



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE
HIDALGO**

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA (ICBI)

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

MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

TÍTULO DE TESIS

**“CINÉTICA DE LA PRECIPITACIÓN
QUÍMICA DE ORO COMPLEJADO CON
 $S_2O_3^{2-}$ ”**

P R E S E N T A:

MAYRA TAPIA IGNACIO.

DIRECTOR DE TESIS: DR. ELEAZAR SALINAS
RODRÍGUEZ.

CO-DIRECTORA: DRA. MARÍA ISABEL REYES
VALDERRAMA.

Pachuca, Hgo., julio de 2018.



Mineral de la Reforma, Hgo., a 23 de noviembre del 2017.

Número de control: ICBI-D/1383/2017
 Asunto: Impresión de tesis

M. en C. Julio César Leines Medécigo
 Director de Administración Escolar

Por este conducto le comunico que el jurado asignado a la pasante, de la Maestría en Ciencias de los Materiales, **Mayra Tapia Ignacio** con número de cuenta **140326**, quien presenta el trabajo de tesis titulado **“Cinética de la precipitación química de oro complejoado con $S_2O_3^{2-}$ ”**, después de revisar el trabajo en reunión de sinodales, ha decidido autorizar la impresión del mismo una vez realizadas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación, se anotan las firmas de conformidad de los integrantes del jurado.

PRESIDENTA: Dra. María Isabel Reyes Valderrama
 SECRETARIO: Dr. Juan Hernández Ávila
 VOCAL: Dr. Eleazar Rodríguez Salinas
 SUPLENTE: Dr. Eduardo Cerecedo Sáenz

Sin otro particular, reitero a Usted la seguridad de mi atenta consideración.

ATENTAMENTE
“Amor, Orden y Progreso”



Dr. Oscar Rodolfo Suárez Castillo
 Director del ICBI



Ciudad del Conocimiento
 Carretera Pachuca - Tulancingo km. 4.5
 Colonia Carboneras
 Mineral de la Reforma, Hidalgo, México, C.P. 42184
 Tel. +52 771 7172000 exts 2231, Fax 2109
 direccion_icbi@uaeh.edu.mx



AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma del estado de Hidalgo (UAEH) mi alma mater y al instituto de Ciencias Básicas e Ingenierías (ICBI), en especial al Área Académica de Materiales y Metalurgia (AAMyM) por otorgarme una vez más la oportunidad de crecer en el ámbito profesional.

Al Consejo nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el soporte financiero otorgado durante la realización de mis estudios de maestría.

En especial a mis directores de Tesis Dr. Eleazar Salinas Rodríguez, Dr. Isauro Rivera Landero, Dra. María Isabel Reyes Valderrama, Dr. Eduardo Cerecedo Sáenz, Juan Hernández Ávila por otorgarme la oportunidad de conocerlos profesionalmente, por compartir sus conocimientos, confianza y apoyo, pero, sobre todo, por su profesionalismo para la realización de esta tesis de maestría ¡muchas gracias!

A todas aquellas personas que me ayudaron en la etapa de laboratorio. De igual manera agradezco la ayuda en la elaboración de los análisis químicos a la encargada de ICP, así como también por la amabilidad que me brindó la Dra. María del Pilar Gutiérrez Amador del Laboratorio de Microscopia Electrónica de la Escuela Superior de Apan, UAEH.

A mis padres Roberto Tapia Antonia y Ma. Candelaria Ignacio Catarina por haberme brindado el mejor apoyo para concluir mis estudios, por confiar en mí, por sus consejos, por ser ejemplo de superación, disciplina, fortaleza y esfuerzo, además de haberme entregado ¡ya! la mejor herencia.

A mis hermanos Cecilio, Leticia, Roberto Carlos, Jaime Arón por apoyarme en todo momento. A Yari y Beatriz por ser como dos hermanas más.

A mi compañero de vida, Ricardo Juárez Aguilar y a mi hija Fernanda Danae Juárez Tapia por ser mi ser mi fuente de inspiración, valentía y amor en cada sonrisa.

A la familia Juárez Aguilar por todo el apoyo que me han brindado.

RESUMEN

En la mayoría de los minerales de oro y plata de la región del Estado de Hidalgo, estos valores metálicos se encuentran asociados a diferentes minerales sulfurosos tales como pirita, galena, blenda, etc. La ocurrencia de estos metales preciosos, está determinada por diferentes condiciones, tales como su afinidad química y mineralógica.

Muchos de los minerales de oro y plata son refractarios a los procesos convencionales de extracción, lo cual hace difícil su recuperación. Una situación bastante común que da la refractariedad de tales minerales, es la distribución del oro en sulfuros de hierro, formados principalmente por las especies de pirita, arsenopirita o ambas a la vez.

Para liberar los metales preciosos contenidos en este tipo de minerales, es necesario realizar un tratamiento previo de oxidación de la matriz sulfurosa que permita el contacto directo de los metales con el reactivo de lixiviación (Ballester et al., 2000).

De forma general, la cianuración es uno de los métodos más empleados para extraer oro en la actualidad debido a su bajo costo y la facilidad del manejo, siendo la sustancia química tradicionalmente elegida para la recuperación de oro del mineral; sin embargo, debido a su alta toxicidad se investigan otros lixiviantes alternativos, y uno de ellos es emplear soluciones de tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$) como un reactivo alternativo no contaminante para lixiviar el oro de manera sustentable.

En este trabajo se estudió un proceso óptimo de lixiviación de Au contenida en un mineral sedimentario (tipo SEDEX), y para tal efecto se llevó a cabo el estudio de la naturaleza de la reacción en el sistema $S_2O_3^{2-} - Au$ obteniendo la estequiometría de la reacción y realizando un estudio cinético posterior del sistema de lixiviación mencionado. Se obtuvieron las condiciones óptimas de recuperación de Au (velocidad de agitación, concentración de $S_2O_3^{2-}$ y temperatura); el seguimiento de la reacción de disolución de oro, fue mediante Análisis Químico por Espectrometría

de Plasma de Inducción Acoplada (ICP) y el producto sólido obtenido fue caracterizado mediante Difracción de Rayos-X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido - Espectrometría Dispersiva de Energía de Rayos-X (MEB-EDS), para así poder confirmar el mecanismo cinético del proceso desarrollado.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS

RESUMEN i

ÍNDICE DE FIGURAS iii

ÍNDICE DE TABLAS viii

CAPÍTULO I 1

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS 1

OBJETIVO GENERAL 2

OBJETIVOS ESPECÍFICOS 2

CAPÍTULO II 4

ANTECEDENTES 4

2.1 Generalidades 4

2.1.1 Complejos de oro (Au) 6

2.1.2 Formación de Complejos de Oro (Au) 7

2.2 Cinética de lixiviación de oro con tiosulfato 8

2.3 Termodinámica de oro (Au) 12

2.4 Cinética química 13

2.4.1 Finalidad del estudio de las reacciones químicas 13

2.4.2 Lixiviación 13

2.4.3 Cinética de la lixiviación 14

2.5 Velocidad de la reacción en sistemas heterogéneos	17
2.5.1 Efecto de la temperatura	18
2.5.2 Efecto del área superficial	20
2.5.3 Efecto de la concentración	20
2.5.4 Conversión X	20
2.6 Selección del modelo	21
2.6.1 Modelo de conversión progresiva	21
2.6.2 Modelo de núcleo sin reaccionar	21
2.6.3 Comparación entre los modelos y la operación real	22
2.7 Modelo de núcleo sin reaccionar para partículas esféricas de tamaño constante	22
2.7.1 Difusión a través de la película líquida	22
2.7.2 Difusión a través de la capa de ceniza	24
2.7.3 Reacción química	26
CAPÍTULO III	28
DESARROLLO EXPERIMENTAL	28
3.1 Localización del Área de estudio	28
3.2 Muestreo	29
3.3 Preparación mecánica del mineral sedimentario	30
3.4 Método de Cuarteo	31
3.5 Técnicas experimentales de caracterización	31
3.5.1. Caracterización mediante Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP)	32

3.5.2 Caracterización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Microanálisis de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS)	32
3.5.2.1 Interacción haz incidente con muestra en SEM	33
3.5.2.1 Análisis de Microscopía Electrónica	34
3.5.2.1.1 Preparación de Muestras	34
3.5.3 Caracterización mediante DRX de los polvos de Au	35
3.6 Equipo, reactivos y desarrollo experimental	35
3.6.1 Equipo utilizado para la lixiviación de Au	36
3.6.2 Reactivos	36
3.6.3 Desarrollo experimental	37
3.6.3.1 Preparación del reactor para la experimentación	37
3.6.4 Metodología	40
CAPITULO IV	42
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	42
4.1 Técnicas de Caracterización	42
4.1.1 Caracterización mediante Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP)	42
4.1.2 Caracterización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) Microanálisis de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS)	43
4.1.3 Caracterización mediante Difracción de Rayos – X (DRX)	64
4.2 Naturaleza de la reacción de lixiviación de oro en el Sistema $Au - S_2O_3^{2-}$	68
4.3 Efecto de la concentración de tiosulfato	72
4.4 Efecto de la temperatura	85

4.5 Efecto de la velocidad de agitación	98
CAPÍTULO V	106
CONCLUSIONES	106
REFERENCIAS	108

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

El trabajo experimental de este trabajo de tesis consistió en la adecuación del mineral, describiendo las características generales del mineral sedimentario utilizado, su ubicación, muestreo y el procedimiento realizado para la caracterización química del mineral de trabajo por DRX (mineralógica) y composicional por ICP y SEM-EDX.

Por otra parte, también se incluye la descripción del equipo, reactivos y metodología utilizada en el estudio del estudio cinético de la lixiviación de oro (*Au*) por medio de tiosulfatos.

3.1 Localización del Área de estudio

La zona de estudio se encuentra ubicada en Santa Mónica en el municipio Tianguistengo al noreste del estado de Hidalgo, México entre las coordenadas aproximadas GPS 14530436.116 E y 2293276.259 N, la localidad se encuentra a una elevación de 1466.691 msnm.

Partiendo del centro de Pachuca se puede acceder por la carretera federal 105 que va de Pachuca – Molango, posteriormente desviándose rumbo a la carretera a Tianguistengo. Existen numerosos caminos de terracería que comunican los poblados de la zona. En la Figura 3.1, se muestra la localización de la zona de estudio.

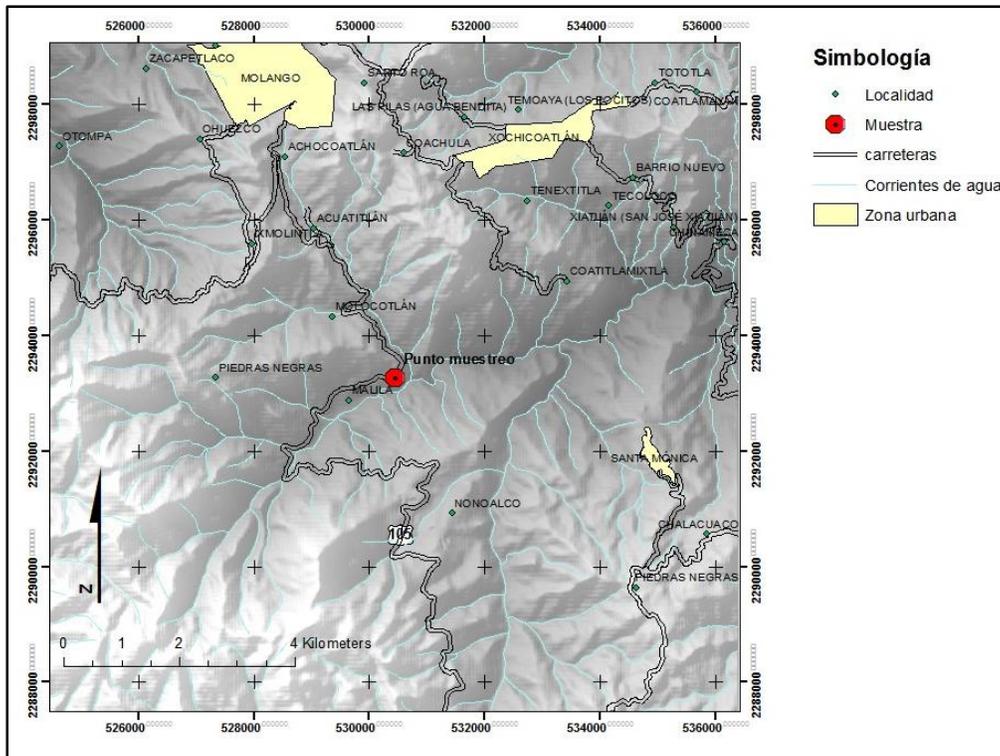


Figura 3.1. Localización de la zona de estudio y muestreo del mineral sedimentario, ubicada en Santa Mónica en el municipio Tianguistengo, Hidalgo, México.

3.2 Muestreo

El mineral sedimentario para la realización de este trabajo fue obtenido a pie de carretera del afloramiento sedimentario de Santa Mónica del municipio de Tianguistengo, Hidalgo, el cual se obtuvo de forma selectiva, tomando muestras representativas de la parte inferior, media y superior de la zona mineralizada, en la Figura 3.2 se representa la zona muestreo, donde se recolectó aproximadamente 5 kg de muestra.

Se tomó como muestra de estudio un mineral sedimentario tipo sedex proveniente de Santa Mónica del municipio de Tianguistengo (ver Figura 3.3), este mineral aparentemente se constituye principalmente de cuarzo y sulfuros de hierro.



Figura 3.2. Fotografía de la zona de muestreo del mineral sedimentario de Santa Mónica.



Figura 3.3. Fotografía del mineral sedimentario tipo sedex.

3.3 Preparación mecánica del mineral sedimentario

Para lograr la distribución del mineral sedimentario fue sometido a un proceso de trituración sin separar ningún componente mineral. Estas fueron pulverizadas a un tamaño menor a 75μ (*malla 200*). La pulverización se realizó en un mortero de carburo de tungsteno.

3.4 Método de Cuarteo

Con el fin de homogenizar las muestras recolectadas en campo del mineral sedimentario se realizó un cuarteo de la muestra mineral y de esta manera obtener muestra representativa del mineral sedimentario y así posteriormente poder realizar el análisis químico y cinético.

Se realizó el cuarteo en forma manual, se procedió como sigue:

1. Se colocó la muestra mineral de campo sobre una superficie plana, dura y limpia, donde no pueda haber pérdida de material ni contaminación con materias extrañas.
2. Se homogenizo el mineral sedimentario mezclando toda la muestra y acomodándolo en una pila cónica, depositando cada paleada sobre la anterior. Por medio de la pala, se ejerció presión sobre el vértice, aplanando con cuidado la pila hasta que obtener un espesor y un diámetro uniformes. El diámetro obtenido fue aproximadamente de cuatro a ocho veces el espesor del material. Seguidamente dividió la pila aplanada en cuatro partes iguales con la pala.
3. Se eliminaron dos de las partes diagonalmente opuestas. Utilizando una brocha o cepillo para incorporar el material fino del mineral. Se Mezcló y homogeneizo el material restante y se cuarteo sucesivamente hasta reducir la muestra al tamaño requerido para las pruebas químicas y cinéticas.

3.5 Técnicas experimentales de caracterización

Con el fin de caracterizar química y mineralógica del mineral sedimentario utilizando para ello diferentes técnicas analíticas que se describen a continuación: Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP), Difracción de rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) complementada con el análisis elemental mediante energías dispersivas de rayos X (EDX).

3.5.1. Caracterización mediante Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP)

Las soluciones de la lixiviación de oro contenidas en un mineral sedimentario, se diluyeron adecuadamente y fueron analizadas posteriormente mediante ICP, para determinar la concentración presente de Au en un tiempo (t).

3.5.2 Caracterización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Microanálisis de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS).

También denominada SEM del inglés “Scanning Electron Microscopy”. Es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características.

En el microscopio electrónico de barrido, el haz electrónico, atraviesa la columna y llega a la muestra. Un generador de barrido es el responsable de producir el movimiento del haz, de manera que barra la muestra punto a punto. De la interacción entre los electrones incidentes con los átomos que componen la muestra se generan señales, las cuales pueden ser captadas con detectores adecuados para cada una de ellas. Los electrones secundarios de baja energía (Bojorque et al. 2007).

Los análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB) se llevaron a cabo en las instalaciones de la Escuela Superior Apan de la UAEH, en un equipo JEOL DUAL-B modelo JSM T-31 con un sistema de micro-análisis químico mediante un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS) marca Oxford (Figura 3.4). De igual manera algunas imágenes se tomaron con la señal de electrones retrodispersos en un MEB JEOL JSM5900LV, en el modo de bajo vacío.



Figura 3.4. Fotografía del microscopio electrónico de barrido equipo JEOL DUAL-B modelo JSM T-31 utilizado en el presente estudio.

3.5.2.1 Interacción haz incidente con muestra en SEM.

Cuando el haz de electrones choca contra la muestra, ocurren interacciones entre dichos electrones y los átomos que componen la muestra. De allí surgen señales tales como: electrones secundarios, electrones retrodifundidos, rayos x característicos, electrones Auger, catodoluminiscencia. Todas estas señales se producen simultáneamente pero cada una de ellas son captadas por detectores diferentes. El microscopio electrónico de barrido puede estar equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas. El haz de electrones se puede concentrar en una zona diminuta ($\sim 20 \text{ \AA}$) que puede barrer la

superficie del espécimen al ser reflectado por bobinas adecuadas. Los electrones secundarios se detectan por encima del espécimen y la imagen muestra la intensidad de los electrones secundarios emitidos por las diferentes partes de la muestra. El detector capta una señal y las convierte en una señal electrónica que es proyectada en un tubo de rayos catódicos (CRT). El barrido del haz está sincronizado con el barrido del CRT y produce una relación uno a uno entre puntos de la muestra y puntos en el CRT.

3.5.2.1 Análisis de Microscopía Electrónica.

3.5.2.1.1 Preparación de Muestras.

Como primer requisito las muestras deben estar exentas de líquido, ser lo más planas posibles para que así se genere una imagen más homogénea y además cuando se desea visualizar una muestra en un microscopio electrónico de barrido ésta debe ser conductora ya que, de no ser así, se carga durante la irradiación por una acumulación de carga que desvía el haz electrónico y, como consecuencia de ello aparecen distorsiones en la imagen. Una solución a este problema es recubrir la muestra con una película conductora, de espesor comprendido entre 10 y 25 *nm*. La elección del material con el que se va a recubrir la muestra depende fundamentalmente del estudio que se va a realizar. Así, para la observación de imágenes de electrones secundarios el oro y el oro-paladio son los materiales que conducen a los mejores resultados; al ser elementos pesados, producen mayor emisión. Cuando lo que se pretende es realizar un estudio micro analítico es recomendable emplear carbono. El bajo número atómico de este elemento lo hace prácticamente transparente a los rayos X emitidos por la muestra. En el presente trabajo no se requirió de recubrimiento de la muestra ya serán estudiadas mediante imágenes para conocer su morfología y también se realizarán microanálisis químicos por energía dispersiva de rayos x.

3.5.3 Caracterización mediante DRX de los polvos de Au.

La técnica de difracción de rayos X ha sido ampliamente utilizada en la caracterización de materiales, que cumplen con la condición de tener una estructura cristalográfica definida, pues la información obtenida de la interacción entre los rayos X y los cristales se basa en la difracción producida por un conjunto de átomos en un arreglo ordenado.

En el presente trabajo presentamos el análisis de difracción de rayos X, por el método de polvos, para diferentes un mineral sedimentario y el producto sólido lixiviado.

3.6 Equipo, reactivos y desarrollo experimental

En el presente estudio se desarrollará la siguiente metodología para evaluar la recuperación de oro mediante el estudio cinético de la lixiviación de Au contenida en un mineral sedimentario complejado con tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$).

La metodología comprende realizar las siguientes etapas:

1. Estudio de la lixiviación del mineral sedimentario complejada con tiosulfatos ($S_2O_3^{2-}$) y la caracterización de los productos fluidos y sólidos.
2. Estudio cinético de la lixiviación de oro en el sistema $Au - S_2O_3^{2-}$ evaluando los siguientes parámetros experimentales:
 - Naturaleza de la reacción
 - Concentración de tiosulfato
 - Velocidad de agitación
 - Temperatura
3. Caracterización de la soluciones complejadas caracterizadas mediante ICP, mientras que el sólido se caracterizará mediante Microscopia

Electrónica de Barrido (MEB) en conjunción con Espectrometría Dispersiva de Energías de rayos X (EDS) y Difracción de rayos X (DRX).

4. Cálculo de los parámetros cinéticos a partir de los resultados experimentales, tales como: energía de activación, orden cinético de reacción, así como las condiciones óptimas de recuperación de oro de las soluciones complejadas en el sistema tiosulfafo.

Los experimentos fueron realizados en las instalaciones de la UAEH, en el laboratorio de metalurgia extractiva perteneciente al AACTyM. El material que se utilizó para el estudio cinético fue cristalería grado A (material volumétrico), así como también material estándar de laboratorio. Los reactivos utilizados se enlistan en la Tabla 3.1, especificando marca y pureza.

3.6.1 Equipo utilizado para la lixiviación de Au

- Termómetro de contacto
- Pipeta graduada
- Bureta graduada
- Reactor de vidrio
- Electrodo de pH
- Agitador
- Modular con plato de calentamiento y agitación
- Magnética
- pH-metro
- Termo regulador.

3.6.2 Reactivos

Tabla 3.1 Reactivos utilizados.

