

**ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO MEDIANTE EL USO
DE AGUA REGIA PARA SU APLICACIÓN EN LOS TALLERES DE
BUCARAMANGA**

**DIANA BEATRIZ CASTRO TORRADO
PILAR XIMENA TARAZONA MALAVER**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2004

**ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO MEDIANTE EL USO
DE AGUA REGIA PARA SU APLICACIÓN EN LOS TALLERES DE
BUCARAMANGA**

**DIANA BEATRIZ CASTRO TORRADO
PILAR XIMENA TARAZONA MALAVER**

**Trabajo de grado para optar el título de
Ingeniero Químico**

**DIRECTOR: Ing. PhD. HUMBERTO ESCALANTE HERNÁNDEZ
CODIRECTOR: Ing. MSc. JULIO ELÍAS PEDRAZA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2004**

Dedicatoria

*A Dios mi guía y fortaleza
A mi madre, la principal motivación de todo lo que hago y por quien esta
meta es una realidad,
A mis hermanos Angela, Raúl y Claudia, y a mi princesita María Paula
quienes forman la parte más importante de mi vida,
A mis amigos del alma, los que me han acompañado en todos los tropiezos
y pequeños triunfos.*

Pilar

*A Dios
A mis padres Nelly y Julio por su dedicación e inmenso amor,
A Jorge por su amor, comprensión y ser mi aliento en los momentos
difíciles .
A mis amigos y todas las persona s que me acompañaron en el paso por la
universidad*

Diana

AGRADECIMIENTOS

Las autoras del presente trabajo de grado expresan sus agradecimientos a:

Profesor Humberto Escalante Hernández, director del proyecto de grado por su dedicación y aportes para el desarrollo de la investigación.

Profesor Julio Elías Pedraza por su colaboración como director del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente.

Ingenieros José Julián Yañez y Olger Giovanny Mendoza por sus consejos y orientaciones para la ejecución del proyecto.

Colciencias, por la financiación de este proyecto de Investigación.

Centro de Desarrollo Productivo de Joyería de Bucaramanga C.D.P.

Integrantes del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente por su apoyo y cooperación.

CONTENIDO

	Página
LISTA DE TABLAS	
LISTA DE FIGURAS	
LISTA DE ANEXOS	
INTRODUCCIÓN	
2	4
FUNDAMENTO TEÓRICO	4
2.1	4
EL ORO	4
2.2	5
SITUACIÓN ACTUAL DEL ORO EN LA ECONOMÍA NACIONAL.	5
2.3	5
PROCESOS DE REFINACIÓN DE ORO	5
2.3.1	7
Procesos pirometalúrgicos.	7
2.3.2	7
Procesos hidrometalúrgicos	7
2.4	7
PROCESO DE REFINACION DEL ORO CON ACIDO NITRICO.	7
2.4.1	8
Ácido nítrico	8
2.4.2	9
Descripción del proceso de refinación de oro con ácido nítrico	9
2.5	10
PROCESO DE REFINACIÓN DEL ORO CON AGUA REGIA.	10
2.5.1	10
Ácido clorhídrico	10
2.5.2	11
Digestión de la aleación	11
2.5.3	12
Precipitación del oro a partir de la solución de ácido cloroaúrico	12
2.6	15
RESIDUOS CONTAMINANTES GENERADOS EN LOS PROCESOS DE REFINACIÓN DE LOS TALLERES DE JOYERÍA EN LA CIUDAD DE BUCARAMANGA	15
2.6.1	15
Emisiones	15
2.6.2	16
Vertimientos	16
2.7	17
PARÁMETROS FISICOQUIMICOS EMPLEADOS PARA LA DETERMINACION DE LA CALIDAD DE LOS EFLUENTES GENERADOS EN LOS PROCESOS DE REFINACION QUIMICA DE ORO	17
2.8	20
CONTROL AMBIENTAL	20

2.8.1	Valoración de la Carga Contaminante	22
3	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	23
3.1	ESTUDIO TEÓRICO Y APROPIACIÓN DE LA TÉCNICA PARA REFINAR ORO USANDO ÁCIDO NÍTRICO	24
3.2	ACONDICIONAMIENTO DE MATERIA PRIMA PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO CON AGUA REGIA	28
3.2.1	Caracterización de la materia prima	28
3.2.2	Encuarte y laminado de la materia prima	29
3.3	ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO MEDIANTE EL USO DE AGUA REGIA	30
3.3.1	Pretratamiento con ácido nítrico	31
3.3.2	Determinación de la máxima cantidad de plata permisible en el metal a refinar.	31
3.3.3	Determinación de condiciones de operación en la digestión con agua regia	32
3.3.4	Recuperación de la plata mediante precipitación con cloruro de sodio y cementación con zinc.	33
3.4	ESTUDIO DE LA PRECIPITACIÓN DEL ORO DE LA SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLOROAÚRICO	35
3.4.1	Preparación, caracterización y adecuación de la solución de ácido cloroaúrico	36
3.4.2	Precipitación del oro mediante ácido oxálico	36
3.4.3	Precipitación del oro mediante metabisulfito de sodio	37
3.4.4	Precipitación del oro mediante sulfato ferroso	37
3.4.5	Precipitación del oro usando cloruro ferroso	38
3.5	EVALUACIÓN DEL INDICE LA CARGA CONTAMINANTE (ICC) PRODUCIDA EN LOS EFLUENTES CON CADA UNO DE LOS AGENTES PRECIPITANTES UTILIZADOS	39
3.5.1	Determinación de la carga metálica en los vertimientos	40
3.5.2	Caracterización fisicoquímica de los efluentes	40
3.5.3	Evaluación del proceso de refinación de oro con agua regia frente al proceso de refinación tradicional	42
4.1	CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	44
4.1.1	Caracterización promedio del metal encuartado con plata	44
4.2	DIGESTION DEL MATERIAL ENCUARTADO CON AGUA REGIA	45
4.2.1	Máximo porcentaje de plata permisible	46

4.2.2	Condiciones de operación de la digestión con agua regia	48
4.2.3	Recuperación de la plata mediante precipitación con cloruro de sodio y cementación con zinc	49
4.3	RESULTADOS DEL ESTUDIO DE LA PRECIPITACION DE ORO A PARTIR DEL ÁCIDO CLOROAÚRICO	50
4.4	EVALUACIÓN DEL INDICE LA CARGA CONTAMINANTE (ICC) PRODUCIDA EN LOS EFLUENTES CON CADA UNO DE LOS AGENTES PRECIPITANTES UTILIZADOS	50
4.4.1	Determinación de la carga metálica en los vertimientos	50
4.4.2	Caracterización fisicoquímica de los efluentes	51
4.5	EVALUACION GLOBAL DEL PROCESO DE REFINACION QUIMICA DE ORO CON AGUA REGIA FRENTE AL PROCESO DE REFINACIÓN TRADICIONAL	55
4.5.1	Carga metálica en los residuos del pretratamiento con HNO ₃	55
4.6	EVALUACION DE LOS COSTOS DEL PROCESO DE REFINACION DEL MATERIAL ENCUARTADO CON PLATA, MEDIANTE EL USO DE AGUA REGIA.	59
5	CONCLUSIONES	60
	RECOMENDACIONES	62
	BIBLIOGRAFIA	63
	ANEXOS	65

LISTA DE TABLAS

		Página
Tabla 1	Propiedades del oro	4
Tabla 2	Solubilidad de los elementos contenidos en las aleaciones de oro.	8
Tabla 3	Propiedades ácido nítrico	8
Tabla 4	Propiedades del ácido clorhídrico	11
Tabla 5	Composición aproximada del aire atmosférico	16
Tabla 6	Norma colombiana para los parámetros físicos y químicos evaluados a los vertimientos a la red pública de alcantarillado	21
Tabla 7	Carga máxima permisible de metales pesados para vertimientos según normatividad colombiana	21
Tabla 8	Parámetros fisicoquímicos del proceso de refinación de oro con ácido nítrico.	28
Tabla 9	Caracterización materia prima	44
Tabla 10	Caracterización lamina encuartada con plata	45
Tabla 11	Caracterización de las muestras de material encuartado.	46
Tabla 12	Porcentaje de oro disuelto según contenido de plata en las láminas tratadas con HNO ₃	47
Tabla 13	Determinación del mínimo valor de R*.	48
Tabla 14	Estudio de la temperatura de digestión con agua regia para R=15	48
Tabla 15	Carga de metales contaminantes en el tratamiento con HNO ₃ luego de la recuperación de la plata por cementación con zinc.	49
Tabla 16	Caracterización de la solución de ácido cloroaúrico	50
Tabla 17	Carga metálica en los efluentes de la precipitación	51
Tabla 18	Caracterización fisicoquímica de los efluentes de precipitación del oro	51
Tabla 19	Caracterización fisicoquímica de los efluentes de precipitación del oro	52
Tabla 20	ICC para los efluentes de precipitación	52
Tabla 21	Rendimiento, Selectividad y Pureza del material refinado para cada agente precipitante empleado.	54
Tabla 22	Evaluación fisicoquímica de los vertimientos del proceso general de refinación de oro con agua regia y comparación con el proceso tradicional.	56
Tabla 23	Parámetros de calidad de los efluentes en la refinación global con agua regia e ICC	57

Tabla 24 Comparación de los costos de reactivos utilizados en la refinación de oro con agua regia para diferentes agentes precipitantes.

LISTA DE FIGURAS

		Página
Figura 1	Clasificación de los métodos de refinación de oro	6
Figura 2	Refinación de oro con ácido nítrico	9
Figura 3	Esquema de estudio experimental en el proceso de refinación de oro con agua regia.	23
Figura 4	Proceso de refinación de oro en lo talleres de Bucaramanga	24
Figura 5	Fundición de metal a refinar	25
Figura 6	Emisión de gases nitrosos y formación de la solución nitrato de cobre.	26
Figura 7	Apariencia de la materia prima.	30
Figura 8	Distribución de la lámina encuartada	30
Figura 9	Diagrama de recuperación de la plata.	34
Figura 10	Precipitación del oro contenido en la solución de ácido cloroaúrico	35
Figura 11	Eventos sobresalientes en la etapa de precipitación del oro.	39
Figura 12	Comparación de ICC para el proceso de refinación con agua regia y con ácido nítrico	58

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Protocolo para la realización del proceso de refinación de oro con agua regia	65
Anexo B. DECRETO 1594 DEL 26 DE JUNIO DE 1984	71
Anexo C. Índice de carga contaminante (ICC)	78

RESUMEN

TITULO: ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACION DE ORO MEDIANTE EL USO DE AGUA REGIA PARA SU APLICACIÓN EN LOS TALLERES DE BUCARAMANGA.*

AUTORES: Diana Beatriz Castro Torrado y Pilar Ximena Tarazona Malaver.**

PALABRAS CLAVE: agua regia, cloruro de nitrosilo, ácido cloroaúrico, oro, refinación, contaminación.

DESCRIPCION: Un estudio realizado al proceso de refinación química de oro (PRQO) con ácido nítrico realizado en los talleres de joyería de Bucaramanga, mostró que sus efluentes contienen elevadas concentraciones de metales, así como altos niveles de acidez, provocando un impacto ambiental negativo al ser vertidos a las fuentes hídricas del entorno. Además el producto del proceso presenta una pureza no superior al 99,6 por ciento en oro.

Para disminuir la contaminación generada por los vertimientos del proceso mencionado, este trabajo de investigación planteó la alternativa tecnológica de realizar el proceso de refinación de oro empleando agua regia como agente químico. El estudio comprendió dos etapas fundamentales: la determinación de las mejores condiciones para la digestión total del oro con agua regia, y el estudio de la precipitación del oro. Se encontró que aleaciones con menos del 12% de plata, eran digeridas completamente con 15 ml de agua regia por gramo de metal a una temperatura de 50°C. En la segunda fase se analizó la efectividad de cuatro precipitantes: ácido oxálico, metabisulfito de sodio, sulfato ferroso y cloruro ferroso; el metabisulfito de sodio fue el agente más efectivo, alcanzando porcentajes de precipitación del oro del 99,99%, y una pureza del producto de más de 999 milésimas de oro. Se determinaron algunos parámetros fisicoquímicos como pH, temperatura, turbidez, acidez, conductividad, sólidos totales y concentración de metales pesados en los efluentes del PRQO con agua regia y se compararon con los valores obtenidos al evaluar el proceso tradicional, mostrando una disminución en los valores de concentración de elementos metálicos y un incremento en cuanto a la pureza del oro obtenido.

* Trabajo de Grado.

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Ingeniería Química. Director : Humberto Escalante.

ABSTRACT

TITLE: STUDY OF THE REFINING GOLD PROCESS BY MEANS OF THE USE OF AQUA REGIA FOR THEIR APPLICATION IN THE SHOPS OF BUCARAMANGA.*

AUTHORS: Diana Beatriz Castro Torrado and Pilar Ximena Tarazona Malaver.**

KEY WORDS: Aqua regia, nitrosilo chloride, Cloroauric Acid, gold, refining, pollution.

DESCRIPTION: A study made to the process of chemical gold refinement (PRQO) with nitric acid made in the factories of jewelry shop of Bucaramanga, showed that their waste water contain high metal concentrations, as well as high levels of acidity, causing a negative environmental impact, when they are being spilled to the hydric surroundings sources. In addition the product to the presents process displays a purity nonsuperior to the 99.6 percent in gold.

In order to diminish the contamination generated by the pourings of the mentioned process, this work of investigation outlined the technological alternative of carrying out the process of refinement of gold using aqua regia like chemical agent. The study understood two fundamental stages: the determination of the best conditions for the total digestion of gold with aqua regia, and the study of the precipitation of gold. It was found that alloys with less than 12% of silver, they were digested completely with 15 ml of aqua regia by gram of metal to a temperature of 50°C. In the second phase the effectiveness of four precipitants was analyzed: oxalic acid, metabisulfite of sodium, ferrous sulfate and ferrous chloride; the metabisulfite of sodium was the most effective agent, reaching percentages of precipitation of the gold of 99,99%, and a purity of the product more than 999 thousandth of gold. Some physicochemical parameters were determined as pH, temperature, turbidity, acidity, conductivity, total solids and concentration of heavy metals in the efluentes of the PRQO with aqua regia and compared with the obtained securities when evaluating the traditional process, showing a decrease in the securities of concentration of metallic elements and an increment for the purity of the obtained gold.

