



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO  
**INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA**

**ÁREA ACADÉMICA DE CIENCIAS DE LA TIERRA Y  
MATERIALES**

**“CARACTERIZACIÓN DE POLVOS METÁLICOS  
PROVENIENTES DE LA CHATARRA ELECTRÓNICA DE  
CIRCUITOS IMPRESOS Y TRATAMIENTO  
HIDROMETALÚRGICO”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**PRESENTA:**

**I.Q. Abner Hesli Rojas Calva**

**DIRECTORES:**

**Dra. María Isabel Reyes Valderrama**

**Dr. Eleazar Salinas Rodríguez**

MINERAL DE LA REFORMA, HIDALGO, DICIEMBRE 2017.

---

## ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS .....	iv
ÍNDICE DE TABLAS.....	x
RESUMEN .....	13
INTRODUCCIÓN .....	14
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	16
JUSTIFICACIÓN.....	16
OBJETIVOS.....	17
OBJETIVO GENERAL .....	17
OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	18
METAS .....	18
CAPITULO I. ANTECEDENTES.....	20
1.1.- COMPOSICIÓN DE LA CHATARRA ELECTRÓNICA .....	21
1.1.1 ORO EN CHATARRA ELECTRÓNICA.....	23
1.2 MÉTODOS DE RECUPERACIÓN DE METALES .....	26
1.2.1 LIXIVIACIÓN EN EL PROCESO DE RECUPERACION DE ORO .....	28
1.2.2 TIOSEMICARBAZIDA, PROPIEDADES Y APLICACIONES. ....	35
1.2.3 RECUPERACIÓN DE ORO POR COMPLEJOS CON TIOSEMICARBAZIDA.....	36
1.3 IMPORTANCIA DEL ORO.....	41
CAPITULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL .....	44
2.1 METODOLOGÍA .....	44
CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	50
3.1 RECOLECCIÓN Y CLASIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE INTERÉS PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA.....	50

---

<b>3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS COMPONENTES DE INTERÉS PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA .....</b>	<b>52</b>
<b>3.2.1 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MEB-EDS .....</b>	<b>52</b>
<b>3.2.2 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIO METALGRÁFICO DE LOS PINES DE PROCESADOR PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA.....</b>	<b>76</b>
<b>3.2.3 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)...</b>	<b>77</b>
<b>3.2.4 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA DE PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCIDO (ICP).....</b>	<b>79</b>
<b>3.3 ESTUDIO CINÉTICO DE LA LIXIVIACIÓN DE Au, Cu, Ni y Ag CONTENIDOS EN LOS COMPONENTES PRESENTES EN LAS PLACAS DE CIRCUITOS IMPRESOS .....</b>	<b>84</b>
<b>3.3.1 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE TIOSEMICARBAZIDA [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S] .....</b>	<b>84</b>
<b>3.3.2 EFECTO DEL pH EN LA VELOCIDAD DE LIXIVIACIÓN .....</b>	<b>102</b>
<b>3.3.3 EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA VELOCIDAD DE LIXIVIACIÓN .....</b>	<b>128</b>
<b>3.3.4 EFECTO DE LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN EN EL PROCESO DE LIXIVIACIÓN .....</b>	<b>135</b>
<b>3.3.5 OBTENCIÓN DE CONDICIONES ÓPTIMAS DE LIXIVIACIÓN DINÁMICA BÁSICA EN MEDIO TIOSEMICARBAZIDA .....</b>	<b>147</b>
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>156</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>159</b>

---

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Componentes presentes en el Procesador de Computadora.....	24
Figura 2. Comunes componentes soportados en las PCI's.....	25
Figura 3. Soldadura empleada en circuito impreso. ....	26
Figura 4. Porcentaje de recuperación de Ag y Au por cianuración en función del tamaño de partícula.....	29
Figura 5. Tiempo requerido para la recuperación de metales de PCI's.....	32
Figura 6. Apariencia de las PCI's antes y después de la lixiviación. ....	32
Figura 7. Efecto de la pirita en la disolución de oro en tiosulfato de amonio.....	34
Figura 8. Efecto de la concentración de Cu en la recuperación de Au con Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 M NH <sub>4</sub> OH 0.2 M y (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 M– NH <sub>4</sub> OH 0.2 M. ....	35
Figura 9. Estructura general de la tiosemicarbazida .....	35
Figura 10. Productos de Sustitución en la Tiosemicarbazida. ....	36
Figura 11. Enlace metal-tiosemicarbazida pentadentado.....	37
Figura 12. Efecto del Flujo para recuperación por membrana de una solución de 100 ppm de Au.....	39
Figura 13. Espectros de absorción de los complejos "Cu-TSC" en acetonitrilo y en agua. ....	41
Figura 14. Participación minera de oro en México por estado 2014 .....	42
Figura 15. Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL modelo JSM-6300, AACTyM, UAEH.....	45
Figura 16. Difractómetro de rayos X, marca Inel, modelo EQUINOX 2000, AACTyM, UAEH. ....	46
Figura 17. Esquema del equipo utilizado en la lixiviación dinámica básica:.....	47
Figura 18. Espectrofotómetro de Absorción Atómica, PERKIN-ELMER 2380.....	48
Figura 19. Espectrómetro de Plasma de Acoplamiento Inducido, marca PERKIN-ELMER, modelo OPTIMA 3000 XL, AACTyM, UAEH. ....	49
Figura 20. Placas de circuitos impresos empleadas para el estudio de lixiviación dinámica básica medio tiosemicarbazida. ....	50
<i>Figura 21. Distribución de los componentes metálicos en la placa de circuitos impresos (motherboard).</i> .....	51

---

Figura 22. Distribución de los componentes metálicos en las placas de memoria RAM. ....	51
Figura 23. Representación de las probetas empleadas para el análisis por MEB.....	54
Figura 24. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pin de procesador. ....	55
Figura 25. Distribución elemental con base en EDS de pin de procesador.....	56
Figura 26. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de procesador.	57
Figura 27. Distribución elemental con base en EDS de pin soporte de procesador..	58
Figura 28. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 1999. ....	60
Figura 29. Distribución elemental con base en EDS de pin de soporte de tarjetas PCI's año 1999.....	61
Figura 30. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 2000. ....	63
Figura 31. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 2000.....	64
Figura 32. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de contacto a componentes de audio y video. ....	66
Figura 33. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video. ....	68
Figura 34. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte a tarjetas auxiliares de audio y video. ....	69
Figura 35. Micrografía, mapeo y espectro EDS de fingers de tarjetas RAM. ....	71
Figura 36. Distribución elemental con base en EDS de fingers de tarjetas RAM. ....	72
Figura 37. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjeta RAM. ....	73
Figura 38. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte de tarjeta RAM. ....	74
Figura 39. Distribución de la composición de oro en pines de PCI's.....	75
Figura 40. Micrográficas de distribución de fases en pines de procesador a 50 y 100 X. ....	76
Figura 41. Mapeo de distribución de fases en pines de procesador. ....	77

---

Figura 42. Difractograma de rayos X, en una muestra de componentes de la chatarra electrónica.....	78
Figura 43. Digestión de las muestras en agua regia para caracterización por ICP... ..	80
Figura 44. Muestra general del material sometido a reducción de tamaño. ....	83
Figura 45. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .....	88
Figura 46. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .....	88
Figura 47. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .....	89
Figura 48. Representación de distribución multielemental de componentes electrónicos. ....	89
Figura 49. Formación de enlaces de tiosemicarbazida en presencia de iones metálicos: a) Monodentados, b) Bidentados y c) Anillo quelato. ....	90
Figura 50. Difractograma productos sólidos a 0.25 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ....	91
Figura 51. Difractograma productos sólidos a 0.3 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ....	91
Figura 52. Cadena de hidratos precipitados analizados por DRX. ....	92
Figura 53. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.05 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ..	94
Figura 54. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.15 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ..	95
Figura 55. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.25 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ..	97
Figura 56. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.4 M de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . .	98
Figura 57. Difractograma de aglomerados encontrados a bajas concentraciones de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ....	99
Figura 58. Difractograma de aglomerados encontrados a altas concentraciones de $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ . ....	100
Figura 59. Estructura del $\text{S}_8$ . ....	101
Figura 60. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes pH. ....	106
Figura 61. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes pH. ....	106

---

Figura 62. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes pH. ....	107
Figura 63. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes pH. ....	107
Figura 64. Efecto del pH en la absorbancia de grupos tio- con iones de cobre (II) [48]. .....	108
Figura 65. Diagrama Eh-pH del azufre, valido a 25°C .....	109
Figura 66. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 6.5. ....	110
Figura 67. Mapeo elemental de S, Cu, Ni y Au en los precipitados a pH de 6.5. ....	111
Figura 68. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 7.5. ....	112
Figura 69. Mapeo elemental de S, Cu, Ni y Au en los precipitados a pH de 7.5. ....	112
Figura 70. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 8.5. ....	113
Figura 71. Mapeo elemental de S, Cu, Ni, Ag y Au en los precipitados a pH de 8.5. .....	114
Figura 72. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 9.5. ....	115
Figura 73. Mapeo elemental de S, Cu, Ni, Ag y Au en los precipitados a pH de 9.5. .....	115
Figura 74. Difractogramas de distribución de productos sólidos obtenidos a diferentes pH.....	117
Figura 75. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 7.5. ....	119
Figura 76. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 8.5. ....	120
Figura 77. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 9.5. ....	121
Figura 78. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 11.5. ....	122
Figura 79. Difractogramas de distribución de aglomerados obtenidos a pH de 6.5, 7.5 y 8.5. ....	124
Figura 80. Difractogramas de distribución de aglomerados obtenidos a pH de 9.5, 10.5 y 11.5.....	125

Figura 81. Estructura del $\text{Cu}_2\text{S}_4\text{Sn}$ . .....	127
Figura 82. Estructura del $\text{C}_4\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$ . .....	127
Figura 83. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.....	132
Figura 84. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas. ....	132
Figura 85. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.....	133
Figura 86. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas. ....	133
Figura 87. Aporte energético para disolver un sólido AB y pasarlo a solución: $\text{A}^+(\text{acuoso}) + \text{B}^-(\text{acuoso})$ .....	135
Figura 88. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.....	139
Figura 89. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación. ....	139
Figura 90. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.....	140
Figura 91. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación. ....	140
Figura 92. Esquema del medio de agitación en presencia de partículas metálicas. ....	142
Figura 93. Difractograma de distribución de productos sólidos obtenidos a 400 rpm. ....	143
Figura 94. Difractograma de distribución de productos sólidos obtenidos a 600 rpm. ....	143
Figura 95. Estructuras presentes en precipitados a una velocidad de agitación de 400 rpm. a) $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3$ , b) $\text{CH}_4\text{N}_8$ , c) $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_8\text{NiO}_{10}$ . ....	144
Figura 96. Estructuras presentes en precipitados a una velocidad de agitación de 600 rpm. a) $\text{S}_8$ , b) $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{IN}_3$ , c) $\text{LuPt}_3$ .....	145
Figura 97. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a velocidad de agitación de 600 rpm.....	146

---

Figura 98. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas. ....	149
Figura 99. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas. ....	150
Figura 100. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas. ....	150
Figura 101. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas. ....	151
Figura 102. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a condiciones óptimas. ....	152
Figura 103. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a condiciones óptimas en medio Hexano-DMF. ....	154

---

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición representativa de metales contenidos en PCI's.....	22
Tabla 2. Precipitación de Oro con distintos agentes lixiviantes.....	30
<i>Tabla 3. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	56
<i>Tabla 4. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona II).</i> .....	56
<i>Tabla 5. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona III).</i> .....	57
<i>Tabla 6. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona I)</i> .....	58
<i>Tabla 7. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona II)</i> .....	59
<i>Tabla 8. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona III)</i> .....	59
<i>Tabla 9. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 1999 (Zona I)</i> .....	61
<i>Tabla 10. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 99 (Zona II)</i> .....	62
<i>Tabla 11. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 99 (Zona III)</i> .....	62
<i>Tabla 12. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (I)</i> .....	64
<i>Tabla 13. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (II)</i> .....	65
<i>Tabla 14. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (III)</i> .....	65
<i>Tabla 15. Datos de PIN de contacto a componentes de audio y video por análisis de EDS</i> .....	67
<i>Tabla 16. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	69
<i>Tabla 17. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona II).</i> .....	70
<i>Tabla 18. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona III).</i> .....	70
<i>Tabla 19. Datos de fingers de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	72
<i>Tabla 20. Datos de fingers de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona II).</i> .....	73

<i>Tabla 21. Datos de PIN de soporte de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona I)...</i>	74
<i>Tabla 22. Datos de PIN de soporte de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona II)..</i>	75
<i>Tabla 23. Fases presentes en el análisis de DRX.....</i>	78
<i>Tabla 24. Concentraciones de Au, Ni y Cu por tipo de pin por ICP.....</i>	82
<i>Tabla 25. Promedio pronosticado de la concentraciones de Au, Ni y Cu.....</i>	82
<i>Tabla 26. Concentraciones de metales de muestra general por ICP.....</i>	83
<i>Tabla 27. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	85
<i>Tabla 28. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	86
<i>Tabla 29. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	86
<i>Tabla 30. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	87
<i>Tabla 31. Fases presentes en el análisis de DRX.....</i>	92
<i>Tabla 32. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	94
<i>Tabla 33. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	96
<i>Tabla 34. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	97
<i>Tabla 35. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	98
<i>Tabla 36. Fases presentes en el análisis de DRX.....</i>	100
<i>Tabla 37. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	103
<i>Tabla 38. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	103
<i>Tabla 39. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	104
<i>Tabla 40. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.....</i>	105
<i>Tabla 41. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ..</i>	111
<i>Tabla 42. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ..</i>	113
<i>Tabla 43. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ..</i>	114
<i>Tabla 44. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I). ..</i>	116
<i>Tabla 45. Fases presentes en el análisis de DRX.....</i>	118
<i>Tabla 46. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 7.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	120
<i>Tabla 47. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 8.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	121
<i>Tabla 48. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 9.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I). ....</i>	122

---

<i>Tabla 49. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 11.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	123
<i>Tabla 50. Fases presentes en el análisis de DRX de aglomerados a pH de 8.5.</i> .....	126
<i>Tabla 51. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	129
<i>Tabla 52. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	129
<i>Tabla 53. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	130
<i>Tabla 54. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	131
<i>Tabla 55. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	136
<i>Tabla 56. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	137
<i>Tabla 57. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	137
<i>Tabla 58. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.</i> .....	138
<i>Tabla 59. Fases presentes en el análisis de DRX de los precipitados a 400 y 600 rpm.</i> .....	144
<i>Tabla 60. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a velocidad de agitación de 600 rpm efectuado por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	146
<i>Tabla 61. Eficiencia de los métodos de lixiviación.</i> .....	148
<i>Tabla 62. Concentraciones y porcentaje de lixiviación bajo condiciones óptimas.</i> ... 149	
<i>Tabla 63. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a condiciones óptimas efectuado por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	152
<i>Tabla 64. Pruebas de Solubilidad.</i> .....	153
<i>Tabla 65. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a condiciones óptimas en medio Hexano-DMF efectuado por análisis de EDS (Zona I).</i> .....	155

---

## RESUMEN

El enorme auge en la producción y consumo de aparatos eléctricos y electrónicos (AEE's) debidos a nuevas y mejores tecnologías, genera equipos con una corta vida útil, provocando una tasa de crecimiento anual del 3% al 5% de residuos de este tipo, siendo considerado el flujo de residuos de mayor crecimiento a nivel mundial. Dando pie a un problema de carácter ambiental y de seguridad para la salud humana debido a la toxicidad de algunos de sus componentes.

A pesar de su potencial impacto negativo, los residuos de aparatos eléctricos y electrónicos (RAEE's) contienen una gran cantidad de metales nobles y no nobles, considerando a las placas de circuitos impresos (PCI's) que los conforman, como una fuente secundaria viable de estos recursos. Fundamentado en que cada PCI presenta de 0.1 a 0.5 gramos de oro esto dependiendo del equipo de procedencia y su época, frente a una extracción de 1 a 5 gramos de oro por tonelada de mineral, es decir, las fuentes secundarias de este metal puede ser comercialmente más atractivas.

Para lograr la recuperación de metales nobles y no nobles contenidos en las matrices poliméricas que conforman estas PCI's, se realizará una exhaustiva caracterización de los componentes sólidos de interés (pines) presentes en estas, por Difracción de Rayos X, Microscopia Electrónica de Barrido en conjunto con Microanálisis por Dispersión de Energías (MEB-EDS). Posteriormente, se realizará un pulverizado mecánico de los componentes con presencia de metales de interés mediante un molino de bolas, esto con el fin de ampliar la superficie de lixiviación y mejorar el contacto con el agente lixivante.

Dichos componentes se lixiviarán dinámicamente en medio básico tiosemicarbazida ( $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ ) y oxígeno ( $\text{O}_2$ ), realizando un estudio cinético que determine la energía de activación del sistema y el orden de la reacción de lixiviación frente a la concentración de  $[\text{Au}^+]$  y  $[\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}]$ . Para ello se determinarán parámetros y condiciones cinéticas que intervienen la reacción, como, la influencia de  $[\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}]$ , pH y temperatura. Las soluciones obtenidas a los diferentes intervalos de la

---

lixiviación dinámica básica se analizarán por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) y Espectroscopía de Plasma de Acoplamiento Inducido (ICP). Con base a los resultados se obtendrá la ruta óptima de recuperación del oro presente en las PCI's que constituyen la *chatarra electrónica*.

## INTRODUCCIÓN

Los circuitos impresos (CI's) son la parte integral de los aparatos eléctricos y electrónicos (AEE's), cuya acelerada evolución provocada por la necesidad de nuevos aparatos, más veloces, eficientes y económicos reducen su vida útil, pasando a convertirse en un simple desecho que incrementa la acumulación de "chatarra electrónica" [1]. En donde, componentes constituidos de metales base como Cu (cobre), Fe (hierro), Al (aluminio) y Sn (estaño), metales nobles como Au (oro), Ag (plata) y Pt (platino) y metales peligrosos como el Cr (cromo), Pb (plomo), Be (berilio), Hg (mercurio), Cd (cadmio), Zn (zinc), Ni (níquel). Estos materiales representan un valor económico y ecológico considerable en cuanto a la escala de producción de estos desperdicios, que al día de hoy ha logrado consolidar una industria de recuperación de materiales de importancia industrial, priorizando el reciclado de oro depositado sobre el sustrato de un metal no noble de níquel, zinc y/o cobre insertado sobre una base polimérica (*placas*), esto presente en una mezcla heterogénea que contiene generalmente polímeros, cerámicos de sílice y alúmina, metales base y nobles [2] [3].

El valor presente en estas placas de circuitos impresos (PCI's) ha inducido la creación de una gran cantidad de métodos de reciclaje que incluyen la tecnología física y mecánica de separación, el método pirometalúrgico, el procesamiento hidrometalúrgico, entre otros, inclusive, investigadores siguen proponiendo

---

procesos con el fin de mejorar el grado de recuperación de los metales nobles, basados en procesos sin contaminantes, ahorrando energía y eliminando emisiones. Sin embargo, al día de hoy, los procesos hidrometalúrgico asistidos de trituración mecánica siguen siendo la tecnología más competitiva para los reciclaje de residuos de CI's [4], este proceso consiste en una lixiviación de los componentes metálicos de interés presentes en las PCI's mediante la disolución de los metales con una solución de lixiviación adecuada en medio alcalino o ácido, la posterior purificación de la solución de lixiviación original y la recuperación de los metales. Los agentes lixiviantes más comunes para la recuperación de oro de los desechos de PCI's incluyen al cianuro, agua regia, ácido sulfúrico, tiosulfato entre otros. En el último siglo la lixiviación con cianuro ha sido ampliamente utilizada para recuperar oro de minerales y también de fuentes secundarias debido a su alta eficiencia y costo relativamente bajo. Las desventajas que acompañan este método son vastas, la producción de una gran cantidad de desechos contaminados con cianuro, reactivo altamente tóxico que conducen a serios daños en las personas y en el ambiente, por lo que su manipulación requiere un tratamiento adecuado posterior a su uso, acompañado de una recuperación relativamente baja, en ciertas condiciones la recuperación de oro por cianuración fue del 80.6 % después de 24 horas comparado a la lixiviación con tiosulfato del 80.9 % de recuperación de oro en una hora (*partiendo de minerales polisulfurados*) [5], por lo que este método en los últimos años ha sido desplazado por soluciones de tiosulfato como una técnica alternativa para la cianuración, debido a las crecientes preocupaciones ambientales con respecto al uso del cianuro, donde, las soluciones de tiosemicarbazida pueden ser un sustituto adecuado para el uso de cianuros como un agente de lixiviación de metales como oro y plata con una ventaja en cuanto a selectividad y su mínimo impacto ambiental. [6] Por lo que, este estudio se centrará en realizar la lixiviación básica de oro en medio tiosemicarbazida, oxígeno ( $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S} - \text{O}_2$ ) realizando un estudio de los factores cinéticos que considere parámetros en condiciones controladas de, temperatura, concentración de  $[\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}]$ , pH y velocidad de agitación, que afectan la velocidad de reacción, logrando así evaluar la selectividad,

---

eficiencia y repercusiones de la tiosemicarbazida como agente lixiviante de oro, presente en las PCI's [7].

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

La baja selectividad de los procesos actuales de recuperación de oro presente en las PCI's acompañado de un gran impacto ambiental, generan la necesidad de indagar en nuevos procesos, partiendo de métodos hidrometalúrgicos por su bajo consumo energético, utilizando tiosemicarbazida como agente complejante por su bajo grado de toxicidad y su naturaleza orgánica, comparado con reactivos como cianuros y/o ácido sulfúrico, sustentando el procesos mediante diversas condiciones que afectan la velocidad de lixiviación, mediante parámetros como;

- Velocidad de agitación.
- Temperatura
- pH
- Concentración de tiosulfato [ $S_2O_3^{2-}$ ]

Esto con el fin de evaluar las propiedades lixiviantes del oro presente en los pines procedentes de la chatarra electrónica.

## **JUSTIFICACIÓN**

La acumulación de desechos de aparatos eléctricos y electrónicos, su difícil confinamiento debido a su gran cantidad de componentes químicos altamente tóxicos, y su composición altamente rica en metales de importancia industrial y comercial, incentivan el reciclaje de componentes electrónicos tales como las placas de circuitos impresos, esto generando un beneficio económico, ya que, las PCI's tienen una concentración de oro 10 veces mayor a la existente en los minerales más ricos, esto acompañado de un modo responsable de manejo de los agentes tóxicos presentes. Es importante considerar que la recuperación de estos recursos reducirá el impacto final de estos componentes en el medio ambiente, y por consecuente se

---

ve reducida la explotación minera que en mayor grado provee de materias primas para la industria electrónica y eléctrica.

Lamentablemente pocos son los procesos encaminados a una recuperación óptima de oro en los CI's, y los métodos existentes presentan dificultades como, bajo porcentajes de recuperación y por ende baja pureza, procesos demasiado costosos, fundamentado en que, la tiosemicarbazida cuenta con un gran número de aniones o moléculas capaces de actuar como ligandos ya que poseen átomos que cuentan con un par de electrones de valencia no compartidos, como oxígeno, nitrógeno y en menor grado el azufre, en comparación con otros agentes lixiviantes (ácido sulfúrico, ácido nítrico y cianuro de sodio) que poseen un menor número de estos ligantes, y algunos de ellos por su naturaleza ácida generadores de alto impacto ambiental en forma de emisiones y efluentes tóxicos.

Con base en esto, y fundamentado en el precio de oro que tiende a la alza, en el presente trabajo se propone un proceso mediante lixiviación dinámica básica en medio tiosemicarbazida, realizando una evaluación que asocie la influencia de variables que afecten la velocidad de lixiviación de este metal y la eficiencia del agente lixivante, esto mejorando los costos de inversión con altos porcentajes de recuperación y un mayor grado de pureza, empleando un reactivo de baja toxicidad y por lo tanto de bajo impacto ambiental. Aportando condiciones óptimas de suma importancia para una aplicación industrial del proceso propuesto.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Determinar los parámetros cinéticos óptimos de la lixiviación dinámica básica para la recuperación de oro contenido en las placas de circuitos impresos, en medio tiosemicarbazida ( $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ ), proponiendo una ruta de recuperación óptima de oro.

---

## OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Establecer el estado del arte, asociado al tratamiento y manejo de la chatarra electrónica, así como la problemática que la asocia.
2. Recolectar y clasificar las tarjetas de circuitos impresos, para analizarlas mediante MEB-EDS.
3. Realizar una evaluación de los factores que afectan la reacción de lixiviación en medio tiosemicarbazida [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S].
4. Caracterizar los productos obtenidos en forma acuosa, así como en forma sólida.
5. Proponer con base en los resultados experimentales un proceso óptimo de recuperación de los componentes metálicos de mayor interés contenidos en la chatarra electrónica.

## METAS

- 1.1 Diagnosticar la situación actual y la problemática ecológica, económica, social y tecnológica que es asociada a los tratamientos y manejo de chatarra electrónica.
- 2.1 Recolectar 100 placas de circuitos impresos y clasificar de acuerdo a la época y el equipo de origen y analizar por MEB-EDS.
- 2.2 Realizar la trituración de los componentes caracterizados con presencia de oro mediante medios mecánicos.
- 3.1 Determinar la cinética de la reacción de lixiviación del oro, en condiciones tales como:
  - a. Concentración de tiosemicarbazida [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]: (0.05, 0.15, 0.25, 0.3 y 0.4) M.
  - b. Potencial de hidrógeno [pH]: 6.5, 7.5, 8.5, 9.5, 10.5 y 11.5.
  - c. Temperatura: (15, 25, 35, 45 y 55) °C.
  - d. Velocidad de agitación: (200, 400, 600, 800 y 1000) rpm.

- 
- 4.1 Caracterizar las disoluciones obtenidas a diferentes intervalos de la lixiviación, por Espectrofotometría de Plasma de Acoplamiento Inducido (ICP), y el sustrato sólido por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en conjunción con Microanálisis de Dispersión de Energía (EDS) y Difracción de Rayos X (DRX).
- 5.1 Analizar la velocidad de descomposición del  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ , frente a velocidad de formación de  $\text{Au}^+$  determinando las condiciones óptimas de la velocidad de lixiviación y proponiendo una ruta óptima de recuperación del oro.

---

## CAPITULO I. ANTECEDENTES

En la actualidad las nuevas tecnologías tiene una gran importancia en nuestra vida cotidiana, tanto que, al día de hoy nos facilita la realización de la mayor parte de tareas que realizamos en un día cotidiano, celulares, ordenadores, televisores, calculadoras, controles remotos, línea blanca, etc., contienen placas de circuitos impresos que día con día se actualizan para garantizar una mayor comodidad en nuestra vida, dichas placas contienen materiales metálicos, polímeros, cerámicos y están desarrolladas para formar una tecnología sofisticada en el momento de su comercialización [8].

La rápida llegada de la evolución tecnológica genera un crecimiento de un mercado mundial competitivo, provocando a su vez que el tiempo de vida de estos aparatos electrónicos y eléctricos sea cada vez más corto. En 1997 una computadora nueva se usaba en promedio seis años; en 2005, sólo dos. Tan sólo en México, en 2006, se desecharon cerca de 2,375,000 computadoras, siendo esto solo una parte representativa de los desechos electrónicos. Estos aparatos constan de componentes tóxicos tales como el plomo (Pb), mercurio (Hg), cadmio (Cd), níquel (Ni), cromo (Cr), berilio (Be) bario (Ba), etc.; por otra parte, la basura electrónica contiene también muchos metales valiosos tales como oro (Au), plata (Ag), platino (Pt), paladio (Pd), cobre (Cu) etc. [9] [10]. Es por esto, que a un ritmo acelerado el reciclaje toma suma importancia, comenzando por un reciclaje sobre productos post-consumidos, pero tomando en la actualidad igual o mayor importancia el reciclaje industrial, generando un campo de investigación enfocado en la búsqueda de nuevos y mejores métodos de reciclaje, siendo la recuperación de metales uno de los procesos más rentables que genera un mercado transfronterizo formal como informal [9] [11]. Tan solo con respecto al oro, en 2004, en el ámbito de consumo mundial de este material fue de 3,360 toneladas, de las cuales 2,478 toneladas fueron aportadas por procesos de minería, 829 toneladas fueron reincorporadas por la industria del reciclaje y 53 toneladas por otras fuentes; de las cuales, es importante definir que 1,016 toneladas se aplicaron en joyería y acuñado de monedas y 2,176 se emplearon en la industria electrónica y de telecomunicaciones, el resto en sectores industriales de diferente enfoques. Se puede percatar sin esfuerzo que es mínima la cantidad de metales recuperados del total

---

orientados a la fabricación en el sector electrónico. En el año 2005 la demanda de oro se vio incrementada un 3% en comparación con el año anterior [12] [13].

Por tal motivo, el oro presente en las PCI's toma gran interés comercial, estando presente en un rango de 0.1 a 0.5 gramos de oro por cada circuito impreso, pero la problemática actual son los métodos de recuperación de estos componentes, suelen ser parciales, escasos, dañinos y costosos. Tales procesos incluyen operaciones mecánicas, pirometalúrgicas y electrolíticas. Los beneficios motivan el diseño e implementación de nuevos métodos, centrándonos en procesos hidrometalúrgicos, los cuales resultan ser accesibles y amigables con el medio ambiente; estas son tan sólo algunas de las razones por las que el manejo de los residuos electrónicos debe ocupar un lugar clave en la investigación para diseñar, y aplicar programas eficientes y sustentables.

México, como país en desarrollo, enfrenta grandes retos en este campo pero también tiene la oportunidad de diseñar programas que resulten a la vez amigables al ambiente, social y económicamente redituables. [9] [12]

## **1.1.- COMPOSICIÓN DE LA CHATARRA ELECTRÓNICA**

Se considera un componente de la chatarra electrónica a todo aparato eléctrico y electrónico que incluye en su fabricación la incorporación de PCI's para su óptima vida funcional. La distribución de los componentes de la basura electrónica al final de la vida útil de una computadora, se compone de un 24.8% en peso de vidrio, 23% en peso de plásticos, 0.02% en peso de materiales preciosos, 20.47% en peso de hierro, 6.3% en peso de plomo, 14.17% en peso de aluminio, 6.93% en peso de cobre y 4.3% en peso de otros elementos esto hablando de una composición general de todo el equipo. Es decir que existe un 25% de componentes recuperables, un 67% de materiales reciclables (plásticos, metales ferrosos, aluminio, cobre, oro, níquel, estaño, etc.) y un 8 % de elementos potencialmente tóxicos (plomo, mercurio, berilio, selenio, cadmio, cromo, sustancias halogenadas, clorofluocarbonos, bifenilos policlorados, policloruros de vinilo, ignífugos como el arsénico y el amianto, entre otros.) [14].

Es importante mencionar que la placa de circuito impreso dentro de estos equipos se podría considerar el componente de mayor interés reciclable y recuperable debido a sus componentes, ya que como se sabe su fabricación consta de una base de un sustrato no conductor o laminado que se compone típicamente de fibra de vidrio reforzada con resina epoxi o papel reforzado con resina fenólica, ambos con retardantes de llama bromados, sobre la cual se deposita por impresión una fina capa de material conductor ( generalmente cobre), en los que por medio de una soldadura de estaño y plomo generalmente, se fijan montajes compuestos de metales, tales como, cobre, plomo, níquel, hierro y una capa de un metal noble de oro, plata y/o paladio, esto debido a sus buenas propiedades mecánicas, eléctricas y resistencia a la corrosión en ambientes oxidantes y agresivos [7] [15], cuya composición varía de acuerdo a cada componente integrado a la placa, siendo considerados la materia prima conseguida de nuestra chatarra electrónica [8] [16] [15]. Una composición de las placas de circuitos impresos típica es: 30% de plásticos, 30% óxidos refractarios y 40% de metales. El metal más abundante es cobre con una concentración de entre 10% y 30%. La Tabla 1 muestra comparaciones de concentraciones teóricas de los metales presentes en las PCI's, considerando lo antes dicho estas concentraciones pueden variar de acuerdo a los componentes montados en cada placa, y el año de fabricación [17].

*Tabla 1. Composición representativa de metales contenidos en PCI's.*

Metales	Concentraciones									
	% en peso	ppm	% en peso	ppm	% en peso	ppm	% en peso	ppm	% en peso	ppm
	[16]		[17]		[15]		[4]		[18]	
Cu	10.0-26.8		6.9		14.2		17.85		20	
Al			14.2				4.78		2	
Pb		10-294	6.3		2.5		4.19		2	
Zn	0.16-2.17		2.2		0.18		2.17		1	
Ni			0.85		0.41		1.63		2	
Fe			20.5		3.08		2		8	
Sn			1		4.79		5.28		4	
Sb				20	0.05					0.4
Au		80-1,000		20		142		350		1000

<b>Ag</b>		<b>110-3,301</b>		<b>200</b>		<b>317</b>		<b>1300</b>		<b>2000</b>
<b>Pt</b>		<b>4.6-30</b>						<b>4.6</b>		
<b>Ge</b>				<b>20</b>						
<b>As</b>				<b>10</b>		<b>11</b>				
<b>Ti</b>				<b>200</b>						
<b>In</b>				<b>20</b>						
<b>Ta</b>				<b>200</b>						
<b>Co</b>				<b>200</b>						
<b>Se</b>				<b>20</b>		<b>21</b>				
<b>Ga</b>				<b>10</b>						

Se puede percatar que se encuentra una gran cantidad de materiales de interés presentes en los circuitos impresos, lo que reitera la necesidad de un proceso óptimo de recuperación, esto acompañado con un gran volumen de producción de estos desechos representa una industria rentable y poco explotada.

### 1.1.1 ORO EN CHATARRA ELECTRÓNICA

Una computadora desechada contiene en promedio 6.8 g/ton de oro y 27.3 g/ton de plata metales de alto interés que permite catalogarlas como una fuente atractiva de recuperación de estos, y reducir su extracción de fuentes naturales y el gasto energético que se le asocia existe presencia de oro en dichos componentes principalmente en agentes con necesidad de una baja resistencia al flujo eléctrico.

Las tarjetas madres son las principales tarjetas de circuitos impresos dentro de las computadoras modernas. En ellas se encuentran las conexiones para los diferentes dispositivos periféricos como son: las tarjetas de memoria RAM, tarjetas de sonido, disco duro, fuentes de poder, etc. Las PCI's poseen además la mayor cantidad de chip o circuitos integrados soportados y por ende la mayor cantidad de metales preciosos.

El procesador es un circuito integrado soportado sobre la placa madre, se le considera como el *cerebro* de la computadora pueden estar elaborados de un sustrato de cerámico o los actuales, elaborados de un sustrato plástico, poseen diferentes dimensiones, sin embargo sus componentes suelen no variar conteniendo en su interior una serie de pines donde se da la conectividad con la placa madre y donde se

---

requiere una muy baja resistencia al flujo eléctrico por lo cual se emplean aleaciones de un alto grado de oro, chips y los dados (llamados en inglés *die*) donde se resguardan los núcleos de procesamiento como se muestra en la figura 1 todo esto sobre un sustrato polimérico [18].

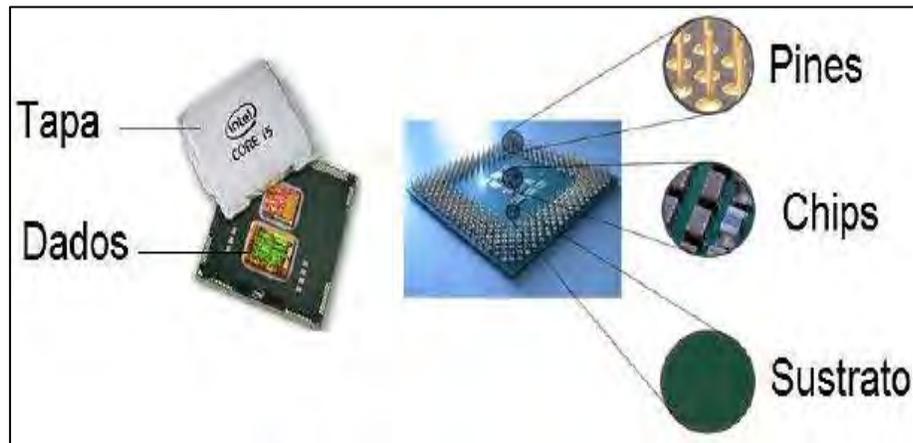


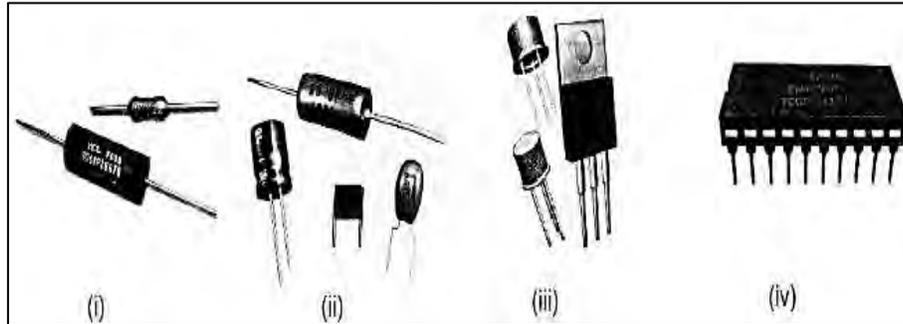
Figura 1. Componentes presentes en el Procesador de Computadora [18].

En las placas de circuitos impresos se suele encontrar oro en forma de una fina capa de chapado sobre una capa de barrera de níquel. Se emplea en áreas específicas debido a que el oro duro es extremadamente durable, y se aplica con mayor frecuencia a las zonas de mayor desgaste sobre la placa, como los *fingers* o conectores de borde y teclados. Su espesor puede variar mediante el control de la duración del ciclo de chapado, aunque los valores mínimos típicos para los dedos son 30  $\mu\text{m}$  (unidades de micro moldeo por inyección) de oro. El oro duro no se aplica generalmente a las áreas soldables, debido a su alto costo y su relativamente pobre soldabilidad.

Otra forma de encontrarlo en las PCI's se da como un recubrimiento níquel-oro. El níquel es la barrera al cobre sobre la placa y es la superficie a la que los componentes se sueldan en realidad [19]. El oro protege al níquel esto debido a que el oro no se oxida, su excelente capacidad de humectación por soldadura fundida no se degrada con el tiempo, y un acabado plateado mantiene la superficie plana. Por estas razones, un acabado de oro cumple los requisitos para las juntas diseñadas para la impresión de líneas finas, mediante un proceso de intercambio de iones que recubre la totalidad de la superficie de níquel [20].

---

Además de los componentes presentes en las PCI's, existen elementos electrónicos acoplados a estas placas, componentes pasivos son soportados en esta como (i) resistores, (ii) capacitores y algunos componentes activos como (iii) transistores y (iv) circuitos integrados como se muestran en la figura 2.



*Figura 2. Comunes componentes soportados en las PCI's [18].*

Donde principalmente en los circuitos integrados se encuentra una cantidad relevante de oro, estos se conforman principalmente de un chip realizado de silicio (Si) mediante un proceso de oblea, que se corta a partir de un lingote de cristal único de silicio. Después del proceso de la oblea, el chip se corta en trozos y se coloca sobre un circuito tablero. El proceso de unión es mediante un alambre de oro, donde un capilar con un alambre de oro de 1 mm o ya sea mediante una esfera de oro, hasta entrar en contacto con la superficie del dispositivo, en ese instante se aplica una fuerza sobre ella, deformándola (*figura 3*). La temperatura de unión se logra calentando el sustrato o el capilar para fijar el chip con el electrodo exterior de la placa de circuito [21].

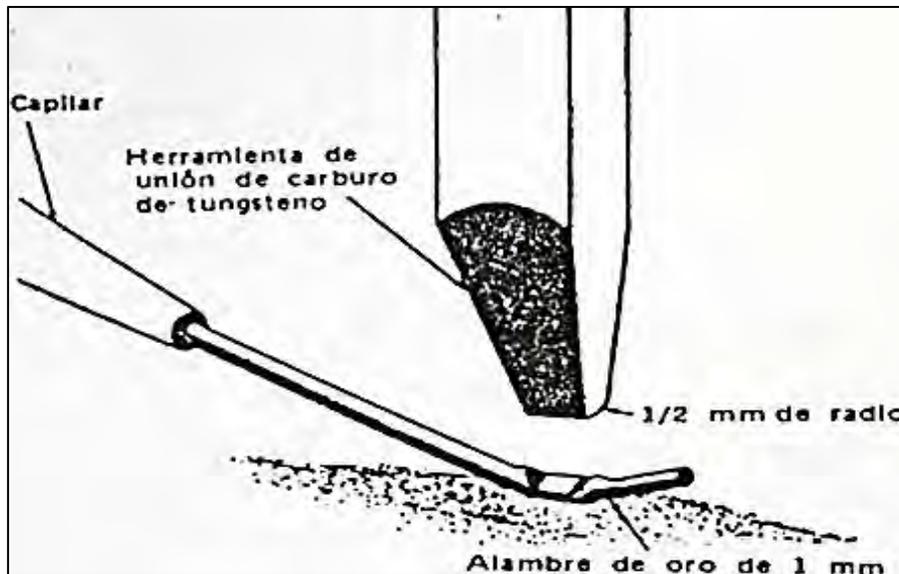


Figura 3. Soldadura empleada en circuito impreso [22].

De esta manera se puede evidenciar la presencia de oro en los componentes presentes en los residuos de placas de circuitos impresos provenientes de equipo de cómputo, donde el reciclaje de este tipo de residuos se presenta como una buena opción para evitar el desaprovechamiento de esta fuente atractiva de este materia de alto valor comercial. En este contexto se pueden considerar como “Minas Urbanas” que complementan el sistema de extracción de una manera sustentable.

## 1.2 MÉTODOS DE RECUPERACIÓN DE METALES

Los procesos de recuperación de metales por lo general consta de tres etapas principales: inicia con una recolección de la materia prima, un pre-tratamiento, donde, esta etapa consta de identificar las zonas de interés (metales) dentro de los circuitos impresos, puede constar de varios procesamientos, tales como: trituración, cribado, separación por técnicas visuales, diferencia de densidades y magnéticas, entre otros; esto para obtener una división entre material metálico y no metálico; como último paso es el procesado final, la fracción metálica extraída se puede procesar por diferentes procesos metalúrgicos [23].

---

Procesos de recuperación de metales y procesos de pre-tratamiento estudiados hasta el día de hoy por los investigadores incluyen procesos electrónicos, fusión y la separación mecánica. Los procesos utilizados para reciclar en la actualidad se pueden dividir en dos categorías según el tipo de material recuperado y el proceso utilizado: procesos térmicos (recuperación pirometalúrgico) y los procesos no térmicos (electrometalúrgicos/hidrometalúrgicos) [16] .

Los procesos pirometalúrgicos se consideran los métodos más antiguos, vigentes y aplicables a la extracción y purificación de metales. En un proceso de recuperación se consideran poco aplicables debido a su alto grado de producción de gases en contacto con polímeros y componentes produce la formación de gases y aceites con fenoles y bisfenoles mayormente bromados y no bromados (presentes en los retardantes de llama) [8], esto adicional a la gran cantidad de energía necesaria para llegar a las temperaturas de extracción de los metales, generando un costo alto de recuperación, acompañado de una baja selectividad.

Hoy en día los procesos hidrometalúrgicos se consideran como tecnología predominante y más comúnmente utilizada por sus ventajas en cuanto a su alto rendimiento, selectividad, su alto grado de pureza y bajo costo, comparado con otros procesos de recuperación [24], dicho proceso consiste en la concentración de soluciones de uno a varios elementos de interés metálicos, presentes como iones, que por reacciones reversibles y diferencias físicas de disolución, son separados y aislados de forma específica. Como resultado se obtiene una solución rica en el ion de interés y con características propicias para la próxima etapa productiva [25].

Existen tres operaciones básicas en un proceso hidrometalúrgico; iniciando con un pre-tratamiento, que consiste en la preparación de los componentes que deseamos extraer, esto se logra mediante una trituración para ampliar de esta manera la superficie de reacción con el disolvente. La lixiviación, es el paso principal en este proceso, es también la clave más importante durante la recuperación de metales, consiste en disolver parcialmente y selectivamente los componentes metálicos de mayor interés por medio de un disolvente; esto con base en diferentes disolventes y concentraciones para cada proceso y elementos que interactúan [24], el aislamiento

---

del metal de interés se lleva a cabo a través de procesos de extracción, adsorción y de enriquecimiento de intercambio de iones de disolvente. Por último, la recuperación de solución a través de electrorefinación (electrometalurgia) o procesos de reducción química de lixiviado, esto se lleva a cabo por cementación, precipitación de impurezas, extracción con disolvente, adsorción sobre carbón activado, o métodos de intercambio de iones [23]. Técnicas similares podrían emplearse para la extracción de metales a partir de chatarra electrónica, sin embargo, su naturaleza compleja hace que el proceso sea complicado bajo algunas condiciones [8].

### **1.2.1 LIXIVIACIÓN EN EL PROCESO DE RECUPERACION DE ORO**

El proceso de recuperación de oro por métodos hidrometalúrgicos es muy general, principalmente por su factibilidad a adecuar distintos agentes lixiviantes dependiendo la reacción y el material a recuperar, algunos métodos son enunciados a continuación:

Ernesto de la Torre y colaboradores [26], realizaron un estudio de la lixiviación de tarjetas de circuitos impresos presentes en telefonía móvil mediante una técnica de cianuración para extraer metales nobles tales como; oro (Au) y plata (Ag) y lixiviación con agentes de hidróxido de potasio (KOH), ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>), ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y cloruro de sodio (NaCl) para extraer paladio (Pd) y rodio (Rh), esto con y sin pre-tratamiento mediante tostación oxidante a 0.72 atm, en un rango de temperatura desde temperatura ambiental hasta 850°C esto con el fin de eliminar la película plástica presente en las placas, asistida de una trituración controlando el tamaño de partícula donde observaron que a una mayor área superficial se presentaba una mayor liberación de Au y Ag, adicional a esto se liberó Cu pues queda expuesto al ser fracturado el sustrato de la tarjeta, se obtuvo una recuperación mínima de Au y Ag por cianuración como se observa en la figura 4. Como conclusión el tamaño de partícula más adecuado para el proceso de cianuración que obtuvieron fue de 136 µm.

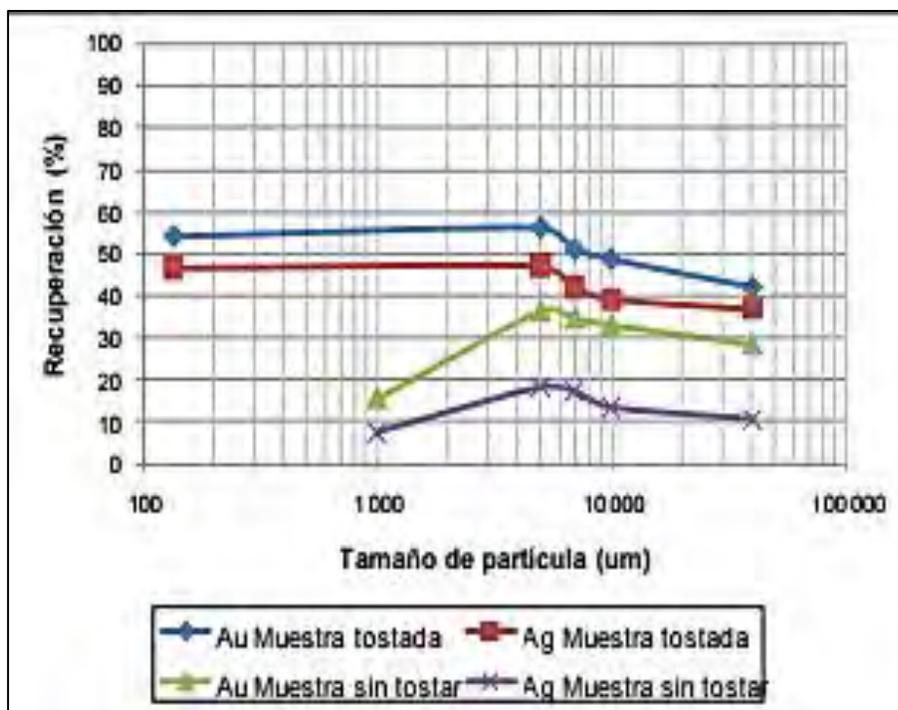


Figura 4. Porcentaje de recuperación de Ag y Au por cianuración en función del tamaño de partícula.

Dedujeron con base en las limitaciones experimentales que era necesario un pre-tratamiento para eliminar el Cu por medio de amoníaco ya que si se encuentra presente se ve lixiviado y reduce el porcentaje de recuperación de Au y Ag obteniendo, consideraron como variable el pH entre 10 y 10.5 empleando 4 g/L de cianuro. Con dichas condiciones se alcanzaron recuperaciones de 96 % de oro y 82 % de plata. La lixiviación con ácido nítrico en una concentración de 50 g/L permitió obtener la tasa más alta de recuperación, alcanzando una disolución del 75 % del paladio total en un tiempo de 6 horas. Con ninguno de los tipos de lixiviación consiguieron disolver al rodio (Rh), demostraron que condiciones normales de presión y temperatura no favorecen su extracción.

Naghi Saadatjoo y colaboradores [27], estudiaron la lixiviación del oro presente en PCI's mediante varias fases y distintos agentes reductores, aplicando en primer instancia ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) para diluir metales básicos como plata, cobre, zinc y hierro, y evitar que el sustrato rico en oro se lixiviera, posteriormente, mediante agua

regia (30:3 ml de HCl y HNO<sub>3</sub> concentrados) lograr disolver el oro del sustrato, evitando la disolución de estaño de la soldadura como H<sub>2</sub>SnO<sub>3</sub> (ácido metaestánico) ya que limita la precipitación de oro. Posteriormente para eliminar el exceso de HNO<sub>3</sub>, calentaron la disolución adicionando ácido sulfúrico a 145°C y a una agitación de 50 rpm, después agregando ácido clorhídrico provocaron la formación de NO<sub>2(g)</sub> posterior a la eliminación del exceso de HNO<sub>3</sub> recuperaron el oro por medio de ácido oxálico, hidracina y/o FeSO<sub>4</sub> que permitió la precipitación de oro. Como se puede visualizar en la tabla 2 se representaron los porcentajes de extracción reportados por el autor contemplando el tipo de agente empelado y la variación de la temperatura.