Reactivo	Fórmula	Pureza (%)	Marca
Estándar de Au	Au	99.9	Sigma Aldrich
Tiosulfato	$NaS_2O_3^{2-}$	99.6	Fluka Chemie-Signa Aldrich
Hidróxido de sodio	NaOH	98.8	J.T Bayer
Soluciones reguladoras	Ph 4, 7 y 10	Estandar	J.T Bayer

Para la determinación de los pesos de cada una de las muestras, se utilizó una balanza analítica digital marca OHAUS, modelo Analytical Plus AP210S con precisión de 0.0001 mg. La evaluación, del *pH* se realizó con un pH-metro marca Corning, modelo *pH/ion analyzer* 455, equipado con medidor de temperatura ATC modelo 0627 y un electrodo de *pH* apto para operar en condiciones extremas de acidez y alcalinidad (rango de *pH* 0 – 14). Durante los experimentos de precipitación de *Au* se utilizó un reactor convencional marca pyrex de 500 mL de capacidad. Para el control de temperatura, se utilizó un termostato marca Schaltungen de rango 0 – 250 °C ± 0.5 °C.

3.6.3 Desarrollo experimental

3.6.3.1 Preparación del reactor para la experimentación

El procedimiento experimental de lixiviación de oro consistió en montar el reactor de vidrio y sus accesorios sobre el modular de calentamiento, proporcionando una agitación determinada de 500 rpm a 500 ml de agua desionizada, el agitador es de acero recubierto con teflón de 3 cm de largo. Se adicionó la concentración de

tiosulfato calculado para cada experimento, en forma de tiosulfato de sodio pentahidratado, también se le adiciono 10 gL^{-1} del mineral cuando alcanzó la temperatura deseada. Se ajustó el *pH* al valor preestablecido para cada efecto con la adición controlada de una solución 0.3 M de *NaOH*.

El sistema de medición continua de *pH* se basa en un pH-metro, equipado con un electrodo de *pH* apto para operar en condiciones extremas de acidez y alcalinidad. Los ajustes y controles de *pH* en el rango ácido, se realizaron adicionando una solución de ácido sulfúrico 0.01 M directamente al reactor por medio de una bureta graduada. La temperatura del sistema se controla con un termómetro de contacto y para altas temperaturas con un termostato. En la Figura 3.5 se muestra el esquema del equipo utilizado en las pruebas de lixiviación de oro.

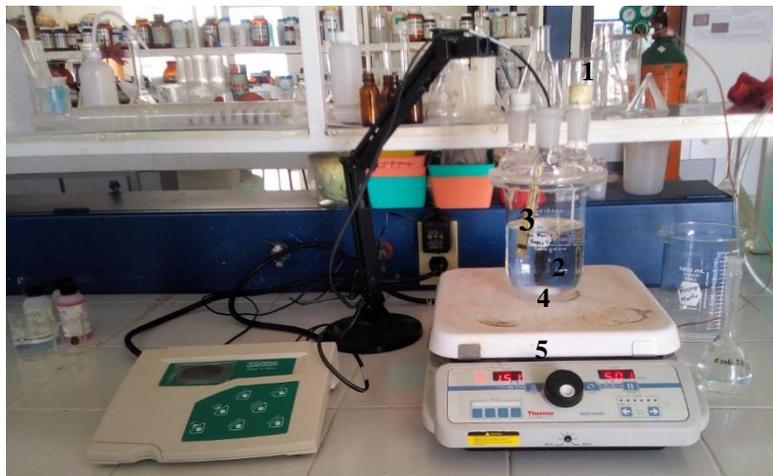


Figura 3.5. Fotografía del equipo utilizado en las pruebas de lixiviación de oro:
1. Termómetro de contacto y pH-metro integrado, 2. Reactor de vidrio, 3. Electrodo de pH, 4. Agitador, 5. Modular con plato de calentamiento y agitación magnética.

Durante las pruebas experimentales se tomó una muestra antes de iniciar la lixiviación oro; ese tiempo es considerado como tiempo cero. Una vez tomada la muestra cero, inmediatamente después se introducía los polvos de mineral que contiene oro al sistema. El tiempo de inicio de la reacción se tomó como aquel

instante en el que mineral entró en contacto con la solución lixivante. El pH y temperatura fueron monitoreados y controlados durante toda la reacción. El pH de la solución se mantuvo constante a un valor determinado para cada experimento adicionando H_2SO_4 (0.01 M). Una vez iniciada la reacción se procedió a tomar muestras de 5 ml de la solución a diferentes intervalos de tiempo previamente fijados, tiempo (t), para seguir el avance de la misma.

Las soluciones de las muestras tomadas se diluyeron adecuadamente y fueron analizadas posteriormente mediante ICP, para determinar la concentración de oro al tiempo t , según el tiempo de toma realizado.

La velocidad de disolución de oro por unidad de superficie fue calculada por la pendiente de la recta obtenida al representar los moles de plata lixiviados por unidad de superficie frente al tiempo de acuerdo a la ecuación:

$$v = -b \frac{1}{S} \left[\frac{dN_A}{dt} \right] = k \prod c^n \quad \text{para temperatura constante} \quad (3.1)$$

Para determinar el orden de la reacción en el proceso de lixiviación de oro, se representaron directamente los moles de oro lixiviados frente al tiempo, para las distintas concentraciones usadas del reactivo, obteniéndose líneas rectas cuya pendiente representa la velocidad de lixiviación (constante experimental K_{exp}) para cada concentración del reactivo. Representado posteriormente el logaritmo de las velocidades frente al logaritmo de las concentraciones del reactivo, se obtuvo una recta de pendiente n que representa el orden de la reacción de cada reactivo presente en la reacción.

Como se ha mencionado anteriormente en este estudio, en las reacciones heterogéneas, la determinación de la energía de activación del sistema es el mejor indicativo para determinar si una reacción está controlada químicamente o por difusión.

La energía de activación fue calculada de acuerdo a la ecuación:

$$\ln k = \ln k_0 - \left[\frac{E_a}{R} \right] \left[\frac{1}{T} \right] \quad (3.2)$$

La representación gráfica de los valores de $\ln K_{exp}$ frente $1/T * 1000$ da una línea recta de pendiente negativa cuyo valor es $(-E_a/R)$. Esto permite calcular la energía de activación del proceso al determinar previamente las constantes de velocidad a diferentes temperaturas.

En este caso, se representan directamente los moles de oro lixiviados frente al tiempo, para las distintas temperaturas de trabajo, obteniéndose líneas rectas cuya pendiente representa la velocidad de lixiviación para cada temperatura de trabajo. Representado posteriormente el logaritmo neperiano de las velocidades frente $1/T * 1000$, se obtuvo una recta de pendiente negativa, que permite calcular la energía de activación del proceso.

En este apartado se describió la metodología de operación utilizada para la recuperación de Au^+ contenida en mineral sedimentario, ubicada en Santa Mónica en el municipio Tianguistengo del estado de Hidalgo.

3.6.4 Metodología

Se realizó un estudio cinético de la lixiviación del Au en sistema $(S_2O_3^{2-})$, evaluando los efectos: $(S_2O_3^{2-})$, temperatura pH y velocidad de agitación. Las condiciones experimentales utilizadas en el estudio cinético de los efectos antes mencionados se describen en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Condiciones experimentales del sistema $Au - S_2O_3^{2-}$.

Parámetros	Condiciones experimentales
$(S_2O_3^{2-}) (gL^{-1})$	5, 10, 20, 30, 40 y 50.
Temperatura (K)	298, 303, 308, 313, 318 y 323.
Velocidad de agitación (min^{-1})	300, 500, 800 y 1000.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Bajo las condiciones descritas en el procedimiento experimental a continuación se presentan los datos experimentales generados de la caracterización del mineral sedimentario de Santa Mónica del municipio de Tianguistengo, Hidalgo, México.

4.1 Técnicas de Caracterización

El objetivo de este estudio ha sido la caracterización química y mineralógica de un mineral sedimentario de Santa Mónica, municipio de Tianguistengo, Hidalgo utilizando para ello diferentes técnicas analíticas que se describen a continuación: Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP), Difracción de rayos X (DRX) y Microscopía electrónica de barrido (MEB) complementada con el análisis elemental mediante energías dispersivas de rayos X (EDX).

4.1.1 Caracterización mediante Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP)

La muestra mineral de Au, para este estudio, proviene de Santa Mónica del municipio de Tianguistengo, Hidalgo. Se le efectuó una previa digestión a la muestra en ácidos (agua regia) para posteriormente realizar análisis químico mediante Análisis Químico por Espectrometría de Plasma de Inducción Acoplada (ICP), debido a que esta técnica determina de forma multielemental, simultánea o secuencial los elementos presentes en la muestra, presentando la siguiente composición porcentual (Tabla 4.1). Se observan elementos mayoritarios como: Si,

C, O, Fe, Al y S, menos abundantes el Mg, Na, K y Ti, y muy escaso Au, Pt, Ag, Zn, Nd, Ga y Eu.

Tabla 4.1. Muestra la composición química del mineral sedimentario.

Elemento	Porcentaje
C	2.40
O	1.13
Na	0.61
Mg	0.88
Al	0.60
Si	0.84
S	0.87
K	0.047
Ti	0.0058
Fe	2.81
Pt	0.021
Au	0.035
Ag	0.0023
Pd	0.00074

4.1.2 Caracterización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) Microanálisis de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS).

Ya que es bien sabido que al reducir el tamaño de partícula del mineral es posible liberar especies que se encuentren en el interior de las partículas, el mineral sedimentario fue triturado y concentrado para así analizarlo mediante Microscopía Electrónica de Barrido y por Espectrometría de Energía Dispersiva de Rayos X (MEB - EDS) acoplado al mismo microscopio para determinar la morfología de los diferentes minerales en estudio. El mineral sedimentario pulverizado a un tamaño

menor a 75μ (*malla 200*) se colocó en un portamuestras y fue analizado. Los resultados obtenidos muestran que el mineral tiene una morfología irregular donde predominan partículas de cuarzo, observándose además otras especies no metálicas menos abundantes en forma de silicatos como se puede apreciar en la Figura 4.1.

Algunas especies mineralógicas metálicas identificadas por esta técnica en la muestra mineral se encuentran en forma de sulfuros, correspondientes a argentopirita, y pirita (FeS_2) siendo la más abundante.

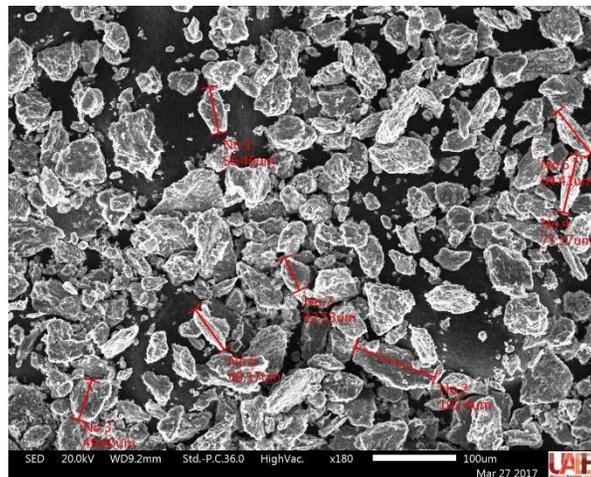


Figura 4.1. Micrografía SEM de la morfología del mineral sedimentario triturado, donde se observan diversos granos irregulares de cuarzo y sulfuros de hierro con tamaño de grano que va de $56 - 100\mu m$ aproximadamente.

Para el análisis de microscopía electrónica por medio de imágenes y de microanálisis químico se seleccionaron un total de 6 muestras:

- Las 4 primeras corresponden a las muestras del mineral sedimentario triturado, antes de la lixiviación.

Tabla 4.2. Muestras del mineral sedimentario triturado fueron analizadas mediante SEM.

Clasificación	Tipo de análisis
Muestra 1 – mineral sedimentario	Micrografía, Mapping y EDS.
Muestra 2 – mineral sedimentario	Mapping y EDS.
Muestra 3 – mineral sedimentario	Micrografía, Mapping y EDS.
Muestra 4 – mineral sedimentario	Micrografía, Mapping puntual y EDS.

- Las 2 últimas muestras corresponden a las muestras del mineral sedimentario como producto de la lixiviación.

Tabla 4.3. Muestras del producto lixiviado del mineral sedimentario fueron analizadas mediante SEM.

Clasificación	Tipo de análisis
Muestra 4 – mineral sedimentario	Micrografía, Mapping y EDS.
Muestra 5 – mineral sedimentario	Micrografía.

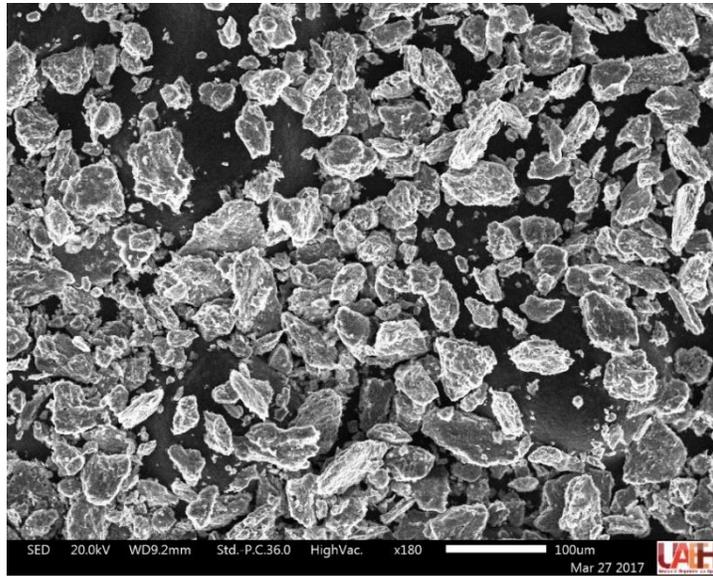
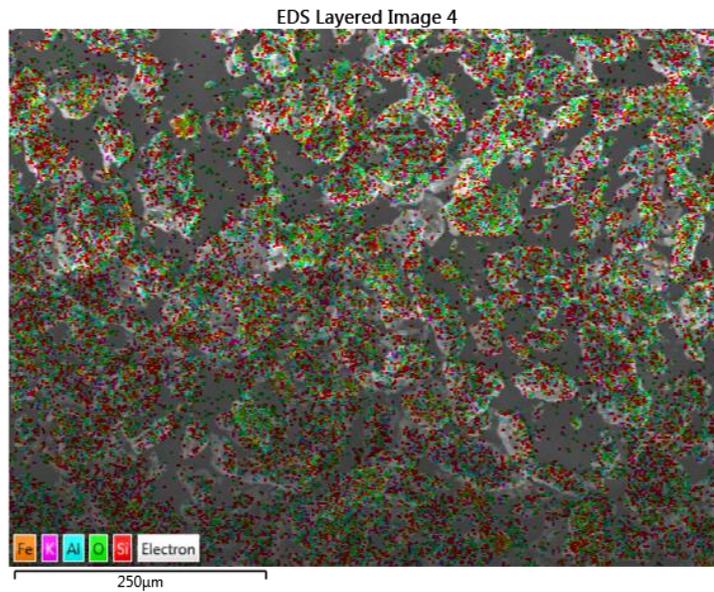


Figura 4.2. Micrografía SEM de la muestra 1 del mineral sedimentario.

Mapping – Muestra 1



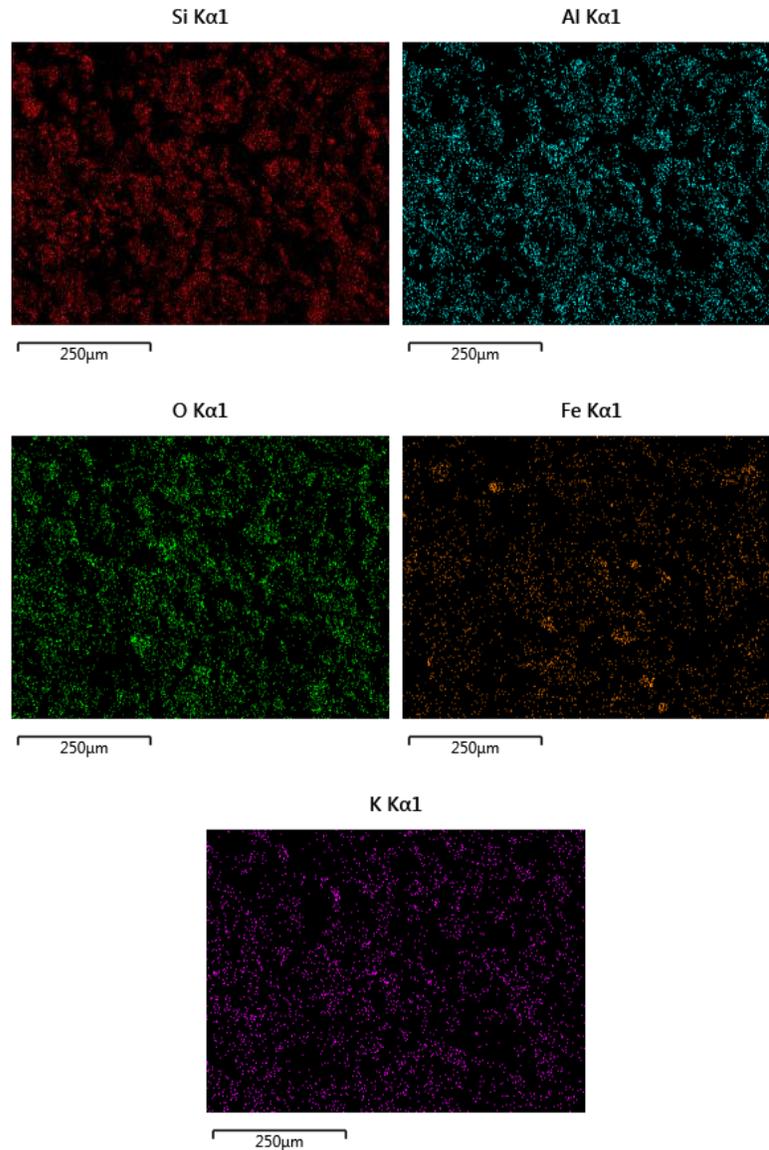


Figura 4.3. Distribución Mapping de los elementos químicos en la muestra 1 del mineral sedimentaria triturado. Las zonas claras, en imágenes a color, denotan una presencia más marcada del elemento. En este caso, se observa silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro en la muestra.

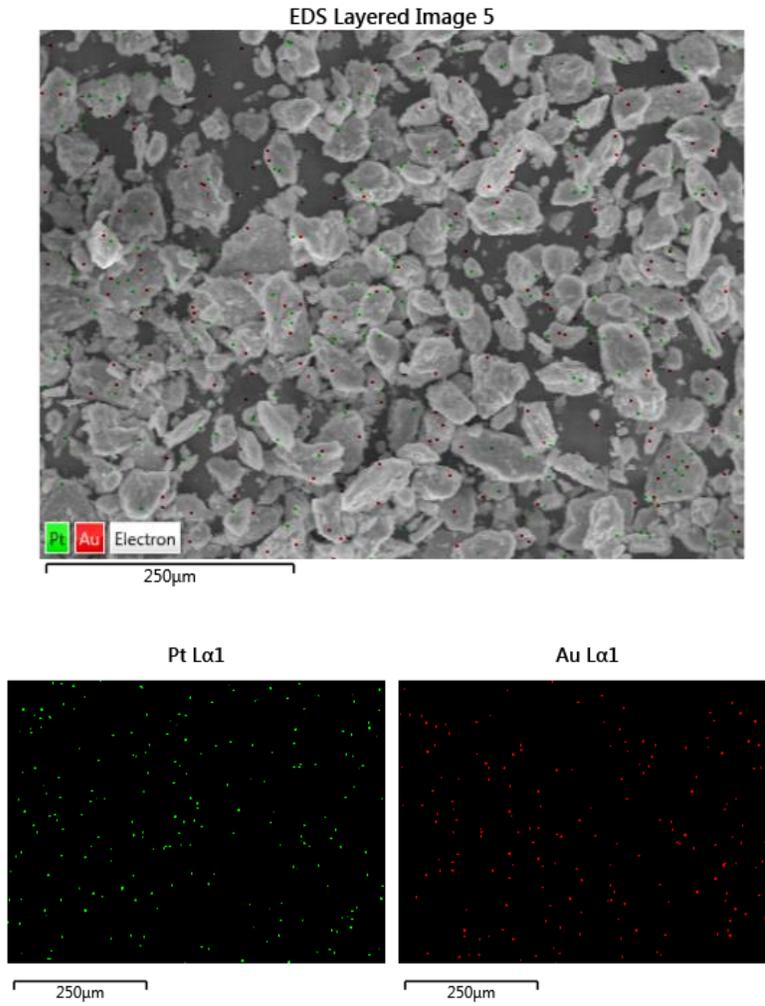


Figura 4.4. Distribución Mapping de los elementos químicos en la muestra 1 del mineral sedimentario triturado, donde se puntualiza la presencia de cristales de oro y platino.