* Degree work

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Ingeniería Metalúrgica. Director: Humberto Escalante

INTRODUCCIÓN

Colombia se ubica a nivel mundial en el séptimo lugar en lo que a producción aurífera se refiere, y es la ciudad de Bucaramanga junto con su área metropolitana el principal centro productor de joyas tanto de oro como de plata, con una producción media mensual que supera la cifra de los 380 kilogramos.

El método de afinación de oro que se ha venido utilizando en la ciudad a lo largo de muchos años ha sido el proceso químico que emplea ácido nítrico como agente purificador del precioso metal. Es un método relativamente sencillo, que se ha transmitido de generación en generación, y que es desarrollado por los operarios de los talleres dedicados a esta labor de manera casi artesanal.

El desconocimiento de otras tecnologías y la poca preparación de los operarios joyeros hace que esta industria presente una serie de problemas entre los cuales se pueden citar el consumo inadecuado de reactivos, producción de metal de una ley o pureza que no supera las 996 milésimas de oro y la generación de emisiones y efluentes con alto contenido contaminante, a este respecto Mindiola y Guerrero (2003) realizaron un estudio donde se detectaron concentraciones metálicas y valores de los parámetros de calidad para vertimientos, que superan los límites permitidos por la normatividad ambiental colombiana (DECRETO 1594 de 1984).

Se calcula que el número de talleres dedicados a la actividad joyera en Bucaramanga es cercano al millar, se ubican a lo largo y ancho de la ciudad, encontrándose diseminados lo que dificulta el control sobre sus emisiones y vertimientos, siendo estos últimos desechados a la red de alcantarillado público sin la debida adecuación pertinente, así, los procesos de refinación de oro y

plata en Bucaramanga , han marcado un significativo y continuo deterioro en la calidad del entorno donde se desarrollan.

Con la problemática identificada surgió la hipótesis de este trabajo de grado: “realizar el proceso de refinación de oro empleando agua regia en lugar de ácido nítrico”, permitiéndose la reducción de metales pesados en los efluentes, ya que de ser necesario un pretratamiento de encuarte, este se realizaría con plata la cual por tener un costo adquisitivo superior que el del cobre, metal que comúnmente emplean los operarios joyeros, amerita ser recuperada de los efluentes antes de su vertimiento a la red de alcantarillado; por otra parte se supuso la obtención de un producto de mayor calidad, es decir oro de mayor ley.

Para la ejecución de este trabajo se trazaron los siguientes objetivos: (a) la realización de un estudio teórico - práctico del proceso de refinación de oro con agua regia a materiales de oro con características similares a los procesados en los talleres de Bucaramanga, (b) realizar una evaluación del proceso teniendo en cuenta los criterios de porcentaje de material refinado, costos y carga contaminante en los efluentes y (c) elaborar un protocolo de aplicación del proceso de refinación de oro con agua regia para su posible implementación en los talleres de Bucaramanga.

El proceso de refinación de oro con agua regia incluye dos etapas fundamentales que son la digestión del material a refinar en agua regia y la posterior precipitación del oro contenido en la solución mediante la adición de un agente precipitante cuya utilidad es reducir el oro a su estado elemental. Se estudió el uso de cuatro precipitantes: ácido oxálico, metabisulfito de sodio, cloruro ferroso y sulfato ferroso. Se determinó que desde el punto de vista ambiental el agente con mejores resultados fue el ácido oxálico, a su vez el producto final obtenido por cualquiera de los cuatro agentes estudiados siempre mostró leyes superiores a las 997 milésimas de oro, alcanzándose valores de

hasta 999.82 milésimas de pureza para el caso específico en el que se utilizó el metabisulfito de sodio como agente reductor.

También se pudo calcular un Índice de Carga Contaminante superior para el proceso de refinación con agua regia en comparación con el proceso tradicional con ácido nítrico. Para el proceso propuesto se obtuvo un Índice de Carga Contaminante de 45,99, mientras que en los efluentes caracterizados en los talleres dedicados a la refinación de oro en Bucaramanga el mayor valor registrado fue de 22,3.g

Por último se puede afirmar que el proceso de afinación de oro empleando agua regia presenta la ventaja de permitir trabajar con metales de cualquier procedencia sin tener que realizar la operación de encuarte, siempre y cuando se garantice un contenido de plata no superior al 12%, valor máximo permisible para asegurar la completa disolución del oro sin la molesta formación de los cloruros de plata que encapsulan al oro inhibiendo la reacción de este elemento y el agua regia.

2. FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1 EL ORO

El oro es un elemento metálico que exhibe un color amarillo en bruto, pero puede mostrarse en tonalidades negro, rubí y morado en divisiones finas. Es considerado como el elemento más bello, es el metal más dúctil y maleable que se conoce, 28,5 gramos pueden moldearse en una sábana que cubra 28 metros cuadrados. El oro puro es demasiado blando para ser usado sólo, por tal razón se endurece aleándolo con plata y/o cobre, entre otros metales. En la tabla 1⁽¹⁾ se registran las propiedades más sobresalientes de este precioso metal.

Tabla 1. Propiedades del oro

PROPIEDADES DEL ORO*	
Símbolo químico	Au
Número atómico	79
Electronegatividad	2.54 Escala de Pauling
Densidad (Kg/m ³)	19.300
Dureza Mohs	2.5
Masa atómica (uma)	196.97
Punto de fusión (°C)	1610.48
Punto de ebullición (°C)	3402
Entalpía de fusión (KJ/mol)	12.55
Capacidad calorífica específica (J/ Kg . K)	128
Conductividad eléctrica	45.2 ⁺ 10 ⁶ / mΩ
Conductividad térmica W/ mk	317

El oro y sus muchas aleaciones se emplean principalmente en joyería, orfebrería y la fabricación de monedas. También el oro se ha tomado como patrón monetario en varias naciones. Por su buena conductividad térmica y eléctrica y

alta resistencia a la corrosión encuentra su uso en la industria electrónica. Otras de sus aplicaciones son:

- ✓ Ejerce funciones críticas en ordenadores, comunicaciones, naves espaciales, motores de aviones a reacción.
- ✓ Empastes dentales
- ✓ El oro coloidal (nanopartículas de oro) se está estudiando con fines médicos y biológicos. También es empleada como pintura dorada en cerámica.
- ✓ El ácido cloroaurico (HAuCl_4) es empleado en la industria fotográfica.
- ✓ Se emplea como recubrimiento de materiales biológicos, permitiéndoles ser vistos al microscopio electrónico de barrido.

Es un metal que se conoce desde la antigüedad, se han encontrado jeroglíficos del año 2600 antes de Cristo donde se hace alusión al precioso metal. En el antiguo testamento también se encuentra citado.

2.2 SITUACIÓN ACTUAL DEL ORO EN LA ECONOMÍA NACIONAL.

- ✓ Colombia se encuentra escalafonado en el séptimo lugar a nivel mundial en lo que respecta a producción aurífera. Más del 80% de esa producción tiene fines de exportación.
- ✓ El mercado mundial de la joyería es de 72.000 millones de dólares y Colombia aporta el 0.001% a este mercado (6'780.000 dólares) por lo tanto no es destacable su contribución al Producto Interno bruto (P.I.B.)
- ✓ Más del 95% de la manufactura de la joyería es artesanal y se halla constituida en pequeños establecimientos de comercio y talleres familiares.
- ✓ Las ventas de oro dependen de las épocas de bonanza o recesión económica. A medida que se aumenta el costo del oro internacional o la tasa de cambio del dólar aumenta, se elevan las exportaciones de este metal.

2.3 PROCESOS DE REFINACIÓN DE ORO

El material que se refina en los talleres de joyería pueden ser de dos tipos: retal y/o mineral de oro. El primero hace referencia al oro aleado con metales como

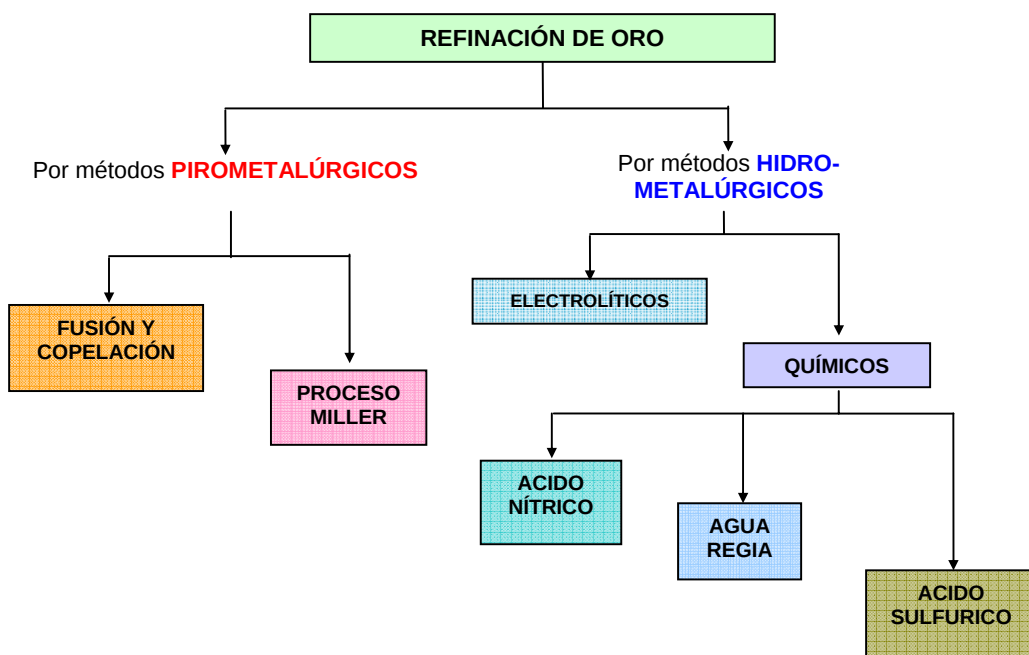
cobre o plata y que queda como residuo después del proceso de armado de las joyas; el segundo es el metal proveniente de mina. Se denomina bullión de oro a cualquier material que contenga desde una pequeña hasta una alta cantidad del metal precioso.

Cualquiera que sea la procedencia del material, antes de ser empleado en la industria joyera debe ser sometido a un proceso de purificación o refinación.

En joyería la refinación del oro se refiere a la eliminación de los metales que comúnmente lo acompañan y que le confieren características físicas y mecánicas indeseables. Como resultado de la refinación de un metal de oro, se tiene un material de alta pureza. Las unidades comúnmente empleadas para expresar la pureza, ley o título del oro son el kilate (K) y la milésima. El kilate se refiere a las partes de oro presentes en 24 partes de la aleación; de esta forma 1K = 41.66 milésimas de oro.

Los procesos de refinación empleados en joyería comprenden los procesos pirometalúrgicos y procesos hidrometalúrgicos. En la figura 1 se resumen los principales métodos de refinación del oro.

Figura 1. Clasificación de los métodos de refinación de oro



2.3.1 Procesos pirometalúrgicos. Son aquellos que emplean altas temperaturas para fundir los metales.

- ✓ *Fusión y copelación.* En este proceso todos los metales, a excepción del oro, son oxidados y segregados a la superficie del metal fundido, y luego separados como una escoria.
- ✓ *Proceso Miller.* Consiste en fundir la aleación y burbujear una corriente de cloro gaseoso al fondo de un crisol mediante un tubo refractario. El cloro reacciona con los metales, excepto el oro y el platino, en forma de cloruros que flotan en la superficie y periódicamente son extraídos.

2.3.2 Procesos hidrometalúrgicos. Emplean bajas temperaturas y la acción de un agente para la disolución y cementación del oro de los residuos.

- ✓ *Procesos electrolíticos.* El proceso electrolítico se usa para la refinación de oro mediante la utilización de la corriente eléctrica. El equipo empleado consta de una celda provista de un electrolito, un ánodo de metal a refinar, es el que se disuelve por acción de la corriente eléctrica, y un cátodo en el cual se reduce y adhiere el metal refinado.
- ✓ *Refinación química.* Emplea sustancias químicas que diluyen los metales presentes en la aleación. Dentro de este grupo se hallan los procesos de refinación con ácido nítrico y con agua regia.

2.4 PROCESO DE REFINACION DEL ORO CON ACIDO NITRICO.

También conocido como refinación por encuarte, es el método actualmente empleado en los talleres de joyería de la ciudad de Bucaramanga; se basa en el hecho de que los metales comunes y la plata que acompañan al oro en aleaciones de 250 milésimas, reaccionan fácilmente, disolviéndose en ácido nítrico diluido o concentrado. Una de las condiciones indispensables para el buen éxito de la separación es que todos los metales que se encuentren aleados con el oro sean solubles en ácido nítrico (ver tabla 2).

Tabla 2.⁽³⁾ Solubilidad de los elementos contenidos en las aleaciones de oro.

ELEMENTO	AGENTES QUE LO DISUELVEN					
	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	NH ₄ OH	Agua regia	Ácidos orgánicos
Aluminio	✓	✓ (2)	✓ (6)	✓ (6)		
Antimonio	✓	✓				
Bismuto		✓	✓			
Cobalto		✓ (2)				
Cadmio	✓	✓	✓			
Estaño	✓	✓	✓ (5)			
Hierro	✓	✓	✓		✓	
Iridio					✓ (6)	
Níquel		✓	✓			
Paladio		✓ (1)	✓ (4)		✓	
Platino		✓ (6)	✓ (4)		✓	
Plomo		✓ (2)				✓
Titanio	✓		✓ (1)			
Zinc	✓	✓	✓ (2)			

(1)Concentrado (2)Diluido (3)Caliente (4)Concentrado y caliente (5)Diluido y frío (6) Ataque lento

2.4.1 Ácido nítrico. El ácido nítrico es un reactivo cuyo color varía de incoloro a amarillo pálido, de olor sofocante. Se emplea en la síntesis de otros productos químicos (colorantes, fertilizantes, fibras, plásticos y explosivos). Es soluble en agua generándose calor. No es combustible pero puede causar ignición.

