



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE
PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO,
PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA**

Luis Emilio Linares Quezada

Asesorado por el Ing. Byron Obed Rosales Salguero

Guatemala, agosto de 2017

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE
PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO,
PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

LUIS EMILIO LINARES QUEZADA

ASESORADO POR EL ING. BYRON OBED ROSALES SALGUERO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, AGOSTO DE 2017

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Jurgen Andoni Ramírez Ramírez
VOCAL V	Br. Oscar Humberto Galicia Nuñez
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. Jaime Domingo Carranza González
EXAMINADORA	Inga. Hilda Piedad Palma Ramos
EXAMINADOR	Ing. Manuel Gilberto Galván Estrada
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

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

**ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE
PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO,
PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 5 de junio de 2015.

Luis Emilio Linares Quezada

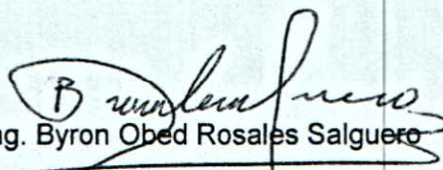
Guatemala, 01 de marzo de 2017

Ing. Carlos Salvador Wong Davi
Director de Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería USAC

Por este medio me dirijo a usted para informarle que he revisado el informe final de investigación del Trabajo de Graduación **"ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO, PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA"**. Elaborado por el estudiante de Ingeniería Química, **Luis Emilio Linares Quezada** identificado con código único de identificación **2163 58744 0101** y registro estudiantil **201020791**, y considero que cumple los requisitos establecidos por la escuela. Por lo tanto apruebo para que pueda ser presentado.

Agradezco de antemano su colaboración.

Atentamente,


Ing. Byron Obed Rosales Salguero
Colegiado No. 726

Asesor de trabajo de graduación

BYRON O. ROSALES SALGUERO
INGENIERO QUIMICO
COLEGIADO No 726



Guatemala, 02 de agosto de 2017.
 Ref. EIQ.TG-IF.029.2017.

Ingeniero
 Carlos Salvador Wong Davi
 DIRECTOR
 Escuela de Ingeniería Química
 Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **026-2015** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Solicitado por el estudiante universitario: **Luis Emilio Linares Quezada**.
 Identificado con número de carné: **2010-20791**.
 Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

**ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA
 CONCENTRACIÓN DE PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA
 PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO, PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **Byron Obed Rosales Salguero**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. Victor Manuel Monzón Valdez
 COORDINADOR DE TERNA
 Tribunal de Revisión
 Trabajo de Graduación



C.c.: archivo





Ref.EIQ.TG.040.2017

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **LUIS EMILIO LINARES QUEZADA** titulado: **"ELABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO, PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Carlos Salvador Wong Daví
Director
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, agosto 2017

Cc: Archivo
CSWD/ale

Universidad de San Carlos
De Guatemala



Facultad de Ingeniería
Decanato

Ref. DTG.380-2017

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **ÉLABORACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE PLOMO EN LOS DESECHOS PRODUCIDOS POR LA PRUEBA DE ENSAYO AL FUEGO, PARA EL ANÁLISIS DE ORO Y PLATA**, presentado por el estudiante universitario: **Luis Emilio Linares Quezada**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, se autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano



Guatemala, agosto de 2017

/cc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios

Que con su ayuda puedo lograr cualquier cosa que me proponga.

Mi familia

Mis padres Horacio Linares y Carmelina Quezada y mis hermanos Horacio y Kevin por estar siempre presentes y apoyarme cuando más lo he necesitado.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser mi <i>alma mater</i> .
Facultad de Ingeniería	Por darme la oportunidad de obtener los conocimientos necesarios para ser ingeniero.
Escuela de Ingeniería Química	Por darme los conocimientos teóricos y prácticos necesarios para ser ingeniero químico.
Departamento de Química General	Que me dio la oportunidad de trabajar y de expandir mis conocimientos.
Laboratorios técnicos del Ministerio de Energía y Minas del Gobierno de Guatemala.	Por permitirme utilizar sus instalaciones y equipos para realizar la parte experimental de mi trabajo de graduación.
Ing. Byron Rosales	Por su paciencia al asesorar mi trabajo de graduación.
Mis amigos y compañeros	Que formaron parte de mi vida universitaria, y que de alguna manera contribuyeron en mi formación, académica y personal.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS.....	VII
GLOSARIO.....	IX
RESUMEN.....	XIII
OBJETIVOS.....	XV
HIPÓTESIS DE INVESTIGACIÓN.....	XVI
HIPÓTESIS ESTADÍSTICA.....	XVI
INTRODUCCIÓN.....	XVII
1. ANTECEDENTES.....	1
2. MARCO TEÓRICO.....	3
2.1. Plomo.....	3
2.1.1. Propiedades físicas y químicas.....	3
2.2. Plomo en el ambiente.....	4
2.3. Método de ensayo al fuego para el análisis de oro y plata.....	4
2.3.1. Proceso.....	4
2.3.1.1. Fundición.....	5
2.3.1.2. Extracción del metal precioso (copelación).....	5
2.3.1.3. Cuantificación del oro y la plata.....	6
2.4. Espectrofotometría de absorción atómica.....	6
2.4.1. Preparación de la muestra para el espectrofotómetro de absorción atómica.....	7
2.4.1.1. Digestión ácida.....	7

2.5.	Solubilidad.....	8
2.5.1.	Sulfato de plomo	8
2.5.1.1.	Resolución del sistema de ecuaciones	11
2.5.2.	Hidróxido de plomo (II)	12
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	15
3.1.	Variables	15
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	15
3.3.	Recurso humano disponible.....	16
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	16
3.4.1.	Desechos a tratar	16
3.4.2.	Equipo	16
3.4.3.	Cristalería y equipo complementario	17
3.4.4.	Reactivos.....	17
3.5.	Técnica cuantitativa.....	17
3.5.1.	Principio.....	18
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información.....	19
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.....	21
3.8.	Análisis estadístico.....	24
3.8.1.	Análisis de varianzas (ANOVA).....	24
3.8.1.1.	Media aritmética	24
3.8.1.2.	Suma de cuadrados total.....	25
3.8.1.2.1.	Suma de cuadrados debida a la temperatura de digestión (SCA)	26

3.8.1.2.2.	Suma de cuadrados debida al tamaño de partícula de los desechos (SCB)	27
3.8.1.2.3.	Suma de cuadrados debida a la interacción entre las variables (SCAB)	27
3.8.1.2.4.	Suma de cuadrados debida al error (SCE)....	28
3.8.1.2.5.	Varianza (cuadrado de la media, CM)	29
3.8.1.2.6.	Valor estadístico de prueba (F).....	30
3.8.1.2.7.	Valor P.....	30
3.8.2.	Número óptimo de repeticiones	31
4.	RESULTADOS	33
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	37
	CONCLUSIONES	41
	RECOMENDACIONES	43
	BIBLIOGRAFÍA.....	45
	APÉNDICES	47
	ANEXOS.....	53

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Diagrama de un espectrofotómetro de absorción atómica	18
2.	Determinación de la concentración total de plomo en los desechos....	19
3.	Procedimiento para la recuperación de plomo	21
4.	Efecto del tamaño de partícula en el porcentaje de recuperación de plomo después de la digestión	33
5.	Efecto de la temperatura en el porcentaje de recuperación de plomo después la digestión.....	34
6.	Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 25 °C)	35
7.	Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 65 °C)	35
8.	Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 85 °C)	36

TABLAS

I.	Concentración molar de las especies presentes en el equilibrio	12
II.	Concentración promedio del total de plomo en los desechos	33
III.	Análisis de varianzas de la concentración de plomo en solución después de la digestión ($\alpha = 0,05$)	34

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
ppm	Concentración en partes por millón
mol/L	Concentración molar
Kps	Constante de solubilidad
CM	Cuadrado de medias (varianza)
CME	Cuadrado de medias del error
e	Error experimental estimado
°C	Grados centígrados
GL	Grados de libertad
g	Gramos
g/cm³	Gramos por centímetro cúbico
g/mol	Gramos por mol
mL	Mililitros
mmHg	Milímetros de mercurio
Z_{α/2}	Nivel de confianza deseado en las mediciones
n	Número de datos
i	Número de valores para la temperatura de digestión
j	Número de valores para el tamaño de partícula de los desechos
k	Número óptimo de repeticiones
x_{ijk}	Porcentaje de recuperación de plomo a la temperatura i, tamaño de partícula j y repetición k
%m/m	Porcentaje masa/masa
%V/V	Porcentaje volumen/volumen

pH	Potencial de hidrógeno
p	Probabilidad de éxito
q	Probabilidad de fracaso
\bar{X}_{ij}	Promedio del porcentaje de recuperación de plomo, a la temperatura de digestión i y tamaño de partícula j
$\bar{X}_{...}$	Promedio total del porcentaje de recuperación de plomo
$\bar{X}_{i..}$	Promedio del porcentaje de recuperación de plomo a la temperatura digestión i
$\bar{X}_{.j}$	Promedio del porcentaje de recuperación de plomo para el tamaño de partícula j
S	Solubilidad
SCE	Suma de cuadrados debido al error
SCAB	Suma de cuadrados debida a la interacción entre la temperatura de digestión y el tamaño de partícula
SCA	Suma de cuadrados debida a la temperatura de digestión
SCB	Suma de cuadrados debida al tamaño de partícula de los desechos
STC	Suma de cuadrados total
SC	Suma de cuadrados
P	Valor de significancia observado
α	valor de significancia establecido
F	Valor estadístico de prueba F

GLOSARIO

Absorbancia	Es la cantidad de energía radiante que absorbe un átomo a una longitud de onda específica, al ser expuesto a la misma.
Alícuota	Parte de la muestra que es sometida a un análisis específico.
Bórax	Compuesto que se utiliza para facilitar la fundición de las muestras analizadas por la prueba de ensayo al fuego, para análisis de oro y plata.
Botón	Aleación de plomo, oro y plata que se obtiene como precipitado después de la fundición.
Copelación	Proceso en el que se separa el plomo del oro y la plata presentes en la muestra analizada.
Copelas	Vaso de forma de cono truncado, hecho con cenizas de huesos calcinados, donde se ensayan y purifican los minerales de oro o plata.
Digestión ácida	Proceso por el cual se disuelven los metales presentes en un mineral o muestra de suelo, utilizando un medio ácido a alta temperatura.

Doré	Aleación de oro y plata que se obtiene después de la copelación.
Electrón diferencial	Es el electrón que se encuentra en la reempe con mayor energía en el átomo, en otras palabras, es el último electrón.
Equilibrio de solubilidad	Es un estado en el cual la parte sólida y la parte disuelta de una sustancia, con baja solubilidad, se encuentran en equilibrio dinámico.
Equimolar	Que posee la misma cantidad de moles o la misma concentración.
Escorias	Todo de lo que se compone la muestra ensayada, que no es oro ni plata.
Espectrofotómetro de absorción atómica	Aparato que se utiliza para medir la concentración de un determinado elemento en una muestra.
Estado basal	Es el estado de menor energía que puede tener un átomo, en el cual no existen cambios observables en las propiedades del átomo.
Fundente	Compuesto que se utiliza para facilitar el proceso de fundición.
Horno-mufla	Horno que se utiliza para el proceso de fundición.

Insoluble	Se le llama insoluble a una sustancia que posee una solubilidad baja.
Líneas de resonancia	Es la longitud de onda característica a la que un átomo absorbe energía radiante, sirve para su identificación y cuantificación.
Litargirio	Óxido de plomo con estructura cristalina tetragonal.
Sobrenadante	Es la parte líquida que queda sobre el precipitado, después del proceso de precipitación.
Solubilidad	Capacidad de una sustancia de disolverse en presencia de un solvente.

RESUMEN

Para reducir la concentración de plomo en los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, se debe determinar un conjunto de parámetros óptimos en los cuales se considera: la temperatura de digestión, el tamaño de la partícula de los desechos y el agente precipitante a utilizar.

Se realizó una digestión con ácido nítrico al 12 % (%V/V) con tres diferentes temperaturas (25 °C, 65 °C y 85 °C); los desechos se trituraron a cuatro diferentes tamaños de partícula (malla 4, malla 20, malla 35 y menor a malla 35). Después de la digestión, se utilizó ácido sulfúrico e hidróxido de sodio para precipitar el plomo como sulfato de plomo (II) e hidróxido de plomo, respectivamente.

