



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA QUIMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

DEPARTAMENTO DE INGENIERIA METALURGICA

SECCION DE ESTUDIOS DE POSGRADO

“ESTUDIO DE LA SEPARACION DE ORO Y PLATA DE ESCORIAS”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS EN
INGENIERIA METALURGICA

PRESENTA

LOPEZ RODRIGUEZ JOSUE JAIME

DIRECTOR DE TESIS

DR. JOSE ANTONIO ROMERO SERRANO



MEXICO D.F.

DICIEMBRE 2012



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D. F., siendo las 13:00 horas del día 08 del mes de Diciembre del 2012 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESIQUIE para examinar la tesis titulada:

"Estudio de la separación de oro y plata de escorias"

Presentada por la alumno:

LÓPEZ

RODRÍGUEZ

JOSUÉ JAIME

Apellido paterno

Apellido materno

Nombre(s)

Con registro:

A	1	1	0	9	3	4
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA METALÚRGICA

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

DR. JOSÉ ANTONIO ROMERO SERRANO

DR. ALEJANDRO CRUZ RAMÍREZ

DR. JOSÉ FEDERICO CHÁVEZ ALCALÁ



DR. AURELIO HERNÁNDEZ RAMÍREZ

DR. RICARDO GERARDO SÁNCHEZ ALVARADO

DR. ELÍA GUADALUPE PALACIOS BEAS

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

DR. ROGELIO SOTELO BOYÁS



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 3 del mes de Diciembre del año 2012, el que suscribe Josué Jaime López Rodríguez alumno del Programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, con número de registro A110934, adscrito a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, manifiesta que es el autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. José Antonio Romero Serrano cede los derechos del trabajo titulado “ESTUDIO DE LA SEPARACIÓN DE ORO Y PLATA DE ESCORIAS”, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso de la autora y/o directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección joe_bi87@hotmail.com Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Ing. Josué Jaime López Rodríguez

CONTENIDO

INDICE DE FIGURAS	i
INDICE DE TABLAS.....	iv
ABSTRACT	v
RESUMEN	vi
1. INTRODUCCIÓN.....	1
JUSTIFICACIÓN.....	2
OBJETIVO.....	3
2. ANTECEDENTES	4
2.1 Recuperación secundaria de metales preciosos	5
2.2 Escorias metalúrgicas.....	6
2.2.1 Aspectos generales de escorias	7
2.2.2 Procesamiento y utilización de la escoria	8
2.3 Consideraciones pirometalúrgicas	9
2.4 Tostación	11
2.5 Fusión.....	12
2.6 Fusión con adiciones de plomo y fundentes (Proceso Tavener).....	15
2.7 Refinación del bullion.....	15
2.8 Programa de cómputo termodinámico FACTSage.....	23
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	24
3.1 Materiales	24
3.1.1 Caracterización de la escoria inicial	25
3.1.2 Preparación mecánica.....	26
3.2 Equipo Experimental	26
3.3 Diseño Experimental	27
3.3.1 Pruebas de concentración gravimétrica (Tipo A)	27
3.3.2 Pruebas de fusión adicionando un solo fundente (Tipo B)	28
3.3.3 Pruebas de fusión adicionando varios fundentes (Tipo C)	28

3.4	Análisis químico de bullion.....	30
4.	RESULTADOS Experimentales.....	31
4.1	Caracterización de la escoria inicial.....	31
4.1.1	Análisis químico.....	31
4.1.2	Análisis de difracción de Rayos X.....	32
4.1.3	Análisis de microscopía electrónica de barrido.....	33
4.2	Resultados de las pruebas tipo A (concentración gravimétrica).....	37
4.3	Resultados de las pruebas de tipo B (fusión adicionando un solo fundente).....	37
4.4	Resultados de las pruebas de tipo C (fusión adicionando varios fundentes).....	38
4.4.1	Análisis químico de oro y plata.....	39
4.4.2	Análisis de difracción de Rayos X de las muestras de las pruebas tipo C	39
4.4.3	Análisis de microscopía electrónica de barrido.....	40
4.5	Análisis termodinámico de la escoria.....	53
4.5.1	Cálculo de viscosidad.....	53
4.5.2	Cálculo del equilibrio a alta temperatura.....	54
5.	DISCUSION DE RESULTADOS.....	58
5.1	Análisis de resultados de la prueba de concentración gravimétrica.....	58
5.2	Análisis de resultados de la prueba de fusión adicionando un solo fundente.....	59
5.3	Análisis de resultados de la prueba de fusión adicionando varios fundentes.....	61
5.4	Análisis de los resultados termodinámicos.....	65
6.	CONCLUSIONES.....	67
7.	REFERENCIAS.....	68

INDICE DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama de fase del sistema $\text{Na}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$	13
Figura 2 Tiempo de clorinación (min) de algunos metales	17
Figura 3 Esquema del desarrollo experimental.....	25
Figura 4 Patrón DRX de la muestra de cabeza 1. Se observan las especies: magnetita, sulfuro de plomo sintético, heyrovskyita	32
Figura 5 Patrón DRX de la muestra de cabeza 2. Se observan las especies: magnetita, sulfuro de plomo sintético, heyrovskyita	33
Figura 6 Imagen de Mapeo de la escoria donde se pueden observar la distribución de plata, plomo, arsénico.	34
Figura 7 Imagen de Mapeo de la escoria donde se pueden observar la distribución de azufre, hierro y oxígeno	34
Figura 8 Especies químicas presentes en la escoria.....	36
Figura 9 Análisis de la escoria en forma global mediante MEB-EDS	36
Figura 10 Análisis de una partícula rica en cobre	37
Figura 11 Espectro de difracción de Rayos X del bullion de la prueba C - 2.....	40
Figura 12 Fase rica en Plomo. Obtenida a condiciones de Voltaje: 25.0 kV. Magnificación: 1200X. a) Matriz de Plomo; b) Glóbulo de cobre; c) Fase encapsulada en el glóbulo; d) Partículas embebidas de la etapa de desbaste.	41
Figura 13 a) Imagen de electrones. Voltaje: 25.0 kV, Magnificación: 1200; b) Análisis cuantitativo por área	41

Figura 14 Distribución y variación espacial de Oxígeno, Plomo, Aluminio, Plata y Hierro.....	42
Figura 15 Distribución y variación espacial de Silicio, Cobre, Azufre, Estaño y Antimonio.....	43
Figura 16 Imagen de electrones y distribución de microanálisis realizados	44
Figura 17 Espectro y microanálisis de la zona 1.....	44
Figura 18 Espectro y microanálisis de la zona 2.....	44
Figura 19 Espectro y microanálisis de la zona 3.....	45
Figura 20 Espectro y microanálisis de la zona 4.....	45
Figura 21 Espectro y microanálisis de la zona 5.....	45
Figura 22 Microanálisis lineal de la zona rica en lata en la matriz de plomo	46
Figura 23 Microanálisis lineal del glóbulo de cobre en la matriz de plomo.....	46
Figura 24 Microanálisis lineal de la fase atrapada en el glóbulo de cobre	46
Figura 25 Interface plomo - hierro a) Fase rica en hierro; b) Interfase hierro cobre; c) Fase rica en cobre; d) Fase rica en Plomo; e) Glóbulo de plomo	47
Figura 26 Distribución y variación espacial de Hierro, Arsénico, Plomo, Antimonio y Azufre	48
Figura 27 Distribución y variación espacial de Azufre, Cobre, Plata, Oxígeno y Silicio.....	49
Figura 28 Imagen de electrones y distribución de microanálisis realizados	50
Figura 29 Espectro y microanálisis de la zona 1.....	50
Figura 30 Espectro y microanálisis de la zona 2.....	50
Figura 31 Espectro y microanálisis de la zona 3.....	51

Figura 32 Espectro y microanálisis de la zona 4.....	51
Figura 33 Espectro y microanálisis de la zona 5.....	51
Figura 34 Imagen de electrones a Magnificación: 1700X y Voltaje de Aceleración de: 25.0 kV	52
Figura 35 Microanálisis lineal de la interfase plomo hierro	52
Figura 36 a) Diagrama de fase del sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a 1200 °C, b) Viscosidad (poise) en el diagrama ternario $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a 1200 °C. Diagramas de fases e isoviscosidad ternarios del sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a 1200 °C	53
Figura 37 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad sin la presencia de SiC y cantidad de CaO = 11.5 g	54
Figura 38 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 0.5 g de SiC inicial y cantidad de CaO = 11.5 g.....	55
Figura 39 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 1 g de SiC inicial y cantidad de CaO = 11.5 g.....	55
Figura 40 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad sin la presencia de SiC y cantidad de SiO_2 = 32 g	56
Figura 41 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 0.5 g de SiC inicial y cantidad de SiO_2 = 32 g.....	56
Figura 42 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 1 g de SiC inicial y cantidad de SiO_2 = 32 g.....	57

INDICE DE TABLAS

Tabla 1 Condiciones de operación en la refinación electrolítica	21
Tabla 2 Reactivos base de las pruebas de fusión con varios fundentes (Tipo C)	29
Tabla 3 Reactivos variables de las pruebas de fusión con varios fundentes (Tipo C)	29
Tabla 4 Composición inicial de la escoria por especies químicas	31
Tabla 5 Resultados de la prueba de concentración gravimétrica	37
Tabla 6 Resultados de las pruebas de fusión con adición de un solo fundente	38
Tabla 7 Resultados de las pruebas de fusión adicionando varios fundentes	38
Tabla 8 Resultado de las pruebas de fusión adicionando varios reactivos	39

ABSTRACT

The importance of precious metals in the world economy has increased due to the impact of crisis in the cost behavior. The principal precious metals processing is performed by primary sources, now a days the production of precious metals by secondary sources is as important as the principal processing.

The study of the effect of the reactants, and temperature of gold and silver production, establish the methodology to increase the efficiency production. This study was carried out by mechanical preparation of slag, characterization by chemical analysis, XRD, and electron microscopy, to result in the gravity concentration, and melting with a single and several reactants.

Gravity concentration tests recorded low recovery of precious metals to the red and black slags. The best reactants in the melting test with a single reactant are graphite and sodium nitrate. The configuration of reactants with the highest results is with 3% of fluorite and sodium carbonate a 1:1 ratio, and 5% of silicon, potassium nitrate, and borax.

The original slag composition has an average of 12 g/ton of gold and 200 g/ton of silver. The pyrometallurgical process proposed yielded metallic phase to 10.16 g/ton of gold and 109.83 g/ton of silver.

RESUMEN

La importancia de los metales preciosos en la economía de las naciones juega un papel relevante debido al incremento en los precios a consecuencia de las crisis económicas. La obtención de metales preciosos no solo se lleva a cabo mediante la refinación primaria, actualmente la aportación a la producción de metales preciosos en fuentes secundarias, como escorias, juegan un papel importante en el procesamiento de estos metales.

El estudio del efecto de la cantidad de reactivos y la temperatura en la recuperación de oro y plata ayudarán a establecer una metodología para optimizar el proceso de recuperación. Como parte del estudio se lleva a cabo la preparación de la escoria, seguida de la caracterización mediante las técnicas de análisis químico, DRX y microscopía electrónica para dar lugar a las pruebas de concentración gravimétrica, fusión con uno y varios reactivos.

Las pruebas de concentración registraron una baja recuperación de oro y plata para la escoria roja y negra, las pruebas de fusión con un solo fundente registraron al grafito y el nitrato de sodio como los mejores reactivos en la recuperación. En las pruebas de fusión con un varios reactivos se obtuvo una mayor recuperación de oro y plata cuando se utilizó una relación 1:1 de flúorita y carbonato de sodio (3%), 5% de sílice, así como 5% de nitrato de potasio y bórax.

La escoria original tiene en promedio 12 g/ton de oro y 200 g/ton de plata. El proceso pirometalúrgico propuesto en esta tesis permitió obtener una fase metálica con hasta 10.16 g/ton de oro y 109.83 g/ton de plata

1. INTRODUCCIÓN

La producción de metales a nivel mundial ha tenido un alto impacto en el desarrollo de la economía en los últimos años, siendo las crisis mundiales objeto de la alza en los precios de los minerales, registrándose un incremento de 48.2% para el periodo 2009-2010. Bajo este escenario, los niveles de inversión en la exploración minera ascendieron 45.4%, donde América Latina participó como el principal destino en gastos de exploración.

La minería no petrolera en México registró un crecimiento importante en 2010, marcando una significativa diferencia respecto a años anteriores, incrementándose 40.2% en el último año. Los principales productos del sector minero nacional fueron **oro, plata**, cobre y zinc.

La producción de oro y plata mexicana en los últimos años se ha incrementado, presentando una variación en la producción de más de cuarenta por ciento para el oro y treinta por ciento para la plata, debido a que el precio de estos metales ha ido en aumento, disparándose en el último año.

A lo largo de la historia, los procesos metalúrgicos han proveído grandes cantidades de residuos, debido a la baja eficiencia de procesos antiguos, las escorias poseen una gran cantidad de metales como oro y plata, la cual puede igualar ó superar los contenidos presentes en minerales actuales, por lo tanto, la recuperación de metales a partir de escorias es una fuente alternativa en la producción de oro y plata.

JUSTIFICACIÓN

Las escorias de procesos antiguos poseen cantidades apreciables de metales preciosos como oro y plata, de tal manera que la obtención de estos metales se puede realizar con los consecuentes beneficios económicos.

A pesar de que la principal aplicación del oro es en la joyería, en la fabricación de monedas y como un patrón monetario, el oro tiene aplicaciones industriales, médicas, y particularmente por su alta conductividad eléctrica, también en la electrónica. Por su parte, la plata tiene su aplicación en la medicina, la industria química y la electrónica, y en menor cantidad en la orfebrería.

La recuperación de oro y plata parte de una preparación mecánica y concentración, que dan lugar a tres principales vías ^[4]: a) hidrometalúrgica, b) pirometalúrgica y c) biometalúrgica. El oro y la plata se obtienen pirometalúrgicamente mediante la adición de agentes reductores y fundentes.

Para obtener una materia prima con mayor cantidad de metales preciosos se han estudiado distintas metodologías para la concentración de minerales. El proceso de obtención de oro y plata puede optimizarse mediante un estudio de la influencia de diferentes reactivos (grafito, bórax, carbonato de sodio, nitrato de sodio y fluorita) en el proceso de fusión.

La simulación de distintos procesos ha sido posible gracias a la obtención de datos termodinámicos, así como su análisis, por lo cual estos estudios han fungido como herramientas para la obtención y mejora en múltiples procesos.

La principal fuente de materia prima para la recuperación secundaria de oro es la industria de la joyería y contribuyendo en menor medida la electrónica y la medicina. Los desperdicios provenientes de la industria de la joyería, principalmente cuentan con la presencia de metales como cobre y níquel, los cuales se utilizan para modificar las propiedades mecánicas de las piezas de joyería y formar aleaciones.

Un ejemplo es la aleación de oro blanco, en el cual, la presencia de zinc en los desperdicios de joyería se debe a su uso como elemento de aleación. La chatarra de soldadura de joyería cuenta principalmente con la presencia de elementos como plomo y estaño. Otros materiales pueden encontrarse en los desperdicios de soldadura de joyería, como alambre de hierro ó acero y latón, ya que usualmente se utilizan como elementos de sujeción de piezas de las uniones soldadas.

OBJETIVO

Establecer un proceso para la recuperación de oro y plata de escorias a partir de procesos pirometalúrgicos y realizar el estudio termodinámico para determinar el efecto de la composición de los fundentes para determinar la eficiencia del proceso.

2. ANTECEDENTES

Los distintos métodos para la recuperación se basan en técnicas que han sido utilizadas durante siglos, una de ellas es la concentración gravimétrica, donde pueden considerarse principalmente un género de equipos: a) Concentradores de mesa, b) Espirales, c) Compuertas ajustadas, d) Jigs y e) Concentradores centrífugos.^[9]

Diversos procesos de refinación son utilizados para recuperar metales preciosos de fuentes secundarias. El procedimiento general para el refinamiento se lleva a cabo en dos etapas [8]:

- a) Producción de un bullion con alta concentración de metales preciosos (90-99%).
- b) Refinamiento del bullion para generar un producto comercializable de oro y plata con alta pureza

El costo de la primera etapa puede ser muy bajo, si es que se realiza cerca del lugar de origen, ya que se produce un bajo volumen. Los productos con baja ley generalmente son enviados a otros complejos para llevar a cabo la primera etapa de refinación.

La segunda etapa generalmente se lleva a cabo en refinерías que se localizan cerca del lugar de origen, en el cual se produce un doré económicamente factible. La pureza del producto final depende de la aplicación.

2.1 Recuperación secundaria de metales preciosos

La recuperación secundaria de metales preciosos se lleva a cabo principalmente a partir de desperdicios industriales, siendo la joyería la principal fuente para el oro y la industria química para la plata ^[10], tales desperdicios cuentan con cantidades variables de metales preciosos.

La recuperación de metales preciosos de fuentes secundarias está limitada por los tipos de desperdicios, por tal motivo existe una variedad de procesos en la recuperación de oro, así mismo se presentan retos muy particulares en la recuperación inherentes a las características de los desperdicios industriales, tales como:

- a) Los bajos contenidos de metales preciosos en los desperdicios industriales.
- b) La baja cantidad de metal libre en los desperdicios.
- c) La variedad de las propiedades físico químicas de los residuos.
- d) La caracterización de los compuestos que están mezclados con el metal valor.

Para el aseguramiento de la homogeneidad en el suministro del material de recuperación de metales preciosos las instalaciones de reciclaje tienden a operar en circuitos cerrados con colectores y reprocesadores.

La selección del proceso a utilizar se basa en las características de los residuos utilizados bajo los siguientes criterios ^[8]: La cantidad de oro, composición del material (elemental y mineralógica), concentración de otros metales valor, concentración de minerales que limitan el procesamiento, distribución granulométrica y características de liberación de todos los metales valor.

Una fuente alternativa para la recuperación secundaria de metales preciosos es a partir de escorias metalúrgicas.

2.2 Escorias metalúrgicas

Los procesos metalúrgicos generan cantidades de escoria que pueden ser consideradas residuos peligrosos. Dichas escorias cuentan con cantidades apreciables de metal valor (dependiendo del proceso), por lo que son una fuente potencial en la recuperación secundaria de muchos metales, así como en la obtención de subproductos útiles de valor práctico.

A pesar de que estas escorias contienen cantidades apreciables de metal valor, fungen como una importante fuente secundaria para la fabricación de productos en la industria del cemento y en la construcción de caminos.