Microanálisis – muestra 1

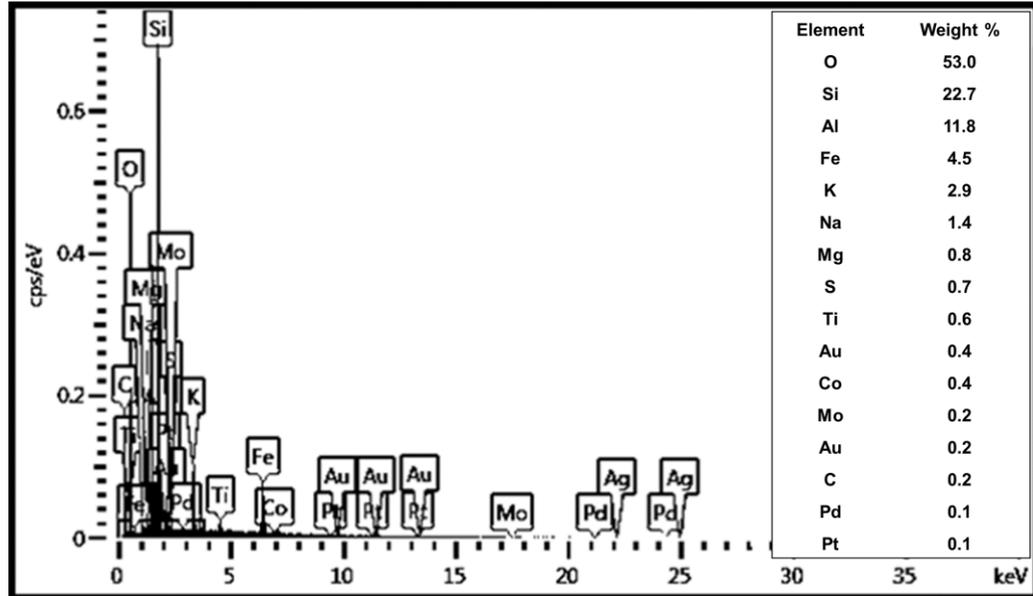
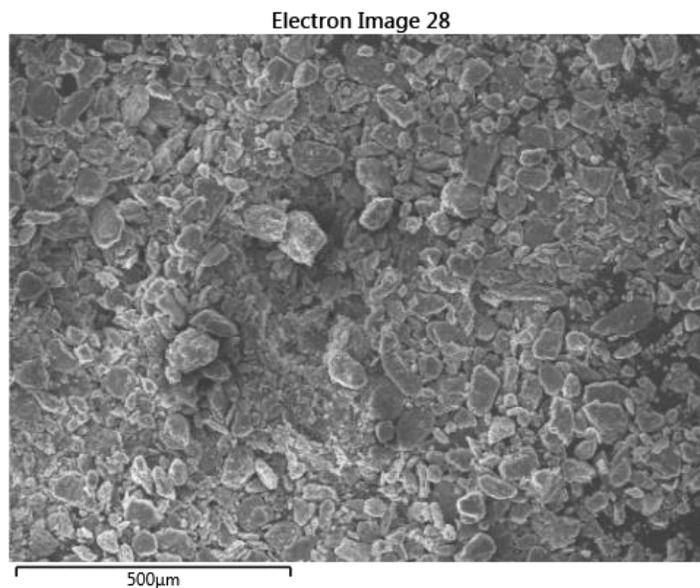
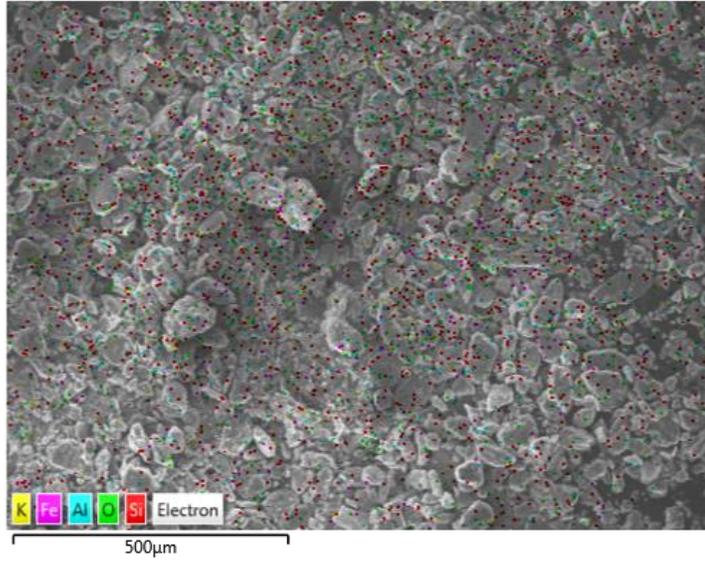


Figura 4.5. Microanálisis del mineral sedimentario (muestra 1). Indica la composición química de la muestra, los elementos detectados en mayor cantidad son silicio, aluminio, hierro y potasio. De igual manera es importante señalar la presencia de oro con 0.4 % en peso.

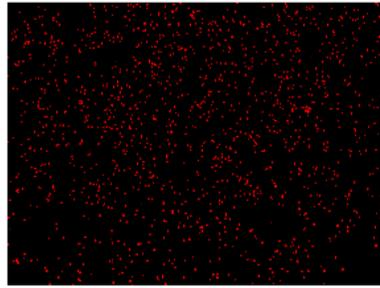
Mapping – muestra 2



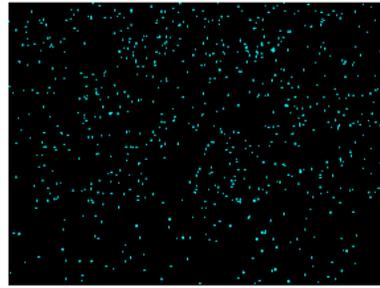
EDS Layered Image 22



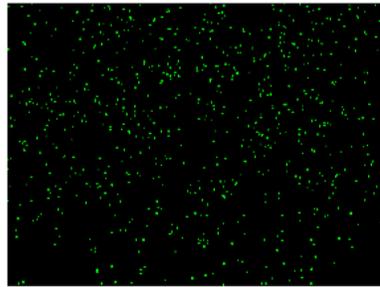
Si Kα1



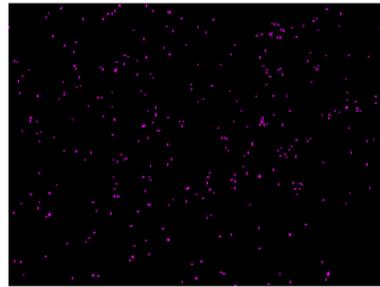
Al Kα1



O Kα1



Fe Kα1



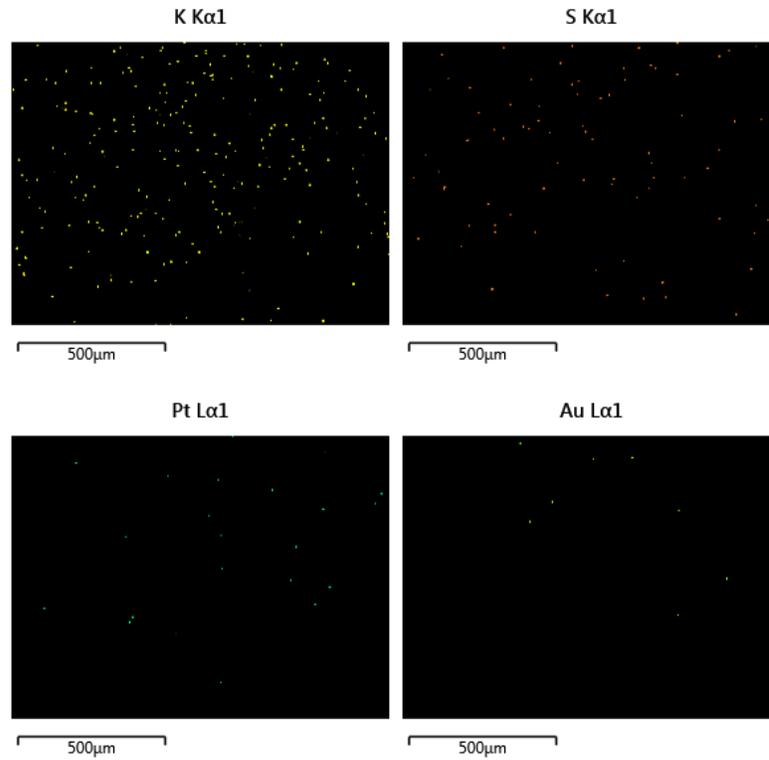


Figura 4.6. Distribución Mapping de los elementos químicos en la muestra 2 del mineral sedimentario triturado. Las zonas claras, en imágenes a color, denotan una presencia más marcada del elemento. En este caso, se observa nuevamente silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro en la muestra.

Microanálisis – muestra 2

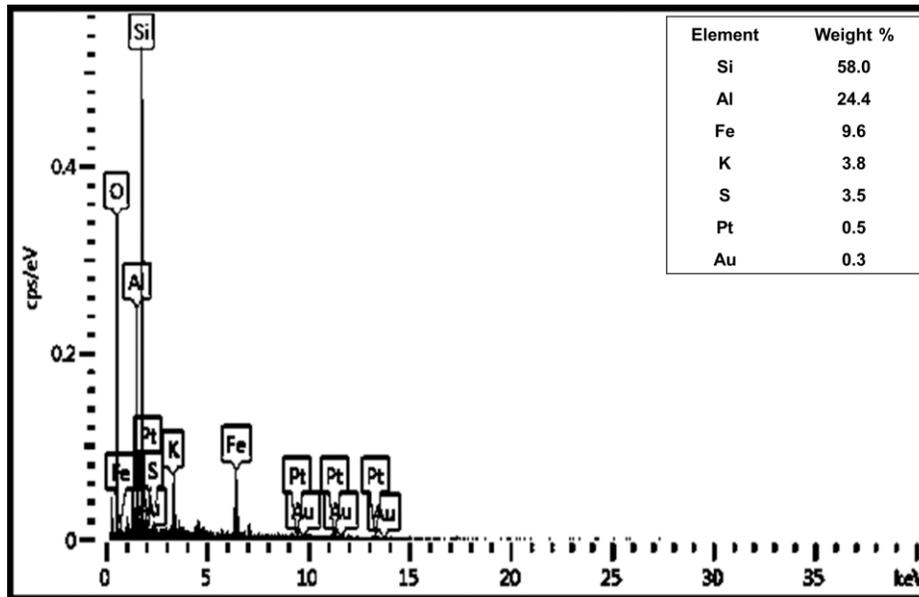


Figura 4.7. Microanálisis del mineral sedimentario (muestra 2). Indica la composición química de la muestra, los elementos detectados en mayor cantidad son silicio, aluminio, hierro y potasio. De igual manera es importante señalar la presencia de oro con 0.3 % en peso.

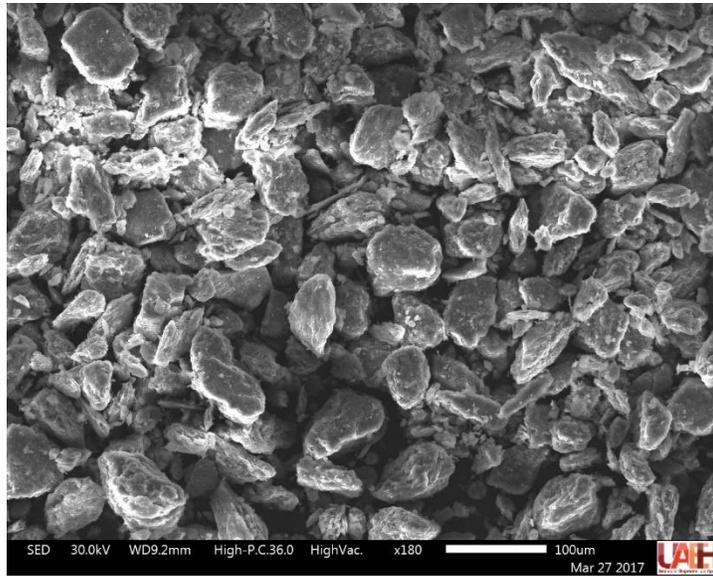
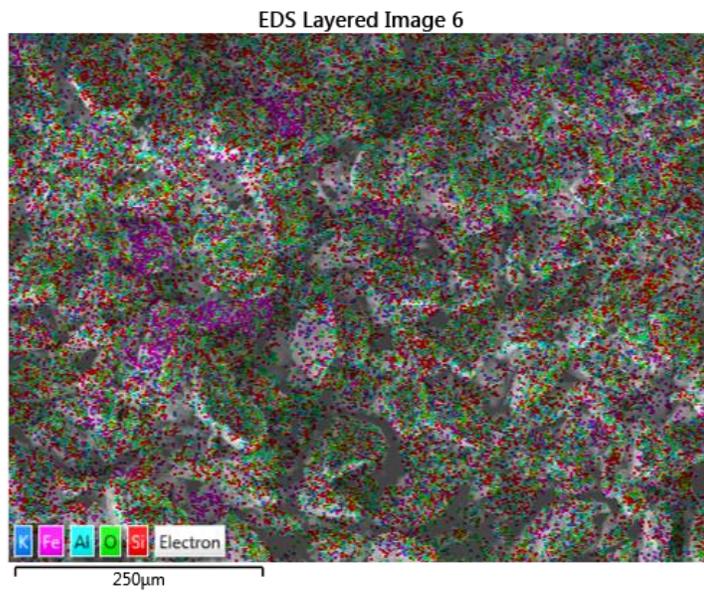
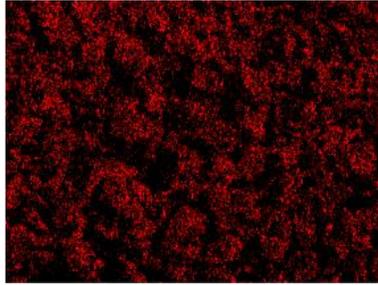


Figura 4.8. Micrografía SEM de la muestra 3 del mineral sedimentario.

Mapping – muestra 3

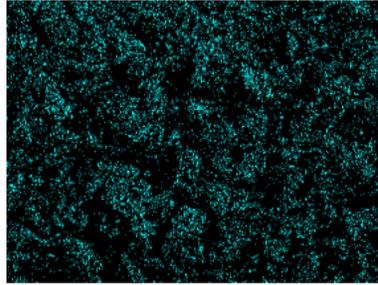


Si K α 1



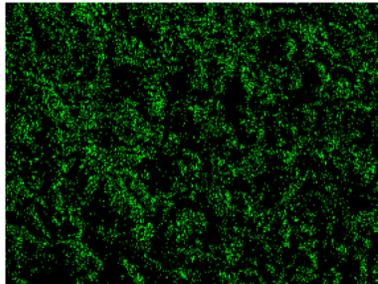
250 μ m

Al K α 1



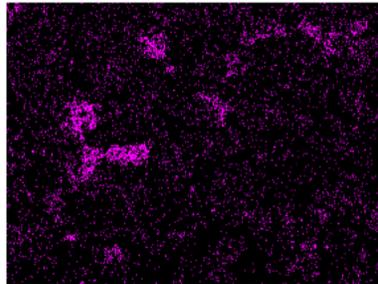
250 μ m

O K α 1



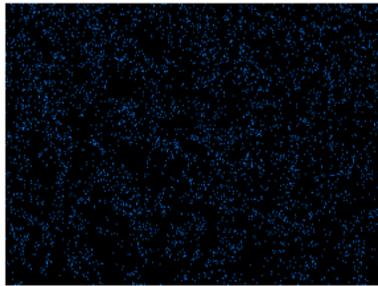
250 μ m

Fe K α 1



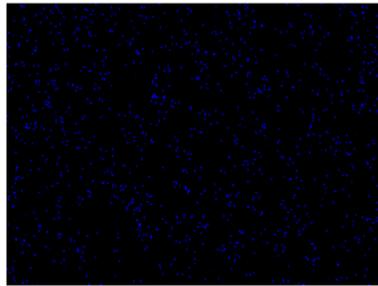
250 μ m

K K α 1



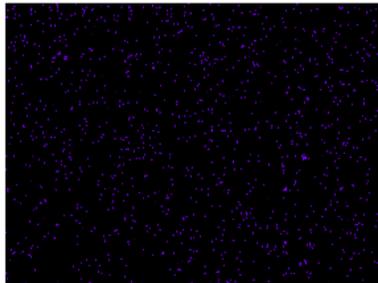
250 μ m

Mg K α 1_2



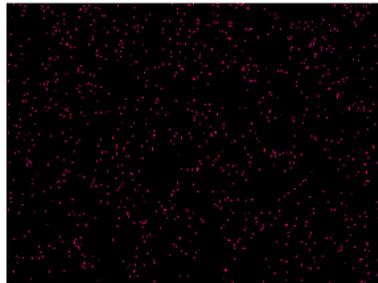
250 μ m

Ti K α 1



250 μ m

Na K α 1_2



250 μ m

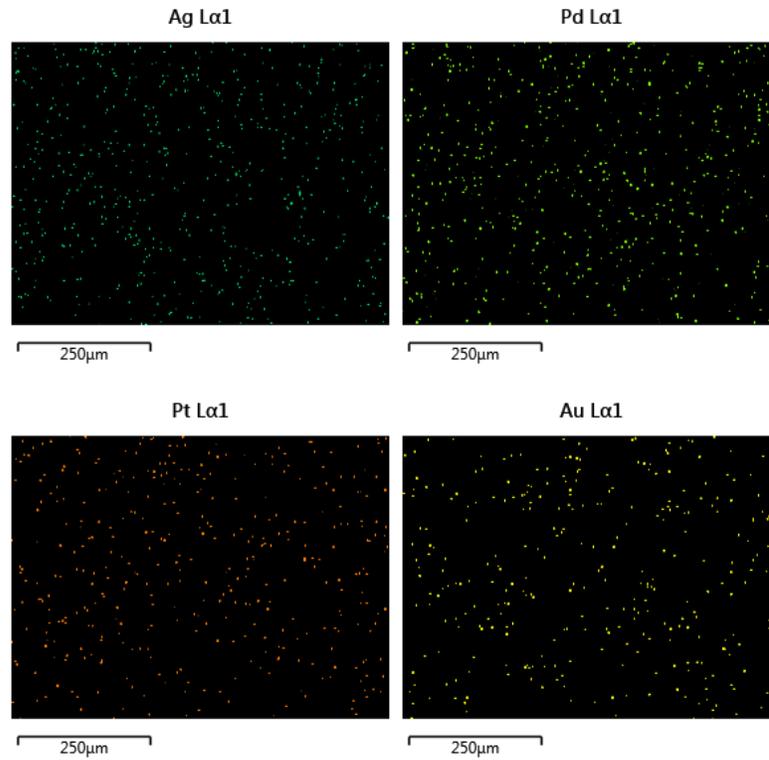


Figura 4.9. Distribución Mapping de los elementos químicos en la muestra 3 del mineral sedimentario triturado. Las zonas claras, en imágenes a color, denotan una presencia más marcada del elemento. En este caso, se observa nuevamente silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro en la muestra.

Microanálisis – muestra 3

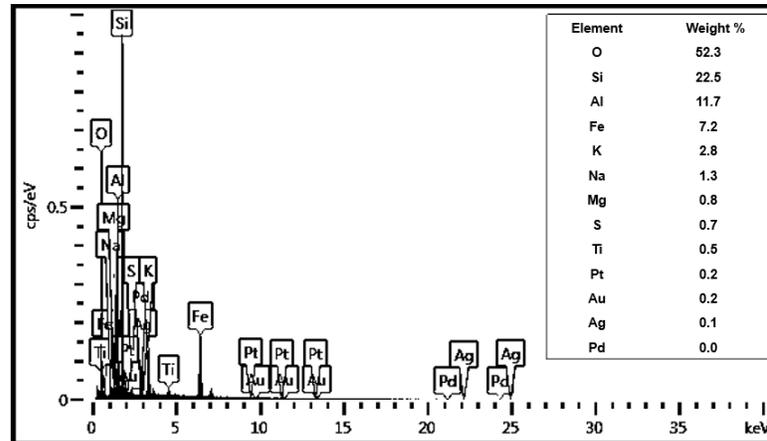


Figura 4.10. Microanálisis del mineral sedimentario (muestra 3). Indica la composición química de la muestra, los elementos detectados en mayor cantidad son silicio, aluminio, hierro y potasio. De igual manera es importante señalar la presencia de oro con 0.3 % en peso.

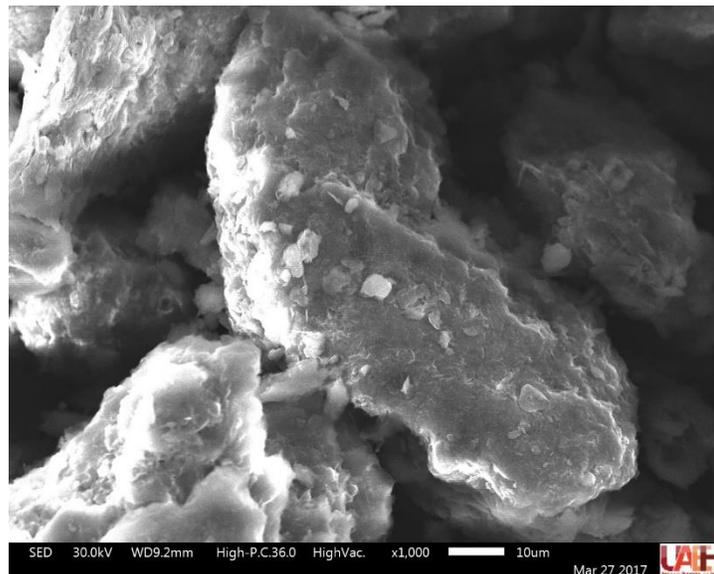
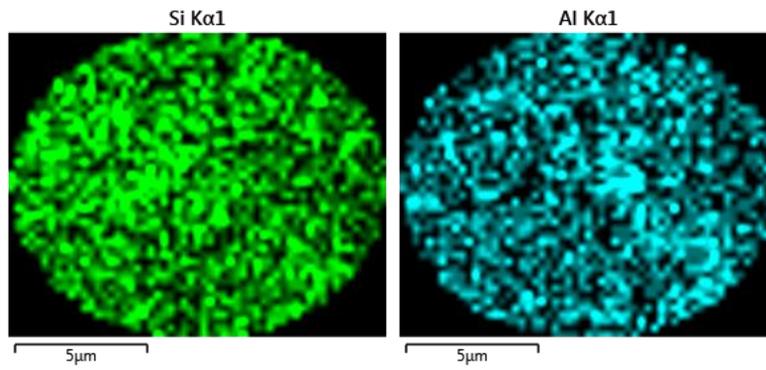
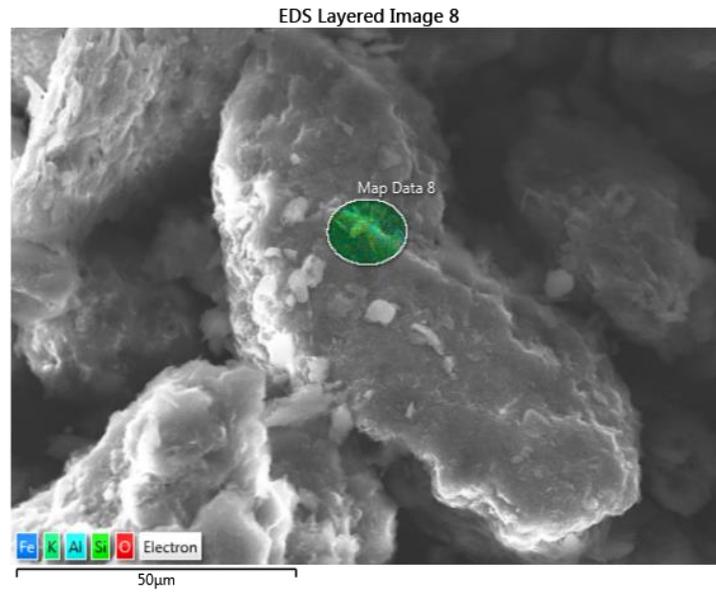


Figura 4.11. Micrografía SEM del mineral sedimentario (muestra 4) donde se puede observar cristales de cuarzo.