Al finalizar el experimento, se determinó que el mayor porcentaje de recuperación de plomo en solución se obtiene adecuando el tamaño de partícula con un tamiz de malla 35 o menor y una temperatura de digestión de 85 °C. Tanto el ácido sulfúrico como el hidróxido de sodio remueven la cantidad necesaria del plomo en solución para poder disponer del filtrado, según el Acuerdo Gubernativo 236-2006.

OBJETIVOS

General

Determinar los parámetros de temperatura, tamaño de partícula y el agente precipitante adecuados para elaborar un procedimiento que disminuya la concentración de plomo en los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, para el análisis de oro y plata.

Específicos

1. Determinar la concentración total de plomo en los desechos que incluye vasos de barro, escorias y copelas.
2. Analizar el efecto del tamaño de partícula en el porcentaje de recuperación de plomo durante la digestión.
3. Analizar el efecto de la temperatura de digestión en la cantidad de plomo recuperada en solución.
4. Comparar la efectividad de dos agentes precipitantes: ácido sulfúrico e hidróxido de sodio, para recuperar el plomo disuelto después de la digestión.

HIPÓTESIS DE INVESTIGACIÓN

Una digestión adecuada con ácido nítrico al 12 %, con una posterior precipitación con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio, permite eliminar el plomo de los desechos que se generan al realizar la prueba de ensayo al fuego para la determinación de oro y plata.

HIPÓTESIS ESTADÍSTICA

Hipótesis nula

No existe variación significativa en el porcentaje de recuperación de plomo de los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, triturados a diferentes tamaños de partícula y realizando una digestión a diferentes temperaturas.

Hipótesis alternativa

Existe variación significativa en el porcentaje de recuperación de plomo de los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, triturados a diferentes tamaños de partícula y realizando una digestión a diferentes temperaturas.

INTRODUCCIÓN

El método más antiguo y confiable para la cuantificación de oro y plata en muestras de minerales, suelos, rocas, etc. es el ensayo al fuego. En este método la muestra es triturada y se mezcla con óxido de plomo (II) y con un fundente (bórax). El fundente ayuda a que la muestra se pueda fundir a menor temperatura. El óxido de plomo (II) se utiliza debido a la capacidad del plomo de capturar al oro y la plata al estar fundido. La mezcla se funde en un vaso de barro utilizando una mufla.

El material fundido se trasvasa a unos moldes donde se precipita una aleación de plomo, oro y plata, que se conoce como botón. El botón se separa del resto de la muestra, que se le llama escoria, para realizar el proceso de copelación. Durante la copelación se separa el plomo del botón, a la aleación de oro y plata que queda se le llama doré. El doré se pesa para tener una masa de referencia; después, pasa a un ataque con ácido nítrico para separar la plata. El oro que queda se pesa y por diferencia se encuentra la masa de plata.

Los vasos de barro, escorias y copelas utilizadas en el proceso, tienen una concentración de plomo que, de acuerdo con la Agencia de Protección al Medio Ambiente de los Estados Unidos (EPA), es considerada dañina para la salud de las personas que estén en contacto directo con estos. En la actualidad, no existe un proceso documentado para el tratamiento de estos desechos. Por esta razón, es necesario elaborar un método para eliminar el plomo y disponer del resto de los desechos de forma adecuada.

1. ANTECEDENTES

En el informe realizado en 2013 por el ingeniero químico Marvin Eduardo Mérida Cano, para la Facultad de Ingeniería de la universidad de San Carlos de Guatemala, *Evaluación del plomo presente en cada etapa del proceso de la determinación analítica de oro y plata en un laboratorio metalúrgico*, se realizó una cuantificación del total de plomo que se genera al realizar el análisis de oro y plata conocido como ensayo al fuego. Según la evaluación, las áreas con la mayor cantidad de óxido de plomo son las de fusión y copelación.

En 2014 se realizó el trabajo de graduación por el ingeniero químico Hugo Eligio Argueta Juárez para la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, titulado *Estudio sobre la verificación de condiciones ambientales seguras en el manejo de concentraciones altas de plomo en la prueba de ensayo al fuego para la determinación de oro y plata*. En este trabajo de investigación, se determinó por medio de un balance de masa, la concentración de plomo en 4 puntos específicos en el proceso del ensayo al fuego.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Plomo

El plomo es un metal extraído de la corteza terrestre; se ha utilizado desde hace más de 5 000 años debido a la facilidad con la que es extraído, la facilidad para trabajarlo: es maleable, fácil de fundir, entre otras cosas. Estas características hacen del plomo uno de los metales más utilizados y que se sigue utilizando en la actualidad.

2.1.1. Propiedades físicas y químicas

El plomo es un metal de color gris azulado, brillante en las superficies, muy blando, maleable y es el menos tenaz de todos los metales. Posee una densidad alta y un punto de fusión bajo.

- Símbolo: Pb
- Número atómico: 82
- Peso atómico: 207,21 g/mol
- Punto de fusión: 326,9 °C
- Punto de ebullición: 1 740 °C a 760 mmHg
- Densidad: 11,85 g/cm³.
- Estados de oxidación: +2 y +4

2.2. Plomo en el ambiente

El plomo es un metal que se encuentra naturalmente en diversas concentraciones en rocas y suelos. Como consecuencia del uso que se le da en diversos productos: baterías, pinturas, para aumentar el octanaje de la gasolina, etc., las concentraciones en la naturaleza han aumentado donde el plomo se acumula y permanece debido a sus características de permanencia.

Como resultado del uso del plomo, este puede alcanzar diferentes comportamientos en el ambiente y por diferentes medios llegar a los humanos, animales y plantas. Las plantas son capaces de absorber y almacenar el plomo presente en el suelo donde crecen y del agua presente en sus alrededores. De igual forma, los animales y humanos pueden ingerir plomo al comer plantas contaminadas, directamente de agua contaminada o al respirar polvo contaminado.

2.3. Método de ensayo al fuego para el análisis de oro y plata

El ensayo al fuego es la técnica más antigua y más confiable para la cuantificación del oro y la plata en minerales, rocas, suelos y otros tipos de muestras. El método se basa en la capacidad que tiene el plomo de atraer al oro y la plata, cuando se encuentra fundido.

2.3.1. Proceso

Este método se divide en tres procesos importantes: la fundición de la muestra, la recuperación de los metales preciosos (conocido como copelación) y, por último, la cuantificación de los metales preciosos.

2.3.1.1. Fundición

La muestra pulverizada se pesa y se mezcla con óxido de plomo en un vaso de barro. Se le agrega también una cantidad de Bórax como fundente. El fundente ayuda a disminuir la temperatura de fusión de la mezcla y también a separar los metales preciosos del resto de materiales presentes en la muestra. La mezcla fundida se coloca en unos moldes para recuperar una aleación entre el plomo y los metales preciosos, que al enfriarse precipitan. Al precipitado recuperado se le conoce como botón, que pasa después a un proceso conocido como copelación para separar el plomo metálico de los metales preciosos.

2.3.1.2. Extracción del metal precioso (copelación)

El proceso de separación de plomo del oro y la plata se lleva a cabo en una copela, que se introduce previamente en la mufla a una temperatura de 850 °C. Debe calentarse de 15 a 20 minutos, manteniendo la temperatura. Después, se agregan los botones en las copelas y se cierra la puerta de la mufla por aproximadamente 3 minutos para que el plomo comience a oxidarse. Pasado este tiempo, la puerta de la mufla se abre para que entre suficiente aire y comience a formarse el litargirio (óxido de plomo con estructura cristalina tetragonal) en la superficie del plomo.

La mufla debe mantenerse entre 820 °C y 850 °C; si la temperatura de la mufla es menor, no se vaporiza todo el plomo; si la temperatura de la mufla es mayor, pueden darse pérdidas del metal precioso.

2.3.1.3. Cuantificación del oro y la plata.

Al terminar el proceso de copelación, queda una aleación de oro y plata que se denomina doré. Se mide la masa del doré para tener una referencia; después, se mezcla con ácido nítrico al 25 % y se calienta ligeramente con una plancha de calentamiento, con el fin de separar la plata presente en el doré, puesto que es soluble en ácido nítrico. La solución se filtra para separar el oro y la concentración de plata se mide utilizando un espectrofotómetro de absorción atómica.

La masa de oro se determina utilizando la balanza analítica si la cantidad recuperada después de la filtración es suficiente de acuerdo con la capacidad de la balanza, de lo contrario, el oro pasa por un ataque con agua regia (HCl/HNO₃) para solubilizar el oro y determinar su concentración por medio de absorción atómica.

2.4. Espectrofotometría de absorción atómica

Absorción atómica es el proceso que ocurre cuando un átomo en estado basal absorbe energía radiante a una longitud de onda específica y es llevado a un nivel de mayor energía. Un espectro de absorción atómica consta de líneas de resonancia que son el resultado de la transición del electrón diferencial del átomo entre los niveles de energía. La longitud de onda, de la energía absorbida por un átomo, es específica para cada elemento y se puede utilizar para calcular su concentración por medio de la ley de Lambert-beer, la cual relaciona la absorbancia con la concentración de un elemento por medio de la siguiente ecuación:

$$A = \epsilon bC = -\ln\left(\frac{P}{P_0}\right) \quad [\text{Ecuación 1}]$$

Donde A es la absorbancia, ϵ es el coeficiente de absorción, b es la distancia que atraviesa la radiación por la flama, C es la concentración, P_0 es la energía radiante incidente y P es la energía radiante que no es absorbida por la muestra.

2.4.1. Preparación de la muestra para el espectrofotómetro de absorción atómica

La muestra, en estado sólido, se tritura hasta el tamaño de partícula deseado (malla 4, malla 20, malla 35 y menor a malla 35). Una cantidad determinada de la muestra pasa después por una digestión ácida para solubilizar los metales presentes. La solución, al final de la digestión, se filtra para eliminar sólidos insolubles presentes en la muestra. Por último, se toma una alícuota del filtrado para preparar una solución que se aspira con el espectrofotómetro y determinar la concentración en partes por millón del elemento de interés.

2.4.1.1. Digestión ácida

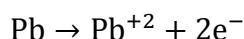
Es uno de los métodos utilizados para preparar muestras para espectrofotometría de absorción atómica. Consiste en someter a la muestra a la acción oxidante de algunos ácidos: agua regia, ácido nítrico, ácido sulfúrico o ácido fluorhídrico, a temperaturas elevadas para mejorar el efecto oxidante de los ácidos.

En este experimento se utiliza ácido nítrico al 12 % (v/v) para solubilizar el plomo presente en los desechos, producidos por la prueba del ensayo al fuego, formando nitrato de plomo (II) ($Pb(NO_3)_2$); que es soluble en medio ácido. Las reacciones que ocurren durante la digestión son las siguientes:

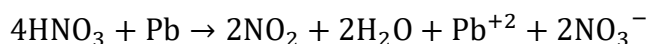
- Semireacción de reducción



- Semireacción de oxidación



- Reacción neta balanceada



2.5. Solubilidad

Cuando se dice que un compuesto es insoluble, se refiere a que solo una pequeña porción del mismo es capaz de disociarse en una cantidad determinada de solvente y a una temperatura dada.

El plomo se separa de los desechos utilizando ácido sulfúrico e hidróxido de sodio como agentes precipitantes. Ambos compuestos reaccionan con el plomo (Pb^{+2}) para formar sólidos insolubles, sulfato de plomo (II) e hidróxido de plomo (II), respectivamente. En esta forma, se puede disponer del plomo con mayor facilidad.

2.5.1. Sulfato de plomo

El equilibrio de solubilidad para el sulfato de plomo (II) se representa con la siguiente ecuación:



La constante de equilibrio de esta reacción se conoce como producto de solubilidad, K_{ps} , y se representa con la siguiente ecuación:

$$K_{ps} = [\text{Pb}^{+2}][\text{SO}_4^{-2}] \quad [\text{Ecuación 2}]$$

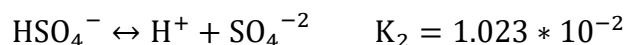
Donde:

- $[\text{Pb}^{+2}]$ = concentración molar de iones plomo (II) en solución al equilibrio
- $[\text{SO}_4^{-2}]$ = concentración molar de iones sulfato al equilibrio

La concentración de cualquier sólido poco soluble, como el PbSO_4 , es constante, es decir su actividad en el equilibrio se puede considerar igual a uno y por esta razón no aparece en el producto de solubilidad.