Algunas escorias además poseen cantidades significativas de metales pesados considerados riesgosos al medio ambiente, por lo cual existe un gran incentivo para aprovechar las propiedades de las escorias, así como para la recuperación de metales. De esta manera es posible disminuir la cantidad de las escorias como un desecho en los tiraderos correspondientes ^[8].

Un factor que define el comportamiento de las reacciones en los procesos metalúrgicos es la basicidad de las escorias, la cual puede expresarse como una relación entre óxidos presentes. Las principales relaciones de óxidos para determinar la basicidad de las escorias metalúrgicas involucran al óxido de calcio y otros óxidos metálicos, en relación al óxido de silicio. La relación que determina la basicidad de la escoria con bajos contenidos de óxido de magnesio es: $\%CaO / \%SiO_2$

2.2.1 Aspectos generales de escorias

La escoria formada en los procesos metalúrgicos se genera principalmente a partir de la adición de mezclas de óxidos y fundentes, así como de productos de reacción de oxidación de materiales de carga y disolución de refractarios. La escoria metalúrgica se clasifica principalmente como ^[10]:

- a) Escoria ferrosa (incluyendo hierro y acero)

- b) Escoria no ferrosa

En la actualidad la escoria ferrosa proviene de procesos de fabricación de acero, como son el horno básico de oxígeno (BOF) y el horno de arco eléctrico (EAF), a pesar de ello, durante mucho tiempo el alto horno ha sido el principal proveedor de escoria, la cual era procesada y reutilizada en la industria del cemento. La producción de escoria de alto horno se aproxima a 200 Kg por tonelada de hierro.

Las escorias no ferrosas producidas contienen cantidades apreciables de metal valor, el cual usualmente requiere un adicional procesamiento para ser utilizado. Un factor que limita el procesamiento de esos materiales es la distribución geográfica de los mercados y las plantas de recuperación, a menos que la alta cantidad de metal valor justifique los costos de procesamiento.

Por lo tanto la viabilidad de los proyectos de recuperación puede incrementarse mediante el acercamiento geográfico de los mercados, así como el desarrollo de nuevas tecnologías que darán lugar a nuevas aplicaciones de las escorias.

2.2.2 Procesamiento y utilización de la escoria

La escoria es un subproducto de múltiples y especiales operaciones metalúrgicas. La reutilización de la escoria no es completa, por lo que en ocasiones es dispuesta en tiraderos o parques de recolección de escorias. Las escorias ferrosas son las más utilizadas a nivel mundial como materiales estructurales.

La gran producción de escorias, metalúrgicas y el gran impacto que provocan en el ambiente demandan especial atención en el estudio de científicos e ingenieros en la exploración y desarrollo de nuevas tecnologías, reducción de costos y el uso ambientalmente aceptable de un gran grupo de escorias.

Las aplicaciones de la escoria en la industria de la construcción son muy amplias, teniendo una basta utilización en la fabricación de cemento, en ella existen diferentes puntos fundamentales para llevar a cabo un eficiente estudio de escorias específicas, como los que a continuación se mencionan ^[10]:

- a) Deben conocerse y tenerse muy presente la composición y las propiedades físicas de la escoria a investigar, en especial las características consideradas negativas, como la expansibilidad volumétrica de óxidos hidratables como el óxido de calcio y magnesio. Las características a estudiar son de tipo químicas, composicionales, físicas y mecánicas.

- b) Con motivo de la incorporación de la escoria como remplazo de otro material ya existente se deben conocer datos específicos del material a remplazar con la escoria, como son cantidad, propiedades, metodología de diseño, construcción y especificaciones del material.

- c) Debe reconocerse que las escorias son un material único y distinto, el cual generalmente presenta una forma diferente a la de los minerales. Otros desperdicios, así como las escorias poseen características tales que deben tener un reprocesamiento para aplicaciones en la construcción. Es importante tener presente que las especificaciones del material y de construcción deben basarse en propiedades mineralógicas convencionales, y no deben excluir el uso de escorias.

2.3 Consideraciones pirometalúrgicas

El oro tiene un punto de fusión de 1064 °C, y de ebullición de 2808 °C. El oro no reacciona con oxígeno de la atmósfera, incluso a temperaturas debajo del punto de fusión, pero puede absorber gases como H₂, CO, CO₂ y N₂. Independientemente de ello el oro reacciona con cloro gaseoso a temperaturas por encima de 140 °C.

El oro puede llegar a formar una gran variedad de compuestos con diversos metales. Los más comunes son ^[8]:

- a) Oro-Mercurio. La solubilidad de estos dos metales es completa, y es generalmente aprovechada en los procesos de amalgamación, en el cual el oro es separado mediante destilación, obteniéndose un producto con contenidos de 0.1 a 1.0 % de mercurio.

- b) Oro-Plata. La formación de una solución sólida se puede llevar a cabo en todo el rango de composición. Aleaciones con contenidos mayores a 66% de plata pueden ser separadas mediante la adición de ácidos. Contenidos menores requieren incrementar la cantidad de plata. En la práctica, el contenido de plata puede identificarse mediante el color, además, el punto de fusión de los compuestos oro – plata disminuye a mayores contenidos de plata.

- c) Oro-Plomo. El plomo tiene gran afinidad por el oro y otros metales preciosos, por lo que puede ser utilizado como un colector en los procesos pirometalúrgicos. El plomo es removido mediante volatilización.

- d) Oro-Cobre. Los procesos para separar el oro del cobre son mediante fusión con plomo, electrolisis ó mediante la producción de cobre mate. El cobre proporciona una tonalidad roja a los compuestos oro-plata-cobre; esta propiedad es ampliamente explotada en la industria de la joyería. El punto de fusión más bajo en la aleación oro–cobre se obtiene con 50 % de cobre a 910 °C.

2.4 Tostación

La tostación (calcinación) es el proceso que tiene como objetivo la conversión de los sulfuros de metales base como: zinc, hierro, plomo y cobre, a sus respectivos óxidos. Dichas impurezas son fácilmente removidas en los procesos de fusión subsecuentes. La oxidación se lleva a cabo con mayor eficiencia en un rango de 600 - 700 °C para permitir la conversión a óxidos dentro de las escalas de tiempo parciales (12 – 18 h), aunque en la práctica es común incrementar la temperatura por encima de 700 °C para disminuir los tiempos de tostación.

La mayoría de los metales tiene una energía libre de formación negativa a temperaturas superiores a 600 °C, por lo tanto, la formación de los óxidos se lleva a cabo bajo estas condiciones. Los tiempos prolongados de tostación tienen mayor eficiencia para la oxidación de los metales, esta reacción es limitada por el transporte de masa de oxígeno en las superficies del metal, por lo que se debe proveer un adecuado flujo de oxígeno en todo el material ^[8].

En la carga puede agregarse dióxido de silicio y nitrato de sodio para formar una escoria con óxido de zinc que disminuya el grado de volatilización y pérdidas de oro y plata.

Durante la oxidación, las partículas de oro en el material portador de metales preciosos migran a los límites de grano y coalescen. Mientras la coalescencia se lleva a cabo, el azufre y el arsénico se volatilizan y se pueden obtener partículas hasta de 1µm de diámetro.

2.5 Fusión

El objetivo de la fusión es remover metales base y otras impurezas para formar un bullion con una concentración típica mayor a 95% de metales preciosos. El producto es llamado doré y puede ser comercializado directamente ó posteriormente refinado.

La fusión se lleva a cabo mediante la adición y calentamiento del material en compañía de fundentes, a temperaturas que excedan los puntos de fusión de la totalidad de los componentes de la carga, típicamente entre 1200 y 1400 °C. Esta temperatura se mantiene aproximadamente durante hora y media para asegurarse que las impurezas migraron a la escoria.

El oro y la plata líquidos poseen mayor densidad que la escoria, por lo cual tienden a desplazarse hacia la base del crisol. La eficiencia de la separación depende de la calidad de la escoria, y está clasificada mediante el contenido de oro, plata e impurezas. Ésta a su vez depende de la naturaleza del colector y de los fundentes usados.

El óxido de silicio es un reactivo base que tiene la capacidad de disolver la mayoría de los óxidos metálicos. Los metales rompen la red del dióxido de silicio y se posicionan dentro de la estructura.

La adición de bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$), disminuye el punto de fusión del material y menor viscosidad. La relación 1:1 entre óxido de boro y óxido de silicio en el diagrama $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ muestra un punto de fusión aproximadamente de 800 °C (figura 1), por lo cual se forma una escoria menos viscosa pero fuertemente ácida.

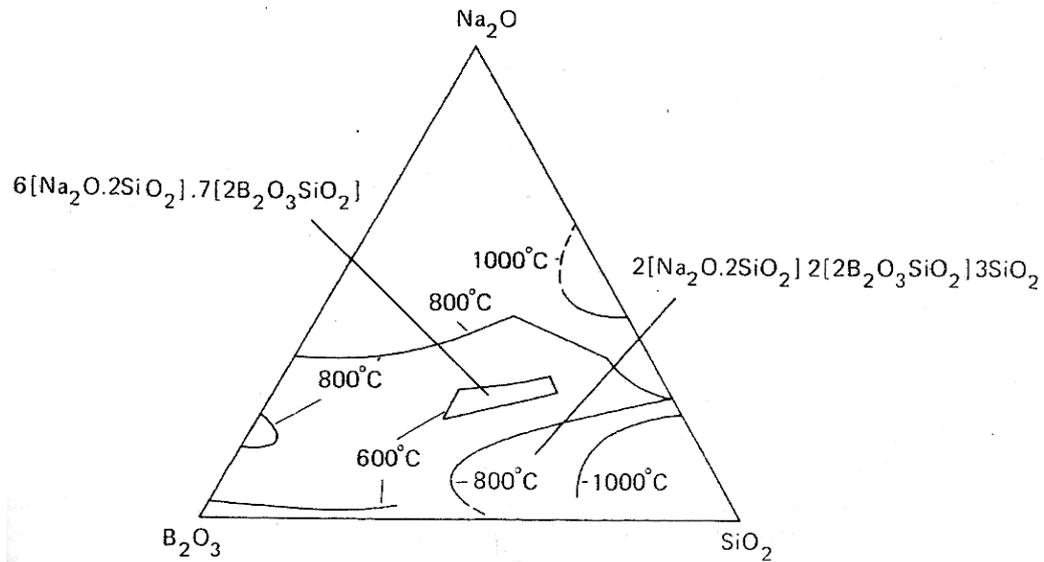


Figura 1 Diagrama de fase del sistema $\text{Na}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ ^[11]

La cantidad de sílice y bórax adicionados depende de las cantidades iniciales de metales base e impurezas. Otro tipo de compuestos pueden ser adicionados como fundentes, tales como:

- 1) Flúorita. Reduce la viscosidad de la escoria por medio de la sustitución del ión flúor en la red de la sílice.
- 2) Carbonato de sodio. Mejora la claridad de la escoria y disminuye la viscosidad, reduciendo el arrastre de metales preciosos
- 3) Agentes oxidantes. Compuestos como el nitrato de sodio y el dióxido de manganeso promueven la oxidación de las especies que no han sido oxidadas.

La pirolusita (dióxido de manganeso) es utilizada cuando es necesario oxidar pequeñas cantidades de metales en el baño. Un ejemplo es la oxidación del zinc, la cual se representa mediante la reacción:



Por otra parte el nitrato de sodio es usado preferentemente cuando se requiere una oxidación más severa, debido a la alta proporción de oxígeno disponible. La reacción entre nitrato de sodio y zinc está expresada mediante la siguiente ecuación:



La adición de estos reactivos debe de llevarse a cabo con mucho cuidado, ya que es posible que la plata se oxide y las pérdidas de oro se incrementen.

Algunos sulfuros que permanecieron sin oxidarse en el proceso de tostación forman un mate de metales preciosos y escoria mediante el proceso de fusión. Esta fase puede tener cantidades significativas de oro y plata, así como selenio, telurio, arsénico y antimonio.

El tratamiento de la fase mate se lleva a cabo mediante la adición de borato de sodio y sales de cianuro durante 2 a 3 h, también mediante una mezcla de nitrato de sodio y virutas de hierro. Una vez que se llevó a cabo la fusión, se retira la escoria y se vacía la aleación con metales preciosos.

2.6 Fusión con adiciones de plomo y fundentes (Proceso Tavener)

El proceso Tavener es la versión ampliada del ensayo por fuego, en el cual se utiliza plomo como colector y separador de metales preciosos. Los metales preciosos son recuperados mediante la evaporación ó mediante la disolución ácida del plomo.

El proceso es usado generalmente para el tratamiento de materiales con bajas concentraciones y altos contenidos de plomo. Fundentes, litargirio y si es necesario, carbono, en conjunto con el material, forman la carga que será fundida. La adición de litargirio y carbono no modifican la temperatura de proceso de manera significativa.

El óxido de plomo es reducido por los metales base, sulfuros y carbono, para formar plomo metálico. El plomo es drenado hacia la parte inferior y a su paso va coalesciendo y colectando partículas de metales preciosos. El proceso alcanza la máxima eficiencia con una relación plomo-metales preciosos mayor a 10:1.

La aleación es retirada del crisol y enfriada. Este proceso es muy lento, principalmente porque se requieren dos etapas, y además, se producen humos de plomo que son de alto riesgo para la salud.

2.7 Refinación del bullion

El bullion obtenido por los procesos pirometalúrgicos no es comercializable, por lo que es necesario su refinamiento para la obtención de metales preciosos de alta pureza, los cuales tienen gran demanda y son fácilmente comercializables.

El oro con alto grado de pureza es comercializable bajo dos clasificaciones:

- a) Barra de oro para joyería y otras aplicaciones industriales.
- b) Oro para la producción de monedas

Los principales métodos de refinación del bullion para obtener el grado de pureza requerido para estos dos productos son ^[8]:

- a) Pirorefinación
- b) Hidrorefinación
- c) Electrorefinación.

El grado de pureza obtenida mediante piro-refinación es de 99.6%. Este producto es reprocesado mediante electrorefinación para obtener 99.99% de pureza. La hidrorefinación es una metodología que ha ido en desuso, no obstante algunas plantas la siguen utilizando para producir oro de 99.6 y 99.9 % de pureza.

El proceso de clorinación “*Miller*” es utilizado en la piro-refinación para remover plata y otras impurezas mediante burbujeo de cloro gaseoso en el metal fundido a 1150 °C. Bajo estas condiciones el hierro, zinc y plomo forman cloruros gaseosos, mientras que el cobre y la plata forman cloruros líquidos ^[12].

Las reacciones que representan estas transformaciones son:



La facilidad con que los metales que reaccionan para formar cloruros siguen esta secuencia: Fe>Zn>Pb>Cu>Ag. La disminución de concentración de los metales en función del tiempo de clorinación se muestra en la figura 2 ^[12].

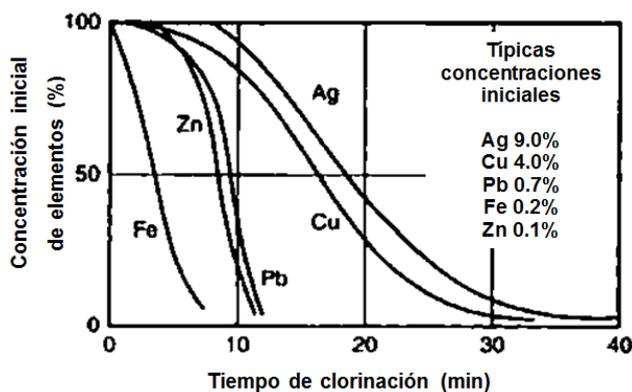


Figura 2 Tiempo de clorinación (min) de algunos metales ^[12]

La adición de fundentes como sílice, borato de sodio y sales, es realizada con el fin de remover impurezas y reducir las pérdidas por volatización, especialmente cloruro de plata mediante la formación de una capa de escoria sobre el metal fundido. El platino remanente debe ser removido electrolíticamente ó mediante la extracción por solventes.

Las reacciones son inicialmente turbulentas debido a la formación de cloruros gaseosos. La turbulencia se reduce a medida que disminuye el contenido de estos metales, así como con la formación de cloruros de plata y cobre líquidos. En la etapa final la clorinación de la plata culmina y la pureza del oro es aproximadamente 99%, la reacción se torna turbulenta nuevamente debido a la formación de cloruro de oro gaseoso, el cual tiene coloración roja ó café.

La clorinación se lleva a cabo en un periodo de tiempo entre 30 y 45 min, donde los cloruros de plata y cobre son removidos de la superficie. La carga es reprocesada hasta alcanzar una pureza de 99.6% oro, 0.3-0.4% plata y 0.03-0.05% cobre. Es posible incrementar el grado de pureza por este método hasta 99.9 %, pero es preciso contemplar el indispensable reprocesamiento, así como las pérdidas por volatilización debido a la necesaria remoción de la plata, la cual requiere mayor tiempo de fusión.

Consecuentemente la obtención de oro de pureza de 99% mediante clorinación requiere elaborados y costosos equipos de colección de vapores así como de sistemas de recuperación de oro. El producto purificado es vaciado en lingoteras a 1100 °C y enfriado. Una pequeña flama reductora es aplicada en la superficie del metal para asegurarse que el metal solidifique de abajo hacia arriba.

Los cloruros fundidos de plata y cobre removidos durante el proceso siempre contienen cantidades de oro remanentes menores a 2%, el cual está presente como partículas arrastradas mecánicamente llamadas “*spangles*”, ó como resultado de la disociación de cloruro de oro gaseoso atrapado.

Para la recuperación de plata es necesaria la adición de carbonato de sodio para precipitar las pequeñas cantidades de plata, típicamente ente 4 y 5 % del peso total. La reacción que se lleva a cabo es la siguiente:



La plata se precipita y colecta las pequeñas cantidades de oro de manera similar a como lo hace el plomo en el proceso Tavener.

La aleación de oro y plata producida contiene aproximadamente 25% de oro y 70%de plata con algunos metales base que se reciclan mediante clorinación. Los cloruros remanentes son preparados mediante granulación en agua ó enfriados y triturados para su posterior proceso de recuperación de plata.

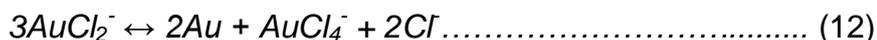
El refinamiento electrolítico es usado en la producción de oro de alta pureza (>99.99%), dependiendo de los requerimientos en la producción de monedas u otras aplicaciones especiales. Esto se lleva a cabo mediante el proceso *Wohlwill*, en el cual trazas de plata, cobre, zinc, y metales del grupo del platino son removidos.