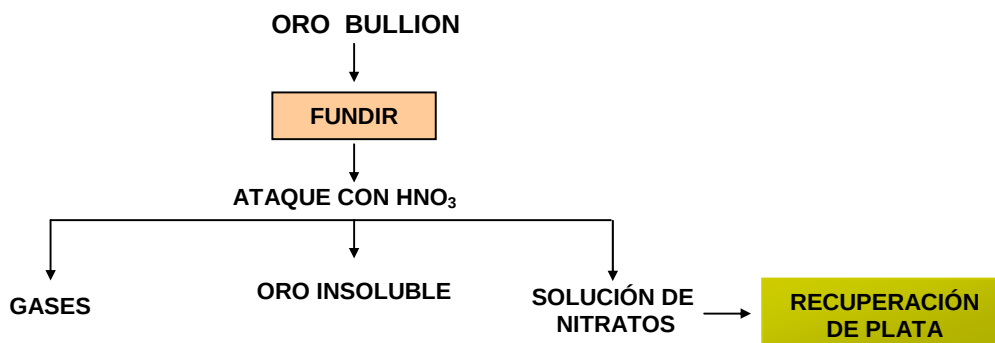
El ácido nítrico se descompone con cierta facilidad generándose óxidos de nitrógeno, muy tóxicos. Es un oxidante fuerte, reacciona con álcalis y bases para generar sales. Ataca la mayoría de los metales para producir nitratos, pero el oro y el platino la reacción no se lleva a cabo, en el caso del aluminio y el cromo el ataque ocurre lentamente. En la tabla 3 se resume algunas propiedades del ácido nítrico.

Tabla 3. Propiedades ácido nítrico

PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS	
Punto de congelación	-41°C
Punto de ebullición	121°C
Densidad relativa	1.41 g/cm ³
Solubilidad en agua	Soluble en todas las proporciones, exotérmica
Viscosidad	2 cp (20°C)

2.4.2 Descripción del proceso de refinación de oro con ácido nítrico. ⁽⁴⁾ En la figura 2 se hace una descripción gráfica del proceso de refinación con ácido nítrico.

Figura 2. Refinación de oro con ácido nítrico



En primer lugar, el material a refinar se funde con cobre para ajustar el contenido de oro entre 250 y 285 milésimas, etapa conocida como encuarte. La fusión del metal y el cobre se hace en cucharas de barro, mediante calentamiento a fuego directo usando una mezcla de gas propano y oxígeno, alcanzándose una temperatura de cerca de 1100° C. El metal así fundido se vierte en un recipiente con gran contenido de agua corriente para solidificarlo en forma de esferas de tamaño irregular o granallas.; en contados casos, cuando es maleable y se cuenta con poca cantidad, el material se vacía en un solo lingote para luego laminarse; en ambos casos, se logra aumentar el área superficial de la aleación favoreciéndose la reacción con el ácido nítrico.

El material granallado se lleva a digestión a alta temperatura con ácido nítrico comercial. La reacción de digestión es:



donde M representa a la especie metálica susceptible de disolución.

El monóxido de nitrógeno (NO) reacciona con el oxígeno atmosférico formando el dióxido de nitrógeno (NO₂); esta reacción se reconoce por la evolución de gases color pardo-rojizo, y es usada por los operarios de los talleres de joyería

como indicador de la terminación de la reacción; así, el proceso de digestión se repite las veces que sea necesario, utilizando ácido nítrico fresco en cada nueva digestión, hasta que cese el desprendimiento de NO_2 .

El resultado del proceso es oro sólido y una disolución de los metales acompañantes.

El oro insoluble se lava con agua hasta que ésta no se observe turbia. Para compactar los gránulos de metal obtenidos, estos se funden en crisoles de grafito, porcelana o cucharas de barro; el punto de fusión es disminuido de 1070 °C a aproximadamente 800 °C mediante la adición de sal nitro o borax.

El lingote obtenido es un oro de 96% a 99.6% de pureza, adecuado para ser aleado y obtener el kilataje requerido según la clase de joya a elaborar.

En algunos casos, cuando la aleación original tiene un alto contenido de plata, ésta es recuperada mediante cementación con Zinc.

2.5 PROCESO DE REFINACIÓN DEL ORO CON AGUA REGIA.

El proceso de refinación de oro mediante agua regia consiste en la disolución del retal y/o bullión de oro y su posterior precipitación por reacción con agentes químicos apropiados. Los reactivos usados en la elaboración del agua regia son el ácido nítrico y el clorhídrico.

2.5.1 Ácido clorhídrico. Es un ácido irritante y corrosivo a todos los tejidos vivos. Los niveles tóxicos causan quemaduras de la piel e irritación de las mucosas.

Algunas propiedades del ácido clorhídrico se encuentran en la tabla 4.

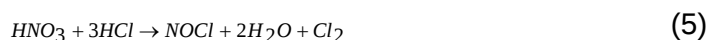
Tabla 4. Propiedades del ácido clorhídrico

PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS	
Fórmula química	HCl
Masa molecular	36.5 u.m.a
Punto de ebullición	-121.1 °F
Densidad de vapor	14220 KPa a 21.1 °C
Solubilidad en agua	Muy soluble
Punto de congelación	-114.3°C
Apariencia	Gas incoloro de olor agudo y picante
Densidad específica	1.266 (a 21.1°C)

2.5.2 Digestión de la aleación. El agua regia es una mezcla de ácidos clorhídrico y nítrico, en una relación de volumen de 3 a 1 o bien de 4 a 1 respectivamente. Estos ácidos reaccionan produciendo el cloruro de nitrosilo (NOCl), compuesto que diluye el oro de aleaciones con bajo contenido en plata en forma de ácido cloroaurico (HAuCl₄).

El uso de agua regia está estrictamente limitado a metales de muy alto grado, donde la plata no asciende a más del 8% en peso, o cuando el bullión contenga suficiente cobre para exponerlo al ataque a pesar del exceso de plata. A porcentajes mayores, la gran cantidad de cloruro de plata, producto de la reacción entre el metal y el ácido clorhídrico, se adhiere a la superficie metálica inhibiendo la reacción.

La reacción global que tiene lugar entre el ácido nítrico y el clorhídrico en la formación del agua regia es:



La disolución del oro se produce por la acción del agente oxidante formado, (NOCl):



Otros productos de reacción con los metales en solución son:



insoluble



La reacción global es:



El proceso de digestión de aleaciones de oro con agua regia sigue los siguientes pasos:

- ✓ El material con el contenido de plata adecuado, se lleva a una cápsula o recipiente resistente al calor y a la corrosión.
- ✓ Se agrega agua regia en una proporción de 3,5 a 5 gramos por gramo de aleación. La preparación y manipulación del reactivo debe hacerse bajo campana de extracción, para evitar el contacto con los vapores tóxicos producidos.
- ✓ Cuando la reacción ha disminuido en su intensidad, se somete a calentamiento hasta disolución total del metal, puede usarse un baño de arena o una placa con control de temperatura.
- ✓ Antes de llevar a precipitación, debe eliminarse el exceso de ácido nítrico presente en la solución de ácido cloroaúrico; esto se consigue mediante evaporaciones sucesivas de la solución hasta consistencia de jarabe y su posterior dilución con ácido clorhídrico.

2.5.3 Precipitación del oro a partir de la solución de ácido cloroaúrico. Una vez ha sido disuelto, el oro en forma de $AuHCl_4$ es precipitado selectivamente a oro metálico libre de impurezas. Existen varios agentes precipitantes que difieren en lo que respecta al costo, facilidad de manipulación, efectividad y selectividad. Algunos de las sustancias usadas en la precipitación del oro son:

- ✓ Acido sulfuroso (H_2SO_3)
- ✓ Acido oxálico ($C_2H_2O_4$)
- ✓ Acido hipofosforoso (H_3PO_2)
- ✓ Acido fórmico (CH_2O_2)
- ✓ Anhídrido sulfuroso (SO_2)
- ✓ Metabisulfito de sodio ($NaHSO_3$)
- ✓ Cloruro ferroso ($FeCl_2$)

- ✓ Peróxido de hidrógeno (H₂O₂)
- ✓ Sulfato ferroso (FeSO₄)

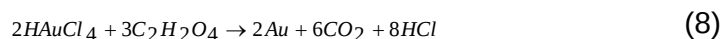
En términos generales la técnica de precipitación para los diferentes agentes mencionados incluye:

- ✓ Dilución en agua caliente (50°C aproximadamente) de 2 a 3 veces la cantidad de precipitante requerida según cálculos estequiométricos.
- ✓ Adición de 2 ml de H₂SO₄ por cada 100 ml de solución de oro para eliminación total del ácido nítrico.
- ✓ Mezcla de las soluciones de oro y precipitante y calentamiento con agitación suave.
- ✓ Filtración del metal precipitado.
- ✓ Lavado y secado del precipitado y finalmente fusión.

Durante el desarrollo del presente trabajo se tuvieron en cuenta cuatro agentes precipitantes que se describen a continuación:

- Precipitación por medio de ácido oxálico. ⁽³⁾ El ácido oxálico puede usarse como precipitante cuando la solución de oro no excede los 50 gramos por litro. Es el agente precipitante indicado cuando se desea obtener un oro de especial calidad ya que esta sustancia está libre de trazas de otros metales y cuando se funde junto al oro no afecta su calidad.

La reacción de precipitación que tiene lugar es:

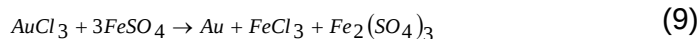


Estequiométricamente se requieren 0,68 gramos de oxálico por gramo de oro presente en la solución, pero en la práctica se recomienda usar aproximadamente 1 gramo por gramo de oro .

- Precipitación con sulfato ferroso. ⁽³⁾ El sulfato ferroso es un agente no tóxico y relativamente muy económico.

La cantidad de sulfato ferroso indicada es de 3 a 4 gramos por gramo de oro en la solución de ácido cloroaúrico.

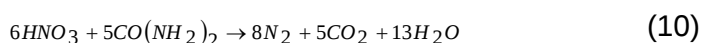
La reacción de oxido-reducción que tiene lugar es:



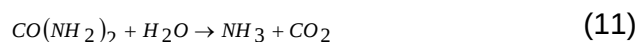
En la que el Fe^{+2} se oxida a Fe^{+3} actuando como agente reductor del Au^{+3} .

El sulfato ferroso es susceptible de ser oxidado en contacto con el aire a sulfato férrico; la oxidación se hace evidente cuando la coloración de la solución de precipitante se torna turbia; en tal caso, se recomienda añadir 5 gr de ácido sulfúrico por cada 100 gr de sulfato ferroso junto con 2 veces aproximadamente el peso del ácido en puntillas de hierro; la reacción que tiene lugar, reduce nuevamente al hierro.

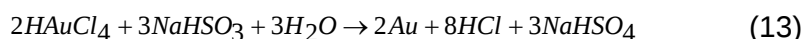
- Precipitación con metabisulfito de sodio. ⁽³⁾ La principal ventaja que presenta el metabisulfito de sodio en la precipitación de oro a partir de la disolución con agua regia está en que la eliminación del exceso de ácido nítrico presente en la solución de ácido cloroaúrico se realiza mediante adición de úrea en lugar de las evaporaciones sucesivas con adición de ácido clorhídrico. La cantidad de úrea requerida es del 20% del peso del ácido utilizado inicialmente. El reactivo debe adicionarse en caliente y agitando vigorosamente. La reacción de eliminación de ácido nítrico se expresa por:



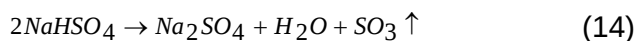
Mientras que las reacciones de disociación y sustitución por las cuales se eleva el pH de la solución a aproximadamente 4, son:



La reacción de precipitación se logra por la adición de aproximadamente 2 gramos de metabisulfito de sodio por gramo de oro; la ecuación que la representa es:



La evolución de gases en esta etapa es consecuencia de la descomposición del metabisulfito de sodio:



El precipitado obtenido se deja reaccionar con ácido nítrico durante cinco minutos y se lava con abundante agua caliente. Si se sospecha la presencia de cloruros, se debe dejar reaccionar por diez minutos con hidróxido de amonio 1:1.

Se sigue con los pasos de lavado, secado y fusión.

- Precipitación con cloruro ferroso. Sigue el procedimiento general descrito para el sulfato ferroso, una vez se ha preparado la solución del agente precipitante se adiciona sobre el ácido cloroaúrico donde tiene lugar la reducción del oro a su estado elemental. Una vez se ha sedimentado el oro se procede a filtrarlo, lavarlo secarlo y fundirlo.

2.6 RESIDUOS CONTAMINANTES GENERADOS EN LOS PROCESOS DE REFINACIÓN DE LOS TALLERES DE JOYERÍA EN BUCARAMANGA.

Los procesos de refinación química empleados en joyería involucran reacciones en las que intervienen agentes tóxicos como el ácido nítrico y en donde se generan además, productos gaseosos como el dióxido de nitrógeno. Estas sustancias impactan negativamente el aire y los cuerpos de agua del entorno.

2.6.1 Emisiones. Cantidad de productos de diversas actividades realizadas por el hombre ingresan a la atmósfera, y muchos de estos acarrear un daño ambiental.

- ✓ *Contaminación del aire.* ⁽⁵⁾ La contaminación atmosférica causa trastornos en los seres vivos, muy difíciles de prevenir y controlar, dado el carácter obligatorio e involuntario de la respiración. Los agentes contaminantes del aire son potencialmente responsables de gran cantidad de enfermedades como asma, bronquitis, cáncer de las vías respiratorias, etc.

La composición promedio del aire, en volumen, se presenta en la tabla 5.

Tabla 5. Composición aproximada del aire atmosférico.

COMPUESTO	% EN VOL.	COMPUESTO	% EN VOL.
N ₂	78.9	He	5.2*10 ⁻⁴
O ₂	20.95	CH ₄	1.5*10 ⁻⁴
Ar	0.93	H ₂	1*10 ⁻⁴
CO ₂	0.032	N ₂ O	2*10 ⁻⁵
Ne	0.0018	CO	1*10 ⁻⁵
Xe	8*10 ⁻⁶	NH ₃	6*10 ⁻⁷
O ₃	2*10 ⁻⁶	NO ₂	1*10 ⁻⁷
NO	6*10 ⁻⁸	H ₂ S	2*10 ⁻⁸
SO ₂	2*10 ⁻⁸		

Se denomina contaminación atmosférica a cualquier alteración de la composición media del aire. Dicha alteración puede tener su origen en procesos naturales como la actividad volcánica, incendios forestales esporádicos y la erosión, así como en actividades humanas como el uso de automotores, uso de combustibles en las labores domésticas y la industria en general.

