



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**EVALUACIÓN DE DOS MÉTODOS DE
RECUPERACIÓN Y REFINACIÓN DE LOS METALES
PRECIOSOS A NIVEL LABORATORIO A PARTIR DE LOS
DESPERDICIOS CON ALTO CONTENIDO DE ORO**

CAROL ELIZABETH BARRIENTOS ROJAS

Asesorada por: Inga. Qca. Telma Maricela Cano Morales

Guatemala, octubre de 2003

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DE DOS MÉTODOS DE
RECUPERACIÓN Y REFINACIÓN DE LOS METALES PRECIOSOS A NIVEL
LABORATORIO A PARTIR DE LOS DESPERDICIOS CON ALTO
CONTENIDO DE ORO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

CAROL ELIZABETH BARRIENTOS ROJAS

ASESORADA POR Inga. Qca. TELMA MARICELA CANO MORALES

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA

Guatemala, octubre de 2003

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

Decano	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
Vocal I	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
Vocal II	Lic. Amahán Sánchez Alvarez
Vocal III	Ing. Julio David Galicia Celada
Vocal IV	Br. Kenneth Issur Estrada Ruiz
Vocal V	Br. Elisa Yazminda Vides Leiva
Secretario	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

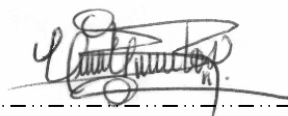
Decano	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
Examinadora	Inga. Hilda Piedad Palma de Martini
Examinador	Ing. Orlando Posadas Valdez
Examinador	Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
Secretario	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**EVALUACIÓN DE DOS MÉTODOS DE
RECUPERACIÓN Y REFINACIÓN DE LOS METALES PRECIOSOS A NIVEL
LABORATORIO A PARTIR DE LOS DESPERDICIOS CON ALTO
CONTENIDO DE ORO**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química con fecha 11 de julio de 2003.



Carol Elizabeth Barrientos Rojas

AGRADECIMIENTOS:

- A Dios** Por darme la vida y permitirme llegar hasta aquí.
- A mis Padres** Por su apoyo y creer en mí durante toda mi vida, porque con sus esfuerzos me han permitido llegar hasta este momento.
- A Aldo Jáuregui** Por su apoyo en todo momento porque a pesar de estar lejos nunca lo ha dejado de hacer.
- A Ulises Milhose** Por su entera colaboración al donarme de su tiempo, experiencia y por prestarme su taller para poder llevar a cabo allí parte de la metodología en la realización de este trabajo de graduación.
- A Manuel Coya** Por su colaboración al darme de su tiempo, experiencia y por sus consejos al pensar en un tema para la realización de este trabajo de graduación y la revisión del mismo.
- A Inga. Cano** Por su colaboración y hacer posible que pudiera realizar uno de mis sueños al asesorar este trabajo de graduación.
- A Ing. García** Por la revisión de este trabajo de graduación y los consejos que me dió para el mismo.
- A Ing. Cabrera** Por su colaboración al darme su experiencia y a la empresa donde labora ALMESA por hacer el análisis de Fluorescencia de Rayos X.

DEDICATORIA:

A DIOS, mi Señor y Salvador

A mis padres

Pedro de Jesús Barrientos Cruz

Delia Rojas de Barrientos

Con amor y respeto

A mis hermanos

Máriam Isabel

David Josué

A mi gran amigo y compañero

Aldo Antonio Jáuregui con mucho amor.

A mis amigos

Madeleine Equité, Loraine Curtis, Julio Fagiani, David Us con mucho aprecio.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	IX
GLOSARIO	XI
RESUMEN	XIII
OBJETIVOS	XV
HIPÓTESIS	XVI
INTRODUCCIÓN	XVII

1. MARCO TEÓRICO

1.1	La metalurgia	1
1.1.1	Metalurgia extractiva	1
1.1.2	Métodos de manufactura del metal	2
1.1.3	Cristales	4
1.2	Metales preciosos	6
1.2.1	El oro	6
1.2.2	La plata	9
1.2.3	El platino	10
1.2.4	El paladio	11
1.2.5	El rodio	11
1.2.6	Otros metales no preciosos utilizados en joyería	11
1.3	Mermas en el proceso	12
1.3.1	Mermas en fundición	12
1.3.2	Mermas en el laminado	13
1.3.3	Mermas en el recocido	13
1.3.4	Mermas al serrar y al limar	14

1.3.5	Mermas debidas al esmerilado	14
1.3.6	Mermas por el material que cae al suelo	15
1.3.7	Mermas al soldar	15
1.3.8	Mermas que queda en las vestiduras	15
1.3.9	Mermas en el pulido	16
1.3.10	Mermas en el lavamanos	16
1.3.11	Mermas en el local de recuperación	16
1.4	Desperdicios de alto contenido de oro	17
1.5	Métodos de refinación del oro	20
1.5.1	Refinación por el método de encuarte	20
1.5.1.1	Encuarte	21
1.5.1.2	Ataque con ácido nítrico	22
1.5.2	Refinación por el método con agua regia	23
1.5.2.1	Mezclado con agua regia	24
1.5.2.2	Digestión del desperdicio	25
1.5.2.3	Filtrado	26
1.5.2.4	Eliminación del ácido nítrico	29
1.5.2.5	Precipitación del oro	30
1.5.2.6	Filtración	32
1.5.2.7	Lavado del oro	32
1.5.2.8	Fundición del oro	33
1.5.3	Refinación por el método de Miller	34
1.5.4	Refinación por el método electrolítico de Wohlwill	35
1.6	Método de refinación de la plata	36
1.6.1	Resumen del proceso	38

2. METODOLOGÍA

2.1	Localización	41
2.2	Recursos humanos	41

2.3	Recursos materiales	
2.3.1	Para cada método de encuarte	42
2.3.2	Para cada método de agua regia	42
2.3.3	Para la refinación de la plata	43
2.4	Equipo y cristalería	43
2.5	Metodología experimental	45
2.5.1	Diseño del tratamiento	45
2.5.2	Diseño experimental	45
2.5.3	Unidad experimental	46
2.5.4	Manejo del experimento	46
2.5.5	Procedimiento	48
2.5.5.1	Método de encuarte	48
2.5.5.2	Método con agua regia	51
2.5.5.3	Diagramas de flujo	58
2.5.5.3.1	Método de encuarte	58
2.5.5.3.2	Método con agua regia	60
2.5.6	Evaluación estadística	62
2.5.6.1	Media aritmética	62
2.5.6.2	Análisis de varianza	62
3.	RESULTADOS	67
4.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	75
	CONCLUSIONES	81
	RECOMENDACIONES	83
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85
	BIBLIOGRAFÍA	87
	APÉNDICES	89
	ANEXO	97

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Cúbico centrado en las caras	4
2.	Cúbico centrado en el cubo	5
3.	Hexagonal compacto	5
4.	Fotografía de la materia prima para el método de encuarte	48
5.	Fotografía del ataque con ácido nítrico	48
6.	Fotografía de la filtración del oro	49
7.	Fotografía de la prueba con hidróxido de amonio	49
8.	Fotografía de la bolita de oro fundido	50
9.	Fotografía del cloruro de plata	50
10.	Fotografía de la materia prima para el método con agua regia	51
11.	Fotografía del ataque con agua regia	51
12.	Fotografía de la separación del AgCl de la solución	52
13.	Fotografía del filtrado del oro metálico	52
14.	Fotografía de los lavados con HCl	53
15.	Fotografía de los lavados con agua	53
16.	Fotografía de la fundición del oro	54
17.	Fotografía del oro fundido	54
18.	Fotografía de la máquina laminadora	55
19.	Fotografía de la lámina de oro recuperado	55
20.	Fotografía al agregarle dextrosa al AgCl	56
21.	Fotografía al agregarle el NaOH	56
22.	Fotografía de la filtración de la plata metálica	56
23.	Fotografía de los lavados de la plata	57

24.	Fotografía de la bolita de plata fundida	57
25.	Fotografía de la lámina de plata recuperada	57
26.	Diagrama de flujo del método de encuarte	58
27.	Diagrama de flujo del método con agua regia	60
28.	Efectos aditivos	65
29.	Comparación de la pureza a 10 K	70
30.	Comparación de la pureza a 14 K	70
31.	Comparación de la pureza obtenida en la plata como subproducto de la mezcla proveniente de la refinación de la chatarra de oro por ambos métodos	71
32.	Quilataje promedio obtenido de la refinación por ambos métodos	71
33.	Niveles de impurezas presentes en las muestras de oro recuperado por el método de encuarte	72
34.	Niveles de impurezas presentes en las muestras de oro recuperado por el método con agua regia	72
35.	Promedio de las impurezas existentes en el oro recuperado por ambos métodos	73
36.	Impurezas existentes en la plata recuperada como subproducto de la refinación del oro por ambos métodos	73
37.	Carta de Aleación de Metales, S.A.	97

TABLAS

I.	Aleaciones	8
II.	Contenidos típicos de oro para varios desechos	19
III.	Media aritmética del quilataje final obtenido	62
IV.	Porcentaje de rendimiento	63
V.	Totales	64
VI.	Análisis de varianza	64
VII.	Resultados del método de encuarte	67
VIII.	Resultados del método con agua regia	67
IX.	Resultados de la plata obtenida	68
X.	Porcentaje de los metales presentes en cada muestra	68
XI.	Promedio y desviación estándar de las impurezas presentes	69
XII.	Evaluación económica	69
XIII.	Datos originales del método de encuarte	89
XIV.	Datos originales del método con agua regia	89
XV.	Datos originales de la plata	89
XVI.	Datos calculados	91
XVII.	Datos calculados de las impurezas	92
XVIII.	Análisis de Fluorescencia de Rayos X	98

LISTA DE SÍMBOLOS

K	Quilataje
°C	Grados Celsius
g	gramos
cc	centímetros cúbicos
%	porcentaje
\$	dólares
Σ	sumatoria
μ	media aritmética
α	Coefficiente de confianza
π	número 3.14
r	radio
h	altura

GLOSARIO

Afinación	Purificar los metales, separando la mezcla o escoria en el crisol o la copela.
Agua regia	Mezcla de ácido nítrico con ácido clorhídrico y tiene la propiedad de disolver al oro.
Caparrosa	Sal compuesta de ácido sulfúrico y de hierro. Nombre antiguo dado al sulfato ferroso.
Ceniza de soda	Nombre dado a la soda cáustica, se deriva de <i>soda Ash</i> .
Chatarra de oro	Nombre usado para referirse a la joyería vieja de oro que es desperdicio.
Deflocuar	Eliminar la aparición de floculos.
Dextrosa	Nombre que se aplica a la glucosa por ser dextrógira.
Encuartar	Reducir a la cuarta parte el contenido de oro en la muestra.
Filón	Masa metalífera que rellena una antigua quiebra de las rocas de un terreno.
Fleje	Tira de chapa de hierro con que se hacen aros.

Granalla	Granos o bolitas de oro, formados cuando se rocía el metal fundido sobre agua.
Liga	Metales aleantes del oro en la joyería.
Oro aluvionar	Se conoce generalmente como pepitas de oro.
Oro fino	Nombre usado para referirse al oro puro.
Purificar	Librar de todas las impurezas.
Quilate	Cada una de las 24 partes en peso que contiene de oro puro cualquier aleación de ese metal.
Recocer	Caldear los metales para que vuelvan a adquirir la ductilidad o el temple que han perdido al trabajarlos.
Recuperar	Volver a adquirir lo que antes se tenía.
Refinar	Hacer más fina o más pura una cosa, separando las impurezas.
Temple	Punto de dureza o elasticidad que se da a un metal.
Título	Indica la proporción de oro fino contenido en la aleación y se mide en milésimas.

RESUMEN

En el presente trabajo de graduación se evalúan dos métodos de recuperación y refinación de los metales preciosos a nivel laboratorio a partir de desperdicio de alto contenido de oro, para encontrar así, el método más eficiente y luego pueda ser implementado, dando con ello solución al problema actual de la pérdida de los metales preciosos de alto valor económico que principalmente tienen las joyerías.

Estos métodos son los de Encuarte y Agua Regia. Ambos son métodos analíticos (gravimétricos) que se basan en la separación por la precipitación de uno de los componentes en la aleación, y esto permite que la separación sea visible teniendo así mayor eficiencia en el método. Además son los más adecuados para una refinación a pequeña como gran escala.

Se recuperó oro y como subproducto plata, a los cuales se les analizó cuantitativamente el grado de pureza alcanzado por el método de Fluorescencia con Rayos X, obteniéndose para el método de encuarte un promedio de 22.96 K y de 23.17 K para el método de agua regia.

Se comprobó estadísticamente por medio del análisis de varianza de dos factores, que tanto el método como el quilataje de la muestra influyen en la cantidad de oro metálico obtenido, así como en la pureza del mismo, sin embargo, estos factores no interactúan entre sí.

Según estos resultados se concluyó que el mejor método para recuperar oro metálico es el método de refinación con agua regia y para la plata el método de encuarte.

OBJETIVOS

- **General**

Evaluar dos métodos de recuperación y refinación de metales preciosos a nivel laboratorio a partir de desperdicios con alto contenido de oro.

- **Específicos**

1. Evaluar la recuperación de los metales preciosos por el método de agua regia.
2. Evaluar la recuperación de los metales preciosos por el método de encuarte.
3. Determinar mediante técnica analítica instrumental el porcentaje de oro obtenido y su quilataje.
4. Determinar mediante técnica analítica instrumental el porcentaje de plata obtenido y su pureza.
5. Realizar una evaluación estadística de los resultados obtenidos.

HIPÓTESIS

- **Hipótesis de trabajo**

Es posible evaluar dos métodos de recuperación y refinación para la obtención de metales preciosos a partir de chatarra de joyería.

- **Hipótesis estadística**

- **Nula:**

- ✓ **Ho'**: no existe diferencia significativa en la pureza del oro metálico ni en la cantidad obtenida entre los dos diferentes métodos.
- ✓ **Ho''**: no existe diferencia significativa en la pureza del oro metálico ni en la cantidad obtenida debido al quilataje de la muestra.
- ✓ **Ho'''**: los métodos utilizados y el quilataje de las muestras no interactúan.

- **Alternativa:**

- ✓ **Ha'**: si existe diferencia significativa en la pureza del oro metálico y en la cantidad obtenida entre los dos diferentes métodos.
- ✓ **Ha''**: si existe diferencia significativa en la pureza del oro metálico y en la cantidad obtenida debido al quilataje de la muestra.
- ✓ **Ha'''**: los métodos utilizados y el quilataje de las muestras sí interactúan.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene como objeto evaluar los resultados obtenidos cuando se trata desperdicio de alto contenido de oro por dos métodos analíticos de recuperación y refinación a nivel laboratorio.

Para ello, se utilizó como materia prima, chatarra de oro italiano de 10 y 14 quilates para establecer las variables significativas. El oro se recuperó y refinó por dos métodos analíticos diferentes para comparar el rendimiento en ambos procesos y así determinar cual es el más eficiente. La plata, al obtenerse como un subproducto de la refinación del oro, solo se recuperó y refinó por un método para comprobarlo.

Para refinar el oro, muchas grandes refinadoras en otros países, utilizan diferentes métodos, por lo que en este trabajo se evaluó la constante de equilibrio y el grado de completitud para escoger el reactivo precipitante que de una mayor eficiencia al método y sea más rentable económicamente para quien lo utiliza.

Ambos métodos utilizados permiten recuperar el oro, sin embargo, por el método con agua regia se obtiene una mejor refinación del oro, por lo anterior, este método se puede utilizar para recuperar y refinar el oro, y para recuperar la plata como subproducto el método de encuarte. De esta forma se pueden refinar y recuperar los metales preciosos tanto a nivel laboratorio como a nivel industrial.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 La Metalurgia

La metalurgia se puede describir como el arte y la ciencia de obtener los metales y de adaptarlos para que satisfagan las necesidades humanas. Es útil para la estructura y conducta del metal. Esta comprensión puede ayudar a explicar los problemas y resultados que entran en el estudio.

Aunque los átomos metálicos abundan en la superficie terrestre, la mayor parte de ellos se encuentran combinados con átomos no metálicos; tales como oxígeno, en sustancias similares a la piedra o arcilla. El primer paso para hacer los metales utilizables consiste en liberar a los átomos metálicos de sus combinaciones. Esta es la provincia de la metalurgia extractiva.

Un objeto útil de metal debe tener una forma determinada. En esta fase de la metalurgia, conocida como metalurgia mecánica, se utilizan muchos y muy diferentes procesos de manufactura.

1.1.1 Metalurgia extractiva

La primera fase en la obtención de los metales que pueden ser utilizados en las estructuras de ingeniería es la recuperación del metal a partir de su mineral. Para la mayoría de los metales, este proceso de recuperación está compuesto de tres tipos de operaciones:

1. Separación del mineral que contiene metal y la ganga, operación conocida como preparación mecánica del mineral.
2. Tratamiento químico preliminar que produce un compuesto apropiado para reducir el metal.
3. La reducción del metal, a veces seguida de un tratamiento de afino.

1.1.2 Métodos de manufactura del metal

El producto obtenido de una operación de reducción de minerales pocas veces está en condiciones de ser utilizado directamente. A continuación se describen brevemente algunos procesos de manufactura metalúrgica.

- *Casting* (Vaciado): Este proceso consiste en introducir el caldo de metal líquido en un molde en el que tiene lugar la solidificación. Casi todos los productos de metal acabados han sido colados durante alguna etapa de su fabricación. Este proceso se puede hacer en: moldes de arena, moldeo en cáscara, colada en moldes permanentes (coquillas), colada por inyección, colada centrifugada, moldeo a la cera perdida, moldeo en yeso, moldeo por versión y colada continua.
- Forja: En este procedimiento, el metal se calienta hasta una temperatura a la que se le puede deformar fácilmente mediante un martillo de mano. Un avance lógico en el desarrollo del proceso fue el martinete y más tarde, la prensa de forja en el cual la fuerza para deformar se aplica mediante presión hidráulica.
- Laminación: La laminación no es solamente el procedimiento más económico para transformar el metal en piezas de gran longitud y de sección uniforme. Se pueden convertir los lingotes de 60 cm de espesor a chapas más finas que el papel.

- Extrusión: La extrusión de un metal o aleación se logra forzando el material caliente a través de una matriz. Los lingotes colados de algunos metales, el magnesio por ejemplo, pueden transformarse más fácilmente por extrusión que por laminación o forja.
- Estirado de tubos: La fabricación de tubos puede realizarse por diferentes procedimientos. Las tuberías corrientes para conducción de agua se fabrican por soldadura de fleje de acero, al que previamente se le ha dado forma cilíndrica. Los tubos de metales no ferrosos se fabrican por extrusión. Sin embargo, en la fabricación de tubos sin costura, de acero de alta calidad, son necesarios dos procedimientos especiales; el perforado y el estirado. El trefilado del alambre se lleva a cabo en una máquina cuyo principio es similar al de la empleada en el estirado de tubos.
- Estampado, repujado, etc.: Un proceso muy empleado para la fabricación de grandes cantidades de piezas relativamente pequeñas es el estampado. En primer lugar, se preparan piezas en bruto cortadas de chapa o fleje, las cuales, en una operación posterior se transforman en la pieza deseada. El repujado es un procedimiento para la fabricación de pequeñas cantidades de artículos con un eje de simetría. En un torno se monta el disco cortado de la chapa y, mientras gira rápidamente sobre su eje, unas herramientas de acero le dan forma mediante presión. La embutición profunda es un procedimiento más económico para la producción de grandes cantidades de dichas piezas. El acuñado es la impresión de un diseño en una superficie metálica; es el trabajo típico de la fabricación de monedas y medallas y se realiza con una matriz y un punzón en forma similar al estampado.

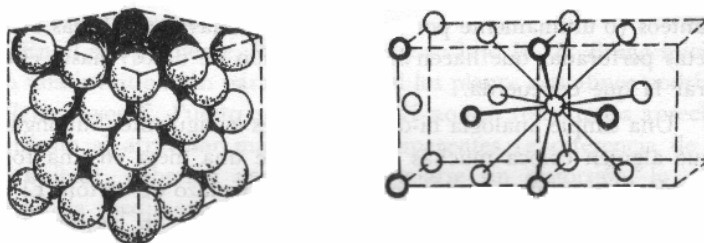
1.1.3 Cristales

Los metales existen como cristales y por lo tanto poseen una estructura cristalina.