La concentración de un electrolito utilizado es de 80-100 g/l de oro y 80-100 g/l de ácido hidroclicórico a una temperatura de 60 °C. Los ánodos utilizados son de bullion parcialmente refinado, y los cátodos de oro rolado, en los cuales el oro es depositado. Para prevenir la corrosión de las celdas electrolíticas se utiliza porcelana esmaltada.

La densidad de corriente aplicada para llevar a cabo las reacciones de disolución es de 800 Am^{-2} . El oro es depositado en el cátodo mediante las siguientes reacciones



El compuesto predominante es el cloruro de Au (III), mientras que la formación de cloruro de Au (I) es indeseable, ya que ocurre la precipitación de oro. La reacción de precipitación está expresada como:



Debido a esta reacción se forma un lodo en el fondo de la celda, el cual incrementa los requerimientos de limpieza. Densidades de corriente elevadas promueven la formación de un depósito dendrítico a partir de la deposición de soluciones de Au (I).

La formación de las especies monovalentes se previene mediante el control de la composición del electrolito, construcción del electrodo y densidades de corriente de operación.

Debido a la disolución de otros metales como cobre, zinc, platino y paladio en el electrolito son necesarias operaciones de descarga. Otros metales como osmio, iridio, rutenio y plata forman una fase insoluble en la base de la celda en conjunto con el lodo formado por el ánodo, los cuales son removidos y reprocesados como ánodos. La tabla 1 muestra las condiciones de operación en la refinación electrolítica ^[13].

Tabla 1 condiciones de operación en la refinación electrolítica ^[13]

	Contenido de Au, g/l	80-100
Electrolito	Contenido de HCl libre, g/l	80-100
	Temperatura	60 °C
	Circulación	Convección natural
	Calentamiento	Inmersión
Eléctrica	Densidad de corriente anódica, A/m ²	800
	Corriente por celda, A	200
	Voltaje por celda, V	1.0-1.5
	Espaciamiento del electrodo, mm	100
Ánodos	Composición	99.6%
	Masa, kg	16
	Dimensiones, mm	230X280X12
	No. Por celda	2
	Tiempo de vida, h	22
Cátodos	Composición inicial	99.99%
	Dimensiones, mm	320X74X0.5
	No. por celda	12
	Peso final del cátodo, kg	1.0
Celdas	Material	Porcelana esmaltada
	Dimensiones	465X405X250 (4 grupos de 10)

Los cátodos se someten a operaciones de lavado en múltiples ocasiones en solución de tiosulfato de sodio a alta temperatura, con el fin de remover cloruro de plata residual y electrolito arrastrado de operaciones anteriores. Una vez terminadas las operaciones de limpieza los cátodos se funden para dar lugar al producto final. Una ventaja de la refinación electrolítica es que requiere un control mínimo de humos.

El hidrorrefinamiento es un proceso de separación de plata y otras impurezas del bullion que se implementó a gran escala en Francia a principios del siglo XIX. Este proceso era usado en refinerías en todo el mundo, pero fue sustituido por los procesos de clorinación y electro-refinación.

La base de este proceso está en que el oro no se disuelve en ácido sulfúrico, mientras que elementos como plata, cobre y otras impurezas lo hacen, por ejemplo:



Otra limitante es que la concentración de plata en oro tiene un rango específico entre 2:1 y 5:1 para asegurarse que el oro está disperso en una cantidad en exceso de plata, de otra manera la disolución de la plata quedaría incompleta como un resultado de la encapsulación dentro del oro.

Para la disolución se utiliza una solución de ácido sulfúrico de alto grado. La reacción es violenta y debe controlarse por medio del ajuste del calor aplicado. Una completa disolución de la plata usualmente lleva de 5 a 6 horas.

Parte del cobre y del zinc precipitan a medida que las sales anhidros, el oro remanente y las soluciones ricas en plata se separan. El residuo sólido es reprocesado en varias ocasiones hasta alcanzar la pureza requerida. Los residuos de oro tienen una pureza entre 99.6 y 99.8%, el oro es fundido nuevamente para dar lugar al producto final.

A medida que la solución rica en plata se enfría, el sulfato de plata comienza a cristalizar, esta solución se vuelve a calentar y para redissolver la plata y se adiciona cobre para cementar la plata metálica. Mediante este proceso se obtiene un producto con una pureza entre 99.6 y 99.9% de plata. El cobre es recuperado mediante electrólisis ó evaporación y cristalización del sulfato de cobre. En este proceso los metales del grupo del platino permanecen con el oro, los cuales pueden ser removidos mediante electrorefinación.

2.8 Programa de cómputo termodinámico FACTSage

El programa de cómputo FactSage es uno de los sistemas computacionales de cálculo de química termodinámica líderes en el mundo que comprenden bases de datos muy completas para análisis y simulación de procesos. El programa está compuesto por módulos de información, base de datos, cálculo y manipulación, los cuales tienen acceso a información específica de sustancias puras y soluciones.

El módulo “*Equilib*” calcula las concentraciones de especies químicas en el equilibrio de sistemas de elementos ó compuestos puros a composiciones y temperaturas específicas, empleando el método de minimización de la energía libre total del sistema.

El módulo “*Phase Diagram*” permite calcular, trazar y editar secciones de diagramas de fase binarios, ternarios y multicomponentes, donde los ejes pueden ser representados por diferentes combinaciones de variables, como son: T, P, V, composición y actividad química.

El módulo “*Viscosity*” determina los valores de viscosidad basándose en la estructura de la fase líquida, la cual es calculada mediante el modelo cuasiquímico modificado.

El módulo “*Figure*” es un programa de trazado que permite mostrar, editar y manipular los datos obtenidos en los módulos de cálculo en una variedad de figuras y diagramas.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Materiales

El material base de la experimentación es una escoria de tamaño, morfología y color heterogéneos, la cual posee cantidades apreciables de oro y plata, así como un alto contenido óxido de hierro, sílice y plomo entre otros elementos. El historial de esta escoria es indeterminado, ya que el origen es un parque de desperdicios de escorias. La escoria fue analizada químicamente y preparada mecánicamente para las etapas subsecuentes.

Se realizaron tres tipos de pruebas:

a) Pruebas de tipo A.

La preparación mecánica consta de las operaciones de disminución de tamaño y homogeneización. La disminución de tamaño se llevó a cabo mediante quebradoras y molinos. La homogeneización y muestreo se llevaron a cabo mediante la técnica de cono y cuarteo, obteniéndose dos tipos de escoria clasificada por color (A1 y A2) para las pruebas iniciales de concentración.

b) Pruebas de tipo B

En este tipo de pruebas la fusión se realiza adicionando un solo fundente seguido de una etapa de concentración gravimétrica. Las pruebas de fusión de la escoria con un solo fundente se llevaron a cabo con adiciones de 10 % de la carga de escoria de cada uno de los siguientes fundentes: grafito, nitrato de sodio, bórax, carbonato de sodio y fluorita.

c) Pruebas de tipo C

En estas pruebas las escorias se fundieron junto con varios fundentes. Las cargas de fusión de la escoria se llevaron a cabo con adiciones de nitrato de potasio, bórax, carbonato de sodio, fluorita y sílice en las proporciones que se detallan más adelante.

La figura 3 muestra de manera esquemática el contenido de las pruebas experimentales.

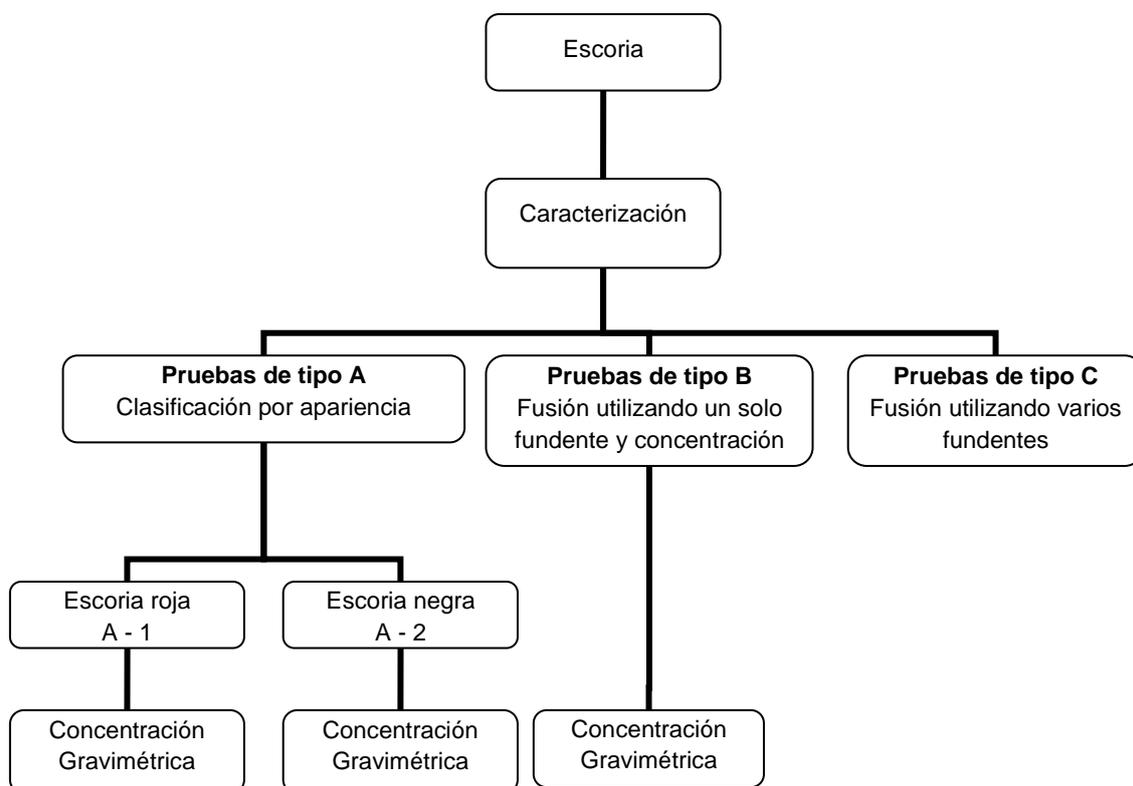


Figura 3 Esquema del desarrollo experimental

3.1.1 Caracterización de la escoria inicial

La caracterización química se realizó mediante las técnicas de absorción, combustión completa y fluorescencia de Rayos X, en la cual se determinó la distribución de las diferentes especies y elementos.

3.1.2 Preparación mecánica

La preparación mecánica se llevó a cabo en las etapas de disminución de tamaño, homogenización y muestreo.

La disminución de tamaño para las pruebas de tipo A se realizaron en una quebradora de cono vertical, un molino de rodillos y un pulverizador, dando lugar a la homogenización, muestreo (A1 y A2) y molienda final en un molino de barras.

La preparación mecánica de las pruebas de tipo B (fusión con un solo fundente y concentración) se llevó a cabo disminuyendo su tamaño en el molino de rodillos, seguido de una homogenización mediante la técnica de cono y cuarteo. La disminución de tamaño de las pruebas tipo B se

La disminución de tamaño para las pruebas de tipo C (fusión con varios fundentes) se llevó a cabo en una quebradora de quijada y un molino de martillos, obteniéndose un tamaño de -100 mallas. La homogeneización se llevó a cabo en un molino de barras durante treinta minutos.

3.2 Equipo Experimental

Las pruebas de concentración se llevaron a cabo mediante la utilización de un molino de barras, cribas de 100 y 120 mallas y la mesa Wilfley como equipo experimental para las muestras A1 y A2.

Para la prueba tipo B (fusión con un solo fundente y concentración) se utilizó un horno de crisol removible, un crisol de carburo de silicio, un depósito para materiales granulados y un pirómetro de lanza para la fusión, para la concentración se utilizó una mesa Wifley.

El análisis de la recuperación de oro y plata de las muestras de concentración y fusión adicionando un solo fundente y concentración se efectuó mediante un horno de inducción, una lingotera cónica, en la cual se colectó el oro y la plata en un bullion.

Las pruebas de tipo C (fusión utilizando varios fundentes) se llevaron a cabo en un horno de crisol removible, utilizando un crisol de carburo de silicio y lingoteras para la colección del bullion.

El análisis del bullion para cada experimento se realizó en una mufla y copelas para la obtención del doré, el cual fue analizado con un espectrómetro μ -XRF de Rayos X de sobremesa compacto.

3.3 Diseño Experimental

En el estudio de la recuperación de oro y plata a partir de escorias se establecieron diversas metodologías de experimentación, donde se aplicaron técnicas de fusión, concentración y análisis químico de oro y plata.

3.3.1 Pruebas de concentración gravimétrica (Tipo A)

En este estudio se analizó la recuperación de oro y plata a las muestras concentradas gravimétricamente

Las muestras de cabeza y concentrado de la escoria se someten a una colección de metales preciosos mediante fusión, dando lugar a un bullion que es analizado mediante el ensayo por fuego. El resultado de la copelación es un doré, el cual es analizado químicamente.

3.3.2 Pruebas de fusión adicionando un solo fundente (Tipo B)

El ensayo de fusión con un solo fundente y concentración consta de cuatro etapas: Fusión, granallado, molienda y concentración. En la etapa de fusión se prepararon cargas de 3000 g de escoria y 300 g de fundente, llegando a una temperatura de vaciado de 1200 °C.

El granulado se realizó vaciando el material fundido en un depósito metálico con agua, el cual se decantó. La molienda y la concentración se realizaron en un molino de barras y una mesa Wifley.

3.3.3 Pruebas de fusión adicionando varios fundentes (Tipo C)

En esta prueba se llevaron a cabo las etapas de fusión, colección de metales preciosos, ensayo por fuego y análisis del doré obtenido.

Las pruebas de fusión consisten en modificar la distribución de reactivos en la carga del horno, manteniendo constante la cantidad de escoria y algunos fundentes. La distribución de reactivos base en la carga del horno se presenta en la tabla 2.

Tabla 2 Reactivos base de las pruebas de fusión con varios fundentes (Tipo C)

Reactivos base	
Escoria	4,000 g
KNO₃	5%
BORAX	5%

La distribución de reactivos variables en la carga del horno se presenta en la tabla 3

Tabla 3 Reactivos variables de las pruebas de fusión con varios fundentes (Tipo C)

Prueba	Reactivos variables		
	Na₂CO₃ (%)	CaF₂ (%)	SiO₂ (%)
C - 1	3	3	0
C - 2	3	3	5
C - 3	3	6	0
C - 4	3	6	5
C - 5	6	3	0
C - 6	6	3	5
C - 7	6	6	0
C - 8	6	6	5

La colección de metales preciosos se realizó mediante la formación de plomo líquido y fases metálicas, y se llevó a cabo mediante el vaciado a 1150 °C en lingoteras cónicas.

3.4 Análisis químico de bullion

El ensaye por fuego se efectuó utilizando copelas de ceniza de hueso en una mufla a 1050 °C, para formar un doré que se analizó posteriormente en un espectrómetro μ -XRF de Rayos X de sobremesa compacto, el cual provee la cantidad de metales preciosos en el doré

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 Caracterización de la escoria inicial

La caracterización de la escoria se llevó a cabo mediante diversas técnicas de análisis para la determinación de elementos y especies químicas en la escoria. Las técnicas utilizadas son análisis químico, difracción de Rayos X y microscopía electrónica de barrido.

4.1.1 Análisis químico

Los resultados de la experimentación referente al análisis químico inicial de la escoria por especies químicas se muestran en la tabla 4

Tabla 4 Composición inicial de la escoria por especies químicas

Especies	% masa
FeO	32.03
Fe ₂ O ₃	11.3
SiO ₂	32
CaO	11.5
MgO	0.92
Al ₂ O ₃	2.65
S _{Total}	6.41
Cu _{Total}	0.25
Pb _{Total}	4.612

La metodología utilizada para la determinación de oro y plata es mediante el ensayo por fuego, también conocido como copelación, donde se obtuvieron las siguientes: 12 g / ton de oro y 200 g / ton de plata.

4.1.2 Análisis de difracción de Rayos X

Las figuras 4 y 5 muestran los patrones de difracción de rayos X de las muestras de cabeza A1 y A2. Los difractogramas realizados a las muestras de cabeza permiten identificar especies químicas presentes, principalmente como la magnetita y el sulfuro de plomo.

Los compuestos identificados en la escoria en las figuras 4 y 5 muestran la presencia de plata como un sulfuro asociado al plomo y bismuto (Heyrovskyita), silicato de calcio y magnesio (Monticelita), así como arseniato de cobre (Lamerita)

Los espectros para las muestras de cabeza y concentrado difractan en los mismos ángulos, pero con diferentes intensidades, lo cual indica la presencia de las mismas especies, pero con distinta distribución en su cantidad.