Para determinar la solubilidad del sulfato de plomo se deben tomar en cuenta, además del equilibrio de solubilidad de la sal, las expresiones de las constantes de los siguientes equilibrios:

- Disociación el ácido sulfúrico



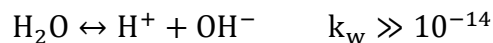
El ácido sulfúrico es un ácido diprótico, posee dos hidrógenos que pueden ser sustituido. Para la primera disociación se considera como un ácido fuerte,

puesto que la primera constante de disociación (K_1) es mucho mayor que uno. Para la segunda disociación la expresión matemática es la siguiente:

$$K_2 = \frac{[H^+][SO_4^{-2}]}{[HSO_4^-]} \quad [\text{Ecuación 3}]$$

Donde:

- $[H^+]$ = concentración molar de iones hidronio al equilibrio
 - $[SO_4^{-2}]$ = concentración molar de iones sulfato al equilibrio
 - $[HSO_4^-]$ = concentración molar de iones de bisulfato al equilibrio
-
- Disociación del agua



La constante de equilibrio de la disociación del agua se representa con la siguiente ecuación:

$$K_w = [H^+][OH^-] \quad [\text{Ecuación 4}]$$

Donde:

- $[H^+]$ = concentración molar de iones hidronio al equilibrio
- $[OH^-]$ = concentración molar de iones hidroxilo al equilibrio

Además de las constantes de equilibrio antes mencionadas, se debe realizar un balance de masa y un balance de carga de las especies presentes en el equilibrio.

- Balance de masa

Se realiza un balance de masa con respecto a la concentración inicial de ácido sulfúrico (C_a). Tomando en cuenta las especies que poseen al ion sulfato (SO_4^{-2}), que son: ion bisulfato y ion sulfato. El ácido sulfúrico no se toma en cuenta puesto que, al ser la primera constante de equilibrio mucho mayor a uno, al alcanzar el equilibrio todo el ácido sulfúrico se separa en las demás especies. El balance de masa se representa con la siguiente ecuación:

$$C_a = [HSO_4^-] + [SO_4^{-2}] \quad \text{[Ecuación 5]}$$

- Balance de carga

Para el balance de carga se deben tomar en cuenta todos los iones presentes al alcanzar el equilibrio. Por lo que se debe incluir la concentración de iones nitrato que se forman después de la digestión con ácido nítrico, a pesar de que no intervienen en la formación de sulfato de plomo (II). El balance de carga se representa con la siguiente ecuación:

$$[Pb^{+2}] + [H^+] = [NO_3^-] + [HSO_4^-] + 2[SO_4^{-2}] + [OH^-] \quad \text{[Ecuación 6]}$$

2.5.1.1. Resolución del sistema de ecuaciones

Se tiene un sistema de 5 ecuaciones y 5 incógnitas: $[Pb^{+2}]$, $[H^+]$, $[HSO_4^-]$, $[SO_4^{-2}]$, $[OH^-]$. La concentración inicial de ácido sulfúrico, C_a , es de 1,08 M y la concentración de iones nitrato, $[NO_3^-]$, es de 1,32 M. El producto de solubilidad del sulfato de plomo, la segunda constante de disociación del ácido sulfúrico y la constante de disociación del agua, son datos conocidos. El sistema de

ecuaciones se resolvió utilizando el programa Wolfram Mathematica 11.0, los resultados obtenidos se muestran en la tabla I.

La concentración molar de plomo en solución, después de la precipitación, es de $5,83 \cdot 10^{-7}$ M, que es equivalente a 0,12 ppm. Lo cual indica que solo una pequeña parte del plomo en los desechos permanecerá en solución, mientras el resto se recupera como sulfato de plomo (II). Además, se demuestra que a pesar de tener una alta concentración de iones hidronio, el equilibrio favorece la formación del precipitado y no la hidrólisis del ion sulfato.

Tabla I. **Concentración molar de las especies presentes en el equilibrio**

Especie en el equilibrio	Concentración (M)
$[Pb^{+2}]$	$5,83 \cdot 10^{-7}$
$[H^+]$	2,44
$[HSO_4^-]$	1,04
$[SO_4^{-2}]$	$4,34 \cdot 10^{-2}$
$[OH^-]$	$4,09 \cdot 10^{-14}$

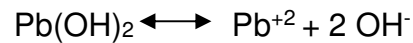
Fuente: elaboración propia.

2.5.2. Hidróxido de plomo (II)

En el proceso de digestión realizado para solubilizar el plomo en los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, para análisis de oro y plata, utiliza ácido nítrico para formar nitrato de plomo (II). Cuando se agrega una solución de hidróxido de sodio a una solución de nitrato de plomo, se forma un compuesto equimolar de hidróxido y nitrato de plomo. Mientras aumenta el pH de la solución, el compuesto cambia su relación a 5 moles de hidróxido de plomo

por mol de nitrato de plomo. Para eliminar totalmente el nitrato de plomo la solución debe alcanzar un pH 12.

El equilibrio de solubilidad para el hidróxido de plomo se representa con la siguiente ecuación:



El producto de solubilidad para el hidróxido de plomo (II) es:

$$K_{ps} = [\text{Pb}^{+2}][\text{OH}^-]^2 \quad [\text{Ecuación 7}]$$

Con base en la ecuación del K_{ps} del hidróxido de plomo (II), se puede observar que mientras mayor sea el pH de la solución, menor debe ser la cantidad de plomo disuelto como Pb^{+2} . Esto significa que, a mayor pH, mayor será la cantidad de hidróxido de plomo (II) que precipite.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

- Tamaño de partícula de los desechos
 - Malla 4
 - Malla 20
 - Malla 35
 - Menor a malla 35

- Temperatura de la digestión
 - 25 °C
 - 65 °C
 - 85 °C.

- Agente precipitante
 - Ácido sulfúrico
 - Hidróxido de sodio

3.2. Delimitación del campo de estudio

La investigación se centra en establecer un procedimiento para el tratamiento de los desechos de plomo que se generan al llevar a cabo el método del ensayo al fuego para la determinación de oro y plata, en el Laboratorio de Minerales del Ministerio de Energía y Minas, del Gobierno de Guatemala.

3.3. Recurso humano disponible

- Investigador: Luis Emilio Linares Quezada
- Asesor: ingeniero químico Byron Obed Rosales Salguero

3.4. Recursos materiales disponibles

- Desechos a tratar
- Equipo
- Cristalería y equipo complementario
- Reactivos

3.4.1. Desechos a tratar

- Vasos donde se lleva a cabo la fundición
- Escoria
- Copelas

3.4.2. Equipo

- Molino de mandíbulas
- Molino de rodillos
- Molino de discos
- Tamices
- Campana de extracción
- Espectrofotómetro de absorción atómica
- Balanza analítica
- Plancha de calentamiento

3.4.3. Cristalería y equipo complementario

- Beacker
- Balón aforado
- Vidrio de reloj
- Embudo
- Papel filtro
- Probeta
- Crisol
- Micropipeta
- Pipeta serológica
- Termómetro

3.4.4. Reactivos

- Ácido clorhídrico
- Ácido nítrico
- Ácido sulfúrico
- Hidróxido de sodio

3.5. Técnica cuantitativa

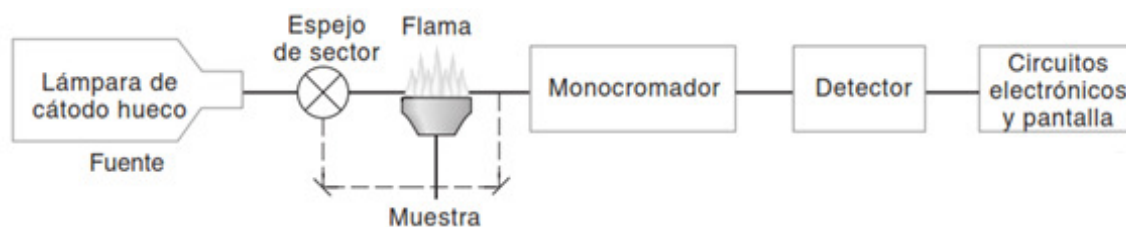
La espectrofotometría de absorción atómica es una técnica para cuantificar elementos de acuerdo con la longitud de onda característica de cada uno. Esta técnica se utilizará para determinar la concentración total de plomo en los desechos y en dos puntos críticos del proceso de eliminación de plomo, después de la digestión con ácido nítrico y después de la precipitación como sulfato de plomo (II) o hidróxido de plomo (II).

3.5.1. Principio

La solución de la muestra se aspira y se introduce en una flama, el elemento en la muestra se convierte en vapor atómico. De esta manera, la flama contiene átomos del elemento; algunos son excitados por la temperatura de la flama, pero casi todos permanecen en estado fundamental. Estos átomos en estado fundamental pueden absorber radiación de determinada longitud de onda producida en una fuente especial que contenga a ese mismo elemento. Las longitudes de onda de la radiación emitida por la fuente son las mismas que absorben los átomos en la flama.

La absorción atómica obedece la ley de Beer. Esto es, la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de vapor atómico en la flama, y esta a su vez directamente proporcional a la concentración del analito en la solución que se aspira. En la figura 1 se ve el esquema de un espectrofotómetro de absorción atómica. La fuente envía un haz que se alterna en dos trayectorias, a través de la flama (vapor atómico) y otra que no atraviesa la flama. En el detector se mide esta alternancia para determinar la concentración del analito. Y por último se muestran el resultado en partes por millón del elemento, que corresponde a la lámpara de cátodo hueco utilizada.

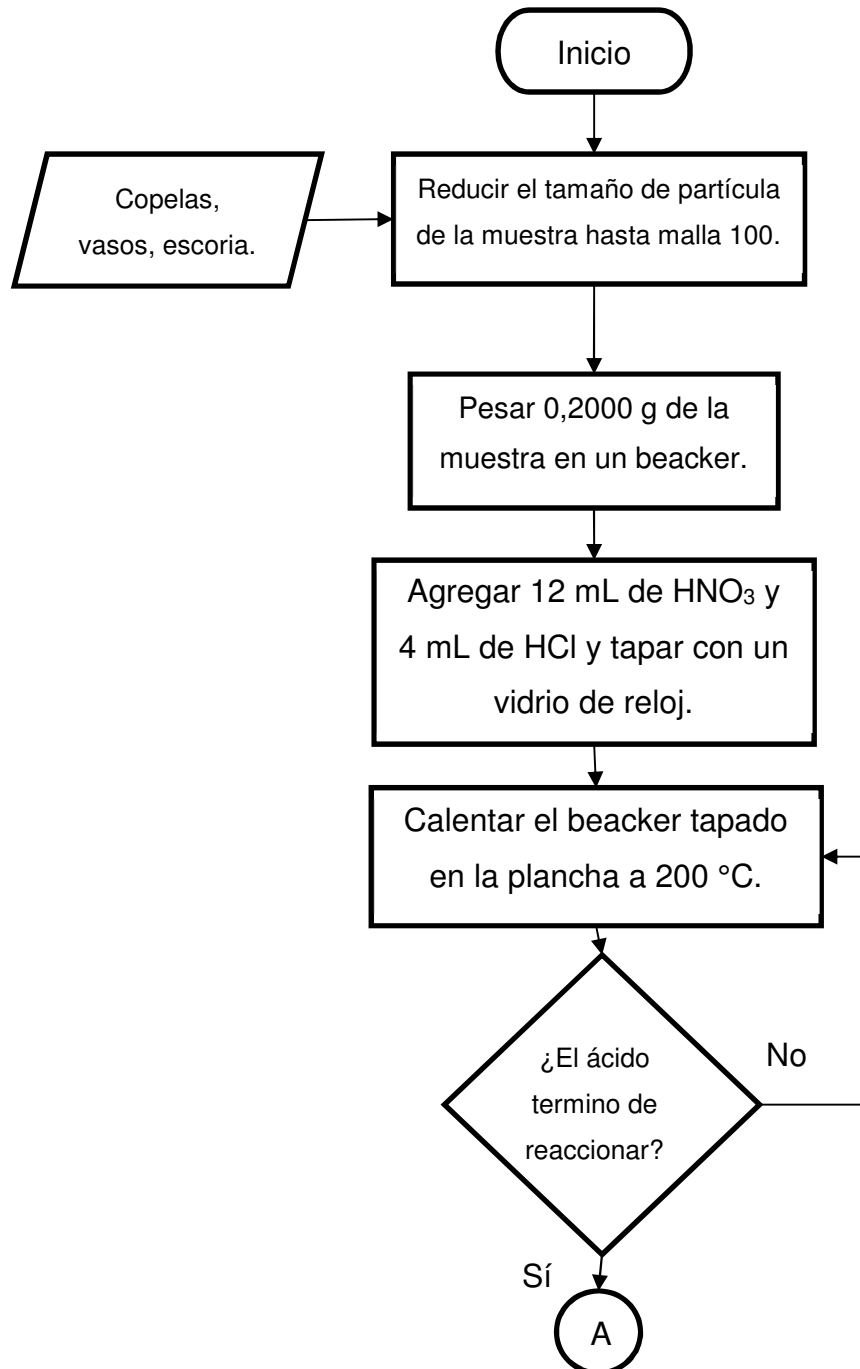
Figura 1. **Diagrama de un espectrofotómetro de absorción atómica**