- ✓ *Gases contaminantes del proceso de refinación de oro con ácido nítrico.* Las principales emisiones del proceso de refinación de oro con ácido nítrico son el NO y el NO₂. Este gas pardo rojizo se descompone por acción de la luz solar produciendo oxígeno atómico:



El oxígeno atómico se combina con el O₂ atmosférico:



El ozono formado reacciona con la materia orgánica:



El PAN (PeroxiNitrato de Acetilo) produce irritación en los ojos y en las vías respiratorias y afecta la vegetación al depositarse en las hojas de las plantas. ⁽⁵⁾

2.6.2 Vertimientos. ⁽⁵⁾ El agua es contaminada con cualquier forma de materia o energía, cuya presencia, evacuación o liberación pueda causar daños al medio ambiente. Un cuerpo de agua está contaminado cuando presenta concentraciones de sustancias químicas o partículas sólidas que afectan las condiciones del hábitat.

La contaminación hídrica se define a partir de normas de calidad, las cuales están referidas al uso último del agua: consumo humano, uso industrial, riego de cultivos, consumo animal, entre otros.

Las normas o parámetros para análisis de la calidad de agua se fijan desde el punto de vista físico, químico y biológico; dentro de los parámetros físicos se incluyen el olor, color, turbidez, temperatura y los sólidos presentes; son parámetros químicos la materia orgánica, DBO, DQO, carbono orgánico total, nitrógeno orgánico, los compuestos tóxicos orgánicos y los metales pesados; los parámetros biológicos se refieren a los tipos de microorganismos presentes.

La industria joyera de Bucaramanga vierte incontroladamente sus efluentes altamente contaminantes a la red de alcantarillado público, causando serios problemas a los recursos hídricos y poniendo en riesgo los ecosistemas y la salud pública de los habitantes de la región.

El análisis de calidad de los efluentes generados en el proceso de refinación química de oro se basó en la determinación principalmente algunos parámetros fisicoquímicos.

2.7 PARÁMETROS FISICOQUIMICOS EMPLEADOS PARA LA DETERMINACION DE LA CALIDAD DE LOS EFLUENTES GENERADOS EN LOS PROCESOS DE REFINACION QUIMICA DE ORO. ⁽⁶⁾

Los parámetros fisicoquímicos que se tuvieron en cuenta para la calificación de los efluentes son:

- ✓ *Temperatura.* La importancia de este parámetro radica en el hecho de que los organismos requieren determinadas condiciones de temperatura para sobrevivir. A altas temperaturas la solubilidad del oxígeno disminuye y aumenta la velocidad de las reacciones metabólicas favoreciéndose los procesos de putrefacción en los medios acuáticos.
- ✓ *Turbidez.* La turbidez o turbiedad es la propiedad de dispersar la luz por parte de las partículas en suspensión de tamaño coloidal que contiene el

agua (efecto Tyndall). Estas partículas pueden ser de origen orgánico o inorgánico.

- ✓ *Sólidos*. Este parámetro se relaciona con el contenido mineral del agua, especialmente sales, carbonatos y metales. Los sólidos totales son el residuo que queda después de la evaporación de una muestra de agua a 105°C. Estos sólidos comprenden los sólidos disueltos, o porción de los sólidos que pasa a través de un filtro de 0,45 µm, y los sólidos suspendidos, fracción retenida por el filtro. El efecto principal de los sólidos disueltos es sobre el sabor del agua y en los procesos industriales limitar el grado al cual se puede concentrar el agua antes de que se deseche.
- ✓ *Conductividad eléctrica*. Está relacionada con el contenido de minerales en el agua. Una alta conductividad incrementa el flujo de corriente eléctrica a través del agua y aumenta la velocidad de corrosión en los ductos que la transportan. Cuanto mayor es la conductividad, los minerales disueltos en el agua están menos ionizados pero empacados en forma más estrecha y chocan con mayor frecuencia.

Esto disminuye el coeficiente de actividad, aumentando la solubilidad del carbonato de calcio y otros materiales ligeramente solubles.

- ✓ *pH*. Es una medida de la acidez y de la alcalinidad del agua. El carácter ácido o básico del agua está dado por la concentración de iones H^+ . El pH afecta el desarrollo de la vida acuática ya que incide en los procesos químicos que tienen lugar en el agua.
- ✓ *Acidez*. La acidez en el agua está dada por la presencia de ácidos fuertes (CO_2), y sales hidrolizadas que producen ácidos. La acidez de una muestra de agua puede expresarse como acidez total o acidez mineral.
- ✓ *Metales pesados*. Los metales pesados son elementos químicos de alta densidad y tóxicos a bajas concentraciones.

Aunque muchos de estos elementos son micro nutrientes, al exceder de una determinada concentración resultan perjudiciales, ya que no se degradan y se incorporan a las estructuras de los seres vivos, alterando mecanismos fisiológicos fundamentales; por ejemplo, muchos de estos metales tienen afinidad por el azufre y se unen en los enlaces que forma este elemento con las enzimas de organismos.

Una vez en el agua, los iones metálicos pueden encontrarse libres o formando complejos con ligandos orgánicos o inorgánicos; pueden precipitar como hidróxidos, óxidos o carbonatos o ser adsorbidos sobre la superficie de minerales, coloides orgánicos o microorganismos vivos; además pueden participar en reacciones de oxido-reducción, ácido-base, alquilación, etc.

Los elementos metálicos disueltos en los procesos de refinación practicados en los talleres de joyería, son incorporados al medio hídrico en forma iónica, soluble. Dentro de las especies metálicas que comúnmente se encuentran en los residuos líquidos de estos procesos están el cobre, la plata, el hierro, el níquel y zinc. Otros metales son el sodio.

✓ *Cobre.* El 90% del cobre de un río se halla formando complejos con polipéptidos, aminoácidos o con la fracción húmica en disolución. Al pH normal del río y en ausencia de materia orgánica, el ión Cu^{+2} como hidróxido; suele también precipitar como CuCO_3 o formar compuestos con iones OH^- y CO_3^{-2} : CuCO_3 (ac), $[\text{Cu}(\text{CO}_3)_2]^{-2}$, CuOH^+ , $\text{Cu}(\text{OH})_3^-$, $\text{Cu}(\text{OH}_4)^{-2}$. El ión Cu^{+2} se absorbe fácilmente sobre partículas sólidas en suspensión, el Cu en su forma iónica, forma complejos estables con los grupos amino ($-\text{NH}_2$), y carboxílico ($-\text{COOH}$) dificultando los procesos de transporte a través de paredes celulares. El consumo de agua con alta concentración de Cu puede provocar vómito, y en los suministros industriales su presencia no es adecuada ya que corroe el aluminio.

- ✓ *Níquel.* El Ni^{+2} suele estar en forma soluble y sólo una baja proporción forma complejos inestables o está temporalmente absorbida sobre partículas sólidas como minerales arcillosos.
- ✓ *Zinc.* Se encuentra en medio hídrico tanto en forma iónica, como haciendo parte de complejos estables con el ión OH^- : ZnOH^+ , $\text{Zn}(\text{OH})_3^-$ y $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ y complejos solubles como $\text{ZnCO}_{3(\text{ac})}$ y $\text{ZnSO}_{4(\text{ac})}$.
- ✓ *Hierro.* En ausencia de oxígeno, el hierro es bastante soluble al estar en estado reducido. A pH de 7 a 8.5, el hierro oxidado es casi completamente insoluble, y su concentración se puede reducir con facilidad a menos de 0,3 mg/l.
- ✓ *Sodio.* Todas las sales de sodio son muy solubles en agua. En las aguas dulces su concentración suele variar entre 10 a 100 mg/l. El único proceso para eliminar el sodio es el intercambio catiónico en el ciclo del hidrógeno. La ósmosis inversa y la evaporación también reducen el sodio, produciendo una corriente baja en sodio y una de alta concentración.

2.8 CONTROL AMBIENTAL

El Decreto 1594* del 26 de junio de 1984 del ministerio de agricultura de Colombia, reglamenta las leyes de los años 1974 y 1979 en lo referente a los usos del agua y recursos líquidos. Contiene 16 capítulos, con un total de 255 artículos. El artículo 73 de dicho decreto enumera las normas que debe cumplir todo vertimiento a un alcantarillado público. En la tabla 6 se enumeran los parámetros fisicoquímicos útiles en la caracterización de los efluentes del proceso de refinación química de oro. ⁽⁶⁾

* Anexo B

Tabla 6. Norma colombiana para los parámetros físicos y químicos evaluados a los vertimientos a la red pública de alcantarillado.

REFERENCIA	VALOR
PH	5 – 9 Unidades
Temperatura	< 40°C
Ácidos, bases o soluciones ácidas o básicas que puedan causar contaminación	Ausentes
Sólidos sedimentables	10 ml/L
Sólidos suspendidos para desechos domésticos e industriales	Remoción > 50% en carga (usuarios existentes). Remoción > 80% en carga (usuarios nuevos).

Los artículos 74 y 75 del nombrado decreto establecen las concentraciones para el control de la carga de metales y otras sustancias de interés sanitario como se registra en la tabla 7.

Tabla 7. Carga máxima permisible de metales pesados para vertimientos, según normatividad colombiana.

ELEMENTO	CONCENTRACIÓN (p.p.m)
Cobre	3
Plata	0.5
Hierro	25
Zinc	10
Níquel	2
Plomo	0.5
Cadmio	0.1
Aluminio	5
Sodio	200

2.8.1 Valoración de la Carga Contaminante. La carga de control de un vertimiento que contenga las sustancias citadas en el artículo anterior se calculan mediante las siguientes ecuaciones, establecidas en el artículo 75:

$$A = Q * CDC * 0.0864 \quad (18)$$

$$B = Q * CV * 0.0864 \quad (19)$$

siendo:

A: Carga de control, Kg/ día

Q: Caudal promedio del vertimiento, L/seg

B: Carga en el vertimiento, Kg/ día

CDC: Concentración de control, mg/l

CV: Concentración en el vertimiento, mg/l

0.0864: Factor de conversión

Puesto que la cantidad de material a refinar en un taller de joyería es muy irregular y por consiguiente no existe un caudal constante del vertimiento, no es posible aplicar las ecuaciones antes citadas para encontrar la concentración de metales pesados en los residuos líquidos de estos talleres. En un estudio realizado para caracterizar los efluentes generados en el proceso de refinación de oro con ácido nítrico en los talleres de Bucaramanga (Guerrero y Mindiola, 2003) fueron diseñados para este propósito se diseñaron los denominados Índices de Carga Contaminante.*

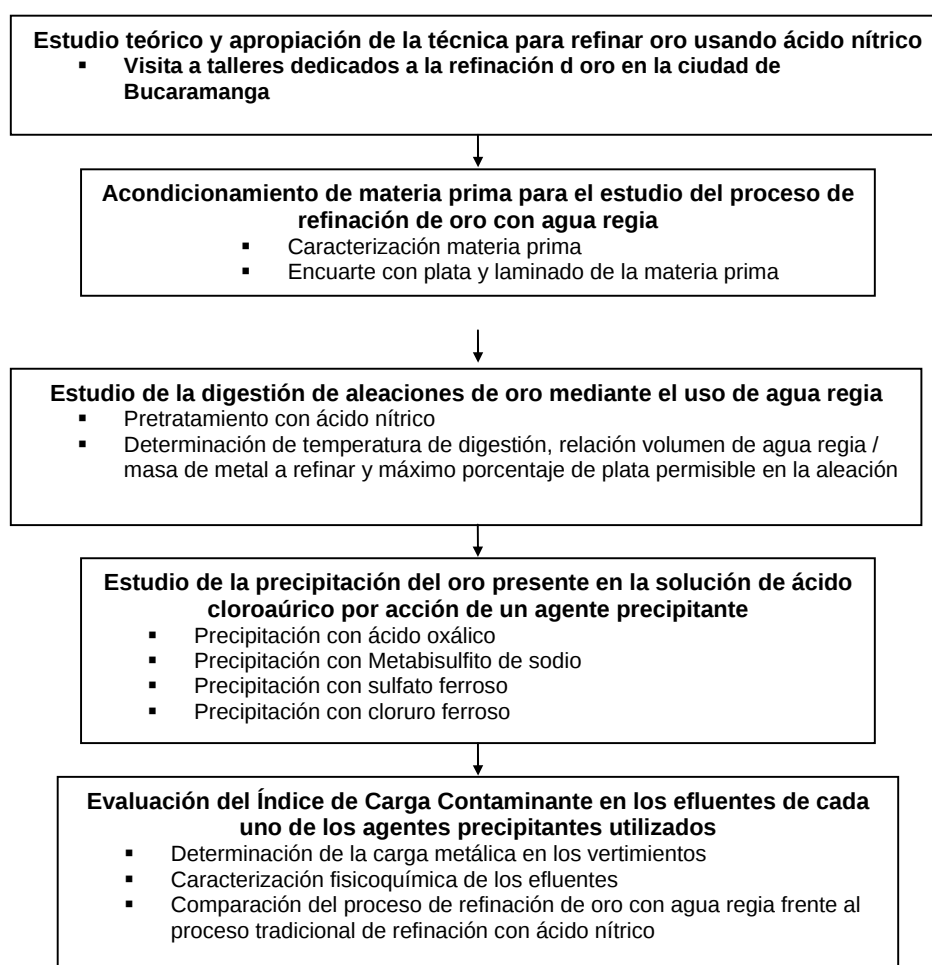
* Anexo C

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se hace referencia al procedimiento experimental seguido para dar cumplimiento a los objetivos propuestos en el planteamiento del presente trabajo.

La fase de experimentación contó con las etapas que se indican en la figura 3.

Figura 3. Esquema de estudio experimental en el proceso de refinación de oro con agua regia.