*Tabla 2. Precipitación de Oro con distintos agentes lixiviantes [27].*

<b>Reductante</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Agitación (rpm)</b>	<b>Tiempo de reducción (min)</b>	<b>% de Extracción de Au.</b>
<b>FeSO<sub>4</sub></b>	50	50	20	99.90
	60		18	99.92
	70		17	99.92
<b>N<sub>2</sub>H<sub>4</sub></b>	50	50	7	98.31
	60		5.5	98.90
	70		5	99.90
<b>H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b>	50	50	23 h	95.70
	60		17 h	97
	70		16.5 h	97

Rivera Landero y colaboradores [1], generaron una lixiviación en medio H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-O<sub>2</sub> de los componentes previamente caracterizados ricos en oro presentes en las PCI's determinando la cinética de lixiviación de los componentes de Cu, Zn y Ni que sujetan al oro a la base polimérica, en condiciones de presión atmosférica, evaluando la [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] en un intervalo de 0.13-0.204 M y la temperatura de 15–50 °C, donde en un tiempo de ataque de 240 minutos, encontraron que el total de Cu, Zn y Ni pasa a la solución de lixiviación, logrando una separación física total del sustrato de oro (100%) de la capa polimérica.

---

Jae-chun Lee y colaboradores [28], realizaron la lixiviación de PCI's provenientes de telefonía celular mediante un medio variable de 0.06-0.2 M tiosulfato de amonio, 0.1-0.4 M de agua amoniacal y sulfato de cobre (II) de 5-30 mM, por un tiempo de 2 h, en muestras no trituradas, bajo un pH de 10-10.5, temperatura ambiente y agitación constante de 200 rpm, el papel del cobre(II) resulto importante en la reacción ya que actúo como catalizador debido a la reacción redox Cu(II) a Cu(I), lograron demostrar que la tasa de lixiviación del oro se ve limitada por la difusión del Cu(II) a la superficie del oro a bajas concentraciones de Cu, pero a altas concentraciones, la reacción se controla químicamente. Consiguieron una recuperación de oro favorable del 98% con una solución que contiene 20 mM Cu (II), 0.12 M de  $S_2O_3^{2-}$  y 0,2 M de  $NH_3$ . Llegaron a la conclusión que la reacción de disolución de oro es extremadamente dependiente de las concentraciones de  $S_2O_3^{2-}$ , Cu (II) y  $NH_3$  utilizadas para lixiviar el oro.

Jadhav U. y colaboradores [29], realizaron un proceso hidrometalúrgico de recuperación de metales preciosos, empleando placas de circuitos impresos sin pulverizar para simplificar su estudio, eliminando el revestimiento químico mediante un pre-tratamiento con hidróxido de sodio (NaOH), posteriormente efectuaron una lixiviación acida en diferentes medios tale como, ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico ( $HNO_3$ ), ácido acético ( $C_2H_4O_2$ ), ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y ácido sulfúrico ( $H_2SO_3$ ) en un intervalo de concentración de 1 a 6 M. Observando que la mejor lixiviación se presenta con HCl y  $HNO_3$  con tiempos ampliamente diferentes de 22 horas y 96 horas para eliminar todos los metales al 100% como son: cobre (Cu), zinc (Zn), estaño (Sn), níquel (Ni), plomo (Pb), hierro (Fe), aluminio (Al), plata (Ag), oro (Au) y paladio (Pd) de la placa polimérica, el resto de los agentes ácidos lixiviantés presentaron recuperaciones pobres incluso en periodos más largos (figura 5 y 6) donde se puede percatar en el gráfico que al tiempo de contacto entre la PCI y el agente lixiviante las placas lograron o no una separación de las partes metálicas como se muestra en la figura 6.

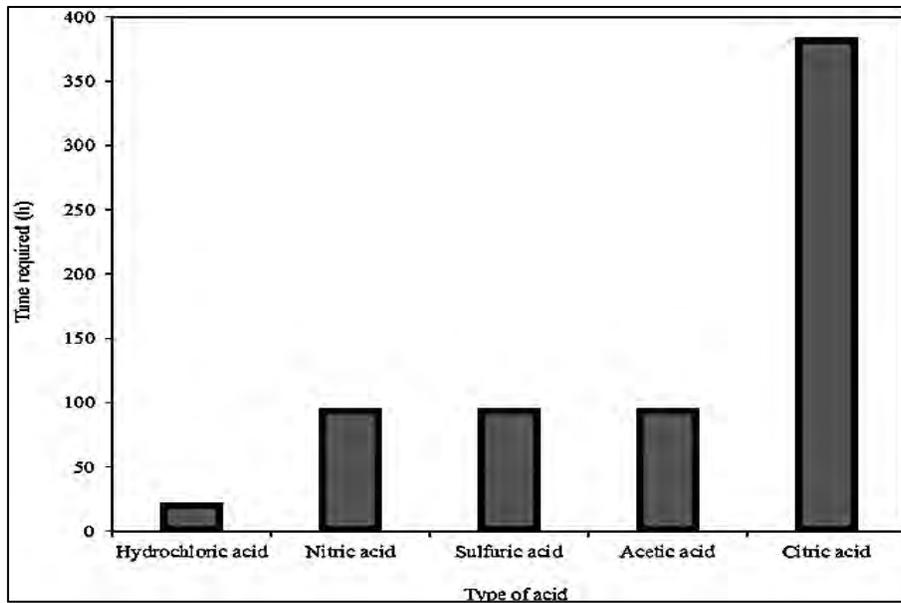


Figura 5. Tiempo requerido para la recuperación de metales de PCI's [29].

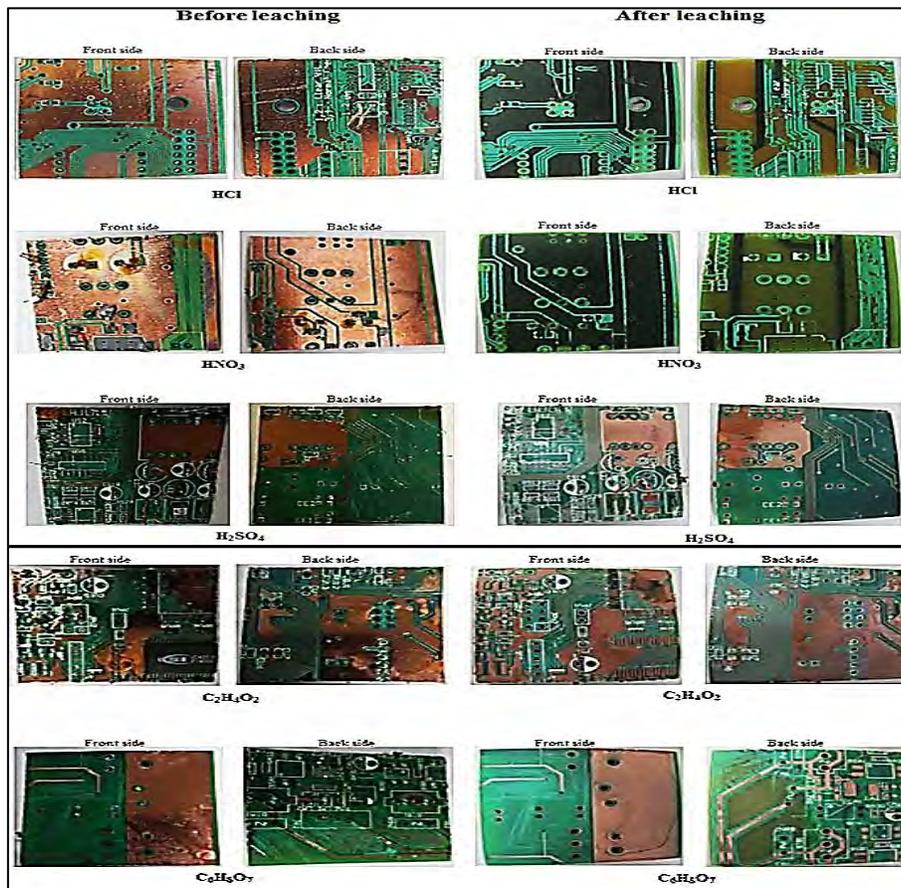


Figura 6. Apariencia de las PCI's antes y después de la lixiviación [29].

---

En los lixiviantes con ácido clorhídrico (HCl) y ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>), reportaron que el aumento de la concentración de ácido disminuye el tiempo requerido para la recuperación de metales, la velocidad de agitación mostró un efecto positivo pronunciado en la recuperación del metal y la temperatura mostró un efecto insignificante. Los resultados que obtuvieron mostraron que 1 M HCl recupera todos los metales a partir de 4cm x 4cm de PCI's a temperatura ambiente y 150 rpm velocidad de agitación en 22 h siendo un lixivante óptimo ya que a pesar de la separación consistente del ácido nítrico, el costo es superior a la de otros ácidos. La evolución de los óxidos de nitrógeno peligrosos es inevitable, además, después de la lixiviación, el HNO<sub>3</sub> se debe retirar por completo de la solución antes de la separación de metales lo que hace el proceso complejo y aumenta los costos.

D. Feng y colaboradores [30], estudiaron el efecto de la pirita (FeS<sub>2</sub>) en la disolución de oro en un sistema de lixiviación de tiosulfato de amonio usando láminas de oro puro. Donde encontraron que la presencia de pirita retraso la disolución de oro, este efecto perjudicial se hizo más pronunciado a mayor contenido de pirita, ya que la pirita cataliza la descomposición de tiosulfato (S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>-2</sup>) a tritionito (S<sub>3</sub>O<sub>6</sub><sup>-2</sup>). La adición de sulfato mejora de lixiviación de oro, ya que retarda la disolución de pirita en soluciones de tiosulfato amoniacal como se muestra en la figura 7, un análisis XPS (espectroscopia fotoelectrónica de Rayos X) indicó la presencia de hidróxido de hierro, especies en las superficies de oro en presencia de pirita, lo que fue probablemente responsable de la reducción de la disolución de oro.

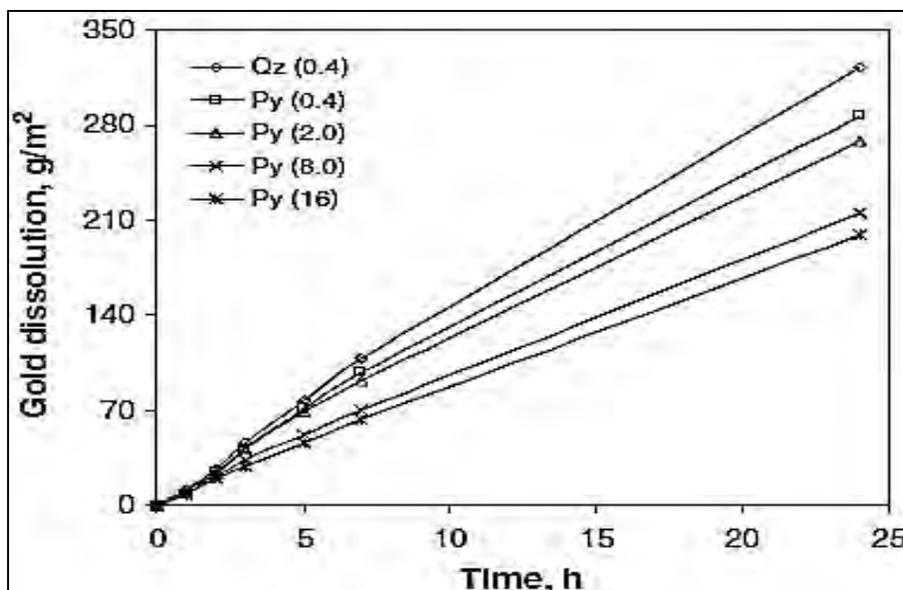


Figura 7. Efecto de la pirita en la disolución de oro en tiosulfato de amonio [30].

Li Jing-ying y colaboradores [31], realizaron una lixiviación de oro y plata procedente de las placas de circuitos impresos de teléfonos móviles de desecho utilizando un sistema de lixiviación en tiourea, donde, la influencia del tamaño de partícula, las concentraciones de tiourea y pirita ( $\text{Fe}^{3+}$ ) así como la temperatura fueron parámetros que consideraron. Encontrando que la extracción de oro se incrementó en un tamaño de partícula de malla 100, con las soluciones que contenían 24 g/L de tiourea y una concentración de  $\text{Fe}^{3+}$  de 0,6%, bajo temperatura ambiente. Logrando recuperar 90 % de oro y 50 % de plata en una reacción de 2 h.

Petter P.M.H. y colaboradores [32], realizaron una lixiviación dinámica básica de residuos de circuitos impresos de telefonía celular comparando dos medios (tiosulfato de sodio y amonio). Los estudios se realizaron con 1 M de tiosulfato debido a su alta eficiencia a bajas concentraciones, empleando además hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), sulfato de cobre II ( $\text{CuSO}_4$ ), y peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ). El mayor porcentaje de lixiviación de oro que reportan fue empleando una concentración de tiosulfato sódico 0.1 M, 0.2 M de hidróxido de amonio y 0.03 M de cobre, alcanzando el 15.5 % de oro en solución (Figura 8).



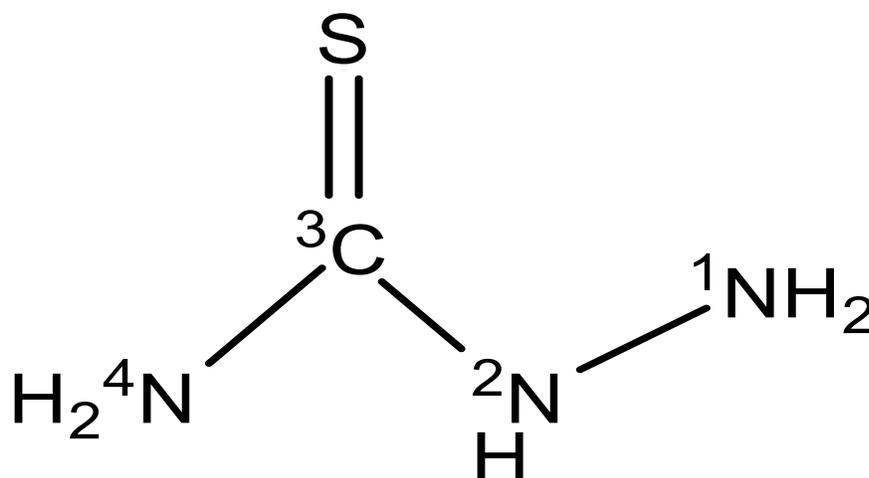


Figura 10. Productos de Sustitución en la Tiosemicarbazida.

La mayoría de las tiosemicarbazonas se disuelven y forman complejos metálicos en disolución alcalina y de ahí su importancia en la forma aniónica en disolución, este comportamiento coordinativo puede presentarse de dos vías:

- Donación al centro metálico de uno, dos o tres pares electrónicos.
- Desprotonación por la pérdida de hidrógeno unido al nitrógeno hidrazínico, modificando su comportamiento a ligando aniónico [35].

Gracias a esta capacidad de las tiosemicarbazidas, sus aplicaciones son de suma importancia, las cuales van desde aplicaciones antitumorales, antivirales, antibacterianas, antimaláricas o antifúngicas, además de ejercer su actividad en actividades biológicas como inhibiendo la rubonucleotidoreductosa, enzima clave en la síntesis de precursores de ADN [34].

### 1.2.3 RECUPERACIÓN DE ORO POR COMPLEJOS CON TIOSEMICARBAZIDA

Debido a la gran importancia y eficiencia en las aplicaciones en forma de complejos metálicos y en vista del interés potencial en ligandos con conjuntos de átomos donantes, es curioso que se hayan preparado y estudiado con bastante detalle relativamente pocos complejos de metales de transición de tiosemicarbazida, donde

---

por lo general la tiosemicarbazida tiene un comportamiento diferente de acuerdo a la afinidad del metal del que se trate [36].

La tiosemicarbazida usualmente actúa como ligando quelante (bidentado) con iones metálicos de transición, unión a través de azufre y los átomos de nitrógeno de hidracina y/o nitrógeno amida. Este tipo de ligando podría considerarse un caso especial de los ligando polidentados, porque poseen más de un átomo capaz de donar pares de electrones no compartidos, sin embargo para que se produzca una reacción entre dos moléculas, éstas deben colisionar de forma que su orientación relativa sea la correcta (efectos estéricos), afectando la configuración *cis* o *trans* respecto a el enlace C=S. Lo habitual es que se vea coordinado al ion metálico mediante una configuración *cis* bidentada a través del átomo de azufre y el átomo de nitrógeno hidrazínico con formación de un anillo quelato de cinco miembros (Figura 11) con gran estabilidad, especialmente con metales de bajo estado de oxidación como los  $d^8$  de bajo spin de Pd y Pt(II) y  $d^{10}$  de Cu, Ag y Au(I) o Hg(II) [34].

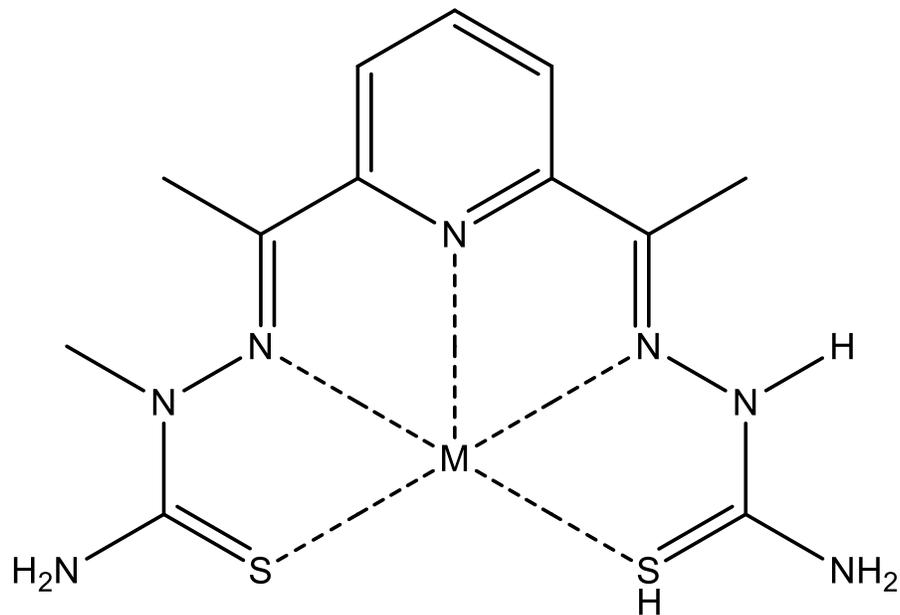


Figura 11. Enlace metal-tiosemicarbazida pentadentado.

---

Tiosemicarbazida y sus complejos han recibido una atención considerable debido a sus actividades farmacológicas. Los complejos metálicos muestran más actividades farmacológicas en comparación con las libres tiosemicarbazidas y semicarbazidas.

Las tiosemicarbazidas tienen numerosas aplicaciones como antitumor, fungicidas, antibacterianas, antivirales, antimicóticos, anti-VIH, anticancerosos y otras actividades biológicas. En particular, las tiosemicarbazidas pueden utilizarse como reactivos para Co(II), Ni(II), Cu(II) y Pd(II) para cromatografía líquida de alto rendimiento. Las tiosemicarbazidas también se han utilizado como reactivos analíticos para el estudio de metales y como dispositivos para almacenamiento óptico [37].

Hoy en día se ha encontrado la posibilidad de realizar complejos metálicos con las tiosemicarbazonas atrayendo mucho interés en el ámbito de la investigación, esto debido a grupos como el tiocarbonilo que tiende a oxidarse para dar azufre en estados de oxidación superiores, esto es posible en procesos catalizados por iones metálicos.

Se han realizado pocos estudios sobre la aplicación de la tiosemicarbazida fuera de las ramas biológicas o farmacéuticas, entre los que resaltan complejos con metales del grupo 12 en estados de oxidación II, obteniéndose cristales de S<sub>8</sub> como resultado de la recristalización de distintos complejos de Cd(II) y Hg(II) en etanol y Dimetilsulfóxido (DMSO), donde podemos percatar que en todos los complejos metálicos los grupos sulfato actuaron como contraiones, sin coordinarse al átomo metálico, además se estudiaron casos de complejos de Ni(II), donde la oxidación dio lugar a la formación de sulfatos, las sales de cobre(II) y hierro(III) oxidan a los tioles a sulfuros, y el oro (III) reacciona con disulfuros para originar sulfonatos (RSO<sub>3</sub>-) [34].

Actualmente hay pocos estudios sobre complejos metálicos de tiosemicarbazidas donde se emplea el uso de poli-tiosemicarbazida (PTSC) para la fabricación de membranas asimétricas para recuperar Oro (III), como lo reportó Villalobos y colaboradores [38], mediante la permeación (atravesada un material a nivel molecular) de la solución a través de la membrana de polímeros quelantes, donde obtuvieron recuperaciones de más del 99% del oro presente en 10 ml de una solución de 100 ppm de Au funcionando a unos flujos de hasta 500 L/m<sup>2</sup>h como se observa en la figura 12.

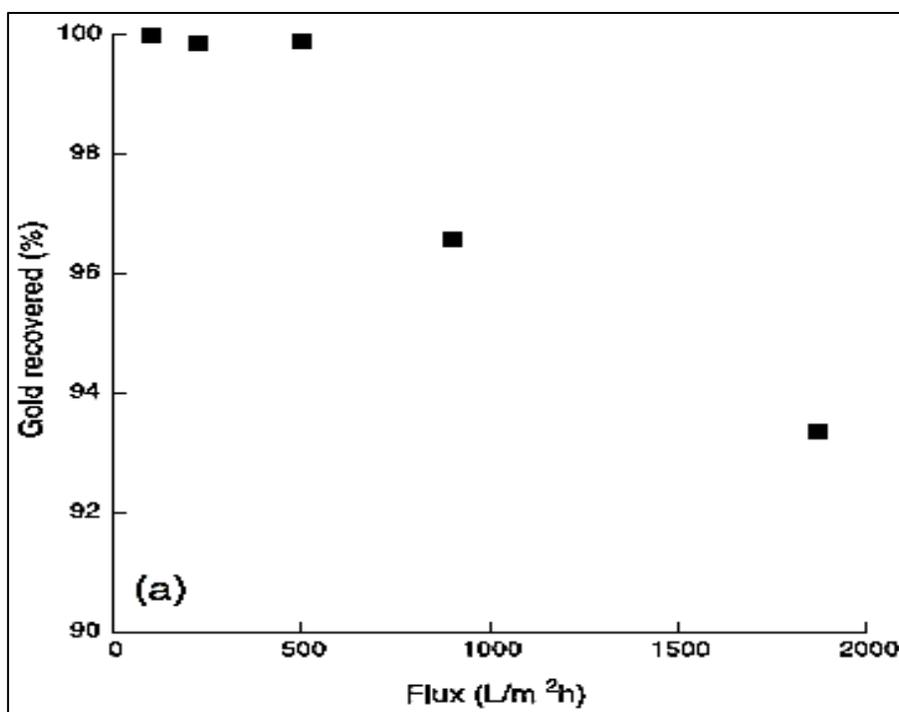


Figura 12. Efecto del Flujo para recuperación por membrana de una solución de 100 ppm de Au [38].

En donde, el oro atrapado en la membrana puede liberarse fácilmente, permitiendo la reutilización de la membrana tres ciclos más, sin que disminuya su rendimiento. Encontrando así que las aplicaciones de los adsorbentes de la membrana no se limitan únicamente a la recuperación del oro, sino, potenciales para membranas en tratamiento de agua contaminada por metales [38].

Haigang Li y colaboradores [39], emplearon resina de poli (fluoruro de vinilideno) funcionalizada con grupos de tiourea, fabricando membranas porosas para la recuperación de trazas de Au (III) obteniendo alta selectividad y eficacia, donde, la tiosemicarbazida se incrustó en la columna vertebral de la resina por reacción de adición nucleófila, posteriormente, las membranas fueron fabricadas por método de separación de fases inducido por un solvente. La captación máxima de oro que reportaron fue de 17.2 mg/L cuando la concentración de oro alimentado fue de 2 g/L. El oro depositado fue separado fácilmente de la membrana con una solución de tiourea 0.1M y HCl 1M. La membrana resultó selectiva para Ag(I) en primer caso y seguido de Au(III) en cualquier agua que contenga la presencia de ambos elementos [39].

---

Mudasir Ahmad y colaboradores [40], emplearon una biomacromolécula modificada con la estructura de quitosano-tiosemicarbazida (TSCS) como adsorbente para Cu (II). La solución de Cu(II) se preparó disolviendo cloruro cúprico en agua bidestilada.

Emplearon acetato sódico y ácido acético para mantener el pH de 6 en la solución, donde añadieron 0,150 g de TSCS a 100 ml de solución acuosa de iones Cu(II) (40 mg/L) a 25°C, a una velocidad de agitación de 250 rpm y un tiempo de contacto de 30 min.

La regeneración de la estructura TSCS se obtuvo usando solución de EDTA 0,1 M que les resultó en una recuperación del 90-95 % de iones Cu(II), esto lo atribuyeron a una mayor adsorción de iones Cu(II) debido a grupos amino e hidroxilo de TSCS [40].

R. Abu-eittah y colaboradores [41], estudiaron la formación de complejos de cobre y tiosemicarbazida en una mezcla de nitrato de cobre y tiosemicarbazida, disuelto en ácido nítrico.

El color de la mezcla varía de "verde azulado" cuando la concentración de Cu es mayor a la tiosemicarbazida, llegando a una tonalidad azul profundo cuando la concentración de tiosemicarbazida es mayor a la de Cu. Variando el pH (1.0, 1.30 y 2.30- 2.52) indicaron la formación de la relación 1: 1 y 1: 2. Sus resultados indican que los niveles de energía son más pronunciados cuando el acetonitrilo es uno de los ligando y no así cuando es agua (Figura 13).

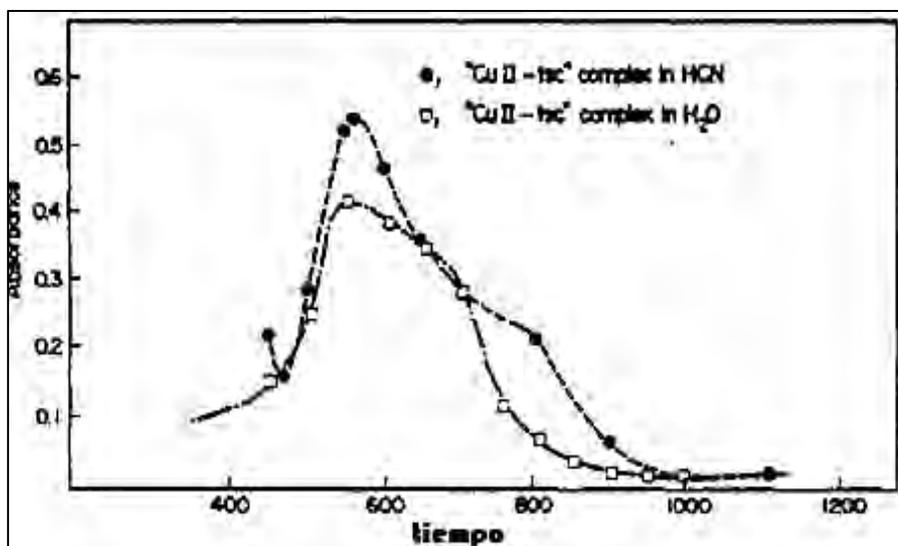


Figura 13. Espectros de absorción de los complejos "Cu-TSC" en acetonitrilo y en agua [41].

### 1.3 IMPORTANCIA DEL ORO

El oro es un metal de tono amarillo suave, con la más alta ductilidad y maleabilidad de cualquier metal. Se considera tanto un metal pesado como un metal noble. El oro se cristaliza en el sistema cúbico, aunque los cristales de oro son muy raros. El oro tiene alta conductividad térmica y eléctrica. El único isótopo natural del oro es <sup>197</sup>Au; Sin embargo, 19 isótopos que van desde <sup>185</sup>Au a <sup>203</sup>Au han sido producidos artificialmente.

El oro puro, y muchas aleaciones de oro son no magnéticos. Una aleación de oro y manganeso es ligeramente magnético, y aleaciones de oro con el hierro, el níquel, o cobalto son ferromagnéticos [42]. Entre sus características más destacables se encuentran propiedades como su alta densidad, para hacernos una idea 1 kg de oro puro formaría una esfera de solo 4.6 cm de diámetro, no existe metal más dúctil o maleable que este.

Con una tonelada de oro se podría fabricar un hilo tan fino que llegaría a la luna y regresaría a la tierra, este material también puede ser laminado tan delgado que 20,000 piezas solo tendrían el espesor de 1 cm. El oro puro no se oxida por lo que no forma ningún tipo de óxido en su superficie [43]. Químicamente hablando el oro es

insoluble en ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), ácido nítrico ( $HNO_3$ ) y ácido clorhídrico ( $HCl$ ), sin embargo, es fácilmente soluble en agua regia (mezcla de  $HCl$  y  $HNO_3$  en proporción 3:1), mezclas que contengan cloro o bromo libre, además de soluciones cianuradas que contengan oxígeno ( $O_2$ ) y soluciones de tiocianato ( $SCN^-$ ), tiourea ( $CS(NH_2)_2$ ) y tiosulfato ( $S_2O_3^{2-}$ ). Se alea fácilmente con mercurio formando una amalgama que es líquida si el metal dominante es el mercurio [24].

Se estima que a lo largo de la historia de la humanidad se han extraído alrededor de 100,000 ton de oro de la corteza terrestre. En el 2014, la producción mundial de oro se incrementó un 2% comparado con el año anterior, para ubicarse en 2,860 ton. Las regiones que concentraron la producción en el 2014 fueron Asia, Latinoamérica y África, donde México se situó en el octavo lugar, con una producción de 2.96 millones de onzas equivalente a 92 ton.

Con base en las cifras del INEGI, la producción minera de oro en México alcanzó las 117.8 ton (3.79 millones de onzas), permitiendo que México se mantenga entre los 10 principales países productores de oro en el mundo. Por estado, como se muestra en la figura 14, Sonora, tiene una participación de 30%; Zacatecas, una contribución de 23%, y Chihuahua, una participación del 17%, concentrando el 70% de la producción total en México. [44].



Figura 14. Participación minera de oro en México por estado 2014 [44].

---

Hoy en día el consumo de oro se ve repartido de la siguiente manera; 54% joyería, 35% inversiones, 8% electrónica, 2% aplicaciones industriales y tan solo el 1% tienen aplicaciones odontológicas. En las propiedades de dicho material radica su importancia y debido a su ardua extracción y carencia han generado la creación de mecanismos secundarios de recuperación (reciclaje) de este metal de fuentes tales como equipos eléctricos y electrónicos, donde se emplean debido a su alta propiedad térmica y su baja resistencia eléctrica complementada a sus excelentes propiedades anticorrosivas.

La gran ventaja que tiene el reciclaje de metales es la disminución de gastos de la fase de reducción del mineral a metal. Esa fase implica un gran consumo de energía, exige el transporte de grandes volúmenes de mineral e instalaciones costosas, destinadas a la producción en gran escala. La chatarra electrónica se recicla, sin mayores problemas, inclusive cuando está oxidada. Su reciclaje se simplifica por la facilidad de identificarla y separar sus componentes.

Las tarjetas de circuitos impresos que componen dichos aparatos tienen una concentración de oro 10 veces mayor a la existente en los minerales más ricos. Según el grupo ecologista Greenpeace, cada 10 millones de tarjetas de circuitos impresos que son descartados, pueden obtenerse casi US \$12,5 millones en oro, US \$1,8 millones en plata y US \$664.000 en cobre, sobre la base de los precios vigentes para estos productos, esto incentiva de manera económica el consolidar una industria sustentable y floreciente [45].

---

## CAPITULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 2.1 METODOLOGÍA

El presente trabajo comprende el estudio de la recuperación de oro, contenido en los circuitos impresos provenientes de la chatarra electrónica. Mediante lixiviación dinámica básica en medio  $[\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}]$ . Para el desarrollo experimental del presente trabajo se realizarán una serie de experimentos desarrollados bajo la siguiente secuencia:

1. Se realiza la recolección de circuitos impresos provenientes de diferentes equipos (marcas) y épocas, considerando para este estudio como materia prima a las tarjetas controladoras de disco duro, procesadores, tarjetas de memoria RAM (Random Access Memory) y placas base (o motherboard) .Se considera una cantidad representativa de placas de circuitos impresos (PCI's)\*, para tener una muestra homogénea, en donde pueda ser distinguida la reacción de lixiviación del oro.

(\*) Estas tarjetas están conformadas prácticamente por los mismos componentes electrónicos soportados (condensadores, resistencias, transistores, circuitos integrados, etc.), difieren únicamente de la cantidad y calidad de sus materiales, así como la composición de materiales que los integran [46].

2. De las placas recolectadas se considera seleccionar las fracciones metálica (pines) soportadas sobre la base polimérica que conforman las tarjetas de circuitos impresos, de las cuales se realizó una minuciosa caracterización física que comprende la determinación de las regiones y piezas específicas de la tarjeta en las que está presente el oro. Para éste propósito se separaron los componentes metálicos de los componentes poliméricos de las tarjetas, para su posterior análisis por MEB-EDS.

---

Para llevar a efecto este análisis, se empleó un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6300, con una corriente de sonda de  $10^{-2}$  a  $10^{-5}$  Amperes y un voltaje de 2 a 30 keV, para un alcance de 300 000 magnificaciones. El equipo además, está provisto de un detector de estado sólido, lo que permite realizar microanálisis semicuantitativo por dispersión de energías (EDS) (Figura 15). Una cantidad pequeña y muy fina de muestra representativa fue montada en porta muestras de cobre asegurada mediante cinta adhesiva de doble cara de grafito, de esta manera se realizó un análisis adecuado de la muestra, logrando resaltar su morfología y estructura, así como un microanálisis químico elemental de cada una de ellas.

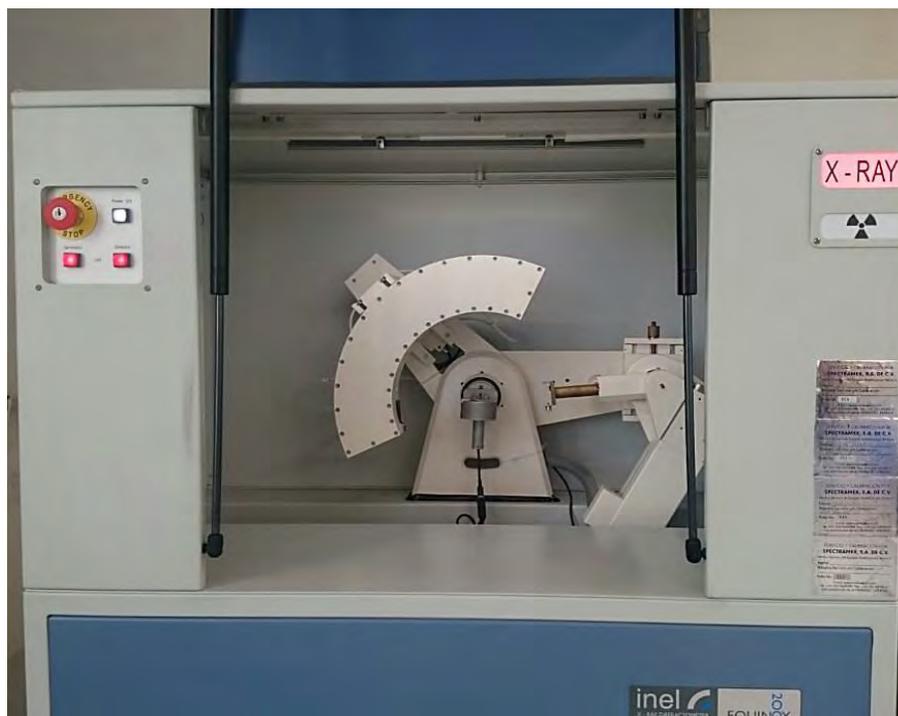


*Figura 15. Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL modelo JSM-6300, AACTyM, UAEH.*

Los resultados se analizaron, con el fin de asegurar la presencia de los elementos de interés. Adicionalmente se realizó un mapeo en un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL DUAL-B, modelo JSM T-31. El cual opera a un voltaje de 30 keV, contiene para el mapeo un detector de EDS marca OXFORD.

Se complementó la caracterización mediante un análisis por Difracción de Rayos X, en un Difractómetro de Rayos X marca *Inel*, modelo EQUINOX 2000 (Figura 16). Los difractogramas se obtuvieron a temperatura ambiente, en un intervalo de  $2\theta$  de 20 a

100, con fuente de radiación Co K $\alpha$ 1 (1.789010 Å), donde, los pines extraídos de los diversos circuitos impresos de computadoras fueron colocados sin triturar, a un tiempo de adquisición de 25 minutos. La evaluación de los espectros de difracción fue indexada mediante el software MATCH 3 empleando la base de datos COD-Inorg REV184238 2016.07.05 (Power Diffraction Data Base).

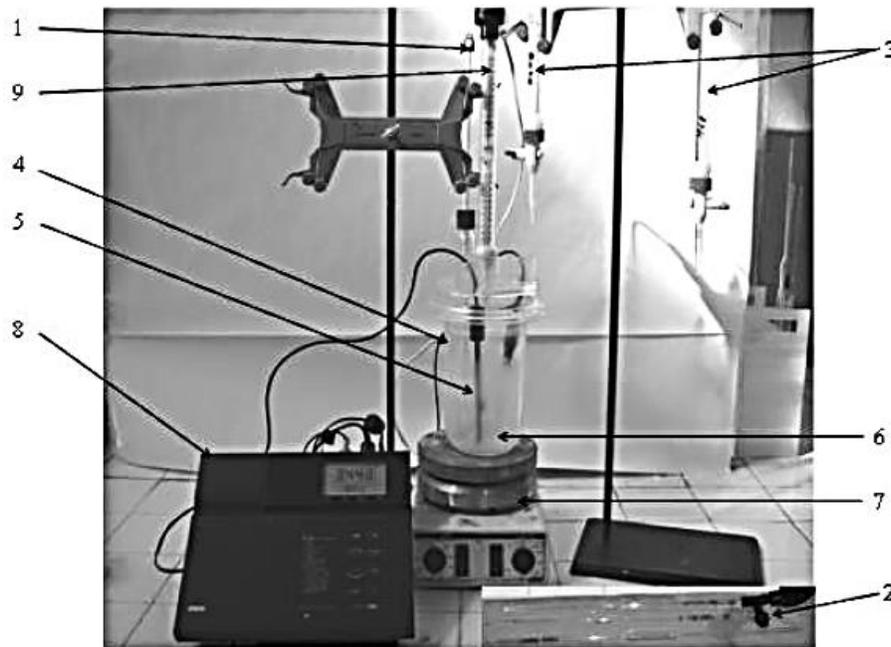


*Figura 16. Difractómetro de rayos X, marca Inel, modelo EQUINOX 2000, AACTyM, UAEH.*

3. Posteriormente se seleccionaron las partes ricas en Au, elemento de interés en nuestro estudio, esto contemplando la información proporcionada mediante la caracterización efectuada, para su posterior reducción de tamaño por medios mecánicos, homogenizando la superficie de contacto.
4. Se determinaron las condiciones de lixiviación del oro en medio tiosemicarbazida [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S], con el fin de estudiar la naturaleza de la reacción de lixiviación del oro.

Todos los experimentos se realizaron dentro de un reactor de vidrio convencional de 500 mL de capacidad. El reactor se encuentra montado sobre

un modular con calentamiento y agitación equipada con medidor de velocidad de agitación y controlador de temperatura. El agitador es de tipo hélice con 4 aspas es de acero de 5 cm de largo. Se implementó un sistema de medición continua de pH basado en un potenciómetro (pH-metro), equipado con un electrodo de pH apto para operar en condiciones extremas de acidez y alcalinidad (rango de pH desde 0 a 14). En la figura 17 se muestra el esquema del equipo utilizado en las pruebas de lixiviación.



*Figura 17. Esquema del equipo utilizado en la lixiviación dinámica básica:*

1. Termómetro, 2. Pipeta graduada para toma de muestras, 3. Bureta graduada, 4. Reactor de vidrio, 5. Electrodo de pH, 6. Agitador, 7. Parrilla de calentamiento y agitación, 8. pH-metro, 9. Termorregulador.

5. Se desarrolló la cinética de lixiviación del oro. Eso implica determinar los factores que afectan la velocidad de lixiviación del oro en este medio:

Parámetros variables en el proceso:

- Concentración de tiosemicarbazida [ $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ ]: (0.05, 0.15, 0.25, 0.3 y 0.4) M.
- Potencial de hidrógeno [pH]: 6.5, 7.5, 8.5, 9.5, 10.5 y 11.5.
- Temperatura: (15, 25, 35, 45 y 55) °C.

---

d) Velocidad de agitación: (200, 400, 600, 800 y 1000) rpm.

Los parámetros constantes en el proceso son:

a) Volumen de la solución: 500mL.

b) Masa de la muestra: 10 g de chatarra electrónica.

6. Se determinaron las condiciones óptimas del sistema de lixiviación dinámica básica en medio tiosemicarbazida.

7. Se realizó la caracterización de los licores de lixiviación, muestras tomadas a diferentes tiempos de lixiviación dinámica básica de los metales, por Espectrofotometría de absorción atómica (EAA), para determinar la concentración de Au. El equipo empleado es un espectrómetro marca PERKIN-ELMER, modelo 2380, con lámparas de cátodo hueco y en su caso, lámpara para el Au estudiado (Figura 18).



Figura 18. Espectrofotómetro de Absorción Atómica, PERKIN-ELMER 2380.

Complementando la caracterización de las soluciones acuosas se realizó una análisis por Espectroscopía de plasma de acoplamiento inducido (ICP), para determinar la variación del Au, Ag, Ni y Cu a distintas etapas del proceso de lixiviación dinámica

---

básica en medio tiosemicarbazida. El equipo empleado fue un Espectrofotómetro marca PERKIN-ELMER, modelo OPTIMA 3000 XL (Figura 19), que utiliza plasma de argón como fuente de producción de átomos ionizados y alcanza temperaturas de 6000 a 10000 K.



*Figura 19. Espectrómetro de Plasma de Acoplamiento Inducido, marca PERKIN-ELMER, modelo OPTIMA 3000 XL, AACTyM, UAEH.*

8. Se realizó la caracterización de los sólidos por Microscopía Electrónica de Barrido en conjunción con Microanálisis por Dispersión de Energías (MEB-EDS) y Difracción de Rayos X (DRX).
9. Se propone con base en los resultados experimentales obtenidos, un proceso novedoso de recuperación del oro contenido en la chatarra electrónica.

## CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

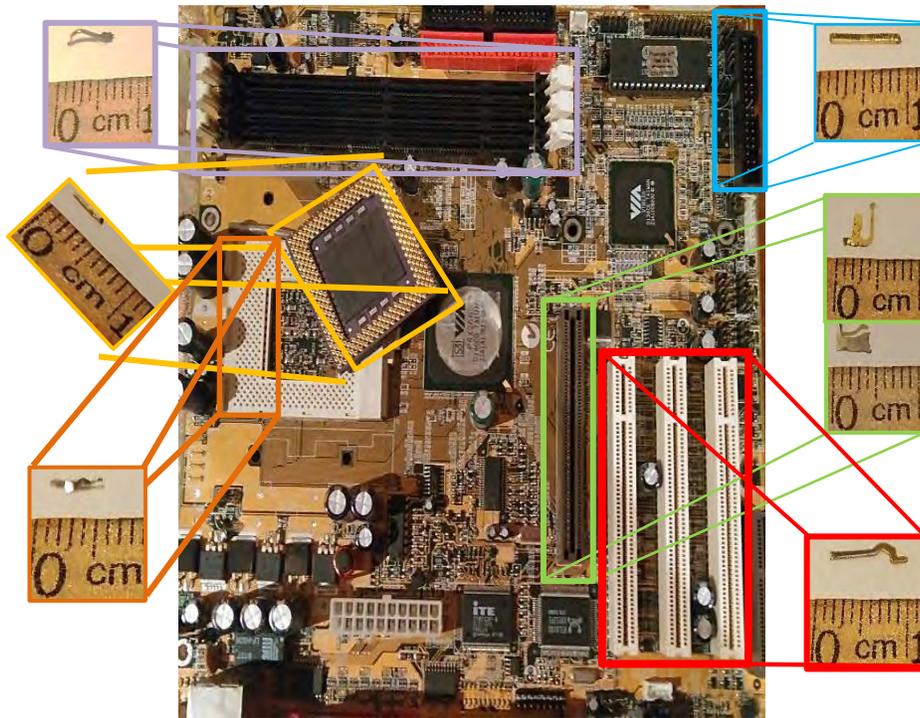
### 3.1 RECOLECCIÓN Y CLASIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE INTERÉS PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA

En primera instancia se realizó la recolección aleatoria de placas de circuitos impresos de diferentes marcas, modelos y generaciones (Figura 20).

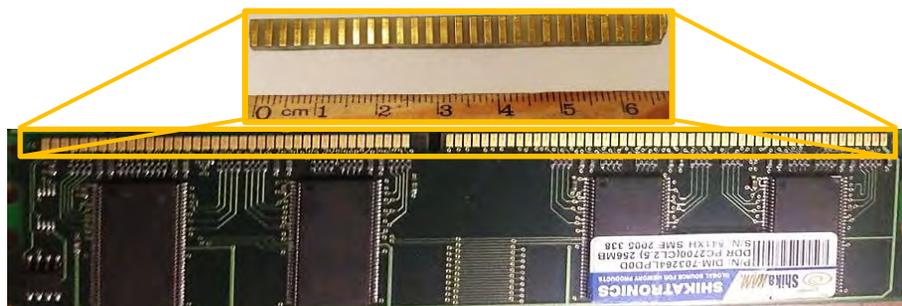


Figura 20. Placas de circuitos impresos empleadas para el estudio de lixiviación dinámica básica medio tiosemicarbazida.

Se recolectó un total de 22 placas de las cuales, 17 son placas base o motherboard, y 5 son tarjetas de memoria RAM (random access memory) las cuales se muestran en la figura 20, con la época de procedencia de cada una. Los componentes metálicos fueron desmontados manualmente de diferentes áreas distribuidas sobre el polímero que conforma las PCI's (Figura 21 y 22).



*Figura 21. Distribución de los componentes metálicos en la placa de circuitos impresos (motherboard).*



*Figura 22. Distribución de los componentes metálicos en las placas de memoria RAM.*

En la figura 21 se muestra una imagen general de una placa de circuito impreso donde se ubican los diversos componentes metálicos seleccionados para su posterior

---

caracterización física y los estudios de lixiviación dinámica básica mediante el uso de un sistema Au- CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S.

En las placas de memorias RAM se encuentra soportada una delgada capa de oro en forma de una fina capa de chapado sobre una capa de barrera de níquel en las superficies de contacto conocidos como *fingers*, esta se aplica en estas áreas específicas debido a la sensibilidad de la información que manejan dichos componentes como se muestra en la figura 22.

## **3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS COMPONENTES DE INTERÉS PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA**

### **3.2.1 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MEB-EDS**

Cada componente fue caracterizado individualmente con el fin de identificar los componentes ricos en metales nobles para su posterior lixiviación óptima y representativa.

Los circuitos impresos de computadora fueron debidamente caracterizados, por Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis por Dispersión de Energías (SEM-EDS). Empleando para tal efecto un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6300, aplicando para el análisis de morfología (Micrografías) las siguientes condiciones de uso:

- Voltaje de aceleración  $E_0 = 30$  keV.
- Corriente de la condensadora=  $9 [1 \times 10^{-9} \text{ \AA}]$
- Modo de imagen en SEI (Electrones Secundarios)
- Distancia de trabajo (WD)= 15mm.
- Apertura=3 (600  $\mu\text{m}$ )

El Equipo cuenta con un detector de estado sólido (discriminador de energía de rayos X), que permite realizar Microanálisis Semicuantitativos por Dispersión de Energías

---

(EDS), proporcionando un espectro de microanálisis químico localizado bajo las siguientes condiciones:

- Voltaje de aceleración  $E_0 = 30 \text{ keV}$ .
- Corriente de la condensadora =  $12 [1 \times 10^{-10} \text{ A}]$
- Distancia de trabajo (WD) = 15mm.
- Apertura = 3 (600  $\mu\text{m}$ )

Para la obtención de los mapeos se empleó un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL DUAL-B, modelo JSM T-31 adaptado a un EDS marca OXFORD para este fin se emplearon las siguientes condiciones:

- Voltaje de aceleración  $E_0 = 30 \text{ keV}$ .
- Corriente de la condensadora =  $9 [1 \times 10^{-9} \text{ A}]$
- Aumentos de 50X
- Alto vacío.

La preparación de las probetas consistió en montar sobre cinta adhesiva de doble cara de grafito sobre un porta muestras de cobre cilíndrico, una muestra representativa y sin recubrimiento como se muestra en la figura 23.



*Figura 23. Representación de las probetas empleadas para el análisis por MEB.*

El análisis se realizó en tres zonas para cada muestra, con el fin de asegurar la distribución elemental representativa de toda la pieza, complementando el análisis por EDS. Se realizó un mapeo general de la pieza para identificar la distribución de cada elemento en la muestra; mismos que se muestran en las figuras 24 a 41.

En este sentido las figuras 24 a 41, muestran micrográficas, mapeos y espectros de EDS, correspondiente a diversos pines, el microanálisis semicuantitativo se realizó tomando tres zonas como referencias para cada muestra;

- I. La zona superficial, que se usa para hacer contacto con otros componentes electrónicos.
- II. Parte media, que es el cuerpo del elemento metálico.
- III. Parte inferior, en la base del pin que conecta con la base de la placa.