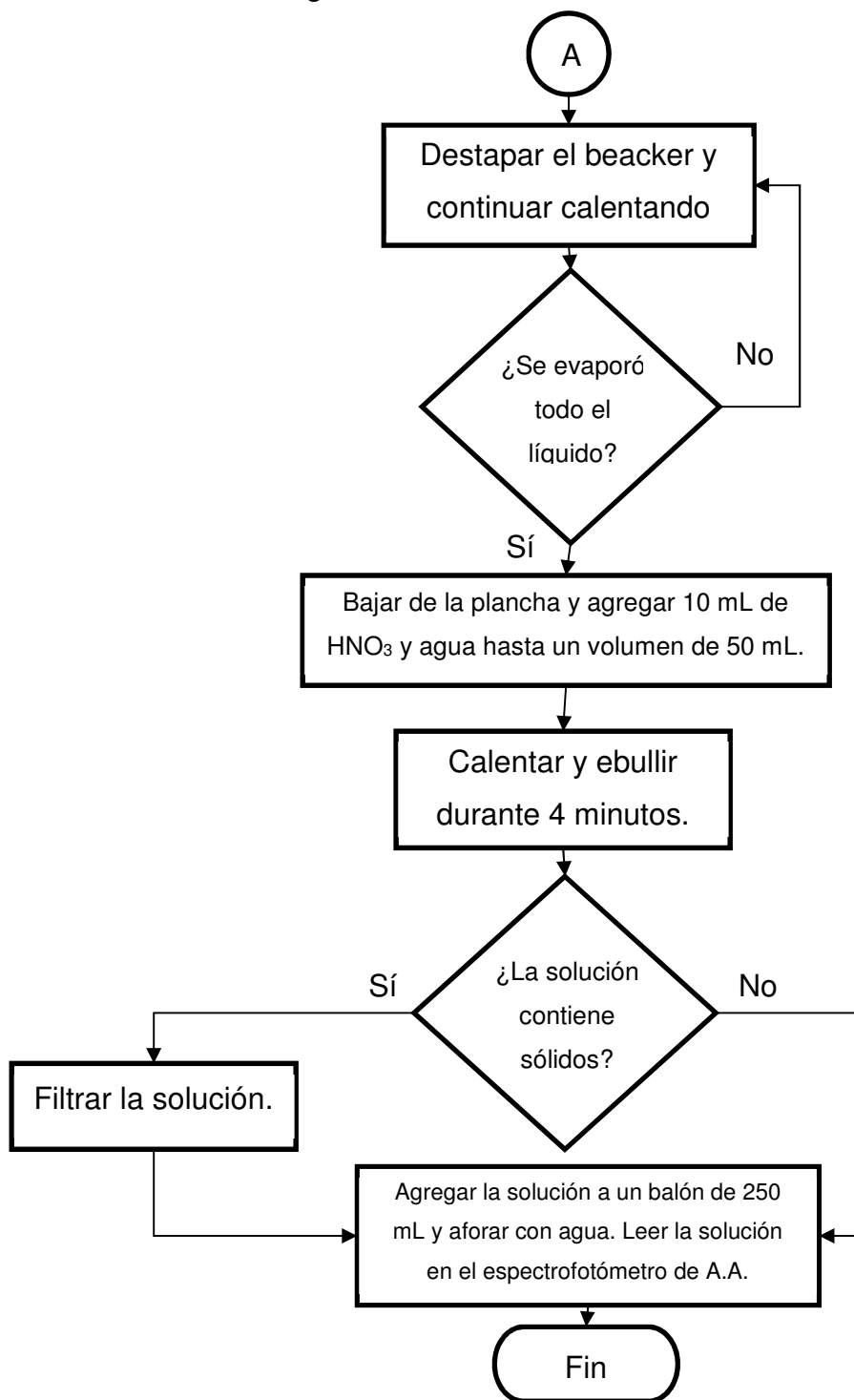
Fuente: CHRISTIAN, Gary D. *Química analítica*. p. 525.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

Figura 2. **Determinación de la concentración total de plomo en los desechos**



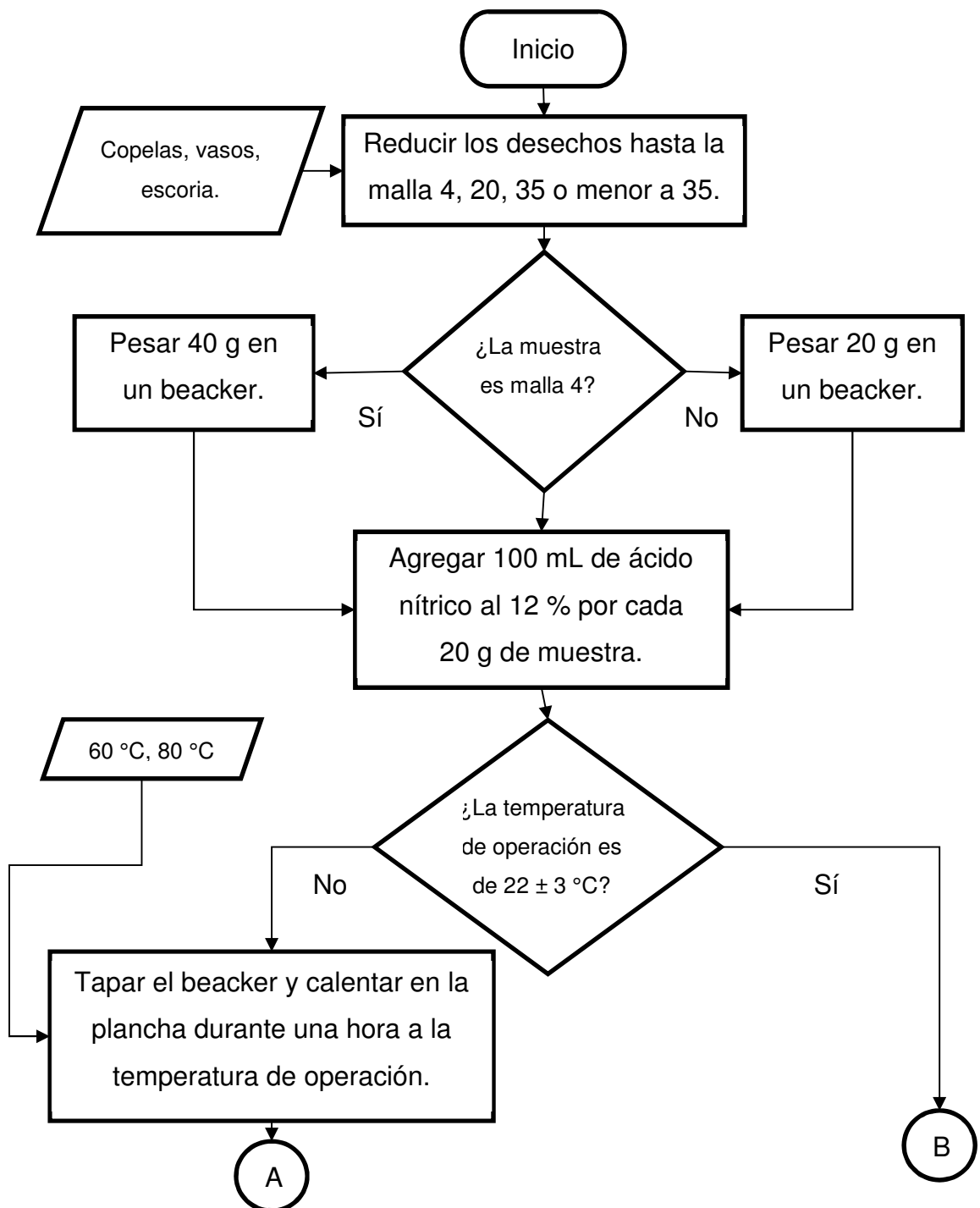
Continuación de la figura 2.



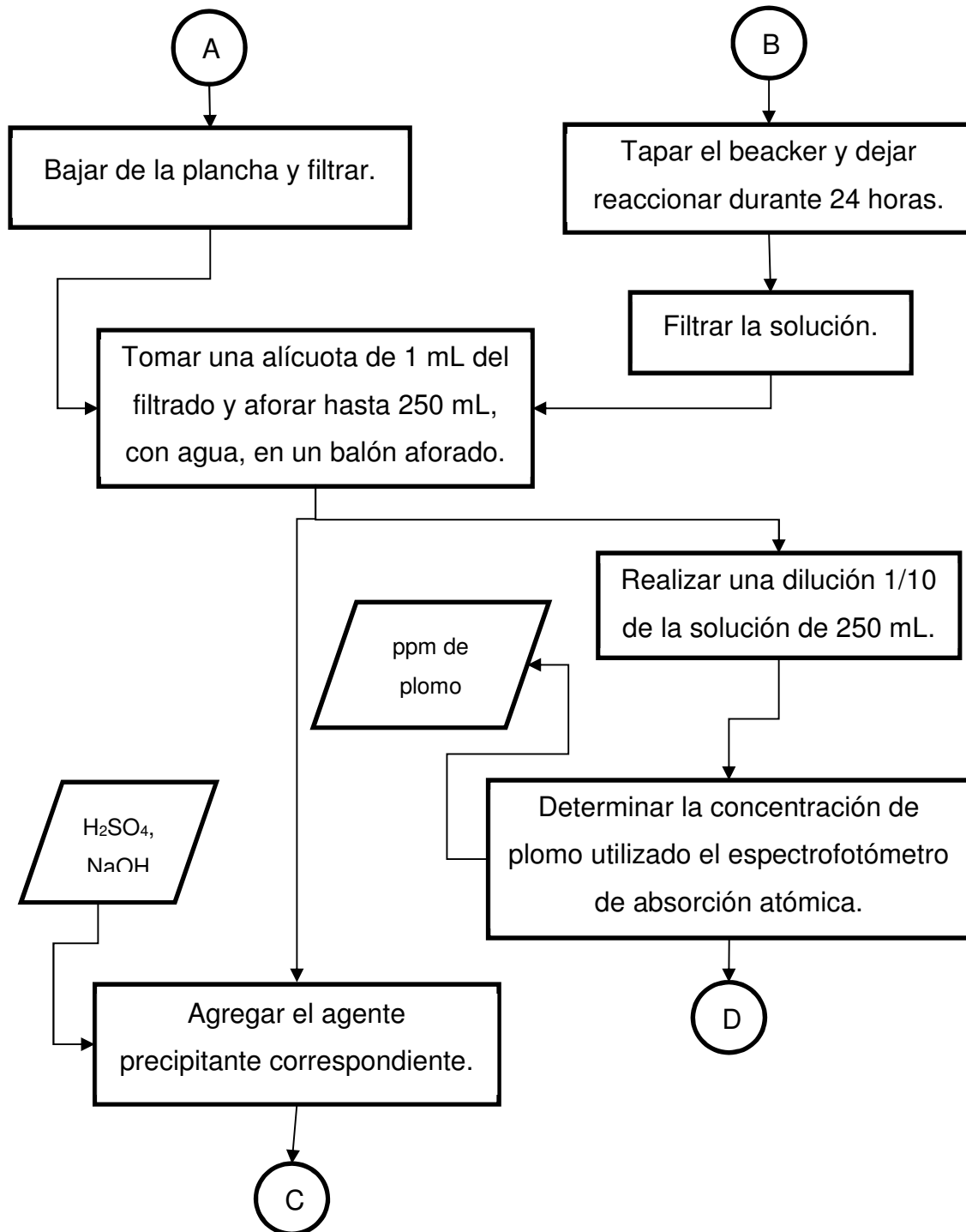
Fuente: elaboración propia.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