- Cúbico centrado en las caras:

Se le llama así porque es una estructura cúbica simple que contiene seis átomos adicionales, uno en cada cara del cubo. Cada átomo puede formar 12 enlaces de aproximadamente la misma longitud. Los metales que cristalizan de esta forma son: estroncio, escandio, lantano, cerio, torio, talio, uranio, rodio, indio, paladio, plomo, cobre, aluminio, calcio, oro, platino, plata, níquel y hierro (a alta temperatura)

Figura 1. Cúbico centrado en las caras

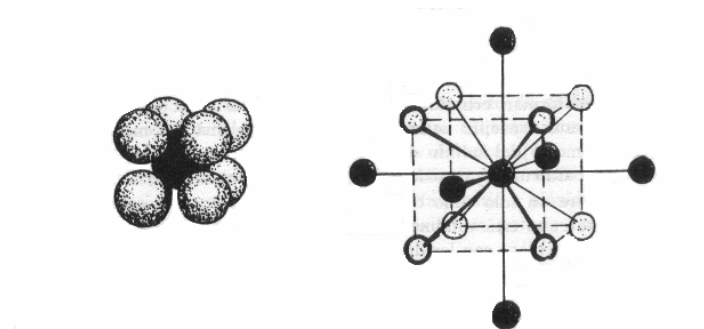


Fuente: Joseph Nordmann, **Análisis cualitativo y química inorgánica**, Pp. 254

- Cúbico centrado en el cubo

Esta estructura no es tan compacta, cada átomo tiene a su alrededor ocho átomos equidistantes y otros seis 15% más retirados, con los cuales también puede formar enlaces. Los metales que cristalizan en esta forma son: rubidio, cesio, zirconio, tantalio, tungsteno, uranio, cromo, litio, molibdeno, potasio, sodio, vanadio y hierro (a temperatura ambiente).

Figura 2. Cúbico centrado en el cubo

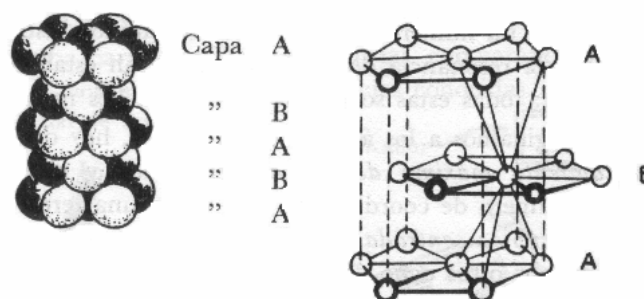


Fuente: Joseph Nordmann, **Análisis cualitativo y química inorgánica**, Pp. 255

- **Hexagonal compacto**

Se puede ver la celda unidad y cuatro átomos extra. Debe notarse que la concentración atómica es mayor a lo largo del plano basal que en otras direcciones. La compresibilidad es mínima y la conductividad máxima en los planos basales. Los metales que tienen estructura hexagonal son: vanadio, titanio, hafnio, renio, rutenio, osmio, praseodimio, neodimio, erbio, berilio, cadmio, cobalto, magnesio, titanio, zinc.

Figura 3. Hexagonal compacto



Fuente: Joseph Nordmann, **Análisis cualitativo y química inorgánica**, Pp. 254

No es una coincidencia que fácilmente los metales que se trabajan tienen la misma estructura cristalina: la forma del cristal es un factor que determina la maleabilidad.

1.2 Metales preciosos

El oro, la plata, el platino, se comercializan aleados con otros metales para darles un grado de dureza y color necesarios según el entorno hacia donde vayan dirigidos.

La ley o título que antes se denominaba en quilates ahora se expresa en milésimas. En el oro tanto los quilates como las milésimas indican la proporción de oro fino contenido en la aleación y también la cantidad de aleación. La denominación del oro por K viene de hace muchos años y actualmente no se emplea en el ámbito profesional. En los K una pieza de oro se compone de 24 partes de las cuales 18 en el caso de 18 k, son oro fino y el resto de aleación. En las milésimas la misma pieza de oro se divide en MIL partes de las cuales 750 son de oro fino y el resto de aleación. Entonces, la precisión de los k es $1/24$, una parte de 24, y la de las milésimas $1/1000$.

Para pasar de quilates a milésimas: $\text{Milésimas} = \text{quilates} \times 41,666$

1.2.1 El oro

El más precioso de todos los metales, se encuentra en los tres tipos de rocas; ígneas, metamórficas y sedimentarias. Se forma en filones hidrotermales, normalmente relacionados con cuarzo y sulfuros, diseminado en rocas. Tiene una dureza de 2.5 a 3, densidad de 19.3 g/cm^3 , tiene un color amarillo dorado y es el más maleable y dúctil de todos los metales.

El oro es muy inactivo, no le afecta el aire, el calor, la humedad ni la mayoría de los disolventes. Sólo es soluble en agua regia o una mezcla de agua y cianuro. Su punto de fusión es a $1063 \text{ }^\circ\text{C}$ y el de ebullición a $2700 \text{ }^\circ\text{C}$.

Se utiliza en artículos para joyería, en la fabricación de monedas, en la informática, en piezas dentales, en contactos eléctricos, en forma coloidal se usa en el coloreado de vidrio y cerámica, etc.

En la joyería se alea con otro u otros metales, (plata, cobre, etc) para darle rigidez, solidez y color. Los aleantes más comunes son la plata y el cobre, pero muchos otros metales pueden ser usados.

Se alea con plata para reducir la intensidad de su color amarillo y formar una aleación verdosa que es usada mucho. El cobre oscurece el amarillo del oro fino, haciéndolo más rojo y más duro.

La triple aleación de oro, cobre y plata es muy maleable y su color es muy semejante al del oro fino. Las aleaciones contienen platino o paladio para formar el oro blanco, a menudo usado con piedras preciosas. El oro blanco es usualmente más duro y más durable que otras aleaciones de oro y dando delicadeza, aunque fuerte.

El zinc y el níquel son otros dos metales comúnmente aleados con el oro para crear nuevas características.

Las proporciones legales de oro deben ser exactas antes de estampar la pieza con el quilataje. Las aleaciones de oro pueden ser de 22, 20, 18, 14, 12 o 10 quilates, o incluso menos.

Tabla I. Aleaciones

Símbolo	Nombre	Oro	Plata	Cobre	Zinc	Otro	Punto de Fusión (°C)	Gravedad Específica
Au	Oro 24 K	100					1063	19.3
920	22 K amarillo	92	4	4			977	17.3
900	22 K (acuñación)	90	10				940	17.2
750	18 K amarillo	75	15	10			882	15.5
750	18 K amarillo	75	12.5	12.5			904	15.5
750	18 K verde	75	25				966	15.6
750	18 K rosa	75	5	20			932	15.5
750	18 K blanco	75				25 Pd	904	15.7
580	14 K amarillo	58	25	17			802	13.4
580	14 K verde	58	35	7			835	13.6
580	14 K rosa	58	10	32			827	13.4
580	14 K blanco	58				42 Pd	927	13.7
420	10 K amarillo	42	12	41	5		786	11.6
420	10K amarillo	42	7	48	3		876	11.6
420	10 K verde	42	58				804	11.7
420	10 K rosa	42	10	48			810	11.6
420	10 K blanco	42				58 Pd	927	11.8

Fuente: Tim McCreight, **The Complete Metalsmith**, Pp. 141

1.2.2 La plata

Metal precioso que se puede alear con todos los metales de bajo punto de fusión, como el zinc, estaño, iridio, etc. Realmente la aleación mas común es la de plata/cobre . Está aleación de cobre y plata fina es llamada plata *sterling*¹ si las proporciones consisten en 925 partes de plata fina y 75 partes de cobre por mil partes. Otros metales pueden ser usados, esta cantidad de cobre se ha encontrado que da a la plata la dureza necesaria sin reducir su ductilidad ni su maleabilidad mucho. Además, el cobre permite a la plata ser coloreado de manera controlada, un proceso que a menudo enriquece la calidad de la superficie de los objetos de plata. Hay muchas otras aleaciones de plata, algunas de las cuales son usadas hoy en día, considerando que otras son encontradas únicamente en trabajos antiguos. Las monedas de plata contienen 90 partes de plata fina y 10 partes de cobre. Mucha joyería vieja usa una aleación de 80 partes de plata fina y 20 de cobre.

Uno de los problemas de las aleaciones de plata es su oxidación bastante rápida, que notamos al cabo de cierto tiempo en el cambio del color de la misma, tendiendo esta oxidación al color amarillo, al azul, al negro etc.

La plata pura es un sólido blanco, brillante con lustre metálico. Es un poco más dura que el oro. Es muy dúctil y maleable, siendo superada sólo por el oro y quizás por el platino. Es soluble en ácido nítrico, ácido sulfúrico concentrado y caliente y en disoluciones de cianuro.

La plata coloidal tiene color gris oscuro o negro.

La plata líquida toma hasta veinte veces su volumen de oxígeno y al solidificarse lo desprende.

¹ *Sterling*: Su traducción es de buena calidad, pero su nombre se deriva del año 1300 de un pueblo alemán llamado *Easterling*, que producía plata de muy buena calidad en un porcentaje de 92.5% de plata y 7.5% de cobre, actualmente se le conoce como Plata *Sterling* ya que se hace en éstas proporciones.

La plata de ley se usa en joyería, platería, etc., donde es importante el aspecto. Otras aleaciones importantes son las utilizadas en odontología. Se utiliza en aleaciones para soldadura, contactos eléctricos, baterías de plata-zinc y plata-cadmio. Es muy importante en la fotografía donde se consume en un 30%. Se ha utilizado pintura con plata para la realización de circuitos impresos. En la producción de espejos, depositándola por varios métodos: deposición química, electrolítica o evaporación.

Durante mucho tiempo se ha utilizado para la fabricación de monedas, pero actualmente debido a su precio, se está sustituyendo por otros metales.

También se utiliza en acuñación, cuchillería, medicina, maquinaria química y de procesado de alimentos. La plata comercial de calidad contiene, al menos 99.9%.

1.2.3 El platino

Metal precioso de color blanco/gris, brillante, y muy poco utilizado hoy día en joyería debido a su alto precio y la falta de especialización de joyeros que lo sepan trabajar, se utilizaba antes para montar piedras de alto valor.

Es muy dúctil, solo superándolo el oro y la plata y se puede estirar en alambres o planchas muy finas, es blando y se puede rayar con facilidad si previamente no se le ha laminado. Si se alea con oro se vuelve frágil, con paladio se endurece relativamente y con el iridio queda en un término medio. Es el más pesado e inalterable de todos, difícilmente fusible (punto de fusión, 1750 °C) e inatacable por los ácidos, excepto el agua regia. Es muy utilizado en la construcción de aparatos de química.

Actualmente se habla de seis metales que conforman al grupo del platino: platino, paladio, rodio, rutenio, iridio y osmio. Por su dureza todos son muy buenos para que en ellos se monten las piedras preciosas. Los metales del grupo del platino se disuelven lentamente en el agua regia.

1.2.4 El paladio

Tiene un color blanco entre el platino y la plata. Es algo más duro que el platino y menos dúctil. Es un metal raro del grupo del platino, que se halla en estado nativo y también en aleación con platino y con oro. Es utilizado en joyería para las aleaciones de oro blanco. Es muy a menudo usado, aleado con platino, como un metal básico para la joyería muy cara.

Es dúctil, maleable y permanente en el aire, pero es más ligero pues su peso específico es 11.9 y es más fácilmente fusible (1546 °C).

Para trabajar tanto el platino como el paladio se requiere equipo y técnicas muy especializadas.

1.2.5 El rodio

El rodio es un metal de color blanco parecido al del aluminio y su diferencia de color con la plata es casi imperceptible. Es de la familia del platino, inatacable por los ácidos y difícilmente fusible, que se halla algunas veces con el oro y el platino. Se puede alear con otros metales con facilidad.

Su uso en la joyería se limita a los baños de rodinado que se da al oro blanco o platino.

1.2.6 Otros metales no preciosos utilizados en joyería:

Titanio - cobalto - aluminio - níquel - cobre - zinc - cadmio - estaño - mercurio - plomo – bismuto

1.3 Merms en el proceso

Todos los joyeros, al trabajar con metales preciosos, durante los procesos de fabricación y de acabado de las piezas que elaboran, sufren pérdidas de estos metales. Estas pérdidas son conocidas con el nombre de merms.

Las pérdidas de metal son mayores en las piezas complicadas que en las sencillas; en las hechas a mano que en las fabricadas a máquina.

Aunque comercialmente se han establecido unos porcentajes de merms aceptados por la mayoría, éstos no pueden considerarse definitivos puesto que difieren mucho de un taller a otro.

Son muchas las operaciones en las que, según la opinión general, las merms están justificadas. En algunas ocasiones son recuperables y en otras no. Los casos más habituales son los siguientes:

1.3.1 Merms en la fundición

Las pérdidas más frecuentes, en la fundición se deben a:

- Salpicaduras de metal originadas por la presión de la llama: Si se funde con soplete son muy difíciles de evitar. Una pérdida de 3 gr por Kg, suele ser habitual. Las salpicaduras pueden evitarse trabajando en horno y empleando crisoles cónicos que reciban el calor a través de una llama envolvente o fundiendo en hornos eléctricos.
- Transformación en óxidos de ciertos metales que componen la aleación, como pueden ser el cobre y el zinc, y posterior volatilización de estos óxidos: Es una buena solución fundir en hornos de alta frecuencia utilizando, al mismo tiempo, un gas reductor. En estas condiciones las pérdidas de fundición, provocadas por la formación de óxidos son prácticamente nulas.

- Restos metálicos que quedan en la cazoleta o crisol: Los restos que quedan en los crisoles constituyen un problema que aún no ha sido resuelto pero no significan una pérdida real porque su recuperación no ofrece ninguna dificultad.
- Pérdidas de oro con la salida de humos: Las pérdidas de oro a través de los humos de la fundición son de consideración y la presencia de impurezas volátiles, tales como zinc, puede incrementarlas. No es volatilización de metal sino que los minúsculos glóbulos son arrastrados por el extractor de humos. Estos cuerpos son tan pequeños que algunos de ellos apenas alcanzan una micra de diámetro. Pueden quedar en suspensión, así que esto debe de tomarse en cuenta al diseñar el sistema de salida de humos. Pérdidas similares, pueden tener lugar en el momento de vaciar el metal fundido.

1.3.2 Mermas en el laminado

En el laminado, si el metal es agrio o no se recuece a su debido tiempo, también se producen pérdidas a causa del desprendimiento de trocitos de metal procedentes del borde de la chapa que, a veces, pueden quedar en lugares de difícil acceso o donde no pueden localizarse.

1.3.3 Mermas en el recocido

Cada vez que un metal se recuece y cambia de color, es que se oxida y toda formación de óxido da lugar a una pérdida de peso. Al oxidarse, la aleación adquiere una tonalidad verde, debido a una pérdida de cobre en la superficie. Esto significa que,

si se ha perdido cobre, habrá aumentado el quilataje de la superficie. Sin embargo, al pulirse ésta pieza recuperará su color original, lo que indica que la parte más rica de la superficie, que era deficiente en cobre, se ha eliminado, recuperándose su quilataje original. Esto puede evitarse recociendo en hornos de atmósfera controlada o bien desengrasando el metal e impregnándolo, antes de recocer, con una solución saturada de ácido bórico.

1.3.4 Mermas al serrar y al limar

Más pérdidas de metal se producen al serrar y al limar. Las limaduras van a parar a las vestiduras o al suelo, desgraciadamente no todo cae en el cajón. Cuanto más fina es la limadura, más fácil es que vuele y se disperse. Este tipo de merma es más acusada en verano que en invierno porque, en esta época, las manos de los operarios están húmedas y las limaduras tienden a adherirse en las mismas. Las corrientes de aire y los ventiladores, también suelen ser causa de pérdidas. Los sistemas modernos de aire acondicionado ofrecen buena circulación de aire fresco en locales sin ventanas y, no sólo filtran el polvo, sino también las partículas de metales preciosos.

1.3.5 Mermas debidas al esmerilado

El papel de esmeril usado contiene oro, por lo que debe incluirse en la basura del taller. Debido a que produce una limadura muy fina es una de las operaciones que da más pérdidas, sobre todo si se lleva a cabo con medios mecánicos. El motor facilita la dispersión.

1.3.6 Merms por el material que cae al suelo

El suelo del taller juega un papel importante en la recuperación. Lo más adecuado es utilizar baldosas con relieves, de forma que lo que pueda caer no vaya de un lado para otro arrastrado por los pies al caminar. En la mayoría de casos, en vez de baldosas con relieves, se utilizan rejillas. Los pisos de superficie dura, libres de grietas, reducen las merms; los pisos ásperos, especialmente los de concreto, retienen las limaduras. Se limpian con la ayuda de una aspiradora. Una buena iluminación se paga sola, ya que evita la acumulación de basuras en los rincones oscuros. La maquinaria pesada debe instalarse de forma que el aspirador pueda pasarse desde cualquier lado.

1.3.7 Merms al soldar

Ocurre exactamente el mismo fenómeno que en el caso del recocido y la solución es la misma.

1.3.8 Merms debidas al oro que queda en las vestiduras

El metal que se queda en las vestiduras, ha llevado a algunas firmas a facilitar ropas de trabajo a sus operarios y a lavar toda esta ropa en máquinas instaladas en la misma fábrica o taller. El agua que sale de estas lavadoras es tratada convenientemente y, por regla general, el valor del metal recuperado sobrepasa con creces el valor de la ropa.

1.3.9 Mermas de la pulidora

En la pulidora queda mucho metal, aunque los sistemas de pulido han mejorado ostensiblemente en los últimos años, por lo menos en lo que se refiere a facilidades en el trabajo y la recuperación. Actualmente, antes del pulido mecánico, suelen abrillantarse electrolíticamente, lo cual, además de facilitar el trabajo, constituye una ayuda para la recuperación del metal. En el mercado, puede encontrarse una gran variedad de instalaciones concebidas de tal forma que las pérdidas quedan reducidas al mínimo. En algunas de estas instalaciones los motores quedan prácticamente encerrados en cabinas que recogen todos los desperdicios que se van produciendo. La mayoría disponen de potentes dispositivos de aspiración que absorben las partículas más insignificantes y las llevan a unos filtros fácilmente accesibles.

1.3.10 Mermas del lavamanos

El agua procedente de lavarse las manos, también contiene limaduras. Hoy en día pueden adquirirse instalaciones adecuadas, especialmente diseñadas para recuperar estas limaduras.

1.3.11 Mermas en el local de recuperación

Las pérdidas ocasionadas por salpicaduras, derramamientos de soluciones o rotura de recipientes, son muy corrientes entre los principiantes. Esta es una de las razones por las que se debe comenzar manipulando sólo pequeñas cantidades de metales preciosos. Si se dispone de toallas de papel en cantidad suficiente y de abundante

aserrín para empapar cualquier solución que pueda derramarse, la pérdida se reducirá ostensiblemente. Unas pocas horas después de haber manipulado soluciones que contenían oro disuelto, el principiante podrá observar la aparición de unas manchas de color púrpura en los dedos, estas contienen cantidades pequeñas de oro. Las salpicaduras producidas al calentar una solución, también son causa de pérdidas de metales preciosos. Se deben usar recipientes grandes para que el líquido no quede en el borde. Un embudo invertido sobre una evaporadora en la que está hirviendo una solución, recogerá las salpicaduras. La mesa donde se instale el quemador, debe poder limpiarse fácilmente, las superficies de esteatita y de linóleo son más adecuadas que las de ladrillo. Es evidente que los papeles filtro, suelen contener más metal precioso de lo que aparentan. Las limaduras más pesadas, quedan recogidas en el cono del filtro, camufladas entre materiales más ligeros y menos valiosos.

Como puede apreciarse, los caminos por donde puede perderse el metal son muchos y muy diversos. Las pérdidas podrán reducirse pero difícilmente podrán evitarse totalmente. Deben seguirse métodos de trabajo muy estrictos, encaminados a reducir las mermas al máximo.

1.4 Desperdicios de alto contenido de oro

El desperdicio con alto grado es aquel donde el contenido de oro es mayor o igual al 20%. Esto es el desperdicio de los bancos de los joyeros, el desperdicio del *casting*, joyas viejas, sedimento de la tira del electrodo y se pueden refinar bastante directamente.

Son los más fáciles de tratar, prácticamente están formados solo por metales; unos deseables, que forman parte de la aleación inicial y otros, que han llegado a ella por accidente, que se consideran impurezas.

Son muchas las circunstancias que pueden modificar las propiedades de una aleación, entre las que destacan las variaciones en los porcentajes de cada componente o la homogeneidad pero, sin duda alguna, las impurezas representan la parte más negativa.

Aún suponiendo que se haya preparado una aleación utilizando únicamente componentes de reconocida pureza, durante su manipulación se producen una serie de contaminaciones que modifican las propiedades mecánicas hasta llegar a un punto en que no se puede trabajar.