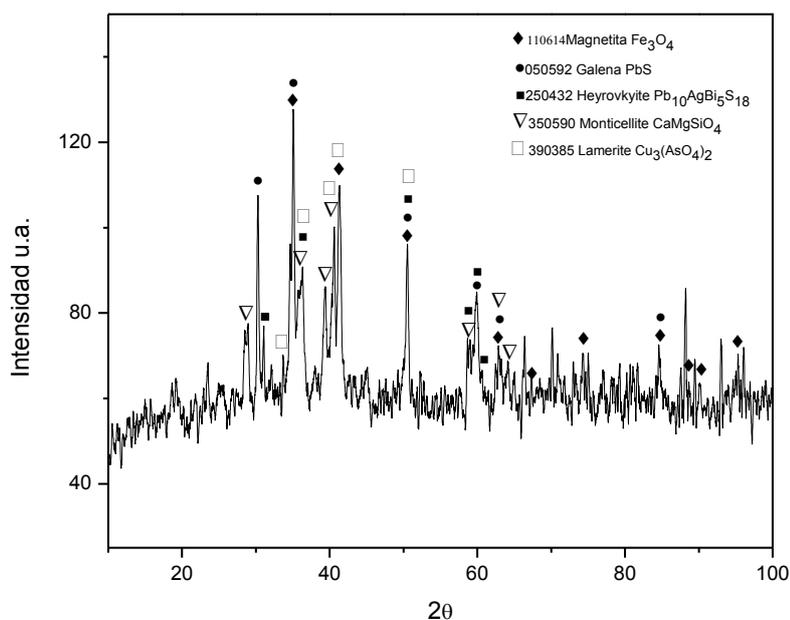


Figura 4 Patrón DRX de la muestra de cabeza 1. Se observan las especies: magnetita, sulfuro de plomo sintético, heyrovskyita

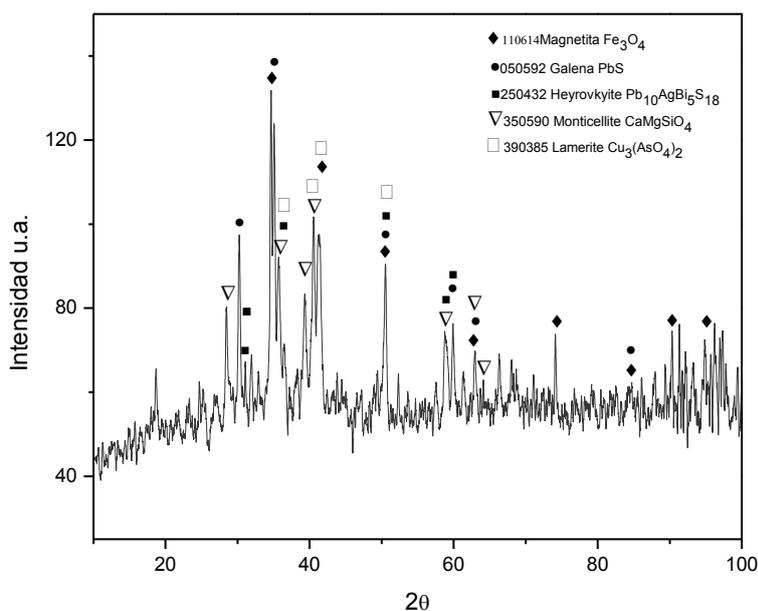
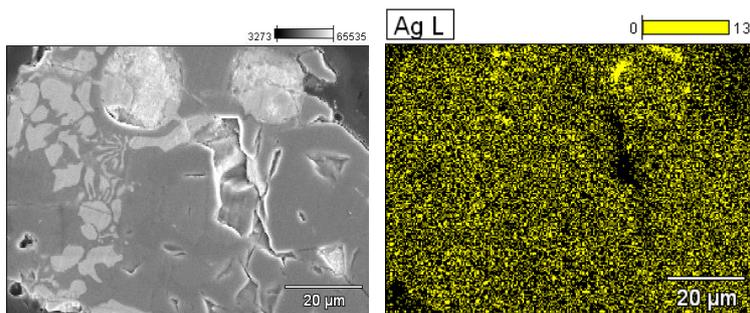


Figura 5 Patrón DRX de la muestra de cabeza 2. Se observan las especies: magnetita, sulfuro de plomo sintético, heyrovskyita

4.1.3 Análisis de microscopía electrónica de barrido

La figuras 5 y 6 presenta los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido mediante la técnica de mapeo (Ag, As, Pb, S, O y Fe) para la escoria original.



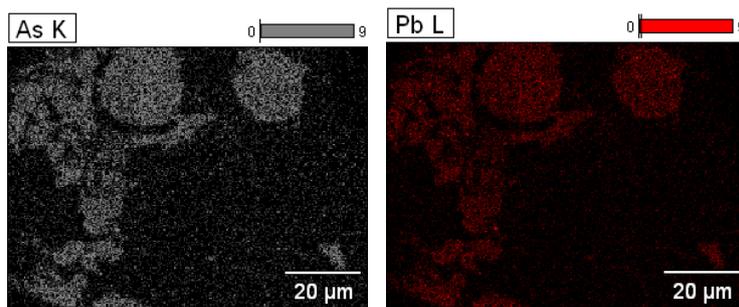


Figura 6 Imagen de Mapeo de la escoria donde se pueden observar la distribución de plata, plomo, arsénico.

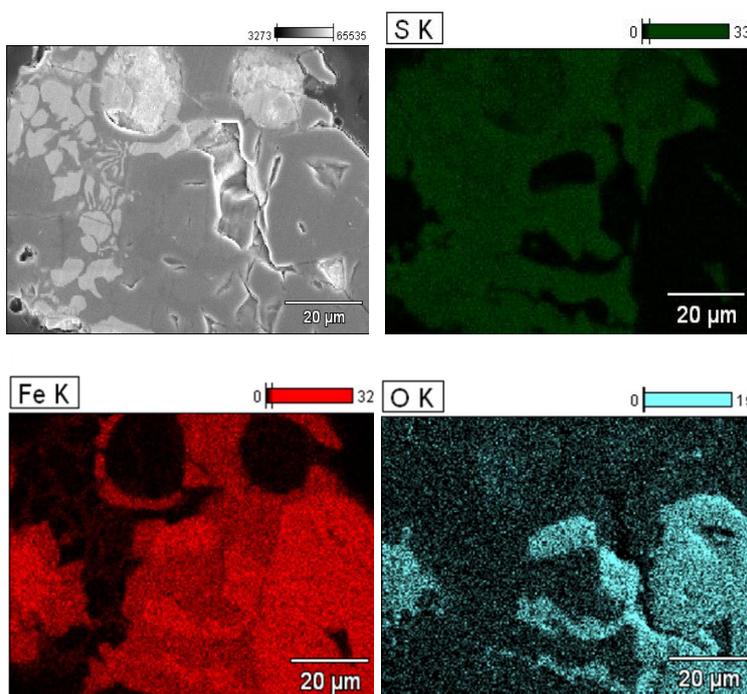


Figura 7 Imagen de Mapeo de la escoria donde se pueden observar la distribución de azufre, hierro y oxígeno

La figura 8 presenta la identificación de las fases presentes en la escoria, de acuerdo al microanálisis de cada partícula y a los resultados del mapeo por elementos.

La concentración de la plata se encuentra en las partículas ricas en plomo, asimismo se observa que el hierro se encuentra en forma de sulfuro (pirita, FeS_2) y en forma de óxido (magnetita, Fe_3O_4).

Por su parte, el plomo se presenta en forma metálica, con trazas de arsénico y plata, y dentro de un sulfuro doble de plomo y arsénico ($\text{PbS}\cdot\text{As}_2\text{S}_3$).

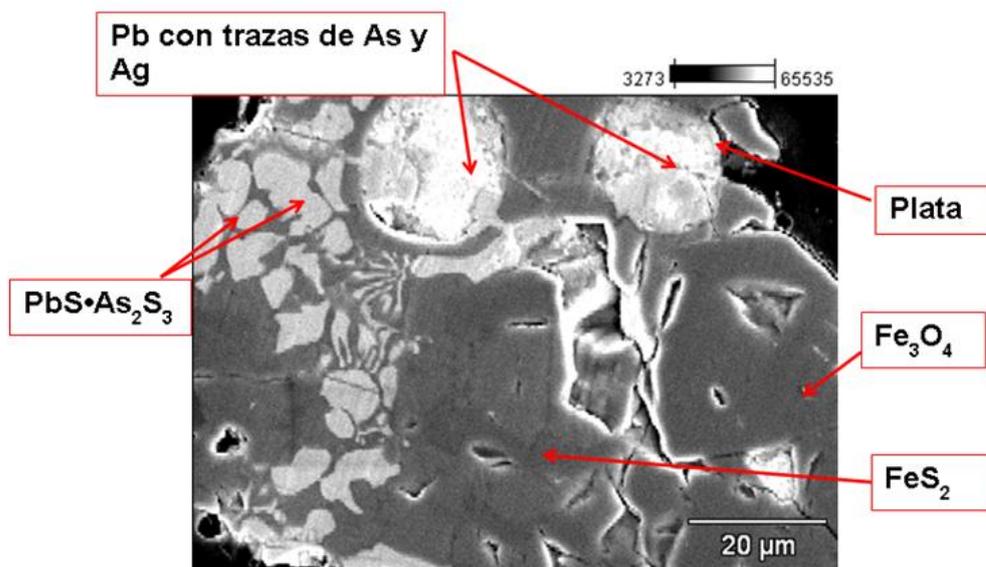


Figura 8 Especies químicas presentes en la escoria

La figura 10 muestra otros resultados obtenidos mediante MEB-EDS, pero de manera global en la escoria. En esta figura se observa que los principales componentes de la escoria son oxígeno, carbono, hierro, silicio y plomo.

Debe mencionarse que también se identificaron mediante microscopía óptica y electrónica de barridos muchas partículas con color rojizo, las cuales tienen alto contenido de cobre, como se muestra en la figura 10.

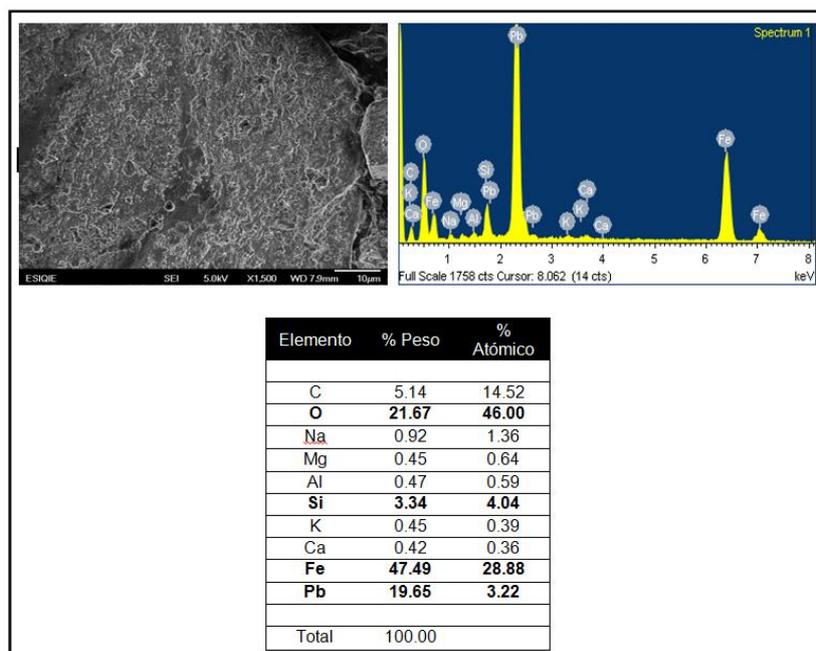


Figura 9 Análisis de la escoria en forma global mediante MEB-EDS

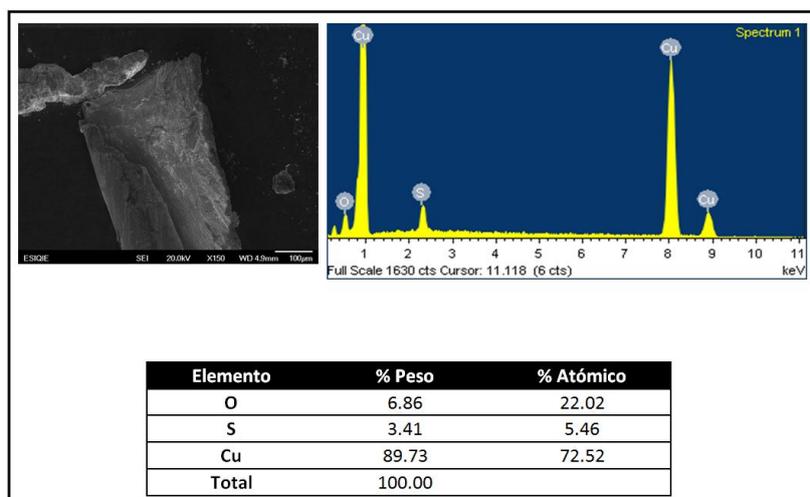


Figura 10 Análisis de una partícula rica en cobre

4.2 Resultados de las pruebas tipo A (concentración gravimétrica)

Los resultados de la concentración de las muestras A1 y A2, así como los de las muestras de cabeza se presentan en la tabla 5

Tabla 5 Resultados de la prueba de concentración gravimétrica

Muestra	Masa(g)	Doré				Concentración (g/ton)	
		%Au	%Ag	W Au (g)	W Ag (g)	Au	Ag
		A - 1 Cabeza	0.0085	3.9	95.1	0.000332	0.008084
A - 2 Cabeza	0.0055	6.2	78.2	0.000341	0.004301	19.93	190.23
A - 1 concen	0.0046	2.71	94.39	0.000125	0.004342	5.51	192.96
A - 2 concen	0.006	2.8	97	0.000168	0.005820	8.41	349.24

4.3 Resultados de las pruebas de tipo B (fusión adicionando un solo fundente)

La tabla 6 muestra los resultados de las pruebas de fusión con adición de un solo fundente y concentración, donde además se muestra la concentración de oro y plata en g/ton para cada uno de los experimentos.

Tabla 6 Resultados de las pruebas de fusión con adición de un solo fundente

Reactivo	Masa Bullion (g)	W (g)	Doré			Concentración (g/ton)		
			% Au	%Ag	W Au (g)	W Ag (g)	Au	Ag
-----	17.1	0.323	4.57	95.38	1.477	30.836	6.428	134.164
C	46	0.712	1.47	98.14	1.046	69.856	3.883	259.292
NaNO₃	43.55	0.282	2.69	96.68	0.760	27.322	2.654	95.394
BORAX	36.95	0.313	0.72	98.76	0.225	30.951	0.754	103.519
Na₂CO₃	48.86	0.325	1	98.83	0.325	32.159	1.088	107.563
CaF₂	66.07	0.1666	53.6	46.2	0.089	0.077	29.66	25.6564

4.4 Resultados de las pruebas de tipo C (fusión adicionando varios fundentes)

Las fusiones con distintas adiciones de fundentes produjeron bullions con múltiples pesos. El peso de los bullion y los dorés obtenidos para las pruebas tipo C se muestran en la tabla 7

Tabla 7 Resultados de las pruebas de fusión adicionando varios fundentes

Prueba	Masa Bullion (g)	Masa doré (g)
C - 1	26.80	0.39
C - 2	34.20	0.48
C - 3	18.40	0.33
C - 4	23.20	0.52
C - 5	33.10	0.51
C - 6	12.70	0.18
C - 7	12.80	0.20
C - 8	18.20	0.45

4.4.1 Análisis químico de oro y plata

El análisis químico de los bullions obtenidos de las pruebas tipo C se muestra en la tabla 8

Tabla 8 Resultado de las pruebas de fusión adicionando varios reactivos

Prueba	Doré		Concentración (g/ton)	
	% Au	%Ag	Au	Ag
C – 1	5.88	93.82	5.724	91.334
C – 2	8.43	91.16	10.156	109.825
C – 3	4.33	95.27	3.539	77.859
C – 4	2.90	96.64	3.781	126.019
C – 5	2.09	97.68	2.685	125.494
C – 6	4.44	95.56	1.951	41.999
C – 7	4.19	95.51	2.052	46.776
C – 8	4.06	95.20	4.584	107.480

4.4.2 Análisis de difracción de Rayos X de las muestras de las pruebas tipo C

Se realizó el estudio del bullion obtenido de la fusión C - 2 mediante la técnica de difracción de Rayos X, el cual presentó una distribución de fases metálicas. La figura 11 muestra el espectro de difracción del bullion.

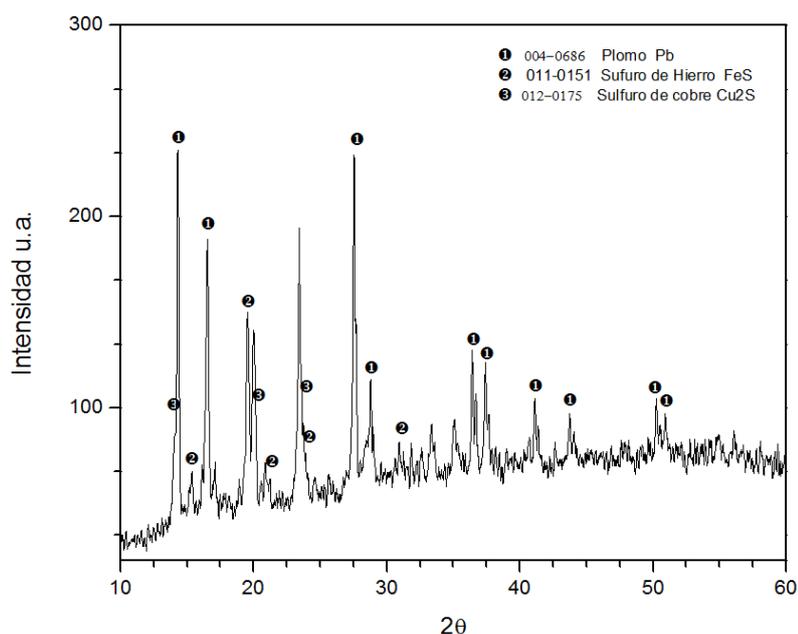


Figura 11 Espectro de difracción de Rayos X del bullion de la prueba C - 2

4.4.3 Análisis de microscopía electrónica de barrido

Como resultado de esta fusión se obtuvo una fase metálica compuesta visiblemente por dos fases metálicas. Los resultados preliminares indican que esas fases son principalmente ricas en plomo y hierro, en las cuales se identificaron glóbulos de una tercera fase.

A continuación se presentan los resultados del estudio de microscopía electrónica a partir de la fase metálica obtenida en la matriz de Plomo y la interfase plomo hierro correspondiente a la sección transversal.

El análisis se realizó mediante las técnicas de obtención de imagen de electrones, mapeo, microanálisis lineal, puntual y por área.

La figura 12 muestra la imagen de electrones del bullion, donde es posible observar un glóbulo de fase secundaria atrapado, en el cual se encontraron cuatro fases visiblemente distinguibles.

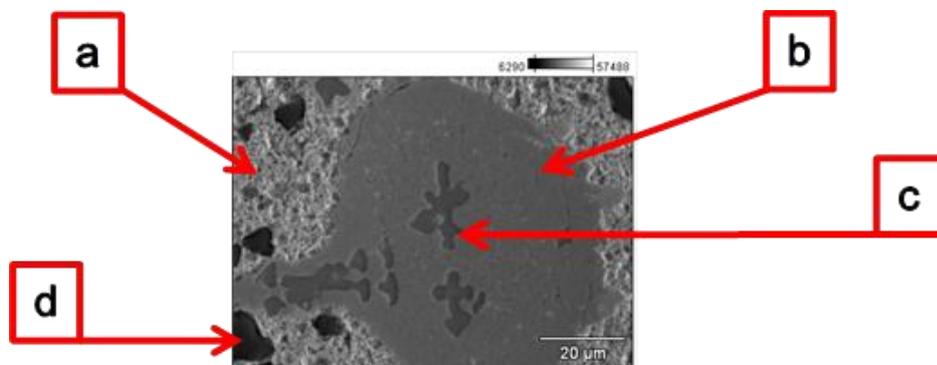


Figura 12 Fase rica en Plomo. Obtenida a condiciones de Voltaje: 25.0 kV. Magnificación: 1200X. a) Matriz de Plomo; b) Glóbulo de cobre; c) Fase encapsulada en el glóbulo; d) Partículas embebidas de la etapa de desbaste.