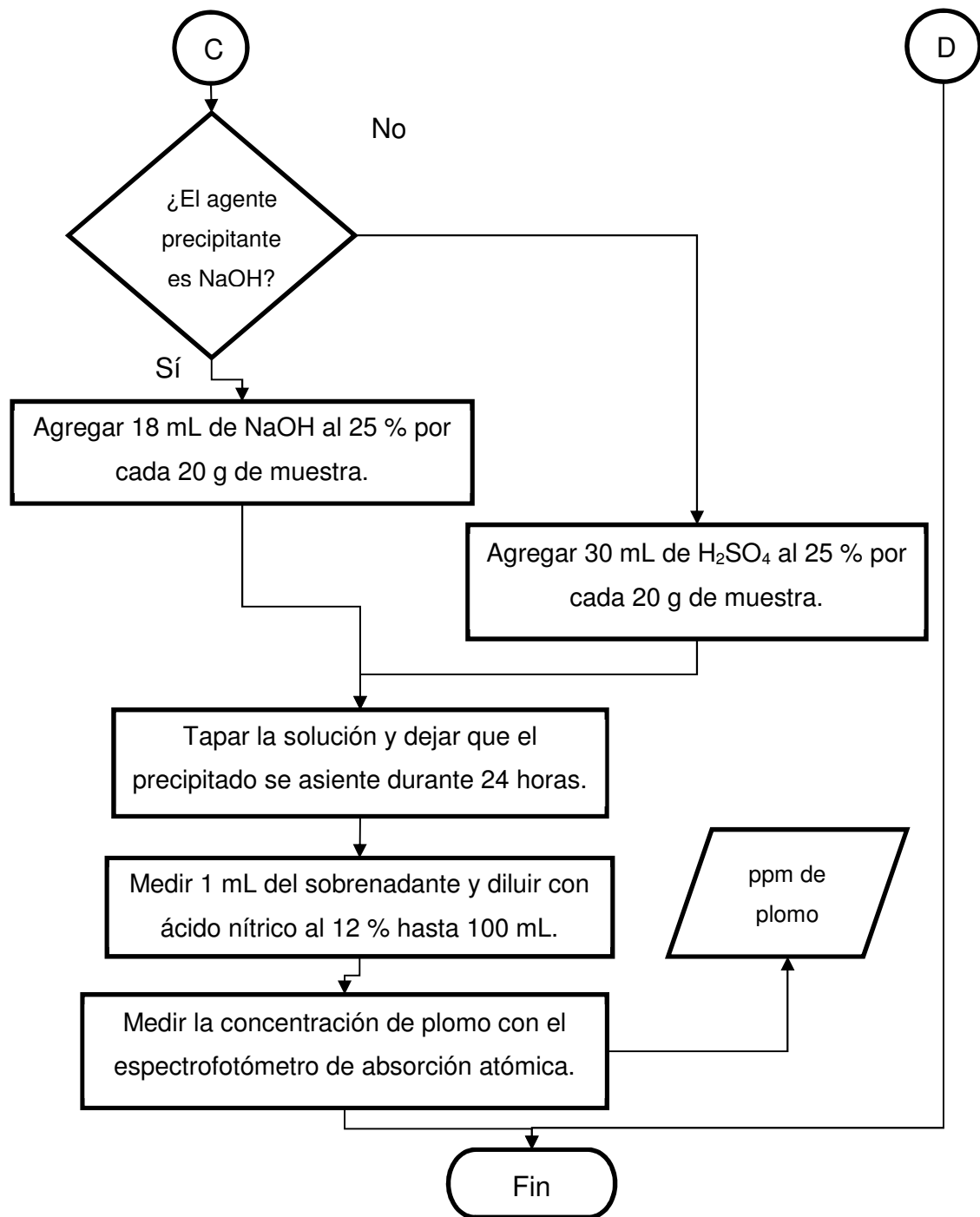
Figura 3. Procedimiento para la recuperación de plomo



Continuación de la figura 3.



Continuación de la figura 3.



Fuente: elaboración propia.

3.8. Análisis estadístico

Se realizó un análisis de varianzas (ANOVA) para determinar si existe diferencia significativa en el porcentaje de recuperación de plomo después de la digestión, al variar la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos. Para realizar el ANOVA se utilizó el software estadístico InfoStat.

3.8.1. Análisis de varianzas (ANOVA)

El análisis de varianzas es un método estadístico que se utiliza para determinar el efecto que tienen una o más variables sobre algún resultado específico. Para este experimento, las variables son la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos; el resultado es el porcentaje de recuperación de plomo. Por medio del ANOVA se puede determinar si el porcentaje de recuperación de plomo depende o no de la temperatura de digestión y del tamaño de partícula de los desechos.

Se van a utilizar tres temperaturas de digestión, cuatro tamaños de partícula diferentes para los desechos y cuatro repeticiones para cada combinación entre las variables para determinar con cuál combinación se obtiene el mayor porcentaje de recuperación de plomo (como se muestra en la tabla II).

3.8.1.1. Media aritmética

Se calcula el promedio de las cuatro repeticiones, el promedio para cada valor de las variables y el promedio total del porcentaje de recuperación de plomo.

$$\bar{X} = \frac{\sum_{k=1}^n X_k}{n} \quad [\text{Ecuación 8}]$$

Donde:

- \bar{X} = valor promedio
- x_k = valor k-esimo
- n = número de datos

3.8.1.2. Suma de cuadrados total

La suma de cuadrados total, STC, es una medida de la variabilidad de los datos. Se calcula con la siguiente ecuación:

$$STC = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (x_{ijk} - \bar{X}_{...})^2 \quad [\text{Ecuación 9}]$$

Donde:

- STC = suma de cuadrados total
- x_{ijk} = porcentaje de recuperación de plomo
- $\bar{X}_{...}$ = promedio total del porcentaje de recuperación de plomo

El análisis de varianza se basa en la comparación de las partes que componen la suma de cuadrados total. La STC, para un modelo de efectos fijos de dos factores, se puede descomponer de la siguiente manera:

$$STC = SCA + SCB + SCAB + SCE \quad [\text{Ecuación 10}]$$

Donde:

- STC = suma de cuadrados total
- SCA = suma de cuadrados debida a la temperatura de digestión
- SCB = suma de cuadrados debida al tamaño de partícula de los desechos
- SCAB = suma de cuadrados debida a la interacción entre A y B
- SCE = suma de cuadrados debida al error

3.8.1.2.1. Suma de cuadrados debida a la temperatura de digestión (SCA)

Describe la variabilidad en el porcentaje de recuperación de plomo entre las temperaturas de digestión a utilizar (25 °C, 65 °C, 85 °C). Se calcula de la siguiente forma:

$$SCA = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (\bar{X}_{i..} - \bar{X}_{...})^2 \quad [\text{Ecuación 11}]$$

Donde:

- SCA = suma de cuadrados debida a la temperatura de digestión
- $\bar{X}_{i..}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada temperatura de digestión
- $\bar{X}_{...}$ = promedio total del porcentaje de recuperación de plomo

3.8.1.2.2. Suma de cuadrados debida al tamaño de partícula de los desechos (SCB)

Describe la variabilidad en el porcentaje de recuperación de plomo entre los tamaños de partícula a utilizar (malla 4, malla 20, malla 35, menor a malla 35). Se calcula de la siguiente forma:

$$SCB = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (\bar{X}_{j.} - \bar{X}_{...})^2 \quad [\text{Ecuación 12}]$$

Donde:

- SCB = suma de cuadrados debida al tamaño de partícula de los desechos
- $\bar{X}_{j.}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo, para cada tamaño de partícula
- $\bar{X}_{...}$ = promedio total del porcentaje de recuperación de plomo

3.8.1.2.3. Suma de cuadrados debida a la interacción entre las variables (SCAB)

Describe la variabilidad en el porcentaje de recuperación de plomo dentro de los tratamientos. Se calcula de la siguiente forma:

$$SCAB = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (\bar{X}_{ij.} - \bar{X}_{i.} - \bar{X}_{.j.} + \bar{X}_{...})^2 \quad [\text{Ecuación 13}]$$

Donde:

- SCAB = suma de cuadrados debida a la interacción entre la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos
- \bar{X}_{ij} = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada combinación entre la temperatura y el tamaño de partícula
- $\bar{X}_{i..}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada temperatura de digestión
- $\bar{X}_{.j}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada tamaño de partícula
- $\bar{X}_{...}$ = promedio total del porcentaje de recuperación de plomo

3.8.1.2.4. Suma de cuadrados debida al error (SCE)

Describe la variabilidad total debida a las cuatro repeticiones realizadas para cada combinación de las variables: temperatura de digestión y tamaño de partícula. Se calcula de la siguiente forma:

$$SCE = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (x_{ijk} - \bar{X}_{ij})^2 \quad [\text{Ecuación 14}]$$

Donde:

- SCAB = suma de cuadrados debida a la interacción entre la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos
- \bar{X}_{ij} = promedio del porcentaje de recuperación de plomo de la interacción entre la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos

- $\bar{X}_{i..}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada temperatura de digestión
- $\bar{X}_{.j.}$ = promedio del porcentaje de recuperación de plomo para cada tamaño de partícula
- $\bar{X}_{...}$ = promedio total del porcentaje de recuperación de plomo

3.8.1.2.5. Varianza (cuadrado de la media, CM)

La varianza, o cuadrado de la media, representa el promedio de las desviaciones respecto a la media, de cada una de las observaciones realizadas en un experimento. Se calcula de la siguiente manera:

$$CM = \frac{SC}{gl} \quad [\text{Ecuación 15}]$$

Donde:

- CM = cuadrado de medias
- SC = suma de cuadrados
- gl = grados de libertad

Nota: Se utiliza la misma ecuación para calcular el cuadrado de medias para la temperatura, tamaño de partícula, la interacción entre las dos variables y el error.

3.8.1.2.6. Valor estadístico de prueba (F)

El valor estadístico de prueba (F) determina si se rechaza o se acepta la hipótesis nula. Se calcula con la siguiente ecuación:

$$F = \frac{CM}{CME} \quad [\text{Ecuación 16}]$$

Donde:

- F = valor estadístico de prueba
- CM = cuadrado de medias
- CME = cuadrado de medias de error

Nota: Se utiliza la misma ecuación para calcular el estadístico de prueba para la temperatura, tamaño de partícula y la interacción entre las dos variables.

3.8.1.2.7. Valor P

El valor P es el nivel de significancia más pequeño al cual se rechaza la hipótesis nula. Una vez calculado el valor P, se compara con el valor de significancia establecido (α).

- Si $P \leq \alpha$, se rechaza la hipótesis nula
- Si $P > \alpha$, no se rechaza la hipótesis nula

Para el caso específico de este experimento, el valor P se calculó por medio del software estadístico InfoStat.

3.8.2. Número óptimo de repeticiones

Para determinar el número de repeticiones se tomará un valor de confiabilidad del 90 %, que implica un valor de $\alpha = 0,1$. El valor $Z_{\alpha/2} = 1,3222$ se obtiene de la distribución normal. El error estimado para las mediciones es de 0,20.

$$k = \frac{Z_{\alpha/2}^2 * p * q}{e^2}$$

Donde:

- $Z_{\alpha/2}$ = Nivel de confianza deseado en las mediciones.
- p = Probabilidad de éxito.
- q = Probabilidad de fracaso.
- e = Error experimental estimado.

$$k = \frac{1,3222^2 * 0,90 * 0,10}{0,20^2}$$

$$k = 3,933 \approx 4$$

Se deben realizar como mínimo 4 repeticiones para tener una probabilidad de éxito del 90 % en el experimento.