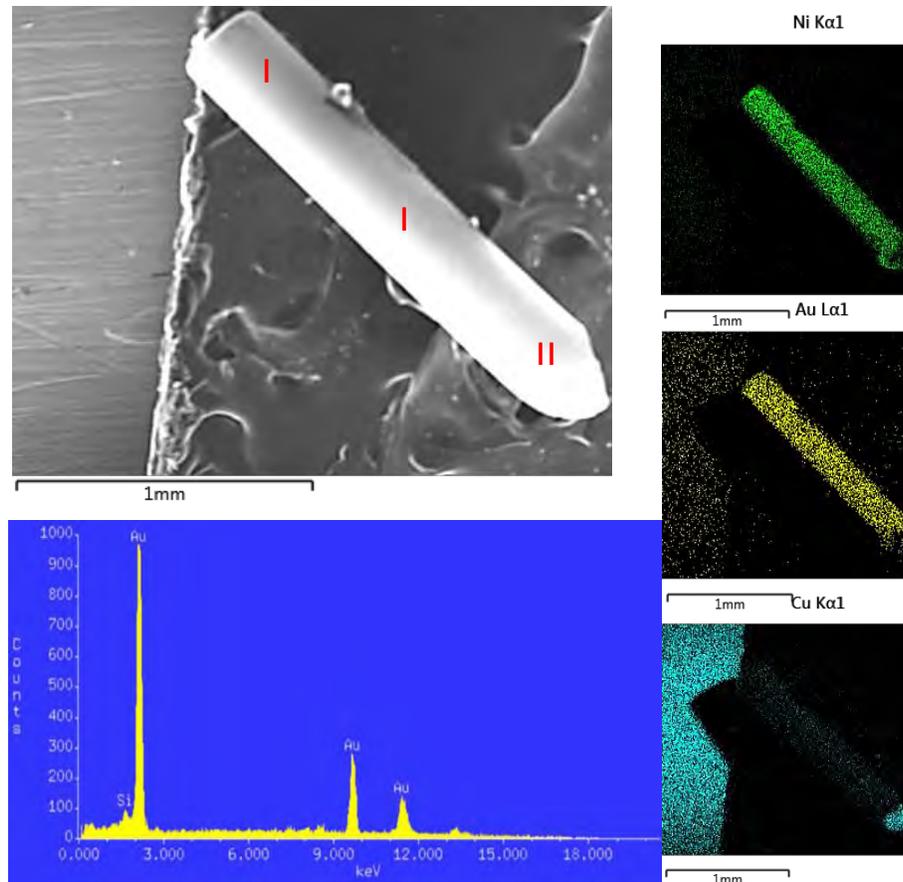


Figura 24. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pin de procesador.

La distribución de la composición de los elementos registrados con base en el microanálisis por dispersión de energías (EDS) efectuado a lo largo del componente electrónico se muestra en el esquema de la figura 25. Donde se aprecia cuantitativamente la distribución elemental del pin del procesador.

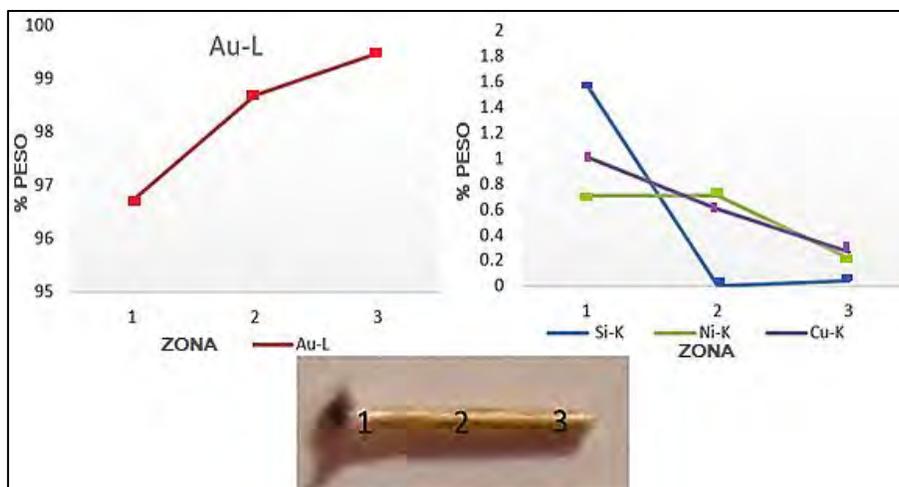


Figura 25. Distribución elemental con base en EDS de pin de procesador.

Con base en los resultados obtenidos es posible identificar que la menor concentración de oro se encuentra en la base del pin, siendo contrario al comportamiento de los metales base (Ni y Cu) tienden a concentrarse mayormente en la base del materia.

En los pines provenientes de los procesadores se encontró la mayor cantidad de oro, donde el microanálisis refleja una composición del 96.7 al 99.47 % del peso con cantidades base de cobre, níquel y silicio, cuyos valores se desglosan en las tablas de la 3 a la 5.

Tabla 3. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.0106	1.498	9.79	1.58	+/- 0.21
Au-L	0.9552	1.012	85.34	96.7	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	0.71	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	1.01	+/- 0.29
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 4. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona II).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)

Si-K	0	1.489	0	0	+/- 0.00
Au-L	0.9825	1.004	95.88	98.69	+/- 4.38
Ni-K	0.0086	0.826	2.33	0.71	+/- 0.33
Cu-K	0.0074	0.809	1.8	0.6	+/- 0.38
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 5. Datos de PIN de procesador por análisis de EDS (Zona III).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg		Number of Iterations = 3			
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.0003	1.471	0.27	0.04	+/- 0.17
Au-L	0.9929	1.002	98.18	99.47	+/-5.16
Ni-K	0.0027	0.824	0.73	0.22	+/-0.39
Cu-K	0.0033	0.807	0.83	0.27	+/-0.42
<b>Total</b>			100	100	

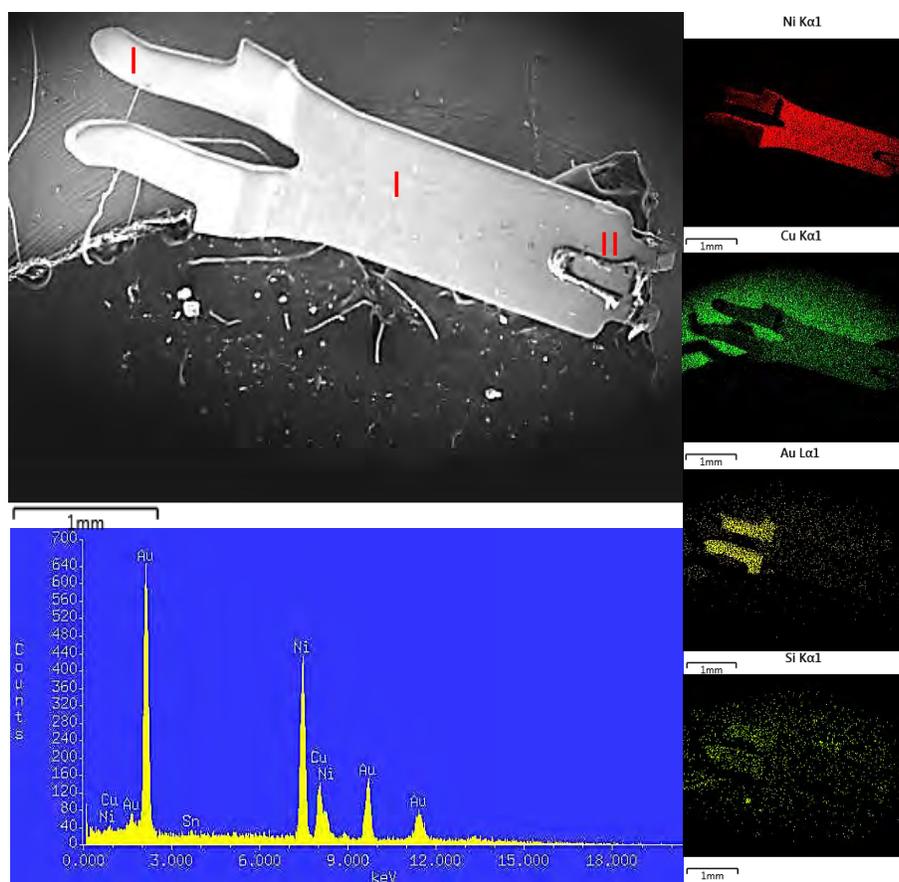


Figura 26. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de procesador.

La distribución de los elementos identificados con base en el microanálisis por dispersión de energías (EDS) a lo largo de la pieza se obtuvo los valores elementales semicuantitativos que se ven distribuidos en el esquema de la figura 27.

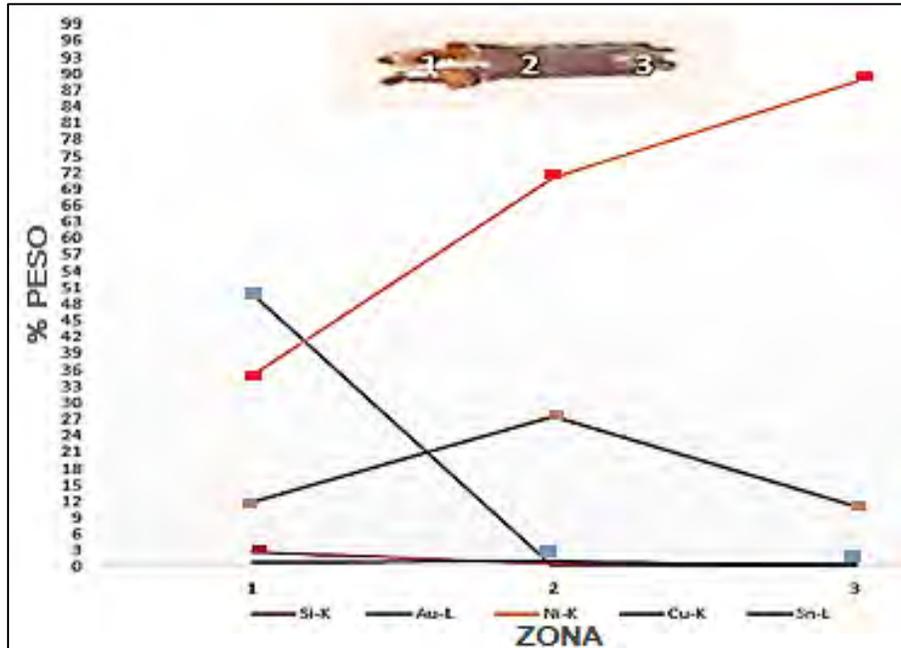


Figura 27. Distribución elemental con base en EDS de pin soporte de procesador.

En los pines del soporte del procesador provenientes de los procesadores se encontró la mayor cantidad de oro en la zona I, que se ve ubicada como el contacto entre procesador y base, esta concentración se ve disminuida a lo largo del cuerpo de la pieza, el microanálisis refleja una composición del 49.67 % del peso con cantidades base considerables de cobre, níquel, estaño y silicio, cuyos valores se desglosan en las tablas de la 6 a la 8.

Tabla 6. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg		Number of Iterations = 4			
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.011	2.377	8.17	2.61	+/-0.31
Au-L	0.4147	1.198	22.22	49.67	+/-2.75
Ni-K	0.3788	0.923	52.46	34.95	+/-0.88
Cu-K	0.1275	0.932	16.48	11.88	+/-0.50

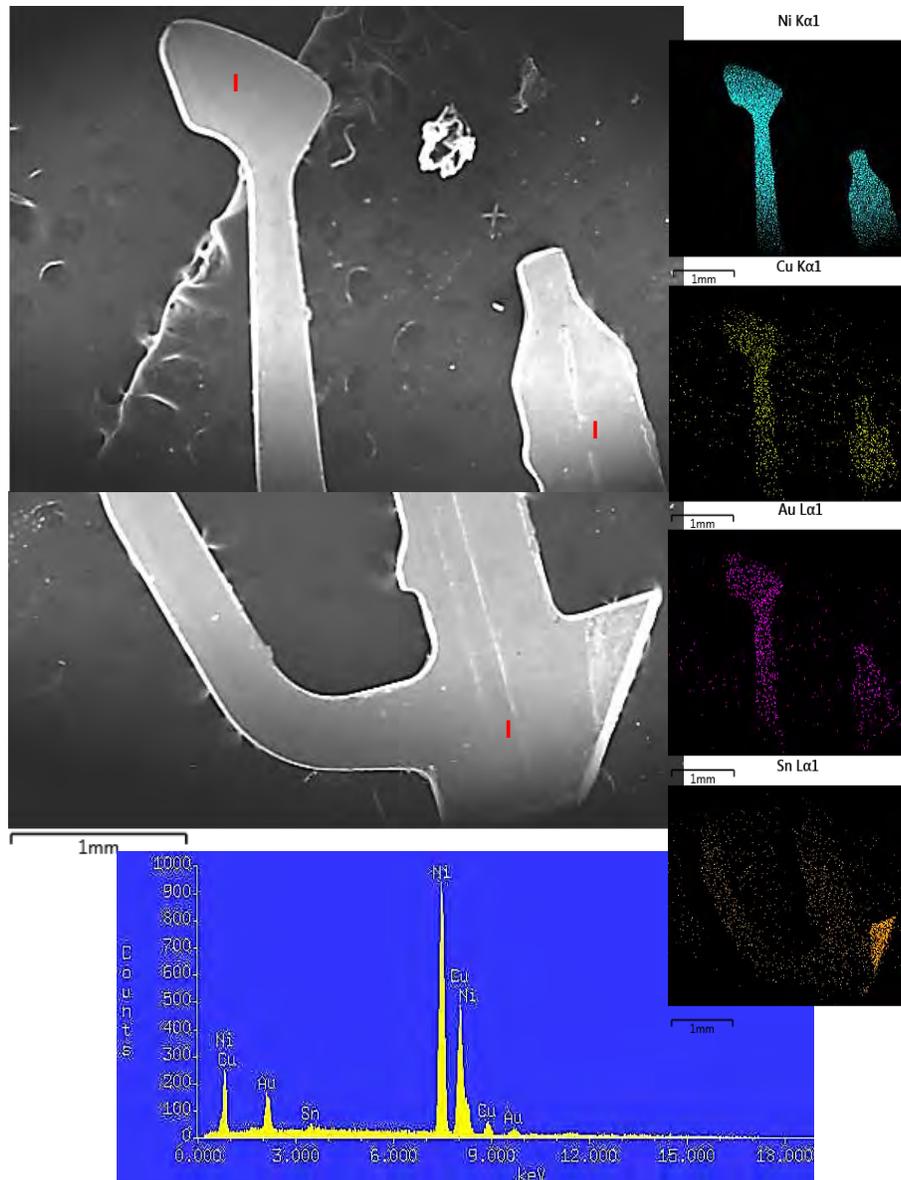
<b>Sn-L</b>	0.0054	1.663	0.67	0.9	+/-0.31
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 7. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona II).*

<b>PROZA Correction</b>			<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 3</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	<b>(calc.)</b>			<b>Wt %</b>	<b>(1-Sigma)</b>
<b>Si-K</b>	0.0017	3.556	1.29	0.6	+/-0.16
<b>Au-L</b>	0	1.391	0	0	+/-0.00
<b>Ni-K</b>	0.716	0.991	72.41	70.96	+/-0.87
<b>Cu-K</b>	0.2636	1.034	25.7	27.26	+/-1.11
<b>Sn-L</b>	0.0098	1.203	0.6	1.18	+/-0.23
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 8. Datos de PIN de soporte de procesador por análisis de EDS (Zona III).*

<b>PROZA Correction</b>			<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 3</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	<b>(calc.)</b>			<b>Wt %</b>	<b>(1-Sigma)</b>
<b>Si-K</b>	0.0011	3.544	0.83	0.4	+/-0.10
<b>Au-L</b>	0.0018	1.4	0.08	0.26	+/-0.58
<b>Ni-K</b>	0.8867	0.997	88.89	88.37	+/-1.01
<b>Cu-K</b>	0.1055	1.04	10.2	10.98	+/-0.76
<b>Sn-L</b>	0	1.205	0	0	+/-0.00
<b>Total</b>			100	100	



*Figura 28. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 1999.*

Los elementos identificados en el microanálisis por dispersión de energías (EDS) a lo largo de la pieza se ven distribuidos como se muestra en el esquema de la figura 29, donde se visualizan las tres zonas principales de análisis y la variación elemental en porcentaje en peso localizada.

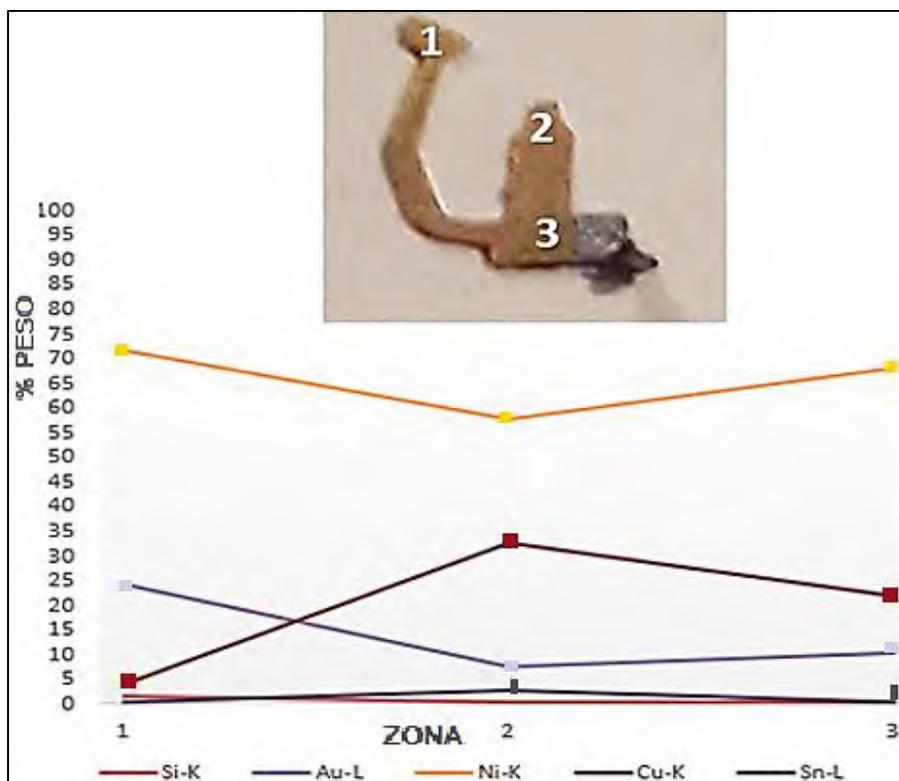


Figura 29. Distribución elemental con base en EDS de pin de soporte de tarjetas PCI's año 1999.

En los pines del soporte de la tarjeta de interconexión de componentes periféricos (PCI) soportados en la placa madre correspondientes a los años 1999, muestran una mínima cantidad de oro, pero con presencia constante a lo largo de la pieza, esta concentración se ve disminuida a lo largo del cuerpo de la pieza, el microanálisis refleja una composición variable englobada de oro del 7.29 a 23.95% del peso con cantidades base considerables de cobre, níquel, menos de estaño y silicio, cuyos valores se desglosan en las tablas de la 9 a la 11.

Tabla 9. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 1999 (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 4		
Element	k-ratio	ZAF	Atom %	Element	Wt % Err.
	(calc.)			Wt %	(1-Sigma)
Si-K	0.0037	2.956	2.75	1.11	+/-0.21
Au-L	0.1829	1.309	8.49	23.95	+/-1.73

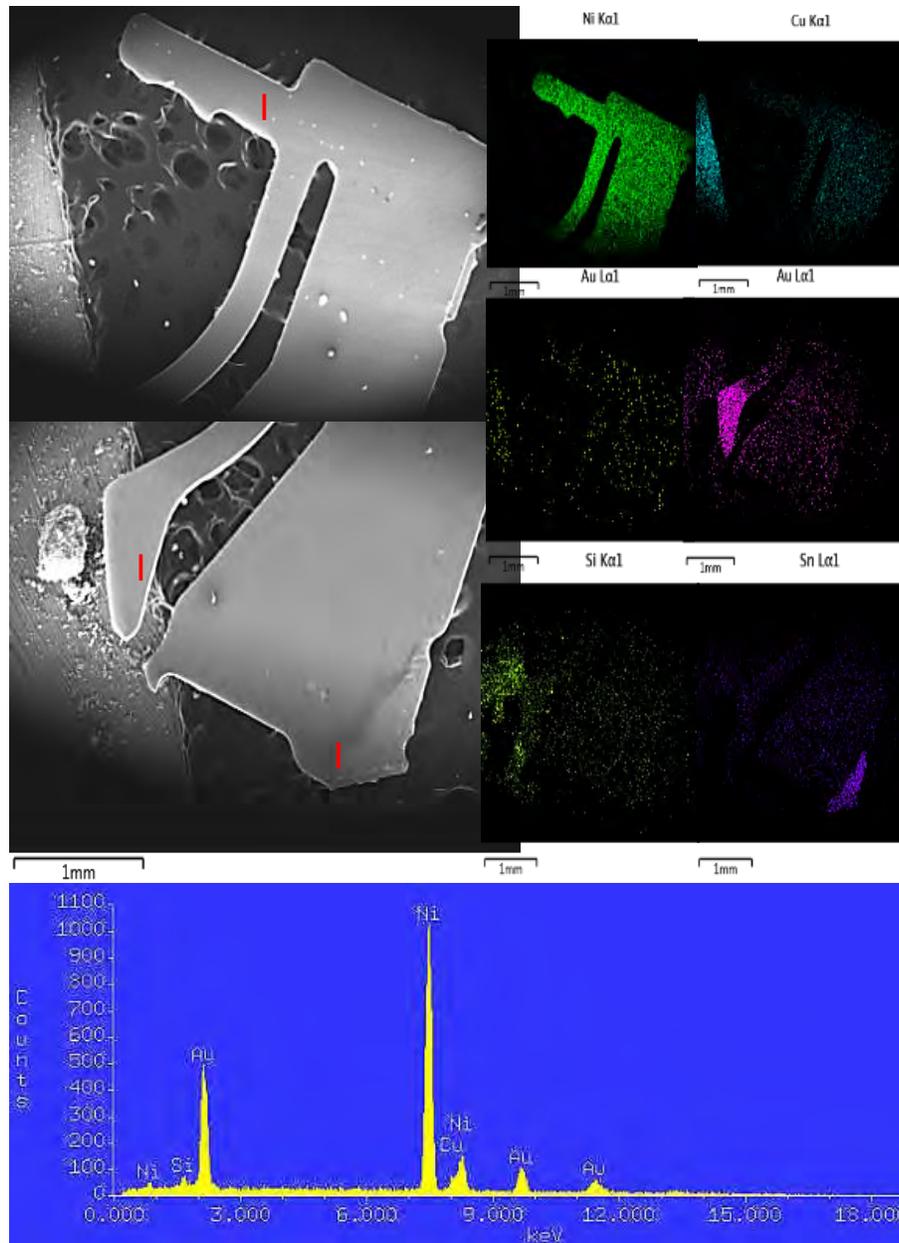
<b>Ni-K</b>	0.7389	0.967	84.92	71.44	+/-0.71
<b>Cu-K</b>	0.0352	0.994	3.84	3.5	+/-0.33
<b>Sn-L</b>	0.0001	1.432	0	0.01	+/-0.19
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 10. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 99 (Zona II).*

<b>PROZA Correction</b>		<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>	
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 4</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	<b>(calc.)</b>			<b>Wt %</b>	<b>(1-Sigma)</b>
<b>Si-K</b>	0.0006	3.375	0.43	0.19	+/-0.11
<b>Au-L</b>	0.0539	1.354	2.38	7.29	+/-1.29
<b>Ni-K</b>	0.5882	0.979	62.99	57.56	+/-0.83
<b>Cu-K</b>	0.3202	1.016	32.89	32.53	+/-0.91
<b>Sn-L</b>	0.0192	1.267	1.32	2.43	+/-0.44
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 11. Tabla 11. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 99 (Zona III).*

<b>PROZA Correction</b>		<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>	
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 4</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	<b>(calc.)</b>			<b>Wt %</b>	<b>(1-Sigma)</b>
<b>Si-K</b>	0.0003	3.318	0.2	0.09	+/-0.11
<b>Au-L</b>	0.0757	1.354	3.35	10.25	+/-1.78
<b>Ni-K</b>	0.6955	0.978	74.62	68.02	+/-1.00
<b>Cu-K</b>	0.2113	1.014	21.72	21.43	+/-0.76
<b>Sn-L</b>	0.0016	1.299	0.11	0.21	+/-0.16
<b>Total</b>			100	100	



*Figura 30. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 2000.*

En la figura 31 se observa la distribución cuantitativa de los elementos identificados con base en el microanálisis por dispersión de energías (EDS) a largo de la pieza correspondiente al año 2000.

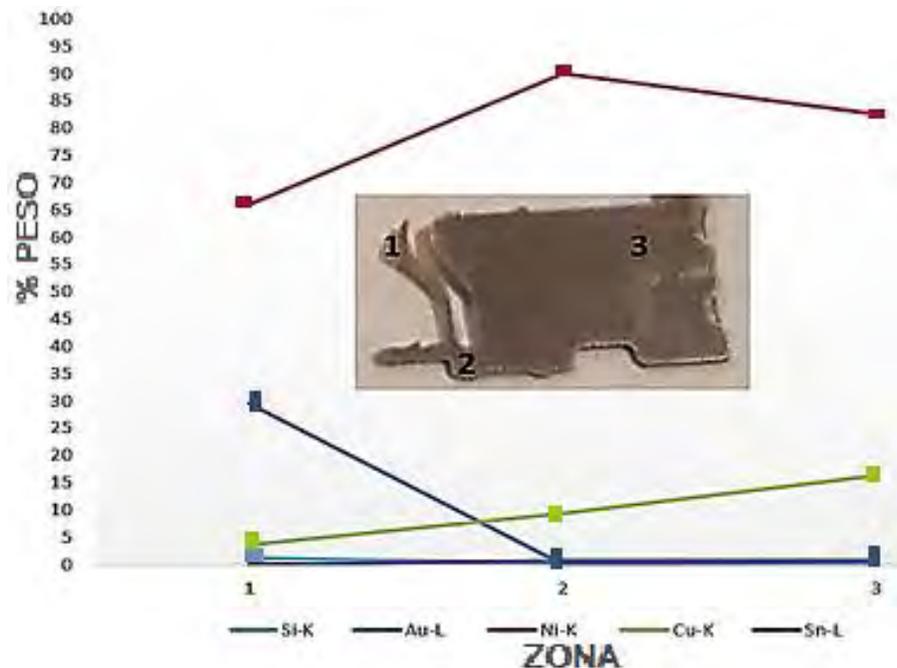


Figura 31. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte de tarjetas PCI's año 2000.

En los pines del soporte de las tarjetas PCI's soportados en la placa madre correspondientes a los años 2000, se encontró una concentración de oro localizada, que se ubica en la zona I, que corresponde a el área de contacto con los *fingers* (áreas de contacto) de la memoria RAM, pero con presencia mínima a lo largo que el cuerpo descende a la base, corroborado con el microanálisis a una composición en la zona I de oro de 29.42 % del peso con cantidades base de cobre, níquel y trazas de estaño y silicio, cuyos valores se desglosan en las tablas de la 12 a la 14.

Tabla 12. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 4		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.0037	2.837	2.73	1.05	+/-0.20
Au-L	0.2286	1.287	10.93	29.42	+/-1.80
Ni-K	0.6889	0.958	82.29	66.01	+/-0.69
Cu-K	0.0358	0.982	4.05	3.52	+/-0.62
Sn-L	0	1.428	0	0	+/-0.00
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 13. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (II).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.0005	3.544	0.37	0.17	+/-0.10
Au-L	0	1.401	0	0	+/-0.00
Ni-K	0.9021	0.998	90.74	89.99	+/-0.80
Cu-K	0.0884	1.041	8.58	9.21	+/-0.42
Sn-L	0.0052	1.202	0.31	0.63	+/-0.17
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 14. Datos de PIN de soporte de tarjetas PCI's por análisis de EDS año 2000 (III).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Si-K	0.0002	3.542	0.16	0.08	+/-0.09
Au-L	0.0048	1.394	0.2	0.67	+/-0.58
Ni-K	0.8294	0.994	84.01	82.41	+/-0.92
Cu-K	0.1571	1.037	15.34	16.29	+/-0.76
Sn-L	0.0045	1.208	0.28	0.55	+/-0.17
<b>Total</b>			100	100	

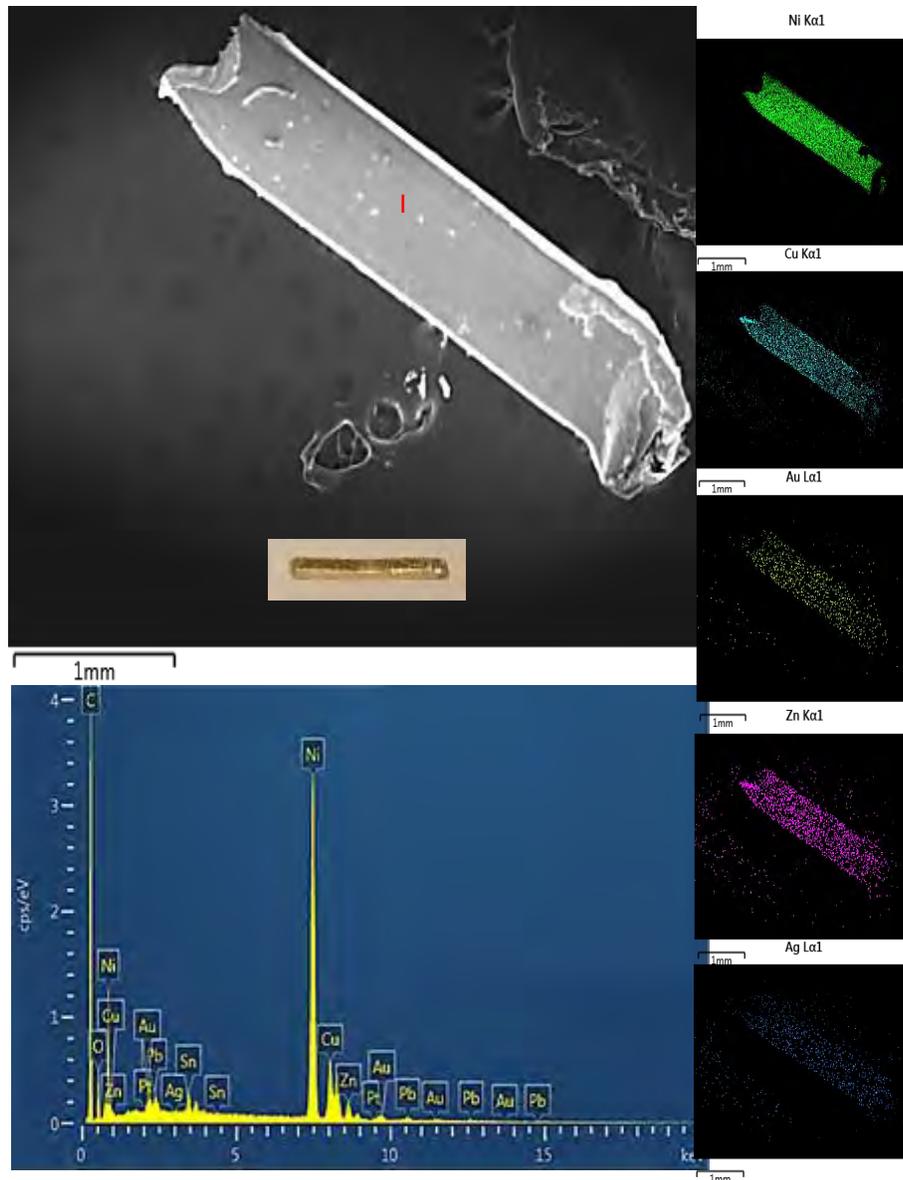


Figura 32. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de contacto a componentes de audio y video.

En los pines de contacto con los componentes de audio y video soportados en la placa madre, la concentración de oro fue mínima y se mantuvo homogénea por todo el área de la pieza, corroborando con el microanálisis una composición oro de 1.4% en peso reportando cantidades de metales base como cobre, níquel, zinc y trazas de estaño, cuyos valores se desglosan en la tabla 15.

Tabla 15. Datos de PIN de contacto a componentes de audio y video por análisis de EDS.

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off		
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3				
Element	k-ratio			ZAF	Atom %	Element	Wt % Err.
	(calc.)					Wt %	(1-Sigma)
<b>Sn-L</b>	0.0045			1.208	0.28	1.1	+/-0.17
<b>Au-L</b>	0.9552			1.012	85.34	1.4	+/- 3.23
<b>Ni-K</b>	0.0086	0.831	2.11	18.6		+/- 0.24	
<b>Cu-K</b>	0.0124	0.815	2.76	3.8		+/- 0.29	
<b>Zn-K</b>	0.0031	0.760	0.51	1.5		+/- 0.37	
<b>Total</b>			100	100			

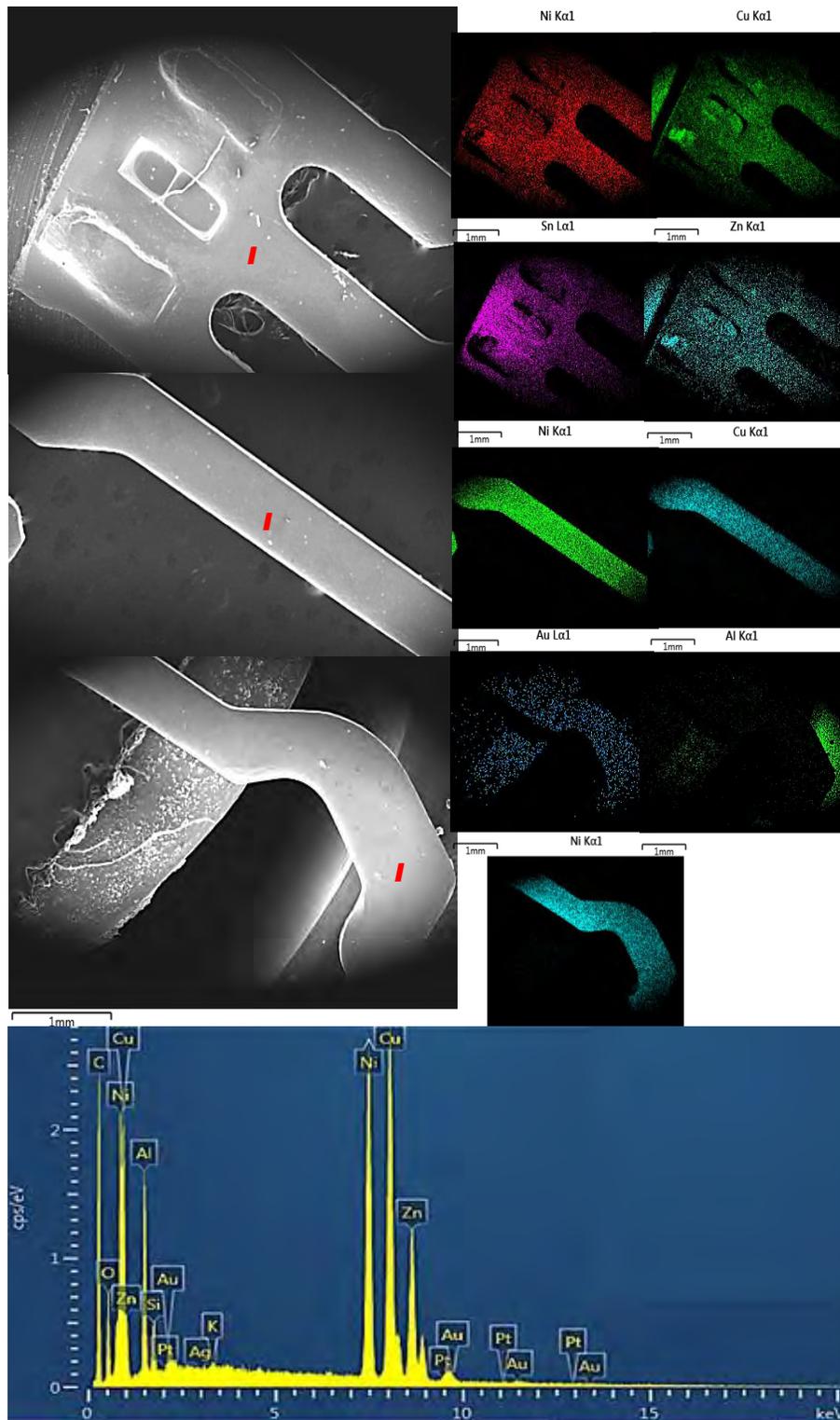


Figura 33. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video.

En la figura 34 se observa la distribución de los elementos a lo largo de la pieza de pines de audio y video identificados en el microanálisis por dispersión de energías (EDS).

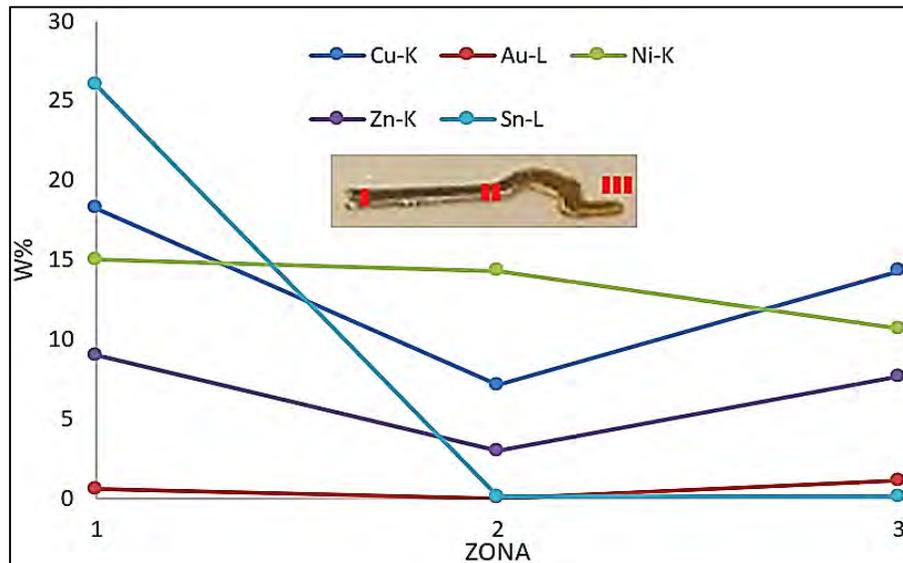


Figura 34. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte a tarjetas auxiliares de audio y video.

Donde es posible visualizar que la concentración de oro fue insignificante, corroborando así, que la concentración más alta de estos materiales se da en la zona de contacto de la pieza, el microanálisis dio a conocer una composición oro máxima de 1.1% en peso reportando cantidades de metales base como cobre, níquel, zinc y trazas de estaño, cuyos valores se concentran en la base del componente electrónico y disminuyendo la concentración al acercarnos a la zona de contacto, dichos valores se desglosan en las tablas de la 16 a la 18.

Tabla 16. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Sn-L	0.0045	1.208	0.28	26	+/-0.17
Au-L	0.9552	1.012	85.34	0.6	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	15	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	18.2	+/- 0.29

<b>Zn-K</b>	0.0031	0.760	0.51	9	+/- 0.37
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 17. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona II).*

<b>PROZA Correction</b>			<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 3</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	(calc.)			Wt %	(1-Sigma)
<b>Sn-L</b>	0.0045	1.208	0.28	0.1	+/-0.17
<b>Au-L</b>	0.9552	1.012	85.34	0.0	+/- 3.23
<b>Ni-K</b>	0.0086	0.831	2.11	14.3	+/- 0.24
<b>Cu-K</b>	0.0124	0.815	2.76	7.1	+/- 0.29
<b>Zn-K</b>	0.0031	0.760	0.51	3.0	+/- 0.37
<b>Total</b>			100	100	

*Tabla 18. Datos de PIN de soporte de tarjetas auxiliares de audio y video por análisis de EDS (Zona III).*

<b>PROZA Correction</b>			<b>Acc.Volt.= 30 kV</b>		<b>Take-off</b>
<b>Angle=42.73 deg</b>			<b>Number of Iterations = 3</b>		
<b>Element</b>	<b>k-ratio</b>	<b>ZAF</b>	<b>Atom %</b>	<b>Element</b>	<b>Wt % Err.</b>
	(calc.)			Wt %	(1-Sigma)
<b>Sn-L</b>	0.0045	1.208	0.28	0.1	+/-0.17
<b>Au-L</b>	0.9552	1.012	85.34	1.1	+/- 3.23
<b>Ni-K</b>	0.0086	0.831	2.11	10.7	+/- 0.24
<b>Cu-K</b>	0.0124	0.815	2.76	14.3	+/- 0.29
<b>Zn-K</b>	0.0031	0.760	0.51	7.7	+/- 0.37
<b>Total</b>			100	100	

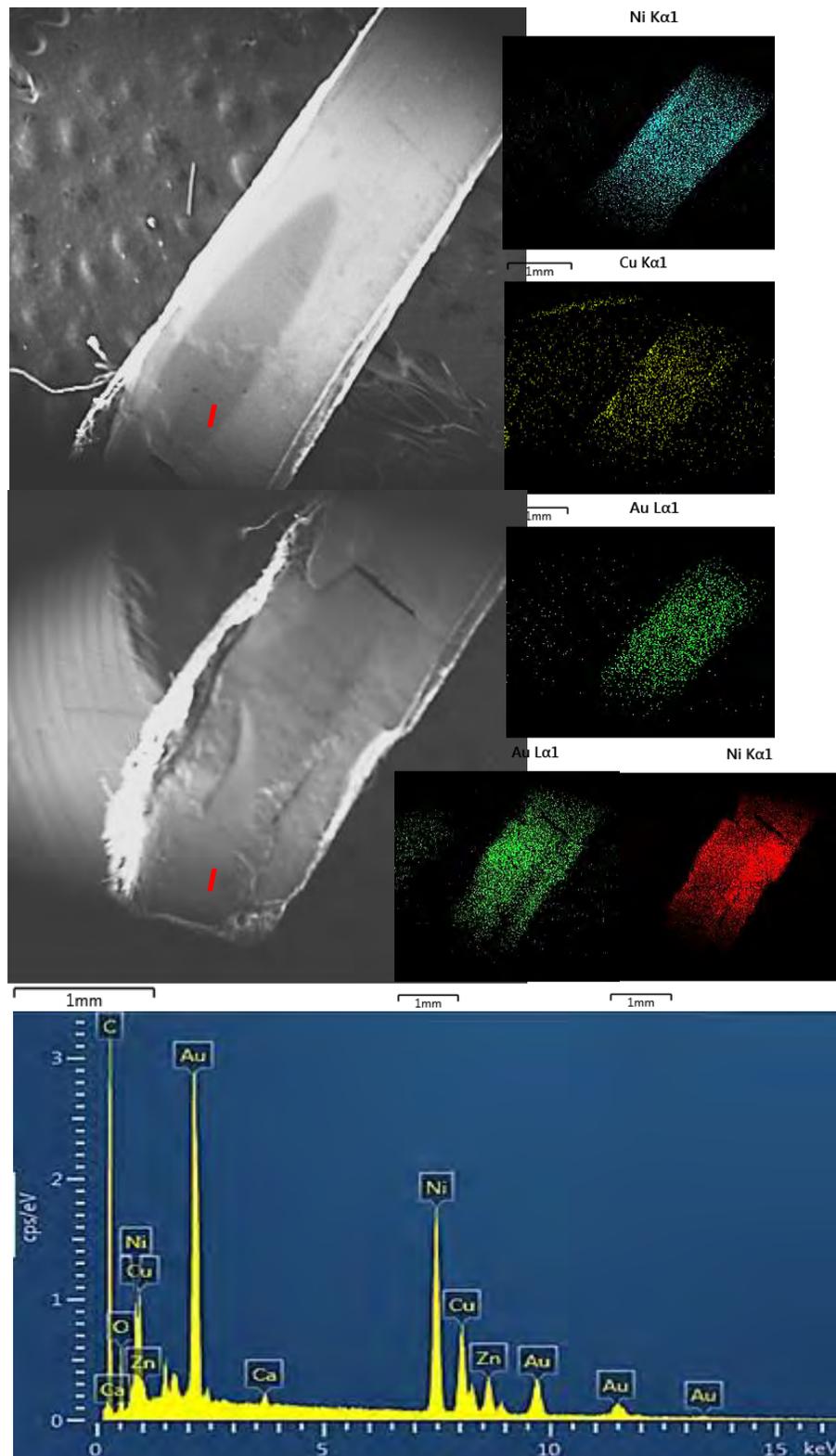


Figura 35. Micrografía, mapeo y espectro EDS de fingers de tarjetas RAM.

En la figura 36 se observa la distribución de los elementos identificados con base en el microanálisis por dispersión de energías (EDS) a lo largo de *fingers* de tarjeta RAM.

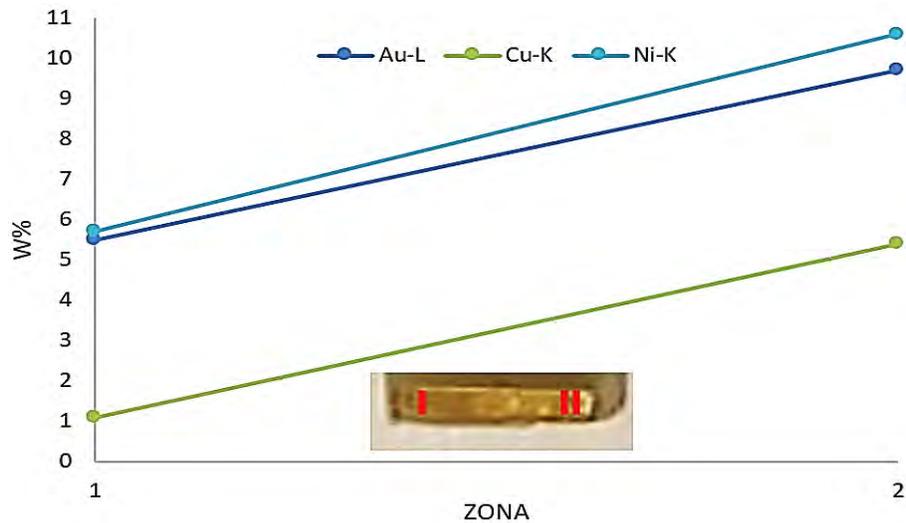


Figura 36. Distribución elemental con base en EDS de *fingers* de tarjetas RAM.

En los *fingers* de tarjetas de memoria de acceso aleatorio (RAM), la concentración de oro fue alta, el análisis se efectuó en dos zonas, esto considerando homogénea la superficie de la placa, donde las concentraciones de Cu, Ni y Au tuvieron el mismo comportamiento creciente hacia la zona de contacto, corroborando con el microanálisis una composición oro máxima de 9.7% en peso reportando cantidades de metales base como cobre y níquel, cuyos valores se concentran distribuidos de igual manera, dichos valores se desglosan en las tablas 19 y 20.

Tabla 19. Datos de *fingers* de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Au-L	0.9552	1.012	85.34	5.5	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	5.7	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	1.1	+/- 0.29
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 20. Datos de fingers de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona II).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg		Number of Iterations = 3			
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Au-L	0.9552	1.012	85.34	9.7	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	10.6	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	5.4	+/- 0.29
Total			100	100	

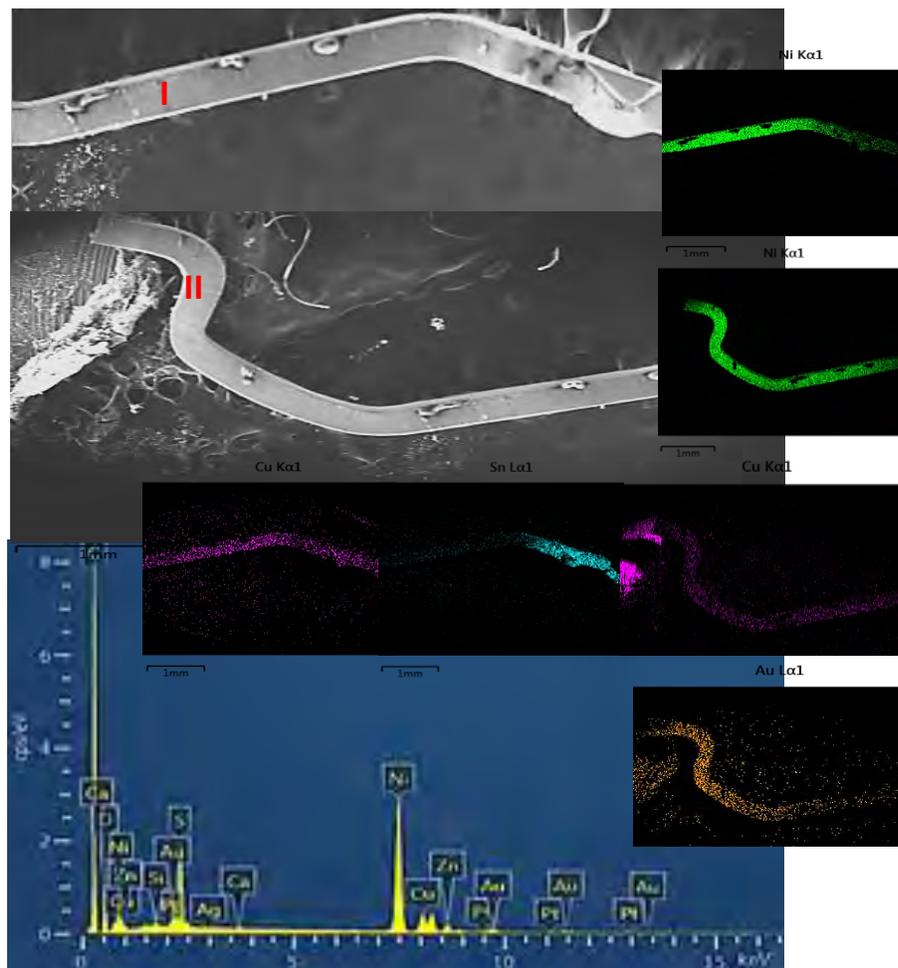


Figura 37. Micrografía, mapeo y espectro EDS de pines de soporte de tarjeta RAM.