Los inconvenientes no siempre se limitan a cambios en las propiedades mecánicas sino que, en algunos casos, incluso el título (quilataje) de la aleación baja ostensiblemente. Cuando se llega a una situación de esta índole la única posibilidad es refinar el metal.

El grupo de materiales con alto contenido de metales preciosos está formado principalmente por:

- Recortes
- Limaduras
- Piezas viejas de joyería
- Oro aluvionar, en polvo o en pepitas.

Los tres mencionados primero pueden estar perfectamente limpios o contaminados. El oro de alución, antes de comercializarlo debe refinarse para eliminar las impurezas y ajustarlo al quilataje que se desee.

Tabla II. Contenidos típicos de oro para varios desechos

Joyas viejas	39 a 73% de oro
Oro dental	Aproximadamente 66%
Desperdicio de los bancos de joyeros	19 a 52%
Asentado en la trampa del lavamanos de joyeros	Aproximadamente 6-8%
Alfombra y pisos de madera	0.1 - 9%
Crisoles viejos para fundir	0.8 - 5%
Polvo que queda en las máquina de pulir y desperdicio que queda cuando se barre	0.5 - 5%
Pulseras de reloj y oro variado de desperdicio	0.25 - 5%
Estructura de lentes (seleccionados)	2 -4%
Papel esmerilado, suciedad del piso, cepillos y otra suciedad de joyas	0.1 - 4%
Metal electrónico seleccionado, pines conectores, etc.	1%
Tablas electrónicas y similares	0.007—0.03 %

Fuente: Roland Loewen, **The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 1989**, Pp 333.

1.5 Métodos de refinación del oro

1.5.1 Refinación por el método de encuarte

Este es uno de los procesos más asequibles e interesantes para el pequeño y mediano taller. Permite la separación del oro, sin grandes complicaciones, y requiere de relativamente pocos medios.

Este sistema se basa en el hecho de que los metales comunes y la plata que acompañan al oro en las aleaciones de 6 quilates, son fácilmente atacables, disolviéndose en ácido nítrico puro o diluido. Si el contenido de plata es muy elevado, el ácido nítrico puede ser sustituido por ácido sulfúrico concentrado. El oro queda como residuo, bajo forma de barro oscuro.

Una de las condiciones indispensables para el buen éxito de la separación es que todos los metales que se encuentran aleados con el oro sean solubles en ácido nítrico o en sulfúrico.

Este procedimiento no debe emplearse cuando se encuentran presentes metales del grupo del platino pero, en ausencia de éstos, ofrece indudables ventajas.

Es una de las posibilidades que quedan al alcance de cualquier principiante. El oro que se pretende afinar no abandona su estado sólido en ningún momento.

Las únicas pérdidas posibles son las debidas a descuidos al decantar el ácido o las aguas de lavado y pueden evitarse filtrándolos antes de desecharlos.

La separación por encuarte queda limitada al tratamiento de chatarras con alto contenido de oro.

A través del sistema de encuarte se obtienen purezas de 994 a 996 milésimas.

1.5.1.1 Encuarte

Para que el sistema resulte eficaz, es indispensable que el quilataje del oro a afinar quede comprendido entre 6-6.8 quilates. Dicho de otra forma, el contenido de oro debe ser la cuarta parte, en peso, del total de la aleación; el resto corresponde a metales comunes y plata.

Si el contenido de oro es superior a 6.8 quilates, la aleación no será totalmente atacada. A un quilataje mayor corresponderá un ataque menos efectivo.

En caso contrario, si el quilataje es menor a 6 quilates, el oro quedará reducido a un polvo muy fino que requerirá de una mayor atención al decantar el ácido o el agua de los enjuagues.

Cálculos para reducirlo a 6 quilates:

- Primero determinamos cuanto oro fino contiene el oro que poseemos

$$\frac{\text{Peso (quilataje en milésimas)}}{1000} = \text{oro fino contenido en la aleación} \quad (1)$$

- Una aleación de 6 quilates está formada por 1 parte de oro fino y tres partes de aleación. Entonces el peso de la aleación será:

$$\text{Peso del oro fino} \times 3 = \text{peso de la liga} \quad (2)$$

- El peso del material transformado a 6 quilates será de:

$$\text{Oro fino} + \text{peso de la liga} = \text{peso total} \quad (3)$$

- La diferencia entre estas dos cantidades, serán los gramos de liga a añadir a la aleación inicial:

$$\text{Peso total} - \text{peso inicial materia} = \text{peso de liga a añadir} \quad (4)$$

1.5.1.2 Ataque con ácido nítrico

Se mide una cantidad de ácido nítrico químicamente puro que, en peso, sea de unas tres veces el del metal, y se añade a la cápsula. Inmediatamente se producirá una reacción muy violenta, con gran desprendimiento de vapores rojos, nitrosos, muy tóxicos y corrosivos.

También es posible emplear una solución a partes iguales de ácido nítrico puro y agua destilada, o bien, de dos partes de agua por una de ácido; el ataque resulta algo más lento pero se producen menos vapores y el material no queda tan desmenuzado.

Se añade más ácido hasta que después de hervir unos minutos no se desprendan vapores rojos ni el ácido cambie de color. La plata y los metales comunes se habrán disueltos y el oro quedará como residuo. Se deja enfriar y se decanta el ácido.

Se lava el oro con agua destilada y se filtra, volviendo a lavar con agua caliente. Se sigue lavando dentro del filtro, hasta que el agua procedente del mismo, al mezclarla con un poco de amoníaco no se vuelva azul.

Se seca el filtro con el oro, preferiblemente en un horno de secado, a unos 70-80°C, se separa el oro del filtro y se lleva a un crisol nuevo de tamaño adecuado.

El crisol con el oro se introduce en un horno a unos 800°C, donde permanecerá hasta que adquiera el mismo color que las paredes interiores del horno.

Se retira el crisol del horno y se deja enfriar. El color del oro habrá pasado de marrón oscuro al amarillo característico del oro fino.

Según Alsina (1989), el lingote resultante deberá ser oro fino de 994 a 996 milésimas. Tanto más puro cuanto más atención se haya prestado a cada una de las operaciones descritas.

1.5.2 Método de refinación con agua regia

Las materias implicadas en estos procesos son, ácidos fuertes y producen gases y soluciones acres que pueden quemar y manchar la piel. Materias muy valiosas se implican también y tiene sentido tener el equipo y los procedimientos especiales para evitar pérdidas, este trabajo se debe hacer en una campana de extracción o en espacios abiertos.

Mientras no haya problema en la seguridad personal, el problema será el derrame de la solución de oro que puede ser tan caro que es digno de pensarlo seriamente. Los contenedores para esto son normalmente de vidrio y vencerán cuando estos se rompan.

El cloruro de oro ($[\text{AuCl}_4]^{-1}$) se forma cuando el agua regia hace digestión al desperdicio de oro. El cloruro de oro tiene propiedades fotoquímicas semejantes a las propiedades de las sales de plata usado en la fotografía. Cantidades muy diminutas de esta solución mancharán la piel. Cualquier trabajo con esta solución de oro da como resultado casi siempre manos manchadas de un púrpura oscuro. La mancha sólo aparece horas después del contacto. No es peligroso, apenas muy visible. Pero se previene llevando guantes de caucho.

El oro refinado se debe fundir y los crisoles de fundición deben secarse completamente antes de ser calentados en el horno de fundición. Si no secó apropiadamente, el crisol a menudo se desintegra explosivamente en el horno.

Todas las varillas de agitar y tenazas se deben entibiar completamente antes de ponerlas en el crisol. Una tenaza fría en el metal caliente tiene como resultado a veces la expulsión fuerte de metal.

Disolviendo con agua regia, se pueden alcanzar las 999 milésimas.

Si el desperdicio contiene materia combustible, es mejor quemarlo antes de hacer otro procedimiento. Esto se puede hacer en una sartén que no sea profundo (una cacerola para freír es adecuada para series pequeñas).

Después de quemar es bueno remover todo el hierro (hojas, etc.) con un imán. El hierro en cantidades grandes puede ser un problema y los pedazos magnéticos grandes lo pueden remover.

Los pedazos masivos de metal toman muchísimo tiempo para que el agua regia les haga digestión.

El “Oro verde” tiene un contenido alto de plata y resiste la disolución a causa de la formación de cloruro de plata que cubre la superficie. Tal oro se debe fundir aleando con cobre para permitir que el agua regia trabaje.

1.5.2.1 Mezclado con agua regia

Este y muchas de las operaciones descritas aquí se llevan a cabo bajo una campana eficiente en la extracción de vapor.

El agua regia es una combinación de ácido nítrico y ácido clorhídrico (llamado a veces ácido muriático). Es hecho mezclando 1 volumen de ácido nítrico concentrado con 4½ volúmenes de ácido clorhídrico concentrado. Esta mezcla es bastante estable y en nuestra experiencia durará por muchos meses. Otra forma de mezcla es la relación 1 ácido nítrico a 3 ácido clorhídrico en volumen esto reduce parte del trabajo y el gasto del tratamiento posterior de agua. Se sabe que 1 a 3 volúmenes mezclados es auto destructivo sobre un período de tiempo. El agua regia se mezcla con apenas medición y vertiendo los ácidos juntos, o puede agregar a la chatarra el ácido clorhídrico primero y luego el nítrico.

1.5.2.2 Digestión del desperdicio

El desperdicio se coloca en un vaso de digestión. La cantidad de agua regia requerida para varios lotes depende de la proporción que el ácido es soluble y la calidad del metal presente. Ha sido encontrado que de 3.5 a 5 litros de agua regia se requieren por kilo de desperdicio. (Aproximadamente ½ galón por libra.)

Si el desperdicio es limadura y polvo proveniente de los bancos de los joyeros, el agua regia reaccionará muy rápidamente y puede sobre ebulir, así que el ácido se debe agregar lentamente y con cuidado.

Si el desperdicio está en forma de joyería vieja o metal u otros pedazos grandes, la reacción será más lenta y una considerable cantidad de agua regia puede verterse en el desperdicio. El cuidado es aconsejable ya que la reacción es a menudo bastante lenta al inicio y después de algunos minutos llega a ser muy, muy activa. El contenedor puede calentarse para que aumente la velocidad de la reacción. Generalmente, el agua regia fría trabaja lentamente pero cerca de 140°F. (60°C.) es muy activo.

La reacción del agua regia con los metales del desperdicio produce óxidos de nitrógeno. Estos son incoloros pero tan pronto toman oxígeno al alcanzar el aire y se tornan rojo marrón.

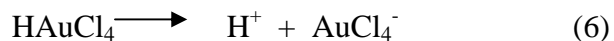
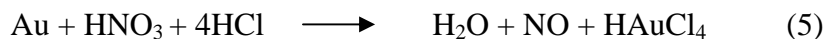
La práctica preferida es agregar el agua regia al lote en dos o tres adiciones separadas. Cerca de tres cuartos de la cantidad de agua regia es agregado y la mezcla se mantiene por algún tiempo. La agitación ocasional es buena, especialmente con materia finamente dividida.

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

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

La mayoría de las aleaciones de joyería contienen plata y el agua regia disuelve el oro y otros metales aleantes dejando el cloruro de plata insoluble que sale como residuo en el tamaño y forma original. Cuando la aleación de oro contiene cerca de 8 o 10% de plata se forma una capa adhesiva de cloruro de plata y “protege” al metal de la disolución. El oro verde es mucho más alto en el contenido de plata y es esencialmente insoluble en agua regia. Fundir y diluir con cobre es la única manera razonable de disolver el material con alto contenido de plata.

Cuando el contenido de oro en el desperdicio es abajo 30% cualquier plata y cobre presente se puede disolver con ácido nítrico.



1.5.2.3 Filtrado

El agua regia ahora contiene varios cloruros de metal en la solución y el cloruro insoluble de plata así como también mucha materia no deseada en el sedimento, y esta mezcla se deben enfriar y luego ser filtrada. La razón para enfriarse es que el cloruro de plata, aunque bastante insoluble en el agua, es levemente soluble en ácidos fuertes y esta solubilidad disminuye en ácidos fríos.

No puede ser útil aunque es esencial diluir la solución en este momento. El cloruro de plata es algo soluble en ácidos fuertes pero menos en soluciones tan diluidas.

Es buena práctica agregar un poco de ácido sulfúrico al recipiente de la disolución antes de filtrar. Cuando hay plomo en el desperdicio (como acontece ocasionalmente) esta forma es muy difícil de filtrar porque es una materia gelatinosa. (Esto es también cierto para el estaño).

El sulfato de plomo es algo más fácil de filtrar, entonces la adición de ácido sulfúrico puede ayudar a la filtración.

El ácido sulfúrico se debe diluir con 4 partes de agua (ácido en el agua). Cerca de una taza de esto se agrega a la solución de digestión con el cuidado de que se vea algo pequeño blanco antes de filtrar.

La presencia del plomo en el oro metálico es una cuestión grave. Más del 0.005% de plomo produce oro quebradizo. La adición de ácido sulfúrico es sugerida por como una parte del agua regia original.

El nitrato de plomo, durante la reacción del agua regia es posible que este presente, es bastante soluble en el agua pero menos en el ácido nítrico. El sulfato de plomo sin embargo es bastante insoluble. La solubilidad de sulfato de plomo (PbSO_4) es 0.003 gramos de Pb por litro de agua y hasta 0.088 gramos de plomo (Pb) por litro de HCl que depende de su concentración y 0.029 gramos de plomo por litro de HNO_3 dependiendo también de su concentración. En soluciones diluidas se disuelve menos.

La plata en el desperdicio de oro presenta una actividad diferente a causa de su insolubilidad.



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

Aunque el cloruro de plata es muy insoluble en agua es algo más soluble en el ácido clorhídrico y en soluciones de sales de cloruro. La solubilidad en el agua a 25°C como 0.00172 gramos de AgCl por litro de agua. La solubilidad en el ácido clorhídrico es de 0.035 a 0.56 gramos de AgCl por litro dependiendo de la concentración del ácido. Es también variable con la temperatura. Un rango similar de solubilidad es dado en las distintas soluciones de sales de cloruro.

Dos capas de papel de filtro se usan para ayudar a la filtración y evitar la ruptura.

El vacío se produce por medio de una bomba (aspirador) de agua disponible a los suministradores químicos de laboratorio. De plástico, no se deben usar bombas de metal, con los humos de ácido del agua regia que se filtran rápidamente se reduce la habilidad de bombeo de una bomba de metal. Por la misma razón las bombas mecánicas al vacío no se recomiendan a menos que proporcionen trampas eficientes de vapor del ácido que se mantienen regularmente.

El filtrado es generalmente limpio y claro. Sin embargo, algunos sólidos pasan a través del primer filtrado, entonces se debe parar mientras se espera y el sedimento líquido regresa para ser refiltrado. Generalmente el líquido entonces será claro y limpio.

Si plomo o estaño están presentes el filtrado será lento. El estaño es un contaminante improbable a menos que sea una aleación de estaño, tal como bronce o soldaduras suaves que forman parte del desperdicio. El plomo es un contaminante más probable si centros de plomo formaban parte del desperdicio.

Todos los sólidos se deben lavar en el filtro con un poco de agua corriente. Cuando el filtrado es completo el papel y el lodo deben ser lavados repetidamente con pequeñas cantidades de agua corriente.

El papel del filtro ahora contiene la materia no deseada y también el cloruro de plata. Se recomienda que esto se debe guardar hasta que por lo menos 30 galones se acumulen.

El líquido filtrado es generalmente de color verde claro, debido al níquel y al cobre. Si solamente estuviera presente cloruro de oro, sería amarillento.

Si el trabajo de filtrado fue bien lento, la presencia del plomo es una posibilidad, y si porcentajes fraccionarios de plomo atraviesan el final y estos se funden, el oro será quebradizo y hará *castings* muy pobres. Aunque el ácido sulfúrico se agregó previamente encontramos que cuando refinamos el desperdicio muy sucio de las barreduras es útil agregar otra vez el ácido sulfúrico al líquido en cantidades pequeñas de quizás media taza por galón.

El precipitado blanco puede ser cloruro de plata (también menos soluble en ácidos diluidos) o puede ser sulfato de plomo o bien ambos. El sulfato de plomo muestra cristales brillantes que nunca se verán en el cloruro de plata.

La solución filtrada se vierte en un contenedor plástico (baldes plásticos de 5 galón son adecuados) para los próximos pasos de eliminación del exceso de ácido nítrico y precipitación del oro.

1.5.2.4 Eliminación del ácido nítrico

El exceso de agua regia que se agregó para asegurar la solución completa de todo el oro es, por supuesto, tranquila en esta etapa de la solución y debe ser eliminado para permitir que el oro sea precipitado.

El procedimiento clásico para la eliminación del ácido nítrico es ebullición repetidamente a la sequedad cercana con la adición de ácido clorhídrico con algo de ácido sulfúrico cerca del fin. Esto es un proceso largo y molesto y requiere de paciencia, pocas veces usado hoy en día.

1.5.2.5 Precipitación del oro

El método clásico de reducir el cloruro de oro en la solución al oro sólido es añadir caparrosa a la solución. Caparrosa es un nombre antiguo para el sulfato ferroso, una sustancia química barata. Muchas otras sustancias químicas reducirán también el cloruro oro. Una sustancia química potencialmente útil es hidroquinona que no reduce el cloruro cúprico. Tiene desventajas y nuestro uso ha sido sólo experimental.

Se puede usar formaldehído (una sustancia química ofensiva y desagradable), el ácido oxálico, gas de bióxido de azufre, hidracina; entre otros. Algunos de éstos requieren calor, algunos son muy gaseosos y tienden a sobre hervir, algunos hacen un muy lanudo precipitado y requieren filtros grandes.

Por muchos años se ha usado una solución de bisulfito de sodio (NaHSO_3) es tan bueno como agente reductor así como también para eliminar el exceso de agua regia. Una solución de 35-40% de concentración es conveniente. La solubilidad máxima es cerca del 44%. Mucha agitación es requerida para obtener el bisulfito disuelto.

Mezcle la caparrosa verde puro con agua caliente (a razón de una libra por un cuarto de galón de agua está bien). Cuando ya está mezclado agregar un poco de ácido clorhídrico para hacer una solución verde clara.

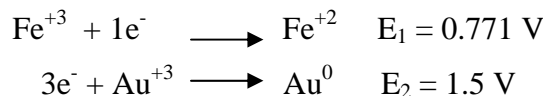
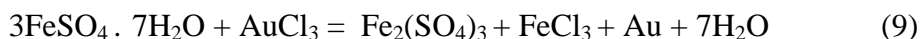
La razón para usar caparrosa es que es un reductor menos agresivo y con lo cual sale el platino en un estado químico fácilmente convertible a una condición insoluble. El bióxido de azufre y los sulfitos tienden a reducir el componente de platino posteriormente a un estado soluble.

La precipitación de oro se puede ver como una 'nube' de partículas en la solución. El punto final de la precipitación es difícil de ver, algunos indicios se pueden notar en lo denso de la 'nube' de partículas de oro. La solución será más clara y

notablemente menos amarillenta, especialmente si una gota se ve en una superficie de loza blanca de china. Esto es porque el cloruro de oro amarillo se va y el verde de los otros cloruros permanece. El cuidado durante este trabajo de precipitación de oro es prudente. Observe los signos y pruebe la solución frecuentemente para evitar excesos de precipitante. A veces la solución parece más oscura.

La precipitación del oro de la filtración de una solución clara se llama químicamente reducción. La reducción es químicamente lo contrario de la oxidación que es lo que el agua regia hizo primero.

El material clásico para la reducción de oro es sulfato ferroso. La reacción es:



$$\underline{\text{Keq} = 1.012 \text{ E } 37}$$

$$\text{Grado de completitud: } \underline{\% = 100 \%}$$

El punto final es determinado exactamente por una prueba para la presencia de oro disuelto.

La prueba del cloruro estañoso se hace mojando un vidrio o la varilla plástica con la solución que va a ser probada y transfiriendo una o dos gotas en una de las cavidades del plato.

Usando el cuenta gotas, una gota de la solución de prueba de cloruro estañoso se pone a la muestra en la cavidad. Si hay oro presente habrá un cambio pronto a un color muy oscuro. Un oscurecimiento leve indica algo de oro. Si no hay oro no habrá otro cambio que no sea la dilución mutua de los dos líquidos. Esto es una prueba muy sensible y discernirá cerca de 1 ó 2 partes por millón.

1.5.2.6 Filtración

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

Antes de hacer cualquier filtración la solución se prueba otra vez con cloruro estañoso para estar seguro de que no hay oro en la solución.