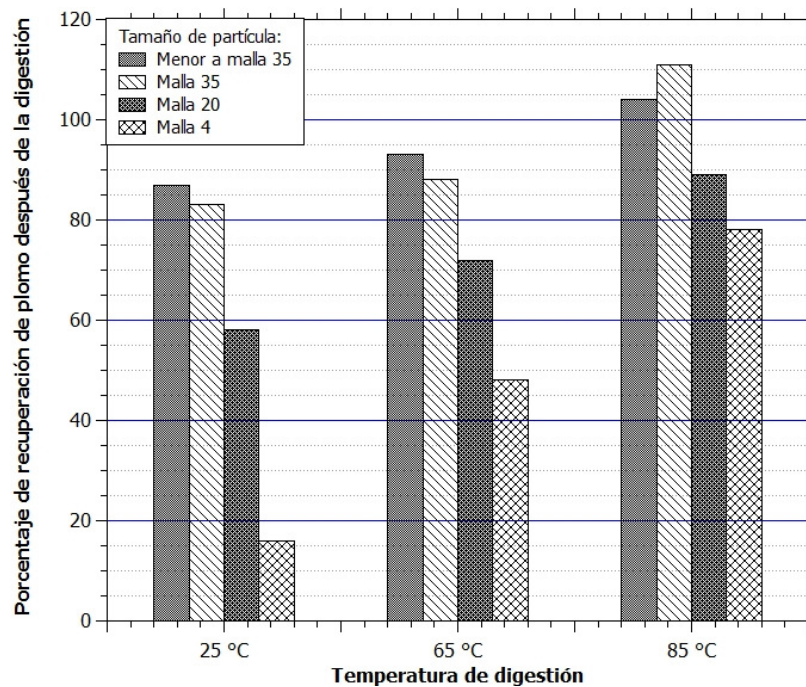
4. RESULTADOS

Tabla II. Concentración promedio del total de plomo en los desechos

Repetición	%m/m
1	(14,27 ± 0,93) %
2	(13,81 ± 0,29) %
3	(13,81 ± 0,43) %
4	(14,54 ± 0,62) %
Promedio	(14,11 ± 0,36) %

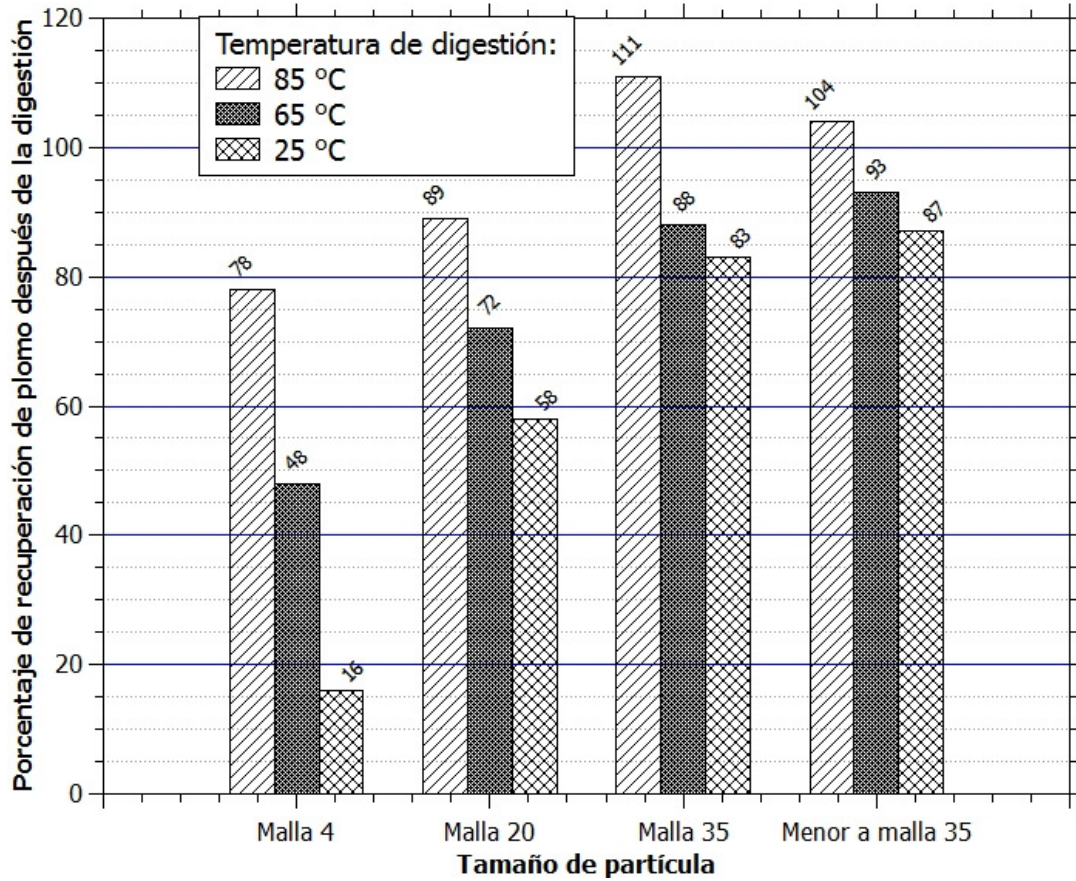
Fuente: elaboración propia.

Figura 4. Efecto del tamaño de partícula en el porcentaje de recuperación de plomo después de la digestión



Fuente: elaboración propia.

Figura 5. **Efecto de la temperatura en el porcentaje de recuperación de plomo después la digestión**



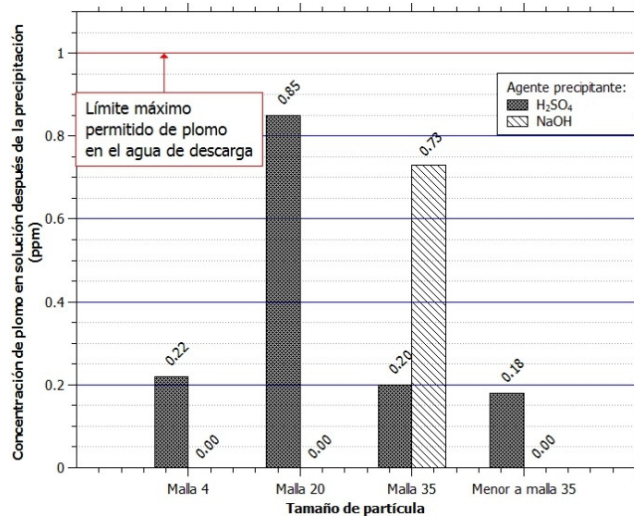
Fuente: elaboración propia.

Tabla III. **Análisis de varianzas de la concentración de plomo en solución después de la digestión ($\alpha = 0,05$)**

Fuentes de variación	SC	GL	CM	F	p-valor
Temperatura de digestión	9675,42	2	4837,71	53,24	< 0,0001
Tamaño de partícula	17835,25	3	5945,08	65,43	< 0,0001
Temp.*Tamaño de partícula	2352,04	6	392,01	4,31	0.0022

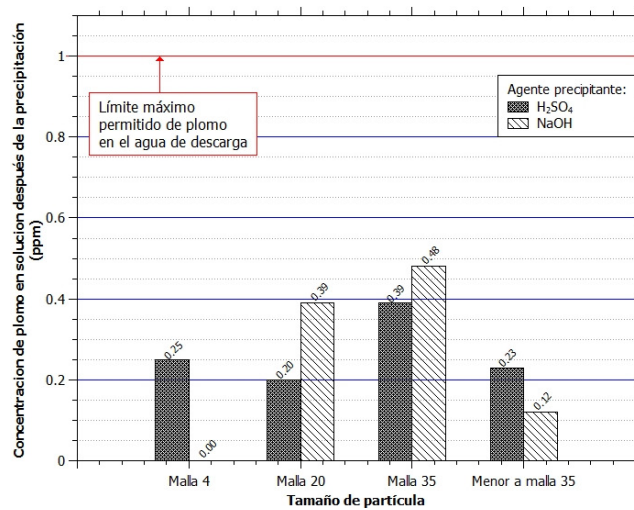
Fuente: elaboración propia.

Figura 6. **Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 25 °C)**



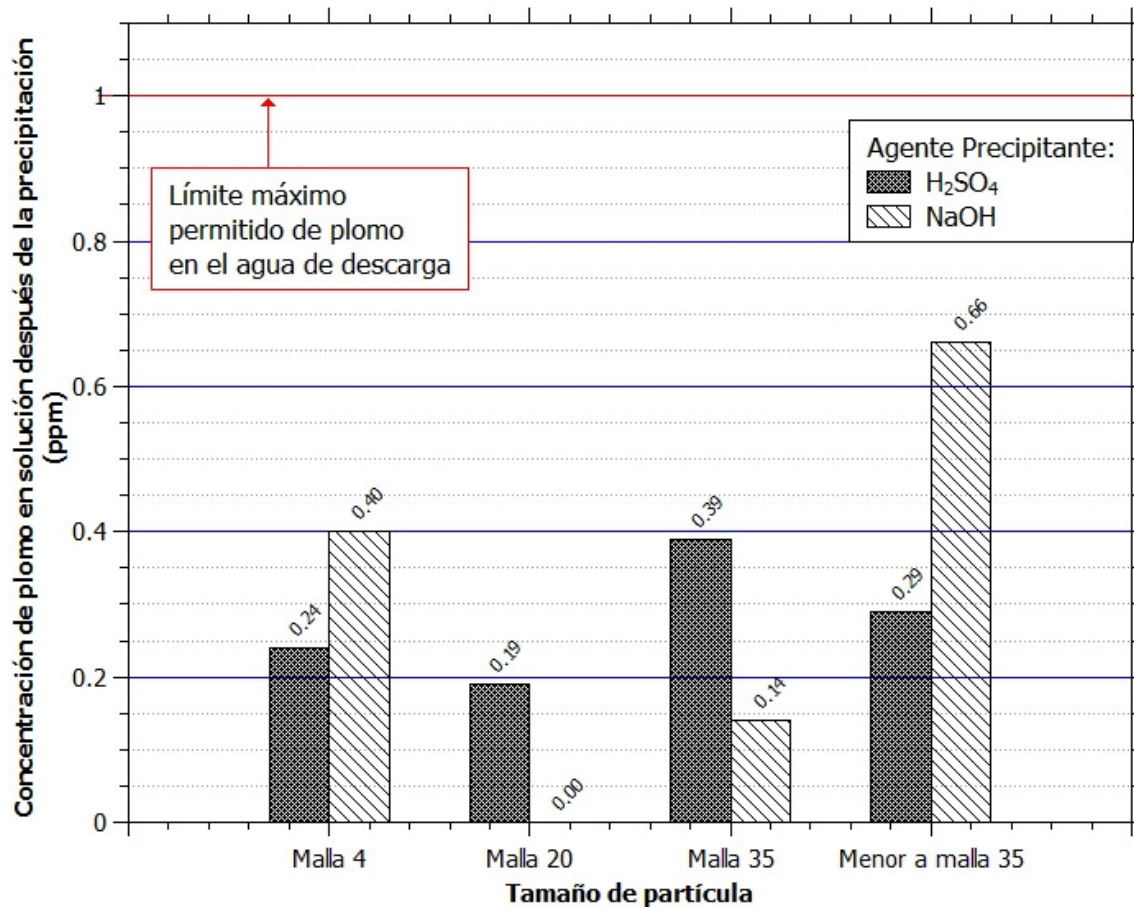
Fuente: elaboración propia.

Figura 7. **Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 65 °C)**



Fuente: elaboración propia.

Figura 8. **Concentración de plomo en solución después de la precipitación (temperatura de digestión 85 °C)**



Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

La concentración total de plomo en los desechos, producidos por el método de ensayo al fuego para el análisis de oro y plata, se determinó para tener una referencia de la cantidad total de plomo presente en los mismos. Con base en esta cantidad se calculó el porcentaje de recuperación de plomo en solución después de la digestión a diferentes temperaturas.

Para determinar esta concentración, una parte de los desechos se trituró hasta la malla 100 y se tomaron cuatro muestras. Llevar la muestra a este tamaño de partícula es necesario para tener una referencia confiable de la cantidad total de plomo presente en los desechos, puesto que aumenta el área contacto entre el sólido y el agua regia, utilizado para la digestión. Por último, se utilizó un espectrofotómetro de absorción atómica para medir la concentración de plomo disuelto.

Según el Code of Federal Regulations, del Environmental Protection Agency (EPA), de los Estados Unidos de América, un polvo contaminado con plomo se considera riesgoso para la salud a una concentración igual o mayor al 0,5 % en masa. En la tabla II se muestra que la concentración total promedio de plomo en los desechos es de 14,11 % en masa de plomo. Esta concentración es considerablemente mayor a la establecida por la EPA, lo que hace necesario diseñar un método para separar el plomo y disponer adecuadamente de los desechos.

Para lograr la separación del plomo de los desechos, se realizó una digestión con ácido nítrico al 12 % (%V/V) a tres diferentes temperaturas (25 °C,

65 °C y 85 °C) y los desechos triturados a cuatro diferentes tamaños de partícula (malla 4, 20, 35 y menor a malla a 35). En las figuras 4 y 5, se hace la comparación entre los porcentajes de recuperación de plomo después de la digestión y se determinó que a 80 °C y con los tamaños de partícula de malla 35 y malla menor a 35 se obtuvo la mayor recuperación.