En la figura 38 se observa la distribución en la composición localizada de los elementos identificados con base en el microanálisis por dispersión de energías (EDS), a lo largo del pin de soporte de tarjeta RAM.

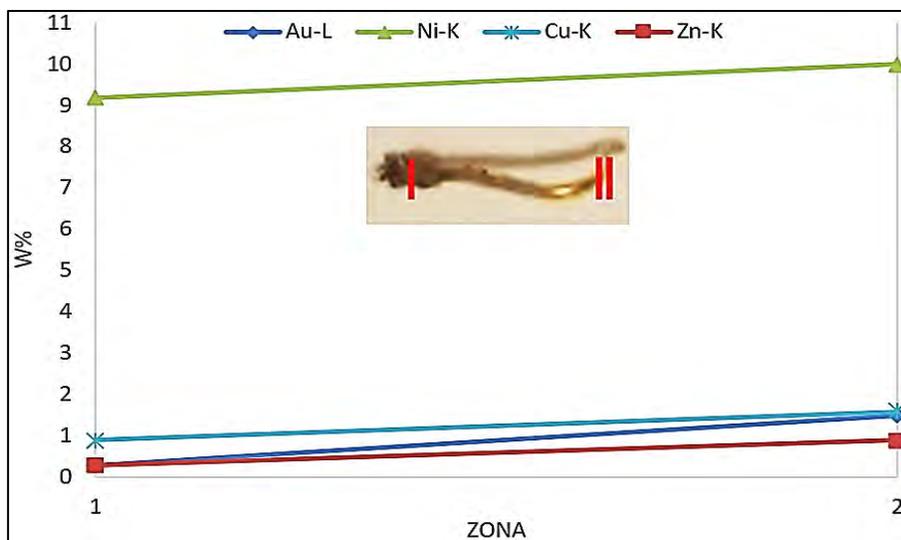


Figura 38. Distribución elemental con base en EDS de pines de soporte de tarjeta RAM.

En la caracterización efectuada a los pines del soporte de las tarjetas de memoria de acceso aleatorio (RAM), la concentración de oro fue baja, el análisis se efectuó en dos zonas, esto considerando la dificultad de la superficie de la pieza, donde las concentraciones de Cu, Ni, Zn y Au tuvieron el mismo comportamiento creciente hacia la zona de contacto, corroborando con el microanálisis una composición oro máxima de 1.5% en peso reportando cantidades de metales base como cobre y níquel, cuyos valores se concentran distribuidos de igual manera, dichos valores se desglosan en las tablas 21 y 22.

Tabla 21. Datos de PIN de soporte de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Sn-L	0.0045	1.208	0.28	2.2	+/- 0.17
Au-L	0.9552	1.012	85.34	0.3	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	9.2	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	0.9	+/- 0.29
Zn-K	0.0031	0.760	0.51	0.3	+/- 0.37
<b>Total</b>			100	100	

Tabla 22. Datos de PIN de soporte de tarjetas RAM por análisis de EDS (Zona II).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
Au-L	0.9552	1.012	85.34	1.5	+/- 3.23
Ni-K	0.0086	0.831	2.11	10	+/- 0.24
Cu-K	0.0124	0.815	2.76	1.6	+/- 0.29
Zn-K	0.0031	0.760	0.51	0.9	+/- 0.37
Total			100	100	

De acuerdo a los resultados obtenidos de los análisis por MEB-EDS es posible visualizar la variación en concentración de oro, en cada una de las muestras empleadas considerando la mayor concentración reflejada.



Figura 39. Distribución de la composición de oro en pines de PCI's.

En la figura 39 se muestra la concentración máxima de oro, resultado del microanálisis por dispersión de energías de cada uno de los componentes, cabe mencionar que en el análisis se observa la presencia de otros metales de interés, por lo cual es necesario considerar una caracterización adicional cuantitativa.

---

### 3.2.2 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIO METALGRÁFICO DE LOS PINES DE PROCESADOR PRESENTES EN LA CHATARRA ELECTRÓNICA

Mediante el uso de un microscopio metalográfico se realizó un estudio en la superficie de la muestra para corroborar visualmente la distribución de las fases en el material, dicho microanálisis se efectúa a 100X y 50X (imagen aumentada 100 y 50 veces) aumentos por medio de luz reflejada debido a la opacidad de la muestra.

Dicho análisis mostró la distribución de fases en las micrografías de la figura 40.

Para tal efecto la muestra de los pines de procesador fueron montados en baquelita y resina epoxi, para lograr un desbaste transversal mediante un lijado y un pulido en húmedo empleando lijas de carburo de silicio con un calibre empezando en 1000, 1500, 2000 y 3000 y concluyendo con un pulido con Alúmina u Oxido de Aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) debido a su finura y dureza, empleada en suspensión.

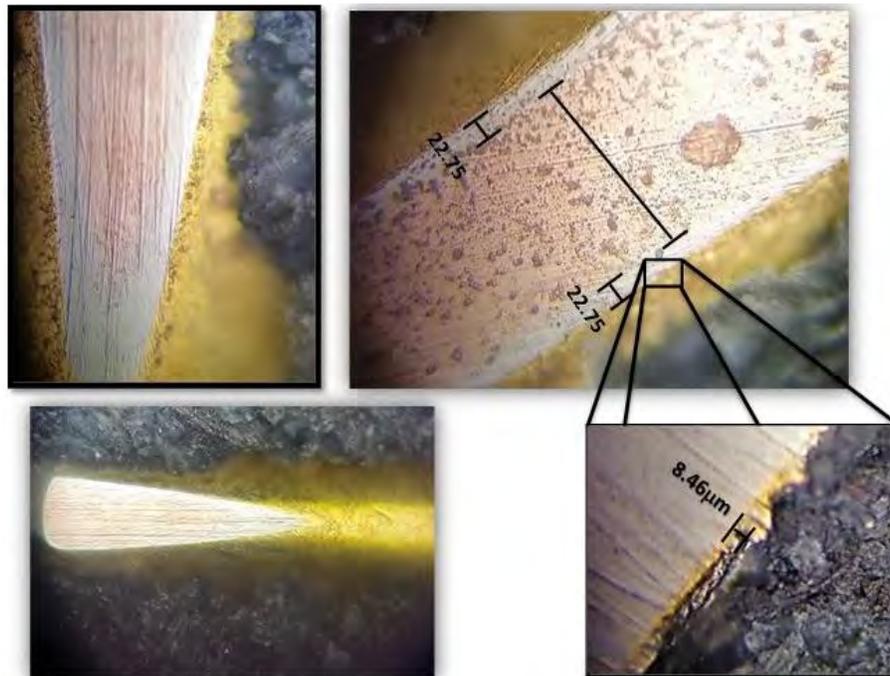
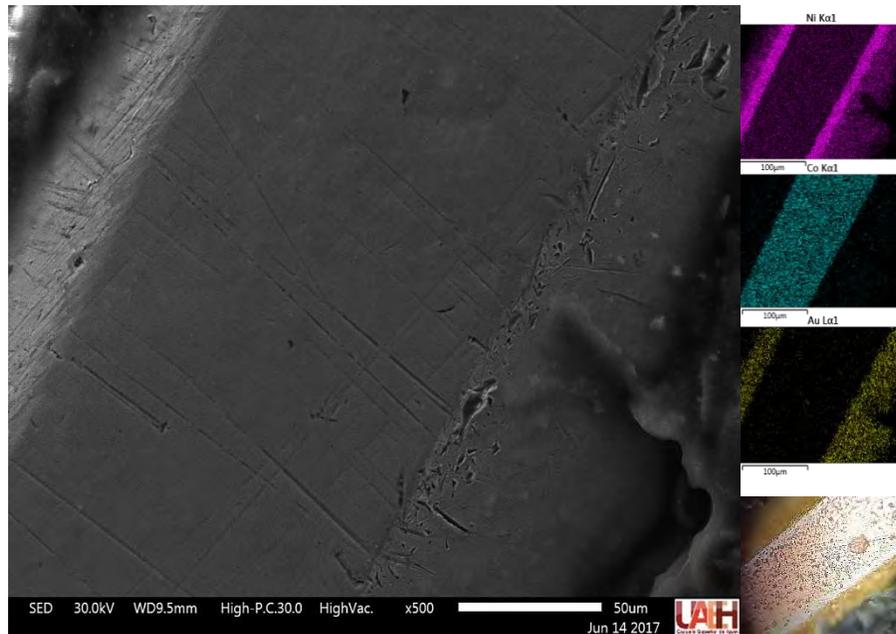


Figura 40. Micrografías de distribución de fases en pines de procesador a 50 y 100 X.

De acuerdo al estudio de la distribución de elemental (Figura 41) realizado por EDS es posible asegurar la presencia de los distintos elementos que se encuentran interactuando en este material donde se puede ver como se distribuye el oro sobre

una matriz de metales base de níquel-cobre; así mismo se visualiza el depósito de oro soportado en la base de níquel.



*Figura 41. Mapeo de distribución de fases en pines de procesador.*

### **3.2.3 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX).**

Los pines extraídos de los diversos circuitos impresos de computadoras fueron analizados por DRX, la indexación del espectro de difracción se realizó con la ayuda del software MATCH 3! que incluye la base de datos COD-Inorg (Power Diffraction Data Base).

La caracterización es debida a los rayos X que viajan desde el tubo de rayos X hasta la muestra, chocando con los átomos superiores de la probeta, estos re-emiten una radiación formando un ángulo. Existen ángulos elegidos formados entre el haz incidente y el difractado en el que la emisión de radiación se encuentra en fase y satisface la Ley de Bragg. La comparación del patrón de DRX sugiere que los picos en el difractograma, revelan la presencia de oro, cobre y níquel. Corroborando los análisis anteriores, asegurando así la presencia de estos elementos de interés en los pines estudiados.

Los resultados de la fase encontrada se muestran en el siguiente difractograma (Figura 42).

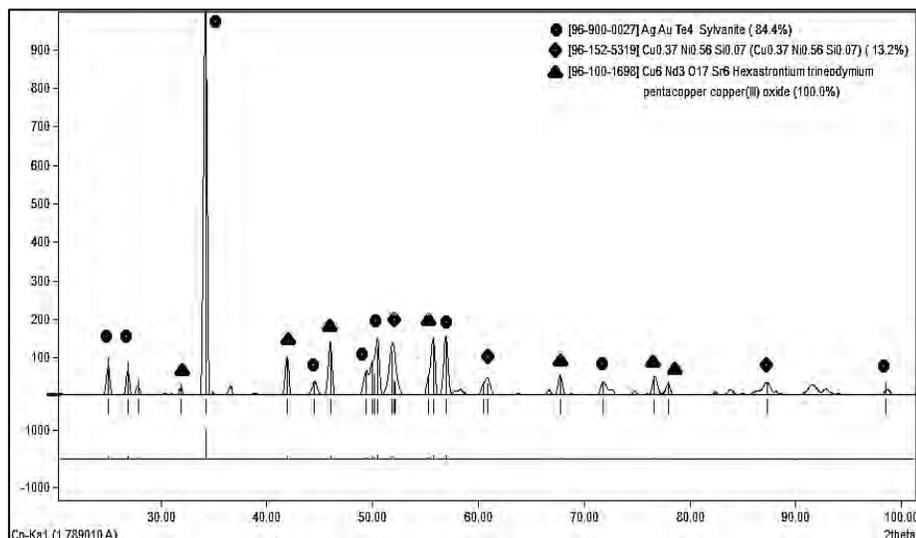


Figura 42. Difractograma de rayos X, en una muestra de componentes de la chatarra electrónica.

La información de dicho espectro de difracción se presenta desglosada en la tabla 23, donde se enuncian las fases encontradas para cada pico del espectro, así como el tamaño de cristal para cada fase presente.

Tabla 23. Fases presentes en el análisis de DRX.

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALINO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
●	Silvanita (AgAuTe <sub>4</sub> )	Monoclínico	5
◆	(Cu <sub>0.37</sub> Ni <sub>0.56</sub> Si <sub>0.07</sub> )	Cubica	8
▲	(Cu <sub>6</sub> Nd <sub>3</sub> O <sub>17</sub> Sr <sub>6</sub> )	Ortorrómbico	4

Utilizando el patrón de difracción anterior (figura 42) se realizó el cálculo del tamaño de grano como se mostró en la tabla 23, que justifica la naturaleza policristalina de las capas de Au y Ag depositadas en un sustrato base. Los cálculos para el tamaño de grano fueron realizados empleando la ecuación de Debye-Scherrer, la cual establece que el tamaño de grano es inversamente proporcional al ancho medio del pico máximo de difracción y al coseno del ángulo del pico máximo, de acuerdo a la ecuación 1):

---

$$\tau = \frac{K\lambda}{B\cos\theta} \quad (1)$$

Donde consideraremos un factor de forma  $K= 0.9$ ,  $\lambda= 1.78901 \text{ \AA}$ ,  $B$  es el ancho medio del pico considerado para el cálculo y  $\Theta$  es el ángulo correspondiente.

La presencia del oro en la fase silvanita, presente en los pines de las placas de circuitos impresos de equipos de cómputo, forman una solución sólida de telururo de oro tiene una suma importancia económica, estos se encuentran asociados al oro nativo o sulfuros con un porcentaje de oro de aproximadamente 25 %, esto para mejorar sus propiedades como ductilidad y maleabilidad así como la resistencia al maquinado, en los procesos de la industria electrónica.

### **3.2.4 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA DE PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCIDO (ICP)**

Por medio de esta técnica es posible determinar y cuantificar los elementos presentes en una muestra en un intervalo dinámico lineal de 8 órdenes de magnitud (mg/l). Se basa en el acoplamiento de un método para generar iones (plasma acoplado inductivamente) y un método para separar y detectar los iones (espectrómetro de masas).

La muestra, en forma líquida, es transportada por medio de una bomba peristáltica hasta el sistema nebulizador donde es transformada en aerosol gracias a la acción de gas argón. Dicho aerosol es conducido a la zona de ionización que consiste en un plasma generado al someter un flujo de gas argón a la acción de un campo magnético oscilante inducido por una corriente de alta frecuencia. En el interior del plasma se pueden llegar a alcanzar temperaturas de hasta 8000 K. En estas condiciones, los átomos presentes en la muestra son ionizados. Los iones pasan al interior del filtro cuadrupolar a través de una interfase de vacío creciente, allí son separados según su relación carga/masa. Cada una de las masas sintonizadas llega al detector donde se evalúa su abundancia en la muestra.

Debido a que la muestra se encontraba en forma sólida se realizó una digestión con agua regia, que no es más que una relación en la proporción de una a tres partes en volumen de ácido nítrico y ácido clorhídrico respectivamente ( $\text{HNO}_3\text{-HCl}$ ).

Donde, 1g de muestra de cada componente, se digestó con 20ml de agua regia, posterior a un filtrado, se aforó a 100 ml con agua desionizada (figura 43).



*Figura 43. Digestión de las muestras en agua regia para caracterización por ICP.*

La coloración reflejada por cada solución se puede atribuir a la alta cantidad de Cu y Ni en cada caso (azul y verde respectivamente).

---

Para el procedimiento de análisis de dichas muestras se ha considerado:

El análisis de 6 muestras patrón, para verificar la linealidad del intervalo de análisis de ppm de Au (0.2-1.4 ppm). El disolvente utilizado en la preparación de los patrones es una disolución de HCl-O al 2% (v/v).

A partir del valor de ppm de Au obtenido, por interpolación en la recta de calibrado y conociendo el volumen total de disolución (100mL) y la cantidad total de muestra (1g) se puede calcular las partes por millón (ppm) de Au depositado en cada tipo de pin.

Los resultados mostrados en la tabla 24 presentan las concentraciones en partes por millón por cada tipo de pin, correspondientes a los metales de interés en este estudio.

Tabla 24. Concentraciones de Au, Ni y Cu por tipo de pin por ICP.

Muestra	Elemento	Concentración [ppm]
 Pin Procesador	Cu	358.11
	Au	107.25
	Ni	191.16
 Pin Soporte Procesador	Cu	926.29
	Au	6.54
	Ni	36.63
 Pin Soporte Acelerador Graf.	Cu	988.78
	Au	3.8
	Ni	11.3
 Pin soporte PCI	Cu	734.57
	Au	4.5
	Ni	6
 Pin de Soporte de Unidades Externas	Cu	752.58
	Au	2.13
	Ni	3.69
 Pin Soporte RAM	Cu	135.95
	Au	50.05
	Ni	8.13
 Conector de Borde	Cu	928
	Au	3.22
	Ni	7.55

Donde podemos señalar que los componentes ricos en oro se encuentran principalmente en el procesador y los soportes de las tarjetas RAM, con valores de oro máximos de 107.25 ppm y 50 ppm respectivamente. Donde en promedio se refleja una concentración de estos metales correspondiente entre los valores de la tabla 25.

Tabla 25. Promedio pronosticado de la concentraciones de Au, Ni y Cu.

Elemento	Concentración [ppm]
<b>Cu</b>	<b>689.182857</b>
<b>Au</b>	<b>25.3557143</b>
<b>Ni</b>	<b>37.78</b>

Dicha concentración promedio fue corroborada mediante un análisis de una muestra general (posterior a la reducción de tamaño) como se muestra en la figura 44, donde 10g se sometieron a una digestión mediante agua regia donde la solución fue caracterizada mediante ICP, las concentraciones obtenidas se muestran en la tabla 26 para Au, Ag, Cu y Ni donde se demuestra que dichas concentraciones son mayores que los valores máximos obtenidos en la minería, y que para el fin de este estudio representa una gran ventaja. Las concentraciones son resultado de dos muestras de componentes aleatorios, encontrando que las concentraciones son parecidas en ambos casos, esto se atribuye a que la mayoría de los materiales empleados presentaron una concentración parecida en sus distribuciones de los elementos.



Figura 44. Muestra general del material sometido a reducción de tamaño.

Tabla 26. Concentraciones de metales de muestra general por ICP

<b>Muestra</b>	<b>Elemento</b>	<b>Concentración ppm</b>
<b>1</b>	Cu	2211.8027
	<b>Au</b>	<b>23.185309</b>
	Ni	842.1619
	Ag	3.5978745
<b>2</b>	Cu	2275.9366
	<b>Au</b>	<b>23.2759</b>
	Ni	839.4687
	Ag	3.3643927

---

### 3.3 ESTUDIO CINÉTICO DE LA LIXIVIACIÓN DE Au, Cu, Ni y Ag CONTENIDOS EN LOS COMPONENTES PRESENTES EN LAS PLACAS DE CIRCUITOS IMPRESOS

#### 3.3.1 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE TIOSEMICARBAZIDA [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]

El efecto de la concentración en reacciones heterogéneas es de suma influencia en condiciones extremas; es decir, a concentraciones muy bajas, se tiene una difusión lenta y se dice que el proceso está controlado por la difusión. En el otro extremo, a concentraciones altas, la difusión se lleva a cabo rápidamente y la reacción química es la etapa controlante del proceso.

En las reacciones controladas por difusión, la formación de los productos a partir del complejo activado es mucho más rápida que la velocidad de difusión de los reactivos, y por lo tanto la velocidad de reacción se encuentra dominada por la frecuencia de colisión, en el extremo contrario, al tener un exceso de reactivo se lleva a cabo más rápido la difusión; siendo la etapa lenta la reacción en la interfase.

El primer efecto evaluado fue la concentración de tiosemicarbazida (parámetro variable), manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales del estudio son las siguientes:

#### PARÁMETRO VARIABLE:

- [CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]: (0.05, 0.15, 0.25, 0.3 y 0.4) M.

#### PARÁMETROS CONSTANTES:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **Potencial de Hidrógeno [pH]:** 9.5.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **Temperatura:** 25 °C.
- **Velocidad de agitación:** 800 rpm.

Las concentraciones de tiosemicarbazida a las distintas molaridades estudiadas, se mantuvieron constantes mediante el monitoreo y la medición del pH de la solución de lixiviación se controló mediante la adición de NaOH (hidróxido de sodio) 2 M empleado para mantener la concentración básica, en el valor inicial.

Los resultados obtenidos se muestran en las tablas 27, 28, 29 y 30, donde se representan el tiempo de cada experimento en minutos, la concentración en partes por millón de los metales estudiados (Cu, Au, Ni y Ag) y el porcentaje de material lixiviado con respecto a la concentración inicial de la muestra. La representación gráfica de tales resultados se observan en las figuras 47, 48 y 49; mostrando el tiempo del experimento en minutos frente a la concentración de cada elemento expresado en partes por millón.

*Tabla 27. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	0.05 M		0.15 M		0.25 M		0.30 M		0.40 M	
	ppm	%								
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.81	0.04
15	0.00	0.00	1.56	0.07	12.92	0.58	162.44	7.34	4.60	0.21
20	0.00	0.00	25.01	1.13	0.00	0.00	43.00	1.94	0.87	0.04
25	0.00	0.00	2.40	0.11	0.00	0.00	25.00	1.13	0.00	0.00
30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.68	0.00	0.00
35	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.69	0.44	0.00	0.00
40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.30	0.28	0.00	0.00
50	0.00	0.00	5.67	0.26	0.00	0.00	2.34	0.11	0.00	0.00
60	5.83	0.26	39.87	1.80	0.20	0.01	0.90	0.04	0.00	0.00
80	22.33	1.01	108.02	4.88	13.79	0.62	43.69	1.98	0.00	0.00
100	8.82	0.40	143.64	6.49	21.43	0.97	8.02	0.36	0.00	0.00
120	2.72	0.12	5.67	0.26	0.00	0.00	0.90	0.04	0.00	0.00
140	5.50	0.25	10.53	0.48	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
160	48.72	2.20	92.18	4.17	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
180	79.01	3.57	9.42	0.43	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
200	8.01	0.36	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
220	0.00	0.00	2.34	0.11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
240	20.00	0.90	23.67	1.07	21.40	0.97	14.40	0.65	29.00	1.31
1440	304.67	13.77	365.96	16.55	308.57	13.95	321.28	14.53	586.90	26.54

**Tabla 28. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	0.05 M		0.15 M		0.25 M		0.30 M		0.40 M	
	ppm	%								
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.46	1.96	0.53	2.28	0.00	0.00	0.21	0.92	0.00	0.00
10	1.05	4.49	0.86	3.68	0.00	0.00	0.40	1.71	0.00	0.00
15	2.45	10.54	1.39	5.97	1.41	6.07	0.97	4.18	0.95	4.09
20	2.97	12.74	1.80	7.74	0.61	2.63	2.77	11.88	0.48	2.05
25	2.05	8.80	0.67	2.88	0.39	1.67	1.50	6.44	0.17	0.71
30	1.46	6.26	0.31	1.34	0.20	0.86	1.02	4.40	0.00	0.00
35	2.12	9.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.86	3.70	0.00	0.00
40	2.55	10.96	0.00	0.00	0.00	0.00	0.68	2.91	0.00	0.00
50	2.92	12.53	0.32	1.38	0.00	0.00	0.35	1.49	0.00	0.00
60	2.75	11.82	1.99	8.55	0.79	3.39	0.34	1.45	0.07	0.30
80	2.17	9.30	5.01	21.51	1.80	7.73	1.24	5.32	0.00	0.00
100	0.90	3.88	6.71	28.84	1.17	5.03	0.02	0.09	0.10	0.41
120	0.00	0.00	0.69	2.96	0.10	0.44	0.00	0.00	0.00	0.00
140	0.76	3.28	0.30	1.28	0.00	0.00	0.08	0.34	0.12	0.51
160	9.96	42.80	4.80	20.63	0.16	0.69	0.00	0.00	0.00	0.00
180	9.01	38.73	0.50	2.15	0.46	1.98	0.00	0.00	0.00	0.00
200	2.64	11.33	0.00	0.00	0.72	3.09	0.00	0.00	0.00	0.00
220	1.14	4.89	0.37	1.58	0.21	0.90	0.00	0.00	0.00	0.00
240	1.16	5.00	2.17	9.31	0.17	0.73	0.17	0.73	0.18	0.76
1440	3.72	15.98	6.22	26.74	2.68	11.51	2.30	9.87	2.38	10.24

**Tabla 29. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	0.05 M		0.15 M		0.25 M		0.30 M		0.40 M	
	ppm	%								
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
35	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
60	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
100	0.00	0.00	0.00011	0.00001	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
120	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
140	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
160	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
180	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
200	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
220	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
240	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1440	0.00	0.00	2.39	0.28	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

*Tabla 30. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	0.05 M		0.15 M		0.25 M		0.30 M		0.40 M	
	Ppm	%								
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.21	14.66	0.09	6.06	0.09	6.07	0.18	12.40	0.09	6.16
10	0.24	16.85	0.16	11.03	0.14	9.70	0.25	16.95	0.14	9.45
15	0.25	17.30	0.24	16.41	0.23	16.14	0.27	18.38	0.23	15.73
20	0.22	15.00	0.28	19.44	0.21	14.48	0.23	15.83	0.13	8.83
25	0.13	8.95	0.10	6.85	0.17	11.87	0.19	13.41	0.10	7.14
30	0.13	8.95	0.08	5.35	0.13	9.06	0.17	11.72	0.10	6.63
35	0.17	11.95	0.07	5.13	0.12	8.08	0.17	11.98	0.10	6.80
40	0.20	13.54	0.07	4.84	0.11	7.86	0.19	13.03	0.11	7.89
50	0.17	11.64	0.09	6.07	0.12	8.54	0.14	9.66	0.10	6.75
60	0.12	8.05	0.22	15.17	0.10	7.21	0.12	8.24	0.09	6.35
80	0.11	7.40	0.37	25.54	0.15	10.43	0.41	28.52	0.11	7.62
100	0.10	6.92	0.40	27.59	0.12	8.59	0.10	6.70	0.11	7.72
120	0.10	6.57	0.12	8.20	0.10	6.73	0.10	7.06	0.11	7.59
140	0.11	7.24	0.08	5.27	0.09	6.05	0.10	7.20	0.10	6.97
160	0.17	11.97	0.15	10.37	0.09	6.27	0.09	6.17	0.08	5.41
180	0.17	11.94	0.07	5.12	0.09	6.01	0.08	5.83	0.08	5.60
200	0.14	9.38	0.09	6.29	0.10	6.99	0.08	5.35	0.10	6.72
220	0.11	7.45	0.09	6.28	0.10	6.63	0.10	6.89	0.10	7.19
240	0.10	6.55	0.09	6.19	0.09	6.37	0.11	7.64	0.08	5.23
1440	0.17	11.39	0.68	46.55	0.19	12.89	0.16	10.98	0.20	13.84

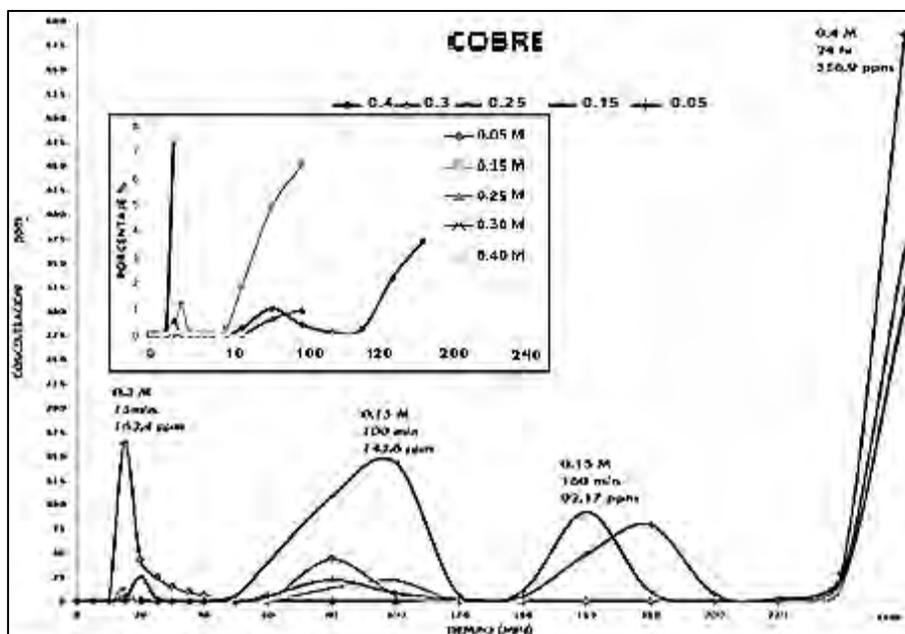


Figura 45. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .

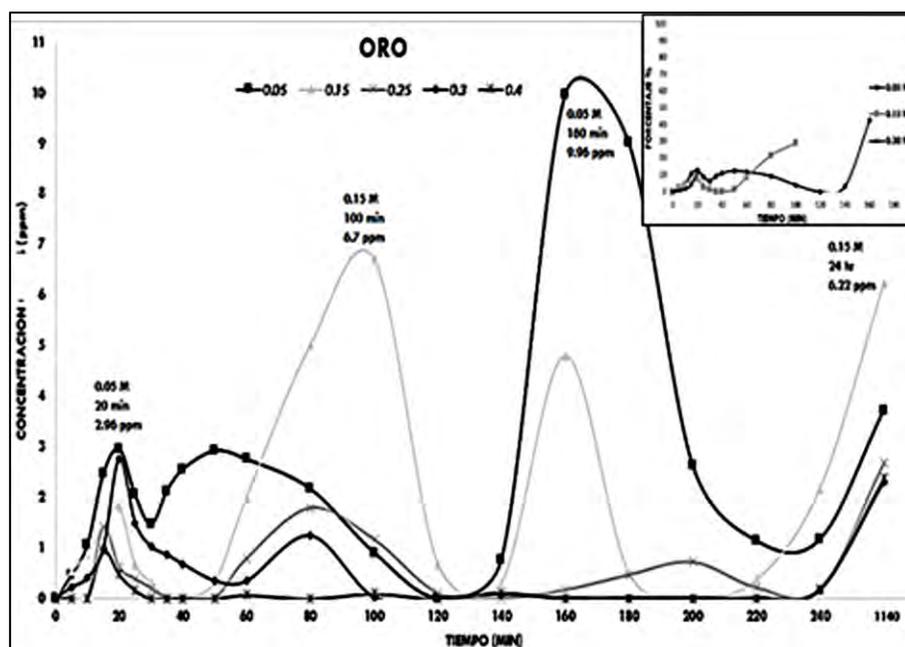


Figura 46. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .

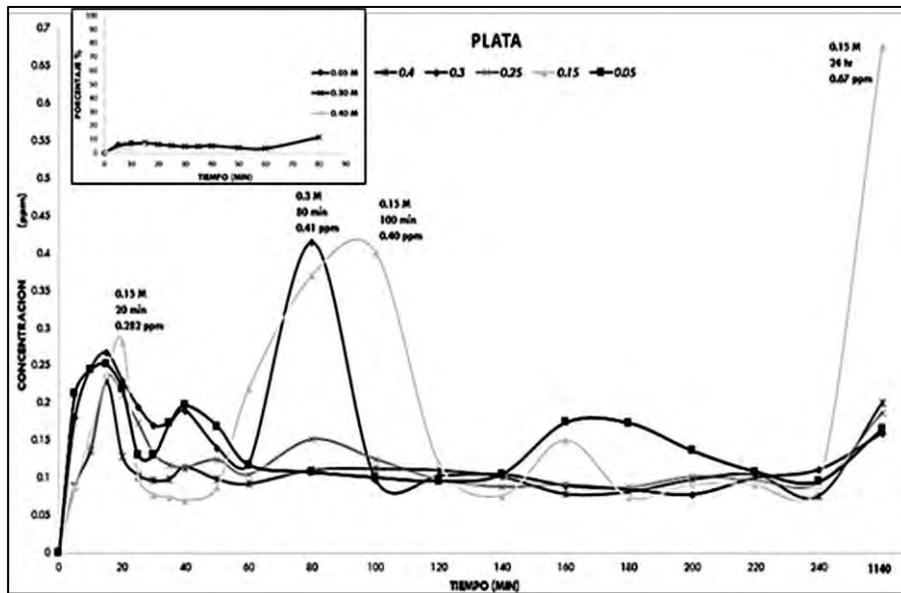


Figura 47. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque para diferentes concentraciones de  $CH_5N_3S$ .

Como se visualiza en las figuras 45, 46 y 47, todos los experimentos de lixiviación mostraron cierta oscilación en las curvas de extracción de cobre, oro y plata, principalmente a los tiempos 20, 100 y 160 minutos, indicando reprecipitación y, en algunos casos, redisolución de estos metales. Esto debido a la variación en el tamaño, espesor de las partículas y su multielementalidad, además de la preferencia por la formación de enlaces estables con ciertas especies por lo que existe una adsorción y desorción de algunos metales iónicos y en estado basal; donde, el primer contacto con la solución se puede dar con un recubrimiento de Au o Ag, o el contacto puede ser directo con el metal base Cu o Ni como se muestra en la figura 48.

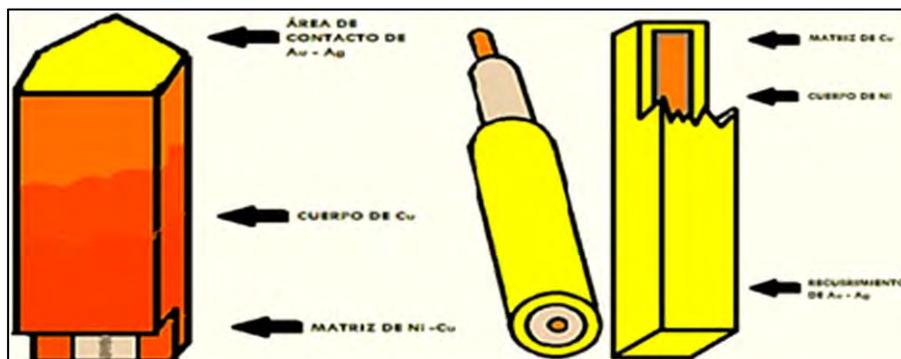


Figura 48. Representación de distribución multielemental de componentes electrónicos.

Adicionalmente, la tiosemicarbazida como ligante puede comportarse de distintas formas desde ligantes monodentados (figura 49a) a través del átomo de azufre tiocarbonilo, o usualmente actuando como ligando quelante (bidentado figura 49b) en presencia de iones metálicos de transición, unión dada a través de azufre y los átomos de nitrógeno de hidracina y/o nitrógeno amida, sin embargo se puede ver afectada por la orientación, generando enlaces mediante configuración *cis* o *trans* respecto a el enlace carbono - azufre. Lo habitual es que se vea coordinado al ion metálico mediante una configuración *cis* bidentada a través del átomo de azufre y el átomo de nitrógeno hidrazínico con formación de un anillo quelato (figura 49c) de cinco miembros con gran estabilidad, sin embargo por la orientación puede darse enlaces de baja estabilidad con configuraciones *trans* de fácil ruptura.

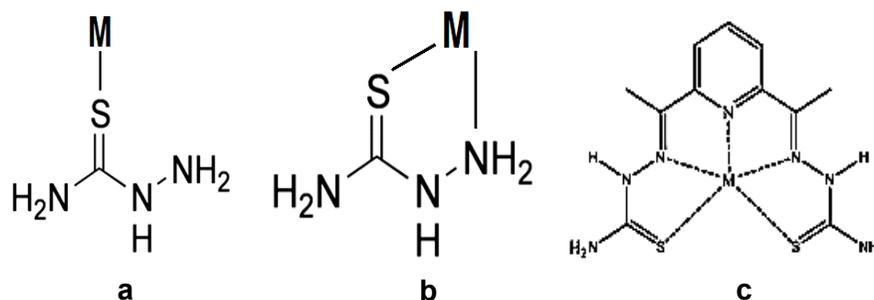


Figura 49. Formación de enlaces de tiosemicarbazida en presencia de iones metálicos: a) Monodentados, b) Bidentados y c) Anillo quelato.

Los productos sólidos fueron caracterizados por Difracción de Rayos X, resultando que únicamente se obtuvieron productos sólidos en los experimentos de mayor concentración como fueron los llevados a cabo a concentraciones de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$  de 0.25M y 0.3M, esto se atribuye a el exceso de sitios activos del agente tiosemicarbazida que no lograron reaccionar, precipitando por el exceso de iones hidrógeno en la solución, corroborado mediante los difractogramas presentados en las figuras 50 y 51.

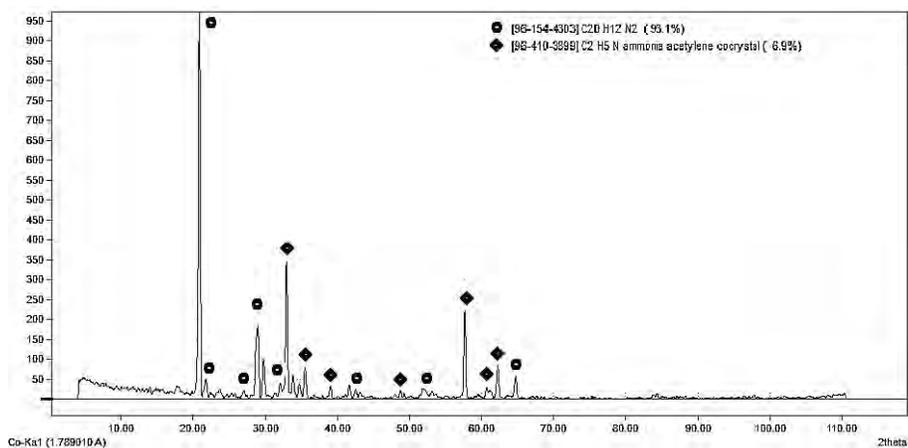


Figura 50. Difractograma productos sólidos a 0.25 M de  $CH_5N_3S$ .

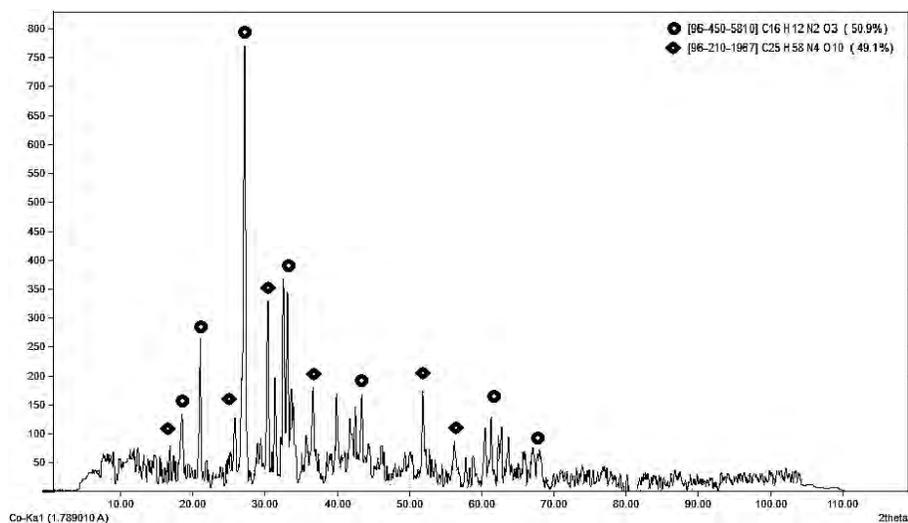


Figura 51. Difractograma productos sólidos a 0.3 M de  $CH_5N_3S$ .

En los difractogramas de la figura 50 y 51 se presenta grandes cadenas de hidratos, esta preferencia hacia la formación de hidratos se debe principalmente a que nuestra molécula carece de fuertes grupos de donantes de enlaces de hidrógeno, además tiende a formar enlaces de hidrógeno multidireccionales con sí mismo así como con otros compuestos y capacidad para servir como donante y/o aceptor para hasta dos enlaces de hidrógeno donde por el medio, la concentración de iones  $H^+$  es alto asociada a un sitio activo, esto limita la adsorción y precipita en la formación de estas cadenas a temperatura ambiente (Figura 52).

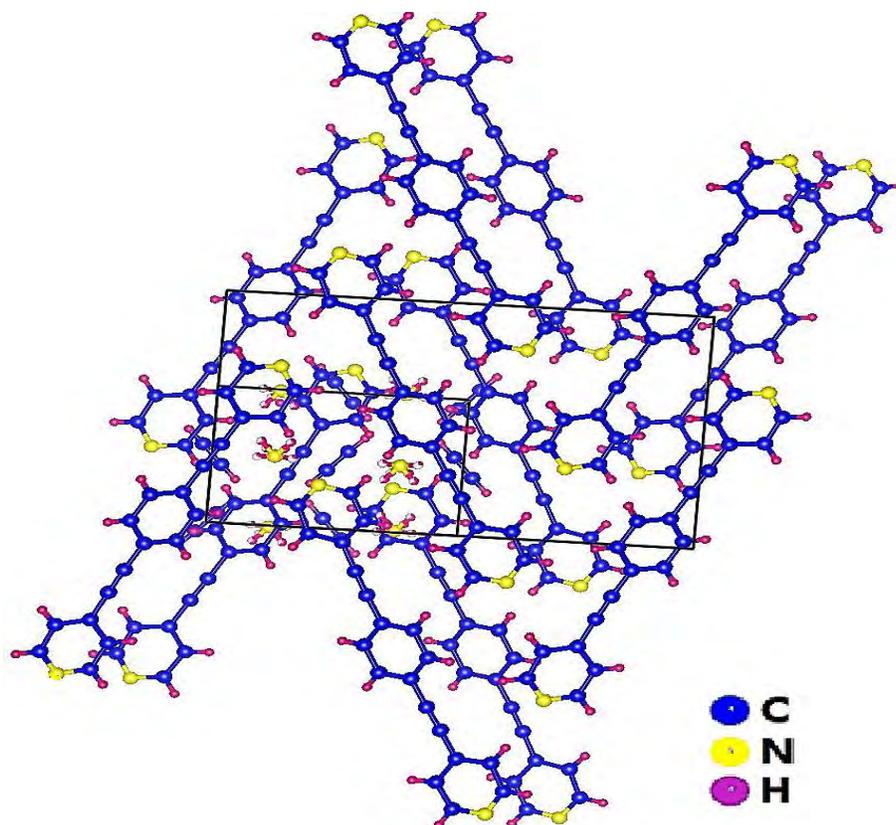


Figura 52. Cadena de hidratos precipitados analizados por DRX.

La información de estos espectros de difracción se presenta desglosada en la tabla 31, donde se enuncian las fases encontradas para cada pico del espectro, así como el tamaño de cristal para cada fase presente.

Tabla 31. Fases presentes en el análisis de DRX.

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALINO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
<i>0.25 M de CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S</i>			
●	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub>	Ortorrómbica	8
◆	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> N	Ortorrómbica	5
<i>0.3 M de CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S</i>			
●	C <sub>16</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Monoclínica	5
◆	C <sub>25</sub> H <sub>58</sub> N <sub>4</sub> O <sub>10</sub>	Triclínica	7

---

Adicional al análisis por difracción efectuado a los productos sólidos precipitados, se analizaron las partículas, filtradas y secadas para su posterior caracterización. Dicho análisis se efectuó por MEB-EDS.

Los precipitados se presentaron en 4 de los 5 experimentos llevados a cabo, en los cuales se emplearon molaridades de 0.05, 0.15, 0.25 y 0.4 M de tiosemicarbazida.

Mediante el análisis efectuado por microscopía electrónica de barrido en conjunción con microanálisis por dispersión de energías se logró estudiar la morfología de las partículas encontradas, así como determinar su composición localizada.

Se puede apreciar en la figura 53 la morfología amorfa del experimento a 0.05 moles de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$  con tamaños de partícula que oscilan entre 300  $\mu\text{m}$ . En el microanálisis puntual efectuado en la zona (I) se encontró una alta concentración de azufre este preferentemente asociado al cobre e hidrógeno del medio.

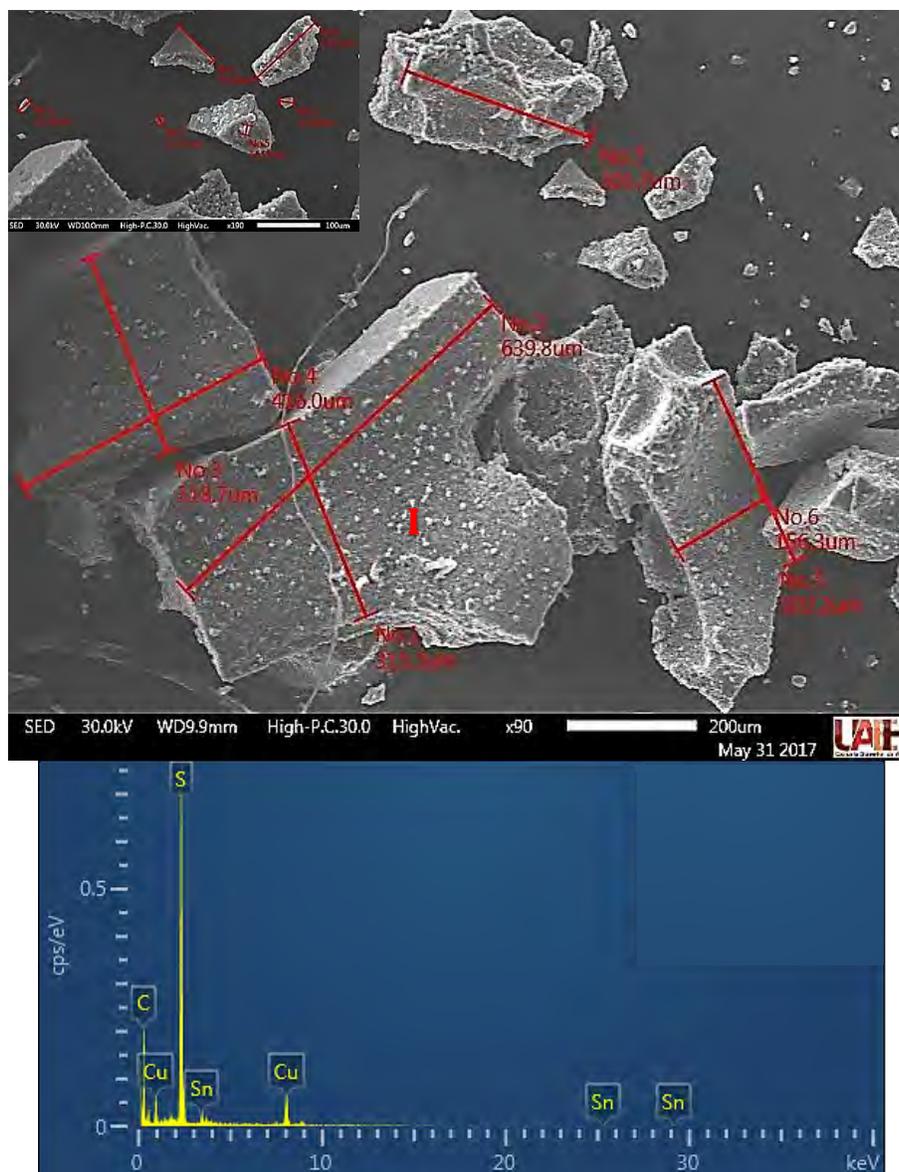


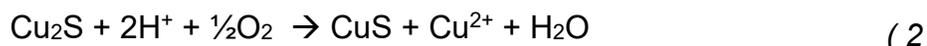
Figura 53. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.05 M de  $CH_5N_3S$ .

Tabla 32. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
<b>C</b>	K series	27.05	0.27053	78.14	92.13
<b>S</b>	K series	30.48	0.26257	14.51	6.41
<b>Cu</b>	K series	9.41	0.09410	5.61	1.25
<b>Sn</b>	L series	3.10	0.03099	1.74	0.21
<b>Total:</b>				100.00	100.00

La tabla 32 presenta el porciento en peso (Wt%) encontrado en la zona donde se efectuó el análisis hallando una gran cantidad de carbono, que puede deberse a que

la formación de enlaces se da principalmente con el nitrógeno y el azufre de la cadena de la tiosemicarbazida dejando al carbono libre en el medio, la cantidad de azufre encontrada se puede atribuir a la formación de enlaces con el cobre en este caso, ya que tenemos una mezcla de distintos metales de transición (Au, Ag, Ni y Cu) en dado caso esta reacción puede ser considerada únicamente en estas condiciones donde estos productos se pueden en forma de sulfuros ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) y formando productos intermedios como  $\text{CuS}$  y iones en solución como se explica en la siguiente reacción.



La figura 54 muestra la morfología amorfa del experimento a 0.15 moles de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$  con tamaños de estos aglomerados que oscilan entre  $500\mu\text{m}$ . En el microanálisis puntual efectuado en la zona (I) se encontró una alta concentración de azufre este preferentemente asociado al cobre e hidrógeno del medio.