Mapping puntual – muestra 4



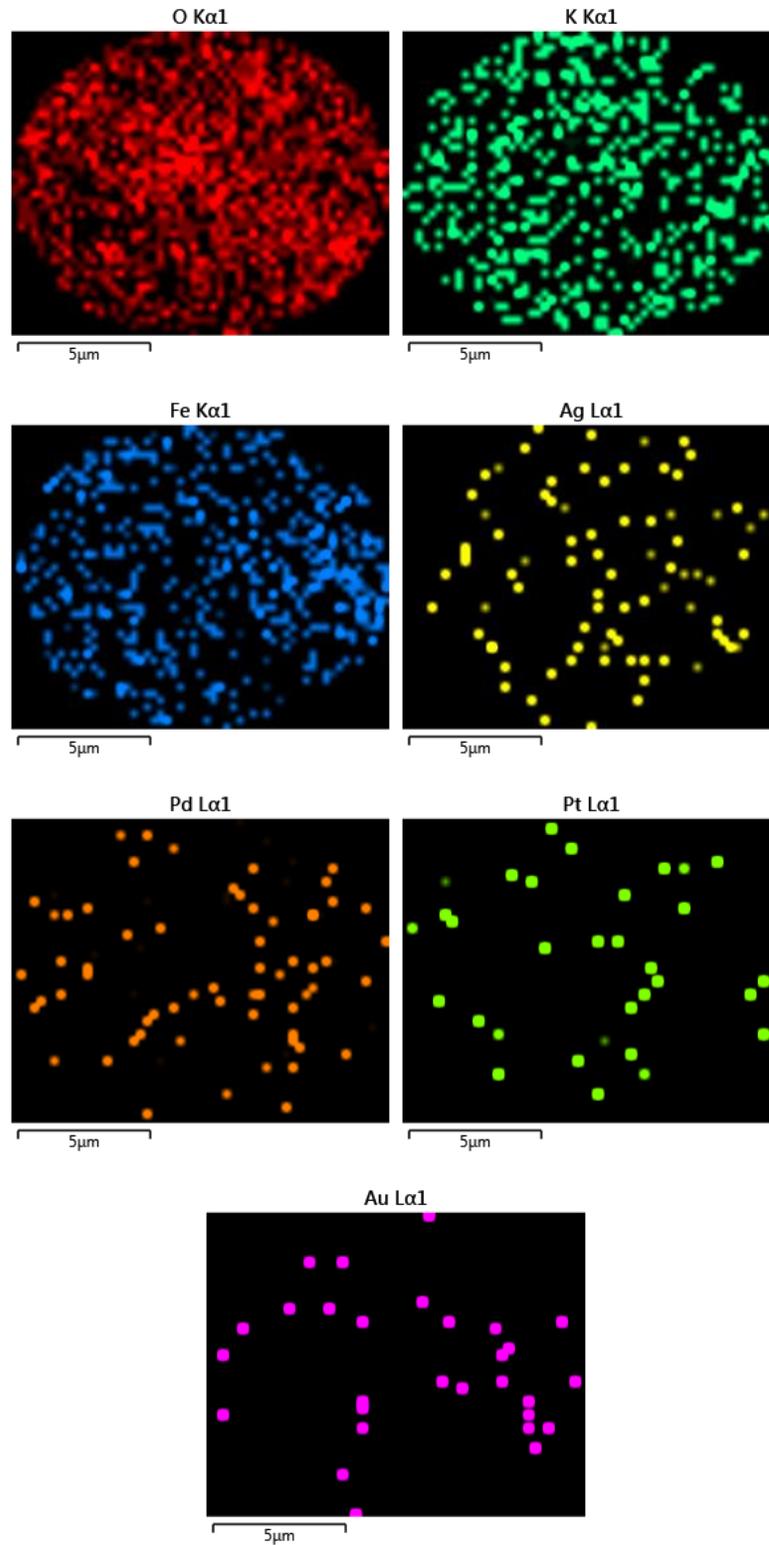


Figura 4.12. Distribución Mapping en zona puntual de los elementos químicos en la muestra sedimentaria triturada (muestra 4). Las zonas claras, en imágenes

a color, denotan una presencia más marcada del elemento. En este caso, se observa nuevamente silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro en la muestra.

Microanálisis – muestra 4

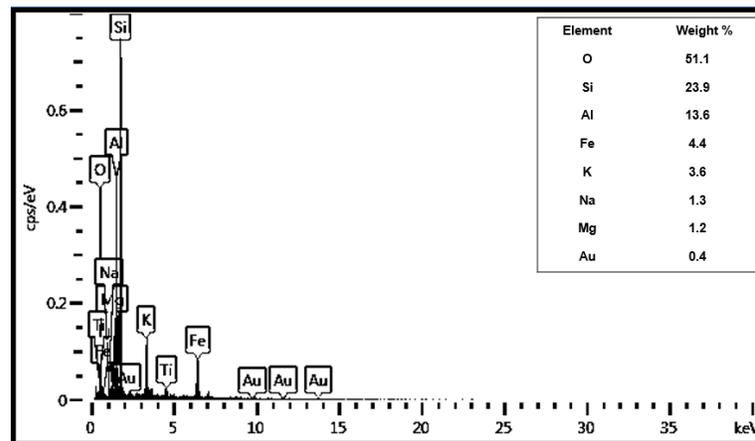


Figura 4.13. Microanálisis de la muestra sedimentaria (muestra 4). Indica la composición química de la muestra, los elementos detectados en mayor cantidad son silicio, aluminio, hierro y potasio. De igual manera es importante señalar la presencia de oro con 0.4 % en peso.

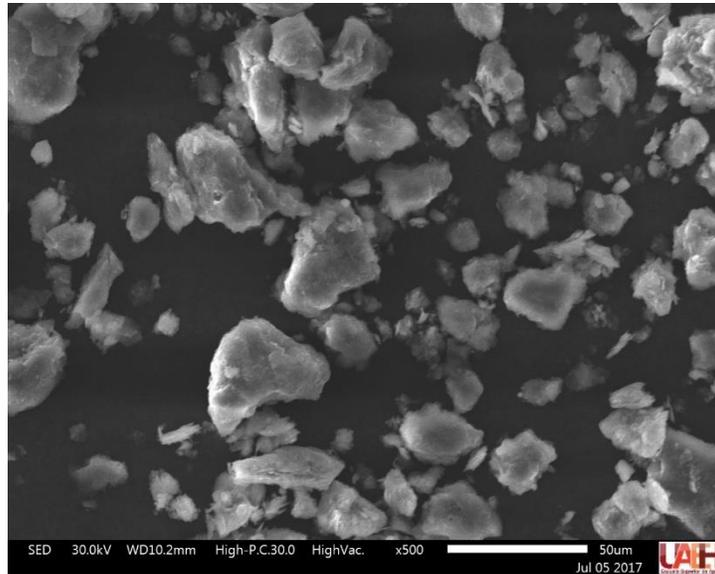


Figura 4.14. Micrografía SEM del mineral sedimentario (muestra 5).

Mapping – muestra 5

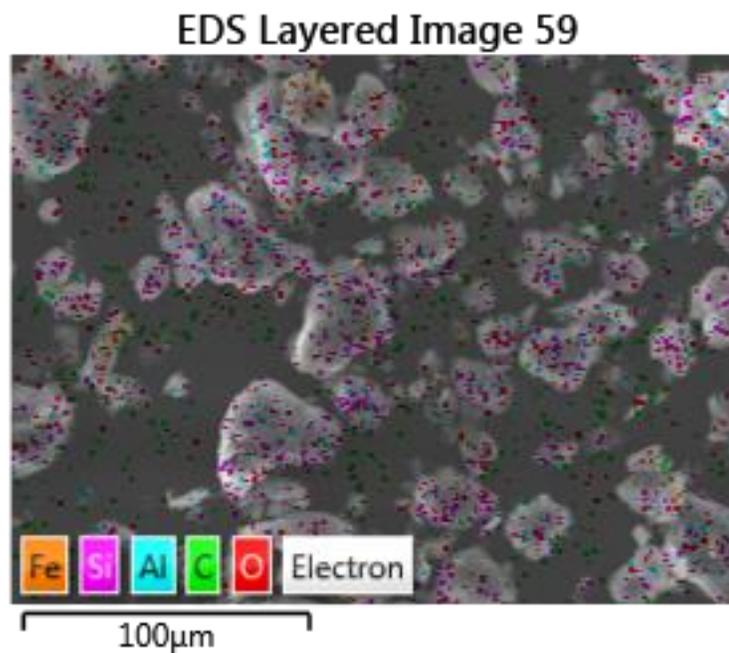


Figura 4.15. Distribución Mapping en zona puntual de los elementos químicos en la muestra sedimentaria triturada (muestra 5). Las zonas claras, en imágenes a color, denotan una presencia más marcada del elemento. En este caso, se

observa nuevamente silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro, sin detectar la presencia de oro.

Microanálisis – muestra 5

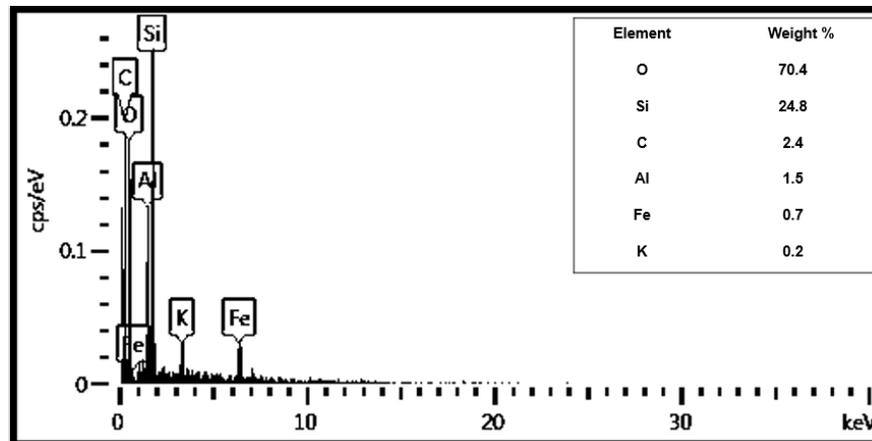


Figura 4.16. Microanálisis de la muestra sedimentaria (muestra 5). Indica la composición química de la muestra, los elementos detectados en mayor cantidad son silicio, aluminio, hierro y potasio. De igual manera es importante señalar que no hay presencia de oro en la muestra analizada.

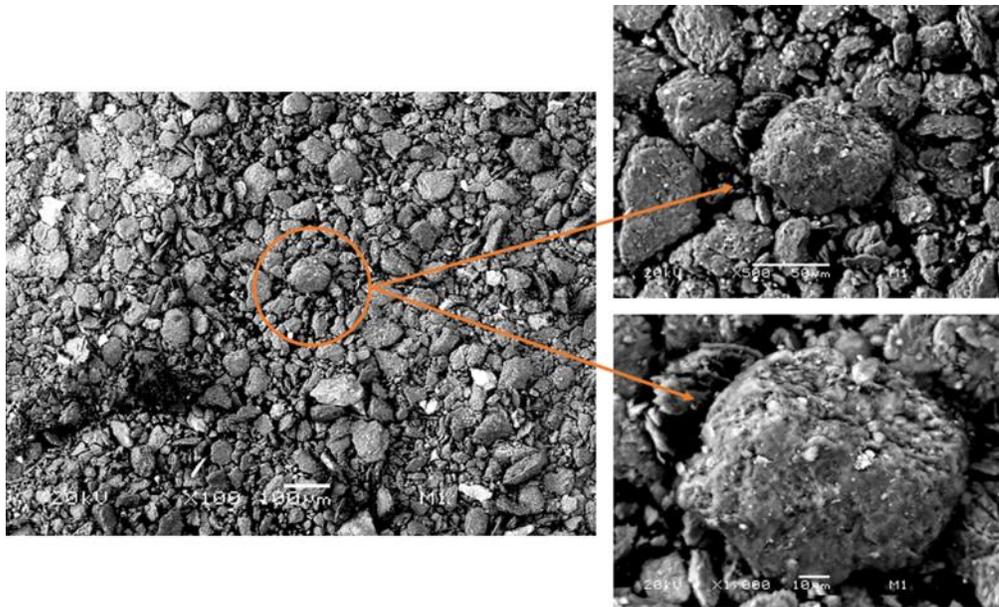


Figura 4.17. Micrografía SEM del mineral sedimentario (muestra 6). Donde se puede observar que el producto lixiviado es poroso.

Tabla 4.4. El producto lixiviado del mineral sedimentario (muestra 6) fue analizada mediante SEM-EDS.

Elemento	Tipo de espectro	Concentración aparente	Elemento (%)	Peso (%)
C	EDS	14.3480	27.1389	39.8160
O	EDS	35.2531	34.7360	38.2589
Na	EDS	1.0605	0.7247	0.5555
Mg	EDS	0.7805	0.5687	0.4122
Al	EDS	14.0210	9.1902	6.0020
Si	EDS	26.6259	18.2221	11.4329
S	EDS	1.0084	0.7070	0.3886
K	EDS	4.6797	2.6378	1.1888
Ti	EDS	0.7903	0.5436	0.2000
Fe	EDS	8.0706	5.5310	1.7452
Total:			100.00	100.00

Analizando por medio del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), las muestras sometidas a lixiviación con tiosulfatos con respecto a las muestras sedimentarias no lixiviadas, presentan cambios en su morfología, los cuales evidencian el ataque químico por parte del tiosulfato.

Mediante los microanálisis químicos realizados a las muestras, se puede detectar la presencia de los elementos, lo que permite conocer el porcentaje en peso en que se encuentran.

Para una mejor comprensión de resultados, se compararán las composiciones químicas del mineral sedimentario solamente triturado y el producto lixiviado del mineral sedimentario como se puede observar en la Tabla 4.5. Por lo que al comparar su composición química se puede conocer su estado inicial sin la intervención del agresor químico externo y establecer criterios de partida en cuanto a su estructura interna. Corroborando así, la presencia de silicio rodeando y cubriendo cristales de aluminio, potasio y hierro en la muestra no lixiviada y la ausencia de oro en el producto lixiviado.

Tabla 4.5. Comparación de elementos presentes del mineral sedimentario y el producto lixiviado analizado mediante MEB-EDS.

Elemento	Mineral sedimentario triturado Peso (%)	Producto lixiviado Peso (%)
Au	0.0044	0.0
C	0.2	39.8
O	53.0	38.3
Na	2.9	0.5
Mg	0.8	0.4
Al	11.7	6.0

Si	22.7	11.4
S	0.7	0.4
K	2.9	1.2
Ti	0.6	0.2
Fe	4.5	1.7
Total:	100.0	100.0

4.1.3 Caracterización mediante Difracción de Rayos – X (DRX)

Las muestras sólidas bajo estudio se analizaron por Difracción de Rayos X en este trabajo se utilizó el difractómetro Equinox (Figura 4.18). Con el objeto específico de analizar las fases minerales presentes en el mineral sedimentario, ya que se trata de una técnica que permite identificar los minerales cristalinos formadores de la roca sedimentaria. En este sentido, para la detección de fases minerales cristalinas con esta técnica se establece un contenido mínimo en torno al 5% en peso, de modo que, la técnica sería inviable para la identificación de fases cristalinas minoritarias.

En el presente trabajo presentamos el análisis de difracción de rayos X, por el método de polvos, para diferentes un mineral sedimentario y el producto sólido lixiviado obtenidos de una serie de experimentos a diferentes temperaturas que van de 25 °C – 50 °C (Figura 4.19), con la finalidad de estudiar el efecto de la temperatura sobre la velocidad de lixiviación de oro. Los difractogramas de rayos X fueron tomados a temperatura ambiente en un difractómetro que opera con radiación $Co - K\alpha_1 \lambda = 1.789010 \text{ \AA}$, y geometría 2θ .

La identificación de las fases cristalinas se realizó de manera automática utilizando el software *Match!* 2 y 3 este programa compara automáticamente el difractograma

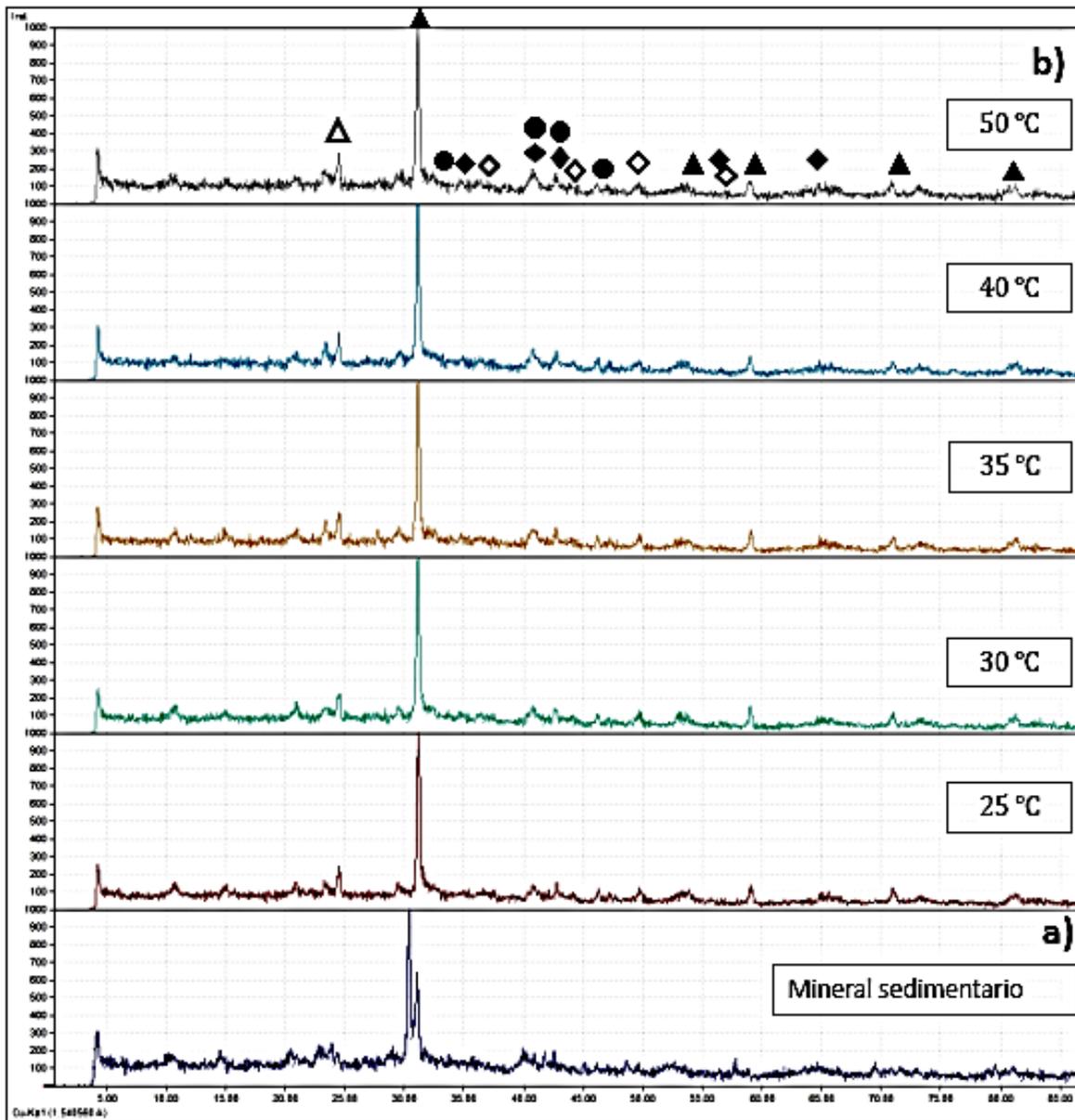
de la muestra objeto de estudio con difractogramas estándar recogidos en la base de datos del ICDD (Internacional Centre for Diffraction Data).

En ambas muestras, el cuarzo (SiO_2) se ha identificado como la fase mayoritaria. Así mismo, se ha detectado la presencia de carbonatos de calcio y sulfuros de hierro (pirita y pirrotina). Finalmente, cabe esperar la presencia de silicatos de Al y Fe , fases oxidadas de Ca , probablemente carbonatos, de acuerdo con los análisis DRX, y fases sulfuradas. Básicamente tres sulfuros minerales de hierro: pirita (FeS_2), pirrotina ($Fe_{(1-x)}S$) y arsenopirita ($FeAsS$).

Dado que no se han observado partículas de Au libres y sí fases sulfuradas, parece lógico pensar que ambas fases se encuentren asociadas. Si fuera así, todo apunta a que el oro se encuentra encapsulado en la matriz de estos sulfuros minerales. La cantidad de oro presente en la muestra sedimentaria es de 44 ppm (0.0044%) por lo que no se ha podido medir el oro, cabe esperar que el contenido de este elemento en una y otra muestra siga esta misma tendencia.