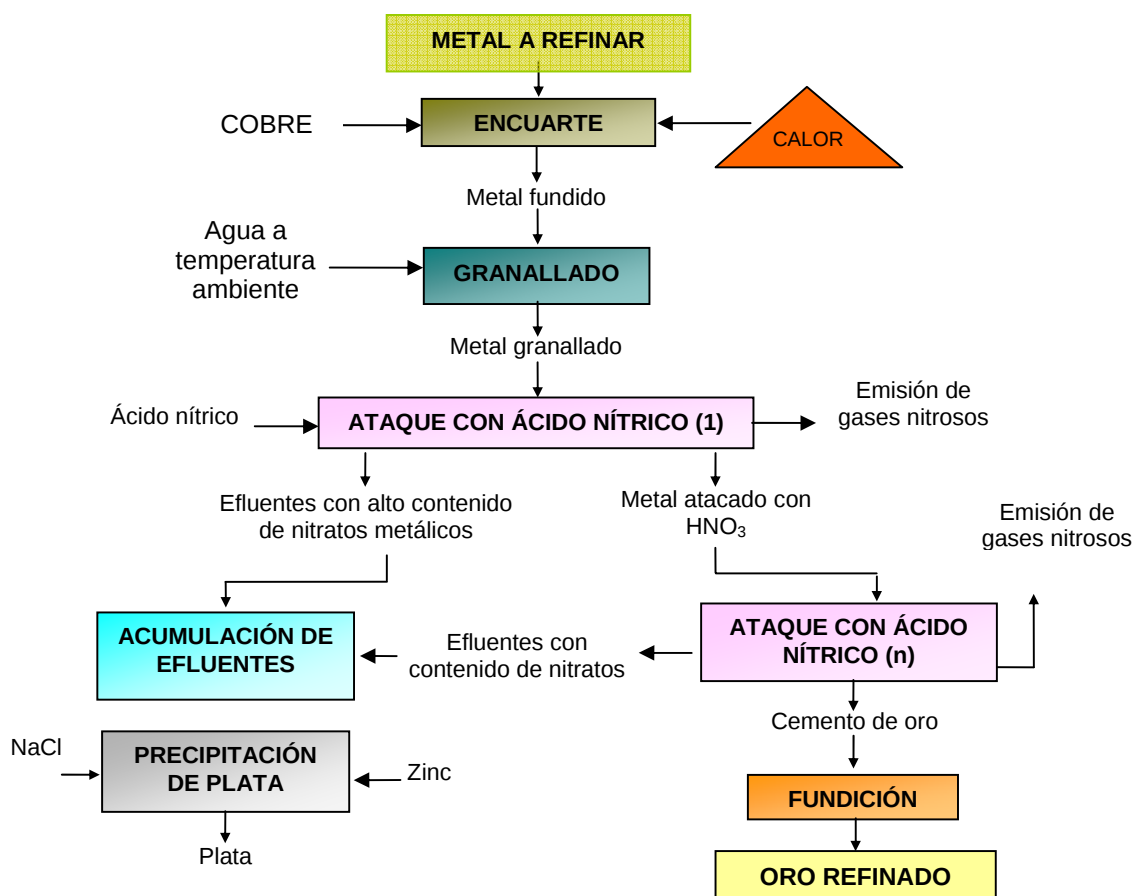


3.1 ESTUDIO TEÓRICO Y APROPIACIÓN DE LA TÉCNICA PARA REFINAR ORO USANDO ÁCIDO NÍTRICO

Partiendo de la información recaudada en la revisión bibliográfica y sabiendo que Bucaramanga es el principal centro productor de joyas tanto de oro como de plata a nivel nacional, con una producción media mensual que supera la cifra de los 380 kilogramos ⁽⁷⁾ y que además el número de talleres dedicados a la actividad joyera supera el millar, se realizó entonces un serie de visitas al taller con mayor capacidad para afinar metal de oro en la ciudad.

En la figura 4 se representa el proceso de refinación de oro con ácido nítrico utilizado en los talleres de Bucaramanga.

Figura 4. Proceso de refinación de oro en los talleres de Bucaramanga



El procedimiento empleado en el proceso de refinación de oro con ácido nítrico que se apreció en este taller es el que se describe a continuación: el metal a refinar, es decir el oro impurificado por la presencia de los metales que comúnmente lo acompañan (plata, cobre, níquel, zinc, entre otros), es aleado con tres partes de cobre, etapa denominada ENCUARTE, ya que el contenido de oro queda reducido a la cuarta parte de la aleación total. El encuarte es importante para garantizar la reacción entre el ácido nítrico y el metal, puesto que si el oro supera el 28,5% del porcentaje total de la aleación, éste “protege” a los demás metales de la acción del ácido.

Esta aleación se consigue en una cuchara de barro por la acción de fuego directo, suministrado con soplete por la combustión de propano con oxígeno, como se aprecia en la figura 5.

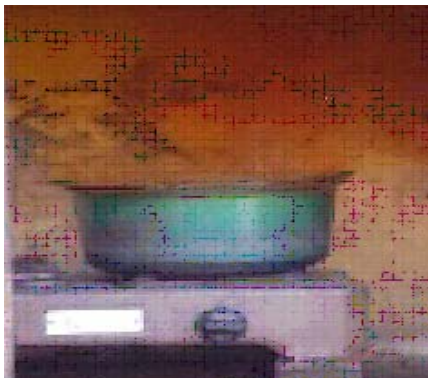
Figura 5. Fundición de metal a refinar



En la etapa de granallado, la masa metálica fundida es vertida sobre un recipiente que contiene agua a temperatura ambiente solidificándose en forma de esferas, con lo que se incrementa el área de contacto entre el metal y el ácido nítrico.

El metal granallado se lleva a un recipiente de vidrio donde se le adiciona ácido nítrico, reaccionando y produciendo una serie de emisiones de tonalidad pardo rojizo, color característico de la formación de los gases nitrosos (NO , NO_2). Por otra parte se genera un efluente de un tono azul propio de la presencia de nitrato de cobre, así como se evidencia en la figura 6.

Figura 6. Emisión de gases nitrosos y formación de la solución nitrato de cobre.



El cese de la emisión de gases nitrosos es usado por los operarios de los talleres de joyería como indicador de la culminación de la reacción entre el ácido y el metal; entonces el material remanente es retirado de la solución repitiéndose el ataque con el ácido tantas veces como sea necesario hasta que la solución ácida permanezca incolora, indicando la disolución completa del cobre presente inicialmente en la aleación. Cabe destacar que estos ataques en ácido se realizan con el suministro de energía en forma de calor, hasta llevar a ebullición el ácido.

El resultado del proceso es la disolución de los metales, excepto el oro. El oro insoluble se decanta de la solución y se lava con agua hasta que ésta no se observe turbia.

Posteriormente el oro húmedo se seca en un recipiente cerámico a aproximadamente 96°C. Para compactar los gránulos de metal obtenidos, estos se funden en cucharas de barro; el punto de fusión es disminuido de 1070°C a aproximadamente 800 °C mediante la adición de sal nitro o bórax.

El lingote obtenido es un oro de 960 a 996 milésimas de pureza, adecuado para ser aleado y obtener el kilataje requerido según la clase de joya a elaborar.

Los efluentes del proceso de refinación son almacenados, y algunas veces tratados con cloruro de sodio con el objetivo de precipitar de ellos la plata en forma de cloruro de plata, y posteriormente ser cementada por adición de viruta

de zinc; en otros casos la recuperación de la plata de los efluentes es obviada; de cualquier forma los vertimientos líquidos son desechados directamente a la red de alcantarillado público.

Con base en la información recaudada, se detectó que las principales fallas técnicas y operacionales en el proceso de refinación química de oro con el uso de ácido nítrico en la ciudad de Bucaramanga son:

- ✓ Medición imprecisa del cobre en la etapa de encuarte. La cantidad de cobre medido en la operación de encuarte varía entre 2 a 4 veces el peso del material a refinar, esto representa un aumento en la concentración de dicho metal en los efluentes generados
- ✓ Uso de excesivo volumen de ácido nítrico. La cantidad de ácido empleada no es cuantificada y no existe un estándar del volumen que se requiere en cada digestión. No se observa gran interés por reducir el vertimiento de efluentes altamente ácidos.
- ✓ Uso de fuentes de calor carentes de control de temperatura. El calor es suministrado por una estufa tradicional y existe una tendencia a creer que al llevar el ácido a su temperatura de ebullición (125°C), la reacción de digestión es más eficaz.
- ✓ Generación de efluentes con una alta carga contaminante, es decir con elevada concentración de metales pesados, y parámetros fisicoquímicos discordantes con lo reglamentado por la normatividad ambiental.

En la tabla 8 se aprecian los valores máximos y mínimos, registrados para los parámetros de fisicoquímicos de los vertimientos del proceso de refinación química de oro con ácido nítrico, y las concentraciones de los metales pesados en estos efluentes. El punto de muestreo A hace referencia al efluente de la digestión química que es vertido sin recuperación de su contenido de plata y D es el efluente vertido luego de ser recuperada la plata por precipitación y cementación.*

* MINDIOLA Y GUERRERO (2003)

Tabla 8. Parámetros fisicoquímicos y carga metálica del proceso de refinación de oro con ácido nítrico.

PARÁMETRO EVALUADO	PUNTO DE MUESTREO	
	A	D
Ph	1	1
Temperatura (°C)	25	25
Acidez (p.p.m de CaCO ₃)	68670,845 - 27316,19	37790,16 - 117629,28
Conductividad(mS/cm)	76,9 – 2000	106,9 - 177,6
Turbidez (NTU)	0 - 5,36	2,11 - 77,36
O ₂ disuelto(ppm)	0 - 5.2	2,5 - 5,1
Sólidos disueltos (ppm)	0,01655 – 0,28475	0,01156 - 0,10871
Sólidos suspendidos (ppm)	0,00015 – 0,01212	0,00094 - 0,00829
Sólidos totales (ppm)	0,02565 – 0,3004	0,014505 - 0,117
Ag (p.p.m.)	427 - 41850	0,268 - 2,8
Cu (p.p.m.)	6573 -470900	283,9 - 90000
Fe (p.p.m.)	0,565 - 2,55	0,634 - 2.41
Ni (p.p.m.)	0,3 – 40	0,37
Zn (p.p.m.)	0,3 - 40	2100
Na (p.p.m.)	-----	N.M
Pb (p.p.m.)	0,86 - 2459,4	0,392 - 1,14

De acuerdo a esto surgió la hipótesis que sustentó el desarrollo de este trabajo de investigación: el uso del agua regia como agente purificador del oro, con el fin de mitigar en cierto grado el alto impacto ambiental ocasionado por el proceso tradicional, y además producir un metal de mayor pureza.

3.2 ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO CON AGUA REGIA

Para el desarrollo de este estudio se adquirió retal de oro de composición similar a la que se procesa en los talleres dedicados a esta actividad en la ciudad de Bucaramanga; se contó con una masa de materia prima igual a 11,6 gramos, y su constitución metálica se determinó mediante la técnica de espectroscopía de absorción atómica.

3.2.1 Caracterización química de la materia prima. Para este propósito se digirió con ácido nítrico una muestra de materia prima de 0,1 gramos

obteniéndose un metal residual que posteriormente se atacó con agua regia. Las dos soluciones producto de las digestiones se analizaron mediante la técnica de espectroscopía de absorción atómica para evaluar su concentración metálica. El equipo utilizado fue el espectrofotómetro Perkin – Elmer 2380, se tuvo en cuenta la longitud de onda recomendada para los metales analizados, y se emplearon patrones Titrisol de Merck para elaborar la curva de calibración de cada elemento evaluado. Se tuvieron en cuenta las normas ASTM Standards. Vol.11-01.1986.

Los metales encontrados en este análisis fueron: oro, plata, cobre, hierro, níquel, zinc y su respectiva composición porcentual se indican en la tabla 9 en el capítulo correspondiente a resultados y discusión de los mismos.

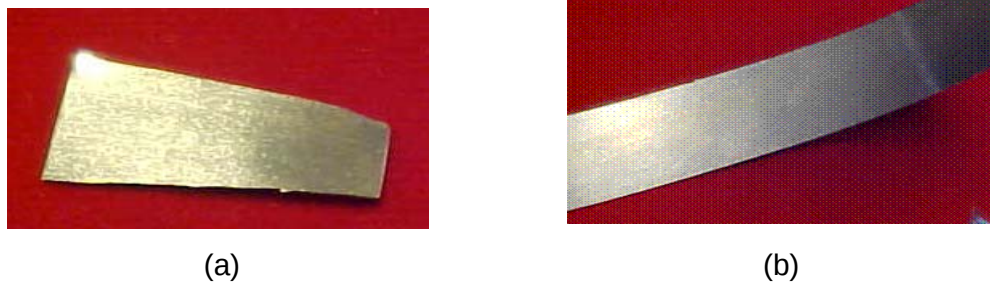
Debido a que la cantidad de plata determinada en la materia prima superaba el límite permisible recomendado en la bibliografía para la adecuada digestión del metal en agua regia*, se hizo necesario realizar un tratamiento previo con ácido nítrico, por lo tanto se debió encuartar la materia prima con plata. La decisión de reemplazar el cobre por la plata estuvo motivado en el hecho de que ésta representa un valor adquisitivo más elevado que el del cobre lo que genera en los operarios del sector joyero la necesidad de recuperarla de los efluentes antes de arrojarlos a la red pública de alcantarillado, y de esta manera disminuir en cierto grado la carga metálica contenida en los vertimientos.

3.2.2 Encuarte y laminado de la materia prima. La operación de encuarte se realizó en uno de los talleres que se dedican a esta actividad en la ciudad de Bucaramanga, el procedimiento fue el siguiente: El encuarte se hizo de acuerdo al oro determinado en la fase de caracterización de la materia prima, esta cantidad se multiplicó por tres y se le sustrajo la cantidad de los otros metales. Se empleó cuchara de barro con aplicación de fuego directo suministrado por un soplete de la mezcla de gas propano y oxígeno. El metal encuartado se laminó,

* Un porcentaje superior al 8 % en plata es una limitante para la correcta disolución del oro en agua regia, a causa de la formación de los cloruros de plata que pasivan la reacción entre la solución ácida y el oro. Alsina Benavente (1989)

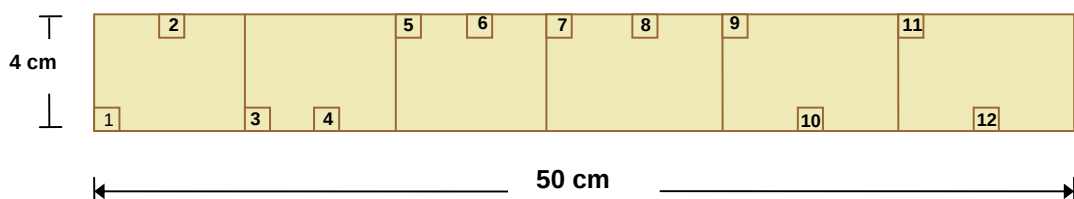
con el fin de aumentar el área superficial y garantizar un material muy similar a lo largo de toda la experimentación. En la figura 7 se aprecian (a) la apariencia de la materia prima y (b) el aspecto del metal una vez encuartado y laminado.