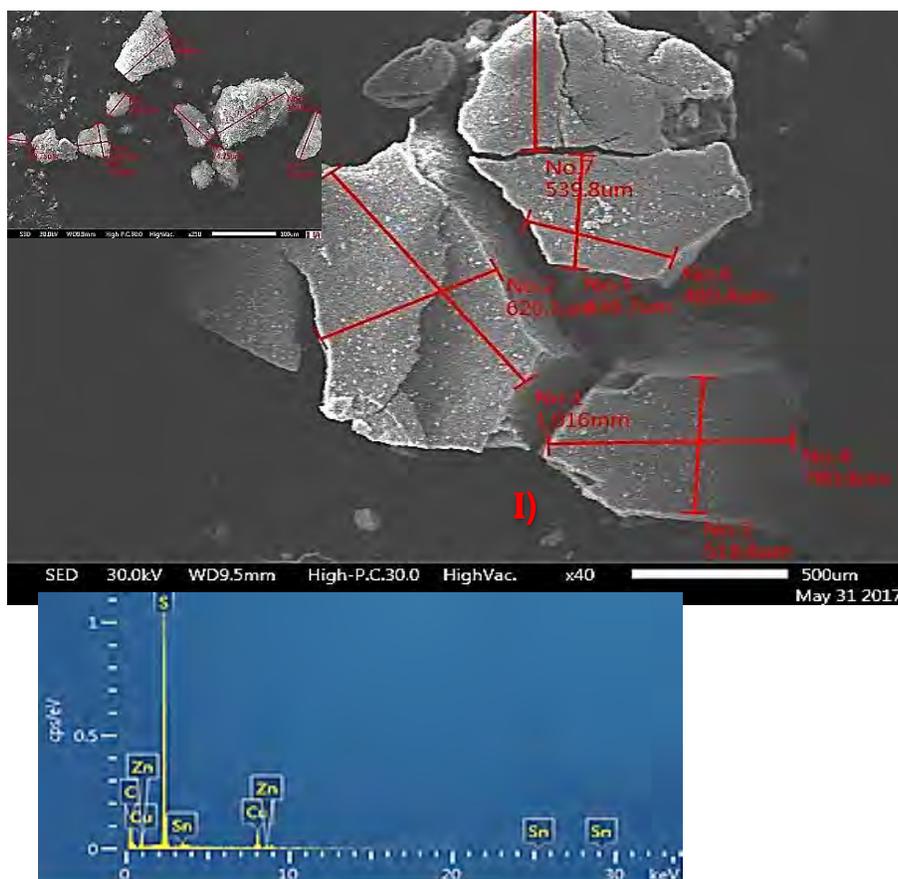


Figura 54. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.15 M de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .

*Tabla 33. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).*

<b>Element</b>	<b>Line Type</b>	<b>Apparent Concentration</b>	<b>k Ratio</b>	<b>Wt%</b>	<b>Atomic %</b>
<b>C</b>	K series	17.22	0.17218	69.45	87.81
<b>S</b>	K series	44.86	0.38643	21.57	10.22
<b>Cu</b>	K series	11.21	0.11210	6.62	1.58
<b>Zn</b>	K series	1.38	0.01380	0.81	0.19
<b>Sn</b>	L series	2.60	0.02604	1.54	0.20
<b>Total:</b>				100.00	100.00

La tabla 33 muestra la información semicuantitativa del espectro EDS donde se presenta la misma formación de enlaces entre el S-Cu donde el aumento en el porcentaje en peso se atribuye a el aumento de la concentración de tiosemicarbazida (0.15 M).

En la figura 55 se puede visualizar una notable formación de precipitados, donde el excedente de agente lixiviante se observó notoriamente produciendo la formación de aglomerados de formas semiesféricas, compuestos de azufre principalmente.

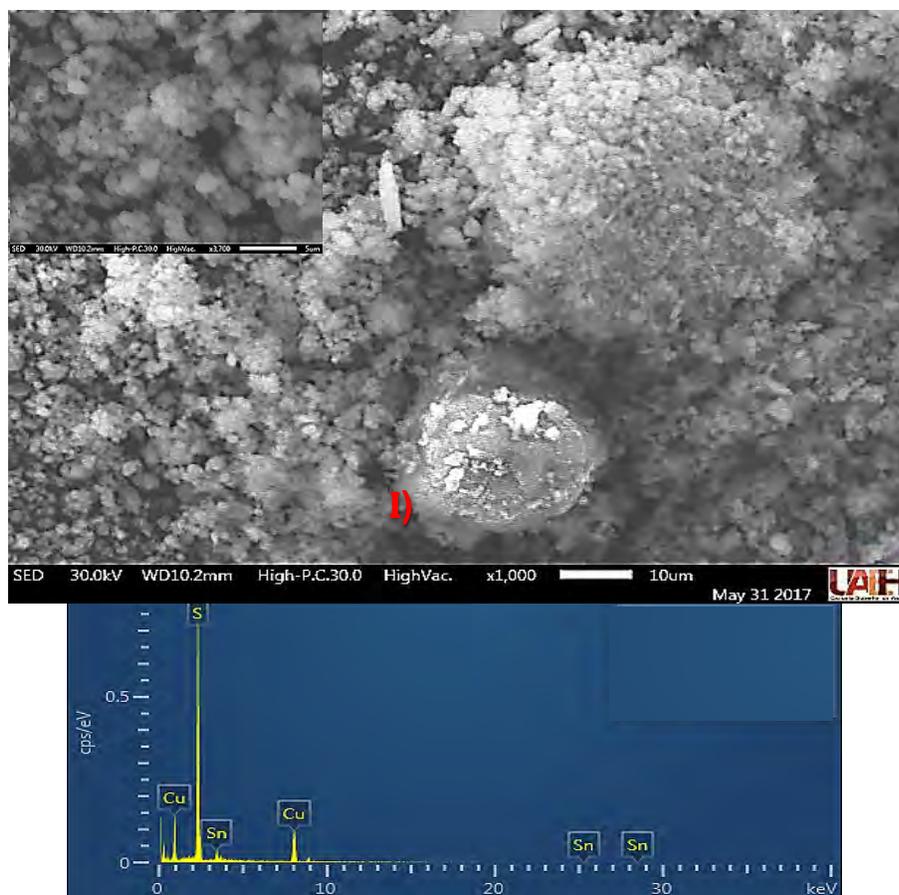


Figura 55. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.25 M de  $CH_5N_3S$ .

Tabla 34. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
S	K series	31.14	0.26824	62.88	79.43
Cu	K series	14.19	0.14193	26.67	17.00
Sn	L series	3.90	0.03901	10.45	3.57
<b>Total:</b>				100.00	100.00

La tabla 34 muestra la información semicuantitativa del espectro EDS donde se presenta la misma formación de enlaces entre el S-Cu donde el aumento en el porcentaje en peso se atribuye a el aumento de la concentración de tiosemicarbazida (0.25 M).

La figura 56 muestra la formación de precipitados del experimento a mayor concentración de tiosemicarbazida empleado para fines de este trabajo donde se encontró la misma formación amorfa con presencia abundante de metales base más

abundantes en nuestras piezas sometidas al proceso de lixiviación (Ni y Cu) estos formando compuestos con el azufre procedente de la tiosemicarbazida, donde el precipitado se atribuye a la reacción del excedente de níquel en los componentes electrónicos con el azufre formando productos de la forma Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> y subproductos como NiS así como iones metálicos como se explica en la siguiente reacción.

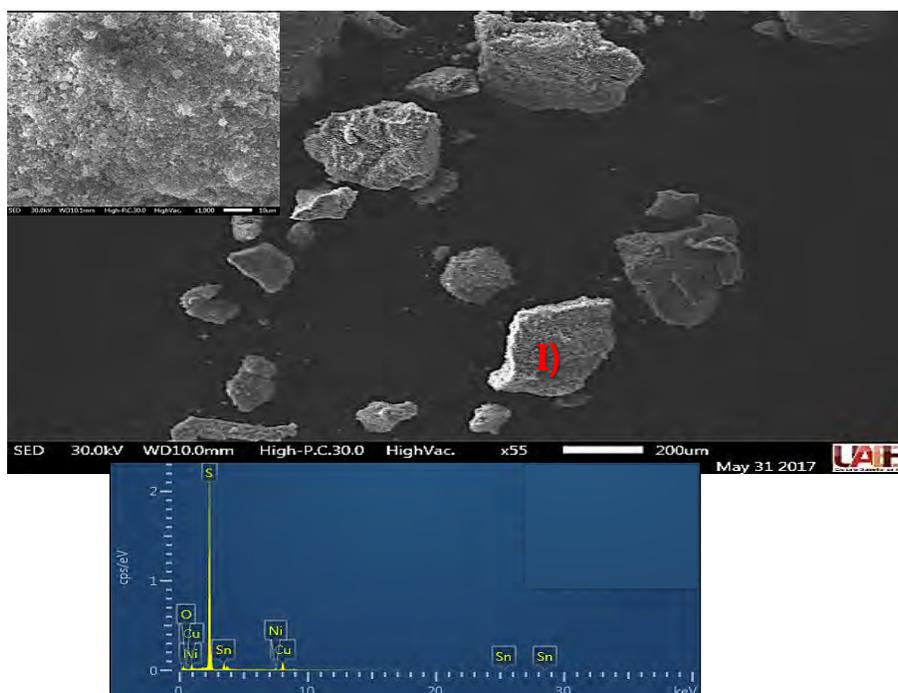
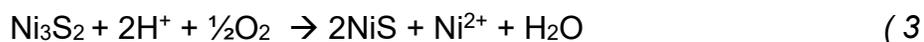


Figura 56. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a 0.4 M de CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S.

Tabla 35. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
O	K series	2.97	0.00998	7.05	15.16
S	K series	91.82	0.79095	70.13	75.23
Ni	K series	1.62	0.01616	1.31	0.76
Cu	K series	12.49	0.12488	10.39	5.62
Sn	L series	9.38	0.09382	11.13	3.23
<b>Total:</b>				100.00	100.00

La tabla 35 muestra la información semicuantitativa del espectro EDS donde se presenta la formación de enlaces entre el S con el Cu presente en los circuitos

impresos y una formación de enlaces S-Ni como sulfuros, la presencia del estaño proviene de la degradación de la soldadura en los componentes.

Adicional a la formación de productos sólidos como precipitados, en la solución se analizaron partículas suspendidas en forma de aglomerados, con el fin de realizar una caracterización minuciosa de todos los productos, dichos aglomerados fueron decantados y secados para su posterior caracterización. Dicho análisis se efectuó por DRX.

Los aglomerados se presentaron en los cinco experimentos llevados a cabo, en los cuales se emplearon molaridades de 0.05, 0.15, 0.25, 0.3 y 0.4 M de tiosemicarbazida.

Mediante el análisis por difracción de rayos X se identificaron las posibles estructuras obteniendo los difractogramas mostrados en las figuras 57 y 58 donde se identificaron las fases presentes en los aglomerados a una molaridad alta de 0.3 y 0.4 M, así como molaridades bajas de 0.05 y 0.15 M de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$  desarrolladas en la tabla 36.

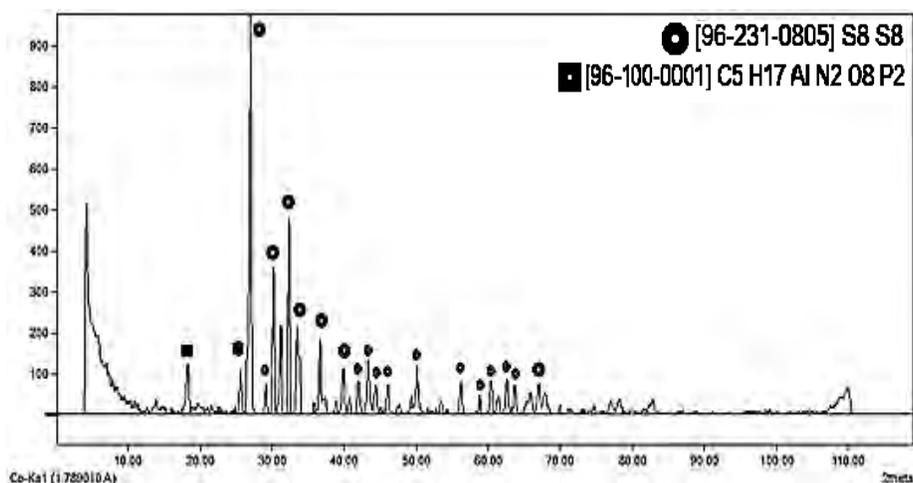


Figura 57. Difractograma de aglomerados encontrados a bajas concentraciones de  $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ .

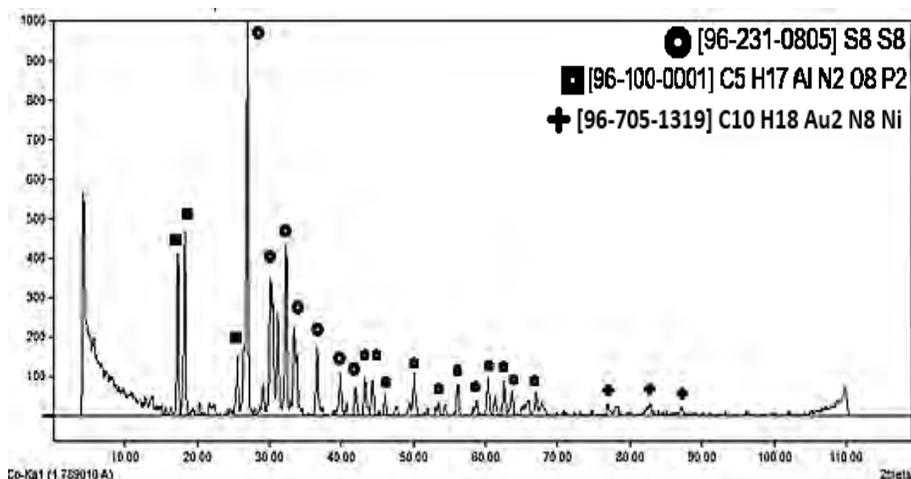
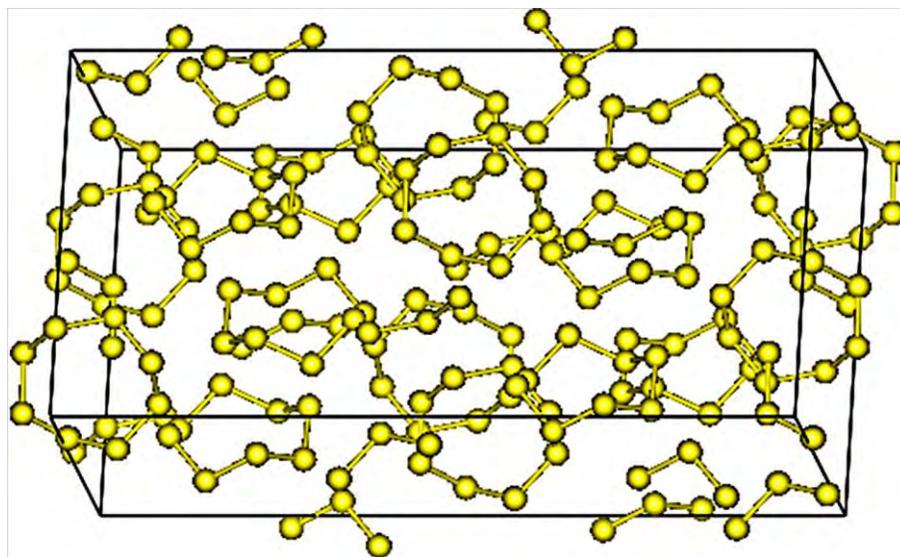


Figura 58. Difractograma de aglomerados encontrados a altas concentraciones de  $CH_5N_3S$ .

Tabla 36. Fases presentes en el análisis de DRX

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALINO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
●	S <sub>8</sub>	Ortorrómbico	8
■	C <sub>5</sub> H <sub>17</sub> AlN <sub>2</sub> O <sub>8</sub> P <sub>2</sub>	Monoclínica	7
◆	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> Au <sub>2</sub> N <sub>8</sub> Ni	Monoclínica	5

La fase predominante es azufre en su forma más estable y común, cuya molécula consta de un anillo de ocho miembros de átomos de azufre como se ilustra en la figura 59.



*Figura 59. Estructura del S<sub>8</sub>.*

Dicha fase es predominante en la formación de aglomerados debido a la asociación de los sitios activos por parte de los iones hidrógeno.

Como se observa en la figura 57 y 58 empleando concentraciones altas de 0.3 y 0.4 molar de tiosemicarbazida se suelen encontrar fases complementarias de algunos metales como aluminio, níquel y en algunos casos oro, a diferencia de concentraciones relativamente bajas de tiosemicarbazida de 0.05 y 0.15 M empleadas.

---

### 3.3.2 EFECTO DEL pH EN LA VELOCIDAD DE LIXIVIACIÓN

Se evaluó la influencia de la concentración de iones de hidrógeno [H<sup>+</sup>] (parámetro variable), manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales del estudio son las siguientes:

#### PARÁMETRO VARIABLE:

- **Potencial de Hidrógeno [pH]:** 6.5, 7.5, 8.5, 9.5, 10.5 y 11.5.

#### PARÁMETROS CONSTANTES:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **[CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]:** 0.15 M.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **Temperatura:** 25 °C.
- **Velocidad de agitación:** 800 rpm.

El pH en todos los estudios fue estabilizado mediante soluciones de hidróxido de sodio (NaOH al 2M) para aumentar el pH y ácido clorhídrico (HCl al 0.5M) para disminuirlo.

Los resultados obtenidos se muestran en las tablas 37, 38, 39 y 40, donde se representan el tiempo de cada experimento en minutos, la concentración en partes por millón de los metales estudiados (Cu, Au, Ni y Ag) y el porcentaje de material lixiviado con respecto a la concentración inicial de la muestra. La representación gráfica de tales resultados se observan en las figuras 60, 61, 62 y 63; mostrando el tiempo del experimento en minutos frente a la concentración de cada elemento expresado en partes por millón y el porcentaje máximo de material lixiviado con respecto al tiempo.

**Tabla 37. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	pH 6.5		pH 7.5		pH 8.5		pH 9.5		pH 10.5		pH 11.5	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	4.64	0.21	4.56	0.21	1.07	0.05	1.01	0.05	0.00	0.00	7.59	0.34
5	17.45	0.79	13.88	0.63	10.13	0.46	6.96	0.31	0.00	0.00	10.81	0.49
10	19.23	0.87	14.48	0.65	14.80	0.67	3.76	0.17	0.00	0.00	9.16	0.41
15	29.98	1.36	23.21	1.05	21.57	0.98	11.11	0.50	1.56	0.07	18.95	0.86
20	38.28	1.73	31.99	1.45	32.40	1.47	13.97	0.63	25.01	1.13	26.69	1.21
25	57.87	2.62	43.55	1.97	35.75	1.62	7.65	0.35	2.40	0.11	33.13	1.50
30	64.84	2.93	51.63	2.33	44.86	2.03	27.32	1.24	0.00	0.00	41.25	1.86
35	85.06	3.85	69.23	3.13	46.86	2.12	19.15	0.87	0.00	0.00	3.79	0.17
40	112.19	5.07	61.15	2.76	48.47	2.19	5.47	0.25	0.00	0.00	4.04	0.18
50	148.88	6.73	1.58	0.07	90.79	4.10	1.09	0.05	5.67	0.26	4.74	0.21
60	132.67	6.00	30.20	1.37	351.93	15.91	2.17	0.10	39.87	1.80	7.49	0.34
80	45.60	2.06	56.38	2.55	612.00	27.67	33.93	1.53	108.02	4.88	10.17	0.46
100	453.29	20.49	32.50	1.47	598.94	27.08	46.11	2.08	143.64	6.49	10.54	0.48
120	142.73	6.45	79.73	3.60	412.10	18.63	35.20	1.59	5.67	0.26	13.29	0.60
140	640.00	28.94	57.00	2.58	243.68	11.02	39.14	1.77	10.53	0.48	24.86	1.12
160	204.93	9.27	58.92	2.66	102.96	4.66	4.52	0.20	92.18	4.17	29.72	1.34
180	29.43	1.33	48.38	2.19	173.62	7.85	3.87	0.17	9.42	0.43	20.77	0.94
200	30.99	1.40	48.82	2.21	534.58	24.17	14.36	0.65	0.00	0.00	5.61	0.25
220	221.21	10.00	34.03	1.54	1074.18	48.57	92.96	4.20	2.34	0.11	12.69	0.57
240	144.44	6.53	41.15	1.86	172.62	7.80	288.31	13.03	23.67	1.07	10.93	0.49
1440	740.44	33.48	23.30	1.05	1138.98	51.50	843.37	38.13	365.96	16.55	4.23	0.19

**Tabla 38. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	pH 6.5		pH 7.5		pH 8.5		pH 9.5		pH 10.5		pH 11.5	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	0.84	3.59	1.13	4.84	2.01	8.66	1.04	4.48	0.00	0.00	0.80	3.46
5	2.36	10.15	3.12	13.41	3.05	13.09	2.09	8.98	0.53	2.28	4.23	18.16
10	2.97	12.77	2.99	12.86	2.70	11.61	2.12	9.13	0.86	3.68	1.91	8.20
15	3.34	14.34	2.83	12.16	2.71	11.65	2.10	9.03	1.39	5.97	2.99	12.83
20	3.50	15.04	2.64	11.33	2.98	12.82	2.08	8.95	1.80	7.74	3.31	14.22
25	3.65	15.68	2.61	11.20	2.87	12.35	2.16	9.26	0.67	2.88	3.59	15.44
30	3.76	16.15	2.71	11.65	2.60	11.15	2.21	9.50	0.31	1.34	3.79	16.30

35	3.81	16.37	2.80	12.01	2.40	10.30	2.09	8.96	0.00	0.00	2.60	11.16
40	3.82	16.39	2.18	9.36	2.25	9.68	1.97	8.45	0.00	0.00	1.43	6.15
50	3.18	13.65	1.22	5.23	2.50	10.73	1.33	5.72	0.32	1.38	1.11	4.78
60	1.12	4.81	1.51	6.48	8.09	34.74	1.17	5.03	1.99	8.55	1.00	4.30
80	1.45	6.25	2.03	8.73	4.51	19.37	2.50	10.75	5.01	21.51	1.06	4.56
100	2.08	8.95	1.34	5.78	3.45	14.82	2.70	11.61	6.71	28.84	1.42	6.11
120	1.44	6.20	1.54	6.63	2.65	11.38	2.53	10.87	0.69	2.96	1.94	8.35
140	2.40	10.33	1.44	6.18	2.26	9.73	2.81	12.06	0.30	1.28	2.41	10.36
160	1.67	7.18	1.12	4.82	3.14	13.50	2.02	8.67	4.80	20.63	2.37	10.18
180	2.28	9.79	1.46	6.27	9.44	40.57	2.72	11.70	0.50	2.15	2.27	9.76
200	2.37	10.16	1.26	5.41	2.26	9.71	2.22	9.53	0.00	0.00	1.14	4.90
220	2.07	8.91	1.42	6.09	8.29	35.63	3.34	14.37	0.37	1.58	1.50	6.42
240	2.81	12.08	1.68	7.21	9.31	40.01	6.06	26.04	2.17	9.31	1.50	6.45
1440	13.67	58.72	1.99	8.54	10.05	43.20	22.00	94.52	6.22	26.74	1.21	5.18

*Tabla 39. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	pH 6.5		pH 7.5		pH 8.5		pH 9.5		pH 10.5		pH 11.5	
	Ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	4.64	0.55	4.04	0.48	1.45	0.17	0.10	0.01	0.00	0.00	0.85	0.10
5	1.92	0.23	2.82	0.34	1.23	0.15	1.10	0.13	0.00	0.00	1.28	0.15
10	2.04	0.24	1.87	0.22	1.37	0.16	0.53	0.06	0.00	0.00	1.48	0.18
15	2.29	0.27	1.39	0.17	1.49	0.18	0.41	0.05	0.00	0.00	1.40	0.17
20	2.53	0.30	1.75	0.21	1.55	0.19	0.51	0.06	0.00	0.00	1.22	0.15
25	3.01	0.36	1.95	0.23	1.59	0.19	0.66	0.08	0.00	0.00	1.03	0.12
30	3.38	0.40	2.07	0.25	1.59	0.19	1.52	0.18	0.00	0.00	0.78	0.09
35	3.86	0.46	2.12	0.25	0.87	0.10	1.23	0.15	0.00	0.00	0.44	0.05
40	4.25	0.51	1.62	0.19	0.74	0.09	1.24	0.15	0.00	0.00	0.54	0.06
50	4.60	0.55	1.03	0.12	1.44	0.17	1.43	0.17	0.00	0.00	1.03	0.12
60	2.44	0.29	0.54	0.06	1.89	0.22	1.63	0.19	0.00	0.00	1.13	0.13
80	0.34	0.04	0.52	0.06	2.42	0.29	2.17	0.26	0.00	0.00	1.20	0.14
100	1.86	0.22	0.59	0.07	2.98	0.35	2.79	0.33	0.00	0.00	1.24	0.15
120	3.26	0.39	0.45	0.05	3.63	0.43	3.53	0.42	0.00	0.00	1.27	0.15
140	4.03	0.48	0.56	0.07	4.46	0.53	3.23	0.39	0.00	0.00	0.96	0.11
160	3.71	0.44	0.56	0.07	5.06	0.60	2.54	0.30	0.00	0.00	1.35	0.16
180	2.87	0.34	0.42	0.05	0.52	0.06	0.46	0.06	0.00	0.00	0.88	0.10
200	0.81	0.10	0.59	0.07	3.31	0.39	0.80	0.09	0.00	0.00	1.71	0.20

<b>220</b>	1.75	0.21	0.62	0.07	2.29	0.27	1.06	0.13	0.00	0.00	2.34	0.28
<b>240</b>	1.18	0.14	0.78	0.09	2.60	0.31	1.41	0.17	0.00	0.00	2.71	0.32
<b>1440</b>	7.89	0.94	2.81	0.34	5.01	0.60	6.20	0.74	2.39	0.28	3.09	0.37

*Tabla 40. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.*

<b>Tiempo (min)</b>	pH 6.5		pH 7.5		pH 8.5		pH 9.5		pH 10.5		pH 11.5	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
<b>0</b>	0.65	18.19	0.65	18.04	0.66	18.24	0.65	18.14	0.00	0.00	0.74	20.70
<b>5</b>	0.85	23.64	1.17	32.51	0.72	20.14	0.76	21.16	0.09	2.44	0.51	14.22
<b>10</b>	1.04	29.02	1.18	32.66	1.05	29.24	1.19	33.11	0.16	4.45	0.48	13.22
<b>15</b>	1.07	29.72	1.16	32.30	1.13	31.54	1.18	32.85	0.24	6.62	0.48	13.22
<b>20</b>	1.08	29.97	1.15	31.99	1.16	32.37	1.21	33.57	0.28	7.84	0.52	14.40
<b>25</b>	1.08	29.91	1.16	32.15	1.17	32.57	1.21	33.66	0.10	2.76	0.86	24.03
<b>30</b>	1.08	29.95	1.17	32.43	1.18	32.72	1.19	33.13	0.08	2.16	0.98	27.32
<b>35</b>	1.08	29.97	1.16	32.15	1.19	33.16	1.16	32.28	0.07	2.07	1.10	30.67
<b>40</b>	1.08	30.03	1.14	31.65	1.20	33.22	1.21	33.65	0.07	1.95	1.20	33.22
<b>50</b>	0.86	23.91	1.21	33.67	1.17	32.39	1.21	33.57	0.09	2.45	1.15	31.85
<b>60</b>	1.17	32.60	1.16	32.35	0.83	23.14	1.22	33.87	0.22	6.12	1.04	28.80
<b>80</b>	1.19	33.00	1.19	33.11	0.91	25.28	1.19	32.98	0.37	10.30	1.09	30.39
<b>100</b>	1.04	28.83	1.19	33.01	0.87	24.32	1.19	33.01	0.40	11.12	1.15	32.00
<b>120</b>	1.16	32.37	1.20	33.30	0.87	24.22	1.20	33.46	0.12	3.31	1.21	33.54
<b>140</b>	1.02	28.22	1.20	33.34	0.98	27.17	1.38	38.28	0.08	2.13	1.20	33.28
<b>160</b>	1.14	31.59	1.22	33.87	1.07	29.82	1.13	31.35	0.15	4.18	1.20	33.45
<b>180</b>	1.18	32.86	1.20	33.47	1.14	31.80	1.07	29.74	0.07	2.06	1.21	33.67
<b>200</b>	1.19	33.10	1.21	33.55	1.16	32.20	1.18	32.67	0.09	2.54	1.22	33.85
<b>220</b>	1.16	32.11	1.20	33.42	0.69	19.20	0.83	23.10	0.09	2.53	1.20	33.44
<b>240</b>	1.18	32.75	1.20	33.37	0.74	20.53	0.89	24.71	0.09	2.49	1.21	33.55
<b>1440</b>	1.08	30.15	1.22	33.96	0.83	23.07	1.06	29.53	0.68	18.77	1.21	33.54

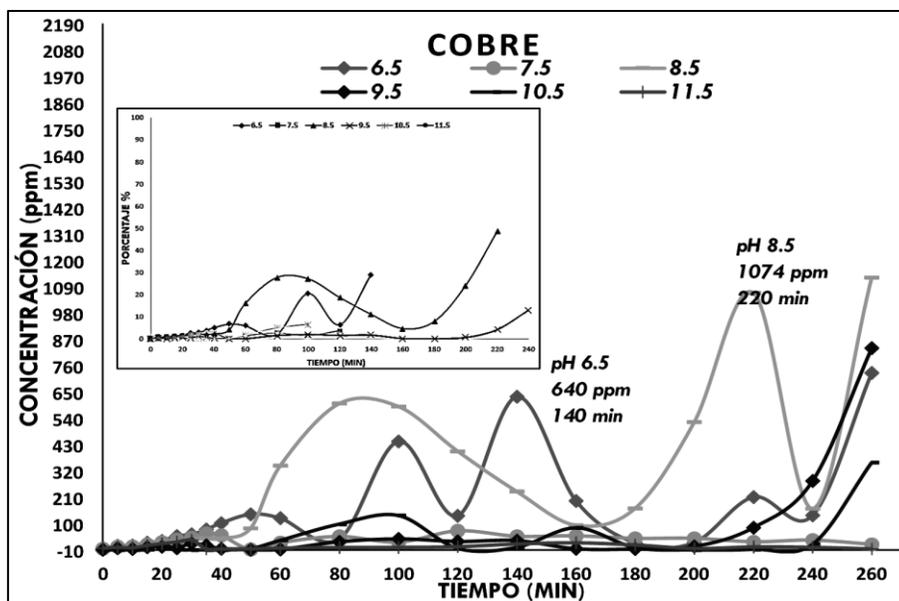


Figura 60. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes pH.

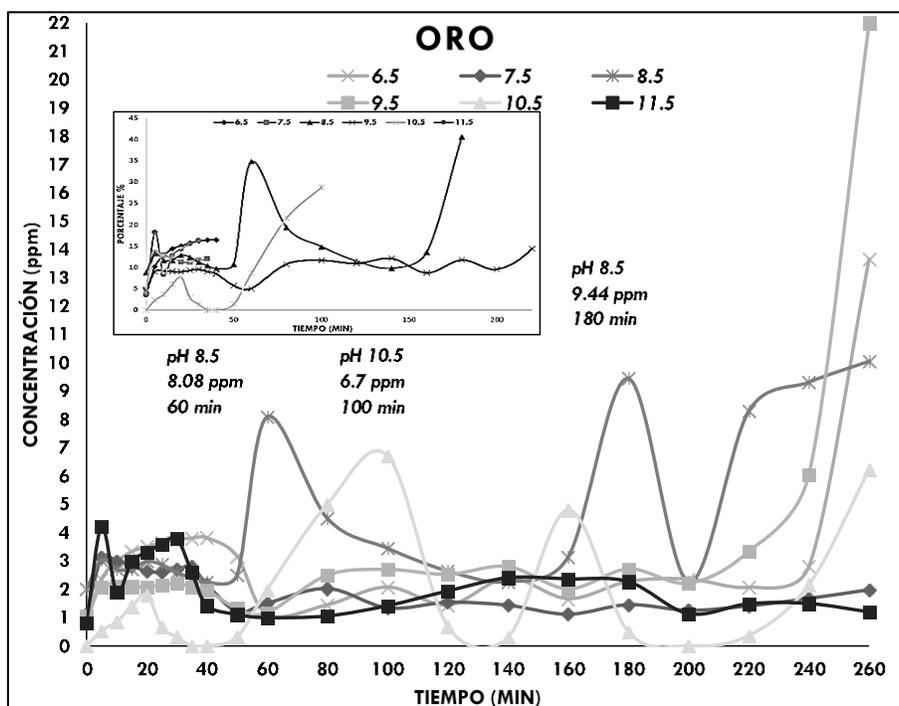


Figura 61. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes pH.

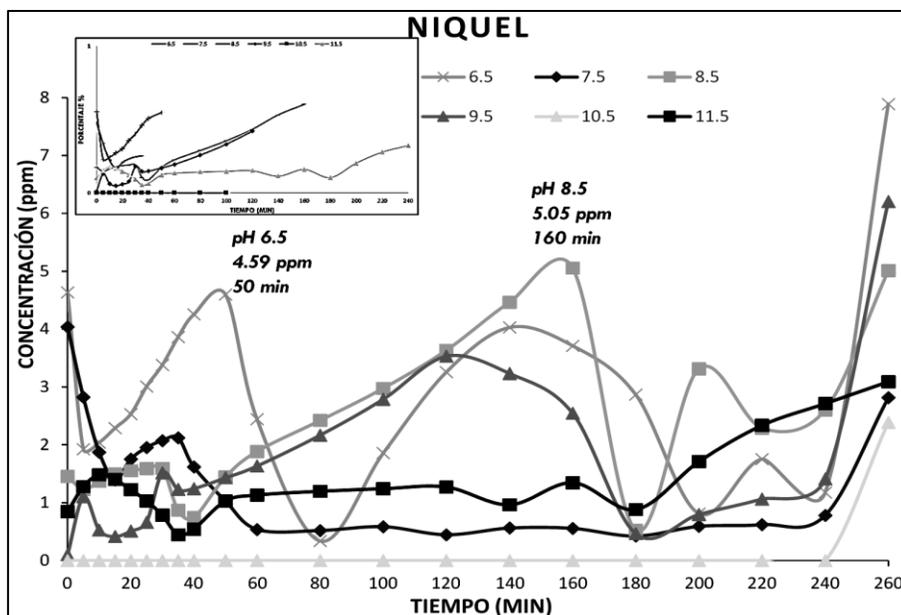


Figura 62. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes pH.

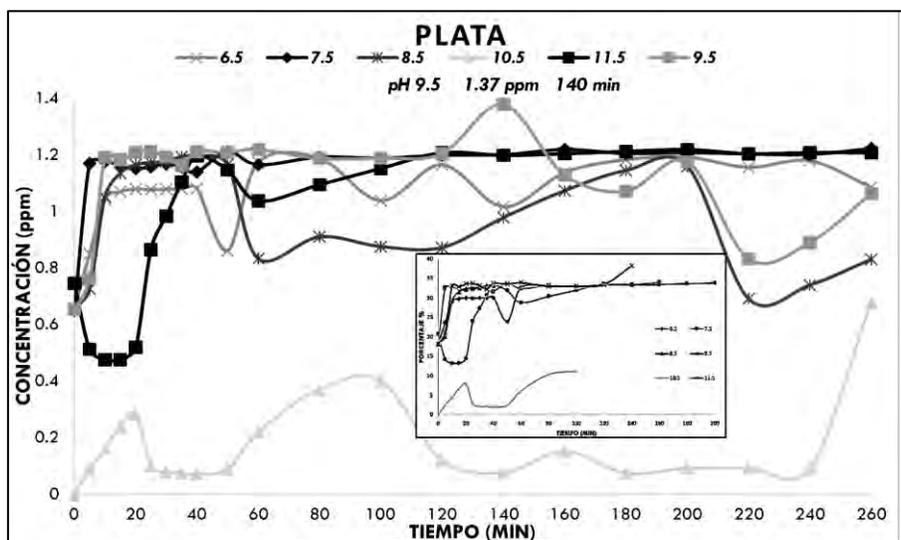


Figura 63. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes pH.

Como se visualiza en las figuras 60, 61, 62 y 63 todos los experimentos de lixiviación mostraron cierta oscilación en las curvas de cobre, oro, níquel y plata, principalmente a los tiempos 100, 160 y 220 minutos; indicando reprecipitación y en algunos casos, redisolución de estos metales. Esto debido a que la tiosemicarbazida tiene un gran número de grupos  $-OH$  y  $-NH_2$ . A pH bajos, los grupos  $-NH_2$  son protonados lo que produce un aumento de la carga positiva en la superficie. A pH altos, los iones  $H^+$

unidos a la tiosemicarbazida se liberan gradualmente y los iones metálicos se unen a los sitios reactivos [39]. Por lo que a un pH bajo, la concentración de iones  $H^+$  es alto asociado a un sitio activo esto limita la adsorción de especies metálicas.

Se puede visualizar que un pH alto no limita la adsorción, al contrario se ve favorecida la disolución de algunas especies metálicas, esto ya que los iones metálicos reaccionan con los hidróxidos para formar hidróxidos metálicos que se presentan sólidos a temperatura ambiente y que a  $pH > 7$  aumenta la concentración de iones hidroxilo en solución conduciendo a la formación de hidróxidos metálicos más estables que disminuye la adsorción de otras especies [40].

Un pH de 10.5 se consideró un punto crítico, ya que se ha analizado con anterioridad que a pH mayores a este, la adsorción se ve mejorada, ya que en un intervalo de pH de entre 10 a 10.5 es posible una descomposición el agente lixivante empleado, reflejándose en una gran cantidad de cadenas de C, H, N, y S sin reaccionar [47].

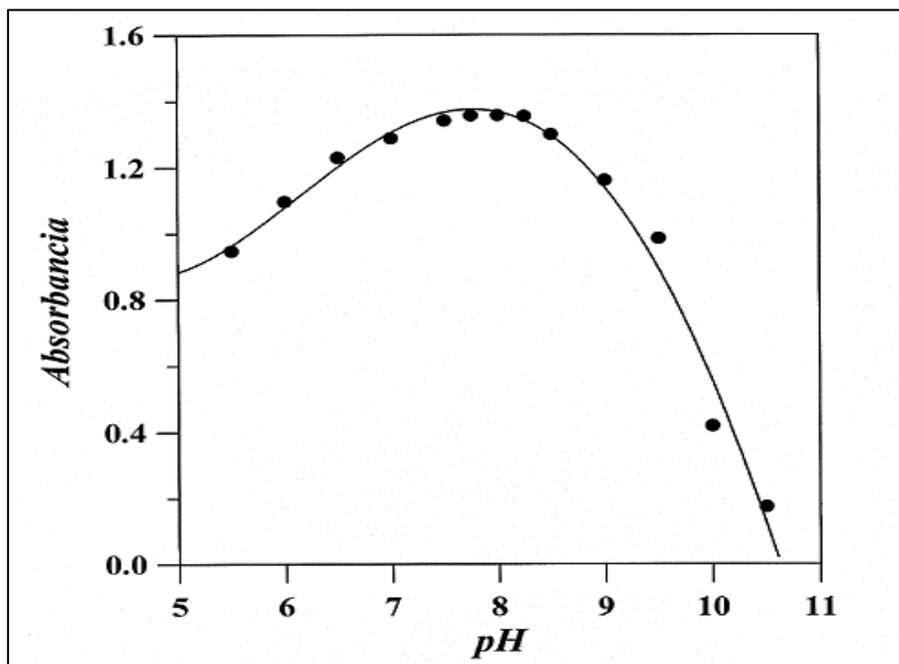


Figura 64. Efecto del pH en la absorbancia de grupos tio- con iones de cobre (II) [48].

Se observa en la figura 64, el efecto de la absorción de las especies metálicas con respecto a el pH, cuyos valores coinciden con los obtenidos de manera experimental, resultando en ambos casos la mayor absorción de agentes metálicos producido a un

pH de 8.5, logrando un porcentaje máximo de lixiviación de 40.56% de oro en un tiempo de contacto de 180 minutos, resaltando de igual manera el porcentaje de lixiviación máximo para el cobre de 48.56% a 220 minutos de transcurrido el experimento, y para la plata con un porcentaje de 33.21% en un lapso de 40 minutos.

La excelente absorción se explica fácilmente en el diagrama de Pourbaix (Eh-pH) del azufre preparado a 25°C que se muestra en la figura 65, donde bajo las condiciones oxidantes a dicho pH facilita la formación de sulfatos metálicos, solubles en agua, por su fuentes de cationes metálicos, en los sulfatos, el azufre actúa como catión por pérdida de los seis electrones presentes en el nivel exterior. El radio iónico de este catión es pequeño, 0,30 Å, lo que permite una coordinación de cuatro muy estable.

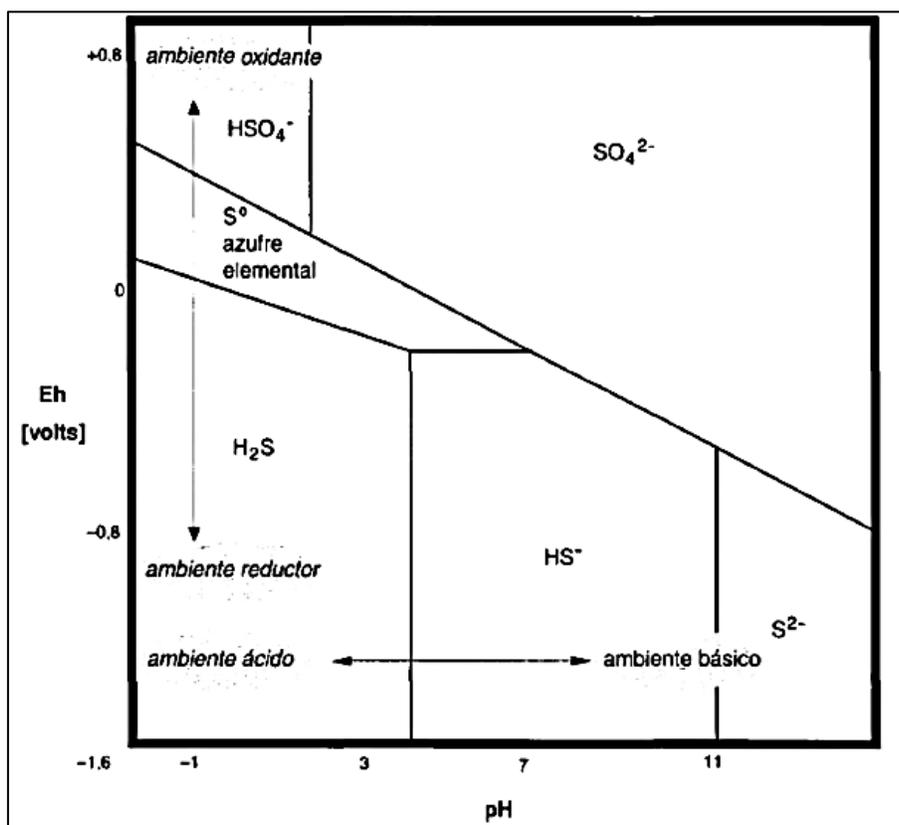


Figura 65. Diagrama Eh-pH del azufre, valido a 25°C [24].

Los productos sólidos se caracterizaron por MEB-EDS y DRX con el fin de obtener información complementaria a la caracterización de los licores. Dicha caracterización consistió en el estudio de la morfología de los polvos recuperados, así como un análisis

por mapeo de elementos presentes, asociado a un microanálisis por dispersión de energías en una zona específica de interés, con el fin de identificar los elementos presentes de forma puntual.

En la figura 66 y 67 podemos visualizar detalladamente una gran cantidad de azufre elemental que se disocia y precipita proveniente del agente lixiviante tiosemicarbazida, asimismo una disposición a generar complejos con cobre para lograr precipitar como sulfuros y en menor grado complejos con metales como níquel y oro.

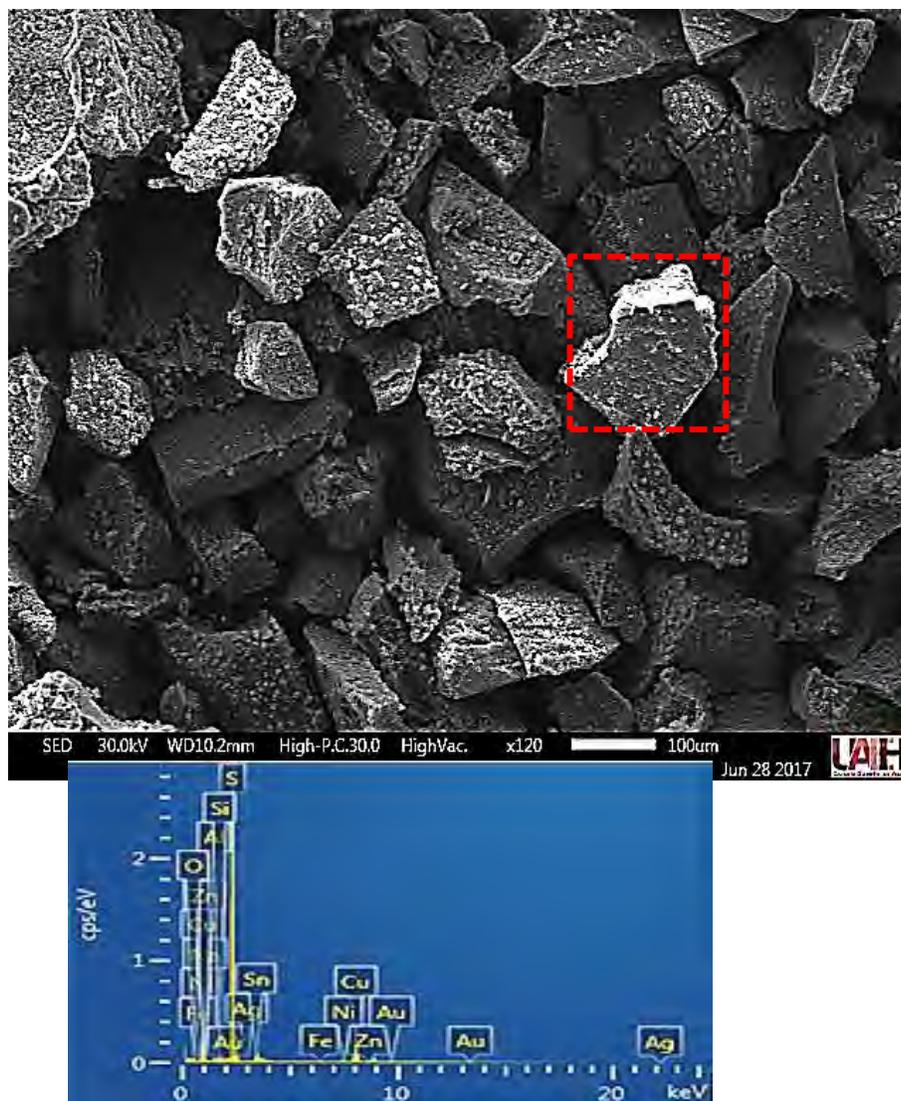


Figura 66. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 6.5.

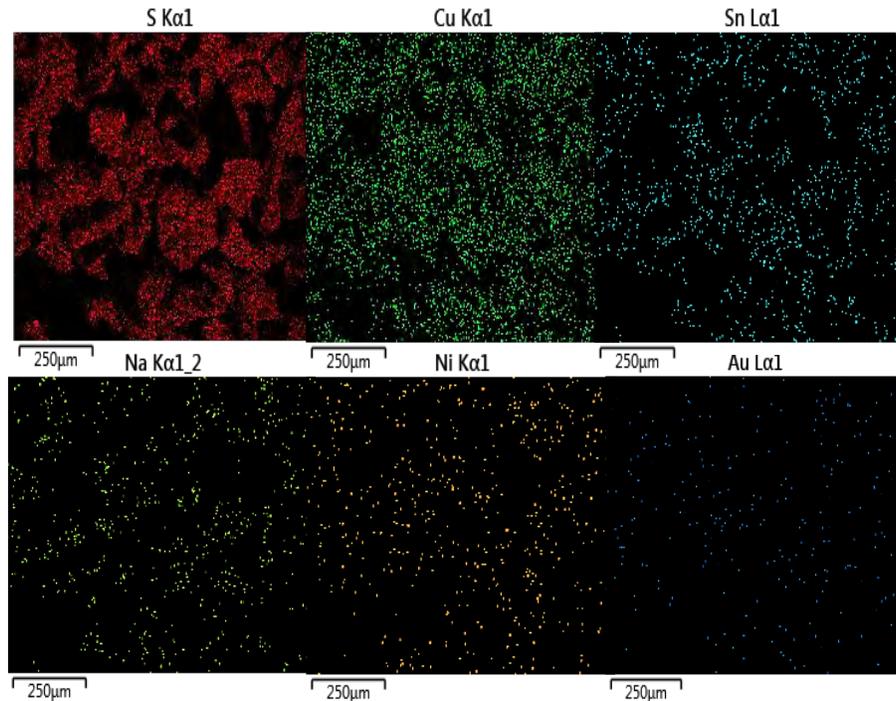


Figura 67. Mapeo elemental de S, Cu, Ni y Au en los precipitados a pH de 6.5.

Tabla 41. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
O	K series	7.01	0.02359	8.96	19.36
Na	K series	0.00	0.00000	0.00	0.00
Al	K series	0.84	0.00603	0.72	0.92
Si	K series	0.79	0.00628	0.54	0.67
S	K series	114.29	0.98455	60.00	64.70
Fe	K series	0.90	0.00896	0.45	0.28
Ni	K series	2.67	0.02674	1.33	0.79
Cu	K series	39.31	0.39315	20.30	11.05
Zn	K series	0.19	0.00195	0.10	0.05
Ag	L series	0.00	0.00000	0.00	0.00
Sn	L series	10.39	0.10387	7.37	2.15
Au	L series	0.37	0.00368	0.22	0.04
<b>Total:</b>				100.00	100.00

En la figura 68 y 69 podemos visualizar una cantidad menor de azufre elemental obtenida a pH de 7.5, además se encontró menos cantidad de precipitados metálicos de cobre, níquel y oro.