Figura 4.18. Difractómetro de Rayos X (DRX) marca Equinox. UAEH.



Posición (2 theta) – (Co – k α 1)

- ▲ Cuarzo (SiO_2)
- Calcita ($CaCO_3$)
- ◆ Pirita (FeS_2)
- △ Silicatos de Al y Fe (n.d)
- ◇ Pirrotina ($Fe_{(1-x)}S$)

Figura 4.19. Difractogramas del mineral sedimentario: a) mineral sedimentario antes de ser tratado, b) producto sólido lixiviado del mineral sedimentario obtenido

de una serie de experimentos a diferentes temperaturas que van de 25 °C – 50 °C.
n.d.: no determinado.

4.2 Naturaleza de la reacción de lixiviación de oro en el Sistema $Au - S_2O_3^{2-}$

Para determinar la naturaleza de la reacción de lixiviación de Au complejoado con tiosulfato, se realizaron una serie de experimentos de lixiviación.

Las condiciones experimentales para uno de ellos son: *temperatura* = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), *pH* = 9.5, [*mineral tipo sedex*] = 5 gL^{-1} , $Na_2S_2O_3 = 10\text{ gL}^{-1}$, *velocidad de agitación* = 500 min^{-1} , *volumen de la solución* = 500 mL .

El procedimiento experimental de lixiviación de Au complejoado con tiosulfato, utilizando, se realizó de manera similar al sistema de lixiviación de Au mencionado anteriormente, de tal manera, que el *pH* (9.5) de la solución dentro del reactor se mantuvo siempre constante a un valor determinado para cada experimento, añadiendo por medio de una bureta graduada solución de hidróxido de sodio ($NaOH\ 0.3M$).

El avance de la reacción se evaluó por análisis cuantitativo de Au a diferentes tiempos de reacción. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 4.6, en donde se pueden observar los tiempos a los cuales se monitoreo todo el proceso, así como también la concentración de Au en la solución y la conversión de precipitación de Au ($X_{[Au]}$).

La representación gráfica del comportamiento del proceso de extracción de Au se proporciona en la Figura 4.20, mostrando la conversión de Au en función del tiempo, solo representando intervalos de tiempos de 0 a 300 minutos, tiempo suficiente para alcanzar la máxima reacción de extracción.

Asimismo, se muestra la existencia de tres etapas fundamentales durante el proceso de lixiviación de Au con tiosulfato. Un primer período de inducción, una segunda zona de reacción progresiva y una tercera zona de estabilización.

Como puede observarse en la Figura 4.20, que durante el período de inducción existe un proceso de nucleación, en donde no existe una formación importante de *Au* y la solución no sufre variaciones importantes en su contenido de *Au*.

Posteriormente, en la zona de conversión progresiva se destaca un aumento considerable en la velocidad de extracción de *Au*, por lo que es necesario conservar el equilibrio de la reacción controlando el *pH* mediante la adición de *NaOH* 0.3 *M*. Este período continúa linealmente hasta alcanzar una zona de estabilización, donde la conversión de *Au* es aproximadamente cercana o igual a uno en un tiempo de 60 a 240 minutos aproximadamente (Figura 4.20).

Tabla 4.6. Naturaleza de la reacción de lixiviación de Au a temperatura = 25 °C (298 K), *pH* = 9.5, [mineral tipo sedex] = 5 gL⁻¹, [Na₂S₂O₃] = 10 gL⁻¹. velocidad de agitación = 500 min⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.

Tiempo (min)	Volumen (mL)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	500	0	0	0
1	495	0.0001	0.00025	0.00008
1.5	490	0.0005	0.00125	0.00042
2.5	485	0.0014	0.00348	0.00116
5	480	0.0040	0.00983	0.00329
10	475	0.0057	0.01387	0.00464
15	470	0.0195	0.04694	0.01590
20	465	0.0390	0.09288	0.03197
25	460	0.0600	0.14135	0.04953
30	455	0.2850	0.66412	0.30488
35	450	0.3475	0.80087	0.41604
40	445	0.3823	0.87128	0.49509
45	440	0.4174	0.94058	0.60979
60	435	0.4481	0.99829	0.88041
90	430	0.4562	1.00465	1.16694
120	425	0.4606	1.00255	1.13658

180	420	0.4607	0.99097	0.79175
240	415	0.4705	1	1
260	410	0.4513	0.94764	0.62588
280	405	0.4422	0.91720	0.56415
300	400	0.4320	0.88499	0.51368

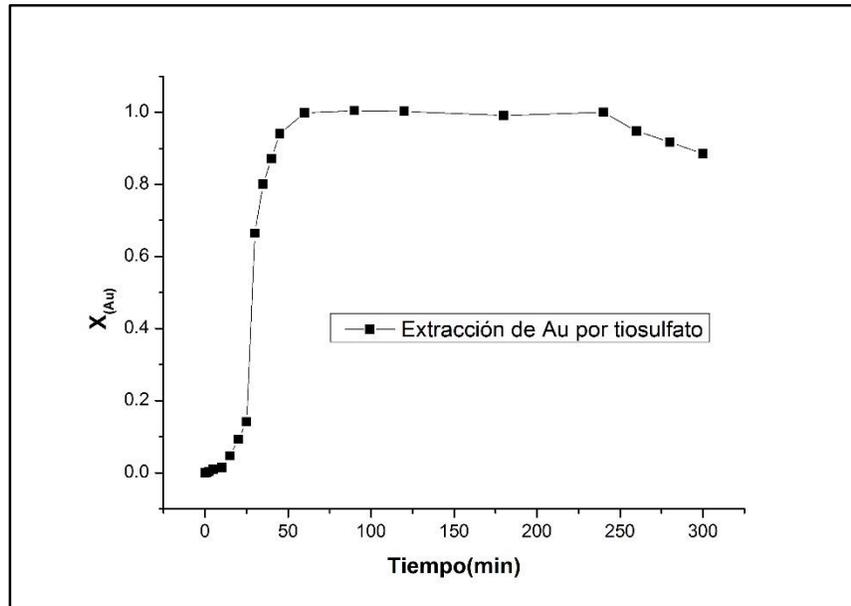


Figura 4.20. Representación gráfica de la Lixiviación de *Au* en función del tiempo.

a $temperatura = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ (298 K), $pH = 9.5$, $[mineral\ tipo\ sedex] = 5\text{ gL}^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 10\text{ gL}^{-1}$. $velocidad\ de\ agitación = 500\text{ min}^{-1}$ y $volumen\ de\ la\ solución = 500\text{ mL}$.

De la etapa de precipitación progresiva, se calculan las constantes experimentales de velocidad, mediante regresión lineal, tomando los valores de *Au* extraído frente al tiempo (Figura 4.21), obteniendo una línea recta cuyo valor representa la K_{exp} , siendo en este caso de 0.0191 min^{-1} . Es importante señalar, que el valor del coeficiente de regresión lineal (R) de la recta es de 0.9983.

En la Figura 4.21 se representa el modelo cinético de núcleo decreciente y control químico para los datos obtenidos en la etapa de conversión progresiva; se observa que los datos se ajustan en tendencia lineal a dicho modelo.

Una vez establecidas las condiciones de partida se pueden establecer las variaciones tanto de las concentraciones, de temperatura y velocidades de agitación para obtener el comportamiento de la reacción en función del tiempo.

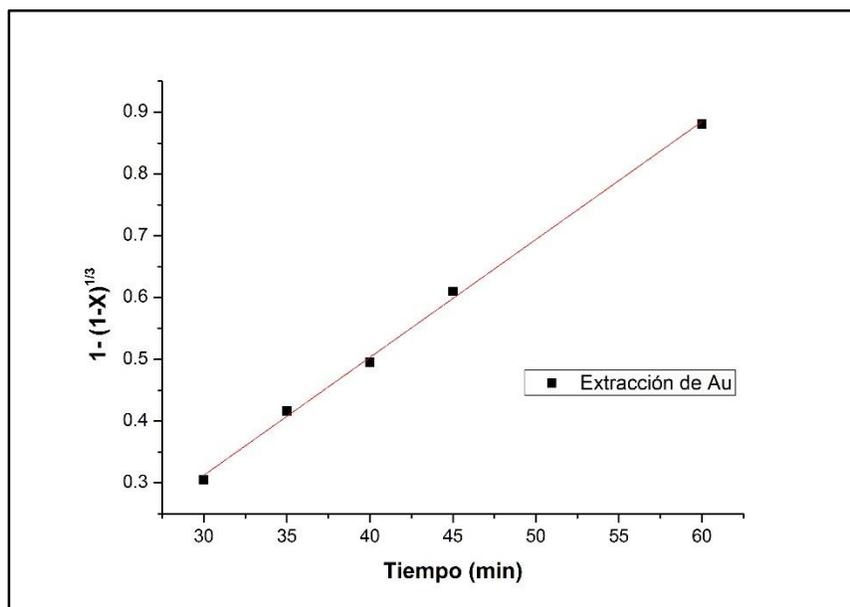


Figura 4.21. Representación del modelo de núcleo decreciente y control químico para los datos de la Tabla 4.6.

4.3 Efecto de la concentración de tiosulfato

Para el estudio del efecto de la concentración inicial de tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$) en la velocidad de lixiviación del oro (Au), contenida en mineral sedimentario, se realizaron una serie de experimentos a diferentes concentraciones del complejante ($S_2O_3^{2-}$), parámetro variable y manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales se muestran a continuación:

Parámetro variable: $[Na_2S_2O_3](g L^{-1}) = 5, 10, 20, 30, 40$ y 50 .

Parámetros constantes: *temperatura* = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), *pH* = 9.5 ,
[mineral sedimentario] = 10 g L^{-1} , *velocidad de agitación* =
 500 min^{-1} , *volumen de la solución* = 500 mL .

Durante el proceso experimental el *pH* se mantuvo en todo momento constante, mediante la adición al reactor de una solución previamente preparada de $NaOH\ 0.3\ M$. El avance de la reacción se evaluó igualmente por el análisis cuantitativo de oro para los distintos tiempos de reacción, previamente seleccionados se tomaron alícuotas de 5 cm^3 de la solución, se filtraron y la solución obtenida fue analizada por espectrofotometría de plasma acoplada (ICP) para determinar el contenido de Au complejoado con tiosulfato.

Los resultados obtenidos en los experimentos para las diferentes concentraciones iniciales de tiosulfato, son los que se muestran a continuación en las tablas 4.7 a 4.12; en éstas se especifica el tiempo de extracción de las muestras, la concentración de oro en la solución $X_{[Au]}$ y los valores obtenidos de la aplicación del modelo para control químico $Kt = 1 - (1 - X)^{1/3}$. La representación gráfica de los valores obtenidos en la serie de experimentos, se muestra en las figuras 4.22 a 4.27. En ellas se puede observar la presencia de dos etapas fundamentales durante el proceso de lixiviación de Au con tiosulfato de sodio.

En las gráficas, se observan las tres etapas fundamentales durante el proceso de lixiviación de *Au*. El comportamiento del proceso es equivalente a los descritos en los efectos estudiados anteriormente; es decir, la reacción presenta una zona de inducción, una zona de lixiviación progresiva y una zona de estabilización, donde para todos los valores de concentración utilizados, la conversión de *Au* es cercana o igual a 1.

Durante el período de inducción la solución lixiviada no sufre prácticamente cambios. La etapa de conversión progresiva aparece después del período de inducción, destacando un aumento considerable en la velocidad de lixiviación de oro. El período de lixiviación de oro continua linealmente, hasta alcanzar una zona de estabilización, donde en la gran mayoría de los casos la conversión es aproximadamente igual a 1.

Por lo que, para concentraciones de tiosulfato igual o superiores a 30 gL^{-1} la conversión es a tiempos superiores de 60 min, mientras que para concentraciones inferiores o igual a 30 gL^{-1} , la conversión se tiene en 180 minutos aproximadamente. Por otro lado, también se observa que al incrementar la concentración del agente complejante (tiosulfato) superiores a 30 gL^{-1} , la velocidad de reacción aumenta como se puede observar en la Figura 4.28.

Tabla 4.7. Lixiviación de *Au*. *Efecto concentración de tiosulfato* ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) = 5 gL^{-1} , *temperatura* = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), *pH* = 9.5, *[mineral]* = 10 gL^{-1} , *velocidad de agitación* = 500 min^{-1} , *volumen de la solución* = 500 mL .

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0	0	0
30	0	0	0
45	0.0110	0.0785	0.0269
60	0.0400	0.2823	0.1047
90	0.0900	0.6284	0.2810

120	0.1300	0.8979	0.5326
180	0.1380	0.9428	0.6147
240	0.1480	1	1

$K_{exp} = 1.05 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$
 $R = 0.9924$

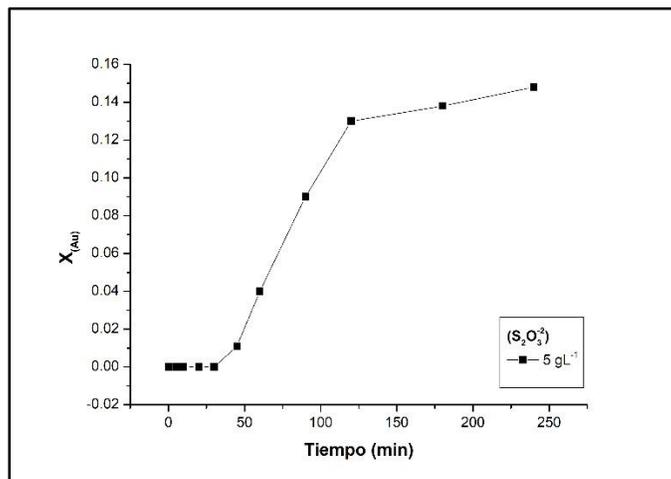


Figura 4.22. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 5 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).

Tabla 4.8. Lixiviación de Au. *Efecto concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 10 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $\text{pH} = 9.5$, [mineral] = 10 gL^{-1} , velocidad de agitación = 500 min^{-1} , volumen de la solución = 500 mL .

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0	0	0
30	0.0210	0.0689	0.0235
45	0.0600	0.1948	0.0697
60	0.0901	0.2895	0.1077
90	0.1525	0.4847	0.1983
120	0.2130	0.6697	0.3088
180	0.3152	0.9803	0.7300
240	0.3251	1	1

$K_{exp} = 6.2 \times 10^{-3} \text{min}^{-1}$
 $R = 0.9946$

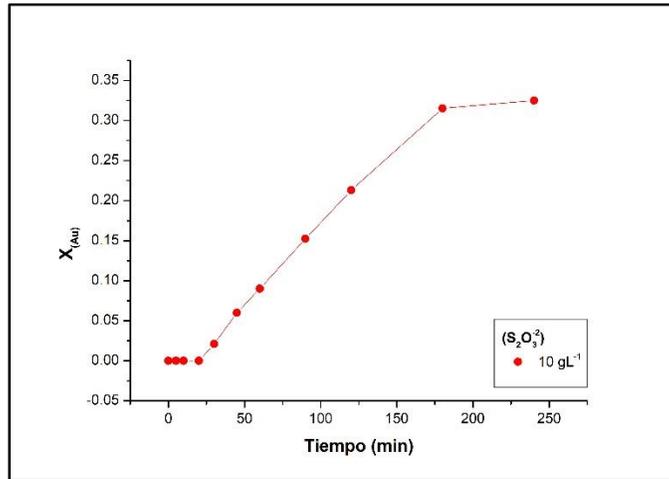


Figura 4.23. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 10 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).

Tabla 4.9. Lixiviación de Au. *Efecto concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 20 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $\text{pH} = 9.5$, [mineral] = 10 gL^{-1} , velocidad de agitación = 500 min^{-1} , volumen de la solución = 500 mL .

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0.0210	0.0403	0.0136
30	0.0510	0.0968	0.0334
45	0.0900	0.1690	0.0599
60	0.1450	0.2695	0.0994
90	0.2460	0.4523	0.1818
120	0.3200	0.5820	0.2523
180	0.5620	1.0111	1.2231
240	0.5620	1	1

$$K_{exp} = 6 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R = 0.9957$$

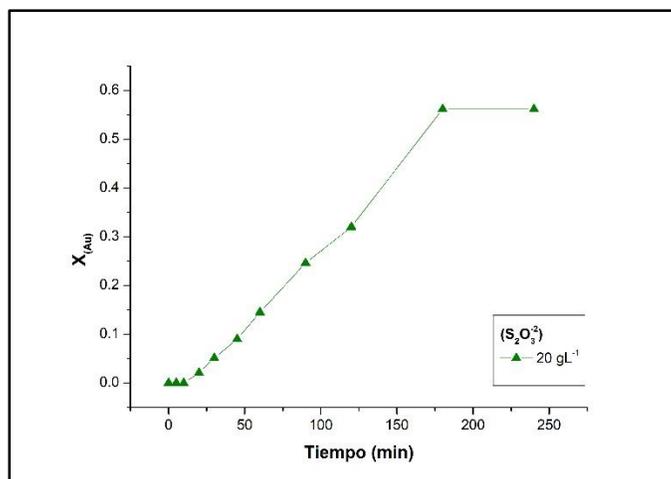


Figura 4.24. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 20 gL^{-1} , temperatura = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).

Tabla 4.10. Lixiviación de Au. *Efecto concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 30 gL^{-1} , temperatura = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $\text{pH} = 9.5$, [mineral] = 10 gL^{-1} , velocidad de agitación = 500 min^{-1} , volumen de la solución = 500 mL .

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.0200	0.0220	0.0074
10	0.0340	0.0371	0.0125
20	0.0450	0.0486	0.0165
30	0.0880	0.0941	0.0324
45	0.2360	0.2496	0.0913
60	0.3230	0.3380	0.1285
90	0.5160	0.5343	0.2249
120	0.6880	0.7047	0.3341
180	0.9990	1.0121	1.2297
240	0.9980	1	1

$$K_{exp} = 6.1 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R = 0.9914$$

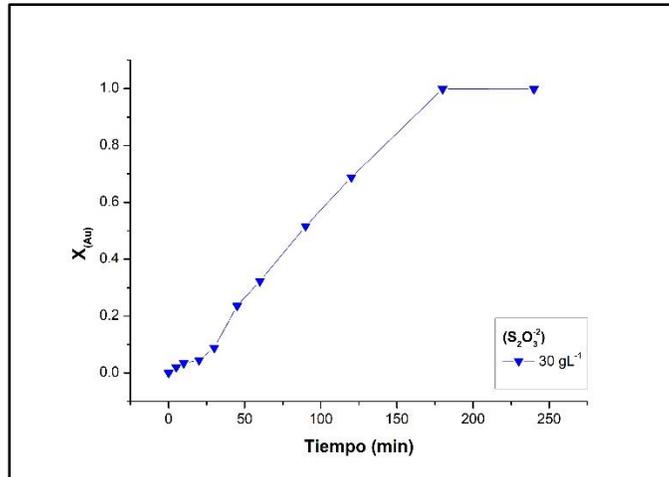


Figura 4.25. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 30 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).

Tabla 4.11. Lixiviación de Au. *Efecto concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 40 gL^{-1} , temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $\text{pH} = 9.5$, [mineral] = 10 gL^{-1} , velocidad de agitación = 500 min^{-1} , volumen de la solución = 500 mL .

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.0340	0.0374	0.0126
10	0.0620	0.0676	0.0231
20	0.0820	0.0885	0.0304
30	0.2010	0.2146	0.0774
45	0.4870	0.5146	0.2141
60	0.7400	0.7737	0.3906
90	0.9990	1.0333	1.3218
120	0.9990	1.0222	1.2811
180	0.9990	1.0111	1.2231
240	0.9990	1	1

$$K_{exp} = 1.4 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$$

$$R = 0.9699$$

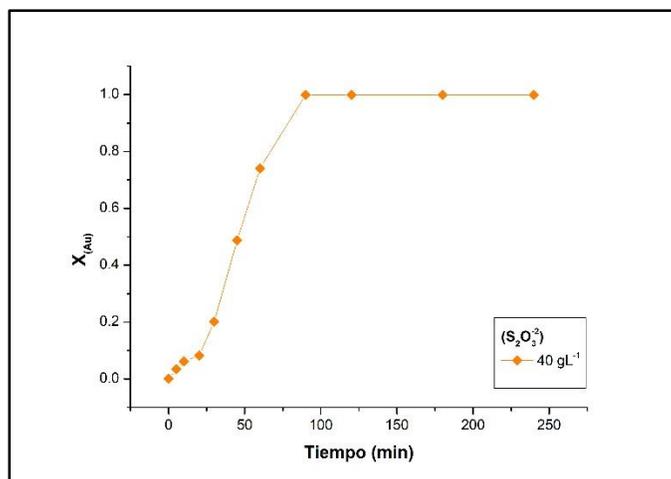


Figura 4.26. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 40 gL^{-1} , temperatura = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).

Tabla 4.12. Lixiviación de Au. *Efecto concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = 50 gL^{-1} , temperatura = $25\text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $pH = 9.5$, [mineral] = 10 gL^{-1} , velocidad de agitación = 500 min^{-1} , volumen de la solución = 500 mL.