Figura 7. Apariencia de la materia prima.



El material encuartado y laminado se sometió a una nueva caracterización, se tomaron 12 muestras como se indica en la figura 8.

Figura 8. Distribución de la lámina encuartada



En esta caracterización se determinó la no homogeneidad de la lámina, como se indica en la tabla 10, lo que motivó a la necesidad de caracterizar cada una de las muestras en los diferentes ensayos.

3.3 ESTUDIO DE LA DIGESTION DE ALEACIONES DE ORO MEDIANTE EL USO DE AGUA REGIA

Las pruebas realizadas en esta etapa estuvieron orientadas a encontrar las condiciones necesarias para la digestión eficaz del material encuartado, las variables consideradas en esta fase fueron la temperatura de digestión, relación de volumen de agua regia-masa de metal a refinar y la cantidad de plata asociada a dicho material, la variable respuesta fue el porcentaje de oro disuelto por el agente purificado.

En los diferentes ensayos realizados se tomaron muestras de material encuartado de aproximadamente 0,5 gramos, cada una de las cuales fue caracterizada, y sometida a un tratamiento previo de digestión usando ácido nítrico, para obtener probetas con un bajo contenido de plata y así evitar la formación de los cloruros que encapsulan al oro e impiden la acción del agua regia.

3.3.1 Pretratamiento con ácido nítrico. El objetivo de esta actividad fue disminuir la cantidad de plata asociada al oro, pero sin eliminarla completamente, pues más adelante fue necesario determinar la máxima cantidad de plata permisible en el material de trabajo.

Las condiciones de digestión usadas en esta actividad se establecieron en concordancia a los resultados obtenidos en un estudio paralelo realizado por Higuera y Reyes⁽⁸⁾ quienes determinaron las mejores condiciones para una óptima disolución de la plata aleada al oro cuando ésta es usada como metal de encuarte, los resultados para los valores de las variables estudiadas por los autores citados son:

- Concentración de ácido nítrico: 44%
- Temperatura de digestión: 54°C
- Relación volumen de ácido – masa de metal a refinar: 15 mg/l

Siendo la temperatura la variable de mayor influencia para la eliminación de plata con el ácido en cuestión, a su vez la variable con menor incidencia es la relación de volumen de ácido por gramo de metal a refinar.

3.3.2 Determinación de la máxima cantidad de plata permisible en el metal a refinar. Se obtuvieron varias muestras de material encuartado, se caracterizaron y se sometieron a digestión parcial con ácido nítrico para disminuir su contenido de plata.

Como el objetivo de esta actividad era determinar el nivel máximo permisible de plata en el metal a refinar, se decidió trabajar con una concentración de ácido al 35% en porcentaje peso a peso, con una relación de 12 mililitros de ácido por

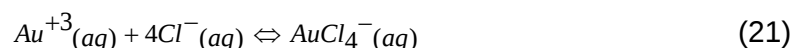
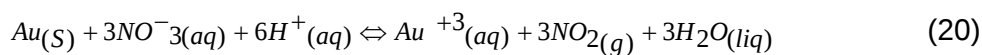
gramo de metal a purificar y con una variación de la temperatura de digestión entre 40 y 60°C con el fin de obtener probetas con diferente contenido de plata, el tiempo de digestión en todos los casos fue de 5 minutos. El porcentaje en peso de plata en el metal residual se determinó por espectrofotometría de absorción atómica a partir de la caracterización inicial y del análisis a la solución de metales obtenida luego de la digestión con nítrico.

Posteriormente las probetas se digirieron con un exceso de agua regia a una temperatura de 80°C y por el tiempo suficiente hasta apreciar la disolución total del oro. La solución ácida se analizó por absorción atómica para determinar el porcentaje de oro disuelto por el agua regia. Los resultados obtenidos para cada uno de los ensayos se registran en la tabla 12.

3.3.3 Determinación de condiciones de operación en la digestión con agua regia. Una vez se determinó el porcentaje en peso de plata que permite la disolución total del oro, se trataron con ácido nítrico algunas muestras del material encuartado y se obtuvieron probetas de bajo contenido de plata, por debajo del límite encontrado.

Posteriormente las probetas se digirieron con agua regia bajo diferentes condiciones de temperatura y relación de volumen de agua regia por gramo de metal, para encontrar los mejores valores que hicieran eficiente esta etapa del proceso de refinación estudiado.

La proporción en que se preparó el agua regia fue de 4 partes de ácido clorhídrico por una parte de ácido en todos los ensayos realizados. A partir de las ecuaciones globales que describen la reacción de disolución del oro metálico en agua regia puede preverse la ventaja del empleo de la relación mencionada:



Cada componente del agua regia tiene un papel diverso: ⁽⁹⁾ el ácido nítrico es un agente oxidante fuerte, pero dada su pequeña constante de equilibrio, genera

una mínima cantidad de iones Au^{+3} ; los iones cloruro, Cl^- , del ácido hidroclicrico, crean complejos de coordinaci3n con los iones de oro; de este modo el empleo de una mayor proporci3n de 3cido clorh3drico aumenta la concentraci3n de Cl^- y favorece la formaci3n de complejos de tipo AuCl_4^- . La consecuente reducci3n de la concentraci3n de iones Au^{+3} , desplaza el equilibrio de la reacci3n de oxidaci3n con el 3cido n3trico hacia la formaci3n de Au^{+3} .

✓ *Volumen de agua regia por gramo de metal a refinar, R.* Se realizaron varios ensayos de digesti3n con agua regia a 80°C , variando el volumen de soluci3n 3cida desde un volumen de 10 hasta 18 mililitros por gramo de metal a refinar. Para cada digesti3n se calcul3 el porcentaje de oro disuelto, determin3ndose el m3nimo valor de R necesaria para tal disoluci3n.

✓ *Temperatura.* Encontrado el menor valor de R, se hicieron ensayos de digesti3n empleando dicho volumen de agua regia, a temperaturas de 30, 40, 50, y 60 grados cent3grados. Mediante an3lisis de los metales en la soluci3n de 3cido cloroa3urico, se determin3 la temperatura a la cual se disolv3a toda la masa de oro presente en la probeta.

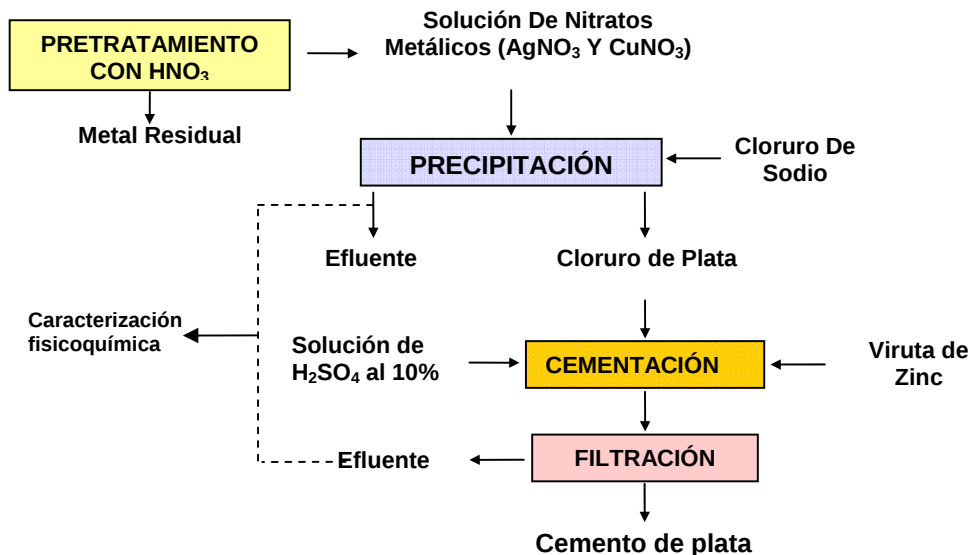
Los resultados de las pruebas pertenecientes a esta fase de la experimentaci3n se observan en las tablas 13 y 14 del cap3tulo de resultados.

3.3.4 Recuperaci3n de la plata mediante precipitaci3n con cloruro de sodio y cementaci3n con zinc. Se propuso esta actividad como una alternativa viable para disminuir la concentraci3n de este metal en los efluentes. Se emplearon dos de las soluciones obtenidas de los pretratamientos con 3cido n3trico, para estudiar la operaci3n.

El mecanismo de recuperaci3n de la plata consiste en la precipitaci3n con cloruro de sodio hasta cloruro de plata y la posterior reducci3n a plata met3lica mediante cementaci3n con zinc.

En la figura 9 se presenta en forma esquem3tica el procedimiento realizado en la operaci3n de recuperaci3n de la plata.

Figura 9. Diagrama de recuperación de la plata.

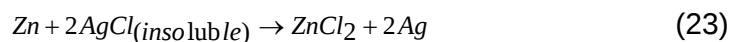


Se agregó cloruro de sodio a la solución de nitrato de plata con el fin de dar lugar a la siguiente reacción de precipitación:



La cantidad adicionada de sal corresponde a la calculada estequiométricamente, es decir aproximadamente 0,54 gramos de cloruro de sodio por gramo de plata.

El precipitado de cloruro de plata, se lavó para eliminar la acidez. Este se llevó a un recipiente junto con una solución de ácido sulfúrico al 10%; entonces se agregó poco a poco viruta de zinc en relación estequiométrica, según la ecuación 23, y se agitó simultáneamente. La plata reducida se observó de inmediato en forma de cemento gris claro; se adicionó un exceso de zinc para comprobar la total cementación de la plata que se manifestó por el cambio total de coloración. La cementación con zinc está representada por:



La plata cementada se lavó con ácido sulfúrico para retirar posibles residuos de zinc y de otras impurezas y posteriormente con abundante agua para eliminar la acidez. La plata elemental se secó y fundió. Los resultados se ven en la tabla 15.

3.4 ESTUDIO DE LA PRECIPITACIÓN DEL ORO DE LA SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLOROAÚRICO

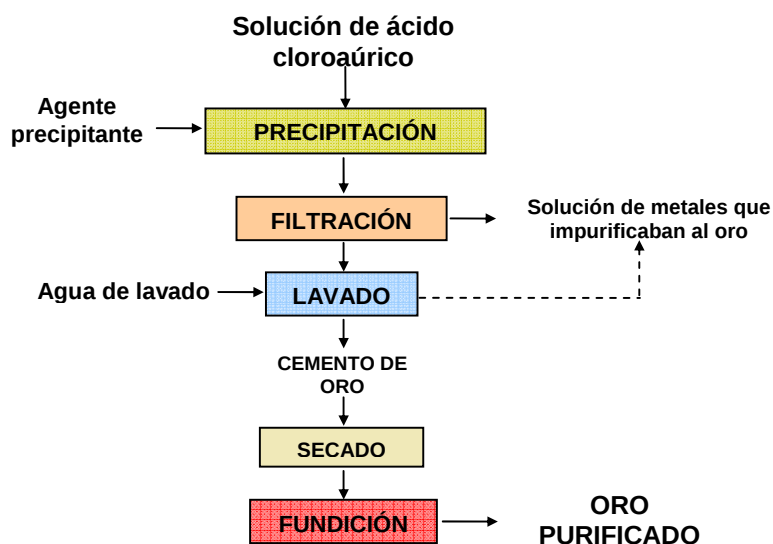
Una vez se obtuvo la solución de ácido cloroaúrico se procedió a precipitar el oro contenido en ella por medio de sustancias químicas que actúan como agentes reductores del oro, hasta su forma elemental, “liberándose” así de los otros metales que lo impurifican. En este aspecto durante la experimentación se emplearon cuatro agentes, de los que recomienda la literatura, estos fueron:

- ✓ Ácido oxálico ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Metabisulfito de sodio (NaHSO_3)
- ✓ Cloruro ferroso (FeCl_2)
- ✓ Sulfato ferroso (FeSO_4)

Vale citar que los agentes precipitantes utilizados, a excepción del cloruro ferroso, así como el resto de sustancias químicas empleadas en este estudio fueron de grado analítico.

En la figura 10 se indica de forma general el procedimiento empleado en la etapa de precipitación del oro de la solución de ácido cloroaúrico.

Figura 10. Precipitación del oro contenido en la solución de ácido cloroaúrico



3.4.1 Caracterización y adecuación de la solución de ácido cloroaúrico. La solución de oro en agua regia obtenida en los ensayos anteriores se caracterizó usando la técnica de espectrofotometría de absorción atómica. Esta actividad se hizo con el fin de determinar exactamente el oro presente en la solución y analizar posteriormente su porcentaje de precipitación, así como la selectividad de cada agente, tanto por el oro como por los otros metales. Los valores determinados de esta caracterización se registran en la tabla 16.

Luego la solución de ácido cloruroaúrico se sometió a evaporación y adición de ácido clorhídrico, con el objetivo de eliminar el ácido nítrico remanente y de esa forma favorecer la correcta precipitación del oro ya que al garantizarse la no presencia de ácido nítrico se reduce el riesgo de la presencia de agua regia, que haría que el oro permaneciera en disolución.

A partir de la solución obtenida se realizaron los ensayos de precipitación con los agentes propuestos.

3.4.2 Precipitación del oro mediante ácido oxálico. Se contó con un volumen de 50 mililitros de ácido cloroaúrico previamente caracterizado y adecuado. De acuerdo a lo sugerido por la literatura la cual indica que se requieren 1,2 gramos de ácido oxálico para la precipitación de 1 gramo de oro, se pesó una cantidad igual a 0,1655 gramos del agente reductor. Se utilizó ácido oxálico de grado analítico del 99,8% de pureza de marca Carlo Erba.

La solución ácida contenida en un vaso de precipitado de 250 mililitros se calentó en una placa reguladora de temperatura, luego se le adicionó la masa medida de ácido oxálico y se agitó suavemente.