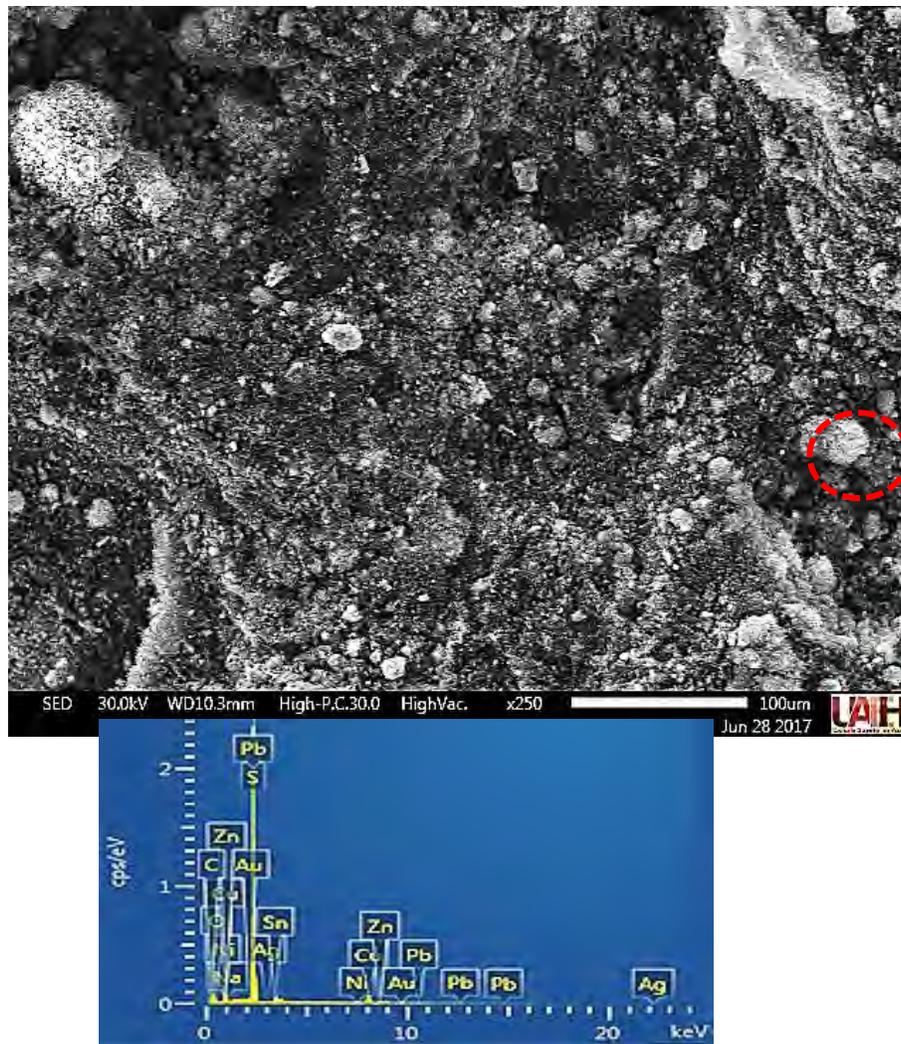


Figura 68. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 7.5.

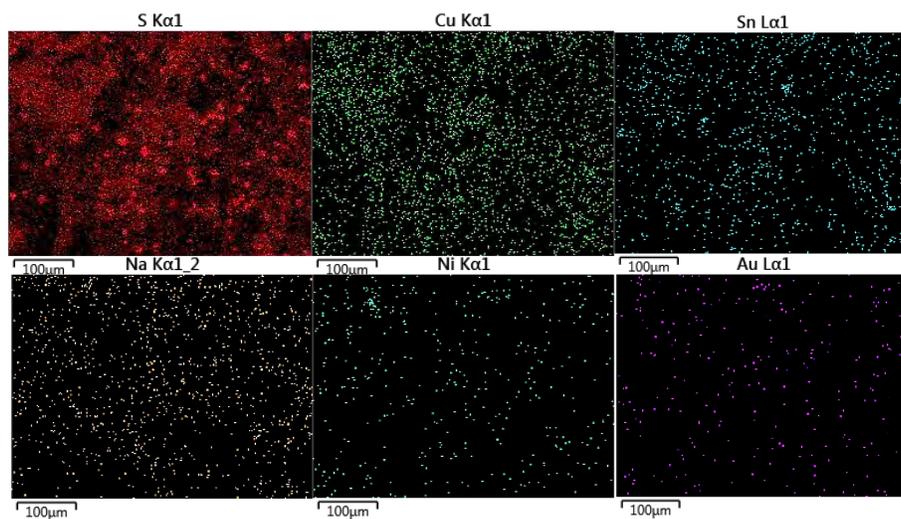


Figura 69. Mapeo elemental de S, Cu, Ni y Au en los precipitados a pH de 7.5.

Tabla 42. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
C	K series	12.77	0.12767	46.41	69.98
O	K series	6.97	0.02345	7.98	9.04
Na	K series	0.00	0.00000	0.00	0.00
S	K series	92.77	0.79916	31.15	17.60
Ni	K series	0.81	0.00813	0.30	0.09
Cu	K series	21.22	0.21223	8.16	2.33
Zn	K series	3.27	0.03271	1.25	0.35
Ag	L series	0.35	0.00350	0.16	0.03
Sn	L series	6.64	0.06636	2.86	0.44
Au	L series	0.86	0.00862	0.39	0.04
Pb	L series	2.97	0.02869	1.34	0.12
C	K series	12.77	0.12767	46.41	69.98
<b>Total:</b>				100.00	100.00

En la figura 70 y 71 podemos encontrar una cantidad de azufre elemental baja, asimismo se detectaron trazas de precipitados metálicos de cobre, níquel y oro significativos a pH de 8.5.

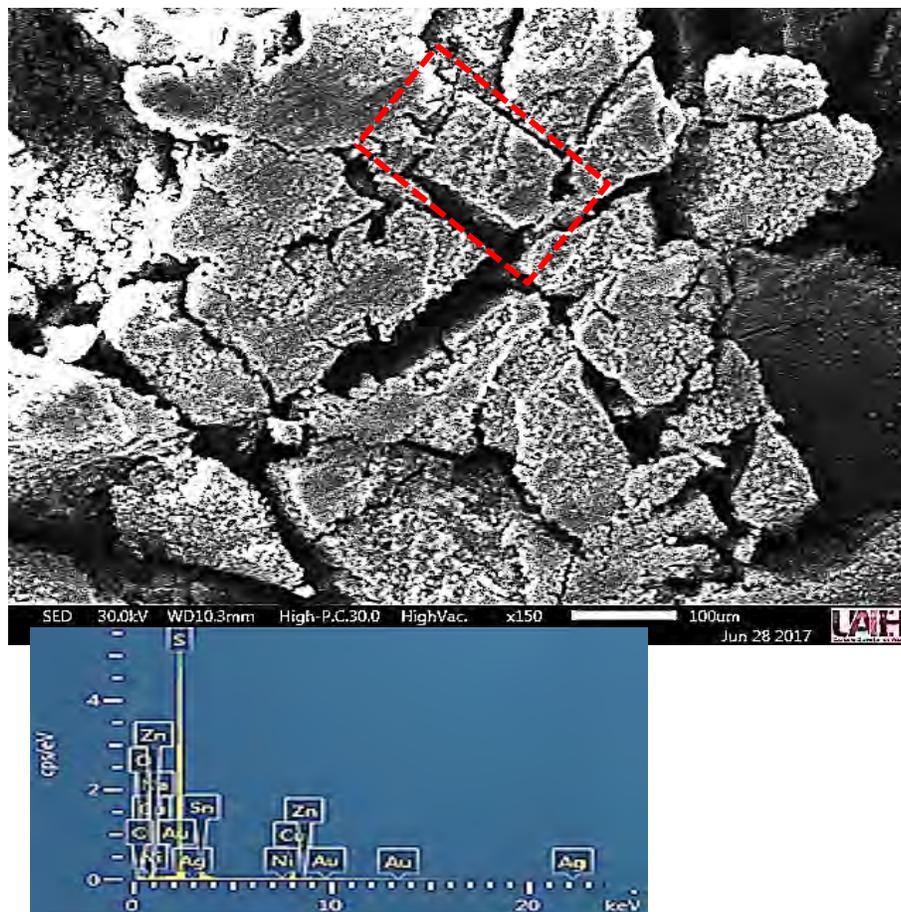


Figura 70. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 8.5.

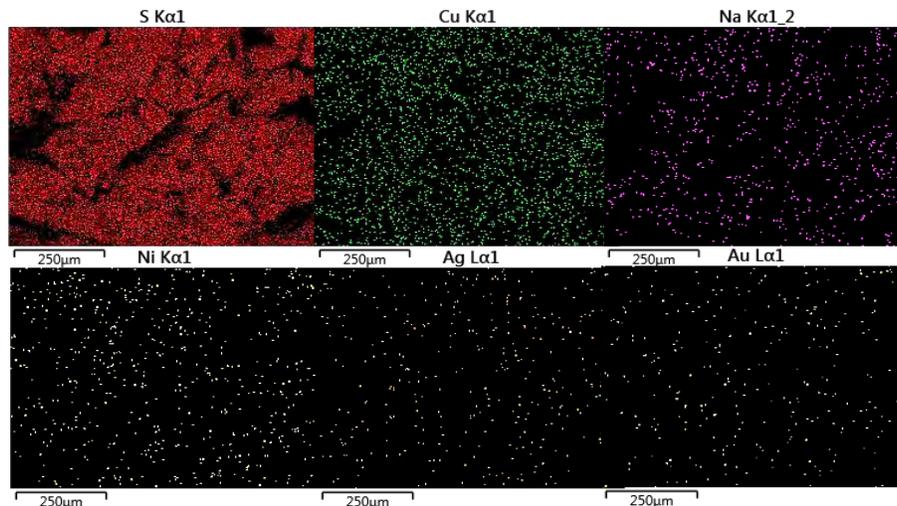


Figura 71. Mapeo elemental de S, Cu, Ni, Ag y Au en los precipitados a pH de 8.5.

Tabla 43. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
C	K series	5.60	0.05603	22.38	45.75
O	K series	5.47	0.01840	4.52	6.94
Na	K series	0.00	0.00000	0.00	0.00
S	K series	220.44	1.89898	54.19	41.50
Ni	K series	3.28	0.03283	0.88	0.37
Cu	K series	32.94	0.32940	9.17	3.55
Zn	K series	1.79	0.01792	0.50	0.19
Ag	L series	0.15	0.00155	0.06	0.01
Sn	L series	22.40	0.22402	7.97	1.65
Au	L series	1.04	0.01042	0.34	0.04
<b>Total:</b>				100.00	100.00

En la figura 72 y 73 se puede apreciar una cantidad menor de azufre elemental en los productos sólidos a pH de 9.5, además de atribuir una menor asociación de precipitados metálicos de cobre, níquel y oro esto principalmente al acercarnos a la zona de descomposición del agente tiosemicarbazida.

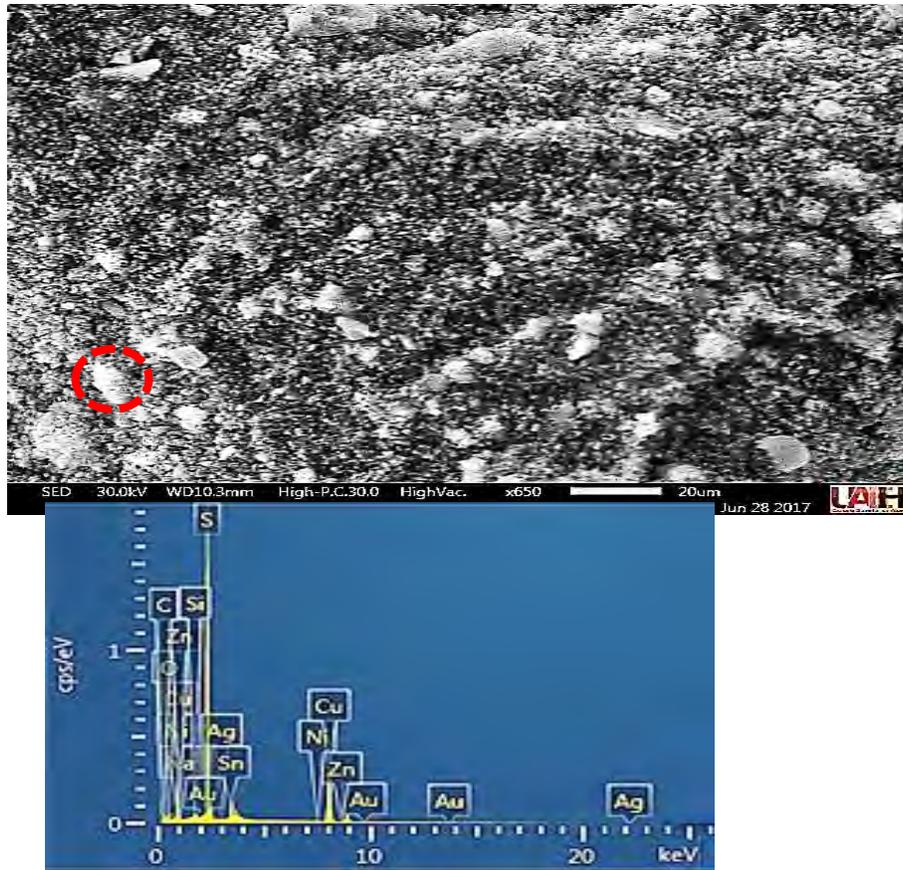


Figura 72. Micrografía y espectro de EDS de los precipitados a pH de 9.5.

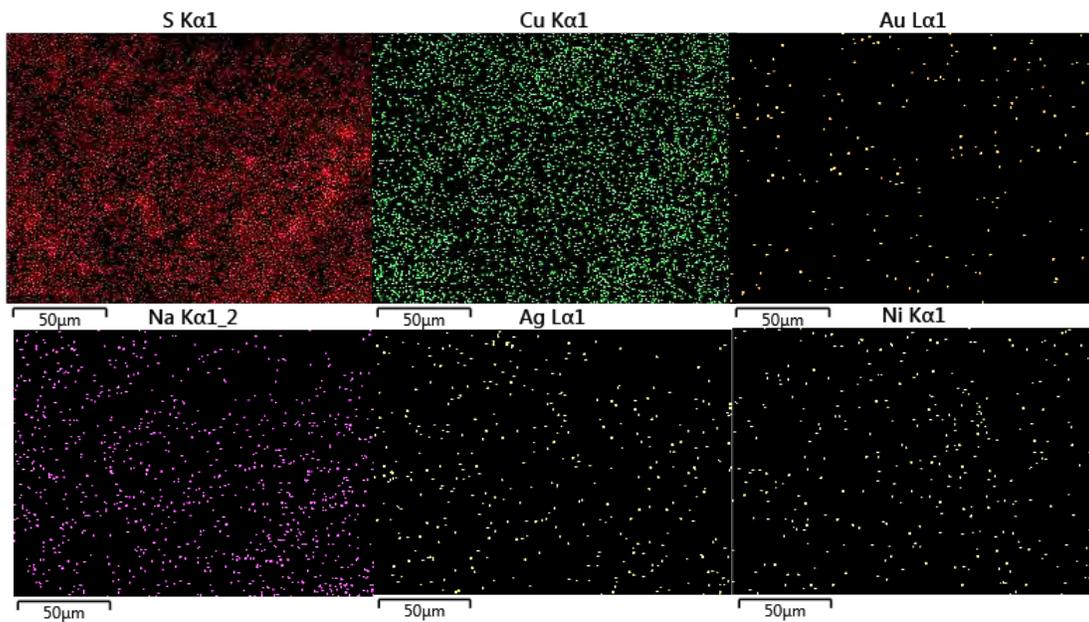


Figura 73. Mapeo elemental de S, Cu, Ni, Ag y Au en los precipitados a pH de 9.5.

*Tabla 44. Datos del porcentaje en peso efectuado por análisis de EDS (Zona I).*

<b>Element</b>	<b>Line Type</b>	<b>Apparent Concentration</b>	<b>k Ratio</b>	<b>Wt%</b>	<b>Atomic %</b>
<b>C</b>	K series	9.12	0.09124	34.12	59.45
<b>O</b>	K series	10.26	0.03453	10.64	13.92
<b>Na</b>	K series	0.00	0.00000	0.00	0.00
<b>Si</b>	K series	0.97	0.00765	0.50	0.37
<b>S</b>	K series	71.50	0.61591	28.33	18.49
<b>Ni</b>	K series	0.85	0.00847	0.32	0.12
<b>Cu</b>	K series	50.20	0.50204	19.95	6.57
<b>Zn</b>	K series	0.00	0.00000	0.00	0.00
<b>Ag</b>	L series	0.33	0.00327	0.16	0.03
<b>Sn</b>	L series	13.31	0.13314	5.92	1.04
<b>Au</b>	L series	0.11	0.00112	0.05	0.01
<b>Total:</b>				100.00	100.00

Adicional a la caracterización realizada por técnicas microscópicas en conjunción con EDS, se realizó un análisis por Difracción de Rayos X con el fin de identificar las fases presentes en los precipitados sólidos.

En la figura 74 se muestran los difractogramas con la comparación de los productos sólidos encontrados a diferentes pH de experimentación. Se puede ver que la concentración de azufre decrece conforme el pH disminuye, además de visualizar la presencia de algunas fases con complejos metálicos a pH de 9.5 y 8.5. Se identificaron las fases presentes (Tabla 45), donde mayoritariamente se encontró azufre elemental que se atribuye a una buena absorción de las especies metálicas en la solución en forma de complejos preferenciales con el oxígeno y el nitrógeno del agente lixiviante.

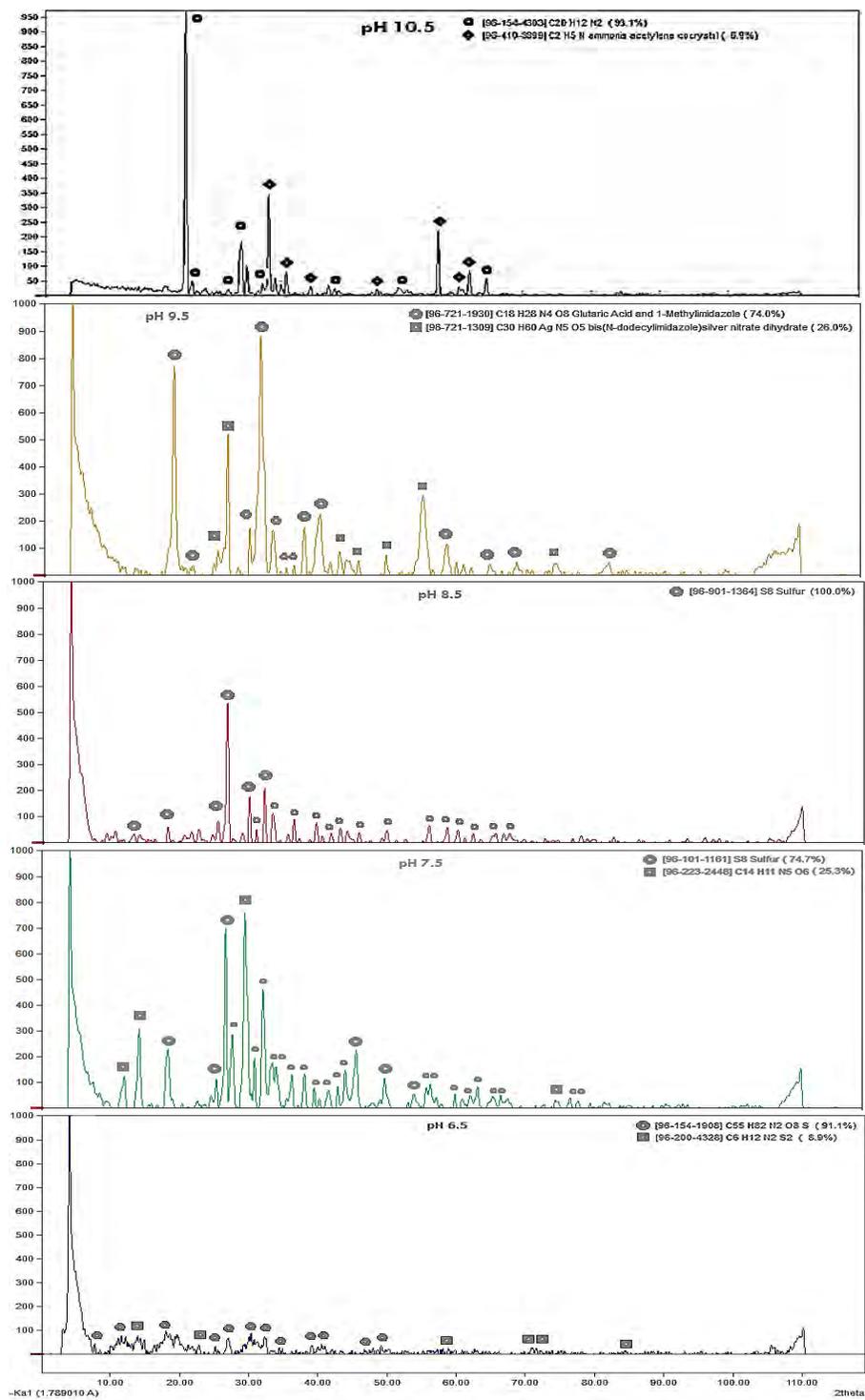


Figura 74. Difractogramas de distribución de productos sólidos obtenidos a diferentes pH.

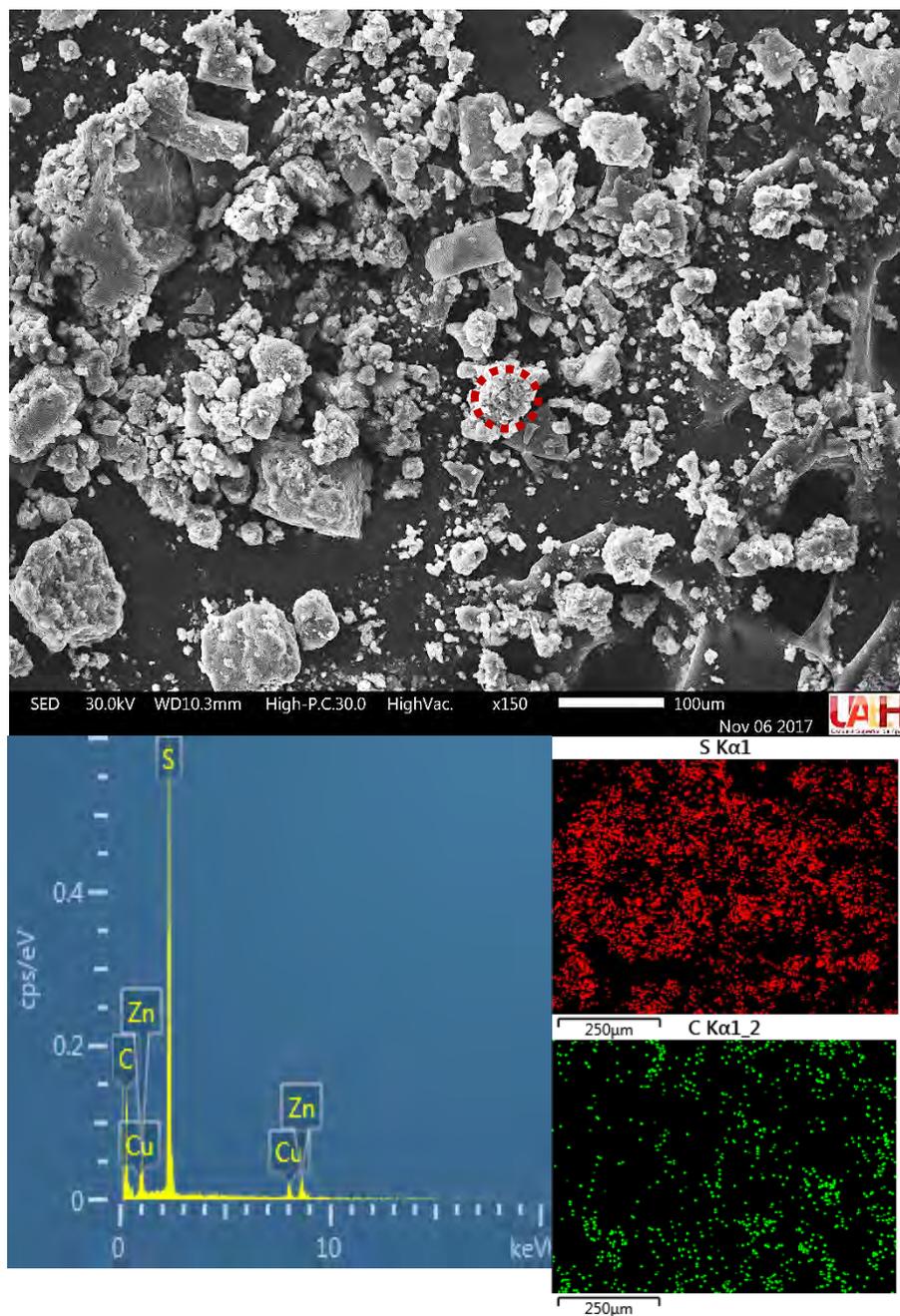
*Tabla 45. Fases presentes en el análisis de DRX*

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALINO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
<b>pH 10.5</b>			
●	$C_{20}H_{12}N_2$	Ortorrónica	5
◆	$C_2H_5N$	Ortorrónica	6
<b>pH 9.5</b>			
●	$C_{18}H_{28}N_4O_8$	Triclónica	5
■	$C_{30}H_{80}AgN_5O_5$	Triclónica	8
<b>pH 8.5</b>			
●	$S_8$	Monoclónica	7
<b>pH 7.5</b>			
●	$S_8$	Ortorrónica	6
■	$C_{14}H_{11}N_5O_6$	Monoclónica	3
<b>pH 6.5</b>			
●	$C_{55}H_{32}N_2O_8S$	Triclónica	5
■	$C_6H_{12}N_2S_2$	Monoclónica	5

Adicional a la formación de productos sólidos como precipitados, en la solución se analizaron partículas suspendidas en forma de aglomerados, con el fin de realizar una caracterización minuciosa de todos los productos, dichos aglomerados fueron decantados y secados para su posterior caracterización. Dicha caracterización se efectuó por medio de un análisis por MEB-EDS y DRX.

El análisis de los aglomerados por técnicas microscópicas consistió en un análisis de la morfología de los aglomerados presentes, un análisis general por medio de un mapeo elemental, en conjunción con un microanálisis semicuantitativo localizado.

En la figura 75 se presentan los aglomerados a un pH de 7.5 en los cuales se puede visualizar una gran cantidad de azufre que se disocia de la cadena de tiosemicarbazida esto debido a la generación de complejos con preferencia al oxígeno y nitrógeno de la cadena.



*Figura 75. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 7.5.*

Tabla 46. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 7.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
C	K series	18.56	0.18561	78.67	1.49
S	K series	23.43	0.20184	15.34	1.07
Cu	K series	2.92	0.02917	2.40	0.32
Zn	K series	4.36	0.04364	3.59	0.44
<b>Total:</b>				100.00	

En la figura 76 se presentan los aglomerados a un pH de 8.5 en los cuales se puede observar que la cantidad de azufre disminuyó y una cantidad de cobre se logró detectar, esto suele ser por la alta cantidad de cobre en la solución, lo que satura la adsorción y compleja con el azufre precipitándolo.

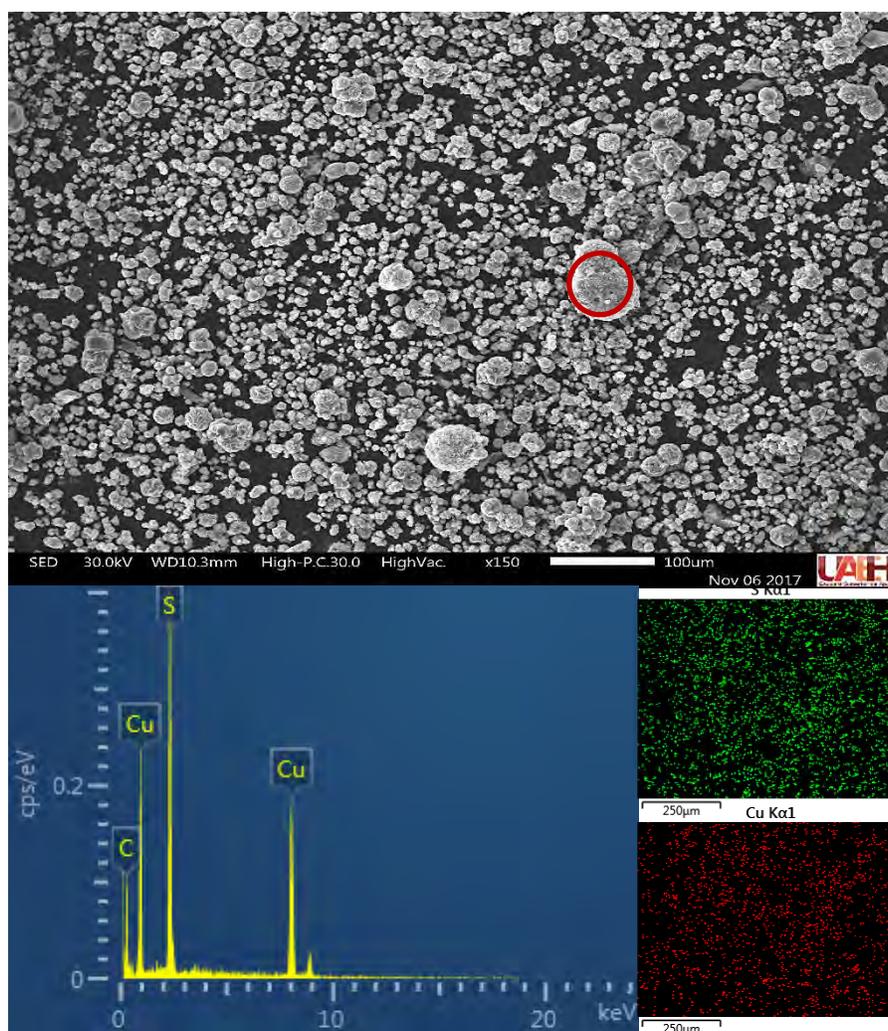


Figura 76. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 8.5.

Tabla 47. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 8.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
C	K series	14.47	0.14467	65.38	2.29
S	K series	15.90	0.13697	12.40	0.87
Cu	K series	27.47	0.27469	22.22	1.54
<b>Total:</b>				100.00	

En la figura 77 se presentan los aglomerados a un pH de 9.5 en los cuales se puede observar que el pH deja de ser óptimo en medida que aumenta, esto es debido a que la cantidad de metales en los aglomerados aumenta, por lo que se puede deducir que los complejos generados con el azufre son complejos que se aglomeran y precipitan.

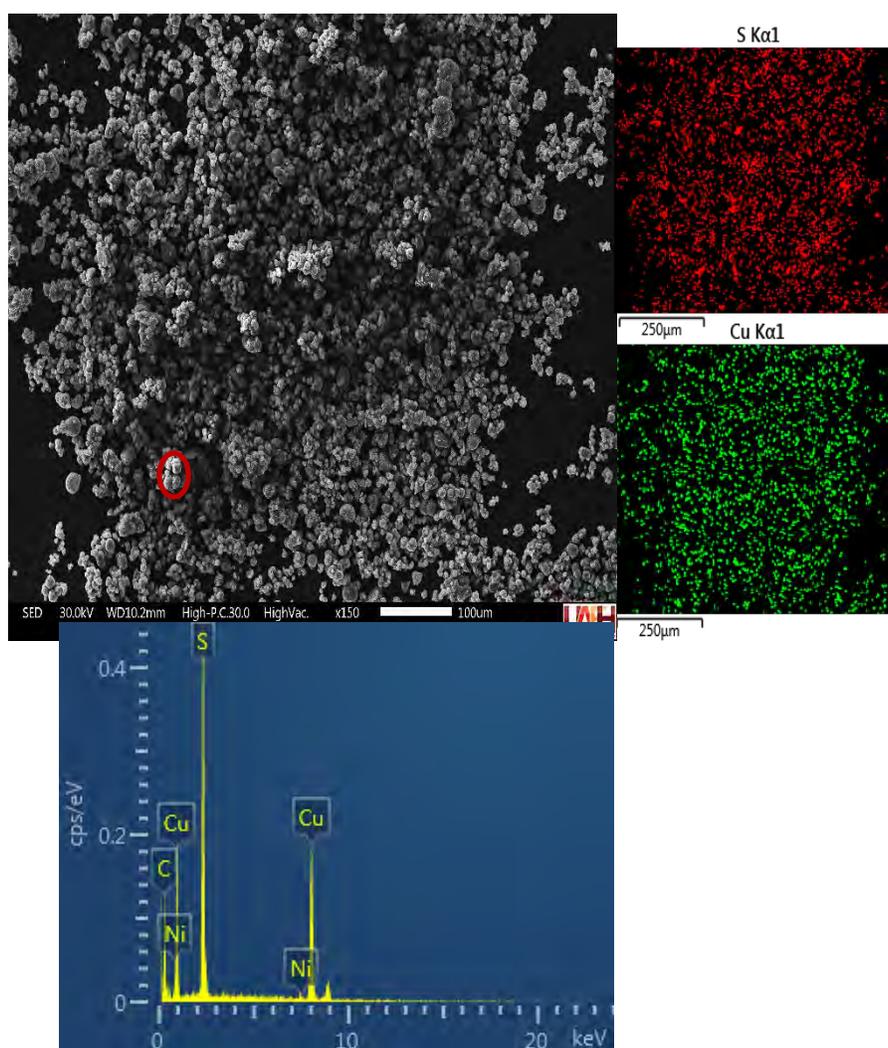


Figura 77. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 9.5.

Tabla 48. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 9.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
C	K series	15.39	0.15388	65.64	2.18
S	K series	17.88	0.15399	12.89	0.86
Ni	K series	0.83	0.00828	0.60	0.18
Cu	K series	27.64	0.27643	20.88	1.39
<b>Total:</b>				100.00	

En la figura 78 se presentan los aglomerados a un pH de 11.5 en los cuales se observa que la cantidad de metales en los aglomerados incrementa con forme aumenta el pH, atribuido a la inestabilidad del pH cercano a 10.5, el sodio presente es debido a el agente estabilizador de pH (hidróxido de sodio 2M).

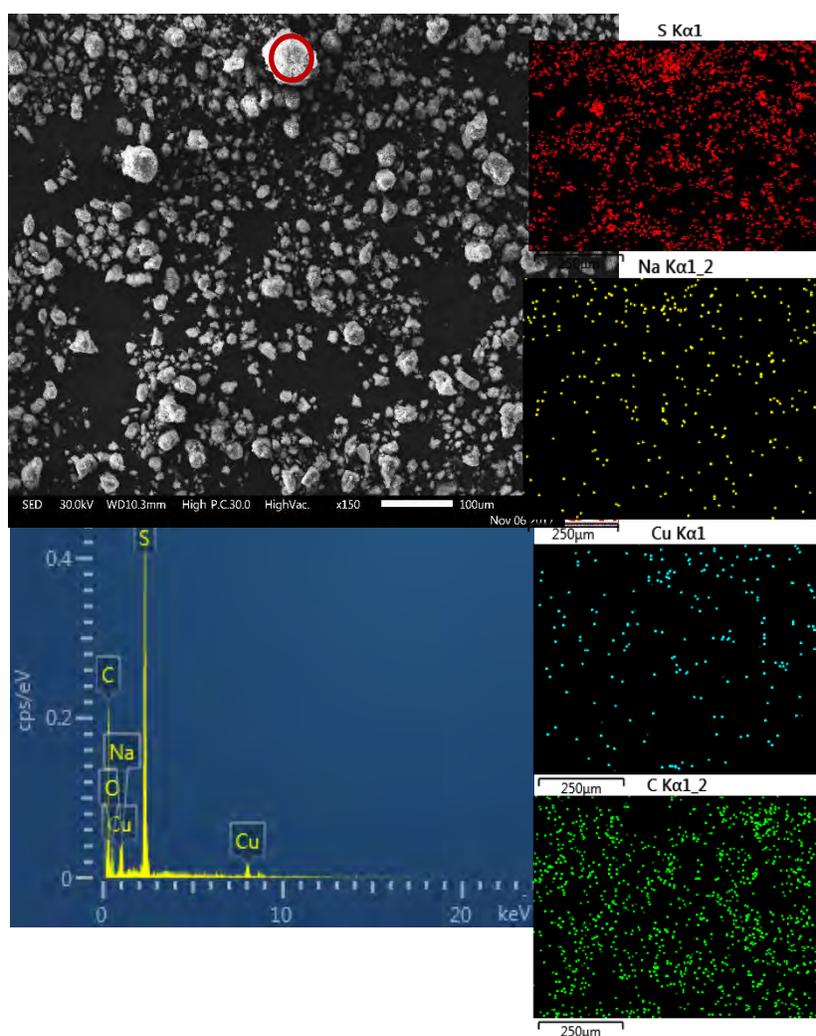


Figura 78. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los aglomerados presentes a pH de 11.5.

*Tabla 49. Datos del porcentaje en peso de los aglomerados a pH= 11.5 efectuado por análisis de EDS (Zona I).*

<b>Element</b>	<b>Line Type</b>	<b>Apparent Concentration</b>	<b>k Ratio</b>	<b>Wt%</b>	<b>Atomic %</b>
<b>C</b>	K series	32.49	0.32489	73.63	1.89
<b>O</b>	K series	6.71	0.02257	13.67	1.71
<b>Na</b>	K series	2.64	0.01116	2.02	0.39
<b>S</b>	K series	17.69	0.15239	9.02	0.53
<b>Cu</b>	K series	2.58	0.02584	1.66	0.25
<b>Total:</b>				100.00	

En el análisis por difracción de rayos X se identificaron las posibles estructuras obteniendo los difractogramas mostrados en las figuras 79 y 80 donde es posible identificar las fases presentes en los aglomerados extraídos de los licores de lixiviación después de 24 horas de concluido el proceso de lixiviación.

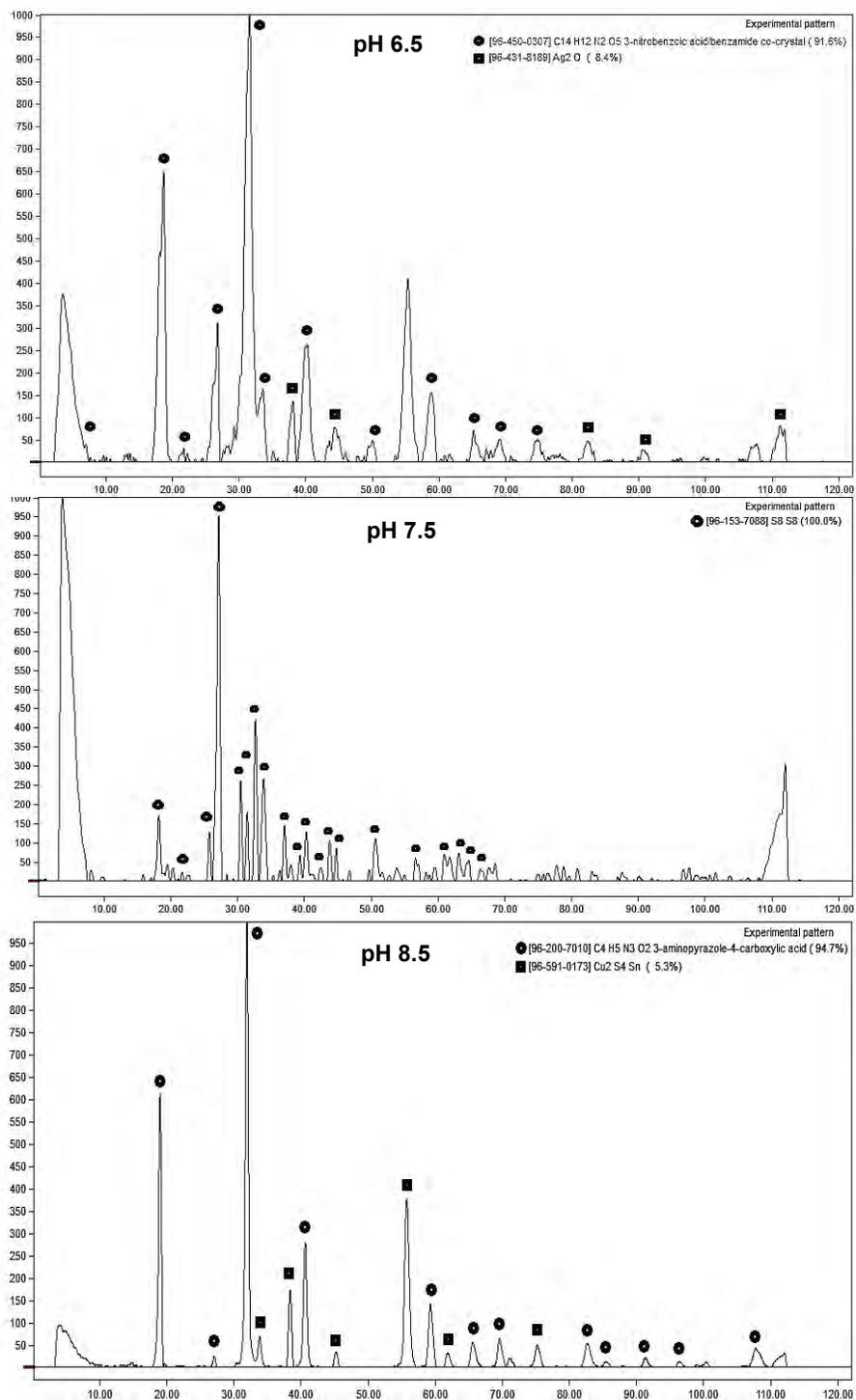


Figura 79. Difractogramas de distribución de aglomerados obtenidos a pH de 6.5, 7.5 y 8.5.

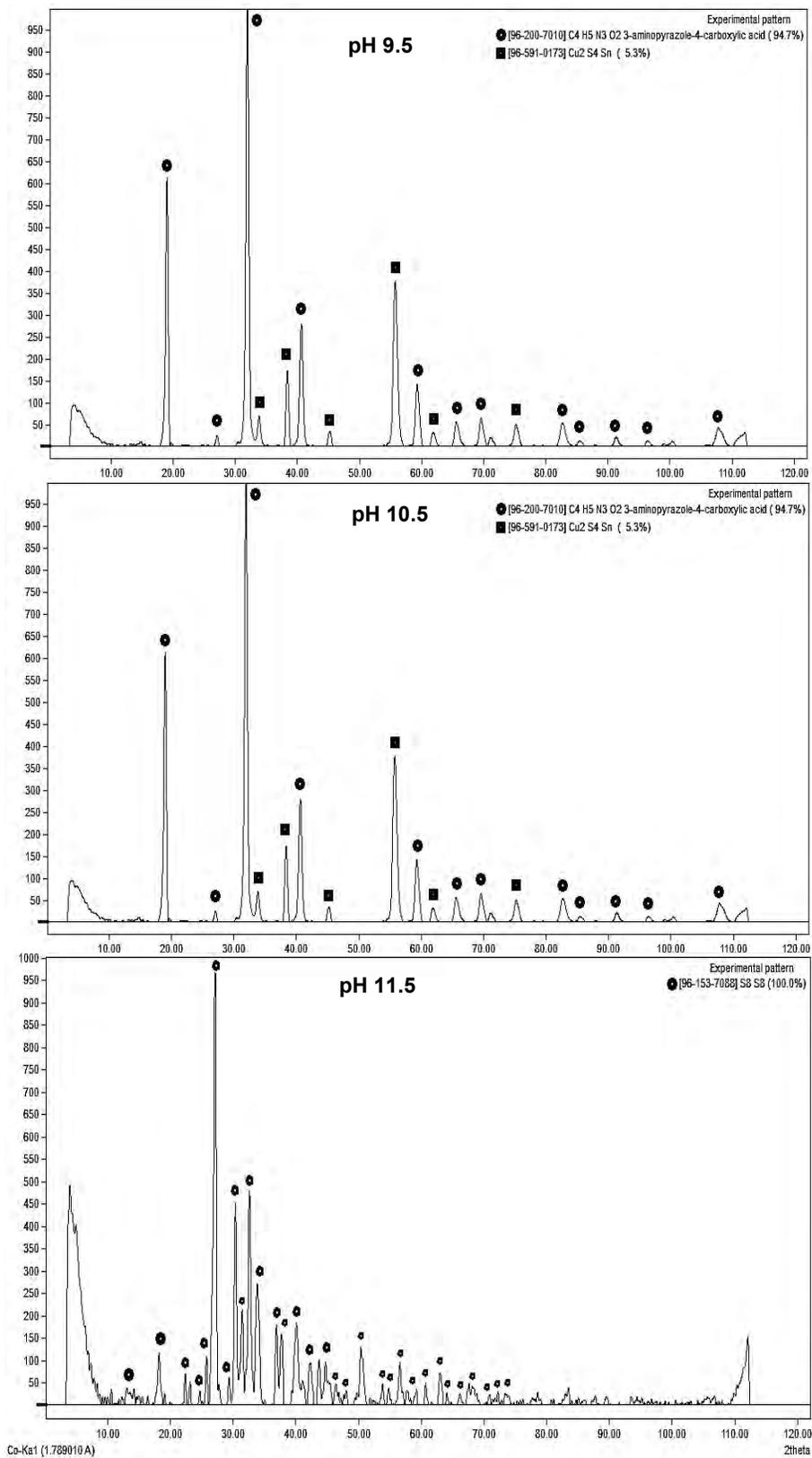


Figura 80. Difractogramas de distribución de aglomerados obtenidos a pH de 9.5, 10.5 y 11.5.

Considerando la estabilidad del reactivo y la proporción de metales lixiviados el pH de 8.5 se consideró óptimo para la lixiviación de los metales presentes en las partículas procedentes de la chatarra electrónica, por lo que se detallan las fases presentes en los aglomerados extraídos de la solución en la tabla 50.

*Tabla 50. Fases presentes en el análisis de DRX de aglomerados a pH de 8.5.*

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALINO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
<b>AGLOMERADOS</b>			
●	$C_4H_5N_3O_2$	Monoclínica	5
■	$Cu_2S_4Sn$	Monoclínica	5

La fase predominante en los precipitados es azufre en su forma más estable y común, cuya molécula consta de un anillo de ocho miembros de átomos de azufre. El exceso de este elemento en la molécula de la tiosemicarbazida, sumado a la estabilidad de elementos con mayor afinidad a la formación de complejos metálicos como el oxígeno y el nitrógeno, provocan poca preferencia a la formación de complejos con el azufre, y como consecuencia la precipitación de subproductos en forma de complejos en este caso con cobre, presente en exceso en las partículas metálicas (Figuras 81 y 82), generando aglomerados con fases complementarias de algunos metales como cobre y estaño, lo cual se atribuye a la adsorción y desorción que ocurre en el medio, presentando poca precipitación de metales, lo que resulta en un medio estable para la formación de complejos metálicos. Adicionalmente, se logró obtener el tamaño de cristal de las fases que intervienen en el estudio.

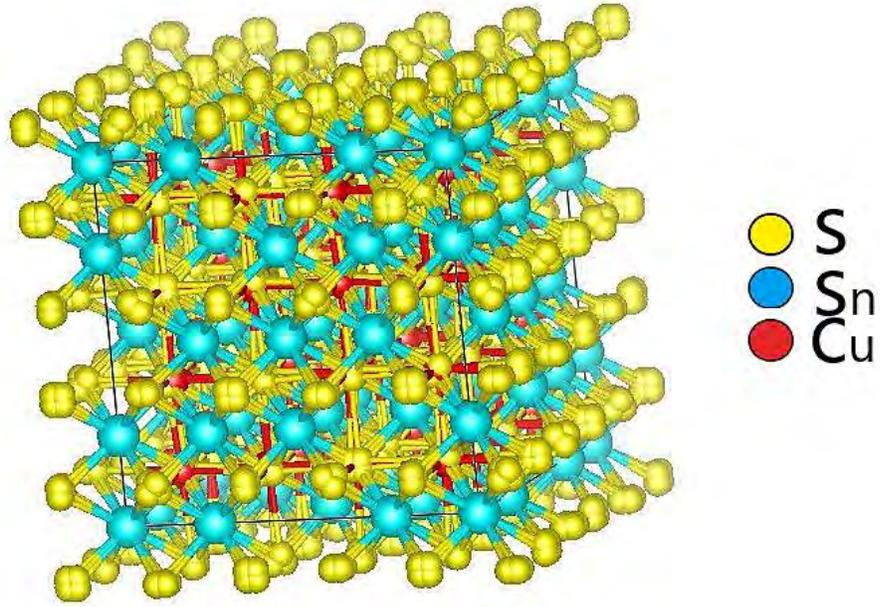


Figura 81. Estructura del  $\text{Cu}_2\text{S}_4\text{Sn}$ .

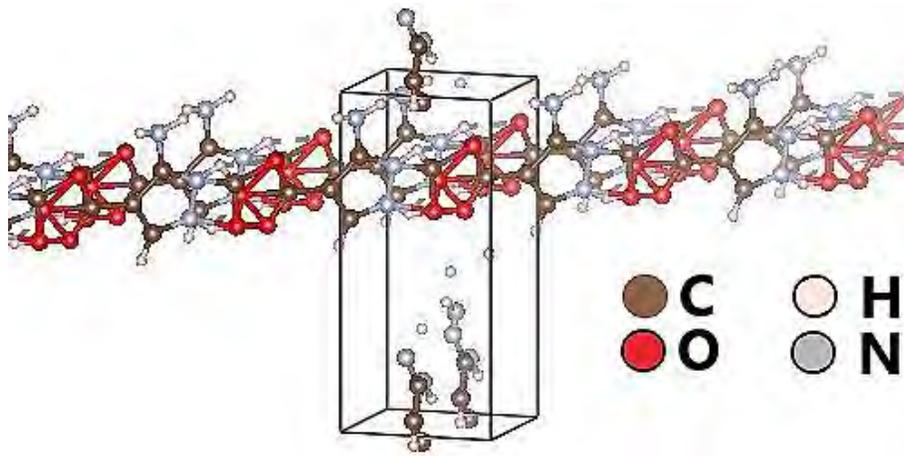


Figura 82. Estructura del  $\text{C}_4\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$ .

---

### 3.3.3 EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA VELOCIDAD DE LIXIVIACIÓN

Se evaluó la influencia de la Temperatura (parámetro variable), en la lixiviación dinámica básica, manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales del estudio son las siguientes:

#### PARÁMETRO VARIABLE:

- **Temperatura (°C):** 15, 25, 35, 45 y 55.

#### PARÁMETROS CONSTANTES:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **[CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]:** 0.15 M.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **pH:** 8.5.
- **Velocidad de agitación:** 800 rpm.