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	X_{Au}	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.0500	0.0551	0.0187
10	0.1180	0.1286	0.0449
20	0.3420	0.3690	0.1423
30	0.5920	0.6321	0.2835
45	0.9990	1.0556	1.3816
60	0.9990	1.0444	1.3542
90	0.9990	1.0333	1.3218
120	0.9990	1.0222	1.2811
180	0.9990	1.0111	1.2231
240	0.9990	1	1

$$K_{exp} = 2.66 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$$

$$R = 0.9686$$

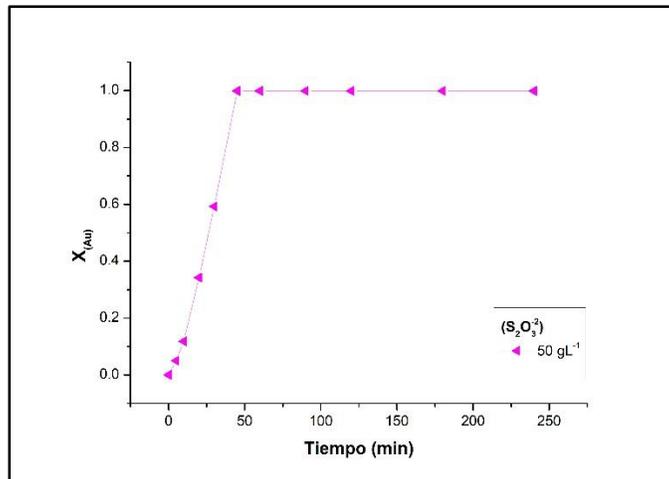


Figura 4.27. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$) = 50 gL⁻¹, temperatura = 25 °C (298 K).*

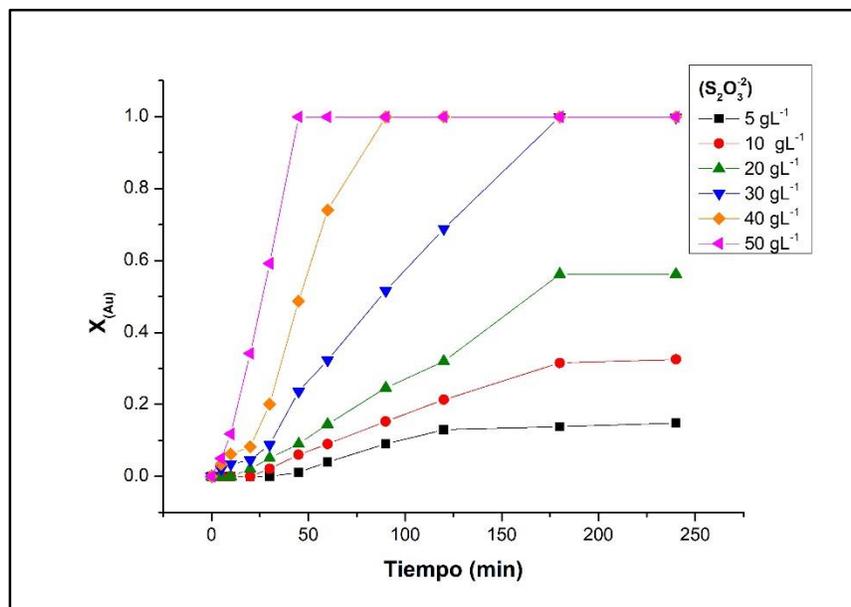


Figura 4.28. Representación gráfica general de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto Concentración de tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$): temperatura = 25 °C (298 K), pH = 9.5, [mineral] = 10 gL⁻¹, velocidad de agitación = 500 min⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.*

Las constantes experimentales de velocidad, fueron calculadas de la misma manera que en los efectos anteriores, siendo esta mediante regresión lineal y tomando los valores de tiempo, frente al factor de conversión de Au , con lo cual la pendiente de la línea recta representa dicha constante experimental (K_{exp}).

Los resultados indican que la velocidad de lixiviación de Au se vuelve más rápida a medida que se incrementa la concentración del complejante en el rango de 5 a 50 gL^{-1} , después de esta concentración la velocidad de disolución de Au no se ve afectada por la concentración del tiosulfato y permanece constante (Figura 4.29).

De esta manera, para concentraciones 5 $g L^{-1}$ de tiosulfato, se tienen velocidades de $1.5 \times 10^{-2} min^{-1}$ aumentando hasta velocidades de $2.66 \times 10^{-2} min^{-1}$, correspondiente a la concentración máxima de tiosulfato utilizada en este estudio, que es la correspondiente a 50 $g L^{-1}$.

Por otro lado, el coeficiente de regresión lineal R^2 de las pendientes calculadas, fueron mayores de 0.99.

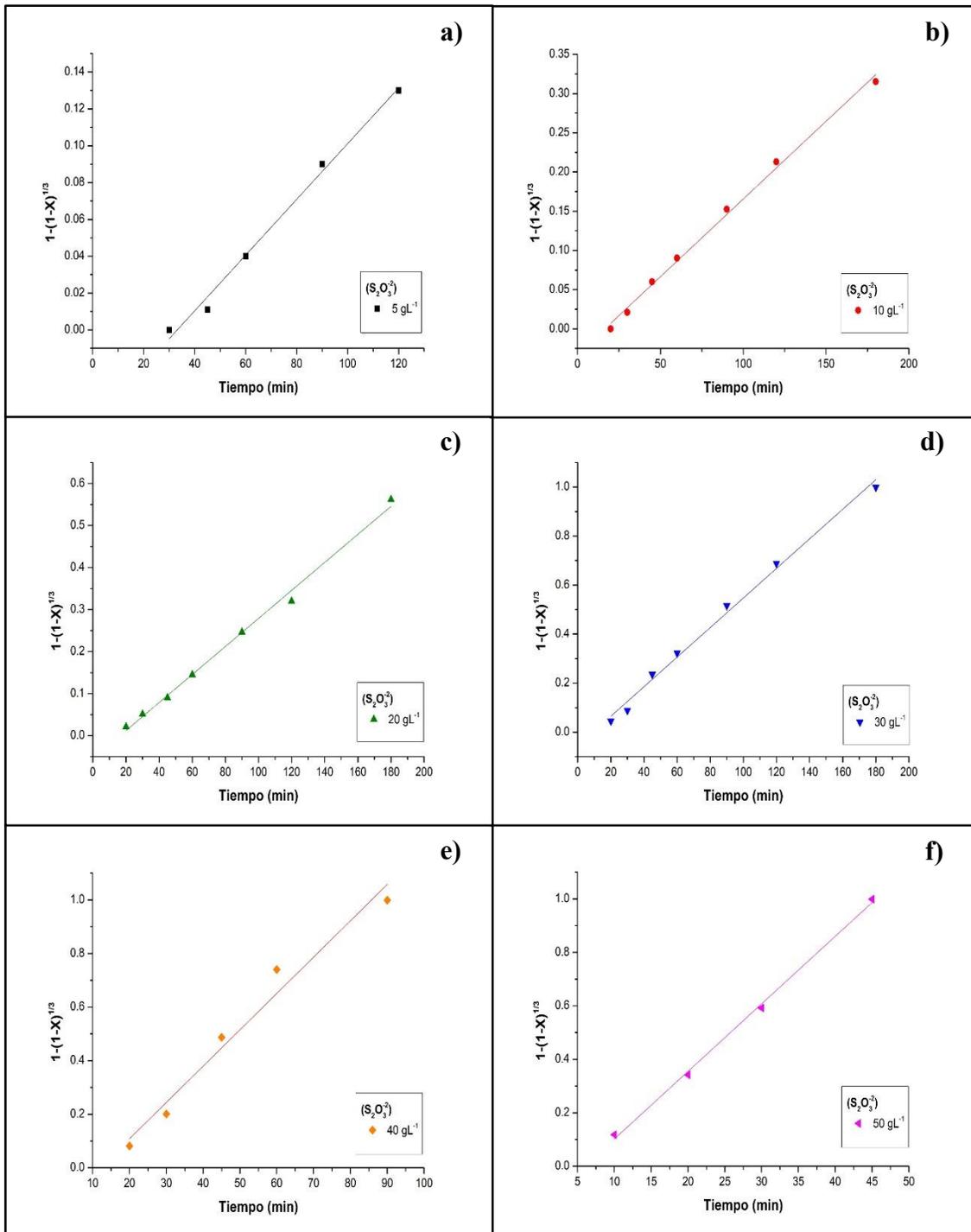


Figura 4.29. Extracción de Au en función del tiempo. Representación gráfica del *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$) = a) 5 gL^{-1} , b) 10 gL^{-1} , c) 20 gL^{-1} , d) 30 gL^{-1} , e) 40 gL^{-1} y f) 50 gL^{-1} a temperatura =

25 °C (298 K), $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 \text{ gL}^{-1}$, *velocidad de agitación* = 500 min^{-1} y *volumen de la solución* = 500 mL .

La representación gráfica de la conversión de Au , en función del tiempo, para todas las concentraciones de tiosulfatos analizadas se muestra en la Figura 4.30, representando tiempos de 20 a 180 minutos, debido a que en estos tiempos se obtienen los valores máximos de lixiviación de Au . En la misma Figura 4.30, se puede apreciar claramente la disminución de la velocidad de precipitación de Au conforme se incrementa la concentración de tiosulfatos. Lo que indica que el complejo tiosulfato de Au es más estable a medida que se incrementa la concentración de los tiosulfatos.

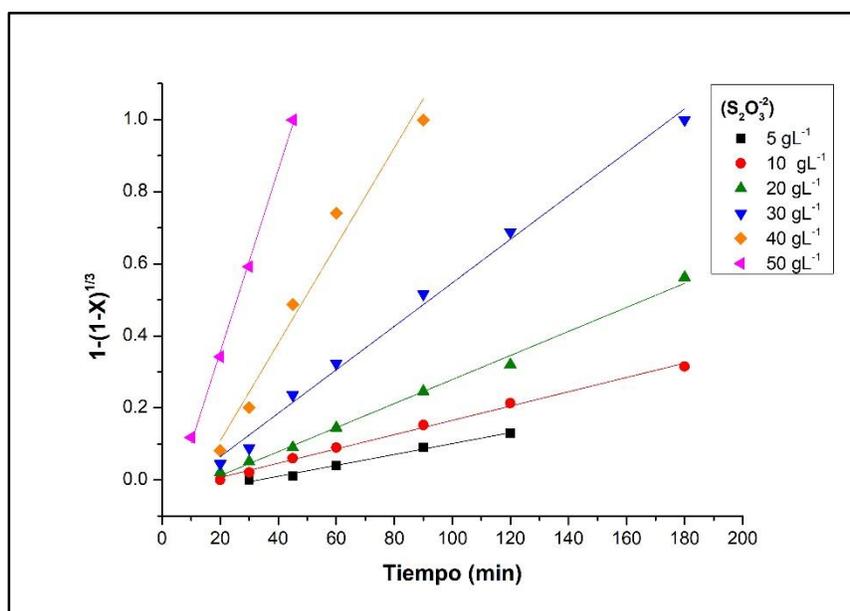


Figura 4.30. Extracción de Au en función del tiempo. Representación gráfica general del *Efecto Concentración de tiosulfato* ($S_2O_3^{2-}$): *temperatura* = 25 °C (298 K), $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 \text{ gL}^{-1}$, *velocidad de agitación* = 500 min^{-1} y *volumen de la solución* = 500 mL .

Para calcular el orden cinético de la reacción con respecto a la concentración de tiosulfatos, bajo las condiciones estudiadas, se gráfica la dependencia lineal del logaritmo de la K_{exp} frente al logaritmo de las concentraciones de tiosulfatos ensayadas, tal como se muestra en la Tabla 1.7 y Figura 1.10, obteniendo una línea recta cuya pendiente representa el orden de reacción frente a la concentración de tiosulfatos, determinándose mediante regresión lineal de los valores obtenidos. Para este estudio se establece un orden de reacción de $n = 0.4$ en el rango de 5 a 30 gL^{-1} y de orden $n = 2.8$ en el rango de 30 a 50 gL^{-1} de tiosulfatos. Estos valores eran esperados, dado que el tiosulfato es en realidad el complejante de la solución de oro e indica una considerable influencia del mismo sobre la velocidad de lixiviación de oro.

Tabla 4.13. Dependencia del K_{exp} en función de la concentración de tiosulfatos.

$S_2O_3^{2-} (gL^{-1})$	$\log S_2O_3^{2-} (gL^{-1})$	$K_{exp} (min^{-1})$	$\log K_{exp} (min^{-1})$
5	0.6990	0.0105	-1.9788
10	1.0000	0.0062	-2.2076
20	1.3010	0.006	-2.2218
30	1.4771	0.0061	-2.2147
40	1.6021	0.014	-1.8539
50	1.6990	0.0266	-1.5751

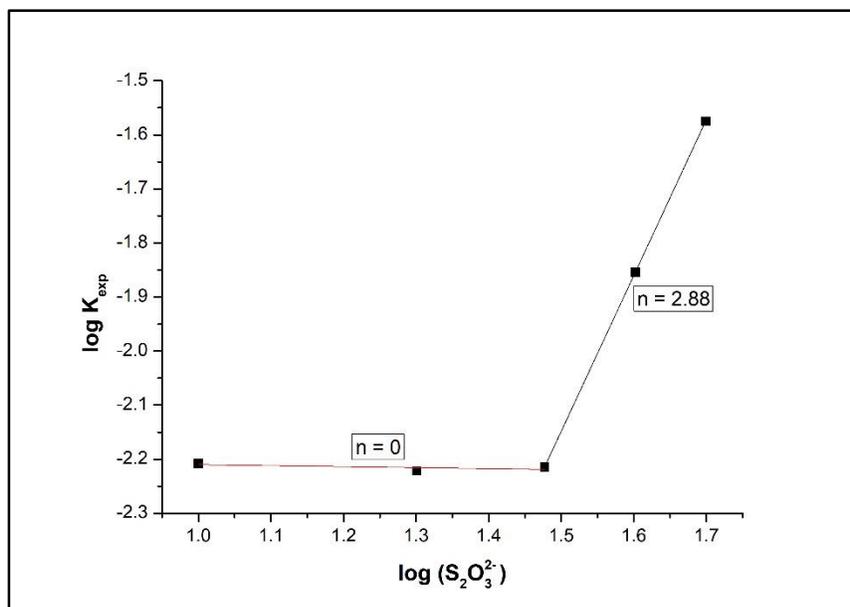


Figura 4.31. Dependencia del K_{exp} frente a la concentración de tiosulfatos.

Orden de reacción $n \cong 0$ en el rango de 5 a 30 gL^{-1} .

Orden de reacción $n = 2.88$ en el rango de 30 a 50 gL^{-1} .

4. 4 Efecto de la temperatura

Para estudiar el efecto de la temperatura sobre la velocidad de lixiviación de oro, se realizaron una serie de experimentos a diferentes temperaturas, manteniendo los demás parámetros constantes. Las condiciones experimentales son las que se muestran a continuación:

Parámetro variable: *temperatura* =

25 °C (298 K), 30 °C (303 K), 35 °C (308 K), 40 °C (313 K), 45 °C (318 K) y 50 °C (323 K).

Parámetros constantes: *pH* = 9.5, [*mineral sedimentario*] = 10 gL⁻¹,

velocidad de agitación = 500 min⁻¹, *volumen de la solución* = 500 mL y

[*Na₂S₂O₃*] = 20 gL⁻¹.

Durante todo el proceso experimental el *pH* se conservó constante, adicionando al reactor solución previamente preparada de *NaOH* 0.3 M. Para dar seguimiento al avance de la reacción de disolución de oro, a diferentes intervalos de tiempo fueron extraídas muestras de 5 mL de la solución lixiviada los cuales fueron analizados por ICP y de esta forma conocer la concentración de Au lixiviado.

Los análisis obtenidos durante los experimentos para las diferentes temperaturas ensayadas, son los que se muestran en las tablas 4.14 a 4.19 especificando en estas el tiempo de reacción, la concentración de Au en la solución $X_{[Au]}$, además se muestran los valores obtenidos de la aplicación de modelo para control químico $Kt = 1 - (1 - x)^{1/3}$, ya que este modelo de tamaño constante, de núcleo creciente en donde la reacción química controla el proceso y se ajusta a los datos experimentales.

La representación gráfica de los valores obtenidos durante el análisis cuantitativo de la serie de experimentos, son los que se muestran en las figuras 4.32 a 4.37.

En la gráfica representada en la Figura 4.38 pueden observarse tres etapas fundamentales durante el proceso de lixiviación. En las gráficas se puede apreciar que a mayor temperatura el porcentaje de concentración de Au en la solución lixiviada se incrementa, ya que a temperaturas menores de 25 °C (298 K) la conversión es de $3.8 \times 10^{-3} \text{min}^{-1}$ y para temperaturas de 50 la conversión es de $2.15 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$ en tiempos de 0 a 240 minutos para ambos casos. Así mismo se comprobó que la velocidad de disolución de este metal precioso aumenta a elevadas temperaturas.

Tabla 4.14. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 25 °C (298 K)*, $pH = 9.5$, $[\text{mineral}] = 10 \text{ gL}^{-1}$, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$. *velocidad de agitación = 500 min⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[\text{Au}]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0	0	0
30	0.1800	0.5902	0.2572
45	0.2010	0.6522	0.2968
60	0.2250	0.7224	0.3477
90	0.2550	0.8100	0.4251
120	0.2825	0.8877	0.5176
180	0.3253	1.0110	1.2221
240	0.3253	1	1

$$K_{exp} = 2.9 \times 10^{-3} \text{min}^{-1}$$

$$R = 0.9988$$

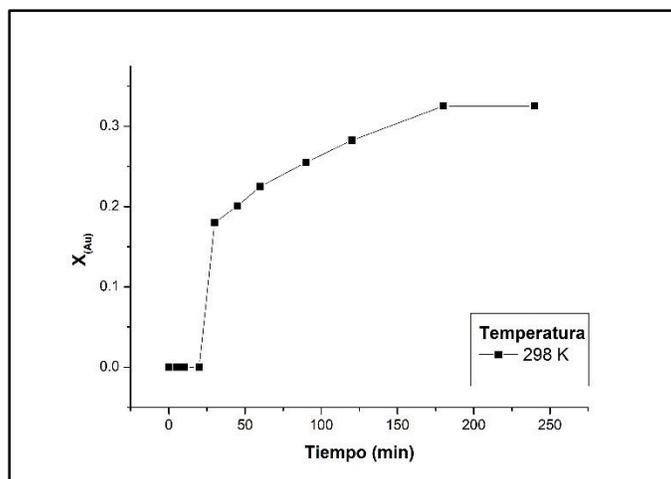


Figura 4.32. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 25 °C (298 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

Tabla 4.15. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 30 °C (303 K), $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$. velocidad de agitación = $500 min^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0	0	0
30	0.3070	0.7612	0.3796
45	0.3330	0.8171	0.4323
60	0.3520	0.8546	0.4741
90	0.3875	0.9308	0.5894
120	0.4201	0.9982	0.8789
180	0.4302	1.0111	1.2231
240	0.4302	1	1

$$K_{exp} = 3.5 \times 10^{-3} min^{-1}$$

$$R = 0.9966$$

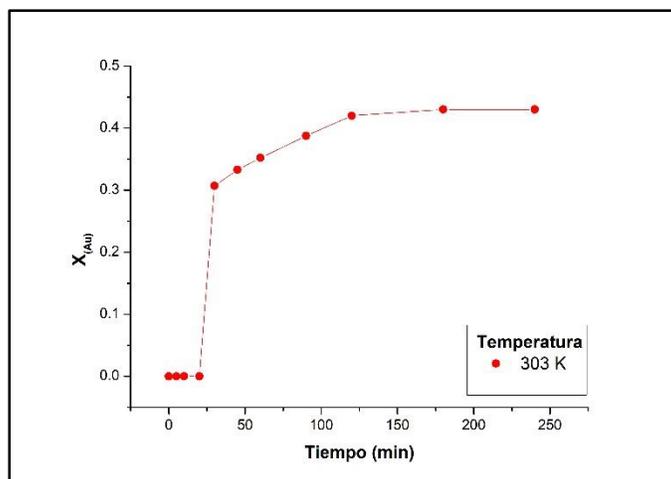


Figura 4.33. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 30 °C (303 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

Tabla 4.16. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 35 °C (308 K), pH = 9.5, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$. velocidad de agitación = $500 min^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0	0	0
10	0	0	0
20	0.3060	0.7664	0.3842
30	0.3160	0.7833	0.3994
45	0.3330	0.8169	0.4321
60	0.3598	0.8733	0.4978
90	0.3875	0.9306	0.5890
120	0.4201	0.9980	0.8738
180	0.4202	0.9874	0.7672
240	0.4303	1	1

$$K_{exp} = 3.3 \times 10^{-3} min^{-1}$$

$$R = 0.9914$$

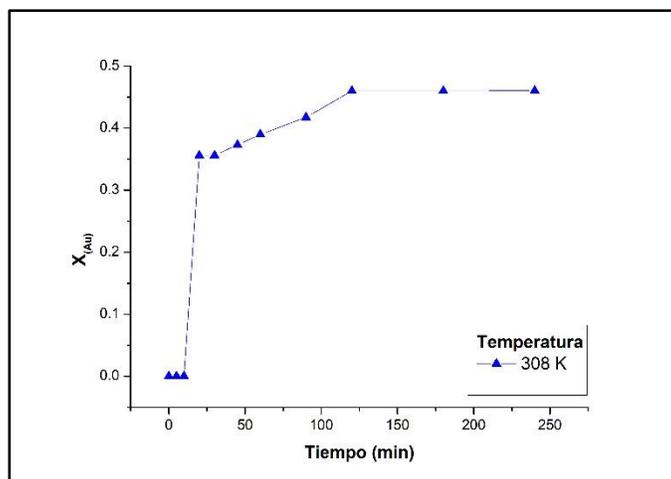


Figura 4.34. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 35 °C (308 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

Tabla 4.17. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 40 °C (313 K), $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$. velocidad de agitación = $500 min^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.3562	0.7389	0.3608
10	0.3712	0.7622	0.3805
20	0.3991	0.8110	0.4262
30	0.4160	0.8368	0.4535
45	0.4400	0.8758	0.5011
60	0.4598	0.9056	0.5447
90	0.4875	0.9499	0.6314
120	0.5303	1.0222	1.2811
180	0.5303	1.0111	1.2231
240	0.5303	1	1

$$K_{exp} = 3 \times 10^{-3} min^{-1}$$

$$R = 0.9996$$

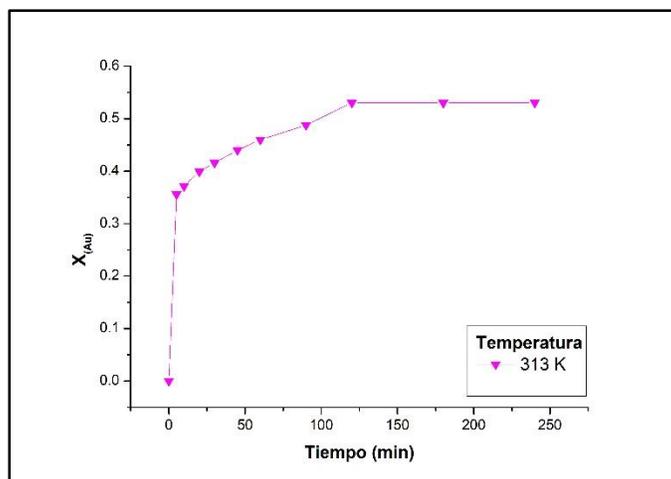


Figura 4.35. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 40 °C (313 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