En el interés de reducir el tiempo y la agravación de muchos filtrados, la porción superior clara de la solución se puede decantar y sólo las pocas pulgadas cerca del fondo se ponen en el filtro. En ocasiones raras, la solución de la cima del contenedor tiene oro disuelto de la parte inferior.

1.5.2.7 Lavado del oro

El método preferido será poner sobre el filtro pequeño y verter cuidadosamente poco del líquido en el filtro teniendo cuidado que tenga tan poco oro como sea posible. Cuando todo el líquido ya se haya vertido, agregar suficiente ácido clorhídrico concentrado para cubrir generosamente el oro. Ponga una tapa en el contenedor y agite completamente. Permita que se asiente y otra vez vierta el líquido en el filtro.

Después de más o menos de 3 de estos tratamientos ácidos el líquido ácido filtrado se pone en el tanque de cementación con la otra solución que ha sido decantada. Varias pulgadas de agua se ponen en el frasco de filtrado y se hace otro tratamiento ácido y es vertido en el filtro. Si se ha removido cloruro cuproso por los lavados previos

el agua permanecerá clara. Si el cloruro cuproso es disuelto por el ácido clorhídrico el agua será lechosa. Esto es porque el ácido diluido no puede mantener al cloruro cuproso en la solución. Si está lechoso repetir los lavados ácidos y las pruebas de agua hasta que la solución diluida permanezca clara.

Entonces repita este tratamiento del oro con agua clara para quitar el ácido clorhídrico. Tres lavados son generalmente suficientes.

Entonces usamos el amoníaco concentrado (NH_4OH) para otros dos o tres lavados. Esto es un material ofensivo y trabajar bajo una campana es la única manera de que sea adecuado.

Al final 2 o 3 lavados de agua se hacen transfiriendo todo el oro al filtro. El contenedor se restriega con un cepillo duro para que todo el oro pueda ser transferido al filtro.

1.5.2.8 Fundición del oro

Cualquier horno de gas o eléctrico normalmente usado para fundir el oro o para la producción de aleaciones se puede usar para fundir el oro precipitado.

El material del crisol no es crítico y puede ser escogido para acomodarse al horno de fundición. Los crisoles, sin embargo, deben estar limpios y usarlos únicamente para fundir el oro puro.

El papel filtro y el oro se ponen en el crisol. Cuando el oro se funde el papel filtro se quemará y el oro que esté se adherirá al crisol. Generalmente se quema muy lentamente porque la llama del horno a la temperatura de fundición del oro no tiene oxígeno en exceso. Con tiempo esto se consumirá. Esto puede ser acelerado reduciendo el gas para que haya un exceso de oxígeno en la llama o el papel filtro se puede fundir

muy rápidamente agregando una cantidad pequeña (1/4 de cucharadita o menos) de nitrato de sodio. Aunque los fluxes no son una necesidad definitiva nosotros usamos a veces un poco de bórax o un flux mixto. Una mezcla de la mitad de ácido bórico y la mitad de bórax es un *flux*² bueno para fundir el oro.

El molde debe estar tibio y seco antes de que el oro sea vertido. La llama humeante de acetileno hace buenos revestimientos de molde.

Es útil agitar lo fundido cuando ha llegado a ser líquido. Esto lleva al flujo de aire cualquier porción de papel oxidado. Un barra pequeña de 1/8 “ o 3/16” de diámetro se usa.

El oro y cualquier escoria se vierten juntos en un molde. La escoria se separa fácilmente cuando es enfriado. El ácido sulfúrico diluido o ácido nítrico diluido quita las trazas de la escoria adherida.

1.5.3 Refinación por el Método de Miller

El proceso del cloruro de Miller ideado por F. B. Miller en 1867 es usado extensamente. En términos generales las barras fundidas de oro o plata son inyectadas con gas de cloro y metales despreciables y es formado cloruro de plata y luego son removidos como escoria. El oro de pureza 0.995 se obtiene prontamente. La escoria se trata para la recuperación de plata y alguna cantidad pequeña de oro atrapado y trazas de cloruro de oro.

² *Flux*: Producto químico que forma una película sobre el metal a fundir o soldar que ayuda a que esto suceda haciendo que fluya y es un aislante del oxígeno para que no se de una oxidación en el metal.

1.5.4 Refinación por el Método Electrolítico de Wohlwill

El proceso electrolítico ahora generalmente conocido como la celda de Wohlwill se describió en 1863 por Charles Wall de Sidney. En 1878, E. Wohlwill instaló el sistema en Hamburgo. Este fue independizado en los Estados Unidos de América y usado en Filadelfia en 1902.

La disolución electrolítica de un ánodo de oro en un electrolito de ácido clorhídrico y la deposición del oro puro en el cátodo es la base del método. Los detalles del proceso son controlados, los metales diferentes al oro permanecen en la solución o se asientan fuera como un limo. El método es capaz de separar la plata y los metales del grupo del platino del oro para obtener oro de muy alta pureza.

La cara inversión de oro en la solución y en el cátodo y ánodo hace a este un proceso algo indeseable.

La celda de Wohlwill necesita el reemplazo ocasional del electrolito sucio por una solución de cloruro de oro de alta pureza.

Una variación de la celda de Wohlwill llamada generalmente celda de “Fizzer” se puede usar para producir este cloruro de oro. Es semejante a la celda de Wohlwill en su mayoría. Sin embargo, el cátodo se separa del ánodo por un contenedor cerámico semiporoso o una barrera semejante que mantiene el cloruro de oro en la sección del ánodo y lejos del cátodo. El oro obtenido tiene una pureza de 999.999 milésimas.

1.6 Método de refinación de la plata

El método de “separación” usa ácido nítrico para disolver la plata y cualquier cobre y otros metales despreciables. El oro, no soluble en el ácido nítrico, permanece como un sedimento o lodo y es separado luego por filtración.

La solución clara que contiene la plata y metales despreciables se mezclan con salmuera salada con lo cual se hace el cloruro de plata muy insoluble dejando los metales despreciables disueltos. Cuando el cloruro de plata se separa de los metales despreciables disueltos es convertido a plata metálica.

La plata es un metal bastante reactivo. Hay numerosas sustancias químicas de plata y la reducción de recintos de plata a plata metálica se puede hacer de varias maneras. Considerando la necesidad de dar calidad al desperdicio sin refinar y su condición física y química, la disposición de productos secundarios (problemas de contaminación), conveniencia para la serie o la operación continua, todos tienen que ver con aspectos de costo, tiempo y tamaño. Los métodos, fueron explorados por búsqueda de literatura y por pruebas prácticas en pequeños lotes de desperdicio de plata. Los métodos investigados incluyen:

1. Refinación Electrolítica (celda de Thum)
2. La reducción de nitrato de plata con soda cáustica y el formaldehído.
3. Cementación de la solución.
4. Reducción del fundido (crisol para horno) de cloruro de plata con ceniza de sosa.
5. La reducción con borohidrido de sodio del cloruro de plata.
6. La reducción sólida de la fase de cloruro de plata con ceniza de sosa (Max 500°C método de Kunda).
7. Cementación del cloruro de plata (fase sólida en bandejas).
8. Reducción con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

9. La reducción con dextrosa (azúcar).

La usual celda electrolítica de refinación no es acomodado a la operación de lotes, especialmente en una escala pequeña. La reducción clásica con fuego del cloruro de plata con ceniza de sosa es más bien ruidosa con pérdidas en la escoria y en el humo. Carecimos de el equipo adecuado para el método de Kunda que hace la reducción del cloruro de plata a la temperatura más baja en el estado sólido.

El uso de formaldehído y sosa cáustica para obtener plata del nitrato de plata se trató pero el formaldehído es desagradable, posiblemente cancerígeno y el proyecto nunca se siguió al punto de determinar la pureza de la plata.

Nuestra decisión de seguir hasta el último de la lista se basó en varias cosas. Uno era la posibilidad de usar equipo sencillo y materias bastante comunes. Nuestro éxito en los experimentos tempranos (donde usamos jarabe de maíz) y nuestra habilidad temprana de producir plata metálica de alta calidad fue un ánimo verdadero.

Las ventajas de este proceso son que son acomodadas a lotes individuales, usa sustancias químicas comunes, equipo común y puede purificar el desperdicio de plata de bajo grado.

Una desventaja menor del proceso recomendado es la necesidad de lavar la materia muchas vez. Sin embargo esto requiere atención ocasional por el operario. El uso de lavados calientes de agua acidificados con ácido nítrico promueve el asentamiento rápido del cloruro de plata y el lavado procede en un paso razonable.

Algunas consideraciones de seguridad son requeridas. La disolución de la plata en ácido nítrico productos gases que necesitan de una campana de vapor. El uso de salmuera salada y dextrosa (un alimento) son sin peligro. El uso de la sosa cáustica necesita por lo menos protección para los ojos y guantes de caucho y un cuidado deliberado para evitar las salpicaduras cuando está hirviendo. El ácido sulfúrico se usa

en un procedimiento de lavado y la fundición de la plata “arena” necesita el cuidado usual para los hornos y del trabajo con metales calientes.

1.6.1 Resumen del proceso

1. El desperdicio de plata se disuelve en ácido nítrico diluido. La mayoría de las monedas y todo lo *sterling* se disolverá completamente. Si hay oro presente permanecerá como sedimento.
2. La solución se filtra.
3. Una solución salada limpia (salmuera) se hace con sal ordinaria de mesa.
4. La salmuera es añadida a la solución clara, filtrando el nitrato de plata y un precipitado blanco de cloruro de plata. Esto se deja que se asiente.
5. La solución (que contiene las impurezas y es generalmente verde debido al cobre) es decantado (quitado) por medio de un sifón sencillo.
6. Agua caliente acidificada con ácido nítrico se agrega con agitación vigorosa y el cloruro de plata otra vez se deja que se asiente.
7. Repetir los pasos 5 y 6 hasta que el agua del lavado este bastante claro y luego se hace una prueba para completar los lavados.
8. Después del último lavado (generalmente después de 12 a 15 lavados) el cloruro de plata con una pequeña cantidad de agua residual es mezclado con la dextrosa, aunque otras formas de azúcar se podrían usar posiblemente.
9. Las escamas de soda cáustica (lejía) se agregan con cuidado. La materia se pone muy caliente y el cloruro de plata cambia a plata metálica.
Después de reposar toda la noche se prueba si se ha completado la reacción.
10. Un lavado con agua como se describió arriba es repetido con la plata. Un lavado con ácido sulfúrico al 10% se hace después de cerca de siete u ocho lavados con agua.

11. Después que las pruebas muestran la plata libre de impurezas (cobre) tres o cuatro lavados adicionales se dan.
12. A la plata se le elimina el agua en un filtro, se seca, se funde y se vierte en un molde de lingote.

La solución filtrada del nitrato de plata se mezcla con cloruro de sodio, sal de mesa:

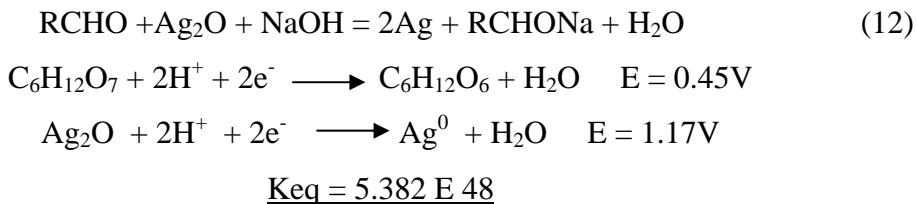


El cloruro de plata es muy insoluble y es lavado repetidas veces y entonces es reducido a plata metálica. Una lechada acuosa de cloruro de plata se mezcla con la soda cáustica y la dextrosa. La dextrosa se conoce también como glucosa D, azúcar de uva, azúcar de maíz, etc.

Cuando el cáustico es agregado el calor de la solución es suficiente para que la reacción se de. Primero:



El óxido de plata entonces es reducido a plata metálica con la dextrosa con fórmula química que acertamos a RCHO:



Un sistema algo sencillo de refinación se ideó el cual consiste de una serie de lavados de agua caliente acidificado del cloruro de plata sin prescindir de los metales despreciables. Hemos sido capaces con muchos cuidadosos lavados lograr 99.99% de pureza en la plata final.

A una lechada húmeda de este lavado del cloruro de plata agregamos luego las escamas de sosa cáustica. El calor de la solución hace esta lechada bastante caliente con lo cual se acelera la próxima reacción química. La dextrosa (también conocida como glucosa D, azúcar de uva, azúcar de maíz, etc..)

El cloruro de plata es reducido a la plata en un muy corto tiempo. La reacción es muy exotérmica y un cuidado deliberado es necesario para evitar la sobre ebullición. Cuando las pruebas muestran que esta reacción se dio, una serie adicional de lavados remueve la solubilidad y la plata está lista para ser fundida.

Es un proceso por lotes, no son necesarios cuidadosos controles químicos. Con excepción de los lavados, es rápido y el lavado se hace entre otras tareas de la refinación. Es demasiado caro para la seria refinación de plata pero bastante bueno para la recuperación rápida de un pequeño producto secundario.

Una reducción más directa se puede hacer con hidracina. Preferimos este porque es menos problemático. Sin embargo esto se debe hacer bajo una campana para evitar los gases de hidracina. Cualquier residuo de hidracina se debe destruir después que la plata se ha precipitado y ha sido filtrada.

2. METODOLOGÍA

2.1 Localización

La parte experimental de la investigación se llevó a cabo en las siguientes instalaciones:

- Laboratorio de Ensayo Físico Químico de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería, Edificio T-5 de la Universidad de San Carlos de Guatemala, zona 12.
- Taller de Joyería, ubicado en la zona 5.
- ALMESA, S.A., ubicado en la Av. Petapa, zona 12.

2.2 Recursos humanos

- Responsable del Proyecto: Carol Elizabeth Barrientos Rojas.
- Asesora: Inga. Qca. Telma Maricela Cano Morales.

2.3 Recursos materiales

2.3.1 Para cada experimento por el método de encuarte se utilizó:

- Para 10 K:
 - ✓ 4 gr. de chatarra de oro italiano de 10 K
 - ✓ 2.67 gr. de cobre electrolítico
 - ✓ 0.5 gr. de bórax
 - ✓ 14 cc. de ácido nítrico al 70%
- Para 14 K:
 - ✓ 4 gr. de chatarra de oro italiano de 14 K
 - ✓ 5.33 gr. de cobre electrolítico
 - ✓ 0.5 gr. de bórax
 - ✓ 20 cc. de ácido nítrico al 70%

2.3.2 Para cada experimento por el método de agua regia se utilizó:

- Para 10 K:
 - ✓ 4 gr. de chatarra de oro italiano de 10 K
 - ✓ 13.5 cc de ácido clorhídrico
 - ✓ 3 cc de ácido nítrico
 - ✓ 13.4 gr. de sulfato ferroso hepta hidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$)
 - ✓ 26.8 cc de agua caliente
 - ✓ 1 cc de ácido sulfúrico

- Para 14 K:
 - ✓ 4 gr. de chatarra de oro italiano de 14 K
 - ✓ 13.5 cc de ácido clorhídrico
 - ✓ 3 cc de ácido nítrico
 - ✓ 18.7 gr. de sulfato ferroso hepta hidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$)
 - ✓ 37.4 cc de agua caliente
 - ✓ 1 cc de ácido sulfúrico

2.3.3 Para la refinación de la plata se utilizó:

- Para lo que proviene del método de encuarte:
 - ✓ 25 gr. de cloruro de sodio
- Tanto para lo anterior y como para lo que proviene del método de agua regia se utilizó:
 - ✓ 27 cc. de dextrosa (jarabe Karo)
 - ✓ 75 gr. de soda cáustica
 - ✓ 5 cc de hidróxido de amonio.

2.4 Equipo y cristalería

El equipo y cristalería fue empleada para ambos métodos de recuperación y refinación utilizados.

- Balanza Analítica del Laboratorio de Química Industrial, Marca Adventurer con precisión de cuatro cifras significativas.

- Soplete de soldador autógeno de oxiacetileno, Marca Harrys
- Soplete de propano
- Crisol de cerámica
- Beakers de vidrio de 100, 150, 250, 400, 600 y 1000 ml
- Lentes protectores
- Guantes de látex
- Mascarilla de doble filtro para vapores, marca Climax
- Máquina laminadora manual ajustable, Marca Caballin, italiana, con cilindros de acero templado y cromados.
- Plancha de calentamiento del Laboratorio de Química, Marca Sybron Thermolyne Model Nuova II
- Bomba de Vacío del Laboratorio de Química, Marca Gast Model No. 0523 U4F-G582 DX
- Embudos
- Papel filtro Whatman No 2 y 3 de 9 cm de diámetro.
- Pinzas
- Campana de Extracción del Laboratorio de Química, Marca Serproma.
- Pizeta
- Pipetas de 10 ml
- Perillas para pipetas
- Vidrios de Reloj
- Earlenmeyers de 250 ml
- Kitasato de 500 ml
- Varillas de Agitación de vidrio
- Probeta de 50 ml

2.5 Metodología experimental

2.5.1 Diseño de tratamientos

El efecto de la variación de la pureza del oro metálico recuperado, se evaluó variando el método utilizado y el quilataje de la muestra que se utilizó. Se trabajaron 2 métodos diferentes, y a dos quilatajes diferentes, para adquirir un criterio más amplio sobre el comportamiento de la variación de la pureza del oro y cantidad recuperada.

Para determinar la pureza alcanzada se hizo un análisis cuantitativo no destructivo por el método de Fluorescencia con Rayos X, por medio del cual se determina en forma de porcentaje cada uno de los metales que están presentes en la muestra. Este análisis se hizo en el laboratorio de la empresa ALMESA.

Para el oro de los diferentes métodos que existen se escogieron el método de encuarte y el método con agua regia, porque con ellos se puede recuperar y refinar a pequeña escala el desperdicio de alto contenido de oro, además de ser fáciles y eficientes. Y permiten dar un tratamiento posterior a la plata para que también sea recuperada y refinada, además los reactivos a usar son accesibles. Entre los precipitantes que se pueden utilizar en el método con agua regia, se evaluó la constante de equilibrio y el grado de completicidad para cada uno, y se escogió el sulfato ferroso por tener ambos valores altos y ser un compuesto accesible y no tóxico.

La plata como es un subproducto solo se refinó por un método para no afectar en el resultado y de está forma poder comparar entre los dos métodos utilizados para el oro. El método escogido para la plata es fácil y no es peligroso.

El tratamiento preliminar de la materia prima como la fundición y laminado de las muestras recuperadas se llevaron a cabo en un taller de joyería, donde se contó con la

ayuda de personas con experiencia en estas áreas, sin embargo toda la parte de tratamiento químico se hizo en el laboratorio de química de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala porque fue necesario equipo y seguridad para el manejo de sustancias tóxicas.

Los datos obtenidos se analizaron estadísticamente por medio del análisis de varianza de dos factores y se pudo comprobar que la pureza y la cantidad recuperada de oro metálico depende tanto del quilataje inicial como del método utilizado, sin embargo no hay interacción entre ambos.

2.5.2 Diseño experimental

El diseño experimental fue completamente al azar y se utilizaron dos métodos; el método de encuarte y el método de agua regia y dos quilatajes, 10 y 14 K. Teniéndose con ello cuatro tratamientos diferentes y un total de doce experimentos.

Además se recuperó como subproducto de cada uno de esos métodos plata.

2.5.3 Manejo del experimento

La materia prima se compró con joyeros que utilizan chatarra de oro para trabajar y se tuvo cuidado de que está no tuviera soldadura para evitar en lo posible la contaminación con estaño. Según el método utilizado fue el tratamiento preliminar que se le dió a ésta.

Para el método de encuarte, se calculó la cantidad de cobre necesario para reducir el quilataje inicial de la muestra a 6 K. Para fundirlo se utilizó bórax como fundente el cual facilita el proceso de unión formando una película protectora que evita la formación de óxidos, disuelve los óxidos de plata, hierro, estaño, zinc, níquel, pero no los de aluminio ni los de plomo que puedan estar presentes y facilita la fluidez. Al estar ya fundido se dejó enfriar y se hizo una lámina.

La lámina se enrolló y se colocó en un beaker donde se atacó con ácido nítrico. El sedimento formado se separó por filtración y luego de varios y diferentes lavados se fundió. A la solución que quedó se le agregó cloruro de sodio para precipitar el cloruro de plata y luego este se redujo a plata metálica con dextrosa y soda cáustica, se filtró al vacío y se fundió.

Para el método de agua regia, la materia prima se dejó en su forma original por no tener piezas muy grandes. Se atacó con el agua regia y luego se filtró al vacío para separar el cloruro de plata formado.