El control del efecto de temperatura en todos los estudios, se realizó mediante un termopar acoplado a una parrilla de calentamiento. El termopar permite controlar y mantener una temperatura constante del medio, con tolerancia de  $\pm 0.2$  °C.

En este sentido estudios recientes han confirmado que la temperatura es uno de los factores más importantes que influyen en el proceso de lixiviación de los metales presentes en los desechos electrónicos [15].

Los resultados obtenidos se muestran en las tablas 51, 52, 53 y 54, donde se representan el tiempo de cada experimento en minutos, la concentración en partes por millón de los metales estudiados (Cu, Au, Ni y Ag) y el porcentaje de material lixiviado con respecto a la concentración inicial de la muestra. La representación gráfica de tales resultados se observan en las figuras 83, 84, 85 y 86; mostrando el tiempo del

experimento en minutos frente a la concentración de cada elemento expresado en partes por millón y el porcentaje máximo de material lixiviado con respecto al tiempo.

**Tabla 51. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	15°C		25°C		35°C		45°C		55°C	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	Ppm	%
0	27.85	1.26	1.07	0.05	19.71	0.89	2.89	0.13	6.58	0.30
5	20.11	0.91	10.13	0.46	22.75	1.03	18.18	0.82	6.90	0.31
10	8.93	0.40	14.80	0.67	19.40	0.88	19.35	0.87	12.17	0.55
15	29.19	1.32	21.57	0.98	25.32	1.14	70.40	3.18	9.40	0.42
20	36.31	1.64	32.40	1.47	53.64	2.43	54.93	2.48	12.74	0.58
25	42.79	1.93	35.75	1.62	34.52	1.56	31.82	1.44	15.23	0.69
30	48.01	2.17	44.86	2.03	30.70	1.39	36.90	1.67	16.11	0.73
35	43.75	1.98	46.86	2.12	35.05	1.58	131.24	5.93	15.57	0.70
40	47.15	2.13	48.47	2.19	85.18	3.85	97.80	4.42	38.75	1.75
50	56.12	2.54	90.79	4.10	53.49	2.42	64.43	2.91	42.50	1.92
60	81.19	3.67	351.93	15.91	49.41	2.23	70.04	3.17	50.66	2.29
80	86.22	3.90	612.00	27.67	62.54	2.83	60.80	2.75	52.28	2.36
100	118.15	5.34	598.94	27.08	76.58	3.46	63.22	2.86	48.45	2.19
120	19.21	0.87	412.10	18.63	79.59	3.60	65.51	2.96	132.77	6.00
140	29.01	1.31	243.68	11.02	75.00	3.39	67.32	3.04	0.77	0.03
160	39.15	1.77	102.96	4.66	85.69	3.87	78.80	3.56	36.51	1.65
180	48.23	2.18	173.62	7.85	111.67	5.05	9.42	0.43	16.47	0.74
200	42.70	1.93	534.58	24.17	90.90	4.11	92.56	4.18	41.17	1.86
220	68.97	3.12	1074.18	48.57	140.11	6.33	113.15	5.12	11.36	0.51
240	66.92	3.03	172.62	7.80	137.73	6.23	105.42	4.77	12.98	0.59
1440	1733.28	78.37	1138.98	51.50	2118.18	95.77	110.33	4.99	250.92	11.34

**Tabla 52. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	15°C		25°C		35°C		45°C		55°C	
	ppm	%								
0	2.70	11.62	2.01	8.66	1.02	4.38	2.52	10.82	1.34	5.76
5	5.95	25.57	3.05	13.09	3.62	15.54	4.09	17.58	3.23	13.89
10	3.89	16.72	2.70	11.61	4.17	17.93	3.18	13.66	7.75	33.29
15	5.71	24.54	2.71	11.65	3.24	13.92	4.78	20.55	4.13	17.76
20	6.38	27.40	2.98	12.82	4.51	19.37	4.63	19.87	3.26	14.02
25	6.55	28.15	2.87	12.35	4.57	19.63	4.08	17.54	3.89	16.70
30	6.40	27.49	2.60	11.15	4.25	18.28	3.88	16.65	4.29	18.43
35	4.82	20.69	2.40	10.30	4.56	19.60	4.38	18.82	4.31	18.52
40	3.56	15.29	2.25	9.68	5.59	24.02	4.84	20.77	3.30	14.18

50	3.20	13.73	2.50	10.73	5.31	22.79	3.98	17.11	5.20	22.32
60	5.55	23.86	8.09	34.74	5.06	21.72	4.69	20.16	4.43	19.03
80	5.10	21.91	4.51	19.37	4.93	21.17	3.96	17.00	3.80	16.33
100	4.49	19.29	3.45	14.82	6.02	25.85	4.35	18.70	4.34	18.64
120	2.83	12.14	2.65	11.38	7.40	31.81	4.62	19.83	4.77	20.49
140	2.66	11.43	2.26	9.73	5.92	25.43	5.01	21.54	0.85	3.66
160	2.72	11.67	3.14	13.50	7.03	30.21	5.37	23.07	6.12	26.30
180	2.79	12.00	9.44	40.57	7.66	32.91	5.43	23.31	6.64	28.52
200	2.82	12.10	2.26	9.71	8.07	34.66	5.25	22.53	6.44	27.67
220	2.81	12.06	8.29	35.63	8.84	38.00	6.22	26.71	7.45	31.99
240	2.96	12.72	9.31	40.01	9.03	38.77	5.60	24.06	5.33	22.90
1440	13.78	59.20	10.05	43.20	14.26	61.25	4.93	21.19	19.87	85.37

*Tabla 53. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	15°C		25°C		35°C		45°C		55°C	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	19.45	2.32	1.45	0.17	5.86	0.70	1.88	0.22	16.63	1.98
5	4.62	0.55	1.23	0.15	3.21	0.38	1.52	0.18	1.75	0.21
10	2.16	0.26	1.37	0.16	2.15	0.26	1.63	0.19	2.16	0.26
15	5.18	0.62	1.49	0.18	2.53	0.30	3.33	0.40	2.74	0.33
20	5.51	0.66	1.55	0.19	4.75	0.57	2.29	0.27	3.34	0.40
25	6.34	0.76	1.59	0.19	2.68	0.32	1.99	0.24	4.86	0.58
30	6.70	0.80	1.59	0.19	2.19	0.26	2.54	0.30	9.45	1.13
35	3.70	0.44	0.87	0.10	1.98	0.24	4.88	0.58	14.75	1.76
40	2.91	0.35	0.74	0.09	4.67	0.56	2.92	0.35	45.02	5.36
50	2.70	0.32	1.44	0.17	2.82	0.34	1.71	0.20	49.40	5.88
60	7.06	0.84	1.89	0.22	2.26	0.27	2.03	0.24	72.97	8.69
80	5.54	0.66	2.42	0.29	2.19	0.26	1.43	0.17	103.35	12.31
100	4.57	0.54	2.98	0.35	2.38	0.28	0.02	0.00	108.63	12.94
120	1.96	0.23	3.63	0.43	2.17	0.26	0.02	0.00	270.98	32.28
140	1.79	0.21	4.46	0.53	6.24	0.74	0.02	0.00	2.83	0.34
160	1.70	0.20	5.06	0.60	3.21	0.38	2.33	0.28	274.69	32.72
180	1.73	0.21	0.52	0.06	3.65	0.44	2.77	0.33	381.97	45.50
200	1.62	0.19	3.31	0.39	3.97	0.47	4.34	0.52	431.83	51.44
220	1.71	0.20	2.29	0.27	3.56	0.42	3.70	0.44	409.32	48.76
240	1.93	0.23	2.60	0.31	12.18	1.45	4.70	0.56	450.01	53.61
1440	808.06	96.26	5.01	0.60	684.78	81.57	48.80	5.81	165.00	19.66

**Tabla 54. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.**

Tiempo (min)	15°C		25°C		35°C		45°C		55°C	
	ppm	%								
0	1.45	40.32	0.66	18.24	1.46	40.53	1.47	40.73	1.41	39.16
5	1.34	37.24	0.72	20.14	1.17	32.54	1.14	31.63	1.22	33.85
10	1.23	34.28	1.05	29.24	1.36	37.83	0.90	24.97	1.16	32.25
15	1.23	34.07	1.13	31.54	1.41	39.10	0.94	26.02	1.17	32.39
20	1.38	38.25	1.16	32.37	1.29	35.77	1.10	30.56	1.19	33.08
25	1.35	37.47	1.17	32.57	1.39	38.68	1.27	35.26	1.27	35.30
30	1.34	37.25	1.18	32.72	1.44	39.92	1.30	36.13	1.32	36.56
35	1.32	36.65	1.19	33.16	1.44	39.99	1.12	31.18	1.35	37.61
40	1.41	39.27	1.20	33.22	1.36	37.92	1.26	35.00	1.35	37.58
50	1.35	37.46	1.17	32.39	1.42	39.37	1.39	38.68	1.41	39.23
60	1.35	37.44	0.83	23.14	1.43	39.71	1.39	38.70	1.41	39.16
80	1.33	37.03	0.91	25.28	1.43	39.74	1.42	39.44	1.41	39.09
100	1.37	38.14	0.87	24.32	1.45	40.20	1.42	39.41	1.42	39.58
120	1.40	38.84	0.87	24.22	1.43	39.82	1.40	38.83	1.39	38.68
140	1.43	39.83	0.98	27.17	1.45	40.24	1.43	39.65	1.46	40.63
160	1.43	39.75	1.07	29.82	1.44	40.02	1.40	39.04	1.45	40.18
180	1.44	39.96	1.14	31.80	1.44	40.13	1.42	39.42	1.46	40.52
200	1.42	39.41	1.16	32.20	1.42	39.54	1.43	39.65	1.47	40.79
220	1.41	39.20	0.69	19.20	1.43	39.65	1.44	39.94	1.45	40.18
240	1.43	39.80	0.74	20.53	1.43	39.79	1.43	39.67	1.47	40.82
1440	1.11	30.73	0.83	23.07	1.07	29.88	1.42	39.47	1.21	33.66

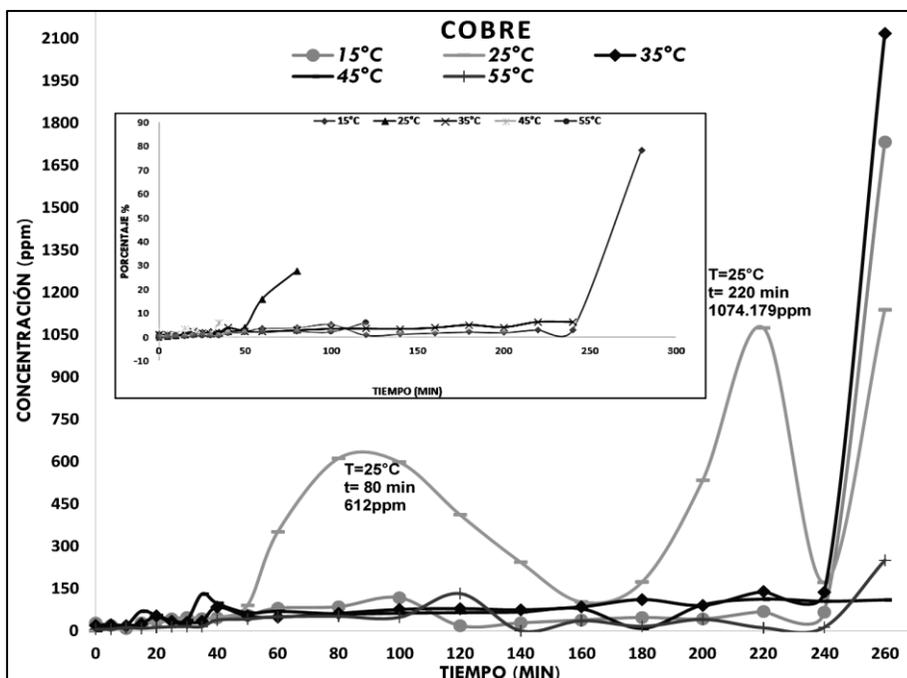


Figura 83. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.

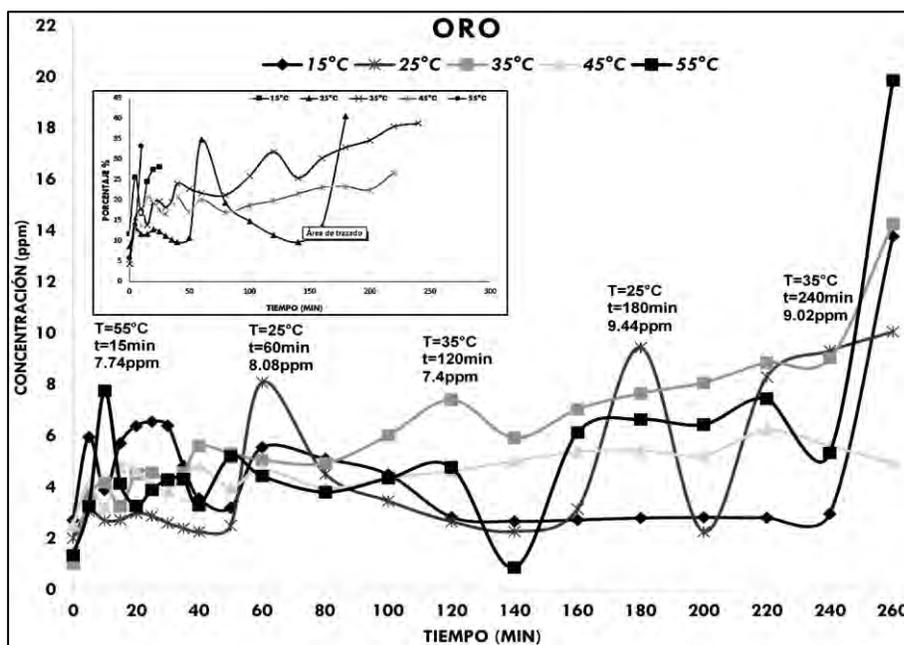


Figura 84. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.

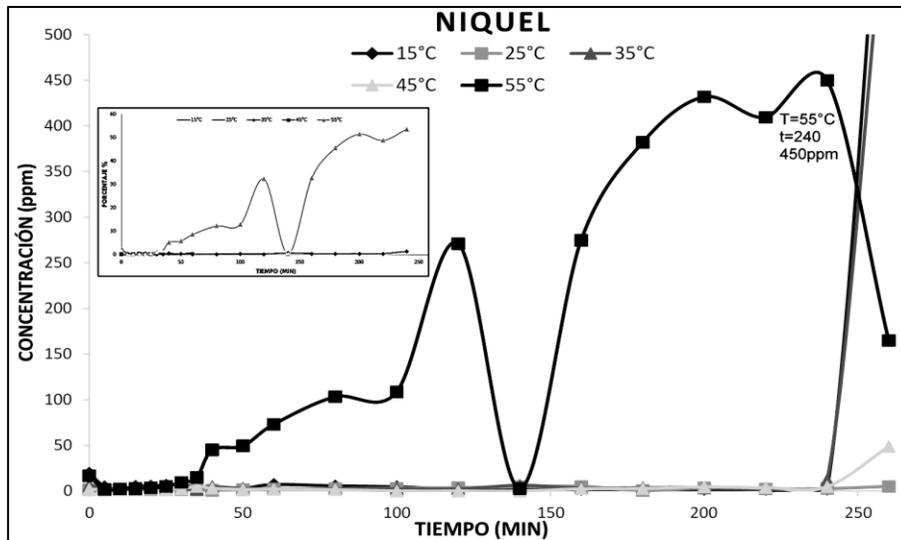


Figura 85. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.

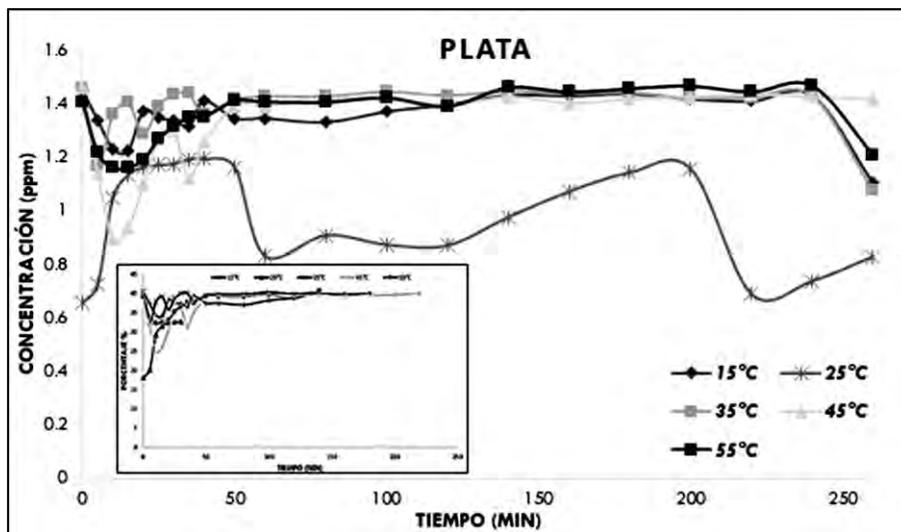


Figura 86. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes temperaturas.

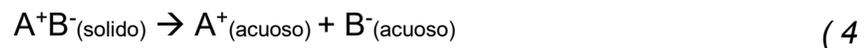
Como se visualiza en las figuras 83, 84, 85 y 86 todos los experimentos de lixiviación mostraron un comportamiento oscilatorio en las curvas, siendo estas en menor grado mostrando una tendencia a mayor concentración conforme transcurre el experimento, esto se puede visualizar en mayor grado en las curvas de la figura 84 y 85 que representan el comportamiento del oro y níquel en la solución, esto se atribuye a la

---

mejora en las condiciones de lixiviación debidas al estudio de cada efecto involucrado, además de asociarse en gran medida a que el pH de trabajo tiende a ser más estable.

La temperatura influye en la tendencia a gran escala ya que se puede visualizar que a mayores temperaturas el comportamiento es uniforme a medida que transcurre el experimento, esto no quiere decir que favorezca la lixiviación, donde, en todos los casos de estudio, la temperatura no favoreció la presencia de los metales de interés en la solución.

Esto se atribuye a la reacción global de disolución de un sólido que se representa de la siguiente manera:



Analizando a fondo el problema de la disolución de nuestros componentes sólidos, se ha llegado a establecer que primero se debe romper su estructura cristalina liberando los componentes en la solución esto se logra aportando una cierta cantidad de energía interna **U**. Una vez separados los iones metálicos, estos se hidratan y pasan a formar parte de la solución, o electrolito ( $\Delta H_H$ ).

Donde el calor de hidratación es resultado de la suma de los calores de hidratación de cada componente por separado.

$$\Sigma \Delta H_h = \Delta H_{hA} + \Delta H_{hB} \quad (5)$$

Y el calor de disolución neto será expresado:

$$\Delta H_s = \Sigma \Delta H_h - U \quad (6)$$

Esto se ve expresado en forma gráfica en la figura 87, esto también se puede ver alterado por la temperatura factor importante que reduce la brecha de la energía necesaria para lograr la solubilidad.

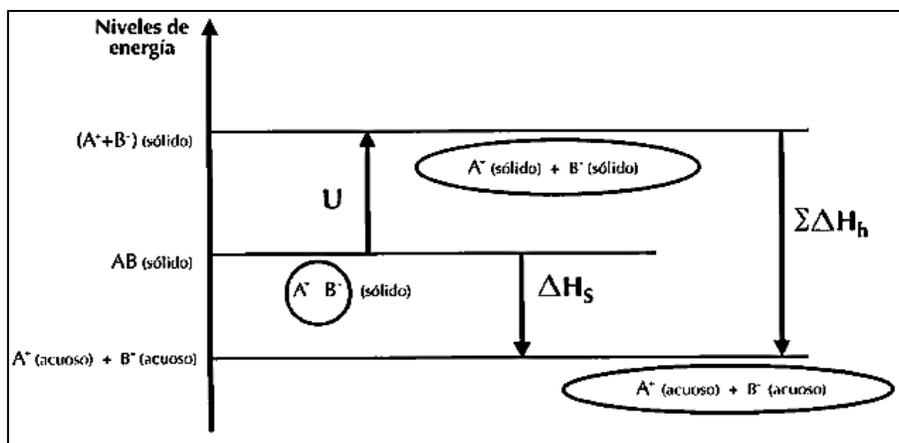


Figura 87. Aporte energético para disolver un sólido AB y pasarlo a solución:  $A^+_{(acuoso)} + B^-_{(acuoso)}$  [24].

La dependencia con la temperatura también parece indicar que en esta lixiviación la transferencia de masa es la limitante del proceso. Si las relaciones superficiales fueran las dominantes se debería observar un aumento más pronunciado del porcentaje de recuperación con la temperatura.

Se observa que la influencia de la temperatura en la absorción de agentes metálicos fue baja, logrando un porcentaje máximo de lixiviación de 38.77% de oro a un tiempo de contacto de 240 minutos, a una temperatura de 35°C, resaltando de igual manera el porcentaje de lixiviación máximo para el cobre de 6.33% a 220 minutos de experimentación, y para la plata con un porcentaje de 40.24% en un lapso de 140 minutos.

### 3.3.4 EFECTO DE LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN EN EL PROCESO DE LIXIVIACIÓN

Se evaluó la influencia de la velocidad de agitación (parámetro variable), en la lixiviación dinámica básica, variando la velocidad de agitación, y manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales del estudio son las siguientes:

#### PARÁMETRO VARIABLE:

- Velocidad de agitación (rpm): 200, 400, 600, 800, 1000.

## PARÁMETROS CONSTANTES:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **[CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]:** 0.15 M.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **pH:** 8.5.
- **Temperatura:** 35 °C.

Para lograr evaluar este efecto, se empleó un agitador de hélice con cuatro aspas de acero de cinco centímetros diámetro, regulando la velocidad mediante un controlador mecánico con una velocidad mínima de 200 rpm y máxima de 1000 rpm.

La temperatura se mantuvo constante a 35 °C con tolerancia de  $\pm 0.2$  °C, durante todo el experimento y el pH se mantuvo a 8.5 mediante la adición de NaOH.

Los resultados obtenidos en los experimentos para las distintas velocidades de agitación se muestran en las tablas 55, 56, 57 y 58, así como la distribución a través del tiempo en las figuras 88, 89, 90 y 91 donde se representan las concentraciones en cada etapa del proceso de lixiviación (ppm) y el porcentaje de lixiviado para el Cu, Au, Ni y Ag respectivamente, para las diferentes velocidades de agitación.

*Tabla 55. Concentración de cobre en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	200 rpm		400 rpm		600 rpm		800 rpm		1000 rpm	
	ppm	%	ppm	%	Ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	19.71	0.89	2.17	0.10
5	3.93	0.18	1.19	0.05	25.23	1.14	22.75	1.03	27.86	1.26
10	2.91	0.13	2.95	0.13	28.60	1.29	19.40	0.88	37.09	1.68
15	15.15	0.68	23.83	1.08	34.42	1.56	25.32	1.14	66.72	3.02
20	3.34	0.15	38.43	1.74	49.03	2.22	53.64	2.43	81.23	3.67
25	2.92	0.13	5.41	0.24	52.65	2.38	34.52	1.56	52.80	2.39
30	16.97	0.77	9.11	0.41	66.39	3.00	30.70	1.39	64.88	2.93
35	17.38	0.79	15.30	0.69	75.00	3.39	35.05	1.58	59.86	2.71
40	7.40	0.33	22.97	1.04	77.72	3.51	85.18	3.85	75.06	3.39
50	15.62	0.71	29.67	1.34	118.12	5.34	53.49	2.42	158.69	7.17

<b>60</b>	7.06	0.32	27.97	1.26	135.70	6.14	49.41	2.23	87.66	3.96
<b>80</b>	12.49	0.56	39.11	1.77	169.55	7.67	62.54	2.83	120.65	5.45
<b>100</b>	31.66	1.43	50.99	2.31	189.26	8.56	76.58	3.46	88.04	3.98
<b>120</b>	5.75	0.26	82.36	3.72	260.95	11.80	79.59	3.60	150.66	6.81
<b>140</b>	21.25	0.96	86.92	3.93	278.70	12.60	75.00	3.39	276.32	12.49
<b>160</b>	34.87	1.58	37.46	1.69	333.37	15.07	85.69	3.87	263.28	11.90
<b>180</b>	29.04	1.31	46.92	2.12	381.50	17.25	111.67	5.05	319.35	14.44
<b>200</b>	27.86	1.26	35.19	1.59	465.44	21.04	90.90	4.11	337.36	15.25
<b>220</b>	25.08	1.13	33.46	1.51	544.37	24.61	140.11	6.33	399.66	18.07
<b>240</b>	2.35	0.11	49.78	2.25	563.12	25.46	137.73	6.23	283.88	12.83
<b>1440</b>	423.68	19.16	29.46	1.33	323.17	14.61	2118.1	95.77	2.86	0.13

*Tabla 56. Concentración de oro en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	200 rpm		400 rpm		600 rpm		800 rpm		1000 rpm	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
<b>0</b>	0.44	1.91	0.70	3.00	0.49	2.12	1.02	4.38	1.07	4.58
<b>5</b>	0.70	3.03	0.93	4.00	1.31	5.62	3.62	15.54	1.35	5.78
<b>10</b>	0.69	2.98	1.00	4.31	1.60	6.88	4.17	17.93	1.65	7.10
<b>15</b>	0.68	2.94	1.07	4.59	1.97	8.46	3.24	13.92	2.24	9.61
<b>20</b>	0.62	2.66	1.09	4.70	2.13	9.15	4.51	19.37	2.71	11.66
<b>25</b>	0.64	2.74	1.15	4.96	2.17	9.33	4.57	19.63	3.08	13.23
<b>30</b>	0.74	3.20	1.21	5.20	2.22	9.55	4.25	18.28	3.10	13.33
<b>35</b>	0.57	2.47	1.25	5.37	2.25	9.66	4.56	19.60	3.26	14.00
<b>40</b>	0.55	2.36	1.33	5.70	2.21	9.48	5.59	24.02	3.38	14.54
<b>50</b>	0.60	2.58	1.47	6.33	2.50	10.75	5.31	22.79	3.61	15.51
<b>60</b>	0.65	2.81	1.40	5.99	2.77	11.92	5.06	21.72	3.57	15.34
<b>80</b>	0.71	3.06	1.00	4.28	3.03	13.01	4.93	21.17	3.24	13.92
<b>100</b>	0.61	2.64	1.34	5.75	3.19	13.73	6.02	25.85	3.77	16.19
<b>120</b>	0.64	2.74	2.05	8.80	3.72	15.99	7.40	31.81	3.40	14.63
<b>140</b>	0.63	2.72	1.65	7.11	4.07	17.47	5.92	25.43	6.02	25.84
<b>160</b>	0.76	3.27	1.34	5.76	4.43	19.04	7.03	30.21	6.56	28.20
<b>180</b>	0.68	2.92	1.05	4.53	4.95	21.25	7.66	32.91	6.69	28.73
<b>200</b>	0.72	3.11	0.78	3.35	5.38	23.11	8.07	34.66	6.97	29.96
<b>220</b>	0.72	3.09	0.82	3.54	5.71	24.51	8.84	38.00	6.77	29.08
<b>240</b>	0.82	3.54	0.76	3.28	5.84	25.10	9.03	38.77	3.72	15.97
<b>1440</b>	15.68	67.39	1.08	4.63	6.19	26.58	14.26	61.25	0.65	2.78

*Tabla 57. Concentración de níquel en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	200 rpm		400 rpm		600 rpm		800 rpm		1000 rpm	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%

0	0.55	0.07	0.00	0.00	1.20	0.14	5.86	0.70	1.96	0.23
5	0.26	0.03	0.00	0.00	1.63	0.19	3.21	0.38	1.95	0.23
10	0.19	0.02	0.00	0.00	1.61	0.19	2.15	0.26	2.13	0.25
15	1.21	0.14	0.11	0.01	1.82	0.22	2.53	0.30	1.94	0.23
20	0.08	0.01	1.01	0.12	2.25	0.27	4.75	0.57	2.33	0.28
25	0.19	0.02	1.08	0.13	2.37	0.28	2.68	0.32	2.42	0.29
30	0.78	0.09	1.07	0.13	2.69	0.32	2.19	0.26	2.70	0.32
35	0.81	0.10	0.98	0.12	2.83	0.34	1.98	0.24	2.53	0.30
40	0.38	0.04	0.11	0.01	2.86	0.34	4.67	0.56	2.70	0.32
50	0.94	0.11	0.05	0.01	3.50	0.42	2.82	0.34	3.45	0.41
60	0.31	0.04	0.06	0.01	4.17	0.50	2.26	0.27	3.61	0.43
80	0.79	0.09	0.01	0.00	5.02	0.60	2.19	0.26	3.78	0.45
100	5.24	0.62	0.67	0.08	0.05	0.01	2.38	0.28	5.63	0.67
120	1.36	0.16	2.77	0.33	0.06	0.01	2.17	0.26	5.80	0.69
140	4.03	0.48	0.98	0.12	0.07	0.01	6.24	0.74	13.52	1.61
160	12.03	1.43	1.10	0.13	8.24	0.98	3.21	0.38	13.61	1.62
180	16.37	1.95	0.99	0.12	6.93	0.83	3.65	0.44	17.62	2.10
200	17.39	2.07	0.91	0.11	10.74	1.28	3.97	0.47	18.49	2.20
220	21.51	2.56	1.00	0.12	12.12	1.44	3.56	0.42	21.49	2.56
240	7.28	0.87	0.01	0.00	12.47	1.49	12.18	1.45	27.21	3.24
1440	497.82	59.30	12.43	1.48	446.81	53.23	684.78	81.57	54.10	6.44

*Tabla 58. Concentración de plata en la solución y porcentaje de lixiviación.*

Tiempo (min)	200 rpm		400 rpm		600 rpm		800 rpm		1000 rpm	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	0.57	15.77	0.00	0.00	0.56	15.57	1.46	40.53	0.54	14.97
5	0.52	14.33	0.40	11.14	0.55	15.31	1.17	32.54	0.49	13.64
10	0.51	14.17	0.40	11.05	0.53	14.84	1.36	37.83	0.40	11.13
15	0.50	13.81	0.40	11.08	0.51	14.15	1.41	39.10	0.39	10.75
20	0.53	14.86	0.40	11.09	0.52	14.33	1.29	35.77	0.40	11.16
25	0.54	15.09	0.41	11.37	0.51	14.20	1.39	38.68	0.37	10.19
30	0.54	14.90	0.40	11.14	0.49	13.48	1.44	39.92	0.36	10.03
35	0.55	15.23	0.41	11.43	0.48	13.47	1.44	39.99	0.37	10.21
40	0.50	13.96	0.45	12.42	0.50	13.90	1.36	37.92	0.38	10.49
50	0.53	14.84	0.43	12.07	0.46	12.78	1.42	39.37	0.39	10.71
60	0.55	15.33	0.45	12.50	0.42	11.70	1.43	39.71	0.47	13.15
80	0.55	15.31	0.45	12.44	0.44	12.29	1.43	39.74	0.40	11.10
100	0.54	15.14	0.41	11.33	0.46	12.69	1.45	40.20	0.46	12.66
120	0.55	15.33	0.40	11.07	0.42	11.61	1.43	39.82	0.40	11.23
140	0.53	14.84	0.38	10.69	0.37	10.37	1.45	40.24	0.30	8.24
160	0.53	14.64	0.52	14.38	0.41	11.38	1.44	40.02	0.34	9.50

180	0.53	14.86	0.51	14.22	0.39	10.83	1.44	40.13	0.31	8.72
200	0.55	15.34	0.47	13.06	0.38	10.70	1.42	39.54	0.34	9.43
220	0.54	15.14	0.47	12.94	0.37	10.31	1.43	39.65	0.34	9.51
240	0.56	15.59	0.47	12.98	0.36	9.91	1.43	39.79	0.46	12.77
1440	0.32	8.87	0.46	12.77	0.40	11.02	1.07	29.88	0.56	15.55

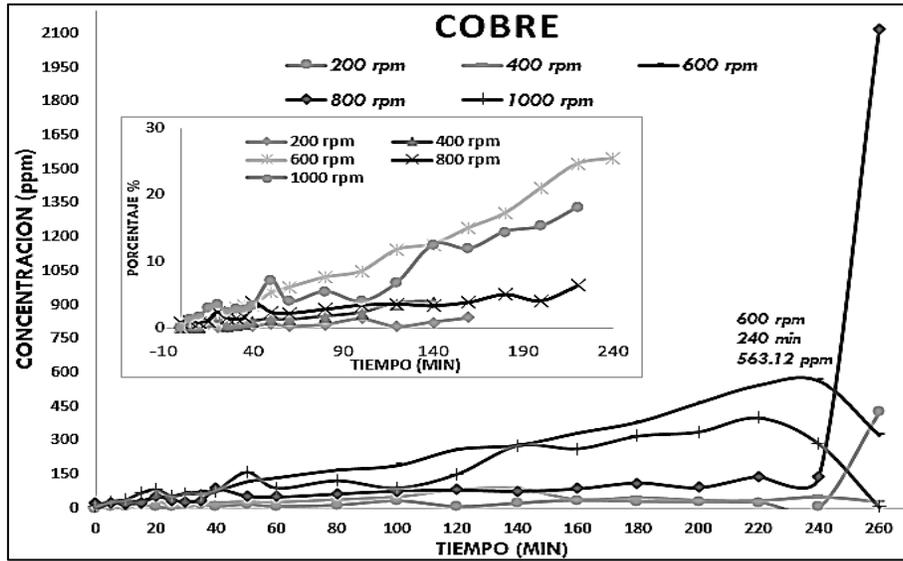


Figura 88. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.

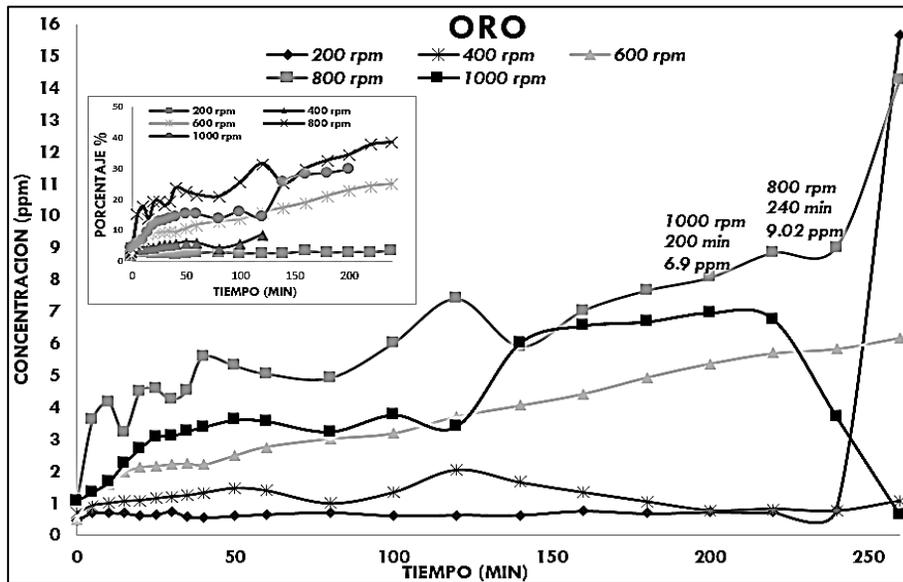


Figura 89. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.

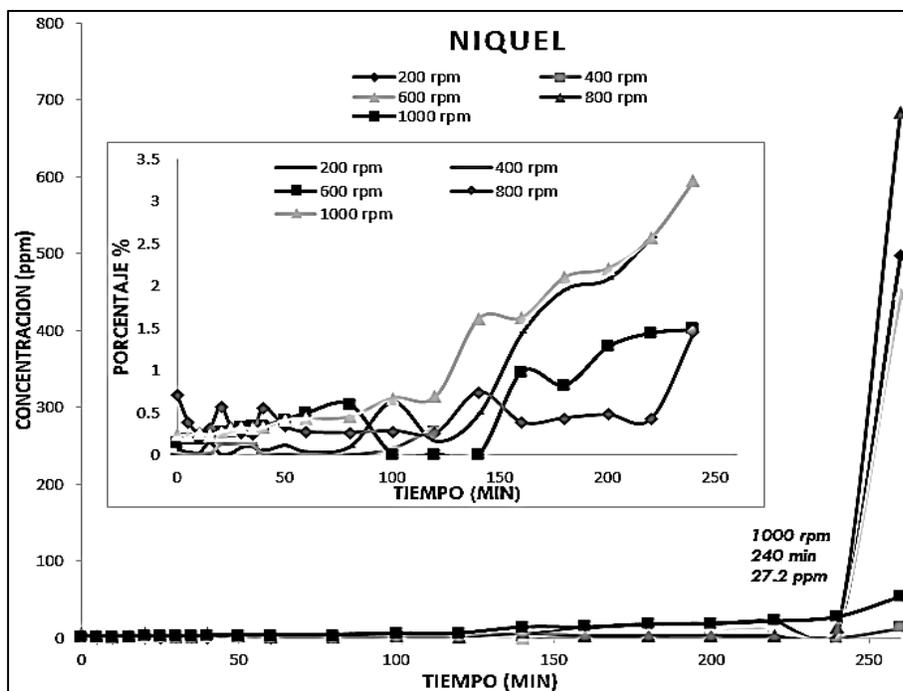


Figura 90. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.

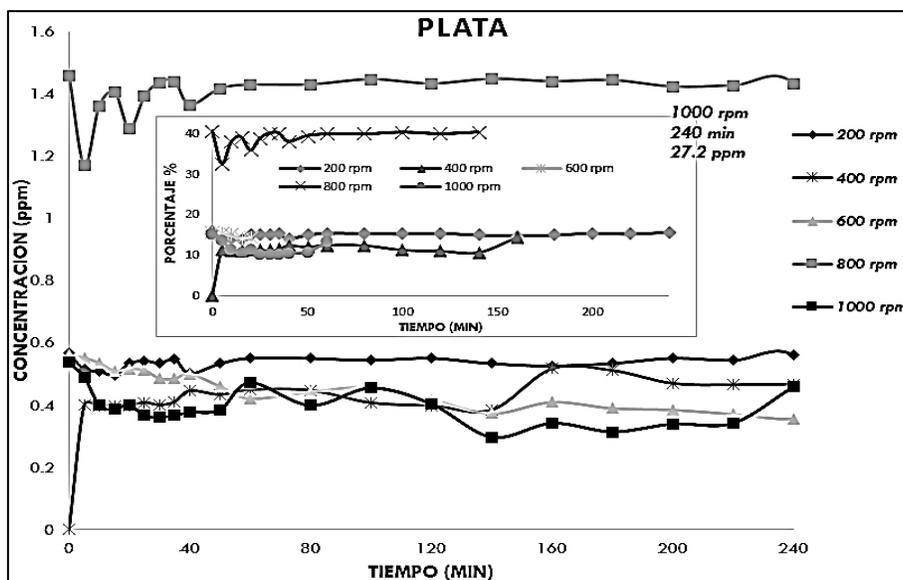


Figura 91. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a diferentes velocidades de agitación.

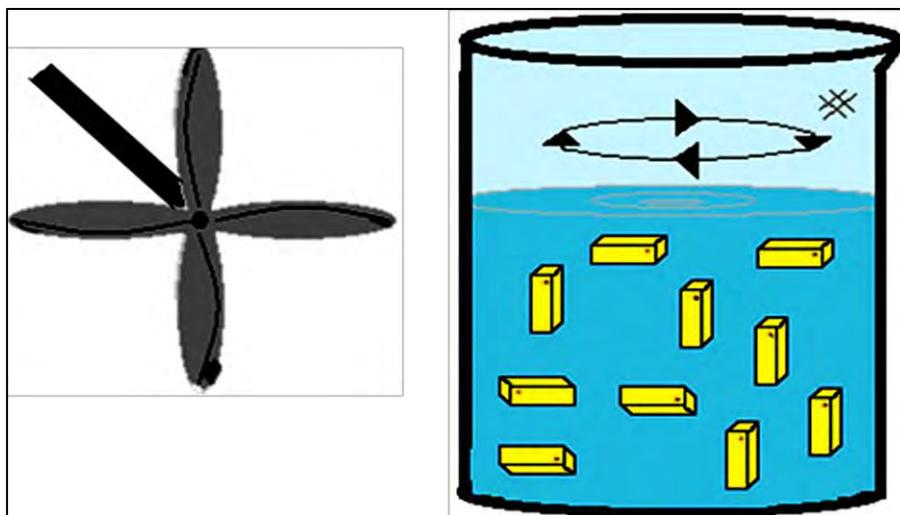
---

En este sentido estudios recientes han confirmado que la temperatura es uno de los factores más importantes que influyen en el proceso de lixiviación de los metales presentes en los desechos electrónicos [15].

Como se visualiza en las figuras 88, 89, 90 y 91 todos los experimentos de lixiviación el efecto oscilante que se ha presentado al evaluar cada efecto, se ve disminuido conforme nos acercamos a las condiciones óptimas de la lixiviación en medio Tiosemicarbazida, siendo estas oscilaciones en menor grado mostrando una tendencia a mayor concentración de metales en los licores conforme transcurre el experimento, esto se puede visualizar en mayor grado en las curvas de la figura 88 y 89 que representan el comportamiento del cobre y oro en la solución. Esto se atribuye a que la tiosemicarbazida al pH de trabajo tiende a ser más estable. La temperatura influye en estabilizar el medio y tener una lixiviación homogénea.

En general la velocidad de lixiviación de oro y cobre fueron afectadas significativamente por la velocidad de agitación en comparación con los efectos de temperatura y pH, esto atribuido a la estabilización de las condiciones en el medio, que se refleja en una mayor concentración de metales lixiviados al aumentar las revoluciones en el sistema de agitación empleado.

La visible linealidad de los datos obtenidos nos refleja que el sistema aparentemente está controlado por difusión, donde la agitación aumenta la velocidad del intercambio iónico entre el agente lixivante y las partículas metálicas (Figura 92), acelerando la adsorción y en conjunto con la estabilidad de las condiciones del medio disminuyendo la desorción de las especies presentes en forma de complejos.



*Figura 92. Esquema del medio de agitación en presencia de partículas metálicas.*

Adicional a la caracterización realizada a los licores de lixiviación, se realizó un análisis por Difracción de Rayos X de los polvos precipitados, en los experimentos a velocidades de agitación de 400 y 600 rpm, esto con el fin de identificar las fases presentes.

Se visualizan en los difractogramas representados por las figuras 93 y 94 las fases presentes en los productos sólidos de la experimentación. Se observa la presencia de azufre a velocidades altas, debido a la preferencia por complejos con el N de la cadena de la tiosemicarbazida, dificultando la formación de complejos a velocidades bajas, disminuyendo su presencia en los precipitados al aumentar la velocidad de agitación, aumentando así la interacción en la interfase, además de visualizar fases de complejos metálicos se hacen presentes principalmente a velocidades de 600 rpm ligados a complejos orgánicos con presencia de nitrógeno y oxígeno preferentes en la formación de complejos (Tabla 59).

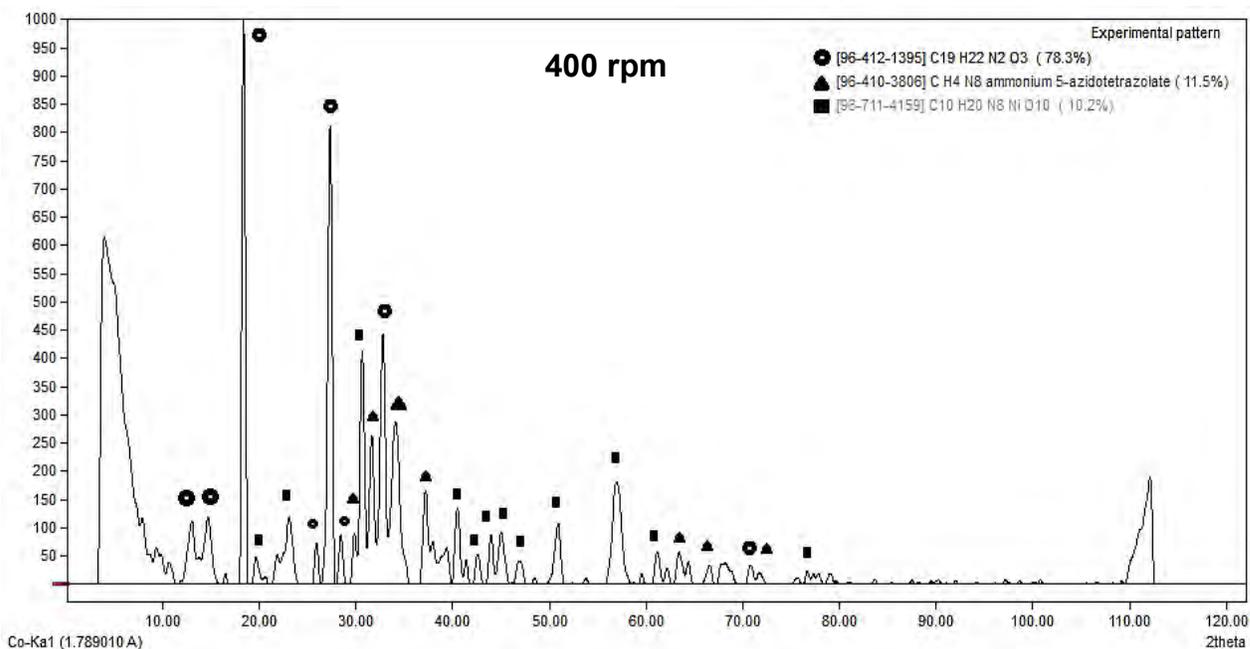


Figura 93. Difractograma de distribución de productos sólidos obtenidos a 400 rpm.

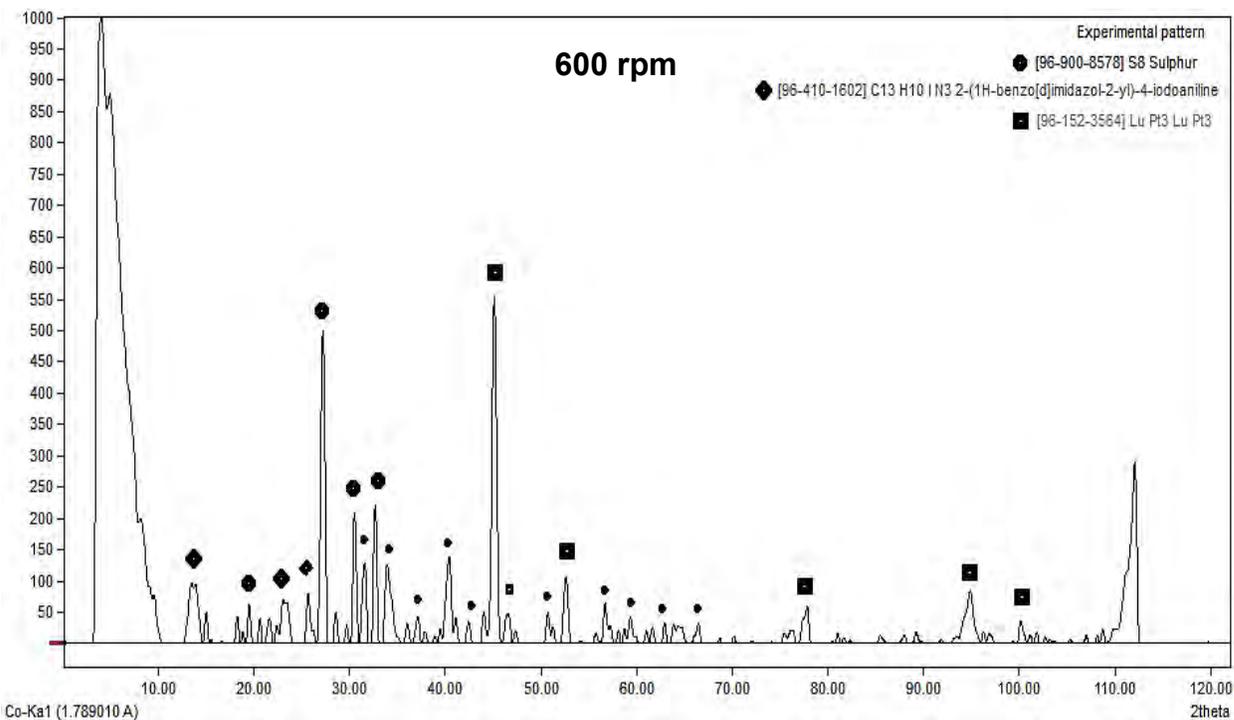


Figura 94. Difractograma de distribución de productos sólidos obtenidos a 600 rpm.

Tabla 59. Fases presentes en el análisis de DRX de los precipitados a 400 y 600 rpm.

PICO	FASE	SISTEMA CRISTALOGRAFICO	TAMAÑO DE GRANO (nm)
------	------	-------------------------	----------------------

**PRECIPITADOS A 400 rpm**

●	$C_{19}H_{22}N_2O_3$	Monoclónica	1
▲	$CH_4N_8$	Monoclónica	3
■	$C_{10}H_{20}N_8NiO_{10}$	Triclónica	7

**PRECIPITADOS A 600 rpm**

●	$S_8$	Ortorrómbica	7
◆	$C_{13}H_{10}IN_3$	Monoclónica	7
■	$LuPt_3$	Cubica	5

De la tabla 59 podemos representar las estructuras cristalinas de cada fase presente donde en la figura 95 y 96 se presentan las fases presentes en los precipitados a velocidades de 400 y 600 rpm.