Tabla 4.18. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 45 °C (318 K), $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$. velocidad de agitación = $500 min^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.2216	0.3151	0.1185
10	0.5153	0.7252	0.3499
20	0.6568	0.9149	0.5602
30	0.7145	0.9851	0.7537
45	0.7332	1.0003	1.0671
60	0.7619	1.0285	1.3055
90	0.7663	1.0235	1.2862
120	0.7575	1.0008	1.0935
180	0.7583	0.9910	0.7919
240	0.7737	1	1

$$K_{exp} = 8.4 \times 10^{-3} min^{-1}$$

$$R = 0.845$$

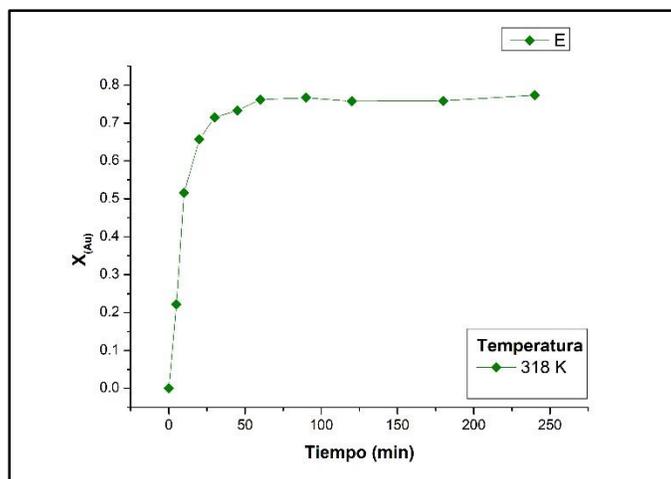


Figura 4.36. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 45 °C (318 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

Tabla 4.19. Lixiviación de Au: *Efecto temperatura = 50 °C (323 K), pH = 9.5, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$. velocidad de agitación = $500 min^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[Au]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.3265	0.4088	0.1607
10	0.6202	0.7686	0.3861
20	0.7617	0.9344	0.5966
30	0.8194	0.9948	0.8267
45	0.8381	1.0069	1.1904
60	0.8668	1.0304	1.3122
90	0.8712	1.0246	1.2910
120	0.8624	1.0034	1.1500
180	0.8632	0.9934	0.8123
240	0.8786	1	1

$K_{exp} = 2.31 \times 10^{-2} min^{-1}$ $R = 0.999$

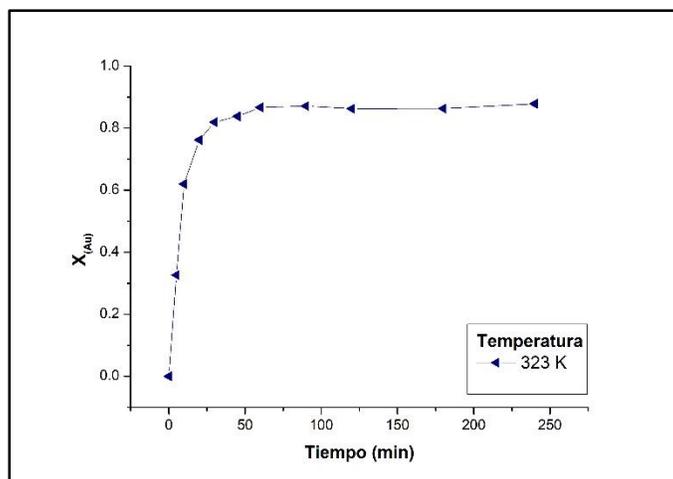


Figura 4.37. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto temperatura = 50 °C (323 K) y $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$.*

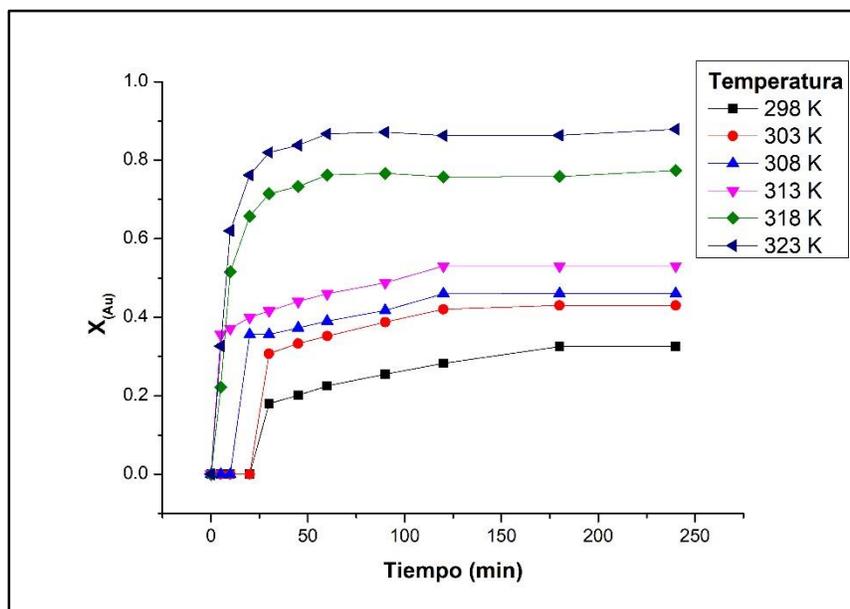


Figura 4.38. Extracción de Au en función del tiempo. Representación gráfica del *Efecto temperatura = a) 25 °C (298 K), b) 30 °C (303 K), c) 35 °C (308 K), d) 40 °C (313 K), e) 45 °C (318 K) y f) 50 °C 323 K), pH = 9.5, [mineral] = 10 gL⁻¹, [Na₂S₂O₃] = 20 gL⁻¹, velocidad de agitación = 500 min⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.*

De la etapa de lixiviación progresiva, se calcularon las respectivas constantes experimentales de velocidad (K_{exp}) para cada temperatura estudiada, graficando el tiempo frente a la X_{Au} , cuya pendiente representa una K_{exp} de velocidad; observando, un aumento importante de la velocidad de lixiviación de Au a medida que se incrementa (figuras 4.39 y 4.40).

Cabe hacer mención que los valores del coeficiente de regresión lineal R de las rectas en todos los casos es superior a 0.99.

De esta manera, se tiene una velocidad de lixiviación, para la temperatura de 25 °C de 0.0029 min^{-1} , la velocidad de reacción se incrementa notablemente hasta 0.0231 min^{-1} para la temperatura de 50 °C la temperatura.

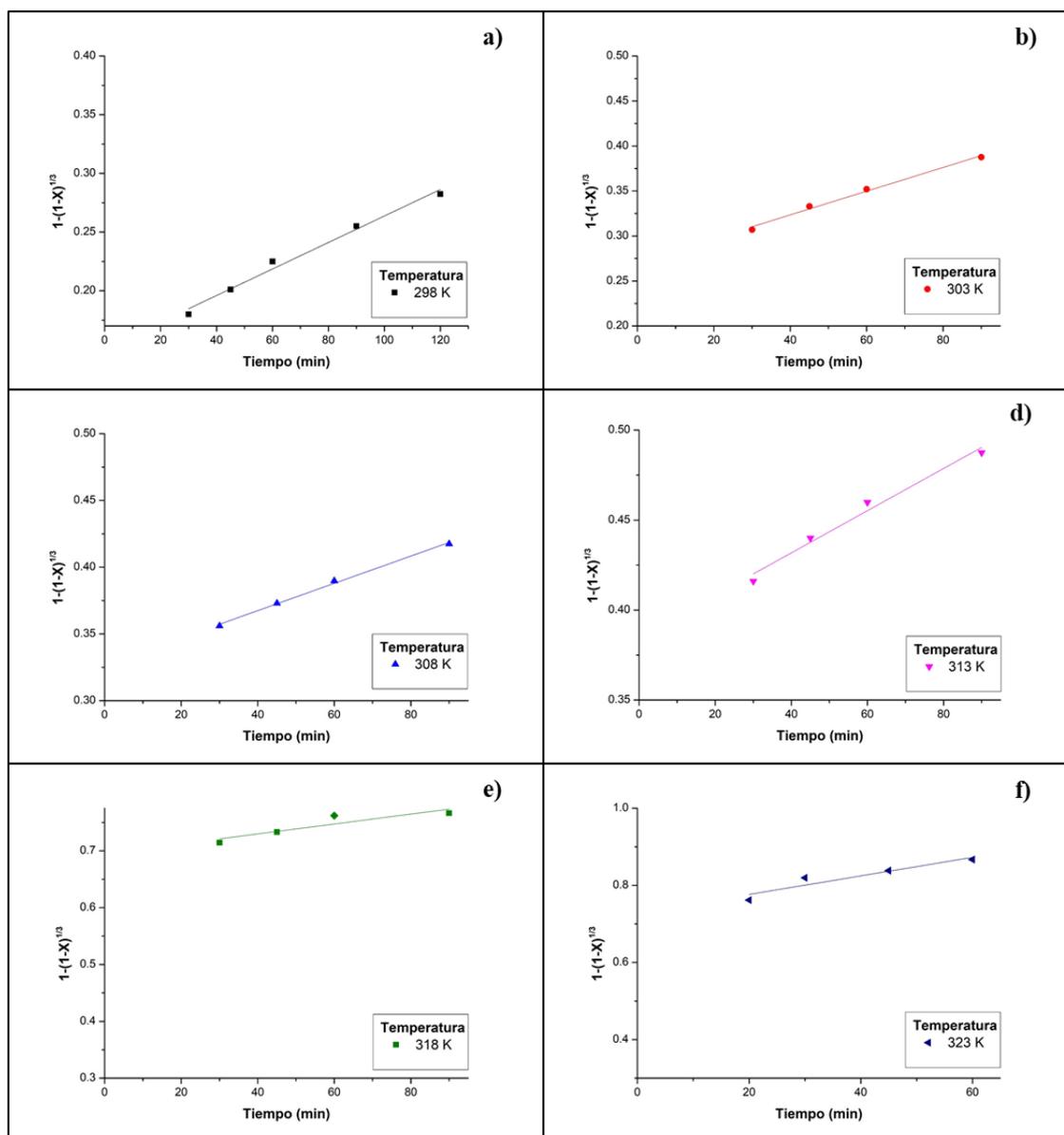


Figura 4.39. Extracción de Au en función del tiempo. Representación gráfica del *Efecto temperatura* = **a)** 25 °C (298 K), **b)** 30 °C (303 K), **c)** 35 °C (308 K), **d)** 40 °C (313 K), **e)** 45 °C (318 K) **y f)** 50 °C 323 K), $pH = 9.5$, $[\text{mineral}] = 10 \text{ gL}^{-1}$, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$, *velocidad de agitación* = 500 min^{-1} *y volumen de la solución* = 500 mL.

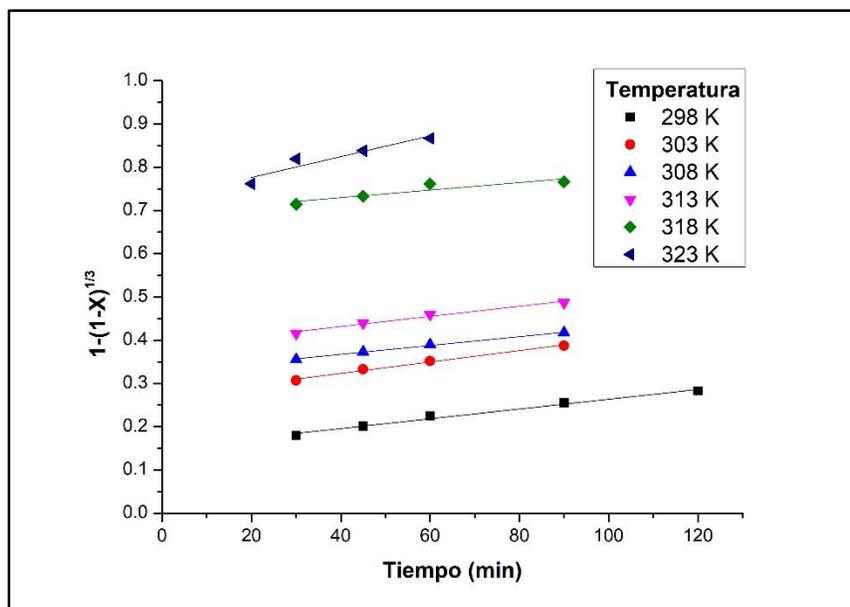


Figura 4.40. Extracción de Au en función del tiempo. Representación gráfica general del *Efecto temperatura*: $pH = 9.5$, $[mineral] = 10 gL^{-1}$, $[Na_2S_2O_3] = 20 gL^{-1}$, *velocidad de agitación* = $500 min^{-1}$ y *volumen de la solución* = $500 mL$.

En las reacciones heterogéneas la determinación de la energía de activación del sistema es el mejor indicativo para comprobar si una reacción está controlada químicamente o por difusión, por lo que esta es fácilmente calculada mediante la ecuación de Arrhenius S. ($\ln K = \ln A - (Ea/RT)$).

Para calcular las K_{exp} se representó gráficamente el modelo $1 - (1 - X_B)^{1/3} = K_{exp}t$ las distintas temperaturas de trabajo, obteniéndose líneas rectas, en considerables intervalos (zona de conversión progresiva). La pendiente de la recta representa la K_{exp} para cada temperatura de trabajo, de tal manera que representando posteriormente el logaritmo neperiano de las de las K_{exp} frente a $1/T$, se obtiene una línea recta de pendiente negativa, cuyo valor es $-(Ea/RT)$, lo que permite calcular la energía de activación del sistema. De igual manera se calculó el *factor de frecuencia* $A = 1.3321 E + 09$ ($b = \ln A$) que nos indica la frecuencia de las colisiones entre las moléculas reactivas.

En la Tabla 3.7 se muestran los valores de las K_{exp} en función de la temperatura. En la Figura 4.41 se muestra la representación gráfica de las K_{exp} frente a la variación de la temperatura de 25 °C. La Energía de activación $E_a = 171.93 \text{ KJmol}^{-1}$ en el rango de temperatura de 40 °C hasta 50 °C. Este valor sugiere que la etapa controlante de lixiviación de Au contenida en un mineral sedex es propia de la reacción química. De igual manera se presenta Energía de activación $E_a = 0.9645 \text{ KJmol}^{-1}$ en el rango de 25 °C – 40 °C donde el proceso está controlado por transporte o difusión.

Tabla 4.20. Dependencia de la K_{exp} frente a la temperatura.

T °C	$K_{exp} \text{ (min}^{-1}\text{)}$	T K	1000/T (K ⁻¹)	Ln $K_{exp} \text{ (min}^{-1}\text{)}$
25	0.003	298	3.355704698	-5.80914299
30	0.0033	303	3.300330033	-5.713832811
35	0.0033	308	3.246753247	-5.713832811
40	0.003	313	3.194888179	-5.80914299
45	0.0084	318	3.144654088	-4.779523573
50	0.0232	323	3.095975232	-3.763603

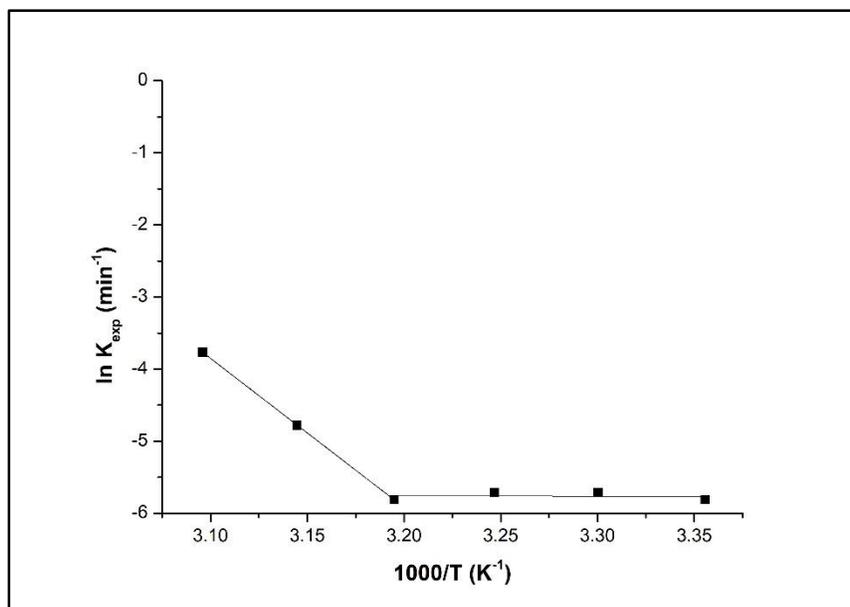


Figura 4.41. Dependencia de la K_{exp} frente a la temperatura.

Energía de activación $E_a = 0.9645 \text{ KJmol}^{-1}$ (25 °C – 40 °C)

Energía de activación $E_a = 171.93 \text{ KJmol}^{-1}$ (40 °C – 50 °C)

factor de frecuencia $A = 305.94336$ en el rango de 25 °C – 40 °C

factor de frecuencia $A = 1.47519E + 26$ en el rango de 40 °C – 50 °C.

4.5 Efecto de la velocidad de agitación

Para el estudio del efecto de la velocidad de agitación sobre la velocidad global de lixiviación de Au , se realizaron una serie de experimentos a diferentes revoluciones por minuto, manteniendo constantes los demás parámetros. Las condiciones experimentales son las que se muestran a continuación:

Parámetro variable: *velocidad de agitación* (min^{-1}) = 300, 500, 800 y 1000 .

Parámetros constantes: $[Na_2S_2O_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$, $pH = 9.5$, *temperatura* = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $[mineral] = 10 \text{ gL}^{-1}$ y *volumen de la solución* = 500 mL .

Del mismo modo que en los estudios anteriores, durante todo el transcurso experimental se conservó constante el pH , adicionando al reactor solución de $NaOH$ 0.3 M previamente preparado. Así mismo, el avance de la reacción se evaluó por análisis cuantitativo de Au a los diferentes tiempos de reacción ya señalados.

Los resultados de los análisis obtenidos durante los experimentos desarrollados para las distintas velocidades de agitación ensayadas, son los que se muestran en las tablas 4.21 a 4.24 en éstas se especifica el tiempo de extracción de las muestras, la concentración de oro en la solución $X_{[Au]}$ y los valores obtenidos de la aplicación del modelo para control químico $Kt = 1 - (1 - X)^{1/3}$. La representación gráfica de los valores obtenidos en los experimentos, se muestra en las figuras 4.42 a 4.45. En las gráficas se pueden apreciar nuevamente las tres etapas fundamentales durante todo el proceso de lixiviación de Au con tiosulfato de sodio. Presentando un período de inducción, una zona de conversión progresiva y una zona de estabilización, en el que para todas las velocidades ensayadas la conversión de Au es igual a 1.

De la etapa de conversión progresiva, se calcularon las respectivas constantes experimentales de velocidad (K_{exp}), para cada velocidad de agitación estudiada, observando que la velocidad global de lixiviación de *Au* permanece inalterada a medida que aumenta la velocidad de agitación; es decir, que no existe ningún aumento significativo en la velocidad de lixiviación de *Au* al incrementar la velocidad de agitación.

Las constantes experimentales de velocidad, fueron calculadas de la misma manera que en los efectos anteriores, siendo esta mediante regresión lineal y tomando los valores de tiempo, frente al factor de conversión de *Au*, con lo cual la pendiente de la línea recta representa dichas (K_{exp}).

Por lo tanto, para velocidades de agitación de 300 min^{-1} se tienen velocidades de lixiviación de *Au* de 0.0058 min^{-1} , para velocidades de 500 min^{-1} se tienen velocidades de 0.0061 min^{-1} , para velocidades de 800 min^{-1} se tienen velocidades de 0.0074 min^{-1} y para velocidades de 1000 min^{-1} se tienen velocidades de 0.0066 min^{-1} , lo que confirma que la velocidad de agitación no presenta ningún efecto sobre la velocidad global de lixiviación de *Au*.

Cabe hacer mención, que los valores del coeficiente de regresión lineal R^2 de las rectas en todos los casos es superior a 0.99.