A la solución luego de eliminarle el exceso de ácido nítrico se redujo a oro metálico usando sulfato ferroso el cual se utilizó porque no es agresivo ni tóxico y su constante de equilibrio es bastante grande y el porcentaje de completitud de la reacción es del 100% dando la reducción completa del oro a oro metálico, por lo que es muy eficiente. Al precipitado formado se le hicieron varios lavados y se filtro al vacío, por último se fundió.

El cloruro de plata se redujo con dextrosa y soda cáustica, se filtró y se fundió.

Todas las muestras se fundieron junto con el papel filtro utilizando un soplete y en un crisol nuevo para no contaminarlas. Se hizo una lámina de cada muestra y se pesó en una balanza analítica para determinar la cantidad de metal recuperado.

Finalmente se hizo un análisis por el método de Fluorescencia por Rayos X para determinar el grado de pureza obtenido en cada muestra.

2.5.4 Procedimiento

2.5.4.1 Método de Encuarte

1. La materia prima se encuarta con cobre, la muestra se funde con el cobre electrolítico a 900 °C, al estar frío se hace una lámina de esto.

Figura 4. Materia Prima



2. La lámina se enrolla y se coloca en un beaker y se ataca con ácido nítrico. Esto se calienta con una plancha y se le agrega más ácido hasta que ya no haya presencia de vapores.

En el fondo queda un precipitado color rojizo y en la solución se encuentran disueltos los demás metales.

Figura 5. Ataque con ácido nítrico



- 3 Luego esto se filtra para separar el precipitado de la solución, para que sea más fácil se utiliza una bomba de vacío.

Figura 6. Filtración del oro



- 4 Al oro que queda en el papel filtro se le hacen lavados con agua hasta que ésta al mezclarse con hidróxido de amonio no se torne azul.

Figura 7. Prueba con hidróxido de amonio



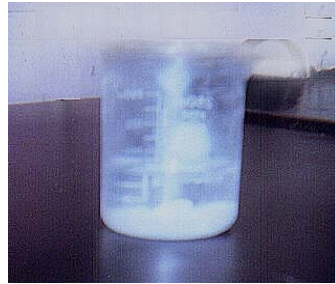
- 5 El oro recuperado se funde a 1063°C con un soplete en un crisol de material refractario nuevo junto con el papel filtro donde fue recuperado. Se deja enfriar y se hace una lámina.

Figura 8. Bolita de oro fundido



- 6 A la solución que queda se le agrega salmuera, se agita y se deja asentar toda la noche. Se forma un precipitado blanco que es cloruro de plata, este se filtra y se coloca en un beaker, aquí se lavada con una mezcla de agua caliente y ácido nítrico, se agita vigorosamente y se deja asentar el cloruro de plata, se decanta y se repite esto unas seis veces hasta que el agua del lavado este bastante claro.

Figura 9. Cloruro de plata



7. El proceso siguiente es el mismo que se le aplica al precipitado que se forma al usar el método con agua regia. Ver la continuación del procedimiento en el inciso 9 del método con agua regia.

2.5.5.2 Método con Agua Regia

1. En este método no se le da tratamiento preliminar a la materia prima a menos que las piezas sean muy grandes.

Figura 10. Materia prima



2. Agregar al beaker que contiene la muestra ácido clorhídrico y ácido nítrico, en relación de 4.5:1 en volumen. Se calienta a 60 °C para que la reacción sea más rápida. Todos los metales se disuelven, quedando únicamente como precipitado cloruro de plata en la solución, para evitar la presencia de plomo o estaño se le agrega un poquito de ácido sulfúrico.

Figura 11. Ataque con agua regia



3. Luego de que ya no hay reacción, se filtra al vacío con la ayuda de una bomba de vacío. En el papel filtro queda el cloruro de plata y en la solución se encuentra presente el oro en forma de $[\text{AuCl}_4]^{-1}$.

Figura 12. Separación del AgCl de la solución



4. La solución se coloca en un beaker y se calienta hasta casi sequedad, agregando poquitos de HCl. Se prepara una solución de sulfato ferroso hepta hidratado con agua caliente. Se mezcla ambas soluciones y se agita dejándolo reposar toda la noche. Se filtra para separar el precipitado dorado que se forma.

Figura 13. Filtrado del oro metálico



- Cubrir el precipitado con HCl, agitar y decantar teniendo cuidado para que no se pierda precipitado. Repetir esto tres veces.
Filtrar y colocar en el kitasato agua, si el agua se pone lechosa al mezclarse con el HCl hay que hacerle más tratamientos ácidos.

Figura 14. Lavados con HCl



- Hacer tres lavados con agua, luego dos con hidróxido de amonio y por último tres más con agua.

Figura 15. Lavados con agua



7. Fundir usando un soplete en un crisol nuevo de material refractario a 1063 °C, junto con el papel filtro.

Figura 16. Fundición del oro



Figura 17. Oro fundido



8. La bolita formada se pone en un bote con agua para que se enfríe y luego se lamina.

Figura 18. Máquina laminadora

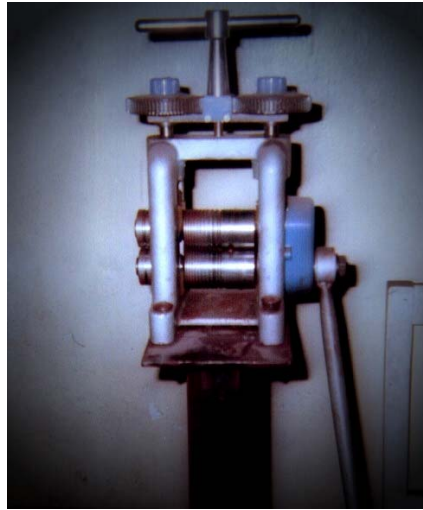


Figura 19. Lámina de oro



9. El precipitado de cloruro de plata se coloca en un beaker y se cubre con agua , a esto se le agrega la dextrosa agitando.

Figura 20. Al agregarle dextrosa al AgCl



10. Se agrega por pocos la soda cáustica y se deja asentar toda la noche.

Figura 21. Solución al agregar el NaOH



11. Se filtra la solución, pero como ésta es muy difícil de filtrar se decanta con cuidado un poco de la solución de encima.

Figura 22. Filtración de la plata metálica



- Hacer seis lavados con agua y luego cinco lavados con agua acidificada con ácido sulfúrico. Luego al agua de los lavados se le agrega un poquito de hidróxido de amonio y si ésta se torna azul hay que hacer más lavados ácidos. Por último hacer más lavados con agua.

Figura 23. Lavados de la plata



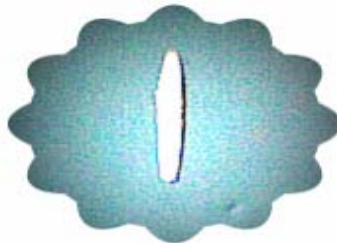
- Fundir junto con el papel filtro usando un soplete y un crisol nuevo.

Figura 24. Bolita de plata



- Laminar la bolita de plata al estar fría.

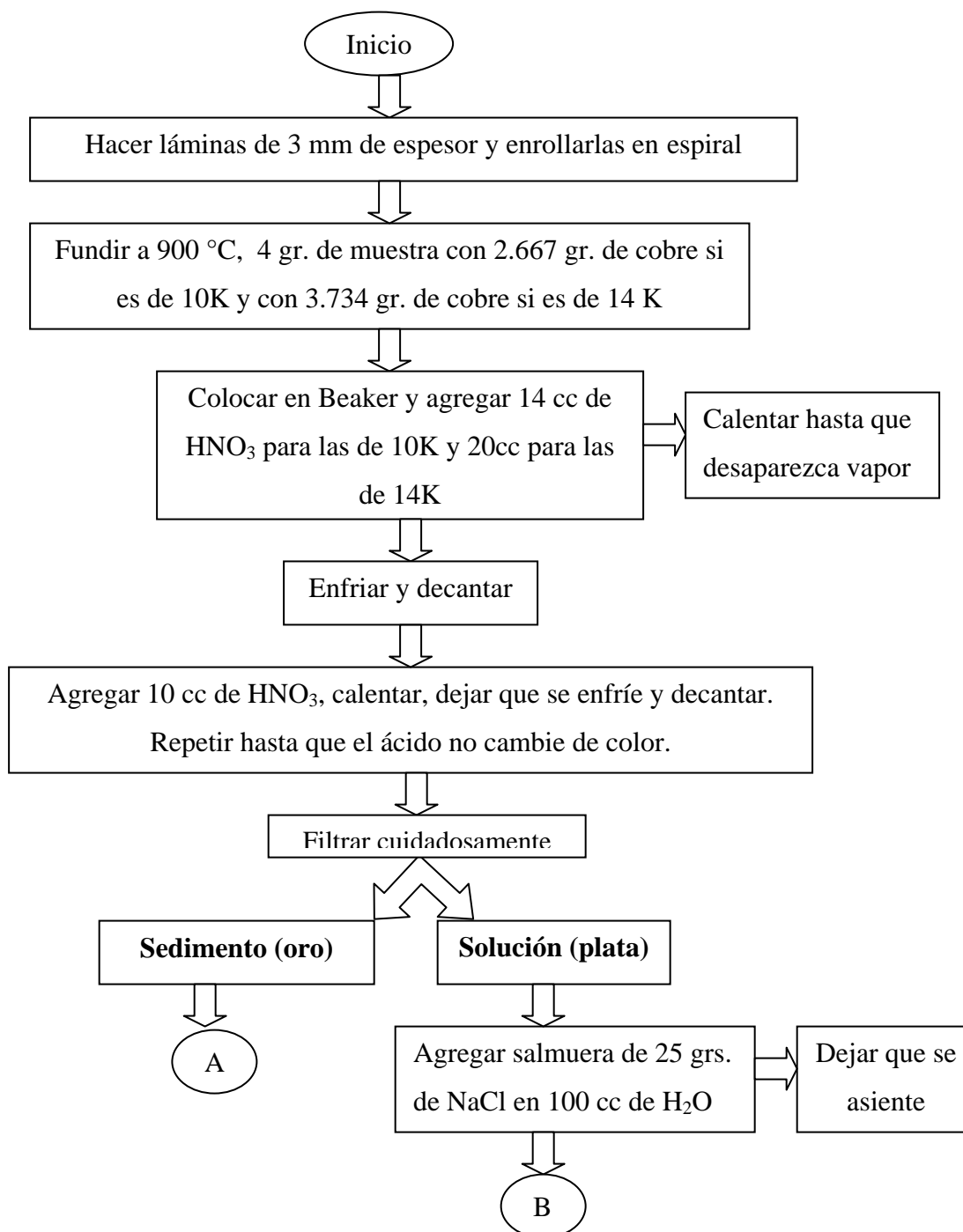
Figura 25. Lámina de plata

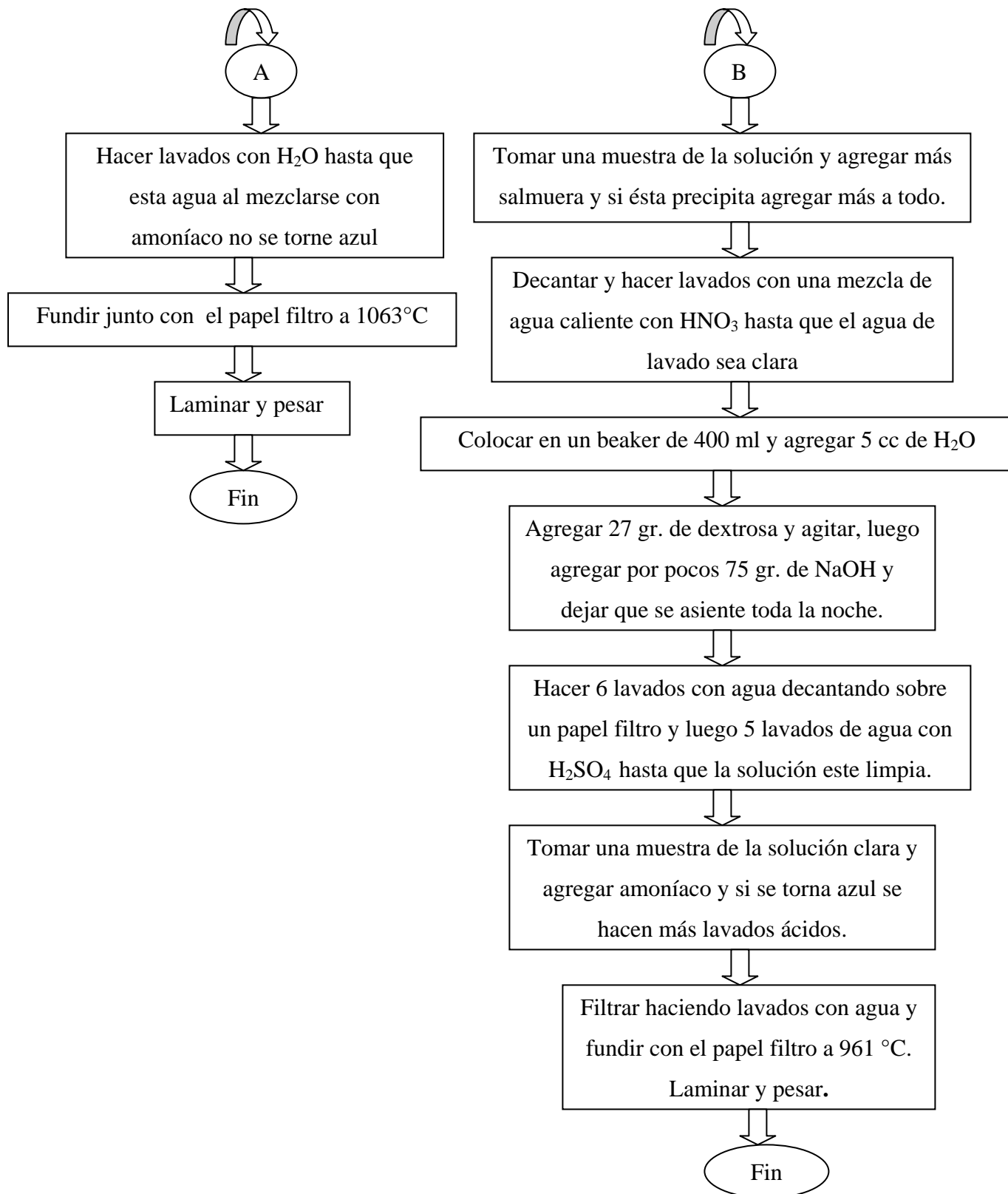


2.5.5.3 Diagramas de flujo

2.5.5.3.1 Método de encuarte

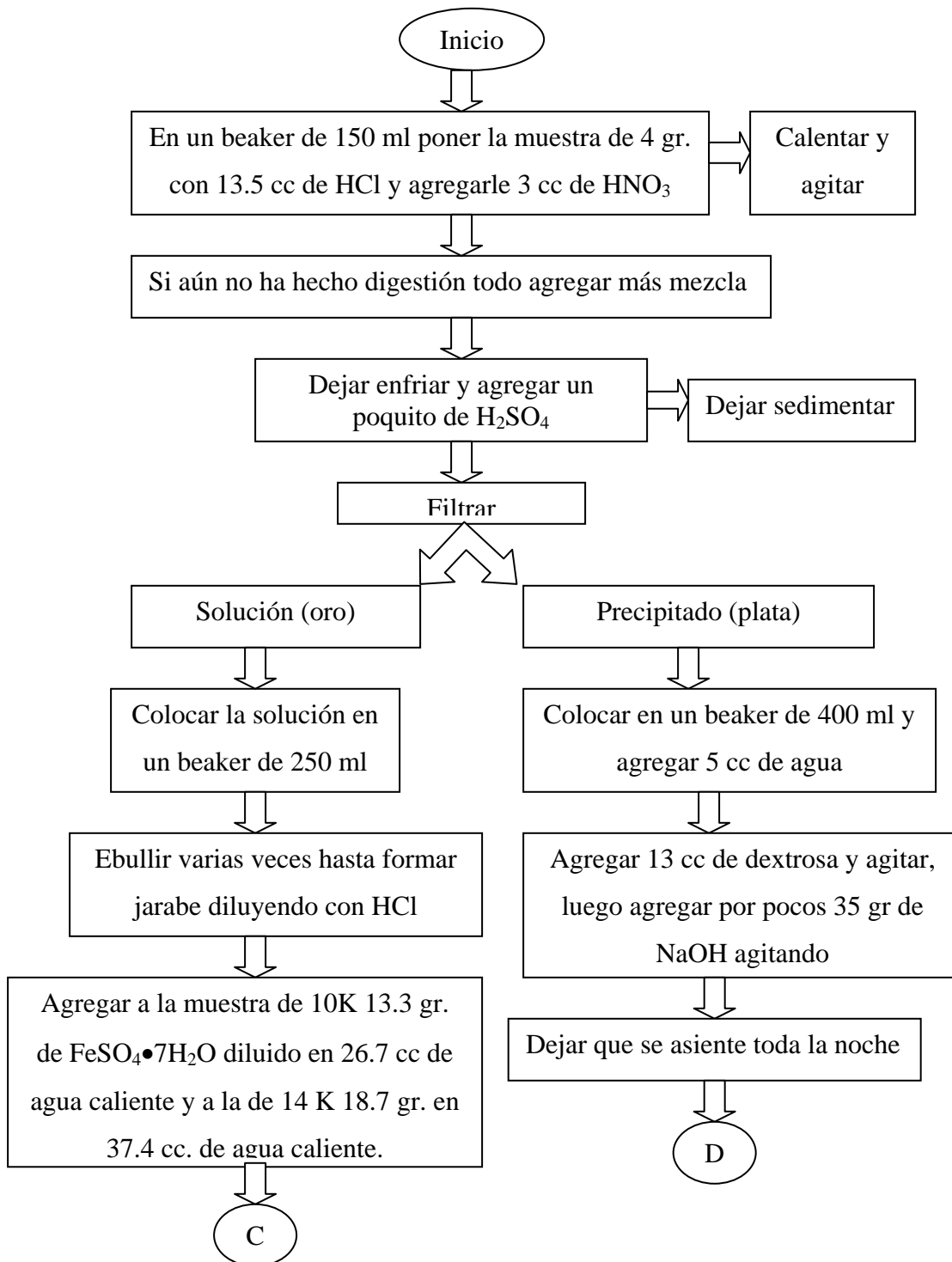
Figura 26. Diagrama de flujo del método de encuarte

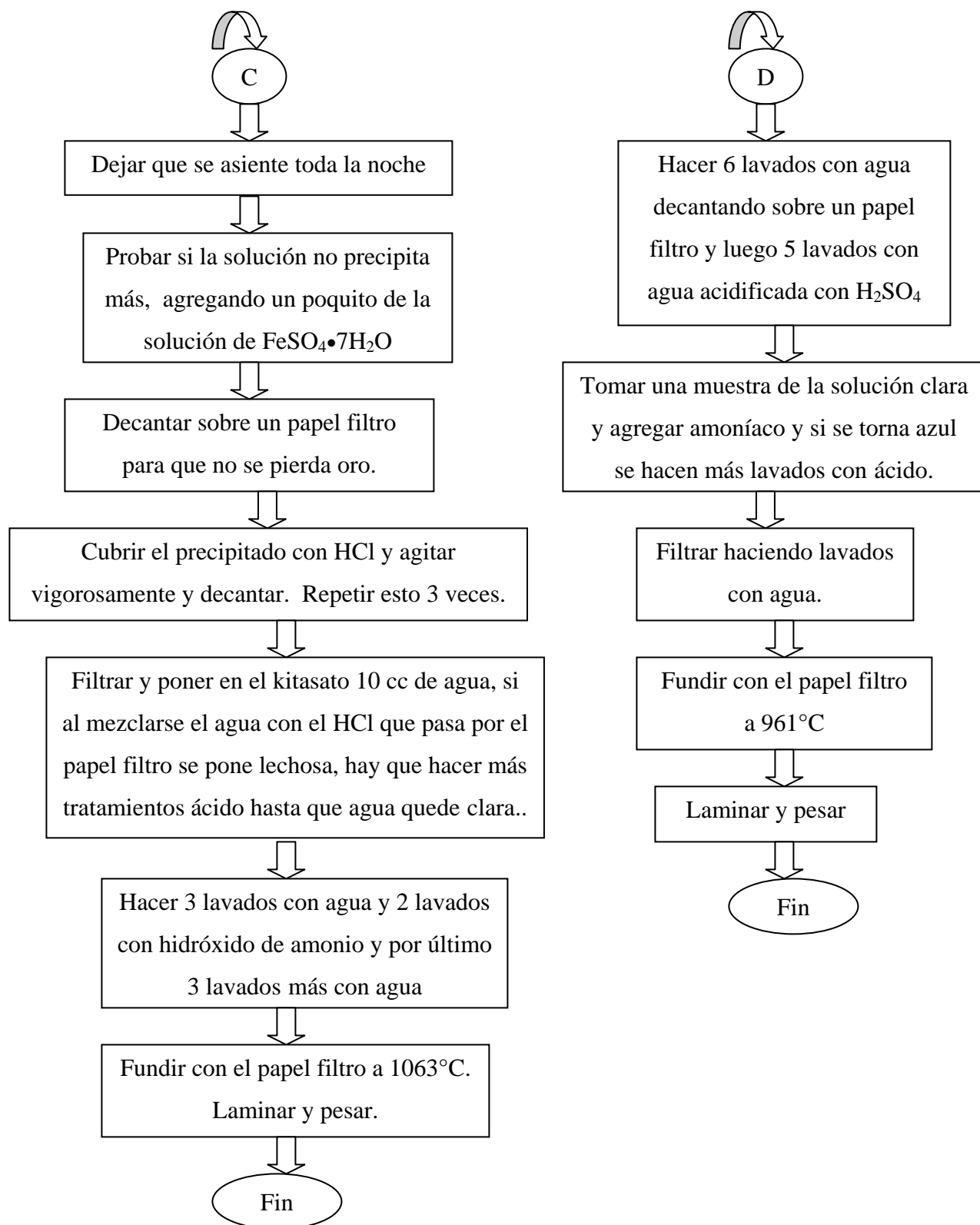




2.5.5.3.2 Método con Agua Regia

Figura 27. Diagrama de flujo del método con agua regia





2.5.6 Evaluación estadística

2.5.6.1 Media aritmética

La media aritmética o promedio de una serie de datos, está dado por la ecuación:

$$\mu_x = \Sigma X / n \quad (13)$$

donde:

Σ = sumatoria de datos

N = número de datos

μ_x = media aritmética

X = dato obtenido

Tabla III. Media Aritmética del quilataje final obtenido

Método	K inicial	Media del K final	Media del Error Porcentual respecto al método	Media del Error Porcentual respecto a 24 K
Encuarte	10 K	22.92	3.82 %	4.3 %
Encuarte	14 K	23.01		
Agua Regia	10 K	23.18	3.36 %	3.45 %
Agua Regia	14 K	23.16		

2.5.6.2 Análisis de varianza

Quando existen dos factores que influyen en los resultados, el análisis de varianza de dos factores permite determinar no sólo si los dos factores influyen en la

respuesta, sino también si existe una interacción significativa entre ellos. Este análisis permitió probar las hipótesis planteadas para este trabajo de graduación, utilizándose un nivel de significancia del 5%.