En la figura 4 se muestra la comparación entre los porcentajes de recuperación de plomo a diferentes tamaños de partícula. Se puede observar que, para las temperaturas de digestión de 25 °C y 65 °C, el porcentaje de recuperación es mayor con el tamaño de partícula más pequeño (menor a malla 35). Sin embargo, se debe hacer notar que con la malla 35 se obtuvieron porcentajes de recuperación cercanos a los valores obtenidos para el tamaño de partícula más pequeño. Esto muestra que es suficiente llevar los desechos hasta la malla 35 para obtener un porcentaje de recuperación considerablemente alto, además, esto implica que el operario tendrá contacto directo con los desechos durante menos tiempo en el proceso de trituración de los desechos.

Para el caso de la temperatura de digestión de 85 °C se obtuvo una mayor recuperación con la malla 35 que con la menor a malla 35 además, los porcentajes de recuperación obtenidos con estos dos tamaños de partícula superan el 100 %. Este comportamiento se debe a la distribución heterogénea del plomo en los desechos. La mayor cantidad del plomo que se utiliza en el ensayo al fuego, se encuentra contenido en las copelas e incluso en las copelas el plomo no está distribuido de manera uniforme.

En la figura 5 se muestra la comparación entre los porcentajes de recuperación de plomo a las diferentes temperaturas de digestión, se puede observar un comportamiento similar para los cuatro tamaños de partícula. Se obtuvo una mayor recuperación de plomo a la temperatura de 85 °C y para las

otras dos temperaturas se obtuvieron rendimientos bajos, en comparación con los obtenidos a 85 °C.

Para determinar si existe diferencia significativa entre los porcentajes de recuperación de plomo después de la digestión, se realizó un análisis de varianzas (ANOVA).

Los resultados del ANOVA se muestran en la tabla III. Las fuentes de variación son las variables que se manejaron en el procedimiento y la interacción entre estas: la temperatura de digestión y el tamaño de partícula. La suma de cuadrados (SC), grados de libertad (GL), cuadrado de las medias (CM) y el valor estadístico de prueba (F), son datos que se utilizan para determinar el valor de significancia observado (p-valor), para cada fuente de variación. El p-valor se compara con un valor de significancia establecido, α (alfa), para determinar si se acepta o rechaza la hipótesis nula.

Primero se compara el p-valor de la interacción entre las variables, que es equivalente a 0,0022 (tabla III). Como es menor al valor de significancia α (0,05), entonces la hipótesis nula se rechaza y se concluye que el porcentaje de recuperación de plomo se ve afectado por la temperatura de digestión y el tamaño de partícula de los desechos. El mismo caso se da con el p-valor que corresponde a la temperatura de digestión y del tamaño de partícula de los desechos. Como se puede observar en las figuras 2 y 3, a mayor temperatura y menor tamaño de partícula, se recupera más plomo.

Después de la digestión, el plomo solubilizado se precipita utilizando ácido sulfúrico e hidróxido de sodio, para formar sulfato de plomo (II) e hidróxido de plomo (II), respectivamente. Las soluciones se dejaron reposar durante 12 horas antes de ser filtradas para que el precipitado se asentara y se pudiera tomar una

muestra del sobrenadante que se utilizó para determinar la concentración de plomo que quedó en solución después de la precipitación.

El Acuerdo Gubernativo 236-2006, de disposición de aguas residuales, establece un límite máximo permitido de 1 ppm de plomo en el agua de descarga hacia el alcantarillado público. En las figuras 6, 7 y 8 se muestran, de color verde, las concentraciones de plomo en los sobrenadantes después de la precipitación con ácido sulfúrico y de color azul, las concentraciones de plomo en los sobrenadantes después de la precipitación con hidróxido de sodio, para las muestras trabajadas a 25 °C, 65 °C y 85 °C respectivamente. Se puede observar que, en todos los casos, la concentración está por debajo 1 ppm; además, en algunos de los casos en que se utilizó hidróxido de sodio, el resultado del sobrenadante en el espectrofotómetro fue no detectable. Estos resultados demuestran que sin importar cuál de los dos agentes precipitantes se utilice, ambos remueven la cantidad de plomo necesaria para poder disponer del filtrado en el drenaje, el hidróxido de sodio es el más efectivo en la mayoría de los casos.

CONCLUSIONES

1. Para este experimento, se determinó que la concentración total de plomo presente en los desechos es de 14,11 % en masa.
2. Al disminuir el tamaño de partícula de los desechos se obtiene mayor recuperación de plomo en solución después de la digestión.
3. A una mayor temperatura de digestión se obtiene mayor recuperación de plomo en solución.
4. Tanto el ácido sulfúrico como el hidróxido de sodio eliminan de forma efectiva el plomo en solución.
5. Con el hidróxido de sodio se logra una remoción, del plomo en solución, más efectiva que con el ácido sulfúrico.
6. La concentración de plomo en solución después de la precipitación es menor al límite máximo permitido, establecido en el Acuerdo Gubernativo 236-2006 para ambos agentes precipitantes.

RECOMENDACIONES

1. La precipitación con hidróxido de sodio produce una gran cantidad de un sólido amarillento, si se cuenta con suficiente espacio para almacenar el precipitado de plomo, es mejor utilizar el hidróxido de sodio como agente precipitante. Por el contrario, con el ácido sulfúrico se obtiene una pequeña cantidad de precipitado (PbSO_4), el cual es más fácil de almacenar.
2. Para tener control del proceso, se debe medir la concentración de plomo en solución después de la digestión y después de la precipitación.
3. El hidróxido de plomo (II), formado de la precipitación con hidróxido de sodio, se puede deshidratar para formar óxido de plomo (II), que es utilizado como colector en la prueba de ensayo al fuego.

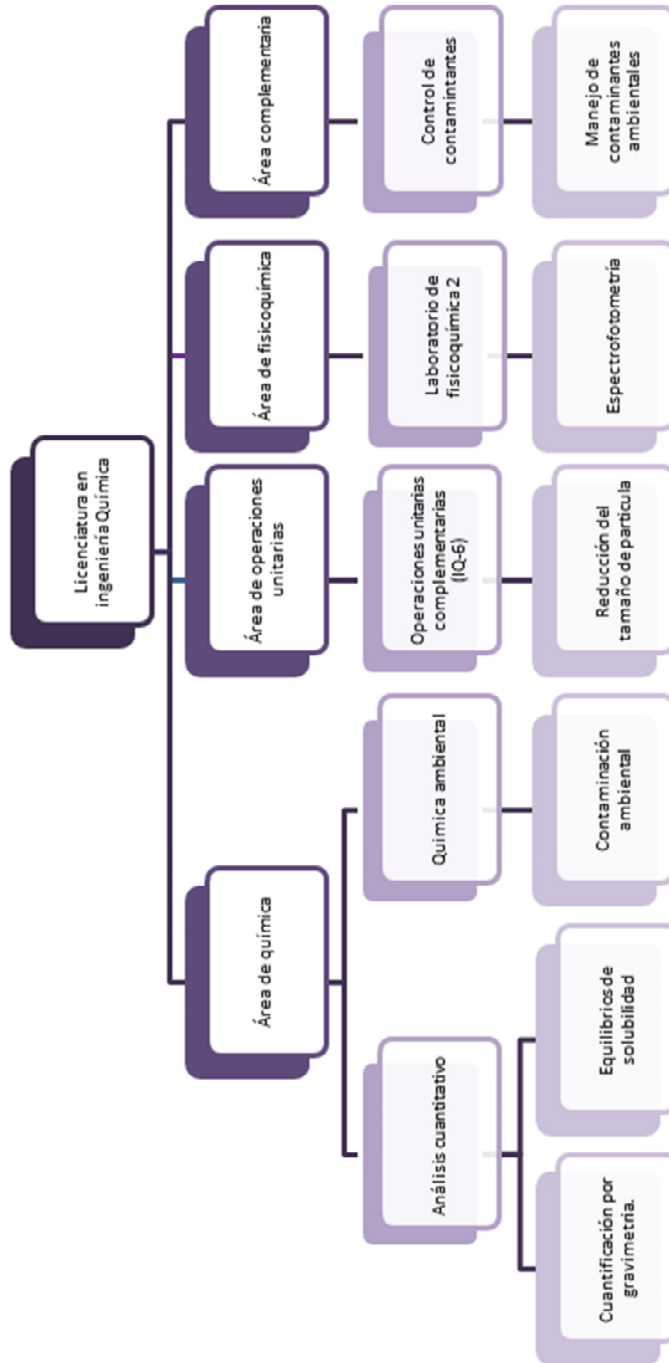
BIBLIOGRAFÍA

1. CHRISTIAN, Gary D. *Química analítica*. 6ª ed. México: McGraw-Hill, 2009. 858 p.
2. DEAN, John A. *Lange's handbook of chemistry*. 15ª ed. Nueva York: McGraw-Hill, 1998. 1424 p.
3. DEVORE, Jay L. *Probabilidad y estadística para ingeniería y ciencias*. 7ª ed. México: Cengage Learning, 2008. 742 p.
4. Mayco Industries, Inc. *Ficha de datos de seguridad – plomo*. [en línea]. <http://saicm.cnpml.org.sv/SAICM/public/documetos/HojasDeSeguridad/Hoja_de_Seguridad_del_Plomo.pdf>. [Consulta: 4 de mayo de 2015].
5. PATNAIK, Pradyot. *Dean's analytical chemistry handbook*. 2ª ed. Nueva York: McGraw-Hill, 2004. 1114 p.
6. PERKIN, Elmer. *Analytical methods for absorption Spectrometry*. United States of America: The Perkin Elmer Corporation, 1994. 300 p.
7. SGS mineral services. *Fire Assay gold*. [en línea]. <<http://www.sgs.com/~media/Global/Documents/Flyers%20and%20Leaflets/SGS-MIN-WA292-Fire-Assay-Gold-EN-11.pdf>>. [Consulta: 4 de mayo de 2015].

8. UBILLUS LIMBO, Julio. *Estudio sobre la presencia del plomo en el medio ambiente de Talara en el año 2003*. [en línea]. <http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtualdata/tesis/ingenie/ubillus_lj/cap2.pdf>. [Consulta: 5 de mayo de 2015].

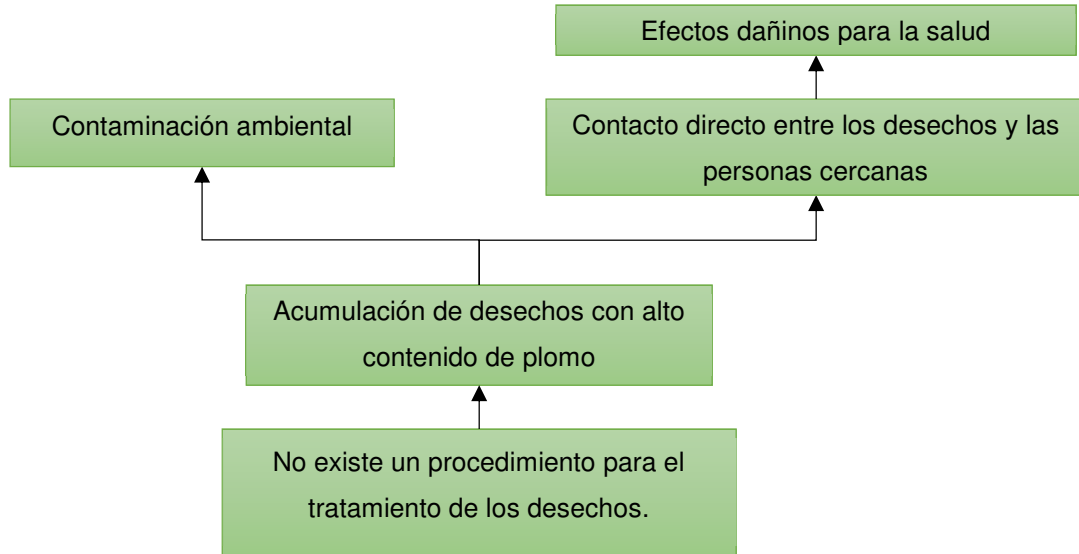
APÉNDICES

Apéndice 1. **Tabla de requisitos académicos**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. Árbol de problemas