Transcurridos algunos segundos se apreció el cambio de coloración de la solución, la cual era en un principio amarilla, pasó a ser de tonalidad café con la presencia de una fase sólida con apariencia de arena, una vez se sedimentó esta fase la solución comenzó a tornarse de color rosado, entonces se procedió a filtrarla en papel franja azul; luego se lavó el filtrado con agua caliente para eliminar residuos del agente precipitante tras lo cual se llevó a estufa a una

temperatura de 105°C con el propósito de secar el metal sedimentado. Por facilidad en el trabajo de laboratorio, el metal fue copelado en una mufla a una temperatura de 850°C por un tiempo de 20 minutos, hasta que se apreció la eliminación total del plomo, se obtuvo finalmente el botón de oro refinado.

Por otra parte la solución rica en los metales que le imprimían un carácter de impuro al oro se llevó a absorción atómica para evaluar la selectividad del ácido oxálico, el porcentaje de precipitación del metal de interés, y de manera indirecta determinar la ley del oro obtenido.

3.4.3 Precipitación del oro mediante metabisulfito de sodio. Para esta actividad se contó con un volumen de 35 mililitros de ácido cloroaúrico. La solución ácida se depositó en un vaso de precipitados de 250 mililitros de capacidad y se calentó en una placa dispuesta para tal fin. Se adicionaron 3 gramos de úrea (grado analítico) con el fin de disminuir la acidez de la solución, se agitó la solución y posteriormente se añadió la cantidad de metabisulfito de sodio recomendada en la bibliografía, 2 gramos de precipitante por gramo de oro en solución, para este caso se adicionaron 0,0966 gramos del agente reductor, la solución se agitó suavemente con varilla policia, y de inmediato se observó el cambio en la coloración y la formación del precipitado de oro.

Se suspendió la transferencia de calor y la agitación, y se procedió a filtrar y lavar el precipitado con el objetivo de retirar los residuos de metabisulfito de sodio que pudiesen permanecer en fase sólida, al igual que en la precipitación con el ácido oxálico, el oro filtrado tuvo aspecto de cemento y se secó en estufa a 105°C, luego se copeló y se obtuvo el botón de oro refinado.

A partir del análisis de la solución obtenida del filtrado, se determinó la selectividad, pureza y rendimiento del metabisulfito como precipitante del oro.

3.4.4 Precipitación del oro mediante sulfato ferroso. Para esta fase de la experimentación se trabajó con un volumen de 25 mililitros de la solución de ácido cloroaúrico.

Se pesaron 5,44 gramos de sulfato ferroso y se preparó una solución al 50% en agua. La solución tomó una coloración marrón turbia indicativo de la oxidación del hierro, por lo que se hizo necesario agregar 0,01 mililitros de ácido sulfúrico y 0,22 gramos de hierro para reducirlo nuevamente a su estado de valencia +2, reacción que se manifestó porque la solución adquirió una tonalidad verde claro. Se tomó un volumen de solución de precipitante tal que 8 gramos de sulfato ferroso por gramo de oro a precipitar, fueron adicionados a la solución de ácido cloroaúrico. La mezcla de ambas soluciones se sometió al calor y agitación suave, se formó entonces el precipitado de oro, el cual se filtró en papel franja azul, se lavó con agua caliente, se secó en estufa a una temperatura de 105°C, y por último se copeló obteniéndose el oro refinado.

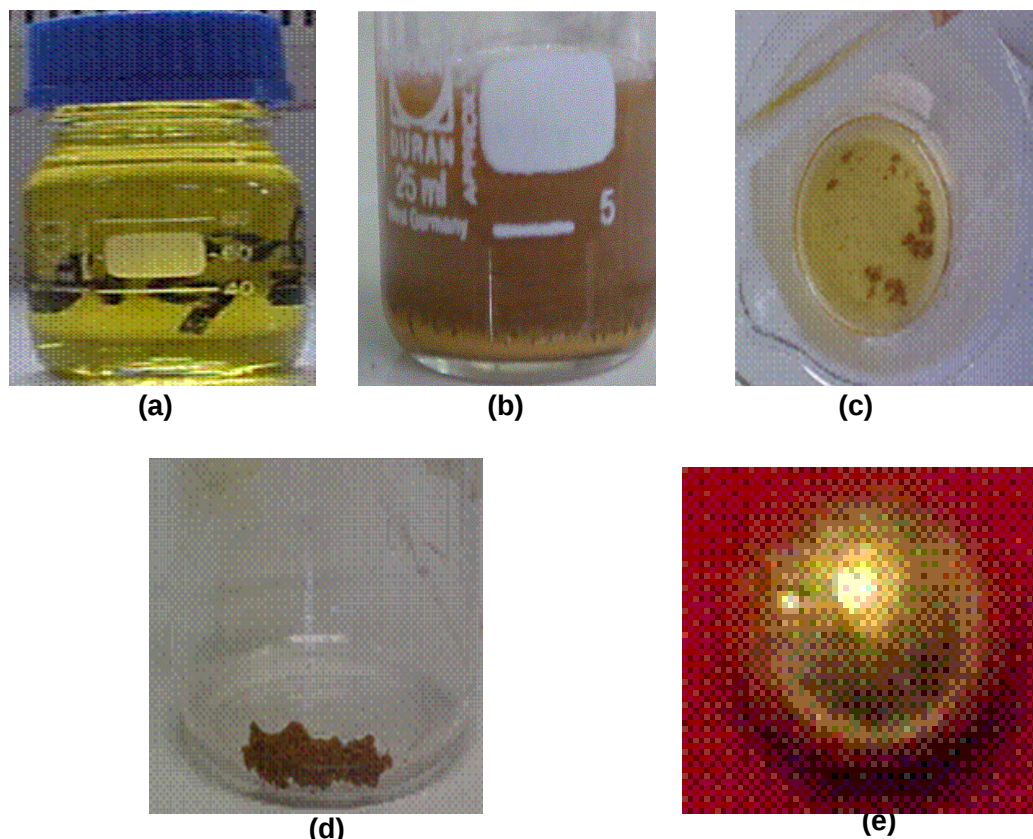
La solución residual rica en metales se analizó para determinar los criterios mencionados para los otros precipitantes.

3.4.5 Precipitación del oro usando cloruro ferroso. Se preparó una solución al 25% peso a peso de cloruro ferroso comercial en agua destilada. La solución del precipitante se adicionó a 25 mililitros de solución de ácido cloroaúrico en una proporción de 2,57 gramos de cloruro ferroso por gr de oro en solución, es decir aproximadamente cuatro veces la cantidad requerida estequiométricamente. La mezcla se sometió a calentamiento a 50°C y agitación suave.

El oro precipitado obtenido se llevó hasta copelación y se analizó la eficiencia del cloruro ferroso como agente precipitante así como la calidad de los efluentes del ensayo.

En la figura 11, se ilustran los principales eventos apreciados durante la precipitación: (a) obtención de la solución de ácido cloroaúrico; (b) el inicio de la reacción entre el oro en solución y el precipitante se manifiesta por el cambio de coloración; (c) formación del precipitado de oro; (d) el oro filtrado presenta una consistencia arenosa; (e) aspecto del oro después de ser copelado.

Figura 11. Eventos sobresalientes en la etapa de precipitación del oro.



3.5 EVALUACIÓN DEL INDICE DE CARGA CONTAMINANTE (ICC) DE LOS EFLUENTES DE LA PRECIPITACION.

Mindiola y Guerrero (2003)⁽¹⁰⁾ diseñaron el índice de carga contaminante (ICC)*, un modelo matemático que engloba las diferentes variables fisicoquímicas que se determinan con la caracterización de los efluentes, con el objetivo de mostrar su efecto contaminante y su incidencia en los vertimientos. Matemáticamente un ICC se expresa como sigue:

$$ICC = \sum_{i=1}^n W_i * \overline{Q_{ij}} \quad (24)$$

* Para mayor información acerca del cálculo del I.C.C. remitirse al anexo C.

Con la valoración del ICC fue posible determinar desde el punto de vista ambiental cual de los agentes precipitantes mostraba la menor incidencia y así tener un criterio de comparación para seleccionar la sustancia que ocasione el menor impacto a las fuentes hídricas del entorno.

3.5.1 Determinación de la carga metálica en los vertimientos. Siguiendo la norma ASTM Standards. Vol.11-01.1986 y empleando el equipo de absorción atómica Perkin–Elmer 2380, se calcularon las concentraciones, en unidades de partes por millón, de las especies metálicas presentes en los efluentes. La tabla 17 muestra el resultado de este análisis.

3.5.2 Caracterización fisicoquímica de los efluentes. Se determinaron los valores de ciertos parámetros fisicoquímicos útiles para la valoración de la carga contaminante de los efluentes, los cuales se aprecia en la tabla 18. A continuación se presenta la norma seguida así como el equipo utilizado para la determinación de cada uno de estos parámetros.

- ✓ *pH*: para la valoración del pH se empleó un pH metro de marca Metler Toledo MP 120, se tuvo en cuenta la norma ASTM 1293-01, y los valores se reportan en unidades de pH.
- ✓ *Temperatura*: En la determinación de la temperatura de los efluentes se empleó un sensor de temperatura SCHOTT SRL y bajo el lineamiento de la norma ASTM E1-58, los resultados obtenidos se reportan en unidades de grados centígrados (°C).
- ✓ *Acidez*: Con el objetivo de valorar la acidez de los efluentes del proceso de refinación de oro con agua regia, se realizó una titulación con hidróxido de sodio empleando una bureta de 25 mililitros de capacidad, y una placa de agitación magnética SCHOTT SRL con su respectivo agitador, se utilizó fenolftaleína como indicador. Posteriormente se hallaron los equivalentes de hidróxido de sodio en equivalentes de carbonato de calcio. Se siguió la norma ASTM D 1067-02 y los resultados se reportan como partes por millón (p.p.m) de carbonato de calcio.

- ✓ *Conductividad.* La medida de la conductividad eléctrica se realizó con el equipo Conductímetro 712 Methom, y su magnitud se reporta en unidades de mS/cm. La norma que se tuvo en cuenta para la determinación de este parámetro fue la ASTM 1125-82.
- ✓ *Turbidez:* Las unidades de este parámetro se expresan en NTU, la norma seguida para la valoración de la turbidez es la ASTM 2540 y en este caso particular se utilizó el equipo Turbidimeter DRT-15CE.
- ✓ *Sólidos:* Para esta medición se emplearon filtros de membrana de 0.45 µm, una bomba de vacío, cajas petri, y una balanza Mettler Toledo AE240. El procedimiento consistió en medir un volumen determinado del efluente, filtrarlo y la solución pasante se llevó a secado en una estufa a 105°C, y posteriormente se valoró el peso de los sólidos disueltos (resultantes después del secado de la muestra en la estufa), y los sólidos suspendidos (retenidos en la membrana o filtro); la suma de estos dos son los sólidos totales. La norma que se tuvo en cuenta fue la ASTM 2540 y las unidades para expresar la concentración de los sólidos son las partes por millón (p.p.m.).

Por otra parte con el fin de evaluar el agente precipitante con mejores resultados en lo que hace referencia al aspecto técnico, se evaluaron el rendimiento y la selectividad a cada una de esas sustancias. La selectividad se refiere a la especificidad del agente para precipitar el oro, pese a la presencia de los demás iones metálicos en la solución de ácido cloroaúrico. Este criterio se analizó con base en los datos obtenidos a partir de las concentraciones iniciales y finales de las especies metálicas contenidas en los efluentes; para este propósito se empleó la siguiente expresión:

$$\%M_p = \frac{M_s - M_f}{M_s} * 100 \quad (25)$$

donde:

M_p : masa de metal precipitado

M_s, M_f : masa de la especie metálica en la solución y en el filtrado de la precipitación respectivamente.

Con el objetivo de determinar la pureza del metal obtenido se empleó la ecuación que se indica a continuación:

$$Ley = \frac{Au_p}{W_{copela}} * 100 \quad (26)$$

donde:

Au_p : masa de oro precipitado calculado como la diferencia entre la masa inicial en solución y la masa de oro en el filtrado.

W_{copela} : masa del metal copelado

Los resultados obtenidos para los anteriores criterios se muestran en la tabla 21 del apartado de resultados.

De esta manera se obtuvo al metabisulfito de sodio como el agente precipitante que mostraba los mejores lineamientos tanto técnicos como ambientales y el proceso global de refinación de oro mediante el uso de agua regia se evaluó frente al proceso tradicional que emplea ácido nítrico como sustancia química de afinación.

3.5.3 Evaluación del proceso de refinación de oro con agua regia frente al proceso de refinación tradicional

Una vez se determinó el mejor agente precipitante así como las mejores condiciones de la digestión con agua regia, se llevó a cabo el proceso general de refinación con este agente de afinación a una muestra de metal encuartado.

Se evaluó el ICC de este proceso general y se comparó con los valores reportados para los ICC del proceso de refinación empleado en los talleres de la ciudad de Bucaramanga, según lo establecido por Mindiola y Guerrero.

Los resultados de esta evaluación hacen parte de la sección 4.5 del siguiente capítulo.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos a lo largo de la experimentación que comprendió el desarrollo de este trabajo de grado.

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA.

La tabla 9 resume los resultados del análisis de la materia prima hecho mediante espectroscopia de absorción atómica, para determinar la composición del retal de joyería adquirido para el desarrollo de este estudio.

Tabla 9. Composición la materia prima

ESPECIE METALICA	PORCENTAJE EN PESO
ORO	72.02
PLATA	15.12
COBRE	12.50
HIERRO, NIQUEL, ZINC	0.36

El porcentaje de plata fue superior al 8%, valor reportado en la bibliografía como máximo límite para una adecuada digestión en el agua regia sin la molesta formación de cloruros de plata. La materia prima se encuartó con plata con el fin de obtener un material susceptible a ser digerido con ácido nítrico para disminuir el contenido de este metal.

4.1.1 Caracterización promedio del metal encuartado con plata. La composición de las 12 muestras del material encuartado con plata, tomadas aleatoriamente, se observa en la tabla 10.