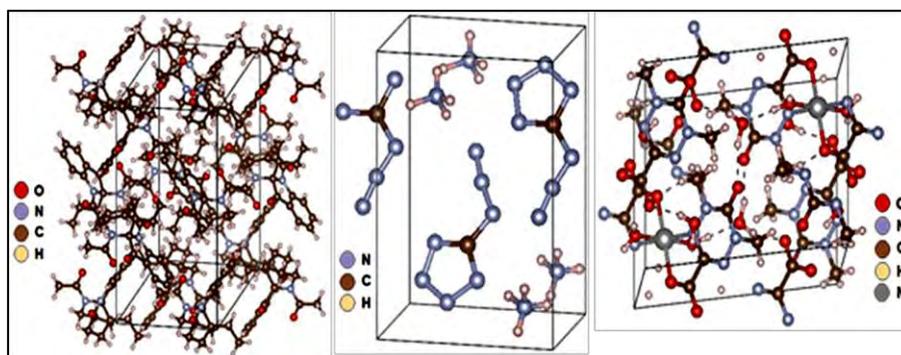


Figura 95. Estructuras presentes en precipitados a una velocidad de agitación de 400 rpm. a)  $C_{19}H_{22}N_2O_3$ , b)  $CH_4N_8$ , c)  $C_{10}H_{20}N_8NiO_{10}$ .

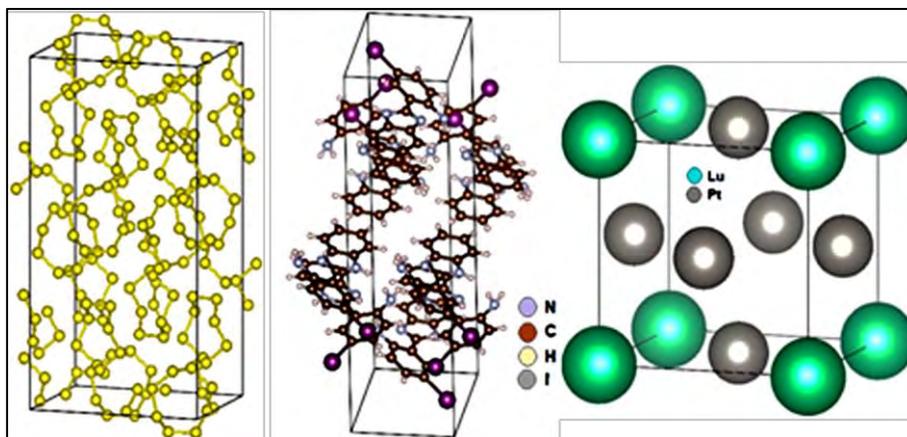


Figura 96. Estructuras presentes en precipitados a una velocidad de agitación de 600 rpm. a)  $S_8$ , b)  $C_{13}H_{10}IN_3$ , c)  $LuPt_3$ .

Como se observa las estructuras en su mayoría favorecen la formación de enlaces pentadentadas, en forma de anillos, aunque en la mayoría de las estructuras precipitadas no existe la presencia del ion metálico, esto garantizando la formación de complejos dentro de los licores de lixiviación con los diferentes metales presentes en la muestra original.

Por otro lado, adicionalmente a la caracterización realizada por DRX, se efectuó un análisis complementario por técnicas microscópicas para analizar la morfología de los precipitados, esto en conjunción con un microanálisis localizado por dispersión de energías.

Como resultado de dicha caracterización nos permiten visualizar una estructura totalmente aglomerada con presencia azufre y compuestos orgánicos (C-H) donde se pueden percibir trazas de metales como níquel y estaño presentes en los componentes electrónicos.

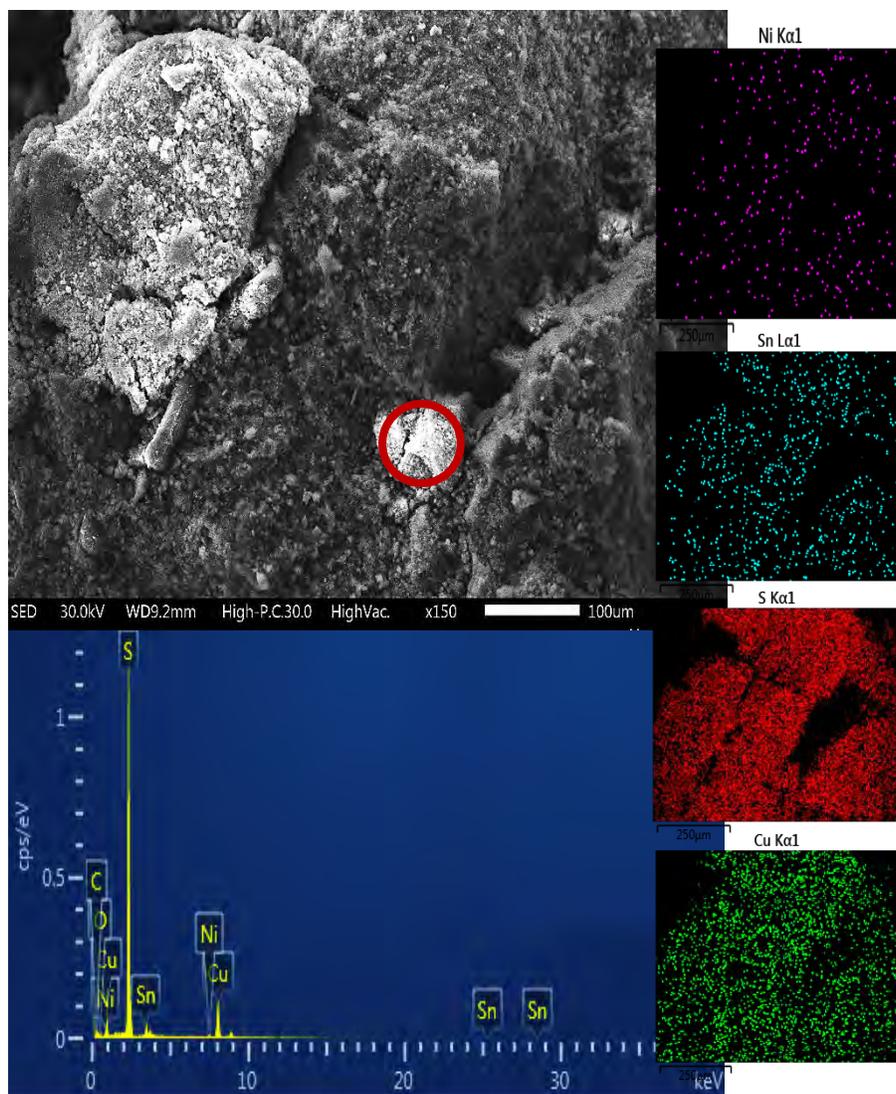


Figura 97. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a velocidad de agitación de 600 rpm.

Tabla 60. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a velocidad de agitación de 600 rpm efectuado por análisis de EDS (Zona I).

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Atomic %
<b>C</b>	K series	2.92	0.02918	31.59	6.55
<b>O</b>	K series	2.14	0.00720	5.48	1.39
<b>S</b>	K series	50.02	0.43090	41.50	4.02
<b>Ni</b>	K series	0.83	0.00834	0.72	0.19
<b>Cu</b>	K series	17.11	0.17112	15.37	1.54
<b>Sn</b>	L series	4.97	0.04967	5.33	0.64
<b>Total:</b>				100.00	

---

### 3.3.5 OBTENCIÓN DE CONDICIONES ÓPTIMAS DE LIXIVIACIÓN DINÁMICA BÁSICA EN MEDIO TIOSEMICARBAZIDA

De manera concisa se logró mediante la evaluación de cada uno de los factores que afectan la velocidad de lixiviación en este medio por separado, encontrar las condiciones de máxima formación de complejos en solución, obteniendo la mayor lixiviación de metales analizados para este estudio (Au, Cu, Ni y Ag) bajo las siguientes condiciones de experimentación:

#### PARÁMETROS CONSTANTES:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **[CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]:** 0.15 M.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **pH:** 8.5.
- **Temperatura:** 35 °C.
- **Velocidad de Agitación:** 800 rpm.

De esta manera cabe resaltar la suma importancia de los métodos hidrotermales, la cual, radica en la capacidad de adaptarse a cada condición del proceso de extracción enfocada a diversos tipos de materiales y/o minerales. En el cual los elementos que interactúan con los metales de interés juegan un papel muy importante en la selectividad del agente lixivante y por ende en la eficiencia de lixiviación de estos. En la tabla 61 se muestran diversos métodos de lixiviación empleados en los últimos años, donde sumado a las ventajas y desventajas en cada proceso, se encuentra las aportaciones que cada proceso ha realizado al hidrometalurgia extractiva, facilitando la investigación de nuevos agentes y condiciones de extracción sustentables, eficientes y económicos.

<b>Autor</b>	<b>Sistema de lixiviación</b>	<b>Tiempo</b>	<b>pH</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Concentración</b>	<b>Porcentajes de lixiviación</b>
<b>D. Zippieran et al [49]</b>	Tiosulfato de Amonio	2 h	8.5-9.5	50 °C	0.1 M	80% Ag 90% Au
<b>Langhans et al [50]</b>	Tiosulfato catalizada por cobre in- situ	48 h	9.5	60 °C	0.2-0.3 M	83% Au
<b>A. Dadgar et al [51]</b>	Cianuro (sin Cu)	1 h	11	80 °C	1 M	81.4 - 95% Au
<b>Batric Pesic y Rodney H. [52]</b>	Bromo en disco giratorio	1 h	3.7-4.2	15-40 °C	0.0068-0.0204 M	31.9 - 38.85% Au
<b>Morteza Baghalha et al [53]</b>	Cloruro - Hipoclorito	46 h	4-11	25 °C	0.1 M	58% Au
<b>G.V.K. Puvvada et al [54]</b>	Hipoclorito de sodio y Cloruro de sodio	4 h	4.5 - 7	150 °C	0.35 M	90% Au y 92.5% Ag
<b>T. Groenewald et al [55]</b>	Acida de Tiourea y Formaldehido	0.5 h	5.5	25 °C	0.1 M Tio / 0.01 M Metanal	96% Au
<b>S. Örgül et al [56]</b>	Tiourea / Sulfato Férrico	6 h	1.35	25 °C	1 M Tio / 2 M Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	85.8% Au

Las condiciones del proceso se efectuaron por un lapso de cuatro horas obteniendo los datos reflejados en la tabla 62, donde se dan a conocer las concentraciones de lixiviación en cada etapa del proceso en partes por millón para los elementos Cu, Au, Ni y Ag, así como el porcentaje de lixiviación en cada etapa. Adicional a esto se encuentran los gráficos (figura 98, 99, 100 y 101) que muestran el comportamiento del metal en la solución en cada etapa del proceso así como el máximo porcentaje de lixiviación para Cu, Au, Ni y Ag respectivamente.

Tabla 62. Concentraciones y porcentaje de lixiviación bajo condiciones óptimas.

Tiempo (min)	Cobre		Oro		Níquel		Plata	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
0	30.80	1.39	5.75	24.79	24.43	2.90	1.47	40.79
5	69.05	3.12	5.83	25.16	11.77	1.40	1.46	40.69
10	104.48	4.72	5.99	25.84	2.04	0.24	1.46	40.48
15	23.65	1.07	6.29	27.12	2.87	0.34	1.45	40.39
20	16.39	0.74	6.49	28.00	0.55	0.07	1.41	39.18
25	27.94	1.26	6.77	29.22	1.50	0.18	1.36	37.80
30	42.38	1.92	7.04	30.37	1.08	0.13	1.31	36.45
35	105.22	4.76	7.45	32.14	1.04	0.12	1.42	39.42
40	81.20	3.67	8.19	35.31	1.18	0.14	1.40	38.82
50	166.71	7.54	9.21	39.73	6.61	0.78	1.35	37.44
60	138.01	6.24	7.08	30.53	1.28	0.15	1.42	39.52
80	174.62	7.89	6.07	26.20	2.23	0.27	1.29	35.78
100	846.54	38.27	14.83	63.95	17.71	2.10	1.23	34.31
120	897.60	40.58	20.89	90.09	4.72	0.56	1.28	35.62
140	1134.64	51.30	16.94	73.07	10.68	1.27	1.28	35.58
160	784.72	35.48	16.67	71.90	56.01	6.65	1.01	28.09
180	720.89	32.59	22.20	95.77	69.58	8.26	1.37	37.98
200	953.47	43.11	18.20	78.49	98.12	11.65	1.21	33.59
220	1718.18	77.68	15.73	67.84	90.23	10.71	1.29	35.93
240	1397.59	63.19	17.58	75.84	101.50	12.05	1.17	32.51
1440	115.29	5.21	11.31	48.79	6.17	0.73	1.44	39.99

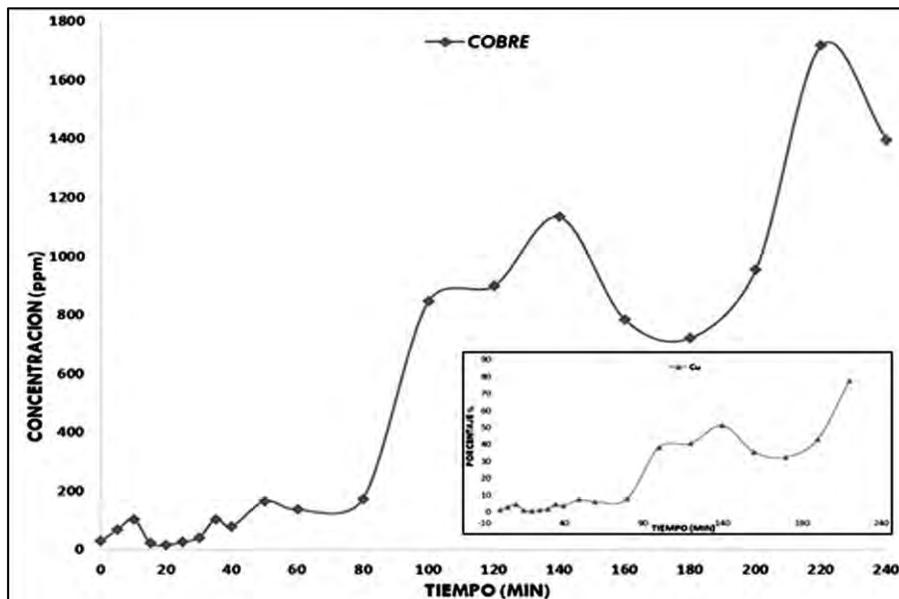


Figura 98. Dependencia de la concentración de cobre en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas.

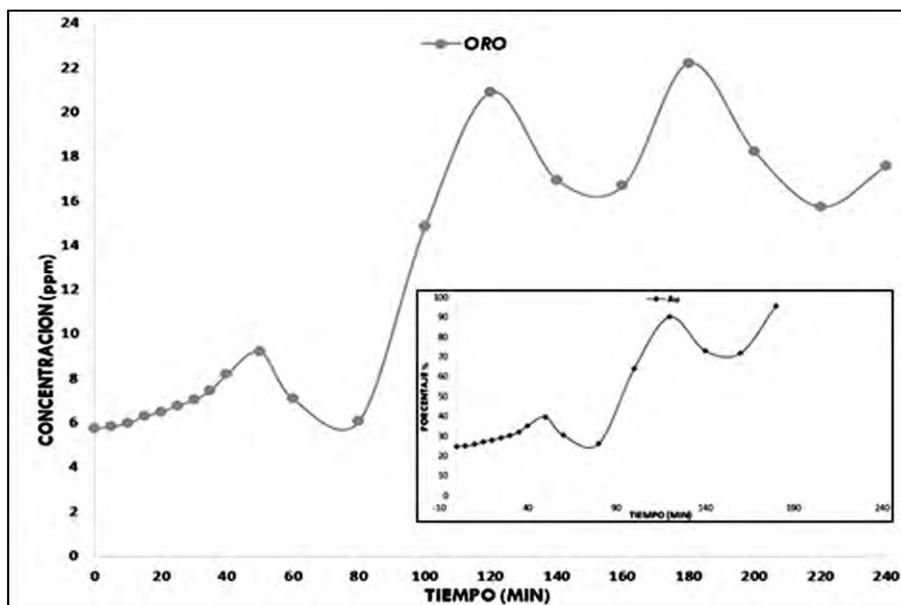


Figura 99. Dependencia de la concentración de oro en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas.

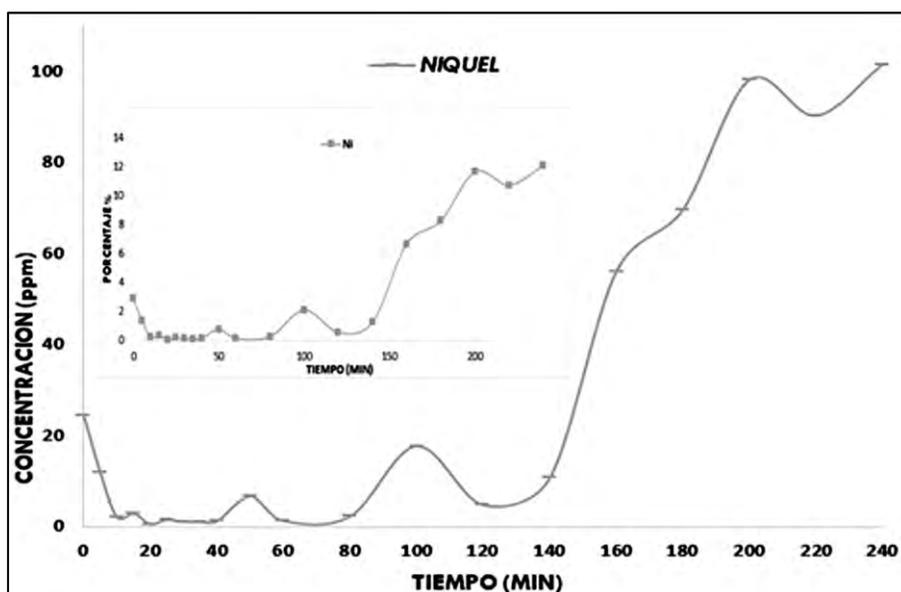


Figura 100. Dependencia de la concentración de níquel en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas.

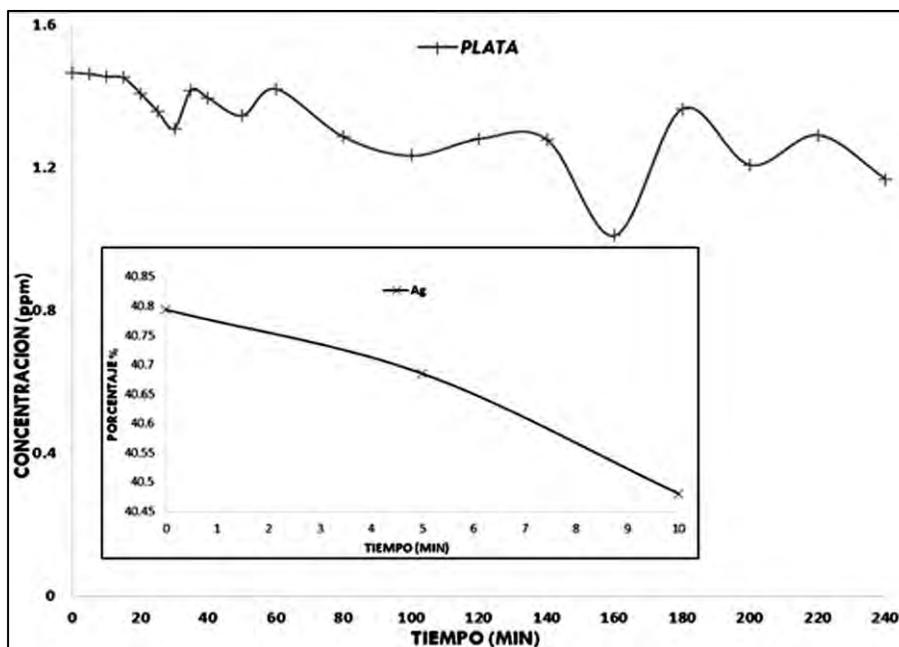


Figura 101. Dependencia de la concentración de plata en función del tiempo de ataque a condiciones óptimas.

Como se visualiza en las figuras 99, 99, 100 y 101 todos los experimentos de lixiviación se presentó un efecto oscilante, aunque la tendencia del aumento de la concentración de los metales de interés en los licores de lixiviación fue notoria, donde, se presentaron concentraciones óptimas de lixiviación, siendo para Au de 22.20 ppm, 1718.18 ppm para Cu, 11.65 ppm para Ni y de 1.47 para Ag, con porcentajes de lixiviación de 95.77, 77.68, 12.05 y 40.76% para Cu, Au, Ni y Ag respectivamente.

Adicional al análisis de los licores, productos de la lixiviación, se caracterizó los productos sólidos precipitados durante la experimentación por MEB-EDS, obteniendo los resultados presentes en la figura 102.

Donde podemos percibir una alta concentración de azufre en la solución, podríamos atribuir la presencia de trazas de oro y cobre, a la excelente adsorción de los iones en solución y la posibilidad de formación de complejos poco estables con el azufre y oxígeno del medio.

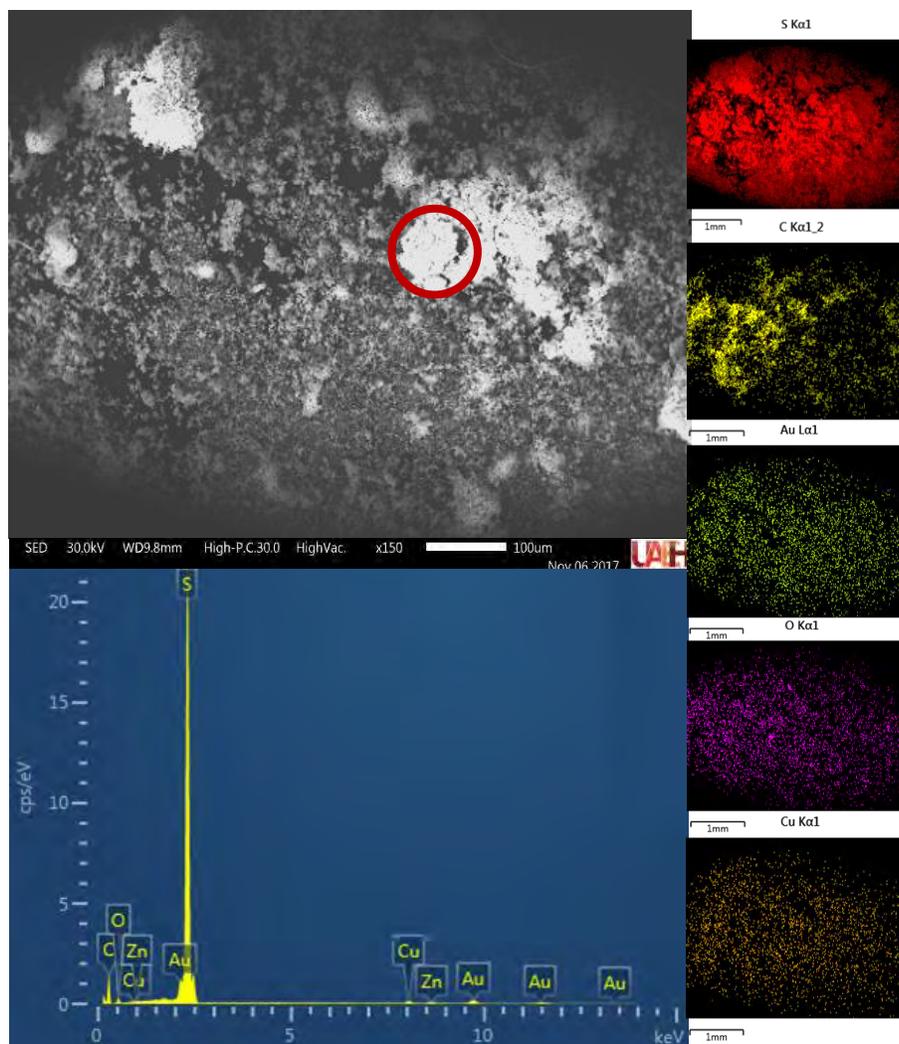


Figura 102. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a condiciones óptimas.

Tabla 63. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a condiciones óptimas efectuado por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction			Acc.Volt.= 30 kV		Take-off
Angle=42.73 deg			Number of Iterations = 3		
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
C-K	K series	2.92	60.09	60.10	+/-3.55
O-K	K series	2.14	5.072	4.98	+/-0.39
S-K	K series	50.02	28.90	29.40	+/-1.72
Au-L	L series	1.002	4.18	4.3	+/-0.16
Cu-K	K series	0.807	0.83	0.7	+/-0.42
<b>Total</b>			100	100	

---

Adicional a la experimentación realizada bajo las condiciones óptimas de estudio se efectuó una experimentación adicional, esto con el fin de lograr la formación de micelas en los precipitados sólidos, generando un tamaño de partícula homogéneo.

Esto se logró por medio de un sistema de dos soluciones, dicho sistema consistió en una solución en la cual el agente tiosemicarbazida fuera soluble, y otra solución inmisible en la primera para lograr separar las partículas precipitadas.

Para tal fin se realizaron pruebas de solubilidad reportadas en la tabla 64

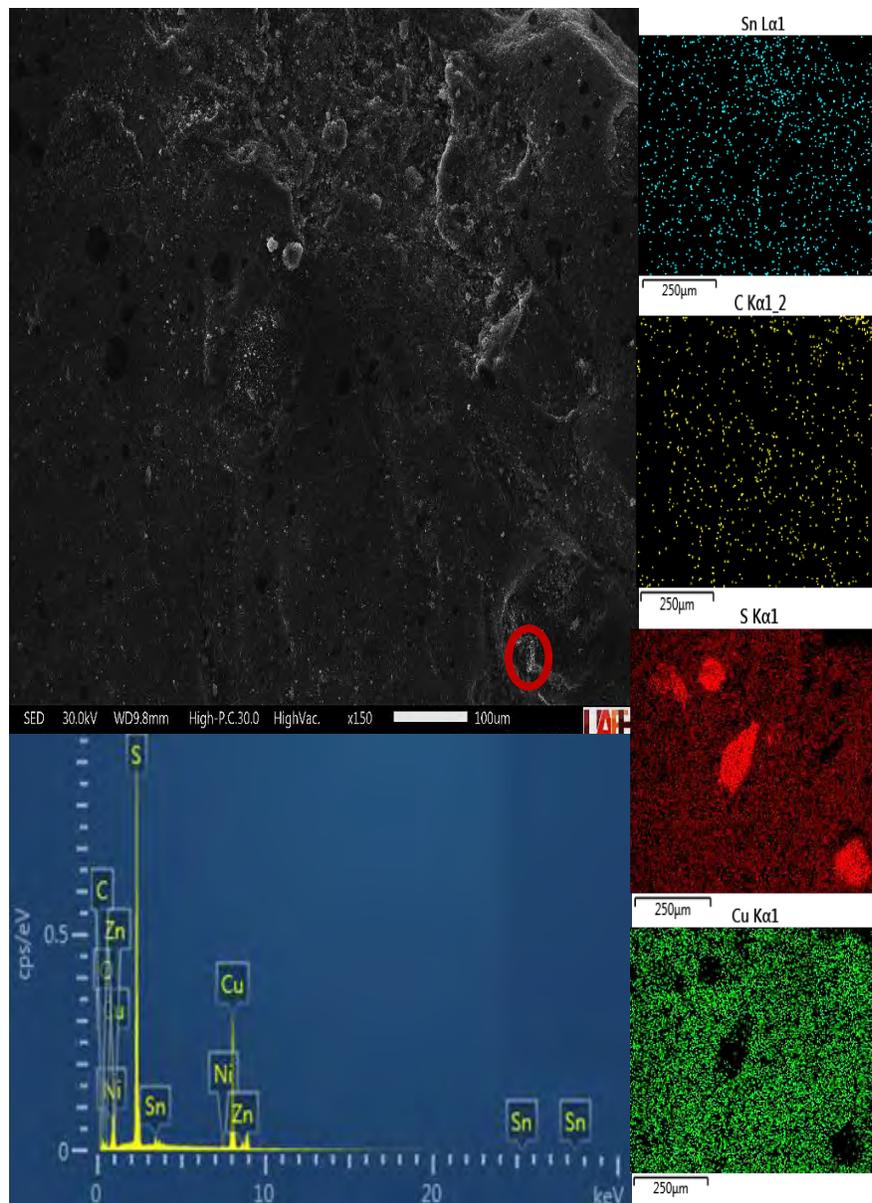
*Tabla 64. Pruebas de Solubilidad.*

AGENTE LIXIVIANTE	REACTIVO SOLUBLE	RESULTADO
Tiosemicarbazida	Hexano	Insoluble
	Acetato de Etilo	Insoluble
	Dicloro Metano	Insoluble
	Acetona	Insoluble
	Dimetil Formamida (DMF)	Soluble
	Tetrahidrofurano	Insoluble

Se seleccionó una mezcla inmisible de 100 ml de Dimetil Formamida (DMF) en 400 ml de hexano a condiciones controladas de:

- **Volumen de solución:** 500 ml.
- **Masa de muestra:** 10 g.
- **[CH<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S]:** 0.15 M.
- **Presión parcial de oxígeno [O<sub>2</sub>]:** 1 atm.
- **Temperatura:** 35 °C.
- **Velocidad de Agitación:** 800 rpm.

El pH reportado para este experimento presentó un valor de 7.5 +/- 0.5, los precipitados fueron caracterizados mediante MEB-EDS obteniendo los resultados presentados en la figura 103.



*Figura 103. Micrografía, mapeo y espectro EDS de los precipitados presentes a condiciones óptimas en medio Hexano-DMF.*

Donde es posible visualizar que la composición del sólido presenta una mayor cantidad de cobre presente esto se atribuye a que el medio encapsula los complejos formados, dichos compuestos atribuidos al exceso de azufre que se logró precipitar, estos compuestos logran su estabilidad al ser inmiscibles de nuevo en la solución logrando conservarse por más tiempo en forma de partícula.

Tabla 65. Datos del porcentaje en peso de los precipitados a condiciones óptimas en medio Hexano-DMF efectuado por análisis de EDS (Zona I).

PROZA Correction		Acc.Volt.= 30 kV		Take-off	
Angle=42.73 deg		Number of Iterations = 3			
Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
<b>C</b>	K series	3.47	0.03474	26.39	3.48
<b>O</b>	K series	3.82	0.01284	6.41	0.72
<b>S</b>	K series	38.19	0.32901	30.28	1.46
<b>Ni</b>	K series	0.45	0.00451	0.30	0.10
<b>Cu</b>	K series	46.25	0.46246	32.78	1.59
<b>Zn</b>	K series	2.02	0.02022	1.43	0.18
<b>Sn</b>	L series	2.88	0.02883	2.41	0.23
<b>Total:</b>				100.00	

La formación de un tamaño de grano homogénea se dificultó debido a la dificultad de evaporar el solvente (DMF), caracterizando los productos sólidos, se encontraron altas cantidades de cobre precipitado en forma de complejos con azufre del agente lixivante.

La cantidad de aglomerados se vio disminuida, pero no fue óptima, esto reflejado en la baja concentración de micelas.

---

## CONCLUSIONES

La tiosemicarbazida como agente en la lixiviación de oro presente en las placas de circuitos impresos de desecho es un enfoque que ha tratado de salvar el medio ambiente a partir del comportamiento de los metales peligrosos de PCI's, así como para recuperar los valores agregados de estas. Sobre la base de este estudio se llegó a las siguientes conclusiones:

1.- En la caracterización realizada por MEB-EDS de los circuitos impresos previos a la lixiviación, se determinaron que el máximo porcentaje de oro se encontró en las piezas provenientes del procesador con un 99.43% de Au presente, siendo el principal agente de interés. Con esta información se pudo definir cuáles de las zonas serán las óptimas en el estudio de extracción de este material, además de obtener imágenes referentes a la morfología de dichas piezas caracterizadas.

2.- En la caracterización por microscopia metalográfica se observó la distribución de la composición del material y con esto mejorar la información de cómo interactúa el Au en el material presente en forma de un fino recubrimiento a una matriz de aleaciones de Cu-Ni.

3.- Los pines de los circuitos impresos de computadoras se consideran una estructura multielemental, debido a esto se identificaron estructuras complejas en el análisis efectuado por difracción de rayos X; dicha composición está directamente relacionada con su aplicación. En esta caracterización se identificaron las fases monoclinica, cubica y ortorrómbica en forma de telururos de oro y plata, aleaciones de cobre – níquel y cobre – estroncio, logrando un punto de comparación con las fases que se formen posterior a los procesos de lixiviación de los componentes metálicos presentes en la chatarra electrónica.

4.- Al caracterizar la muestra digerida por ICP se logró cuantificar la concentración real de partida, obteniendo concentraciones de 23.27, 3.59, 842.16 y 2275.93 ppm para Au, Ag, Ni y Cu respectivamente, metales de interés en este estudio.

---

5.- La influencia del efecto de la concentración de agente lixiviante (tiosemicarbazida) es notable entre cada experimento logrando mayores porcentajes de lixiviación de oro a 0.05 y 0.15 M dando porcentajes de recuperación de oro máximos de 42.8 y 28.8 % respectivamente en tiempos máximos de 160 y 100 minutos.

6.- Al evaluar el efecto del pH la mayor absorción de agentes metálicos se produjo a un pH de 8.5, logrando un porcentaje máximo de lixiviación de 40.56% de oro a un tiempo de contacto de 180 minutos, resaltando de igual manera el porcentaje de lixiviación máximo para el cobre de 48.56% a 220 minutos de transcurrido el experimento, y para la plata con un porcentaje de 33.21% en un lapso de 40 minutos.

7.- La influencia de la temperatura en la absorción de agentes metálicos fue baja, logrando un porcentaje máximo de lixiviación de 38.77% de oro a un tiempo de contacto de 240 minutos, a una temperatura de 35°C, resaltando de igual manera el porcentaje de lixiviación máximo para el cobre de 6.33% a 220 minutos de transcurrido el experimento, y para la plata con un porcentaje de 40.24% en un lapso de 140 minutos.

8.- Al evaluar el efecto velocidad de agitación refleja que el sistema aparentemente está controlado por difusión, donde la transferencia de masa limita la reacción de lixiviación, sustentado en que a mayores velocidades de agitación, la cantidad de metales en los licores aumenta, obteniendo un porcentaje de lixiviación de oro máximo de 38.77 % a 240 minutos de experimentación a una velocidad de agitación de 800 rpm, donde para cobre se obtuvo un porcentaje máximo de lixiviación de 25.46 % a 240 minutos de experimentación a una velocidad de agitación de 600 rpm, y para plata de 40.24 % a 140 minutos de experimentación a una velocidad de agitación de 800 rpm.

9.- Se logró evaluar las condiciones óptimas del proceso de lixiviación dinámica básica en medio tiosemicarbazida-oxígeno en condiciones controladas de  $[CH_5N_3S]= 0.15 M$ ,  $ph= 8.5$ ,  $T= 35^{\circ}C$ , velocidad de agitación de 800 rpm, por un tiempo de 4 h. logrando obtener una lixiviación máxima de Au de 95.77% a un tiempo de 180 min, para Cu de

---

77.68% a un tiempo de 220 min, para el Ni de 12.05% a un tiempo de 240 min y para la plata de 39.99% a 1440 min.

10.- Se evaluó bajo las mismas condiciones un medio tiosemicarbazida-hexano-DMF para controlar el tamaño de partícula obteniendo una mayor precipitación de cobre y disminuyendo significativamente la formación de aglomerados en los precipitados.

---

---

## REFERENCIAS

- [1] P. C. Reyes Amador, J. F. Montiel Hernández, M. I. Reyes Valderrama, I. Rivera Landero y F. Patiño Cardona, «Recuperación de Cu, Ni y Au contenidos en los desechos electrónicos, vía lixiviación en el sistema H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-O<sub>2</sub>,» Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales., pp. 220-224, 2013.
- [2] L. Jianzhi, S. Puneet, Z. Gao y Z. Hong-Chao, «Printed Circuit Board Recycling: A State of the Art Survey,» IEEE transactions on electronics packaging manufacturing, Vol. 27, No. 1, pp. 33-42, 2016.
- [3] J. F. Montiel Hernández, M. I. Reyes Valderrama, I. Rivera Landero, F. Patiño Cardona y J. Hernández Ávila, «Recuperación de Au, Cu, Ni Y Zn contenidos en desechos electrónicos. Lixiviación dinámica ácida en el sistema H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-O<sub>2</sub>. Efecto de la concentración de H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>,» Memorias de 48° Congreso Mexicano de Química., pp. 13-15, 2013.
- [4] Z. Yanhua, L. Shili, X. Henghua y Z. Xianlai, «Current status on leaching precious metals from waste printed circuit boards,» Procedia Environmental Sciences 16, p. 560–568, 2012.
- [5] Gámez S. y De la Torre E., «Recuperación de Oro a Partir de Minerales Polisulfurados con Soluciones Amoniacales de Tiosulfato de Sodio,» Politécnica, 2015.
- [6] A. Moura Bernardes, H. Marcelo Veit y P. Halmenschlager Petter Melo, «Leaching of gold and silver from printed circuit board of mobile phones,» Escola de Minas, vol. 68, núm. 1, pp. 61-68, 2015.
- [7] M. A. Mesinas Romero, I. Rivera Landero, M. I. Reyes Valderrama y M. Pérez Labra, «Caracterización de Circuitos Impresos de Computadoras y Lixiviación de Metales en medio O<sub>2</sub>-S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-,» Congreso Internacional de Investigación Academia Journals en Ciencias y Sustentabilidad, pp. 1775-1780, 2015.
- [8] M. P. Luda, «Recycling of Printed Circuit Boards,» Integrated Waste Management - Volume II, pp. 285-296, 2011.
- [9] L. Rojas Bracho, A. Gavilán García, V. Alcántara Concepción y F. Cano Robles, «Los Residuos Electrónicos en México y el Mundo,» Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático, México, 2014.
- [10] T. Abhishek, K. Manoj, S. D.C., A. Archana, C. Sanchita y M. T. R., «Leaching of Gold from the Waste Mobile Phone Printed Circuit Boards (PCBs) with Ammonium Thiosulphate,» International Journal of Metallurgical Engineering, pp. 17-21, 2012.

- 
- [11] J. F. Montiel Hernandez, M. I. Reyes Valderrama y I. Rivera Landero, Lixiviación dinámica ácida de desechos electrónicos en el sistema H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-O<sub>2</sub>. Obtención de oro metálico y recuperación electrolítica de Cu, Ni y Zn., Mineral de la Reforma: Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 2015.
- [12] J. M. Ramírez Pelcastre y I. Rivera Landero, Recuperación de Oro a partir de la Chatarra electrónica, Mineral de la Reforma, Hidalgo: Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo., 2008.
- [13] G. Juárez López, I. Rivera Landero y F. Patino Cardona, Cinética de precipitación de plata y oro en los sistemas Ag-CN-S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-O<sub>2</sub> y Au-S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-O<sub>2</sub>, Mineral de la Reforma, Hidalgo: Universidad Autónoma del Estado De Hidalgo, 2007.
- [14] M. C. Cordero, J. I. Gialonardo, F. Atilio Ferrari, A. Nazareno Isidori y J. A. Rapallini, «Recuperación de Basura Electrónica para apoyo en necesidades educativas especiales,» de Magister de Ingeniería de Materiales y Procesos, Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, La Plata, Argentina, 2012.
- [15] M. A. Mesinas Romero, I. Rivera Landero, M. I. Reyes Valderrama y J. F. Montiel, «Caracterización de placas de circuitos impresos de computadoras por difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB) en conjunción con microanálisis por dispersión de energías (EDS),» Tópicos de investigación en ciencias de la tierra y materiales., pp. Mineral de la Reforma, Hidalgo., 2015.
- [16] W. A. Bizzo, R. A. Figueiredo y Valdelis, «Characterization of Printed Circuit Boards for Metal and Energy Recovery after Milling and Mechanical Separation,» Materials, pp. 4555-4566, 2014.
- [17] R. Montero, A. Guevara y E. De la Torre, «Recovery of Gold, Silver, Copper and Niobium from Printed Circuit Boards Using Leaching Column Technique,» Journal of Earth Science and Engineering 2, pp. 590-595, 2012.
- [18] R. A. Montero Bermúdez y E. H. De la Torre Chauvín, Diseño de Recuperación de metales de procesadores y tarjetas de circuitos impresos de computadoras descartadas mediante lixiviación en Columnas., Quito: Escuela Politécnica Nacional, 2012.
- [19] Al Wright, PCB Field Applications Engineer, «Printed Circuit Board Surface Finishes- Advantages and Disadvantages,» epec Engineered Technologies, vol. 1, nº 174, pp. 3,4, 2013.
- [20] M. Tarr, «Printed circuit boards-Conductor finishes: nickel-gold,» AMI, 2011.
- [21] I. Itabashi, «Gold Use in Electronics: Bonding Wire,» The LBMA Precious Metals Conference, Shanghai, 2004.

- 
- [22] Universidad Tecnológica Nacional de Argentina, «Ingeniería de los CI y Circuitos Microelectrónicas,» de Tecnología Microelectrónica , Argentina, 2012.
- [23] K. Abdul, A. R. Muhammad, B. Geoffrey y M. Syed, «Metal Extraction Processes for Electronic Waste and Existing Industrial Routes: A Review and Australian Perspective,» Resources, pp. 152-179, 2014.
- [24] E. M. Domic Mihovilovic, Hidrometalurgia fundamentos, procesos y aplicaciones, 2001.
- [25] F. Román Ortega, Introducción a la recuperación y reciclado de los metales no ferrosos, España: Instituto Tecnológico GeoMinero de España, 1992.
- [26] E. de la Torre, A. Guevara y S. Espinoza, «Los teléfonos celulares una nueva mina de metales preciosos, factible de valorizar mediante tostación y lixiviación con cianuro,» Revista Politécnica, Vol. 30(1) , p. 21–28, 2009.
- [27] S. Naghi , H. Hadi , A. Ahmad y B. Mahdi , «Recovery of gold from computer circuit board scraps: the study of the effect of different reductants,» Journal of Applied Chemistry Vol. 8 No. 27, pp. 55-60, 2013.
- [28] H. Vinh Hung, L. Jae-chun, J. Jinki, H. Huynh Trung y J. Manis K., «Thiosulfate leaching of gold from waste mobile phones,» Journal of Hazardous Materials, pp. 1115-1119, 2010.
- [29] Jadhav U. y Hocheng H., «Hydrometallurgical Recovery of Metals from Large Printed Circuit Board Pieces,» Scientific Reports "Nature", vol. 5, pp. 1-10, 2015.
- [30] D. Feng y J.S.J. van Deventer, «Ammoniacal thiosulphate leaching of gold in the presence of pyrite,» Hydrometallurgy, vol. 82, p. 126–132, 2006.
- [31] L. Jing- Ying, X. Xiu-Li y L. Wen-quan, «Thiourea leaching gold and silver from the printed circuit boards of waste mobile phones,» Waste Management, vol. 32, nº 6, pp. 1209-1212, 2012.
- [32] P. P.M.H., V. H.M. y B. A.M., «Evaluation of gold and silver leaching from printed circuit board,» Waste Management, vol. 34, p. 475–482, 2014.
- [33] H. Beyer y W. Walter, Manual de Química Orgánica, Barcelona: Reverté, S.A., 1987.
- [34] R. Rodriguez Riobó, Complejos metálicos con tiosemicarbonas derivadas de la 2-pirazinaformamida., Santiago de Compostela: Universidad de Santiago de Compostela, 2007.
- [35] R. Donovick, F. Pansy, G. Striker y J. Bernstein, «The Chemoterapy of Experimental Tuberculosis,» The Institute for Medical Research, pp. 667-675, 1950.

- 
- [36] M. J.M. Campbell, «Transition Metal Complexes of Thiosemicarbazide and Thiosemicarbazones,» *Cordination Chemistry Reviews*, Elsevier, vol. 15, pp. 279-319, 1975.
- [37] T. Ahmed Yousef, S. Fathy Ahmed, O. A. El-Gammal y G. M. Abu El-Reash, «Structural, DFT and biological studies on Cr(III) complexes of semi and thiosemicarbazide ligands derived from diketo hydrazide,» *Journal of Molecular Structure*, pp. 2-5, 2016.
- [38] L. F. Villalobos, T. Yapici y K.-V. Peinemann, «Poly-thiosemicarbazide membrane for gold recovery,» *Separation and Purification Technology*, nº 136, pp. 94-104, 2014.
- [39] Haigang Li, Xaiomin Wang, Lixia Cao, Xuan Zhang y Chuanfang Yang, «Gold-recovery PVDF membrane functionalized with thiosemicarbazide,» *Chemical Engineering Journal*, vol. I, p. 399–408, 2015.
- [40] Mudasir Ahmad, Kaiser Manzoor, Perumal Venkatachalam y Saiqa Ikram, «Kinetic and thermodynamic evaluation of adsorption of Cu(II) by thiosemicarbazide chitosan,» *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. I, nº 92, p. 910–919, 2016.
- [41] A.-e. R., O. A. y A. G., «Studies on Copper(II)-Thiosemicarbazide,» *J. Inorg. Nucl. Chem.*, vol. 41, pp. 555-559, 1979.
- [42] J. C. Yannopoulos, *The Extractive Metallurgy of Gold*, New York: Van nostrand reinhold, 1991.
- [43] A. López Fernández, *Metales Preciosos: el oro*, Córdoba, Argentina: Real Academia de Córdoba, de Ciencias, Bellas Letras y Nobles Artes, 2007.
- [44] S. Almazán Esqueda, «Informe anual cámara minera de México,» Cámara minera de México LXXVIII asamblea gral. ordinaria, México, 2015.
- [45] J. P. Facuy Delgado y G. Salazar Bustos, «Viabilidad Financiera de una Empresa Recuperadora de Materiales (oro, plata y cobre) en la Chatarra Electronica,» de Tesis para obtener el grado de Magíster en Finanzas y Proyectos Corporativos., Guayaquil Ecuador, Facultad de Ciencias Económicas, Universidad de Guayaquil, 2014, p. 10.
- [46] D. E. Chaverra Aria y O. J. Restrepo Baena, «Metodología para la recuperación de cobre de tarjetas de circuitos impresos de computadoras,» de Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 2011.
- [47] F. Pino Perez y D. Perez Bendito, *Análisis de elementos-traza por espectrofotometría de absorción molecular ultravioleta visible*, Monte de piedad y Universidad de Sevilla: Universidad de Sevilla, 1983.

- 
- [48] P. L. Lopez de Alva, L. Lopez Martinez y J. Amador Hernández, «Determinación espectrofotométrica de cobre en formulaciones medicas, salvado de trigo y aguas potables,» Boletín de la sociedad chilena de química, vol. 44 , nº 4, pp. 0366-1644, 1999.
- [49] D. Zipperian y S. Raghavan, «Gold and Silver Extraction by Ammoniacal Thiosulfate Leaching from a Rhyolite Ore,» Hydrometallurgy, 19, vol. 19, pp. 361-375, 1988.
- [50] M. Aylmore y D. Muir, «Thiosulfate Leaching of Gold - Review,» Minerals Engineering, vol. 14, nº 2, pp. 135-174, 2001.
- [51] A. Dadgar, «Refractory Concentrate Gold Leaching: Cyanide vs. Bromine,» Journal of The Minerals, pp. 37-38, 1989.
- [52] B. Pesic y R. H. Sergent, «A Rotating Disk Study of Gold Dissolution by Bromine,» Journal of Minerals, pp. 35-36, 1991.
- [53] B. Morteza , «Leaching of an oxide gold ore with chloride/hypochlorite solutions,» International Journal of Mineral Processing, vol. 82, p. 178–186, 2007.
- [54] G. Puvvada y D. Murthy, «Selective precious metals leaching from a chalcopyrite concentrate using chloriderhypochlorite media,» Hydrometallurgy, vol. 58, p. 185–191, 2000.
- [55] T. Groenewald, «The Disolution of Gold in Acidic Solutions of Thiourea,» Chamber of Mines of South Africa, nº 1, pp. 277-290, 1976.
- [56] S. Örgül y Ü. Atalay, «Reaction chemistry of gold leaching in thiourea solution for a Turkish gold ore,» Hydrometallurgy, vol. 67, p. 71–77, 2002.
- [57] M. y. C. T. C. (MCC), «ewasteguide.info,» 08 Marzo 2016. [En línea]. Available: [http://ewasteguide.info/valuable\\_materials\\_in\\_e\\_waste](http://ewasteguide.info/valuable_materials_in_e_waste).
- [58] J. González Calabuig y . M. A. Recasens Bellver, Circuito impresos: Teoría, diseño y montaje., S.A. EDICIONES PARANINFO, 1997.
- [59] M. U. Flores, M. I. Reyes Valderrama, I. Rivera Landero, F. Patiño y M. Reyes, «Total Recovery of Gold Contained in Computer Printed Circuit Boards. Leaching Kinetics of Cu, Zn and Ni,» pp. 144-148, 2012.
- [60] A. C. Tapia González, Cinética de la Reacción de Precipitación de Plata complejada con Tiosulfato, Mineral de la Reforma, Hgo., 2007.

- 
- [61] N. P. Prasanna , S. Govindaradjane y K. S.Pradeep , «Methodological review on recovery of gold from E-waste in India.,» Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences , vol. 8 , nº 2, pp. 268-272, 2015.
- [62] M. A. Mesinas Romero, I. Rivera Landero, M. I. Reyes Valderrama y J. F. Montiel, «Caracterización de placas de circuitos impresos de computadoras por difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB) en conjunción con microanálisis por dispersión de energías (EDS),» Tópicos de investigación de ciencias de la tierra y materiales, pp. Mineral de la Reforma, Hidalgo, 2015.
- [63] P. C. Reyes Amador, . J. F. Montiel Hernández, . M. I. Reyes Valderrama, I. Rivera Landero y F. Patiño Cardona , «Recuperación de Cu, Ni y Au contenidos en desechos electrónicos vía lixiviación en el sistema H2SO4-O2: Efecto de la temperatura,» Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales., pp. 220-224, 2013.
- [64] D. E. Chaverra Aria y O. J. Restrepo Baena, «Metodología para la recuperación de cobre de tarjetas de circuitos impresos de computadoras,» Congreso Universidad Nacional de Colombia – Sede Medellín, pp. 1-15, 2012.
- [65] . L. Jianzhi, S. Puneet , Z. Gao y Z. Hong-Chao , «Printed Circuit Board Recycling: A State-of-the-Art Survey,» IEEE transactions on electronics packaging manufacturing, Vol. 27, No. 1, pp. 33-42, 2016.