La figura 13 muestra el resultado de la técnica de microanálisis por área de los elementos presentes en la fase rica en Plomo.

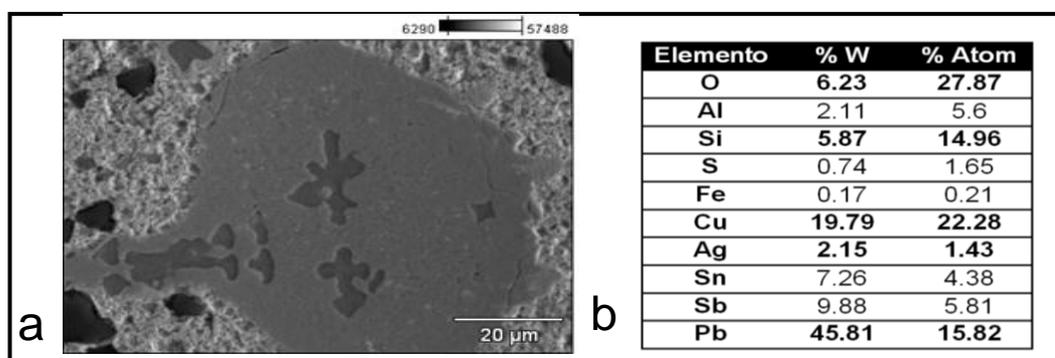


Figura 13 a) Imagen de electrones. Voltaje: 25.0 kV, Magnificación: 1200; b) Análisis cuantitativo por área

La distribución espacial y variación composicional de elementos en las fases presentes en el bullion se muestra en las figuras 14 y 15, la cual se realizó mediante la técnica de mapeo realizada a 1200X y Voltaje de Aceleración: 25.0 kV

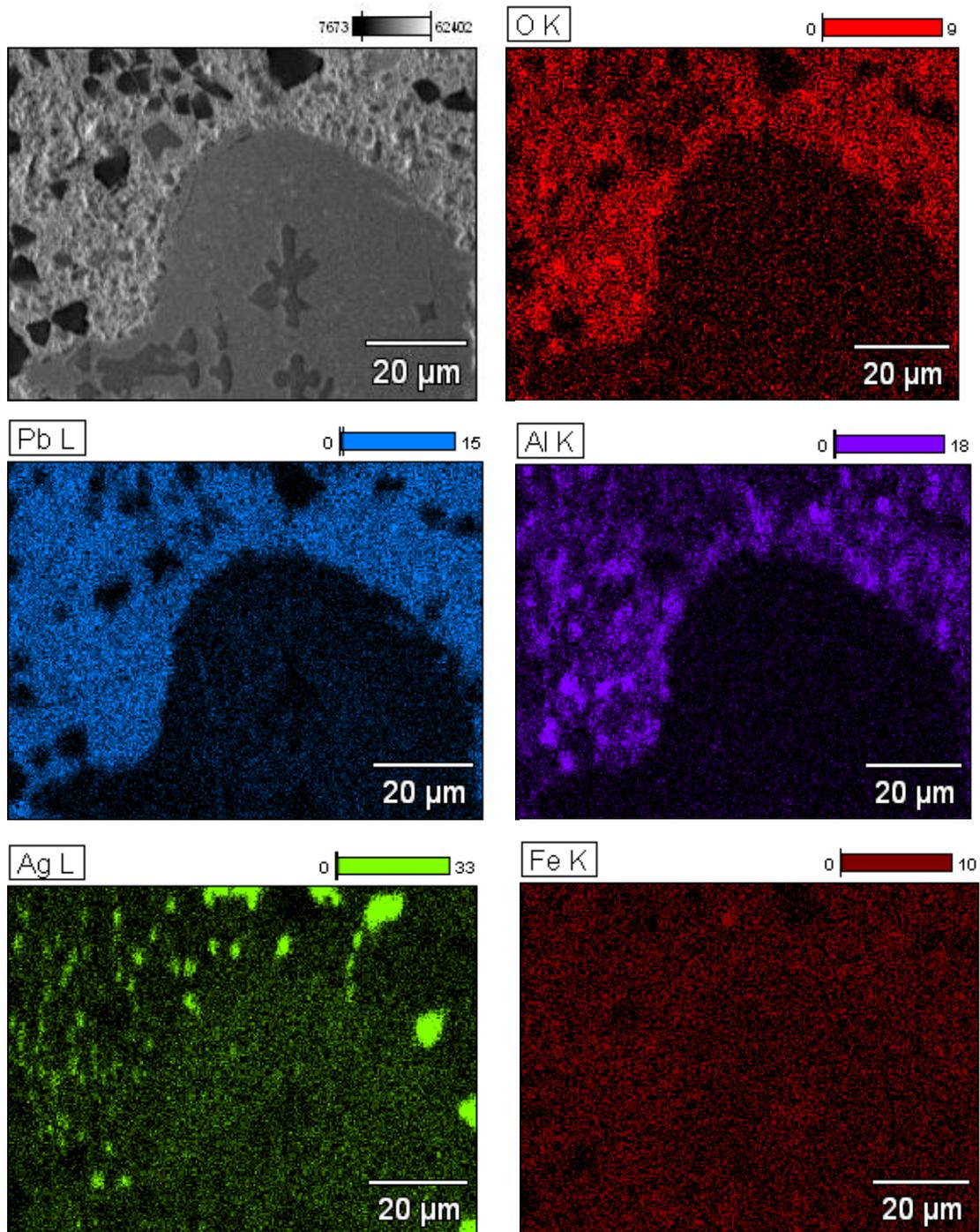


Figura 14 Distribución y variación espacial de Oxígeno, Plomo, Aluminio, Plata y Hierro

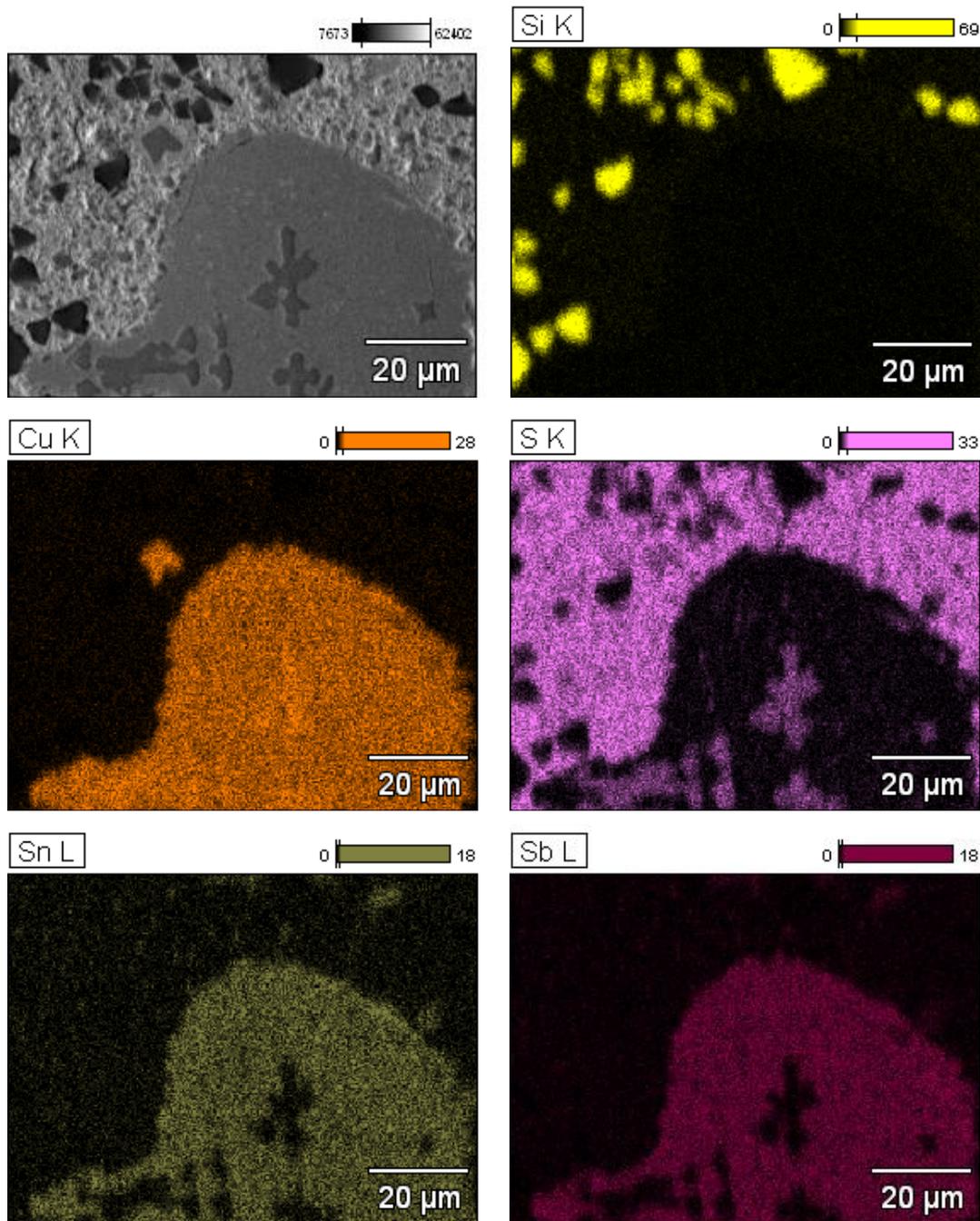


Figura 15 Distribución y variación espacial de Silicio, Cobre, Azufre, Estaño y Antimonio

La figura 16 muestra los zonas de microanálisis puntual de las fases encontradas en el bullion a 1200X y un Voltaje de Aceleración de 25.0 kV

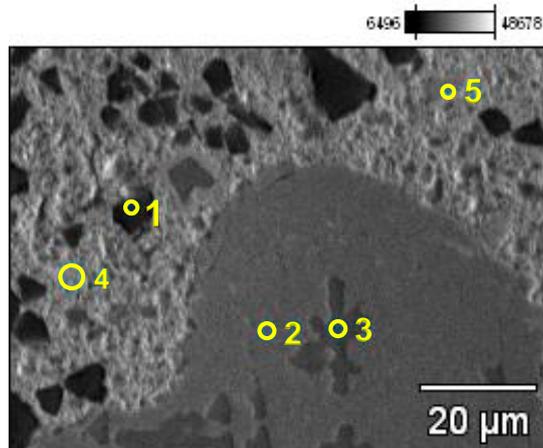


Figura 16 Imagen de electrones y distribución de microanálisis realizados

Las figuras 17 – 21 muestran los espectros y resultados de microanálisis de las zonas 1 a 5.

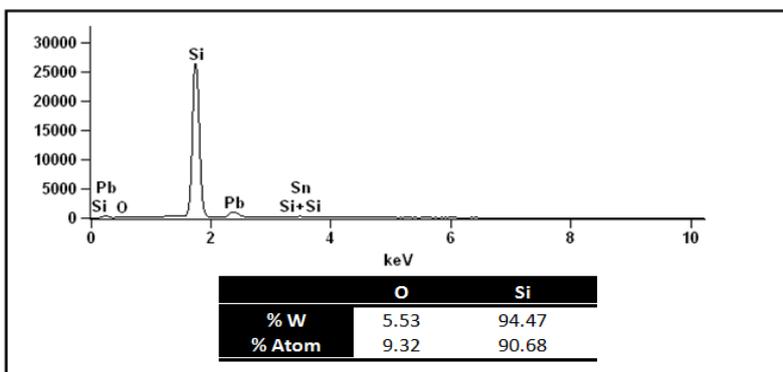


Figura 17 Espectro y microanálisis de la zona 1

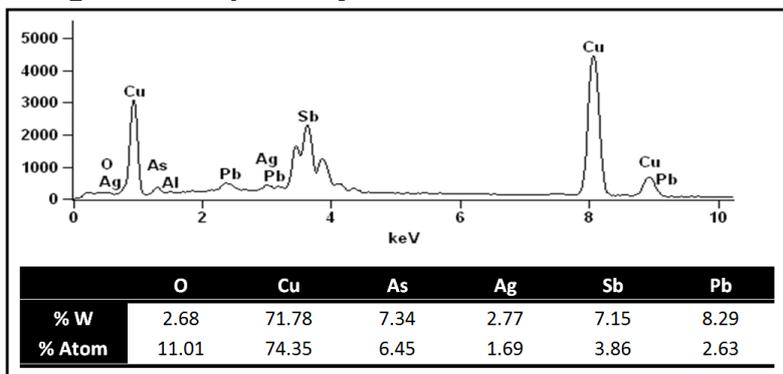


Figura 18 Espectro y microanálisis de la zona 2

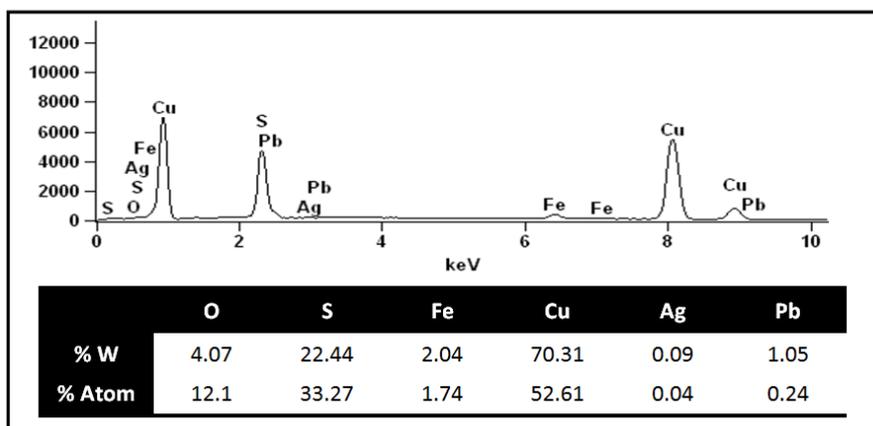


Figura 19 Espectro y microanálisis de la zona 3

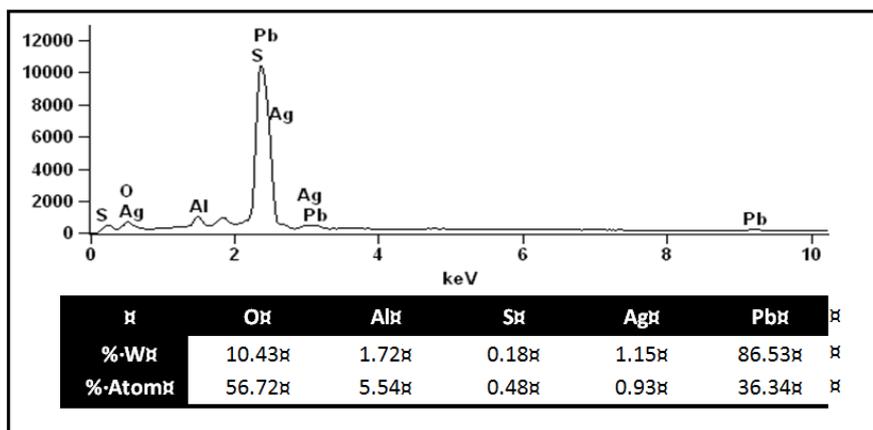


Figura 20 Espectro y microanálisis de la zona 4

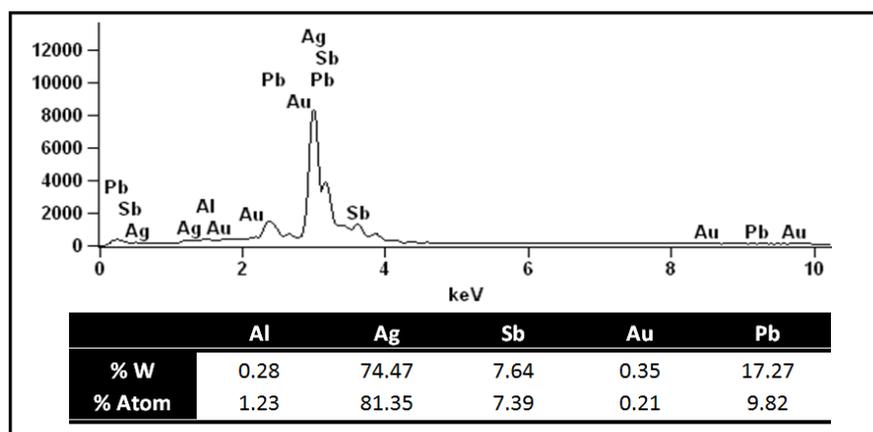


Figura 21 Espectro y microanálisis de la zona 5

Las figuras 22 – 24 muestran el microanálisis lineal de los cambios de fase en las partículas encontradas en el bullion mediante la técnica de microanálisis lineal.