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (14)$$

Sobre la cual se imponen las restricciones:

$$\sum \alpha_i = 0 \quad \sum \beta_j = 0 \quad \sum (\alpha\beta)_{ij} = 0$$

La ecuación queda:
$$Y_{ijk} = \mu + \varepsilon_{ijk} \quad (15)$$

Donde:

i = métodos (1,2)

j = quilataje (1,2)

k = repeticiones (1,2,3)

Y_{ijk} = variable de respuesta ij-ésima

μ = efecto de la media general

ε_{ijk} = efecto del error experimental asociado a la ij-ésima unidad experimental

Tabla IV. Porcentaje de rendimiento

Método	Quilataje	
	10 K	14 K
Encuarte	40.717	56.844
	39.653	53.977
	39.587	55.243
Agua Regia	37.478	47.884
	37.873	53.027
	37.309	55.556

Tabla V. Totales

	10 K	14 K	Total
Encuarte	119.957	166.064	286.021
Agua Regia	112.660	156.467	269.126
Total	232.617	322.531	555.147

Tabla VI. Análisis de varianza

Fuente Variación	Suma Cuadrados	Grados libertad	Cuadrado Medio	F	F _{((0.05), (1,8))}
Método	23.786	1	23.786	5.334	5.32
Quilataje	673.712	1	673.712	151.080	5.32
Interacción	0.441	1	0.441	0.099	5.32
Error	35.674	8	4.459		
Total	733.613	11			

$$H_o': \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3$$

$$H_o'': \beta_1 = \beta_2 = \beta_3$$

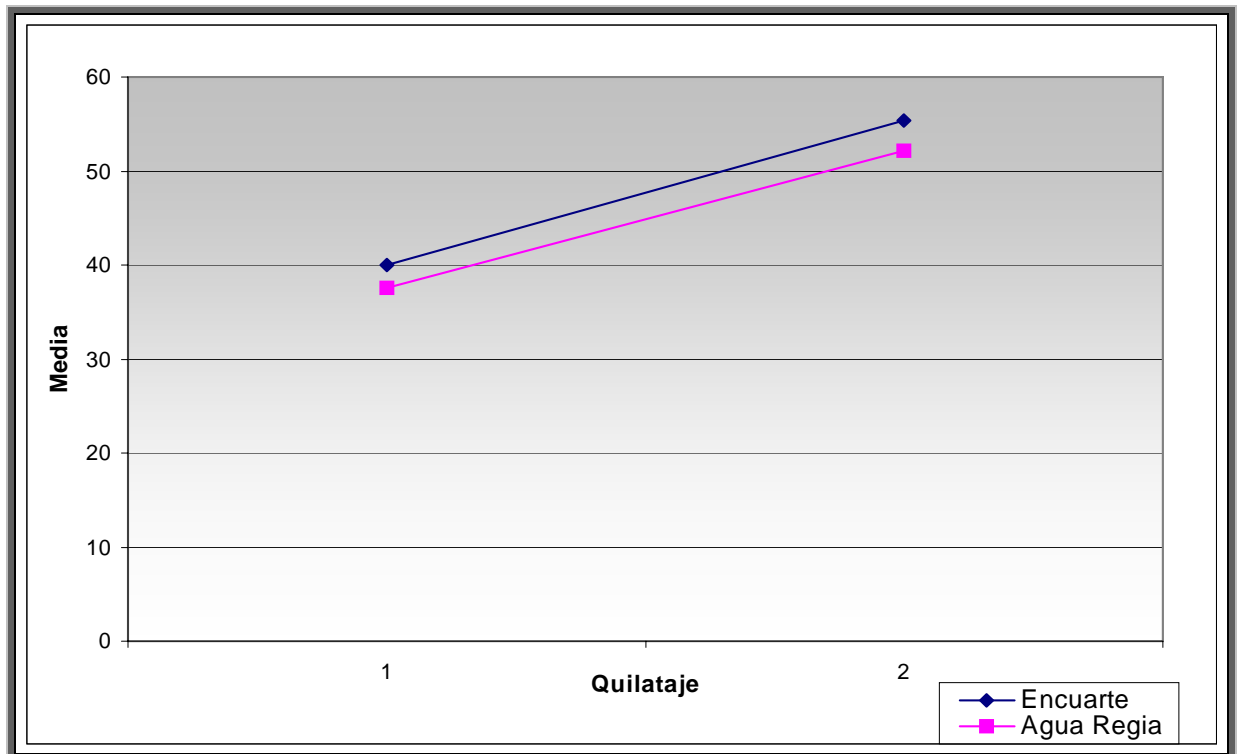
$$H_o''': (\alpha\beta)_{11} = (\alpha\beta)_{12} = (\alpha\beta)_{13} = \dots\dots$$

Ha: Al menos una es diferente

- $F_1 > F_{((0.05), (1,8))}$ por lo tanto se rechaza H_o' y se concluye que el método implica diferencias en la pureza del oro metálico y en la cantidad obtenida.

- $F_2 > F_{((0.05), (1,8))}$ por lo tanto se rechaza H_0'' y se concluye que el quilataje implica diferencias en la pureza del oro metálico y en la cantidad obtenida.
- $F_3 < F_{((0.05), (1,8))}$ por lo tanto no se rechaza H_0''' y se concluye que la interacción es insignificante al nivel 0.05. Además esto se puede observar en la figura siguiente :

Figura 28. Efectos aditivos



3. RESULTADOS

Tabla VII. Resultados del método de encuarte

Muestra	K inicial	Grs. recuperados	% Au	K final	Título final	% Eficiencia masa total	% Rendimiento	Error Porcentual
1	10 K	1.699	95.86	23.01	958.55	101.920	40.717	3.66
2	10 K	1.651	96.07	23.06	960.65	99.040	39.653	3.45
3	10 K	1.673	94.62	22.71	946.20	100.360	39.587	4.90
4	14 K	2.356	96.51	23.16	965.10	100.943	56.844	3.01
5	14 K	2.262	95.45	22.91	954.50	96.915	53.977	4.07
6	14 K	2.309	95.70	22.97	957.00	98.929	55.243	3.82

Tabla VIII. Resultados del método con agua regia

Muestra	K inicial	Grs. recuperados	% Au	K final	Título final	% Eficiencia masa total	% Rendimiento	Error Porcentual
7	10 K	1.545	97.03	23.29	970.25	92.681	37.478	2.88
8	10 K	1.565	96.80	23.23	968.00	93.881	37.873	3.10
9	10 K	1.556	95.91	23.02	959.10	93.341	37.309	3.99
10	14 K	1.991	96.20	23.09	961.95	85.304	47.884	3.71
11	14 K	2.198	96.50	23.16	964.95	94.173	53.027	3.41
12	14 K	2.295	96.83	23.24	968.30	98.329	55.556	3.07

Tabla IX. Resultados de la plata obtenida

Muestra	Método	Grs. Recuperados	% Ag	Título final	Error Porcentual
13	Encuarte	1.091	99.855	998.550	0.144
14	Agua Regia	0.791	99.240	992.400	0.759

Tabla X. Porcentajes de los metales presentes en cada muestra

Muestra	Método	K inicial	% Au	% Ag	% Cu	% Ni	% Zn	% Fe	% Pb	% Sn
1	Encuarte	10 K	95.85	0.52	1.17	0	0	0.93	1.43	0.10
2			96.07	0.67	0.67	0.55	0.12	0.28	1.64	0.01
3			94.62	0.79	1.30	0.30	0	1.19	1.80	0
4		14 K	96.51	0.14	0.17	0.54	0.2	0.66	1.72	0.05
5			95.45	0.08	0.73	0.51	0.23	0.93	2.07	0
6			95.70	0.27	0.27	0.73	0.59	0.34	2.10	0
7	Agua Regia	10 K	97.03	0.04	0.08	0.67	0.1	0.61	1.44	0.02
8			96.80	0.23	0.31	0.59	0	0.44	1.56	0.07
9			95.91	0.06	0.34	0.92	0.02	0.61	2.14	0
10		14 K	96.19	0.18	0.66	0.42	0	0.77	1.74	0.04
11			96.50	0.17	0.09	0.62	0.24	0.42	1.95	0
12			96.83	0	0	1	0.16	0.18	1.83	0
13	Encuarte	Plata	0.03	99.86	0	0.11	0	0	0	0
14	Agua Regia		0.65	99.24	0.09	0	0	0	0.02	0

Tabla XI. Promedio y desviación estándar de las impurezas presentes

Impureza	Encuarte		Agua Regia	
	10 K	14 K	10 K	14 K
Pb	1.623 ± 0.151	1.963 ± 0.172	1.713 ± 0.305	1.840 ± 0.086
Fe	0.800 ± 0.382	0.643 ± 0.241	0.553 ± 0.080	0.457 ± 0.242
Cu	1.047 ± 0.272	0.390 ± 0.243	0.243 ± 0.116	0.250 ± 0.292
Ni	0.283 ± 0.225	0.593 ± 0.097	0.727 ± 0.140	0.680 ± 0.240
Ag	0.660 ± 0.110	0.163 ± 0.079	0.110 ± 0.085	0.117 ± 0.082
Zn	0.040 ± 0.056	0.340 ± 0.177	0.040 ± 0.043	0.133 ± 0.099
Sn	0.037 ± 0.045	0.017 ± 0.023	0.030 ± 0.029	0.013 ± 0.018

Tabla XII. Evaluación económica

Muestra	Método	g fino en muestra	Precio en \$	g impurezas	Pérdida en las impurezas \$
1	Encuarte	1.629	18.301	0.070	0.790
2		1.586	17.823	0.065	0.729
3		1.583	17.793	0.090	1.006
4		2.274	25.550	0.082	0.924
5		2.159	24.261	0.103	1.156
6		2.210	24.830	0.099	1.116
7	Agua Regia	1.499	16.845	0.046	0.516
8		1.515	17.023	0.050	0.563
9		1.492	16.769	0.064	0.715
10		1.915	21.522	0.076	0.850
11		2.121	23.834	0.077	0.864
12		2.222	24.971	0.073	0.817
13	Encuarte	1.089	0.625	0.002	0.001
14	Agua Regia	0.785	0.451	0.006	0.003

El precio está según cotización del mercado para el día jueves 7 de agosto de 2003.

Figura 29. Comparación de la pureza a 10K

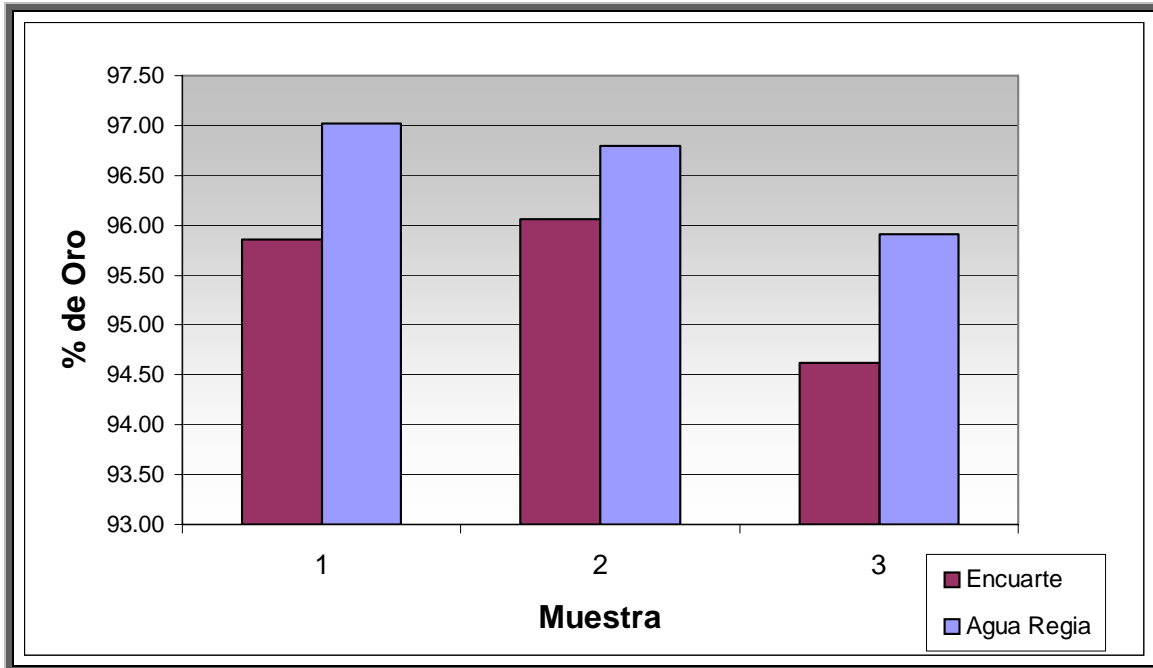


Figura 30. Comparación de la pureza a 14K

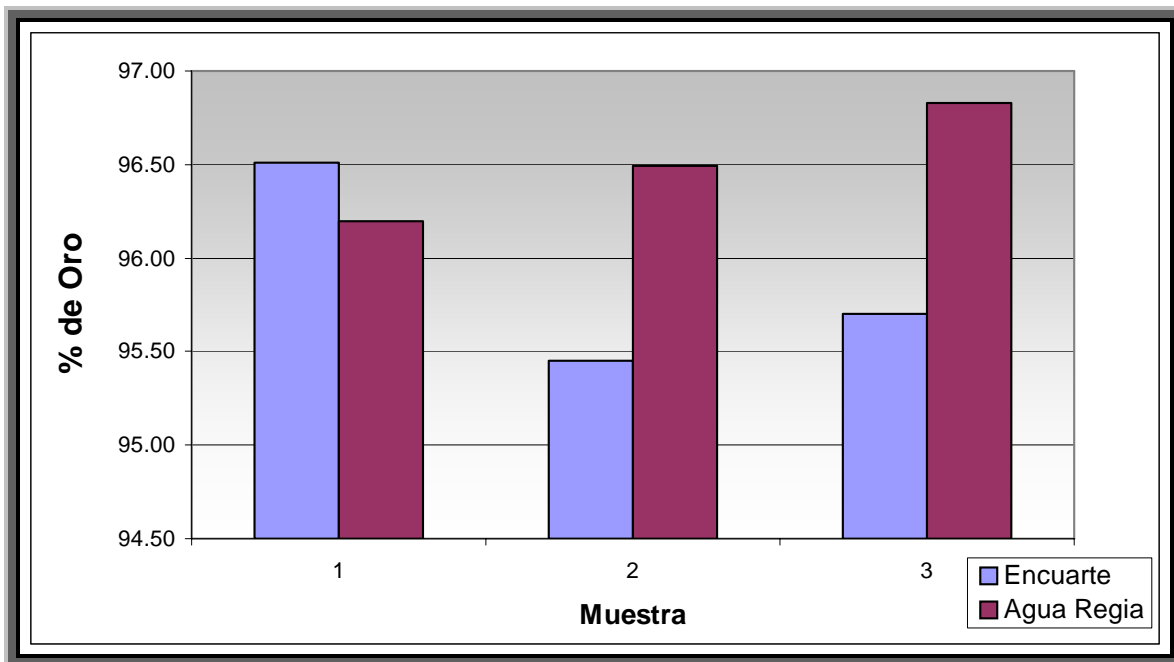


Figura 31. Comparación de la pureza obtenida en la plata como subproducto de la mezcla proveniente de la refinación de la chatarra de oro por ambos métodos

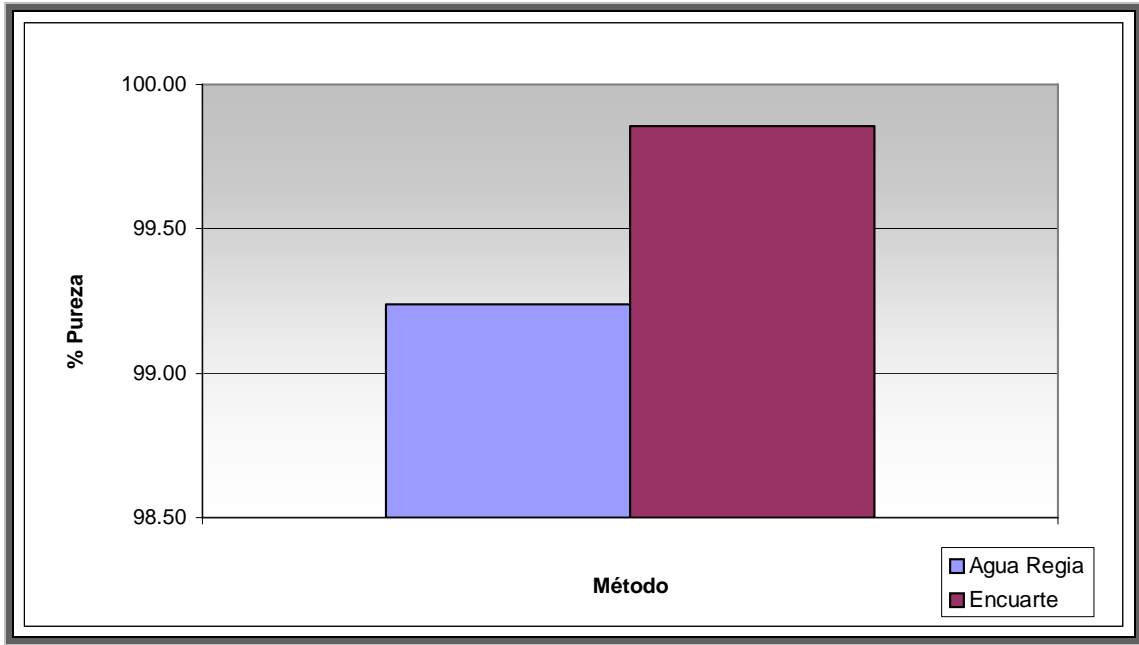


Figura 32. Quilataje promedio obtenido de la refinación por ambos métodos

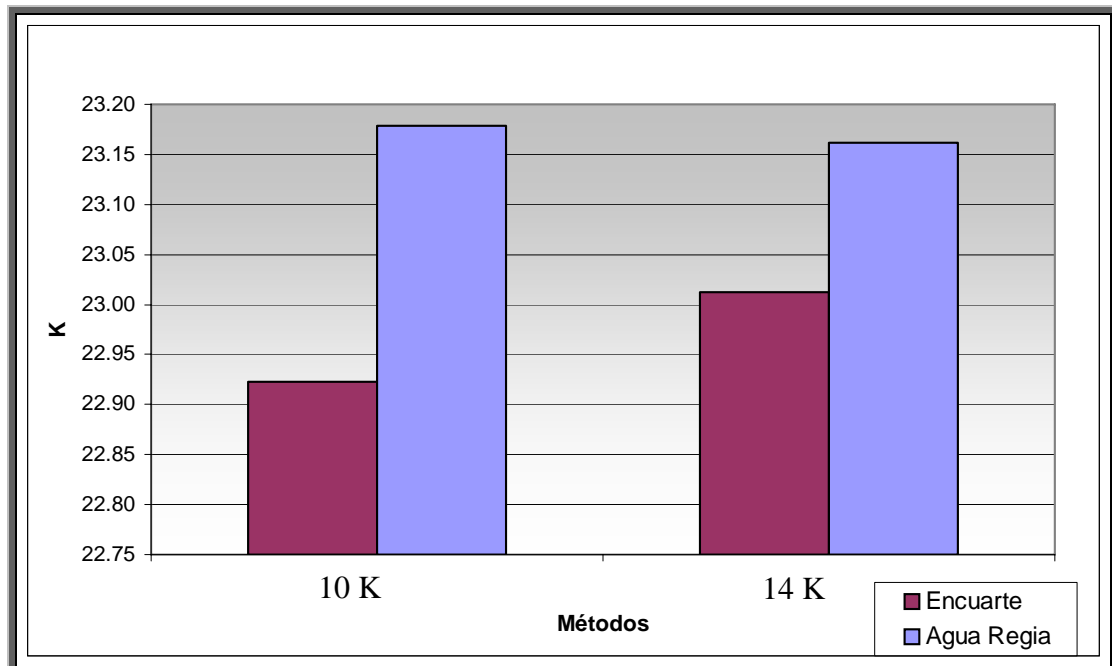


Figura 33. Niveles de impurezas presentes en las muestras de oro recuperado por el método de encuarte

