Ibaraki Co. Ltd. (n.d.). Manual de operación del equipo analizador de cianuro total. Marca Sugiyama Gen Ibaraki Co. Ltd., modelo CNS.
- PACALA. (1995). *Programa de aseguramiento de la calidad analítica en laboratorios ambientales. Validación de métodos analíticos*. Santafé de Bogotá: Ingeominas.

- Thorez, J. (1976). *Practical identification of clay minerals. A handbook for teachers and students in clay mineralogy*. Dison: G. Lelotte.
- Thorez, J. (2003). *Practical XRD analysis of clay minerals. Mineralogical workshop*, vol. 1. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- T. W. Higgs Associates Ltd. (n.d.). *Technical guide for the enviromental management of cyanide in mining*. British Columbia Technical and Research Committee on Reclamation Cyanide Subcommittee, British Columbia, Canadá.
- Universidad del Valle. (2006). Archivos del laboratorio. Laboratorio de ingeniería química IV. Cali: Ingeominas, Unidad operativa de Cali.
- Uytenbogaardt, W. & Burke, E. A. J. (1971). *Tables for microscopic identification of ore minerals*. Princeton: Princeton University Press.
- Van Loon, J. C. (1980). *Analytical atomic absorption spectroscopy: selected methods*. New York: Academic Press.
- Vinelo, A. (1978). *Técnicas de muestreo*. La Habana: Pueblo y Educación.
- Waganoff, N. P. (1956). *Trituración, molienda y separación de minerales*. Buenos Aires: Alsina.
- Wills, B. A. (1994). *Tecnología de procesamiento de minerales: tratamiento de menas y recuperación de minerales*. México: Editorial Limusa.

El libro Técnicas mineralógicas, químicas y metalúrgicas para la caracterización de menas auríferas. Guía metodológica, se terminó de imprimir en Imprenta Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia. 2010.

Otros publicaciones

Paleosismología de la Falla de Ibagué

Jairo A. Osorio N. et ál.

2009

Geología de la Sabana de Bogotá

Diana María Montoya Arenas y Germán Alfonso
Reyes Torres

2007

Aspectos geoambientales de la Sabana de Bogotá

Thomas van der Hammen et ál.

2004

La cordillera de Los Andes

Carlos Eduardo Acosta Artega

2003

*Estructuras tectónicas y modelos en 3D del
piedemonte occidental de la cordillera Oriental y del
valle medio del Magdalena, Colombia (en inglés)*

Jorge Enrique Acosta Garay

2002

Reconocimiento geológico del macizo de Garzón

Luis Armando Murcia Leal

2002

Materiales de construcción en la Sabana de Bogotá

Leopoldo González O., John Fernán Cárdenas y
Guillermo Parrado L.

2001

*Geología, geoquímica y ocurrencias minerales
cuadrángulo N-6, Popayán.*

Geología y geoquímica de la plancha 387-Bolívar.

Geología de la plancha 364-Timbío

Abigail Orrego et ál.

1999



Técnicas mineralógicas, químicas y metalúrgicas para la caracterización de menas auríferas. Guía Metodológica presenta los aspectos técnicos desarrollados por el grupo de

profesionales e investigadores de INGEOMINAS y recopila las diversas técnicas analíticas de laboratorio en mineralogía, química y metalurgia para la caracterización, extracción y procesamiento de minerales, especialmente oro. El propósito principal de la publicación, es lograr la mayor difusión de estos conocimientos en la comunidad minera del país e interesados en la extracción limpia de minerales y, permitir un aprendizaje que contribuya a un desarrollo del sector minero, en equilibrio con el medio ambiente.



Certificado N° SC 6700-1



ISBN: 978-958-97896-6-7