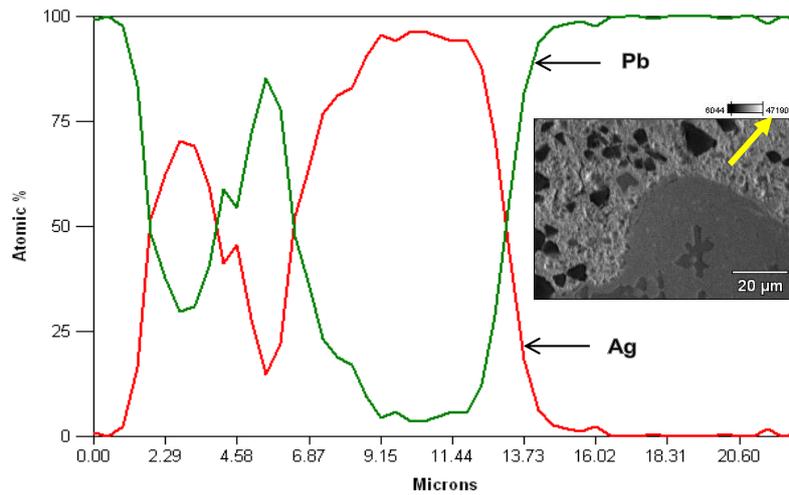


Figura 22 Microanálisis lineal de la zona rica en plata en la matriz de plomo

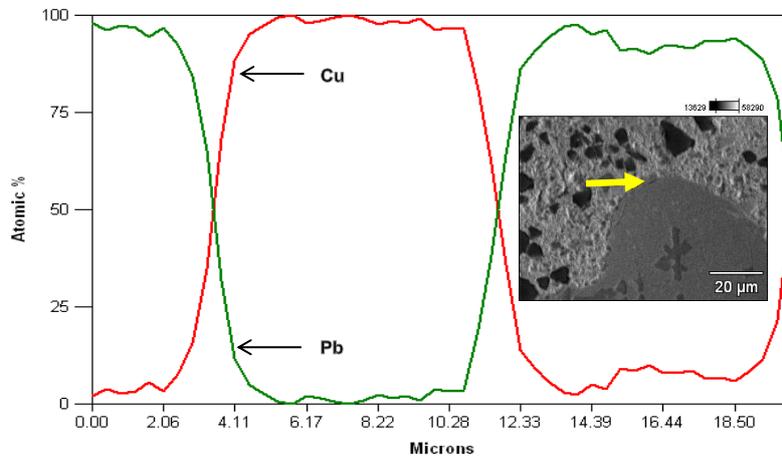


Figura 23 Microanálisis lineal del glóbulo de cobre en la matriz de plomo

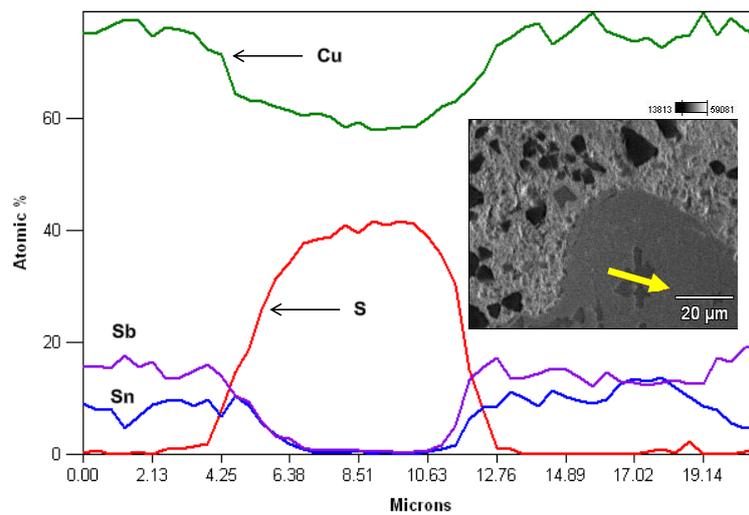


Figura 24 Microanálisis lineal de la fase atrapada en el glóbulo de cobre

La figura 25 muestra la imagen de electrones de la interface plomo hierro, donde se encontraron cinco fases visualmente distinguibles

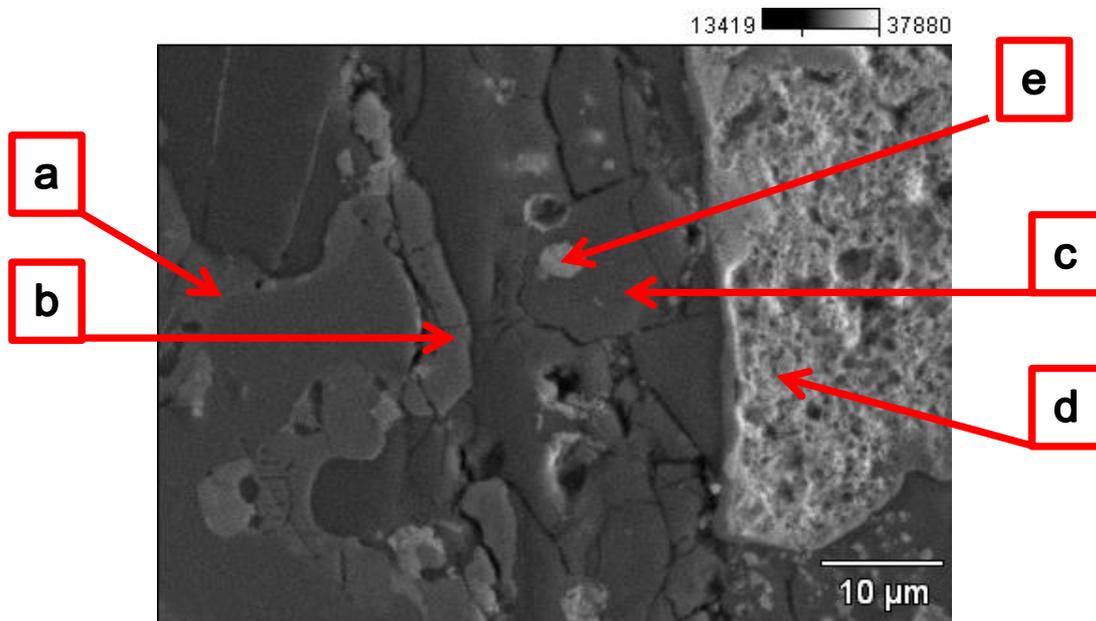


Figura 25 Interface plomo - hierro a) Fase rica en hierro; b) Interfase hierro cobre; c) Fase rica en cobre; d) Fase rica en Plomo; e) Glóbulo de plomo

Las figuras 26 y 27 muestran la distribución espacial y variación de concentración de elementos en la interface plomo hierro mediante la técnica de mapeo realizada a 1700X y Voltaje de Aceleración: 25.0 Kv

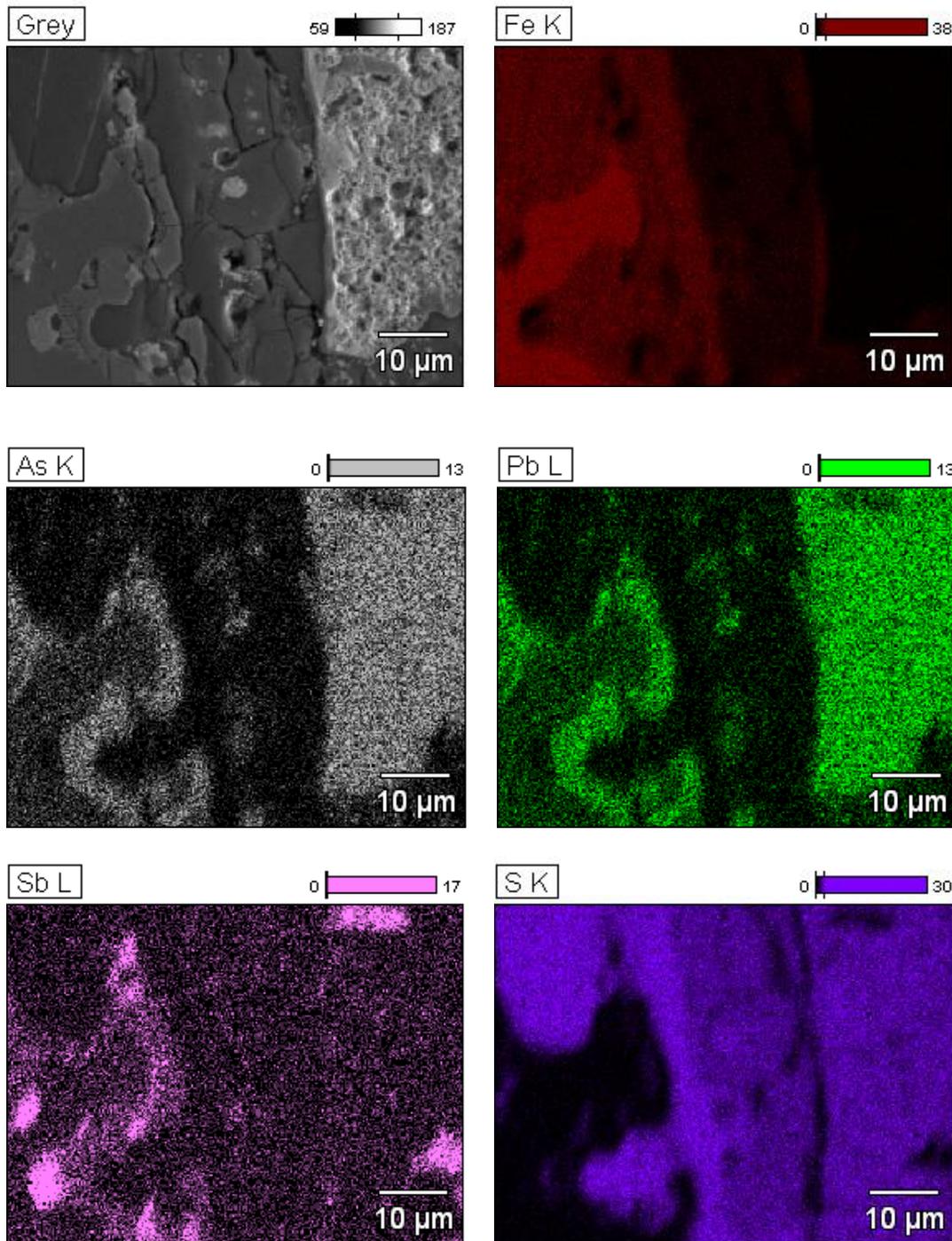


Figura 26 Distribución y variación espacial de Hierro, Arsénico, Plomo, Antimonio y Azufre

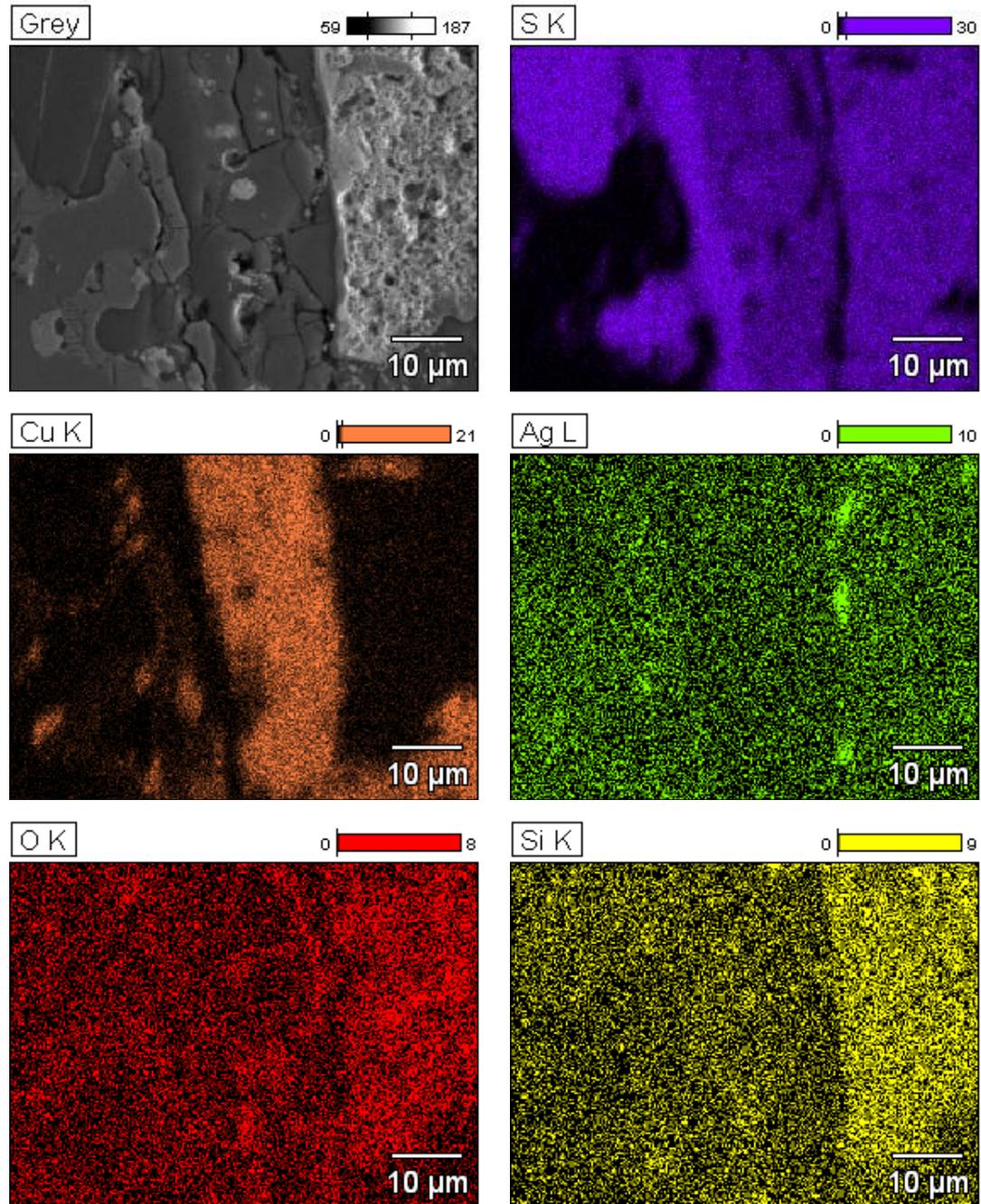


Figura 27 Distribución y variación espacial de Azufre, Cobre, Plata, Oxígeno y Silicio

Las zonas donde se realizó el microanálisis puntual en la interface plomo hierro se muestra en la figura 28. El análisis se llevó a cabo a 1200X y un Voltaje de Aceleración de 25.0 kV

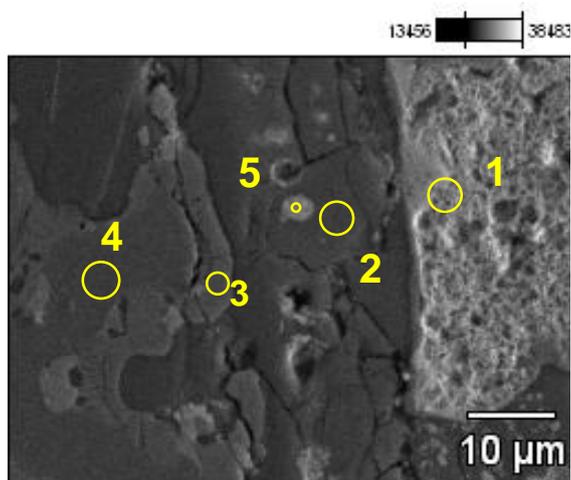


Figura 28 Imagen de electrones y distribución de microanálisis realizados

Las figuras 29 - 33 muestran los espectros y resultados de microanálisis de las zonas 1 a 5.

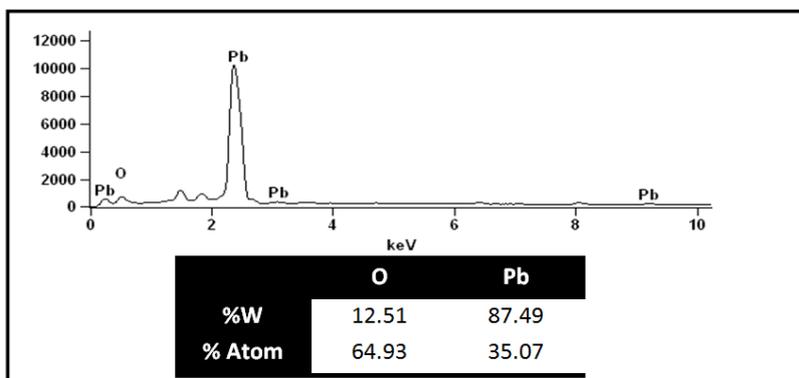


Figura 29 Espectro y microanálisis de la zona 1

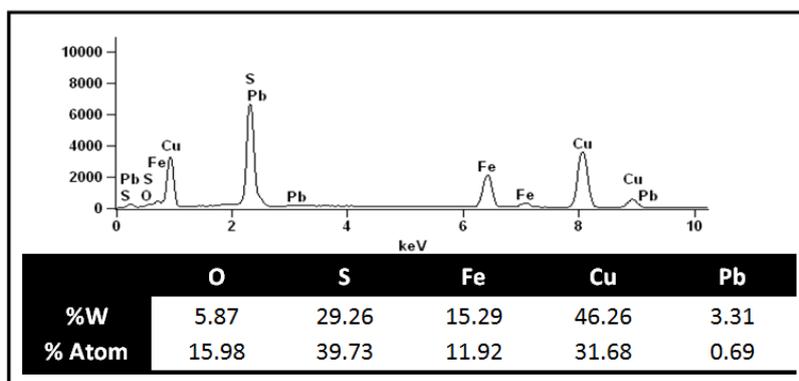


Figura 30 Espectro y microanálisis de la zona 2

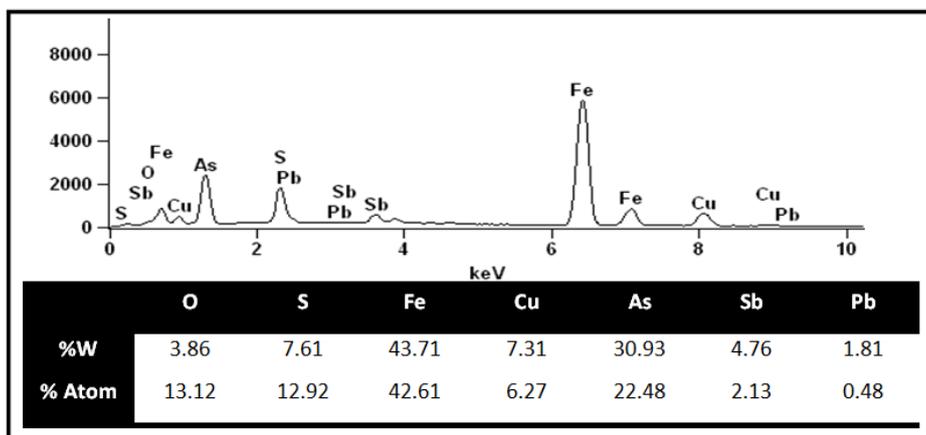


Figura 31 Espectro y microanálisis de la zona 3

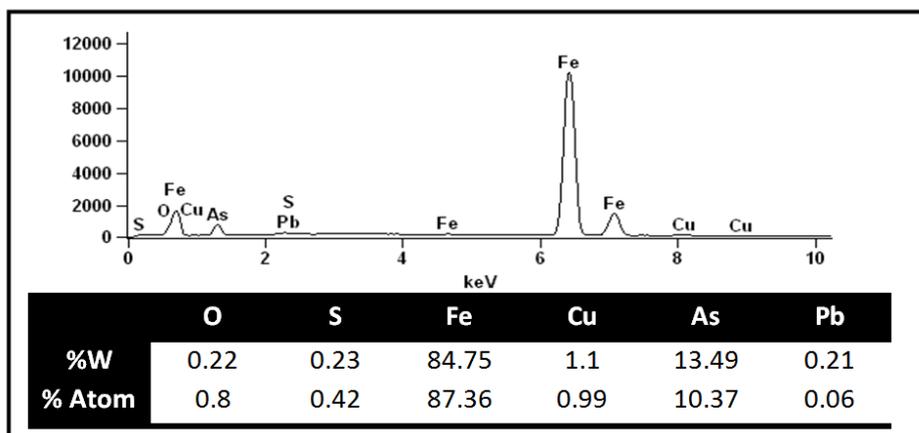


Figura 32 Espectro y microanálisis de la zona 4

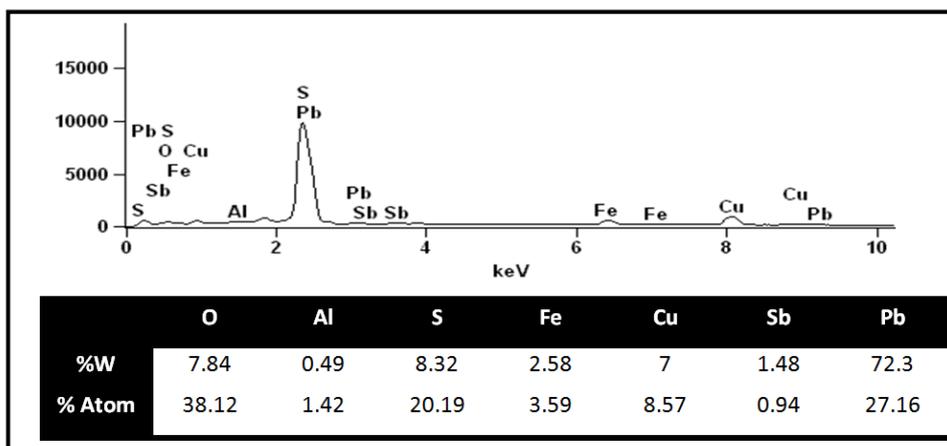


Figura 33 Espectro y microanálisis de la zona 5

La figura 34 muestra la trayectoria del perfil de composición en la interface Plomo Hierro mediante la técnica de microanálisis lineal.