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Porcentaje de recuperación de plomo

j	Tamaño de partícula de los desechos	K	Temperatura de digestión		
			25 °C (i=1)	65 °C (i=2)	85 °C (i=3)
1	Malla 4	1	x_{111}	x_{211}	x_{311}
	Malla 4	2	x_{112}	x_{212}	x_{312}
	Malla 4	3	x_{113}	x_{213}	x_{313}
	Malla 4	4	x_{114}	x_{214}	x_{314}
2	Malla 20	1	x_{121}	x_{221}	x_{321}
	Malla 20	2	x_{122}	x_{222}	x_{322}
	Malla 20	3	x_{123}	x_{223}	x_{323}
	Malla 20	4	x_{124}	x_{224}	x_{324}
3	Malla 35	1	x_{131}	x_{231}	x_{331}
	Malla 35	2	x_{132}	x_{232}	x_{332}
	Malla 35	3	x_{133}	x_{233}	x_{333}
	Malla 35	4	x_{134}	x_{234}	x_{334}
4	Menor a malla 35	1	x_{141}	x_{241}	x_{341}
	Menor a malla 35	2	x_{142}	x_{242}	x_{342}
	Menor a malla 35	3	x_{143}	x_{243}	x_{343}
	Menor a malla 35	4	x_{144}	x_{244}	x_{344}

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. Promedio del porcentaje de recuperación de plomo por cada tamaño de partícula de los desechos, por cada temperatura de digestión y promedio total

j	Tamaño de partícula de los desechos	Temperatura de digestión			$\bar{X}_{.j}$
		25 °C (i=1)	65 °C (i=2)	85 °C (i=3)	
1	Malla 4	$\bar{X}_{11.}$	$\bar{X}_{21.}$	$\bar{X}_{31.}$	$\bar{X}_{.1}$
2	Malla 20	$\bar{X}_{12.}$	$\bar{X}_{22.}$	$\bar{X}_{32.}$	$\bar{X}_{.2}$
3	Malla 35	$\bar{X}_{13.}$	$\bar{X}_{23.}$	$\bar{X}_{33.}$	$\bar{X}_{.3}$
4	Menor a malla 35	$\bar{X}_{14.}$	$\bar{X}_{24.}$	$\bar{X}_{34.}$	$\bar{X}_{.4}$
	$\bar{X}_{i..}$	$\bar{X}_{1..}$	$\bar{X}_{2..}$	$\bar{X}_{3..}$	$\bar{X}_{...}$

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. Procedimiento para reducir la concentración de plomo en los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, para análisis de oro y plata

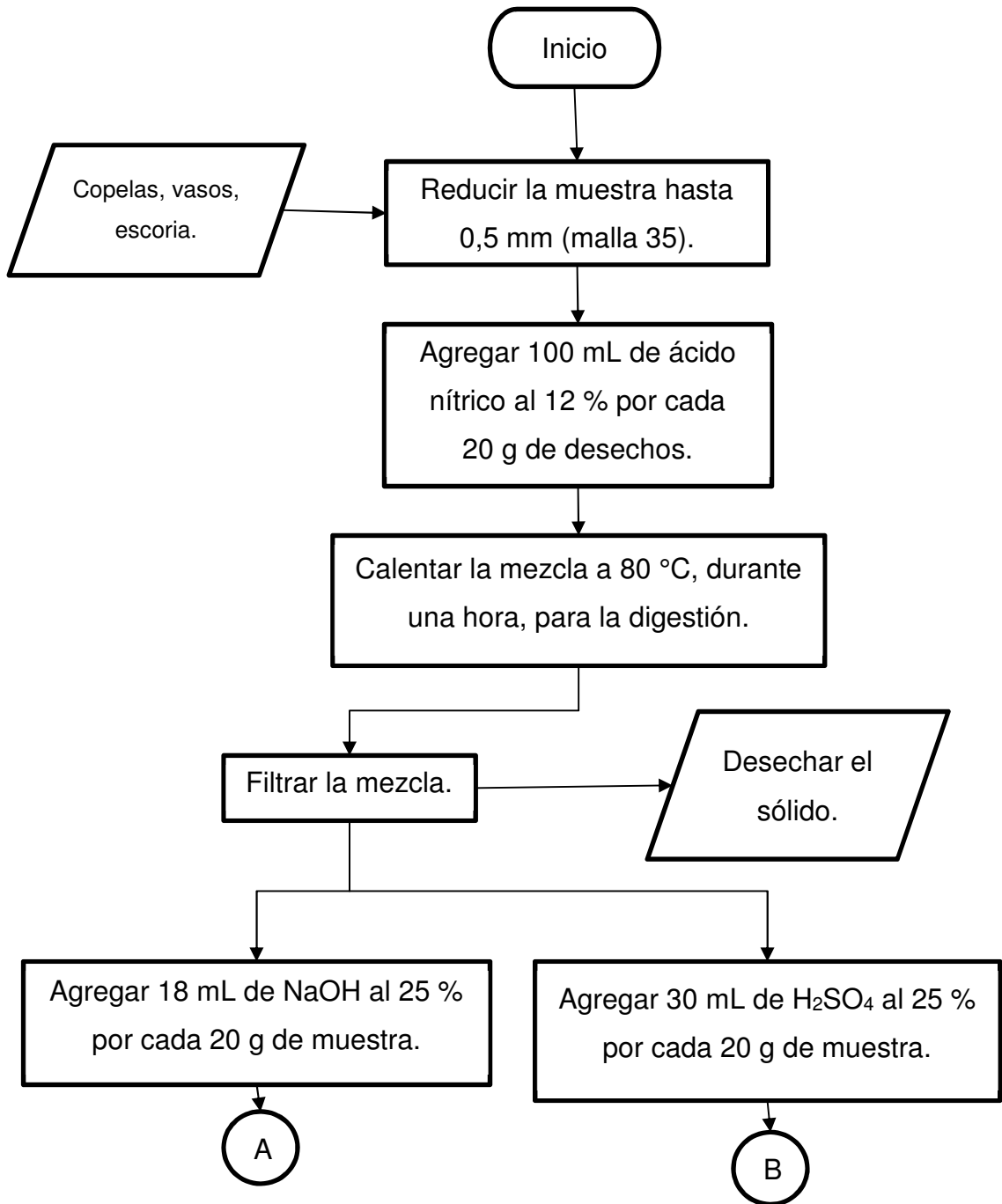
- Primera parte, digestión ácida
 - Triturar los desechos hasta 0,5 mm (malla 35).
 - Agregar 100 mL de ácido nítrico, al 12 % V/V, por cada 20 g de desechos triturados.
 - Realizar la digestión ácida de los desechos a 80 °C durante una hora.
 - Filtrar la solución.

Continuación del apéndice 5.

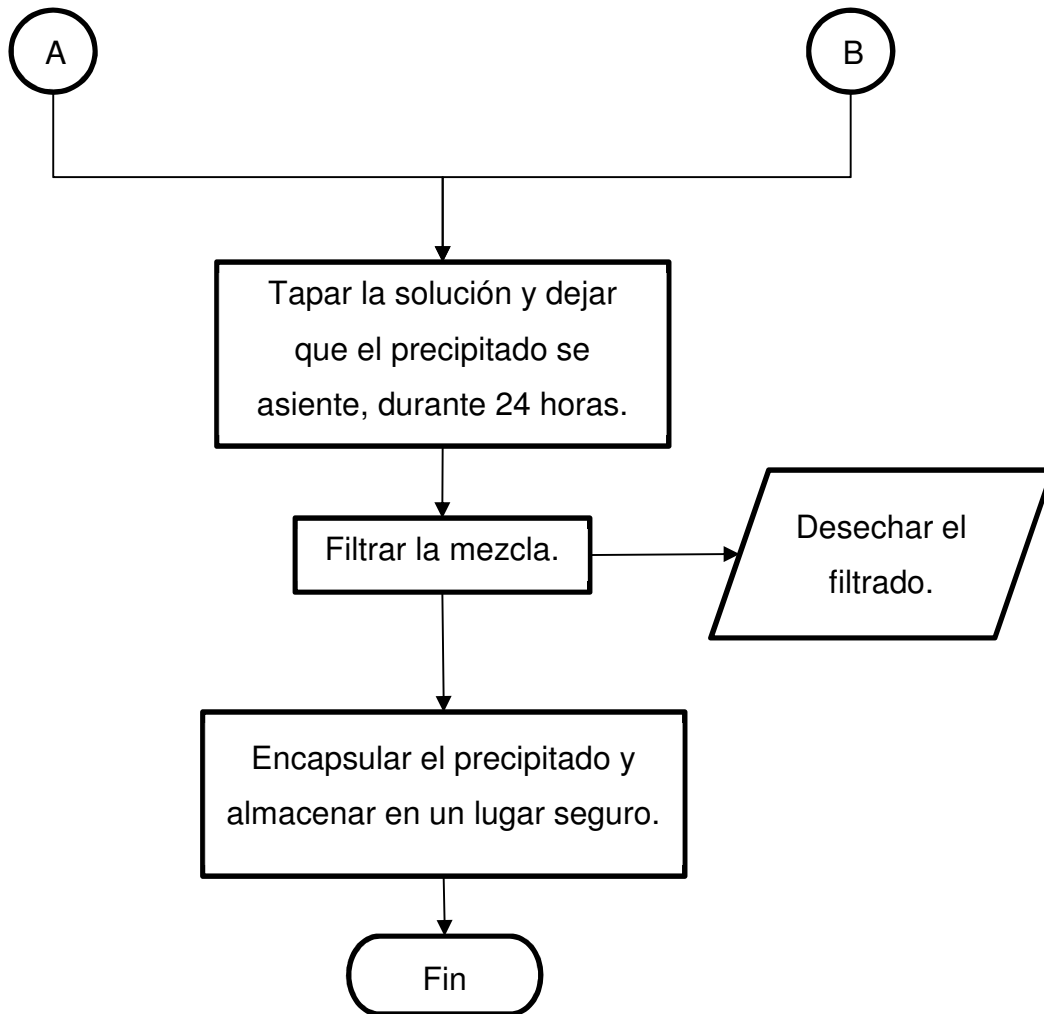
- Tomar una alícuota del filtrado para medir la concentración de plomo disuelto después de la digestión.
- Desechar el sólido.
- Segunda parte, precipitación
 - Agregar al filtrado 30 mL de ácido sulfúrico al 25 % (V/V) o 18 mL de hidróxido de sodio 25 % (V/V), por cada 20 g de desechos utilizados en la digestión.
 - Si se utiliza hidróxido de sodio, verificar que el pH llegue a 12. De lo contrario agregar más hidróxido de sodio hasta alcanzar ese valor de pH.
 - Dejar que el precipitado de plomo se asiente en el fondo.
 - Tomar una alícuota del sobrenadante, para comprobar que todo el plomo ha precipitado.
 - Filtrar el precipitado.
 - Desechar el filtrado.
 - Encapsular y almacenar el precipitado con plomo en un lugar seguro.

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. **Diagrama del procedimiento para reducir la concentración de plomo en los desechos producidos por el método de ensayo al fuego, para el análisis de oro y plata**



Continuación del apéndice 6.



Fuente: elaboración propia.

ANEXOS

Anexo 1. Condiciones estándar de absorción atómica para el plomo

Standard Atomic Absorption Conditions for Pb					
Wavelength	Slit	Relative Noise	Characteristic Concentration	Characteristic Concentration Check	Linear Range
(nm)	(nm)		(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
283.3	0.7	0.43	0.45	20.0	20.0
217.0	0.7	1.0	0.19	9.0	20.0 --
205.3	0.7	1.4	5.4	250.0	--- ABS = 0.01
202.2	0.7	1.8	7.1	350.0	---
261.4	0.7	0.35	11.0	500.0	---
368.3	0.7	0.40	27.0	1200.0	---
364.0	0.7	0.33	67.0	3000.0	---

1. Recommended Flame: air-acetylene, oxidizing (lean, blue)
2. Data obtained with a standard nebulizer and flow spoiler. Operation with a High Sensitivity nebulizer or impact bead will typically provide a 2-3 × sensitivity improvement.
3. Characteristic Concentration with a N₂O-C₂H₂ flame at 283.3 nm: 2.7 mg/L
4. Table contains HCL data. EDL sensitivity values approximately the same.

Fuente: PERKIN, Elmer. *Analytical methods for absorption Spectrometry*. p. 96