Tabla 4.21. Lixiviación de Au. *Efecto de la velocidad de agitación = 300 min⁻¹, pH = 9.5, [Na₂S₂O₃] = 20 gL⁻¹, temperatura = 25 °C (298 K), [mineral] = 10 gL⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	X _[Au]	1 - (1 - X) ^{1/3}
0	0	0	0
5	0.0071	0.0080	0.0027
10	0.0250	0.0278	0.0093
20	0.1000	0.1100	0.0381
30	0.2210	0.2405	0.0876
45	0.4000	0.4308	0.1713
60	0.5000	0.5329	0.2241
90	0.7900	0.8330	0.4493
120	0.9800	1.0222	1.2811
180	0.9800	1.0111	1.2231
240	0.9800	1	1

$$K_{exp} = 5.8 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R^2 = 0.9843$$

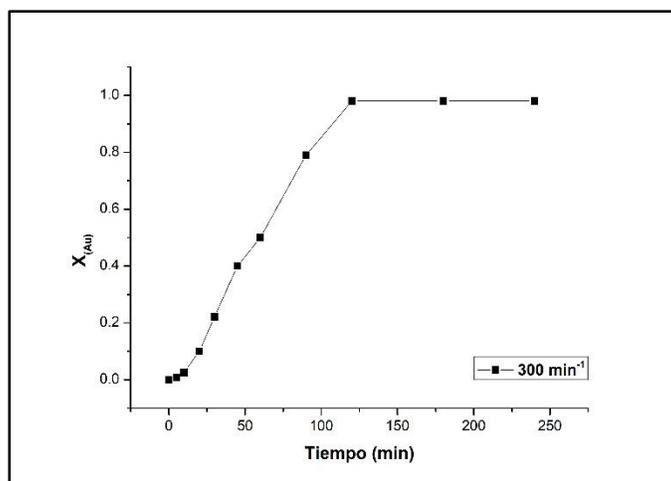


Figura 4.42. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto de la velocidad de agitación = 300 min⁻¹, [Na₂S₂O₃] = 20 gL⁻¹ y temperatura = 25 °C (298 K).*

Tabla 4.22. Lixiviación de Au. *Efecto de la velocidad de agitación = 500 min⁻¹, pH = 9.5, [Na₂S₂O₃] = 20 gL⁻¹, temperatura = 25 °C (298 K), [mineral] = 10 gL⁻¹ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	X _[Au]	1 - (1 - X) ^{1/3}
0	0	0	0
5	0.0091	0.0101	0.0034
10	0.0450	0.0495	0.0168
20	0.1500	0.1635	0.0578
30	0.2510	0.2707	0.0999
45	0.4420	0.4717	0.1916
60	0.5740	0.6062	0.2670
90	0.8280	0.8651	0.4872
120	0.9860	1.0191	1.2674
180	0.9890	1.0111	1.2231
240	0.9890	1	1

$$K_{exp} = 6.1 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R^2 = 0.9919$$

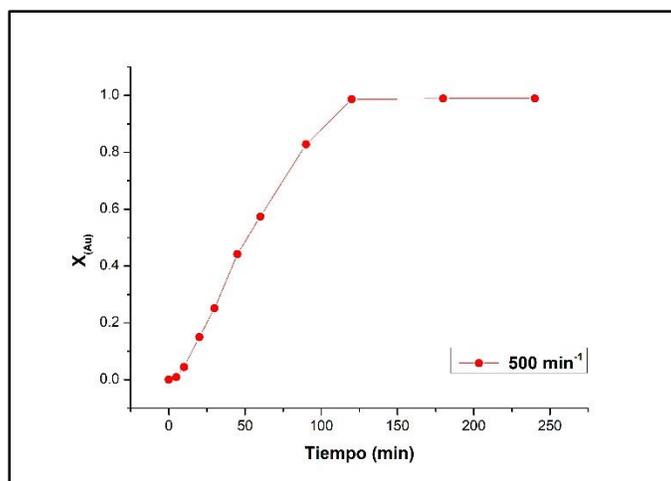


Figura 4.43. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto de la velocidad de agitación = 500 min⁻¹, [Na₂S₂O₃] = 20 gL⁻¹ y temperatura = 25 °C (298 K).*

Tabla 4.23. Lixiviación de Au. *Efecto de la velocidad de agitación = 800 min^{-1} , $\text{pH} = 9.5$, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$, temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $[\text{mineral}] = 10 \text{ gL}^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[\text{Au}]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.0011	0.0012	0.0004
10	0.0243	0.0273	0.0092
20	0.1500	0.1668	0.0590
30	0.2610	0.2873	0.1068
45	0.4520	0.4924	0.2023
60	0.5840	0.6295	0.2818
90	0.8680	0.9256	0.5795
120	0.9680	1.0212	1.2766
180	0.9690	1.0111	1.2231
240	0.9690	1	1

$$K_{exp} = 7.4 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R^2 = 0.9766$$

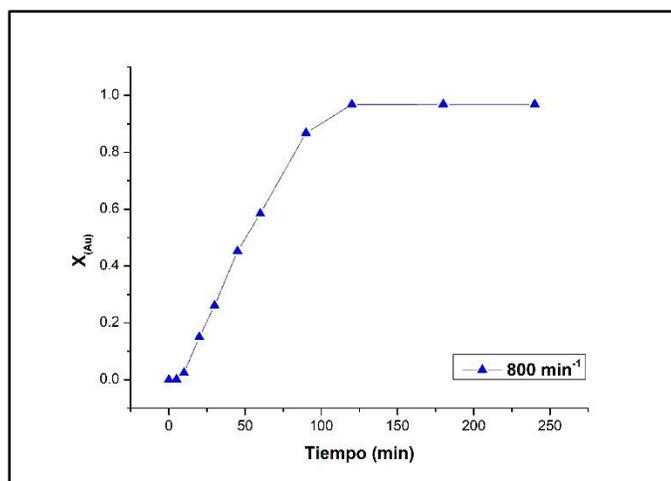


Figura 4.44. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto de la velocidad de agitación = 800 min^{-1} , $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$ y temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).*

Tabla 4.24. Lixiviación de Au. *Efecto de la velocidad de agitación = 1000 min^{-1} , $\text{pH} = 9.5$, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$, temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $[\text{mineral}] = 10 \text{ gL}^{-1}$ y volumen de la solución = 500 mL.*

Tiempo (min)	Au solución (ppm)	$X_{[\text{Au}]}$	$1 - (1 - X)^{1/3}$
0	0	0	0
5	0.0011	0.0012	0.0004
10	0.0243	0.0265	0.0089
20	0.1870	0.2022	0.0725
30	0.3310	0.3542	0.1356
45	0.4900	0.5188	0.2164
60	0.6510	0.6820	0.3175
90	0.8680	0.8997	0.5354
120	0.9980	1.0234	1.2858
180	0.9969	1.0111	1.2231
240	0.9969	1	1

$$K_{exp} = 6.6 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$$

$$R^2 = 0.9965$$

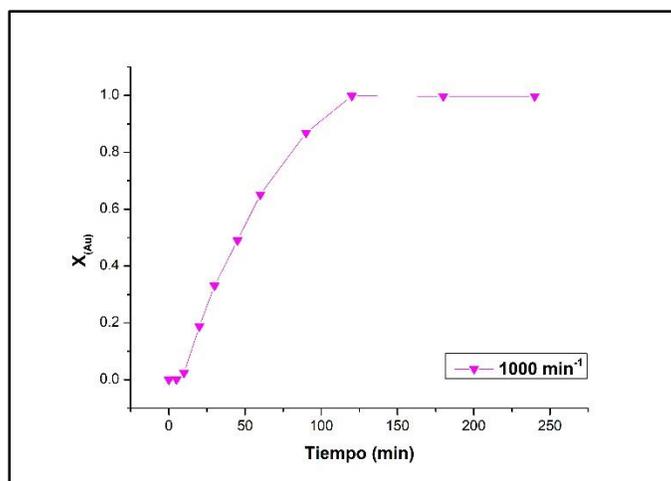


Figura 4.45. Representación gráfica de la Lixiviación de Au en función del tiempo. *Efecto de la velocidad de agitación = 1000 min^{-1} , $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$ y temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K).*

En la Figura 4.46 , se representa la conversión de Au en función del tiempo, para todas las velocidades de agitación estudiadas. Observando que, en las etapas de inducción, precipitación progresiva y de estabilización, no presentan cambios importantes al variar la velocidad de agitación, en la misma figura, sólo se representan las velocidades de agitación hasta 120 minutos, dado que es en este tiempo donde se obtienen los valores máximos de lixiviación de Au .

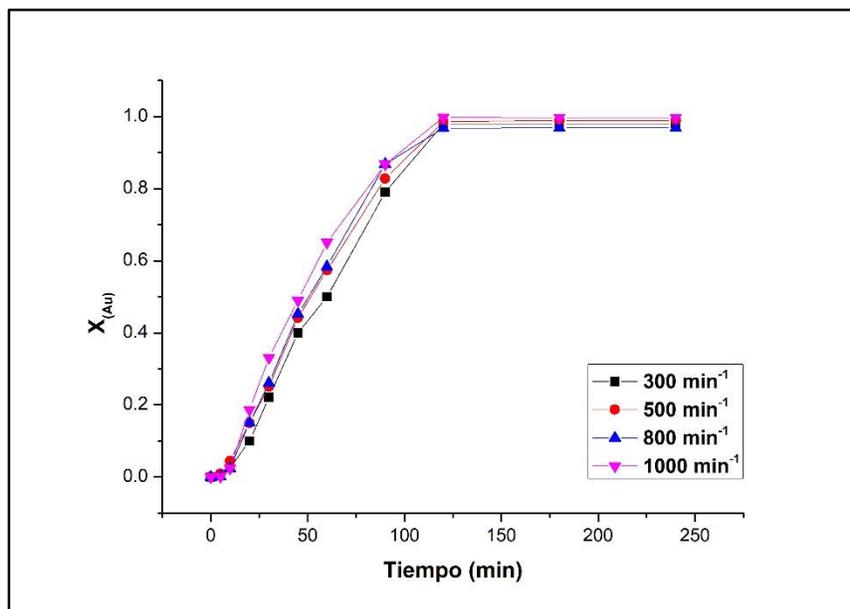


Figura 4.46 Fracción de Au en función del tiempo.

Efecto de la velocidad de agitación: $[Na_2S_2O_3] = 20 \text{ gL}^{-1}$, temperatura = $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (298 K), $[mineral] = 10 \text{ gL}^{-1}$, $pH = 9.5$ y volumen de la solución = 500 mL .

En la tabla 4.25 y figura 4.47, se representan las constantes experimentales de velocidad en función de la velocidad de agitación. Donde se ratifica que la velocidad global de lixiviación de Au , en las condiciones estudiadas, es independiente de la velocidad de agitación, lo que confirma que la reacción tiende a un control químico, caracterizado por su independencia de las variables hidrodinámicas, como lo es la velocidad de agitación.

Tabla 4.25. Dependencia del K_{exp} en función de la velocidad de agitación.

<i>Velocidad de agitación (min^{-1})</i>	<i>$K_{exp}(min^{-1})$</i>
300	0.0058
500	0.0061
800	0.0074
1000	0.0066

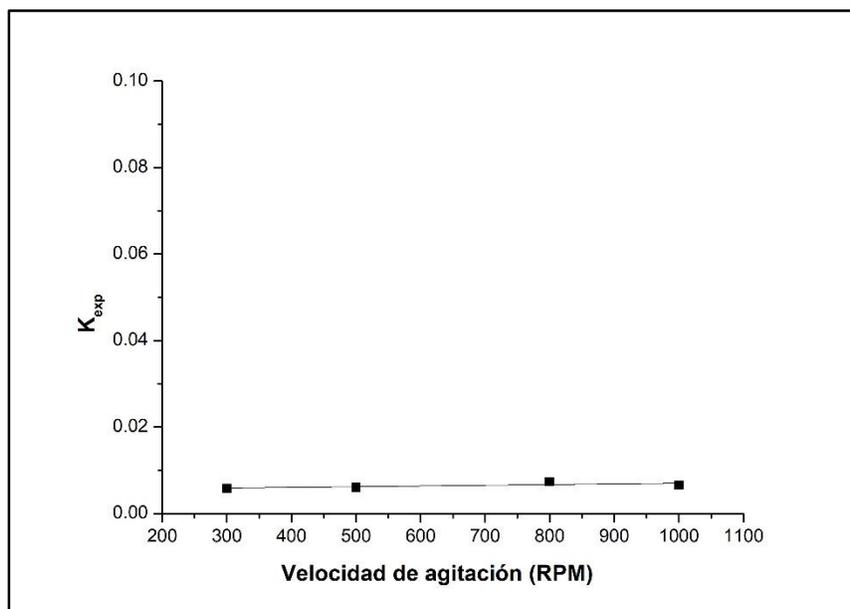


Figura 4.47. Dependencia del K_{exp} en función a la velocidad de agitación.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

1. Las técnicas de análisis utilizadas (ICP, DRX y MEB-EDX) han permitido caracterizar tanto química como mineralógicamente el mineral sedimentario de Santa Mónica, municipio de Tianguistengo, Hidalgo.
2. La cantidad de oro presente en la muestra sedimentaria es de 0.0044 % en peso (44 ppm) en peso, es por ello que no se ha podido medir el oro por medio de DRX. Dado que no se han observado partículas de *Au* libres y sí fases sulfuradas, parece lógico pensar que ambas fases se encuentren asociadas. Si fuera así, todo apunta a que el oro se encuentra encapsulado en la matriz de estos sulfuros minerales.
3. La mayor proporción de partículas se corresponden con cuarzo (SiO_2), silicatos de *Al* y/o *Fe*, fases oxidadas de *Ca*, probablemente carbonatos, de acuerdo con los análisis DRX, y fases sulfuradas básicamente dos sulfuros minerales de hierro: pirita (FeS_2) y pirrotina ($Fe_{(1-x)}S$).
4. La naturaleza de la reacción de lixiviación de *Au* presenta curvas del tipo "S", destacándose tres períodos principales, correspondientes al de inducción, seguido por una zona de conversión progresiva, alcanzando la máxima conversión de *Au* que es cercana a 1, el cual pertenece al período de estabilización.
5. La velocidad de lixiviación de *Au*, para este estudio se establece un orden de reacción de $n = 0.4$ en el rango de 5 a 30 gL^{-1} y de orden $n = 2.8$ en el rango de 30 a 50 gL^{-1} de tiosulfatos.

6. El aumento de temperatura afecta considerablemente la velocidad de lixiviación de Au , puesto que a mayores temperaturas la velocidad de lixiviación aumenta notablemente, presentando en el rango de $40\text{ }^{\circ}\text{C} - 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ una *Energía de activación* $E_a = 171.93\text{ KJmol}^{-1}$ lo que sugiere que la etapa controlante es propia de reacción química. De igual manera se presenta *Energía de activación* $E_a = 0.9645\text{ KJmol}^{-1}$ en el rango de $25\text{ }^{\circ}\text{C} - 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ donde el proceso está controlado por transporte o difusión.
7. Se calculó el *factor de frecuencia* $A = 1.3321\text{ E} + 09$ ($b = \ln A$) que nos indica la frecuencia de las colisiones entre las moléculas reactivas.
8. La velocidad y mecanismo de agitación no afectan a la velocidad global de lixiviación de Au en las condiciones estudiadas.

REFERENCIAS

- Abbruzzese, C., Fornari, P., Massidda, R., Veglio, F., & Ubaldini, S. (1995). Thiosulphate leaching for gold hydrometallurgy. *Hydrometallurgy*, 39(1-3), 265-276.
- Adamson, R. J., & Ayres, D. E. R. (1983). *Gold Metallurgy in South Africa*. Chamber of Mines of South Africa.
- Aylmore, M. G., & Muir, D. M. (2001). Thiosulfate leaching of gold—a review. *Minerals engineering*, 14(2), 135-174.
- Bagdasaryan, K. (1983). A study of the kinetics of gold and silver dissolution in sodium thiosulfate solutions. *Izv. V. U. Z. Tsvetn. Metall.*, (5), 64-68.
- Ballester, A.; Verdeja, L.; Sancho, J. (2000). *Metalurgia Extractiva Vol. II Procesos de Obtención*. Ed. Síntesis, España.
- Ballester, A.; Verdeja, L.; Sancho, J. (2000). *Metalurgia Extractiva Vol. I Fundamentos*. Ed. Síntesis, España.
- Bhappu, R. B. (1990). Hydrometallurgical processing of precious metal ores. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 6(1-4), 67-80.
- Bojórque, I., Acevedo, J., & Valera, R. (2007). Microscopía electrónica para el estudio del Na₂SiO₄ (4) en la durabilidad de un compuesto a base de cemento portland y refuerzo de caoba. *Revista ingeniería de construcción*, 22(3), 165-172.
- Çakmakçi, R., Kantar, F., & Algur, Ö. F. (1999). Sugar beet and barley yields in relation to *Bacillus polymyxa* and *Bacillus megaterium* var. *phosphaticum* inoculation. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 162(4), 437-442.
- Cao C, Hu J. and Gong Q., Leaching Gold by Low Concentration Thiosulfate Solution. *Randol Gold Forum*. Publisher: Randol Int., Golden, pp 293-298, (1993).
- Cooley, E. J., Miller, A. W., Keeseey, J. C., Levenspiel, M. J., & Sisson, C. F. (1979). Self-report assessment of life change and disorders. *Psychological reports*, 44(3_suppl), 1079-1086.

Delgado, E. A., & Michel, D. (2010). Lixiviación de minerales de oro con el uso de tiosulfato: tecnología alterna a la cianuración de minerales de oro. *Rev. del Instituto de Investigación (RIIGEO), FIGMMG-UNMSM*, 13(26), 67.

Espiell, F., Roca, A., Cruells, M., & Nunez, C. (1988). Gold desorption from activated carbon with dilute NaOH/organic solvent mixtures. *Hydrometallurgy*, 19(3), 321-333.

Feng, D., & Van Deventer, J. S. J. (2010). Thiosulphate leaching of gold in the presence of ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA). *Minerals Engineering*, 23(2), 143-150.

Fleming, N. D., & Mills, C. (1992). Not another inventory, rather a catalyst for reflection. *To improve the academy*, 11(1), 137-155.

Gong, Q., Hu, J., & Cao, C. (1993). Kinetics of gold leaching from sulfide gold concentrates with thiosulfate solution. *Transactions of the Nonferrous Metals Society of China(China)*, 3(4), 30-36.

Grosse, A. C., Dicoski, G. W., Shaw, M. J., & Haddad, P. R. (2003). Leaching and recovery of gold using ammoniacal thiosulfate leach liquors (a review). *Hydrometallurgy*, 69(1-3), 1-21.

Harris, G. M. (1973). *Cinética química*. Reverté.

Juárez G. L; Rivera I. L; Patiño F. C. (2005); Mecanismos de la Reacción de Precipitación de Plata desde Soluciones Complejadas con Cianuro. XL Congreso Mexicano de Química. Sociedad Química de México, Centro de Investigaciones en Materiales y Metalurgia; Morelia Mich. Vol. 49, pp122.

Juárez G. L; Rivera I. L; Patiño F. C; Salinas E. R; Hernández L. (2007). Determinación de los Parámetros cinéticos de la Reacción de Precipitación de Plata en el Sistema $Ag^+ - CN - S_2O_4^{2-} - O_2$. XVII Congreso Internacional de Metalurgia Extractiva. Sonora, Hermosillo. Vol 2, pp 25.

Langhans Jr, J. W., Lei, K. P. V., & Carnahan, T. G. (1992). Copper-catalyzed thiosulfate leaching of low-grade gold ores. *Hydrometallurgy*, 29(1-3), 191-203.

Logsdon, M. J., Hagelstein, K., & Mudder, T. (2001). El manejo del cianuro en la extracción de oro. International Council on Metals and the Environment.

Marsden, J., & House, I. (2006). The chemistry of gold extraction. SME.

Muir, D. M., & Aylmore, M. G. (2004). Thiosulphate as an alternative to cyanide for gold processing—issues and impediments. Mineral Processing and Extractive Metallurgy, 113(1), 2-12.

Rivera I. L. Estudio Cinético de Precipitación/Lixiviación de plata en el sistema $O_2 - S_2O_3 - S_2O_4$. Aplicación a Efluentes Industriales (2003). Tesis Doctoral, Universidad de Barcelona, Facultat de Química.

Rivera I. L; Patiño F. C; Hernández L. C; Salinas E. R. (2004).; Recuperación de Plata de Efluentes Industriales por Precipitación Química. XXXIX Congreso Mexicano de Química. Revista de la sociedad Química de México. Vol. 48, Num.Especial 2, pp 106.

Rivera I. L; Patiño F. C; Salinas E. R; Cardoso E. L; Hernández L. C. (2005).Estequiometría, Termodinámica y Naturaleza de la Reacción de precipitación de Plata Contenida en Efluentes Base Tiosulfato. XL Congreso Mexicano de Química. Revista de la sociedad Química de México. Vol. 49, Num. 4, pp 106.

Rivera I. L; Patiño F. C; Hernández L. C; Salinas E. R. (2005).; Nueva Técnica de Recuperación de Plata Contenida en Efluentes Industriales, Utilizando Hidrosulfito de Sodio. XIV Internacional Materials Research Congress. Symposium 19 on: Process Metallurgy and Structural Metallurgy, pp 7.

Rivera I; Patiño F; Salinas E. R; Roca A. V Cruells C. M. (2005); Estudio Cinético de la Precipitación / Lixiviación de Plata en el Sistema $O_2-S_2O_3 - S_2O_4$. Aplicación en Efluentes industriales. Revista de la sociedad Química de México. Vol. 49, Num. 4, pp 46-47.

Rivera I; Roca A. V; Cruells C. M; Patiño F. (2007); Study of Silver Precipitation in Thiosulfate Solutions Using Sodium Dithionite. Application to an Industrial Effluent.

Hidrometallurgy, Elsevier Science Publishers, Amsterdam. Volumen 88, Issue 4, Pages 20-29.

Robertson, G., & Nicol, A. G. (1992). Media law. Penguin Uk.

Twidwell, L. G., & Miller, J. D. (1989). Unit Processes in Extractive Metallurgy.

Tozawa, K., Inui, Y., & Umetsu, Y. (1980, January). Dissolution of Gold in Ammoniacal Sodium Thiosulfate Solution. In journal of metals (Vol. 32, No. 12, pp. 85-85). 420 Commonwealth Dr, Warrendale, PA 15086: Minerals Metals Materials Soc.

Yagi, S., & Kunii, D. (1961). Fluidized-solids reactors with continuous solids feed—III: Conversion in experimental fluidized-solids reactors. Chemical Engineering Science, 16(3-4), 380-391.

Zipperian, D., Raghavan, S., & Wilson, J. P. (1988). Gold and silver extraction by ammoniacal thiosulfate leaching from a rhyolite ore. Hydrometallurgy, 19(3), 361-375.