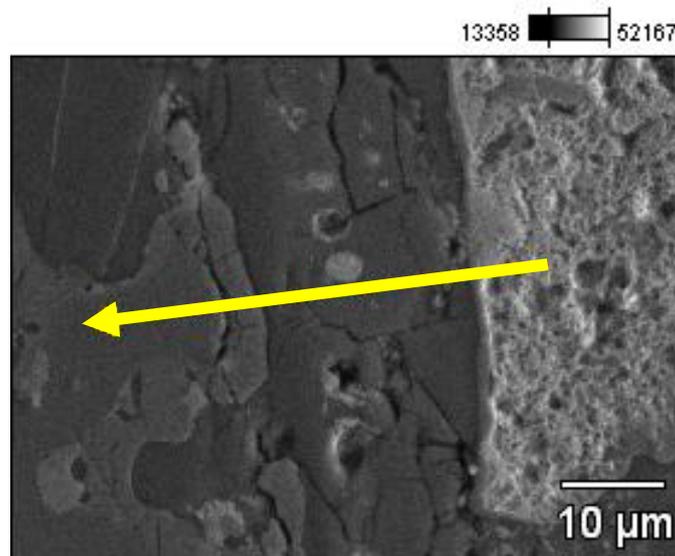


Figura 34 Imagen de electrones a Magnificación: 1700X y Voltaje de Aceleración de: 25.0 kV

La figura 35 muestra la distribución elemental en % atómico en la interfase hierro plomo

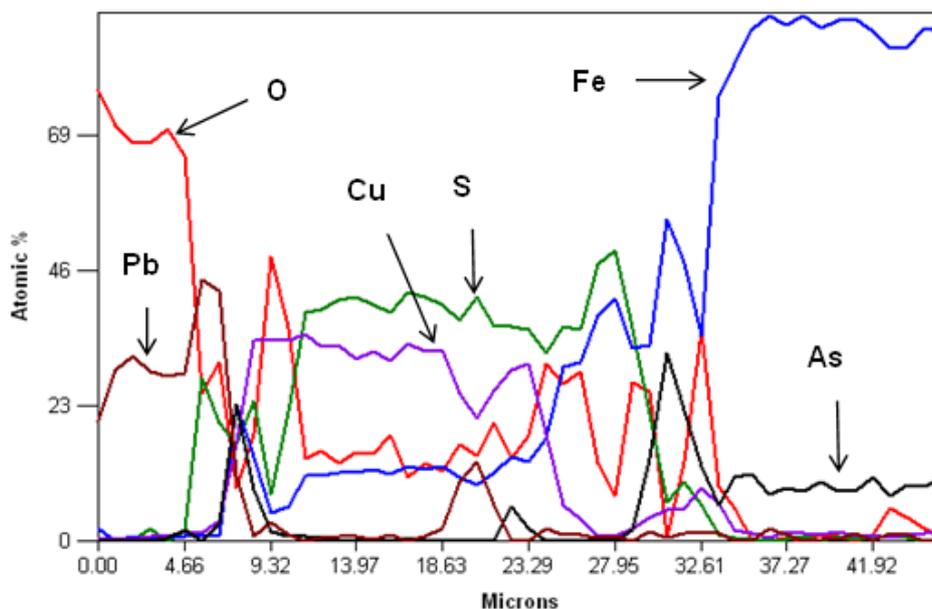


Figura 35 Microanálisis lineal de la interfase plomo hierro

4.5 Análisis termodinámico de la escoria

El análisis termodinámico de la escoria se realizó mediante el programa de cómputo FACTSage, el cual comprende el cálculo de viscosidad en el sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$, así como del equilibrio de la escoria a partir del análisis químico inicial.

4.5.1 Cálculo de viscosidad

La figura 36 muestra el diagrama de equilibrio ternario $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$, así como el cálculo de viscosidad para el sistema a $1200\text{ }^\circ\text{C}$.

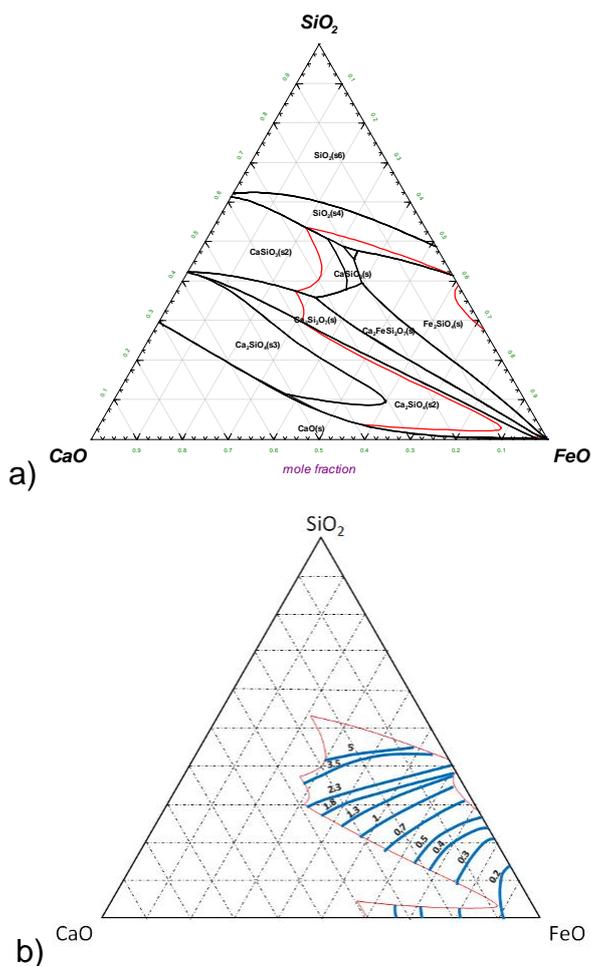


Figura 36 a) Diagrama de fase del sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a $1200\text{ }^\circ\text{C}$, b) Viscosidad (poise) en el diagrama ternario $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a $1200\text{ }^\circ\text{C}$. Diagramas de fases e isoviscosidad ternarios del sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-FeO}$ a $1200\text{ }^\circ\text{C}$

4.5.2 Cálculo del equilibrio a alta temperatura

El cálculo del equilibrio de la escoria a alta temperatura se realizó mediante el programa de cómputo FACTSage. Para el cálculo se variaron las cantidades de SiO₂ y CaO, así como la cantidad de SiC, ya que se consideró la interacción del crisol, además del óxido de plomo como reactivo, así como la presencia de oro como un compuesto con plomo.

El sistema estudiado se representa en gramos mediante la siguiente distribución de cantidades



donde X, Y y Z son las cantidades variables de SiO₂, CaO y SiC, respectivamente. Las figuras 37, 38 y 39 muestran la variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura para diferentes condiciones de basicidad a cantidades iniciales de SiC de 0, 0.5 y 1 g, manteniendo la cantidad de CaO inicial constante.

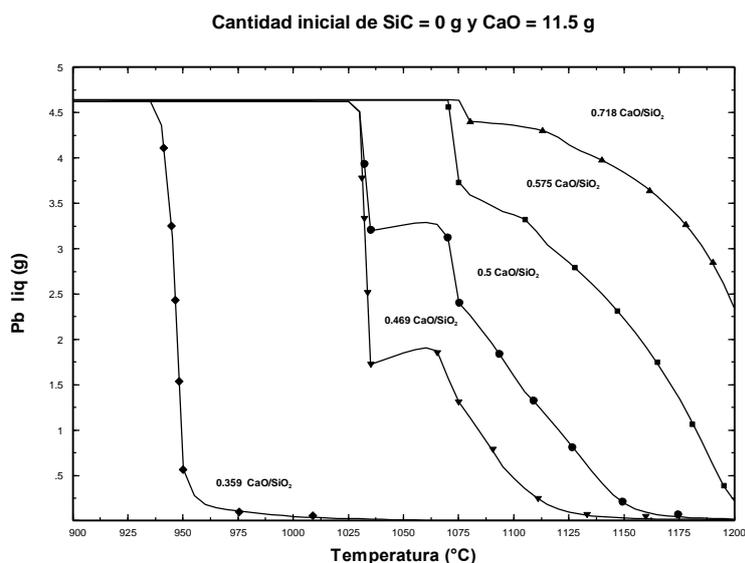


Figura 37 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad sin la presencia de SiC y cantidad de CaO = 11.5 g

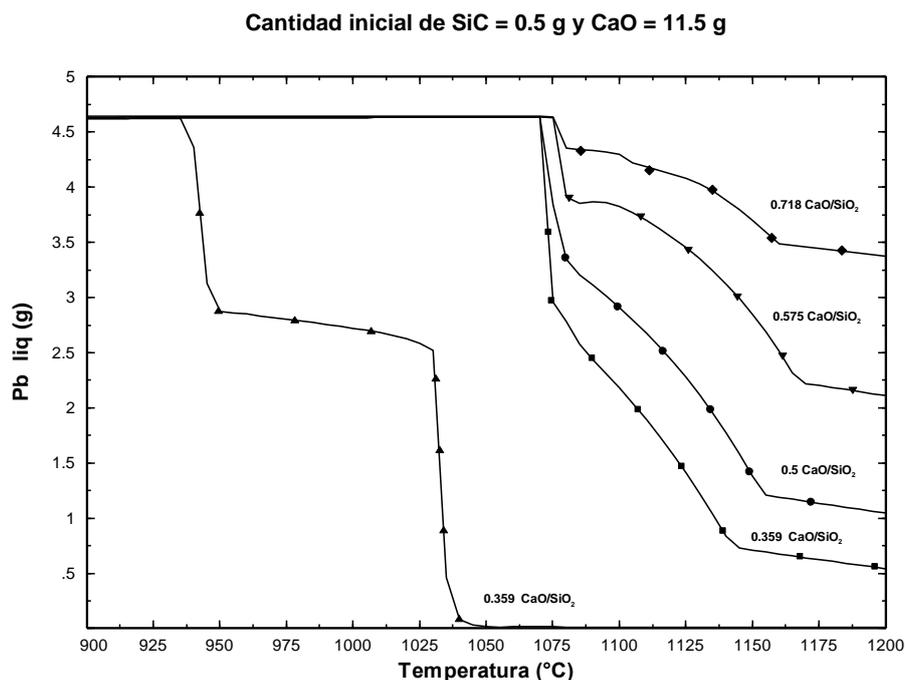


Figura 38 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 0.5 g de SiC inicial y cantidad de CaO = 11.5 g

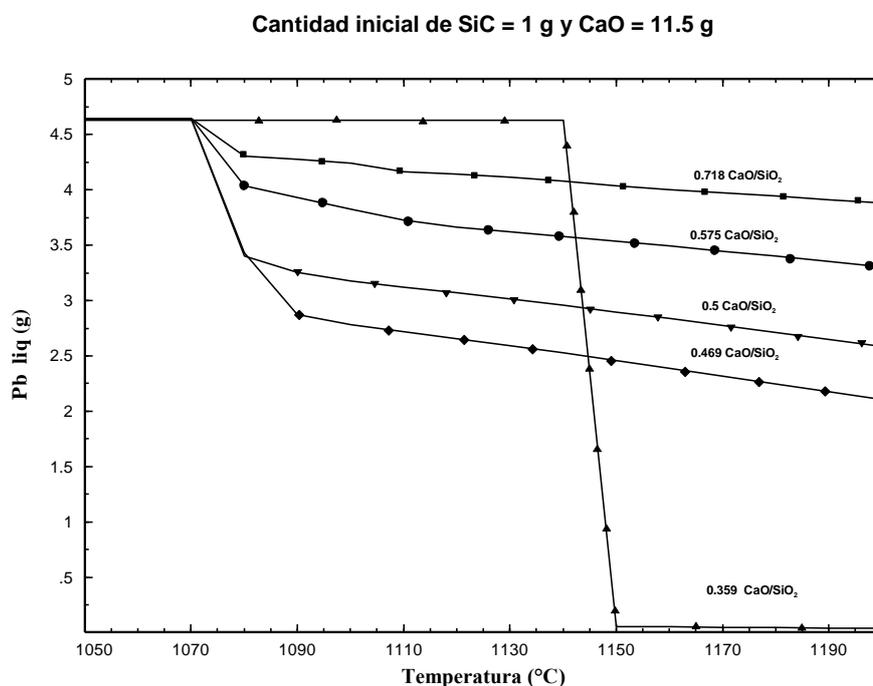


Figura 39 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 1 g de SiC inicial y cantidad de CaO = 11.5 g

Las figuras 40, 41 y 42 muestran la variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura para diferentes condiciones de basicidad a cantidades iniciales de SiC de 0, 0.5 y 1 g, manteniendo la cantidad de SiO₂ inicial constante.

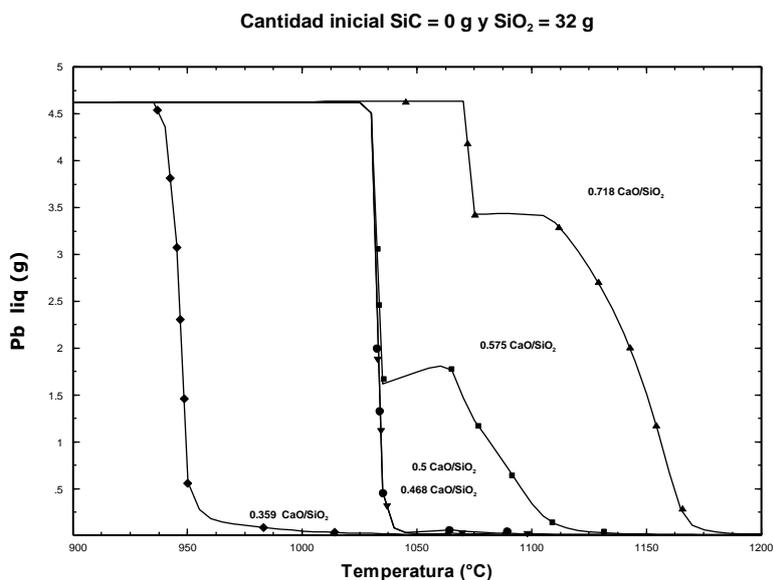


Figura 40 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad sin la presencia de SiC y cantidad de SiO₂ = 32 g

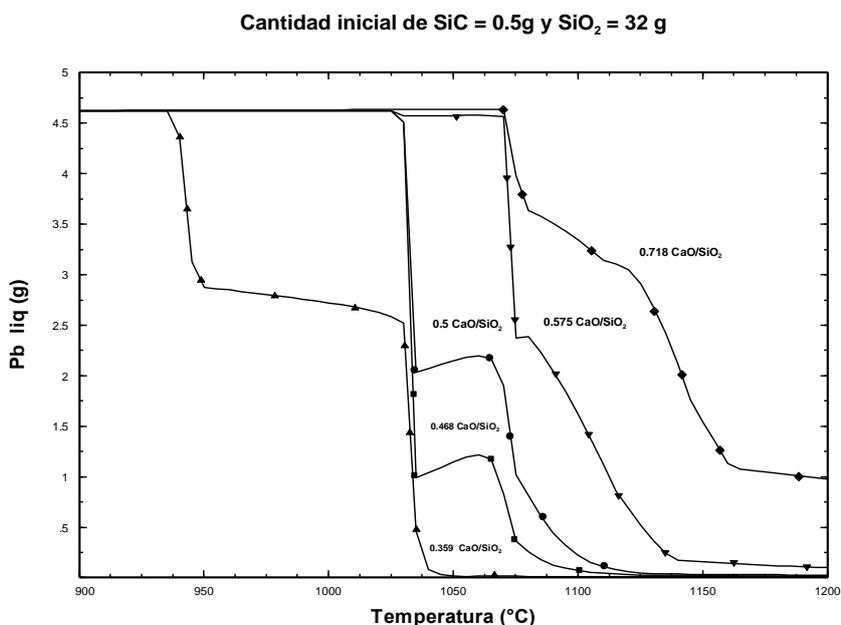


Figura 41 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 0.5 g de SiC inicial y cantidad de SiO₂ = 32 g

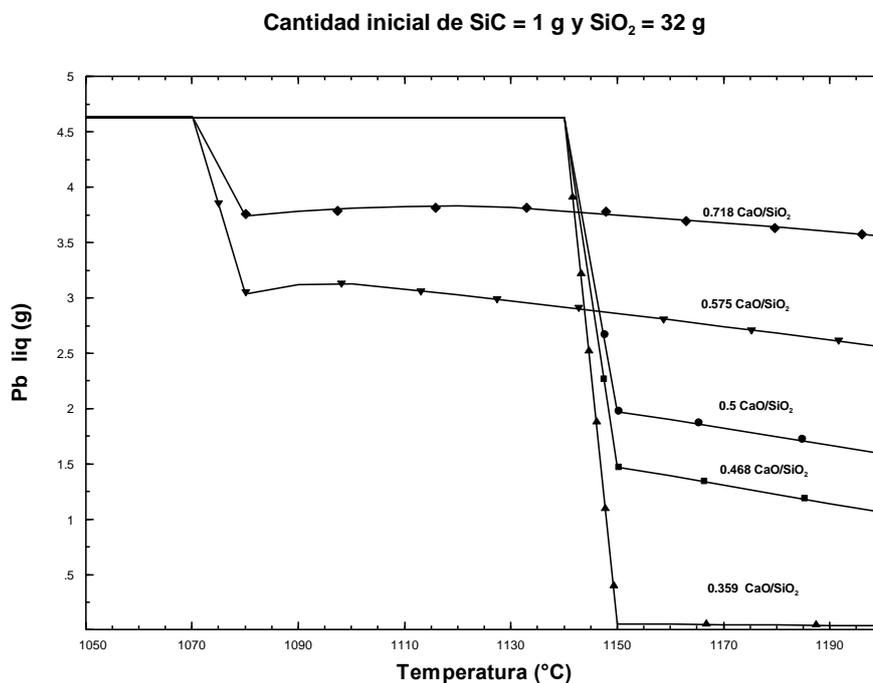


Figura 42 Variación de la cantidad plomo líquido en función de la temperatura a diferentes condiciones de basicidad con 1 g de SiC inicial y cantidad de SiO₂ = 32 g

5. DISCUSION DE RESULTADOS

Las características de la escoria delimitan los las rutas de su procesamiento. Las figuras 4 y 5 permiten identificar como especies principales a la galena y magnetita, así como especies asociadas al silicato de calcio y magnesio, sulfuro de plomo y bismuto, así como arseniato de cobre.