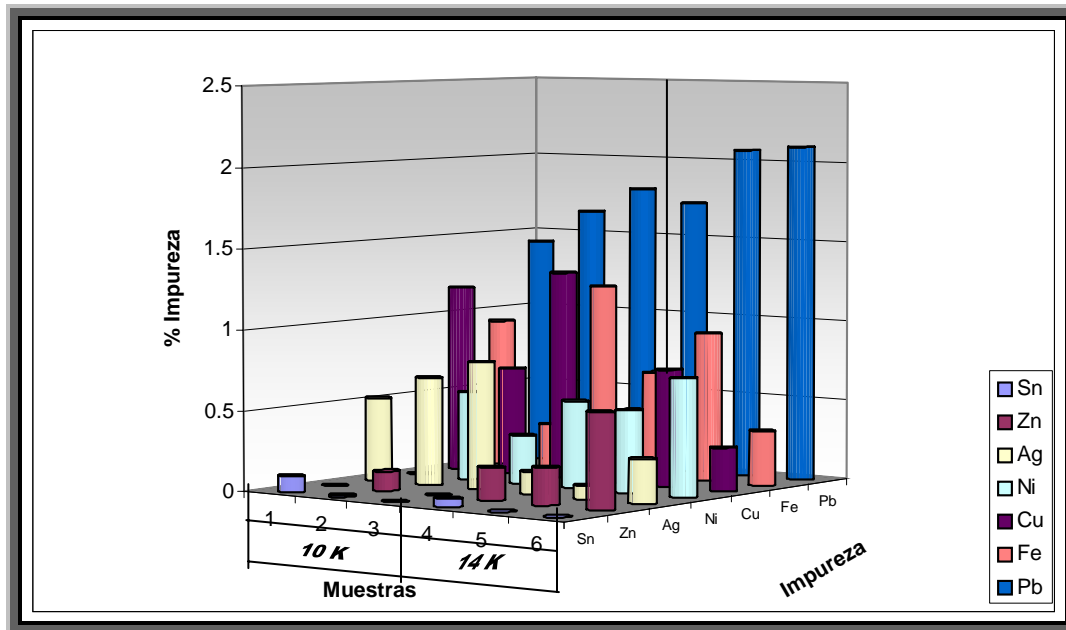


Figura 34. Niveles de impurezas presentes en las muestras de oro recuperado por el método con agua regia

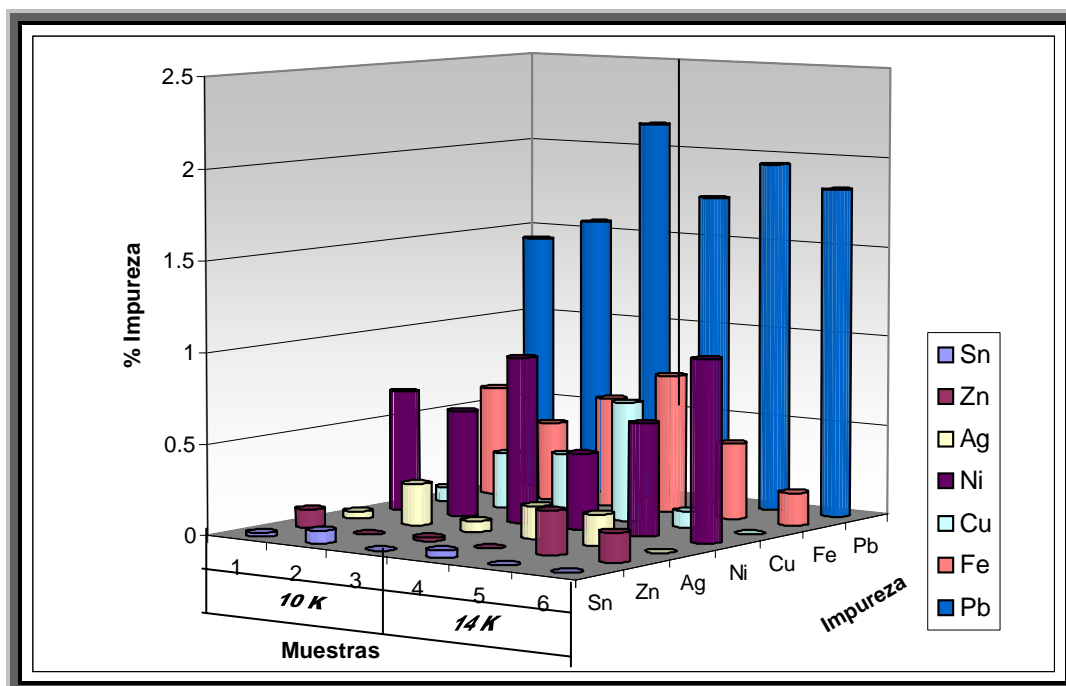


Figura 35. Promedio de las impurezas existentes en el oro recuperado por ambos métodos

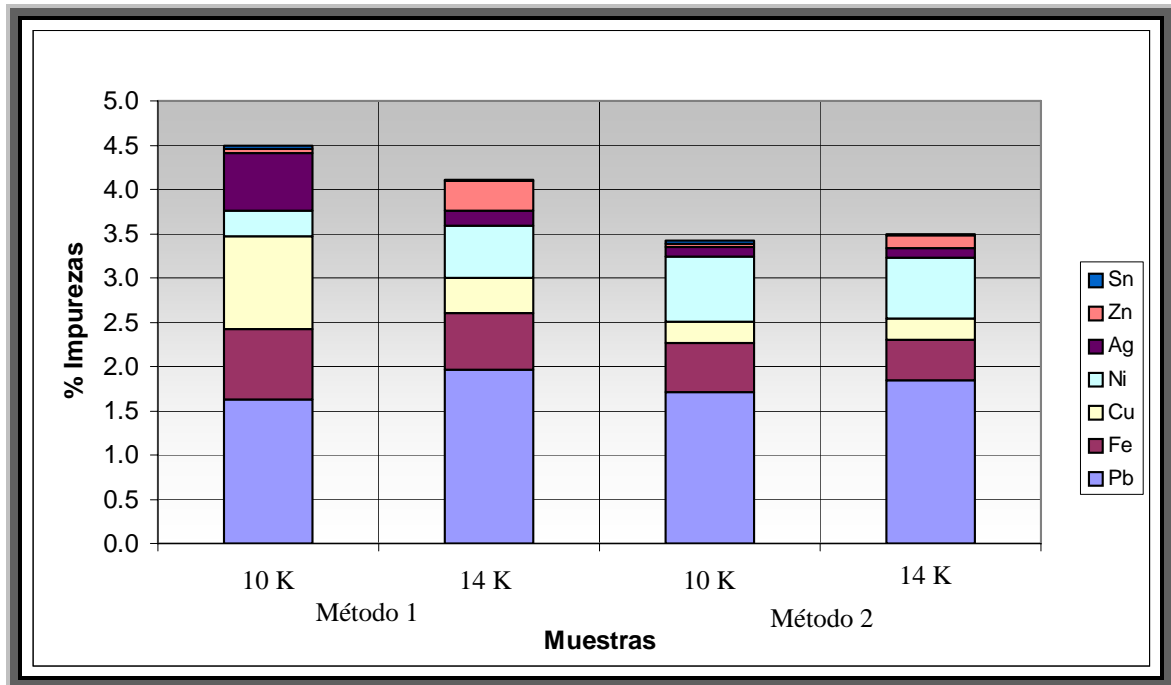
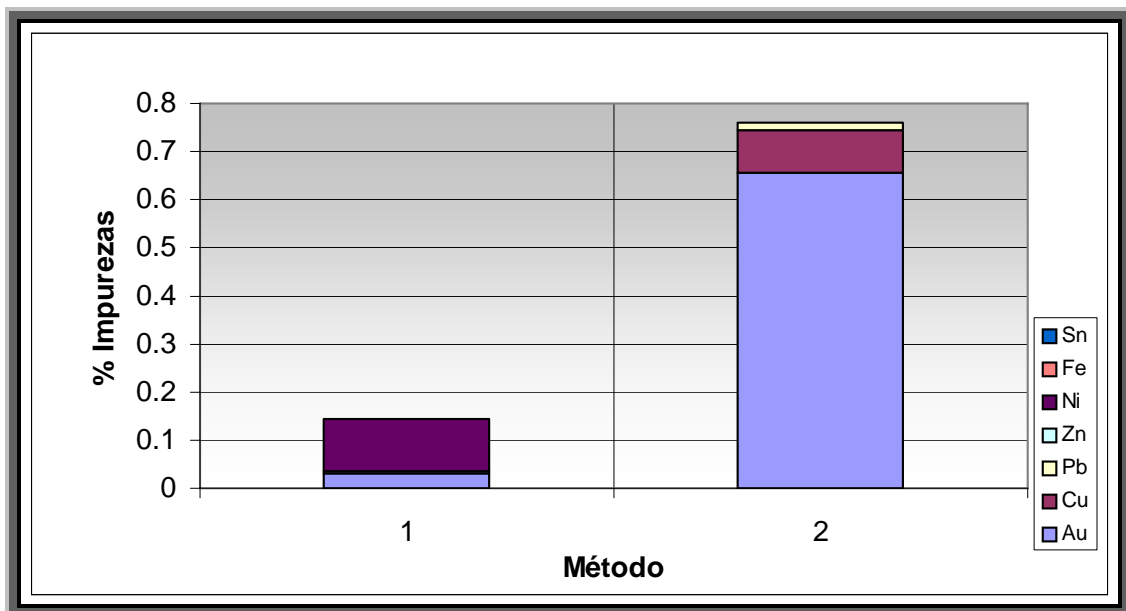


Figura 36. Impurezas existentes en la plata recuperada como subproducto de la refinación del oro por ambos métodos



4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Como producto de este trabajo de graduación se encontraron varios resultados, que son de mucha utilidad para comparar los dos métodos de recuperación y refinación utilizados en la metodología. Se logró determinar el método más eficiente, fácil y económico de recuperar y refinar el oro y como subproducto la plata, lo que fue comprobado por medio de análisis estadístico y con ello dar solución al problema actual de la pérdida de los metales preciosos de alto valor económico. Además con estos resultados se podrá implementar el mejor método y crear así un nuevo medio de ingresos al país y de generación de empleo.

En el presente proyecto de investigación se utilizó materia prima de alto contenido de oro, la razón de ello es que no requiere de tratamientos complicados preliminares y de costo elevado y está formada únicamente por metales, además de poseer un alto contenido de oro. Entre la materia prima de alto contenido se prefirió la chatarra de oro, que son joyas viejas irreparables, y como puede observarse en la Tabla II (página 19) contiene entre 39-73 % de oro, esto depende del quilataje que posea.

Las variables respuestas son el porcentaje de recuperación y la pureza obtenida por los métodos utilizados, ya que estos son los datos que se obtienen y que determinan cual es el método más eficiente. Y las variables independientes son dos quilatajes y dos métodos de refinación.

Como puede observarse en las tablas VII y VIII y gráficamente en las figuras 29 y 30 de la sección de Resultados, se obtuvo una pureza mayor en el método con agua regia para el oro tanto para las muestras de 10 como para las de 14 K. Y si se compara

entre ellas como en la figura 32, donde se muestra gráficamente el promedio de los quilates obtenidos en cada método y a cada quilataje, se puede observar que para el método de encuarte se obtuvo una mejor pureza para las muestras de 14 K, sin embargo entre las muestras del método con agua regia no hay diferencia significativa. Esto nos permite observar en el método de encuarte que entre menos impurezas hayan al inicio en las muestras, se obtiene un mejor resultado final, además se está confiando que inicialmente la muestra posea la cantidad de oro indicado, pero esto no es del todo cierto porque el quilataje puede variar y solo se puede saber analizando cada muestra.

Si observamos el peso final obtenido del oro recuperado, es mayor el del método de encuarte, pero esto es debido a que en ellas hay más impurezas y se tiene un peso aún mayor al que se debió obtener, por eso el porcentaje de eficiencia en la masa total obtenida es muchas veces mayor del 100 %. Esto también lo podemos analizar desde el punto de vista económico como puede observarse en la tabla XII, donde se demuestra que hay más pérdidas económicas por las impurezas si se utiliza ese método. Esto quiere decir que si una persona compra una muestra que fue tratada por el método de encuarte estaría perdiendo aproximadamente 95 centavos de dólar, en cambio si compra una tratada por el método de agua regia serían 72 centavos. Se observa que hay más pérdidas económicas en las muestras de mayor quilataje, pero es debido solamente a que son mayores en tamaño.

Para la plata se puede observar en la tabla IX y en las figuras 31 y 35, que es mejor el resultado para el método de encuarte que para el de agua regia. Si miramos la pureza es porque en el método de encuarte al cloruro de plata que se forma al reaccionar el nitrato de plata con el cloruro de sodio, se le hacen una serie de lavados que ayudan a eliminar los metales presentes como impurezas, y por tanto el cloruro de plata proveniente del método de encuarte contiene menos impurezas que el proveniente del método con agua regia. El resto del procedimiento es el mismo, así que ya no hay diferencias significativas y si hay contaminación es durante la manipulación y el proceso

mismo, pero relativamente sería el mismo para ambas muestras. Ahora si evaluamos la cantidad recuperada, también es mayor cuando es subproducto del método de encuarte, esto es en primer lugar porque como puede observarse en la muestra 10 de la tabla VIII, se recuperó menos cantidad de oro que las demás muestras debido a que quedaron partes de la muestra de chatarra que no fueron atacadas por el agua regia por la formación de una capa de cloruro de plata que inhibió por completo el ataque del agua regia, y por tal motivo no se pudo recuperar ni el oro ni la plata existente ahí y esto afectó al resultado final, pero esto también nos demuestra que no todas las muestras poseen la misma cantidad de los metales aleantes, y en ésta en particular se pudo observar por la formación de la capa de cloruro de plata que se forma únicamente cuando la cantidad de plata es muy alto en la muestra y se ataca con agua regia y que también se puede demostrar con la tabla I (página 8), donde hay diferentes formas de hacer las aleaciones para un mismo quilataje. Por lo tanto el resultado final también depende de la cantidad original de plata presente en cada muestra, la cual no se puede saber y que de esta dependerá también la pureza obtenida en ella, porque a mayor cantidad inicial en la muestra utilizada se obtendrá una mayor cantidad en lo que se recupere en plata.

Las impurezas presentes se muestran en la tabla X y se pueden observar gráficamente en la figura 33. Aquí puede observarse que hay plata, cobre, níquel, zinc, hierro, plomo y estaño. Muchos de estos metales aparentemente no deberían de estar presentes porque según la tabla II no forman parte de las aleaciones propuestas. Además se usan diferentes tipos de aleaciones según el tipo de joyería que se vaya a fabricar, porque cada una requiere de diferentes propiedades. Esto da una gran variedad de diferentes tipos de aleaciones existentes en el mercado y que ninguna es igual a la otra, pero ninguna de ellas utiliza hierro, plomo y estaño.

Por lo que todos estos metales si no estaban presentes originalmente fueron adquiridos en algún proceso de su fabricación, como es el caso del hierro que proviene de las herramientas utilizadas.

Todas las muestras poseen en más alto porcentaje al plomo y esto se debe a que las soldaduras de estaño utilizan plomo, sin embargo el estaño a pesar de estar presente no lo está en gran cantidad. Así que mucho de este plomo además de provenir de la soldadura, su mayoría proviene de fuentes externas por no usarse condiciones controladas especiales para una refinera.

Así que todos estos metales están presentes inicialmente en las muestras utilizadas y en diferentes proporciones. Esto solo puede saberse si a la muestra que se utilizará se le hace un análisis preliminar. Sin embargo el método de rayos X como el que fue realizado a las muestras finales, es un método no destructivo y puede conocerse los porcentajes de los metales presentes; para el método el equipo es difícil de conseguir en nuestro país, y solo da un análisis superficial. Además como puede observarse en el anexo se hacen únicamente dos lecturas y entre cada una hay una gran diferencia en los resultados, esto nos demuestra que el análisis a pesar de tener un error muy pequeño no es el más satisfactorio y que a nivel molecular las muestras a pesar de poseer su estructura cristalina no son homogéneas sino que existen átomos extraños que sustituyeron a algún átomo normal de la red y están presentes como impurezas.

Se puede observar en la figuras 33 y 34 que todos los metales presentes como impurezas en mayor porcentaje son aquellos que tienen la misma estructura cristalina que el oro, en cambio el zinc y el estaño como no poseen ésta, su porcentaje es mínimo.

También se puede observar en la figuras 33 y 35, que las muestras que fueron tratadas por el método de encuarte tienen un porcentaje mayor en todas las impurezas, esto es porque como el oro nunca deja su estado metálico, quedan partículas pequeñas de estos metales adheridos al oro que no reaccionan con el ácido nítrico porque el oro inhibe el ataque. Además de la cantidad de impurezas que habían inicialmente en las muestras dependerá la cantidad que exista al final, pero también puede verse que las

muestras que fueron tratadas por el método de encuarte poseen un porcentaje mayor de cobre y es debido a que se utilizó cobre para encuartar las muestras y mucho de ese cobre que se agregó no pudo ser eliminado al final.

La presencia del zinc se explica porque éste se utiliza para la elaboración de las aleaciones ya que modifica el color empalideciéndolas y es un antioxidante, se emplea para la preparación de las soldaduras y se utiliza para bajar el punto de fusión de la aleación . Además se emplea en las aleaciones de oro blanco.

El resultado de la pureza para el método de encuarte fue de 22.96 K que comparado al dato dado por Alsina (1989), hay un error porcentual de 3.82% , y el resultado para el método con agua regia fue de 23.17 K con un error de 3.36 %. Pero si comparamos ambos resultados con el ideal que es de 999.999 milésimas (24 K), el error para el método de encuarte es de 4.3 % y para el de agua regia 3.45 %. El único método según Loewen (1995) que da una pureza de 24 K es el método electrolítico de Wohlwill, por lo que los resultados obtenidos son muy cercanos a los datos teóricos.

Por todo lo anterior y con los resultados obtenidos del análisis estadístico se determina que el resultado obtenido depende tanto del método utilizado como del quilataje inicial de la muestra (aunque esto último se aplica más al método de encuarte), sin embargo no hay interacción entre estos dos factores. Gráficamente se muestra en la figura 30, donde se puede observar que las rectas son paralelas, porque si fueran perpendiculares habría interacción entre el método y el quilataje. Esto se llama efectos aditivos, la diferencia entre las medias poblacionales para los tratamientos j y j' es la misma para cada tratamiento, y la diferencia entre las medias poblacionales para los tratamientos i e i' es la misma para cada bloque. (9-526) Esto quiere decir que las líneas paralelas muestran un conjunto de respuestas medias para las cuales los efectos de quilataje y método son aditivos.