El estudio de microscopía electrónica de barrido mediante la técnica de mapeo en las figuras 6 y 7 muestra la distribución de plomo, plata, hierro, arsénico, azufre y oxígeno en la escoria. La reconstrucción mineralógica mostrada en la figura 8 se identifican especies como plomo con trazas de arsénico y plata, plata, sulfuros de plomo y arsénico, óxidos y sulfuros de hierro.

La figura 10 muestra otros resultados obtenidos mediante MEB-EDS de manera global en la escoria. En esta figura se observa que los principales componentes de la escoria son oxígeno, carbono, hierro, silicio y plomo. Debe mencionarse que también se identificaron gran cantidad de partículas con color rojizo, las cuales tienen alto contenido de cobre, como se muestra en la figura 9

5.1 Análisis de resultados de la prueba de concentración gravimétrica

La eficiencia en la concentración gravimétrica depende principalmente de las características de la escoria, como son:

- a) La cantidad de oro y plata

b) Las especies químicas asociadas

c) Tamaño de liberación

Debido a la gran diversidad de estas características en la escoria, la concentración gravimétrica está limitada. Por esta razón se observa en la tabla 5 que la cantidad de oro obtenida en los concentrados es menor a la de las muestras de cabeza. Este efecto es más notorio para el oro, ya que las cantidades de los concentrados corresponden a menos del cincuenta por ciento.

La mayor concentración de oro se obtuvo en la muestra A – 2 con una recuperación de 8.41 g/ton a partir de 19.93 g/ton de la muestra de cabeza. Para la muestra A – 1 la recuperación del concentrado es de 5.51 g/ton de oro a partir de 19.30 g/ton de la muestra de cabeza.

La plata sufre el mismo comportamiento para la muestra A – 1, donde el concentrado tiene 192.96 g/ton de plata a partir de 442 g/ton de la muestra de cabeza. No obstante la recuperación de plata de la muestra A – 2 con 349.24 g/ton de plata supera el valor obtenido del análisis de cabeza de 190.23 g/ton.

5.2 Análisis de resultados de la prueba de fusión adicionando un solo fundente

A pesar de que las escorias son comúnmente materiales duros debido a su composición, no siempre presentan fragilidad. La preparación mecánica de la escoria para el concentrado conlleva diversas etapas de reducción de trituración y molienda

El granulado de la escoria tiene la gran ventaja de formar un material vítreo, el cual es posible reducir de tamaño con menos etapas, así como emplear menores tiempos de molienda.

La fusión de la escoria con adiciones de reactivos como grafito, nitrato de sodio, bórax, carbonato de sodio y flúorita promueven la reducción de metales en la escoria, por lo que la concentración puede incrementarse debido al efecto que tienen en la formación de fases metálicas.

La mayor recuperación de oro mediante fusión con un solo fundente es la de flúorita con un valor de 29.66 g/ton. En el análisis del bullion de esta prueba se realizaron repetidas copelaciones debido a la gran cantidad de hierro obtenida, por lo que una cantidad considerable de plata se perdió, lo cual incrementó el porcentaje de oro en el doré.

Independientemente de los resultados anteriores, la recuperación mediante grafito y el nitrato de sodio es notablemente mayor que los otros reactivos, siendo el grafito el reactivo con mejores resultados, presentando una recuperación de 3.883 g/ton a partir de 6.428 g/ton de la prueba de fusión sin fundente. La recuperación de la plata mediante grafito como único reactivo es de 259.292 g/ton, claramente superior que la realizada en la prueba de fusión sin fundente de 134.164 g/ton.

La utilización de nitrato de sodio como único reactivo registró recuperaciones de oro de 2.654 g/ton y 95.394 g/ton de plata, las cuales son inferiores al cincuenta por ciento de los valores obtenidos en la prueba de fusión sin la adición de fundente. Sin embargo, la recuperación mediante la fusión con nitrato de sodio es claramente superior a la de bórax, carbonato de sodio y flúorita.

5.3 Análisis de resultados de la prueba de fusión adicionando varios fundentes

La fusión ó fundición es un proceso de recuperación de metales que resulta de la transformación de la fase sólida a líquida mediante la aplicación de temperatura, en donde diversas reacciones se llevan a cabo en la fase líquida para el refinamiento de metales.

La fusión con varios fundentes es una metodología que permite disminuir las etapas de procesamiento, en la cual, la disminución de tamaño sólo se lleva a cabo mediante la trituración. El resultado de las pruebas de fusión de tipo C es la formación de fases metálicas, donde la principal es rica en plomo, y como fases secundarias se forman fases ricas en hierro y cobre, las cuales están distribuidas en la superficie y en el interior de la fase rica en plomo.

La tabla 7 muestra la relación de pesos de los bullions que se obtuvieron en las pruebas de fusión tipo C, en donde las pruebas C - 2 y C - 5 presentaron mayor peso. La tabla 7 también muestra el peso de los bullions formados, siendo las pruebas C - 5, C - 4 y C - 2 las que generaron un doré de mayor masa.

En el análisis químico de las pruebas de fusión se muestra en la tabla 8, donde existe una clara diferencia en el contenido de oro en los dorés, siendo 8.43% de oro el mayor contenido, el cual corresponde a la prueba C - 2. El mayor contenido de plata se obtuvo en la prueba C - 5 con 96.64% de plata. No obstante las pruebas C - 4, C - 3 y C - 8 tienen contenidos similares de 96.64%, 95.27% y 95.20 % respectivamente.

La mayor recuperación de oro es de 10.156 g/ton, la cual corresponde a la prueba C – 2. Las subsecuentes mejores recuperaciones de oro son de 5.724% y 4.584% de oro para las pruebas C – 1 y C – 4. La mayor recuperación de plata se obtiene en las pruebas C - 4 y C – 5 con 126.019 g/ton y 125.494 g/ton respectivamente, seguido de las pruebas C – 2 y C – 8 con 109.825 g/ton y 107.480 g/ton.

En principio las escorias de fundición se clasifican en ácidas, básicas y neutras. Las escorias básicas tienen una estructura simple y son fluidas, por su parte, las escorias ácidas se componen por grandes iones complejos y su viscosidad es alta. La presencia de cobre en la escoria permite generar una mata que tiene como principales características a su alta densidad y baja viscosidad, lo cual indica que se asentará bajo una capa de escoria.

Debido a la presencia de sílice en la escoria se promueve la combinación con los óxidos presentes para formar aniones poliméricos de silicato fuertemente enlazados, un ejemplo es el caso de la wustita:



La caracterización del bullion de la prueba C – 2 mediante la técnica de difracción de Rayos X determina como principal especie al plomo, además, de la presencia de especies de hierro y cobre como sulfuros.

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido realizado al bullion muestra la formación de cuatro diferentes fases (figura 12):

- a) Matriz

La composición de la matriz se determina mediante la técnica de microanálisis por área en las figuras 13, donde el elemento que se encuentra en mayor cantidad es el plomo. La técnica de mapeo mostrada en las figuras 14 y 15 muestra que la plata y elementos como oxígeno, azufre y aluminio están asociados a la matriz de plomo. La figura 20 muestra el microanálisis puntual de la zona 4 (figura 16), el cual confirma la asociación de elementos como plata, azufre, oxígeno y aluminio. El espectro de microanálisis de la zona 5 muestra que la zona rica en plata también tiene pequeñas cantidades de oro.

El microanálisis lineal de la matriz se muestra en la figura 22, en donde puede apreciarse la formación de zonas ricas en plata de hasta 7 μm de espesor. También se encontró que los pequeños glóbulos de cobre tienen un radio de 7.5 μm aproximadamente (figura 23).

b) Glóbulo de cobre

La figura 13 muestra que la cantidad de cobre en el microanálisis por área del glóbulo atrapado en el bullion es de 19.79 % peso. Mediante la técnica de mapeo (figura 15), se observa que la distribución espacial y variación composicional de los elementos en el glóbulo de cobre, el cual está acompañado por elementos como estaño y antimonio. El microanálisis puntual realizado en la zona 2 (figura 16) muestra que el cobre y el oxígeno son los principales constituyentes del glóbulo encontrado, además, cuenta con la presencia de elementos como arsénico, plata, antimonio y plomo.

c) Fase encapsulada en el glóbulo

Mediante los mapeos de la figura 15 se observa que la fase atrapada en el glóbulo está compuesta exclusivamente por cobre y azufre. El microanálisis puntual de la zona 3 (figura 16) mostrado en la figura 19 muestra como principales constituyentes al cobre y el azufre.

El microanálisis lineal del glóbulo de cobre (figura 24) permite identificar el incremento de azufre en la fase atrapada, así como la disminución de estaño y antimonio.

d) Partículas embebidas de la etapa de desbaste

El contenido de silicio es causado por partículas inherentes a la preparación de la probeta, la distribución de la composición de silicio de muestra en la figura 15. La figura 17 confirma que las partículas negras son ricas en silicio.

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido realizado la interfase plomo hierro muestra la formación de múltiples fases (figura 12): Fase rica en hierro, interfase hierro cobre, fase rica en cobre, fase rica en plomo y glóbulo de plomo. Las figuras 26 y 27 muestran la distribución espacial y variación de concentración de elementos en la interface plomo hierro mediante la técnica de mapeo, encontrando la presencia de hierro, arsénico, plomo, antimonio, azufre, cobre, plata, oxígeno y silicio.

Los microanálisis puntuales realizados en la interfase plomo hierro distribuidos en cinco zonas (figura 28), donde se muestra que las zonas 1, 2 y 4 fungen como matrices ricas en plomo, cobre y hierro.

El microanálisis puntual de la zona 1 en la figura 29 muestra la matriz compuesta por óxido de plomo. El microanálisis de la zona 2 (figura 30) muestra que además de cobre también está presente una cantidad considerable de elementos como azufre, hierro, y oxígeno, aunque también se cuenta un bajo porcentaje de plomo. El microanálisis de la zona 4 (figura 32), el elemento predominante es el hierro, seguido del arsénico.

El microanálisis de la zona 3 en la figura 31 muestra como principales elementos al hierro y al azufre, aunque también presenta elementos de la fase contigua y en los glóbulos de cobre como son cobre, antimonio, azufre, oxígeno y pequeñas cantidades de plomo. En la zona 5 se analizó un glóbulo con gran cantidad de oxígeno, azufre y plomo, metales como hierro, cobre y aluminio también están presentes en menor cantidad.

El perfil de composición de la interfase plomo hierro mostrado en la figura 35 sigue la trayectoria mostrada en la figura 34, en donde se identifican las tres fases principales como:

- a) Óxido de plomo
- b) Sulfuro de cobre
- c) Speiss

5.4 Análisis de los resultados termodinámicos

La formación de la fase líquida en la escoria es determinada por la composición de los óxidos presentes. Los principales óxidos en la escoria son SiO_2 , CaO , y FeO . La figura 36 a muestra el diagrama de fase ternario de los óxidos principales en la escoria a 1200 °C.

La figura 36 b muestra las líneas de isoviscosidad del sistema ternario SiO_2 , - CaO , - FeO , donde puede observarse que la máxima viscosidad a 1200 °C se obtiene entre 40 y 45% de sílice. Los mayores incrementos de viscosidad se presentan a partir de 20% sílice

Pequeñas variaciones en la composición pueden ocasionar cambios significativos en la viscosidad. La figura 36 b evidencia que a cantidades menores a 20% de CaO los cambios de composición son más sensibles en la viscosidad.

La eficiencia de los procesos metalúrgicos está determinada en gran medida por la relación de basicidad de la escoria, tal relación está determinada por los principales óxidos y la sílice. Usualmente la basicidad se expresa en función de la cantidad de cal y sílice. Mediante el empleo de programas de computo termodinámicos es posible determinar la variación de la cantidad de plomo líquido en función de la temperatura a diferentes relaciones de basicidad.

Las figuras 37, 38 y 39 se muestra que la cantidad plomo líquido obtenida a diferentes condiciones de basicidad variando la cantidad de sílice es mayor a relaciones de basicidad mayores. En estas figuras también se observa la influencia del crisol, ya que a medida que el carburo de silicio interactúa, se obtiene mayor cantidad de plomo líquido.

La relación de basicidad puede modificarse también variando la cantidad de cal. La influencia del crisol en la formación de plomo líquido a alta temperatura a diferentes condiciones de basicidad se muestra en las figuras 40, 41 y 42, donde cantidad de plomo líquido es mayor a medida que se incrementa la cantidad de cal.

6. CONCLUSIONES

Los aspectos más importantes a tomar en el establecimiento del proceso pirometalúrgico para la recuperación de oro y plata a partir de escorias, así como en el estudio termodinámico para determinar la eficiencia del proceso se presentan a continuación.

El proceso de concentración gravimétrica es muy variable y limitado debido a que la baja recuperación es menor al cincuenta por ciento, por lo que este procesamiento es incosteable, ya que el consumo de energía en la preparación mecánica es alto, además de que se requieren múltiples procesamientos secundarios para la completa refinación.

La influencia de grafito y nitrato de sodio en la fusión y granulación incrementan la eficiencia en la concentración, obteniendo valores cercanos al cincuenta por ciento de recuperación de oro y superiores en la plata. A pesar de la mejoría en la recuperación en relación a las pruebas de concentración, el consumo de energía de la fusión incrementa los costos de operación considerablemente, ya que adicionalmente son necesarias las operaciones de disminución de tamaño y concentración, así como múltiples procesamientos secundarios para la refinación completa, por lo que el proceso también es incosteable.

La relación de reactivos 1:1 de carbonato de sodio y fluorita al 3 % y la adición de 5 % sílice (prueba C - 2) presenta la mejor recuperación de oro de 10.156 g/ton, y una alta recuperación de plata de 109.825 g/ton. La alta recuperación de metales preciosos y la baja cantidad de fundentes en un solo proceso de fusión, hacen de la prueba tipo C una alternativa atractiva al procesamiento por la vía pirometalúrgica.

Mediante el análisis termodinámico se determinó que la máxima cantidad de sílice a 1200 °C es de 45%. La relación de basicidad alta permite obtener mayor cantidad de plomo líquido independientemente de la interacción del crisol.

7. REFERENCIAS

- [1] V. A. Shvetsov and N. V. Adel'shina, A Study of the Process of Gold Recovery from a Slag Melt into the Bottom Phase in Fire Assay, *Journal of Analytical Chemistry*, 2004, Vol. 59, pp. 628–632.
- [2] N. K. Algebraistova, E. A. Gubina, S. A. Markova, K. E. Ananenko, L. P. Kostinenko, and D. V. Kuz'michev, Extraction of Noble Metals from the Recycle Slag of Refining Production, *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 2008, Vol. 49, No. 5, pp. 325–327.
- [3] V. Neta and L. S. Strizhko, Technology of Treatment of Gold-Containing Concentrates with the Use of a Copper Collector, *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 2007, Vol. 48, pp. 203–207.
- [4] S. Syed, Recovery of Gold from Secondary Sources, *Journal of Hydrometallurgy*, 2012, Vol. 115, pp 30-51.
- [5] Jirang Cui, Lifeng Zhang, Metallurgical Recovery of Metals from Electronic Waste, *Journal of Hazardous Materials*, 2008 Vol. 158, pp 228–256
- [6] M.W. Ojeda a, E. Perino b, M. del C. Ruiz, Gold Extraction by Chlorination Using a Pyrometallurgical Process, *Minerals Engineering*, 2009, Vol 22, pp 409–411.
- [7] Ahmed M. Donia, Asem A. Atia, Khalid Z. Elwakeel, Recovery of Gold (III) and Silver (I) on a Chemically Modified Chitosan with Magnetic Properties, *Journal of Hydrometallurgy*, 2007, Vol. 87, pp 197–206.
- [8] Jhon Marsden, Iain House, *Chemistry of Gold Extraction*, Ellis Horwood Limited, 1992, First Edition, pp 84 458-471.
- [9] J.A. Abols and P. M. Grady, Maximizing Gravity Recovery Through the Application of Multiple Gravity Devices, 44th Annual Conference of Metallurgist of CIM (*Treatment of Gold Ores*), 2005, pp 31-47
- [10] S Ramachandra Rao, *Resource Recovery and Recycling from Metallurgical Wastes*, Elsevier Waste Management Series 7, 2006, First Edition, pp
- [11] Mene (1986) The direct smelting of doré-loaded steel wool cathodes. *Gold and Silver Recovery Innovations, Phase III*. Randol International Ltd, pp. 4839 – 4852.
- [12] Fisher K. G., *The extractive metallurgy of gold*, Stanley, (1987) pp 615 – 653

[13] Knodler A., Determination of mono and tri - valent gold in baths, Metalloberflaches, (1979), pp 269 – 272.