Por lo tanto con el análisis estadístico se pudo determinar que al evaluar por separado el quilataje y el método estos influyen en los resultados obtenidos, pero sí ambos se combinan no influyen. Con esto, los resultados y todo lo que se ha discutido se puede demostrar que el mejor método para recuperar y refinar oro del desperdicio de alto contenido de oro es el de agua regia, porque a pesar de que con el método de encuarte se obtiene una mejor eficiencia en la masa total recuperada esto no será tan significativo como en la pureza obtenida porque económicamente se obtendrán más pérdidas. Y el mejor quilataje en la muestra inicial es el de 14 K, aunque en el método con agua regia esto no influye significativamente en el resultado final, dando con esto una ventaja mayor para quien lo utiliza.

CONCLUSIONES

1. La pureza final de oro obtenida y la cantidad recuperada depende del método de refinación utilizado y del quilataje inicial de la muestra tratada, sin embargo ambos factores no interactúan en el mismo sentido.
2. Con el método de agua regia utilizado se obtuvo una pureza promedio de 23.17 K con un error porcentual de 3.45% y la eficiencia en la masa total recuperada fue de 92.73 %.
3. Con el método de encuarte utilizado se obtuvo una pureza promedio de 22.96 K con un error porcentual de 4.33 % y la eficiencia en la masa total recuperada fue de 99.45%, siendo mayor debido a las impurezas presentes.
4. El método utilizado para recuperar la plata como subproducto de la refinación del oro que dió un mejor refinamiento es el de encuarte tanto en la cantidad recuperada como en la pureza.
5. La pureza del oro recuperado por refinamiento en ambos métodos evaluados se ve influida por la presencia de metales contaminantes que en su mayoría es plomo, que no se pudo determinar su origen por ser proveniente de fuentes externas al no usarse condiciones controladas especiales para una refinación; siendo para el método de encuarte en las muestras originales de 10 y 14 K de 1.623 ± 0.151 y 1.963 ± 0.172 y para el método con agua regia de 1.713 ± 0.305 y 1.840 ± 0.086 respectivamente.

6. En el método de encuarte el cobre que se agregó para encuartar apareció como contaminante del oro refinado obtenido.

RECOMENDACIONES

1. Antes de comenzar el tratamiento de refinería analizar el oro (chatarra), el cobre (encuartante) y el bórax (fundente) para comprobar que no estén contaminados con metales pesados.
2. Para mejores resultados hacer un refinamiento inicial por el método de encuarte y luego uno con agua regia, de esta forma se obtendrá un oro y una plata de mayor pureza.
3. Para obtener un oro de mayor pureza (999.99) volver a procesar el oro obtenido pero electrolíticamente.
4. Comprobar si hay estaño presente luego de haber realizado los lavados, haciendo una prueba con una llama, si está se torna azul indica la presencia de estaño.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1.
ALSIMA Benavente, Jorge. **El oro**. (Tomo 2). España: Ed. Alsina, 1989. 25 a 29 y 191 a 245 pp.
2.
AYRES, Gilbert. **Análisis químico cuantitativo**. 2^a ed. México: Ed. Harla, 1970. 463 a 475 y 708 a 709 pp.
3.
KEENAN, Charles y Jesse H. Wood. **Química general universitaria**. México: Ed. C.E.C.S.A., 1983. 558 a 5562 y 586 a 587.
4.
LOEWEN, Roland. **Small scale refining of jewelers wastes**. Unites States of America: Ed. Met-Chem Research Inc. 1995. 93 a 155 pp.
5.
McCREIGHT, Tim. **The complete metalsmith an illustrated handbook**. Unites States of America: Ed. Davis Publications, Inc., 1982. 2 a 9.

6.

NORDMANN, Joseph. **Análisis cu** 85 **o y química inorgánica.** México: Ed. Continental, S.A., 1983. 253 a 255 y 275 a 355 pp.

7.

SCHNELLER, Dave. **The Santa Fe symposium on jewelry manufacturing technology 1989.** United States of America: Ed. Met-Chem Research Inc. 1990. 331 a 351 pp.

8.

VON NEUMAN, Robert. **The design and creation of jewelry.** 3^a ed. United States of America: Ed. Chilton Book Company. s.a. 1 a 6 pp.

9.

WALPOLE, Ronald E. y Raymond H. Myers. **Probabilidad y estadística.** 3^a ed. México: Ed. Mc Graw-Hill. 1992. 526 a 527 y 563 a 572 pp.

10.

Metales preciosos. www.tronos.com/JoyasyTecnica/metales.htm . Julio 2003.

BIBLIOGRAFÍA

86

1. CANTAROW, Abraham y Bernard Schepartz. **Bioquímica**. 4^a ed. Homero Vela Treviño. México: Ed. Interamericana, 1969. 340 pp.
2. DEAN, John A. **Manual de química Langes**. 3^a ed. (Tomo 2). María de Jesús Rosales. México: Ed. Mc Graw Hill, 1989. 613 a 615 pp.
3. DICK, J. G. **Química analítica**. (Tomo 2). Beatriz S. Hill de V. México: Ed. El Manual Moderno, S.A., 1979. 190 a 193 y 198 a 202 pp.
4. Precio del oro para el día de hoy. www.ar.news.yahoo.com/030228/4/4mkb.html. Agosto 2003.
5. Precio de oro. www.finanzas.com/id.4889595/noticias/noticia.htm. Agosto 2003
6. Precio del oro. <http://www.sii.cl/documentos/resoluciones/2003/reso10.doc>, elaborado por Benjamín Schutz García, Agosto 2003.
7. Precio del oro recién está volviendo a la normalidad, por Raúl Rojas. <http://www.sonami.cl/boletin/bol1165/art9.html>, Agosto 2003.

87

106

88

APÉNDICE 1
Datos originales

Tabla XIII. Método de encuarte

Muestra	K	g Cu	g Au inicio	g 6 K	g Au final
1	10	2.680	4.018	6.620	1.699
2	10	2.675	4.012	6.573	1.651
3	10	2.677	4.015	6.597	1.673
4	14	5.341	4.006	9.251	2.356
5	14	5.332	4.004	9.158	2.262
6	14	5.341	4.005	9.204	2.309

Tabla XIV. Método con agua regia

Muestra	K	g Au inicio	cc HCl	cc HNO3	g FeSO4	cc H2O	g Au final
7	10	4.004	13.5	3	13.35	26.7	1.545
8	10	4.03	13.5	3	13.43	26.87	1.565
9	10	4.017	13.5	3	13.39	26.78	1.556
10	14	4.001	13.5	3	18.67	37.34	1.991
11	14	4.006	13.5	3	18.7	37.39	2.198
12	14	4.004	13.5	3	18.68	37.37	2.295

Tabla XV. Datos de la plata

Muestra	Método	g Recuperados
13	Encuarte	1.091
14	Agua Regia	0.791

APÉNDICE 2

Tabla XVI. Datos calculados

Muestra	Método	Au final teórico	Quilataje final	Título final	% Eficiencia en la masa recuperada	% Rendimiento	Error Porcentual en el método	g fino en muestra	Precio en \$	g impurezas	Pérdida en impurezas \$
1	Encuarte	1.674	23.01	958.55	101.483	40.534	3.67	1.629	18.301	0.070	0.790
2		1.672	23.06	960.65	98.764	39.534	3.45	1.586	17.823	0.065	0.729
3		1.673	22.71	946.20	100.005	39.439	4.90	1.583	17.793	0.090	1.006
4		2.337	23.16	965.10	100.820	56.759	3.01	2.274	25.550	0.082	0.924
5		2.336	22.91	954.50	96.846	53.923	4.07	2.159	24.261	0.103	1.156
6		2.336	22.97	957.00	98.834	55.174	3.82	2.210	24.830	0.099	1.116
7	Agua Regia	1.668	23.29	970.25	92.607	37.440	2.87	1.499	16.845	0.046	0.516
8		1.679	23.23	968.00	93.201	37.591	3.10	1.515	17.023	0.050	0.563
9		1.674	23.02	959.10	92.965	37.151	3.99	1.492	16.769	0.064	0.715
10		2.334	23.09	961.95	85.307	47.872	3.71	1.915	21.522	0.076	0.850
11		2.337	23.16	964.95	94.059	52.947	3.40	2.121	23.834	0.077	0.864
12		2.336	23.24	968.30	98.259	55.501	3.07	2.222	24.971	0.073	0.817
13	Encuarte			998.55			0.144	1.089	0.625	0.002	0.001
14	Agua Regia			992.40			0.759	0.785	0.451	0.006	0.003

Tabla XVII. Datos calculados de las impurezas

Impureza	Encuarte				Agua Regia			
	10 K	Promedio y Desviación Estándar	14 K	Promedio y Desviación Estándar	10 K	Promedio y Desviación Estándar	14 K	Promedio y Desviación Estándar
Pb	1.43	1.623 ± 0.151	1.72	1.963 ± 0.172	1.44	1.713 ± 0.305	1.74	1.840 ± 0.086
	1.64		2.07		1.56		1.95	
	1.80		2.10		2.14		1.83	
Fe	0.93	0.800 ± 0.382	0.66	0.643 ± 0.241	0.61	0.553 ± 0.080	0.77	0.457 ± 0.242
	0.28		0.93		0.44		0.42	
	1.19		0.34		0.61		0.18	
Cu	1.17	1.047 ± 0.272	0.17	0.390 ± 0.243	0.08	0.243 ± 0.116	0.66	0.250 ± 0.292
	0.67		0.73		0.31		0.09	
	1.30		0.27		0.34		0.00	
Ni	0.00	0.283 ± 0.225	0.54	0.593 ± 0.097	0.67	0.727 ± 0.140	0.42	0.680 ± 0.240
	0.55		0.51		0.59		0.62	
	0.30		0.73		0.92		1.00	
Ag	0.52	0.660 ± 0.110	0.14	0.163 ± 0.079	0.04	0.110 ± 0.085	0.18	0.117 ± 0.082
	0.67		0.08		0.23		0.17	
	0.79		0.27		0.06		0.00	
Zn	0.00	0.040 ± 0.056	0.20	0.340 ± 0.177	0.10	0.040 ± 0.043	0.00	0.133 ± 0.099
	0.12		0.23		0.00		0.24	
	0.00		0.59		0.02		0.16	
Sn	0.10	0.037 ± 0.045	0.05	0.017 ± 0.023	0.02	0.030 ± 0.029	0.04	0.013 ± 0.018
	0.01		0.00		0.07		0.00	
	0.00		0.00		0.00		0.00	

APÉNDICE 3

Cálculo de muestra

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

1. Cálculo de la cantidad de gramos recuperados teóricamente:

$$\text{Gramos fino} = \text{g muestra} * K/24$$

$$4.018 \text{ g} * 10/24 = 1.6742 \text{ gramos de fino}$$

2. Cálculo de la cantidad de gramos de cobre para encuartar:

$$\text{g fino} + 3 \text{ g fino} - \text{g muestra} = \text{g Cu}$$

$$1.6742 + (1.6742) - 4.018 = 2.6788 \text{ g Cu}$$

3. Cantidad de HNO₃ por muestra para el método de encuarte:

$$\text{Muestra encuartada (3 g HNO}_3 / 1 \text{ g oro) (1 cc HNO}_3 / 1.4061 \text{ g HNO}_3) = \text{cc HNO}_3$$

$$6.62 \text{ g} (3/1)(1/1.4061) = 14.1 \text{ cc HNO}_3$$

4. Cantidad de agua regia que se agrega por muestra:

$$\text{g muestra (4 cc agua regia / 1 g muestra)} = \text{cc agua regia}$$

$$4.004 \text{ g} (4/1) = 16.016 \text{ cc agua regia}$$

5. Cálculo de la cantidad de reactivo precipitante:

5.1 Cálculo del FeSO₄ · 7 H₂O:

$$\text{Muestra (K/24) (8 g precipitante/ 1 g fino)} = \text{g precipitante}$$

$$4.004 \text{ g} (10/24) (8/1) = 13.35 \text{ g precipitante}$$

5.2 Cálculo de la cantidad de agua donde se disuelve:

g precipitante (2 cc agua / g precipitante) = cc de agua

13.35 g (2/1)) 26.7 cc agua

6. Cálculo de la cantidad de dextrosa y soda cáustica:

6.1 Cálculo de la cantidad de dextrosa:

$\pi r^2 h * 0.15$ (1cc dextrosa / 1.38 g dextrosa) = cc dextrosa

$\pi (3^2)(8.8)(0.15)(1/1.38) = 27$ cc dextrosa

6.2 Cálculo de la cantidad de soda cáustica:

$\pi r^2 h * 0.3 =$ g soda cáustica

$\pi (3^2)(8.8)(0.3) = 74.65$ g NaOH

7. Cálculo del quilataje y título final:

7.1 Cálculo del quilataje obtenido:

% Au * 24 / 100 = K

95.85 % * 24 / 100 = 23.0 K

7.2 Cálculo del título obtenido:

K * 1000 / 24 = milésimas

23.0 * 1000 / 24 = 958.5 milésimas

8. Cálculo del porcentaje de eficiencia en la masa total recuperada:

Dato experimental / dato teórico * 100 = % Eficiencia

1.699 / 1.674 * 100 = 101.483 %

9. Cálculo de la cantidad de oro fino recuperado en la muestra final:
 $\% \text{ Au} * \text{muestra recuperada} / 100 = \text{g fino recuperado}$
 $95.85 * 1.699 / 100 = 1.629 \text{ g fino recuperado}$
10. Cálculo de la cantidad de impurezas presentes en la muestra final:
 $\text{muestra recuperada} - \text{g fino recuperado} = \text{impurezas presentes}$
 $1.699 - 1.629 = 0.07 \text{ g impurezas}$
11. Cálculo del porcentaje de rendimiento:
 $\text{g fino} / \text{muestra recuperada} * 100 = \% \text{ rendimiento}$
 $1.629 / 4.018 * 100 = 40.53 \%$
12. Cálculo del precio del oro por gramo:
 $349.5 \$ / \text{onza troy} * 1 \text{ onza troy} / 31.1035 \text{ g} = 11.2367 \$ / \text{g}$
13. Cálculo del precio del oro recuperado:
 $\text{g fino recuperado} * 11.2367 \$/\text{g} = \text{precio \$}$
 $1.629 * 11.2367 = 18.30 \$$
14. Cálculo de la pérdida en las impurezas presentes por muestra:
 $\text{g impurezas} * 11.2367 \$/\text{g} = \text{pérdida}$
 $0.07 * 11.2367 = 0.79 \$$
15. Cálculo del error porcentual en la pureza obtenida:
 $(\text{dato teórico} - \text{dato experimental}) / \text{dato teórico} * 100 = \text{error porcentual}$
 $(995 - 958.5) / 995 * 100 = 3.67 \%$

16. Cálculo del promedio y desviación estándar de las impurezas presentes en el oro recuperado:

16.1 Cálculo del promedio:

Σ datos obtenidos / número de muestras

$$(1.43 + 1.64 + 1.8) / 3 = 1.623$$

16.2 Cálculo de la desviación estándar:

Σ |media – dato obtenido|² / número de muestras

$$(|1.623-1.43|^2 + |1.623 - 1.64|^2 + |1.623 - 1.8|^2) / 3 = 0.151$$

ANEXO

Figura 37. Carta de Aleación de Metales

Aleación de Metales, S. A.

Ave. Petapa 46-11, Zona 12
01012 Guatemala, C. A.
PBX: (502) 479-3880
Fax: (502) 479-3879

Guatemala 21 de julio de 2003

Señorita
Carol Barrientos
Presente

Estimada señorita Barrientos:

En referencia a los análisis de laboratorio solicitados, adjunto los resultados obtenidos por método de FLUORESCENCIA DE RAYOS X para las 14 muestras.

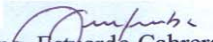
Equipo utilizado: CMI Coating Measurement Instruments Series
XRX Serial Number: 98699

Error : 2-5 partes/mil

No de muestras: 14

No de lecturas/muestra: 2

Atentamente,


Ing. Estuardo Cabrera
Laboratorio/Refinería
ALMESA

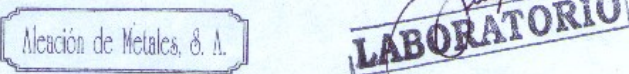
Aleación de Metales, S. A.

Tabla XVIII: Análisis de Espectrofotometría

CMI SmartLink FP Readings

App Name : Gama de Metales.app

Reading	Material	% Au	% Ag	% Cu	% Ni	% Zn	% Fe	% Pb	% Sn	Date/Time
1		96.11	0.43	1.13	0.00	0.00	0.92	1.40	0.01	7/21/03 11:54
2		95.60	0.61	1.21	0.00	0.00	0.94	1.46	0.19	7/21/03 11:55
Avg.		95.85	0.52	1.17	0.00	0.00	0.93	1.43	0.10	
3		96.10	0.61	0.00	1.09	0.23	0.03	1.93	0.00	7/21/03 11:57
4		96.03	0.73	1.33	0.00	0.00	0.52	1.36	0.03	7/21/03 11:58
Avg.		96.07	0.67	0.67	0.55	0.12	0.28	1.64	0.01	
5		94.75	0.91	0.79	0.60	0.00	0.90	2.04	0.00	7/21/03 12:00
6		94.49	0.67	1.81	0.00	0.00	1.47	1.56	0.00	7/21/03 12:00
Avg.		94.62	0.79	1.30	0.30	0.00	1.19	1.80	0.00	
7		95.97	0.10	0.35	0.68	0.00	0.84	1.96	0.11	7/21/03 12:02
8		97.05	0.17	0.00	0.40	0.39	0.49	1.49	0.00	7/21/03 12:03
Avg.		96.51	0.14	0.17	0.54	0.20	0.66	1.72	0.05	
9		94.29	0.05	1.41	0.60	0.00	1.29	2.36	0.00	7/21/03 12:06
10		96.61	0.11	0.06	0.42	0.46	0.57	1.78	0.00	7/21/03 12:07
Avg.		95.45	0.08	0.73	0.51	0.23	0.93	2.07	0.00	
11		96.41	0.34	0.54	0.45	0.00	0.46	1.80	0.00	7/21/03 12:09
12		94.99	0.20	0.00	1.01	1.17	0.22	2.41	0.00	7/21/03 12:10
Avg.		95.70	0.27	0.27	0.73	0.59	0.34	2.10	0.00	
13		95.73	0.00	0.13	1.01	0.00	0.87	2.25	0.00	7/21/03 12:11
14		98.32	0.09	0.03	0.34	0.21	0.35	0.62	0.05	7/21/03 12:12
Avg.		97.03	0.04	0.08	0.67	0.10	0.61	1.44	0.02	
15		95.84	0.47	0.00	1.18	0.00	0.38	1.99	0.15	7/21/03 12:14
16		97.76	0.00	0.62	0.00	0.00	0.49	1.12	0.00	7/21/03 12:15
Avg.		96.80	0.23	0.31	0.59	0.00	0.44	1.56	0.07	
17		94.66	0.00	0.00	1.84	0.05	0.81	2.65	0.00	7/21/03 12:19
18		97.16	0.13	0.68	0.00	0.00	0.41	1.62	0.00	7/21/03 12:19
Avg.		95.91	0.06	0.34	0.92	0.02	0.61	2.14	0.00	
19		96.00	0.02	0.35	0.84	0.00	0.44	2.36	0.00	7/21/03 12:22
20		96.39	0.34	0.97	0.00	0.00	1.09	1.12	0.09	7/21/03 12:23
Avg.		96.19	0.18	0.66	0.42	0.00	0.77	1.74	0.04	
21		95.70	0.17	0.00	1.13	0.27	0.61	2.11	0.00	7/21/03 12:24
22		97.29	0.17	0.19	0.11	0.21	0.24	1.79	0.00	7/21/03 12:25
Avg.		96.50	0.17	0.09	0.62	0.24	0.42	1.95	0.00	
23		96.45	0.01	0.00	1.49	0.00	0.33	1.73	0.00	7/21/03 12:27
24		97.21	0.00	0.00	0.51	0.32	0.02	1.94	0.00	7/21/03 12:28
Avg.		96.83	0.00	0.00	1.00	0.16	0.18	1.83	0.00	
25		0.00	99.77	0.00	0.22	0.01	0.00	0.00	0.00	7/21/03 12:31
26		0.06	99.94	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7/21/03 12:31
Avg.		0.03	99.86	0.00	0.11	0.00	0.00	0.00	0.00	
27		0.59	99.41	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7/21/03 12:35
28		0.72	99.07	0.18	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	7/21/03 12:36
Avg.		0.65	99.24	0.09	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	



Combine International, Inc. - Machine: 98699 12:38 PM, Monday, July 21, 2003