Tabla 10. Caracterización lámina encuartada con plata

MUESTRA	% METAL					
	Oro	Plata	Cobre	Níquel*10 ²	Zinc	Hierro
1	18,21	77,38	4,24	3,19	0,08	0,03
2	23,68	70,72	4,59	2,53	0,95	0,02
3	23,65	72,56	4,10	2,69	1,64	0,02
4	23,84	70,97	4,45	2,55	0,66	0,06
5	21,87	73,82	4,09	2,21	0,13	0,06
6	22,64	72,74	4,37	2,82	0,21	0,02
7	22,24	73,55	4,09	2,34	0,07	0,01
8	24,78	69,76	5,33	2,19	0,12	0,05
9	21,99	73,31	4,20	2,33	0,46	0,01
10	22,52	71,60	4,35	2,59	1,49	0,02
11	22,21	73,36	4,30	1,92	0,09	0,01
12	22,97	72,53	4,36	2,95	0,09	0,02
PROMEDIO	22,55	72,69	4,37	2,53	0,5	0,03

Se observa que la composición porcentual de la lámina de oro encuartada era heterogénea factor provocado por las segregaciones producidas en la colada del metal durante la fundición del mismo. Los gradientes de temperatura, que se ocasionaron porque la llama del soplete no tenía la misma intensidad sobre toda la masa metálica, fueron los causantes de la diferencia de concentración a lo largo del material y de la formación de microsegregaciones dendríticas. Por consiguiente el metal se sometió a una nueva fundición y laminado fin de disminuir los efectos de heterogeneidad encontrados anteriormente. Sin embargo para amortiguar el error provocado por la no homogeneidad del metal se decidió caracterizar cada una de las muestras que se emplearon durante la experimentación.

4.2 DIGESTION DEL MATERIAL ENCUARTADO CON AGUA REGIA

El objetivo de las pruebas realizadas en esta etapa de la experimentación estuvo orientado a encontrar los valores de contenido de plata en el metal, el volumen de agua regia por gramo de material y temperatura de digestión que garantizaran una disolución total del oro presente en el material a refinar.

4.2.1 Máximo porcentaje de plata permisible. En la tabla 11 se observa la composición de las muestras de material encuartado empleadas para obtener las probetas con distintos porcentajes de plata.

Tabla 11. Caracterización de las muestras de material encuartado.

LAMINA	PORCENTAJE EN PESO ESPECIE METALICA					
	Au	Ag	Cu	Zn	Ni	Fe
1	28,95	66,675	4,34	3,4E-02	6,39E-04	0
2	29,6	67,2	3,13	3,46E-03	4,38E-03	1,47E-03
3	26,43	69	4,5	5,6E-02	7,4E-03	0
4	28,72	67,23	3,97	6,7E-02	5,8E-03	2,66E-03
5	30,1	66,4	3,44	9,90E-03	4,62E-03	3,65E-03
6	28,65	68,02	3,24	8,67E-02	4,74E-03	2,68E-03
7	29,20	66,69	4,10	5,68E-03	4,25E-03	1,06E-03
8	28,55	66,76	4,68	4,25E-03	5,57E-03	3,62E-03
9	28,43	67,29	4,24	3,62E-02	4,72E-03	2,68E-03
10	29,01	67,29	3,69	5,68E-3	7,50E-3	1,25E-3
11	28,99	66,94	4,05	7,62E-03	4,23E-03	3,62E-3

Se aprecia una vez más la heterogeneidad del material de trabajo, aún cuando fue sometido a varias fundiciones, esto ratifica la necesidad de caracterizar cada muestra de material antes de cualquier ensayo.

En la tabla 12 se expone el tipo de tratamiento con ácido nítrico practicado a cada muestra, el porcentaje de la plata en el metal remanente luego de dicho tratamiento, y el porcentaje de oro digerido de cada probeta al ser sometidas a reacción con agua regia.

Tabla 12. Porcentaje de oro disuelto según contenido de plata en las láminas tratadas con HNO₃

LAMINA	PESO (g)	condiciones de digestión con HNO ₃	% Ag DISUELTO	% Ag en metal residual	%Au disuelto por agua regia
1	0,472	HNO ₃ al 35% 40°C	84,900	31,500	65,230
2	0,502	HNO ₃ al 35%, 43°C	89,780	21,100	90
3	0,472	HNO ₃ al 35% 45 °C	90,700	19,600	88,510
4	0,492	HNO ₃ al 35% 47 °C	92,420	15,500	93,100
5	0,513	HNO ₃ al 35% 49 °C	95,080	14,600	98,020
6	0,508	HNO ₃ al 35% 50 °C	95,810	13,900	94,450
7	0,486	HNO ₃ al 35% 52 °C	96,440	12,200	99,010
8	0,498	HNO ₃ al 35% 54 °C	97,140	10,000	98,990
9	0,495	HNO ₃ al 35% 56 °C	98,780	8,600	100
10	0,509	HNO ₃ al 35% 58 °C	99,900	5,400	99,370
11	0,455	HNO ₃ al 35% 60°C	101,5	0,000	100

Para algunas de las probetas con porcentajes de plata entre el 15 y el 12, se alcanzaron disoluciones del oro cercanas al 100%, pero no se observó un comportamiento estable y no hay certeza sobre los resultados de la digestión en este intervalo de composición. Para las probetas con contenido de plata inferior al 12% en peso se observaron porcentajes de disolución del oro entre el 99 y 100%. Las pequeñas oscilaciones y valores superiores al 100% de oro disuelto pueden deberse a errores de carácter instrumental.

Se acepta entonces el 12% en peso de plata, como el contenido máximo de este metal para el cual se consigue la disolución total del oro mediante agua regia, sin interferencia del cloruro de plata.

Antes de iniciar la experimentación de esta fase del estudio se realizaron ensayos con el fin de obtener probetas con igual porcentaje de plata tras un tratamiento con ácido nítrico, sin embargo este objetivo no se alcanzó, dada la imposibilidad de determinar la plata directamente, debido a que ésta se precipitaba en forma de cloruro por la acción del agua regia empleada en la caracterización de las muestras.

4.2.2 Condiciones de operación de la digestión con agua regia. En la etapa de pretratamiento de las muestras de metal encuartado, se permitió la reacción completa de éste con el ácido nítrico para obtener probetas de menos del 5% en peso de plata, y así disminuir el error introducido al usar metales de distinta composición.

Los resultados de los ensayos realizados para definir los mejores valores de las variables volumen de agua regia por gramo de metal y temperatura de digestión se reportan en las tablas 13 y 14.

Tabla 13. Determinación del mínimo valor de R*.

ENSAYO	R	%Au en solución
1	10	96,3
2	12	98,5
3	15	100
4	18	100

*Relación del volumen de agua regia en mililitros por gramo de metal a refinar.

Tabla 14. Estudio de la temperatura de digestión con agua regia para R=15

Ensayo	Temperatura (°C)	% Au disuelto
1	35	88,6
2	45	97,5
4	50	100
5	60	100

Los mejores valores de las variables estudiadas se refieren al mínimo valor al que se alcanza la disolución del 100% del oro presente en la probeta.

De estos resultados se concluye que un volumen de agua regia de 15 mililitros por gramo de metal a refinar, y una temperatura de 50° C son las mejores condiciones de operación de la digestión de aleaciones con bajo contenido de plata por acción del agua regia.

4.2.3 Recuperación de la plata mediante precipitación con cloruro de sodio y cementación con zinc. En la tabla 15 se compara la carga de metales pesados en los residuos líquidos del tratamiento con HNO₃ con la concentración presente en los mismos luego de la recuperación de la plata.

Tabla 15. Carga de metales contaminantes en el tratamiento con HNO₃ luego de la recuperación de la plata por cementación con zinc.

PROCEDENCIA DEL RESIDUO	Solución	CONCENTRACION DE METALES PESADOS (p.p.m)					
		Ag	Cu	Ni	Fe	Zn	Na
Tratamiento con HNO ₃	1	12271	611	0,817	0,35	0,284	0
	2	12118	611	0,74	0,074	0,534	0
Cementación con plata	1	0,458	132,9	0,178	0,076	808,6	568,5
	2	1,233	132,9	0,161	0,016	798,6	561,4
Porcentaje de disminución	1	99,982	-2,8*10 ⁻⁴	-4*10 ⁻⁴	-0,0017	-817,8	---*
	2	99,953	-1,3*10 ⁻⁴	-4*10 ⁻⁴	-0,0129	-429,9	---*

* No hay porcentaje de disminución pues la concentración inicial es cero y la división en cero es indeterminada.

La tabla muestra la ventaja que representa practicar la recuperación de la plata a los residuos de la digestión con nítrico. Los resultados son similares para las pruebas realizadas a las dos soluciones, lográndose una disminución promedio del 99,9% de la concentración de plata en dichos residuos. Por otra parte, existe un gran incremento de la carga de zinc y sodio como consecuencia de la adición de estos elementos, requeridos en las reacciones de precipitación y cementación de la plata.

4.3 RESULTADOS DEL ESTUDIO DE LA PRECIPITACION DE ORO A PARTIR DEL ÁCIDO CLOROAÚRICO

La composición metálica de la solución de ácido cloróaúrico usada en los ensayos de precipitación realizados con los cuatro agentes seleccionados se resume en la tabla 16.

Tabla 16. Caracterización de la solución de ácido cloróaúrico.

ELEMENTO	Au	Ag	Cu	Fe	Zn	Ni	Na
CONCENTRACION (p.p.m)	2759.1	6.28	11.94	47.2	0.44	0.28	1.68

En la actividad de adecuación de la solución no se observó la evolución de gases nitrosos, lo que indicó la ausencia de ácido nítrico en exceso. Una posible explicación a este hecho se encuentra en que el clorhídrico se usó en alta proporción en la preparación del agua regia. La alta cantidad de ácido clorhídrico favorecería que todo el nítrico presente en la solución reaccionara hasta la formación del NOCl en el periodo de digestión del material en el que se obtuvo el oro en solución de agua regia. De ahí que una proporción clorhídrico/ nítrico de 4/1 sea la indicada en la preparación del agua regia como agente afinador de aleaciones de oro

4.4 EVALUACIÓN DEL INDICE DE CARGA CONTAMINANTE (ICC) DE LOS EFLUENTES DE LA PRECIPITACION.

Luego de realizar los ensayos de precipitación con los distintos agentes propuestos, se evaluó la calidad de cada uno de los efluentes generados a partir del cálculo de los respectivos ICC. Por consiguiente fue necesario determinar la carga metálica en los efluentes y los valores de ciertos parámetros fisicoquímicos que permiten medir la calidad de un residuo líquido.

4.4.1 Determinación de la carga metálica en los vertimientos. El análisis de la solución pasante del filtrado para las diferentes precipitaciones realizadas se tabula a continuación en la tabla 17.

Tabla 17. Carga metálica en los efluentes de la precipitación

PRECIPITANTE	CONCENTRACION DE METALES EN EFLUENTES (p.p.m)					
	Ag	Cu	Ni	Fe	Zn	Na
C₂H₂O₄	0.341	11.33	0,398	41,42	0,901	2,523
NaHSO₃	2,03	5,07	0,114	19,11	0,421	526
FeSO₄	0.572	6,57	0,550	2991	0,286	1.087
FeCl₂	0,57	3,21	0,683	2135	1,23	0,79

Se observa una alta concentración de metales como el hierro en los efluentes del sulfato y cloruro ferrosos, y el sodio en el caso del metametabisulfito, como consecuencia de la composición de estos agentes.

4.4.2 Caracterización fisicoquímica de los efluentes. En la tabla 18 se presentan los resultados del análisis fisicoquímico hecho a los residuos de la precipitación de los diferentes agentes estudiados.

Tabla18. Caracterización fisicoquímica de los efluentes de precipitación del oro.

Agente Precipitante	PARAMETRO EVALUADO					
	pH (U. pH)	Acidez (p.p.m. CaCO ₃)	Temperatura (°C)	Turbidez (NTU)	CD* (mS/cm)	S.T** (p.p.m)
Ácido oxálico	< 1	6789	25	12	69	0,098
Metametabisulfito de sodio	< 1	40515	25	3	82.59	0.03
Sulfato ferroso	< 1	75700	25	1.2	222.36	0.003
Cloruro ferroso	< 1	12900	25	6.2	25.64	0.028

* S.T. Se refiere a los sólidos disueltos totales, ya que no se encontraron sólidos suspendidos en los efluentes de la precipitación.

**CD : conductividad eléctrica, milisimens por centímetro.

A partir de los datos de las tablas 17 y 18, se calcularon los ICC de los efluentes generados en la precipitación con cada agente reductor, con el fin de medir su incidencia contaminante.

En las tablas 19 y 20 se encuentran los parámetros de calidad Q para la carga metálica y demás variables químicas y físicas, calculados según las ecuaciones establecidas en la tabla 3 del anexo C.

Tabla 19. Caracterización fisicoquímica de los efluentes de precipitación del oro

VARIABLE	PARAMETRO DE CALIDAD Q			
	Ácido oxálico	Metametabisulfito de Sodio	Sulfato ferroso	Cloruro Ferroso
pH	0,000*	0,000*	0,000*	0,000*
Acidez	0,000*	0,000*	0,000*	0,000*
Temperatura	82,977*	82,977*	82,977*	82,977*
Conductividad	0,000*	0,000*	0,000*	0,000*
Turbidez	38,418*	70**	80**	46,910*
Solidos disueltos	99,995**	99,998**	99,998**	99,999**
Cadmio	100**	100**	100**	100*
Plata	65,900**	31,657*	47,947*	47,992*
Cobre	32,5886*	42,936*	39,598*	48,806*
Niquel	90,050**	97,150**	86,250**	82,920**
Zinc	95,495**	97,895**	98,570**	93,850**
Hierro	43,123**	61,780**	0,000*	0,000*
Sodio	99,369**	37,242*	99,728*	99,802**

* PARAMETRO CALCULADO SEGÚN LA ECUACION DEL RANGO SUPERIOR

** PÁRAMETRO CALCULADO SEGÚN LA ECUACION DEL RANGO INFERIOR

Los parámetros de calidad promedio fueron calculados para cada grupo de importancia y estos se multiplicaron por los pesos o factores de ponderación respectivos. Los resultados se registran en la tabla 20, donde se muestran los ICC calculados para cada precipitante de acuerdo a la ecuación (24).

Tabla 20. ICC para los efluentes de precipitación

G.D.I	ÁCIDO OXÁLICO		METAMETABISULFITO DE SODIO		SULFATO DE HIERRO		CLORURO DE HIERRO	
	$\bar{Q}$	$\bar{Q} * W_i$	$\bar{Q}$	$\bar{Q} * W_i$	$\bar{Q}$	$\bar{Q} * W_i$	$\bar{Q}$	$\bar{Q} * W_i$
I	00,000	0,000	0,000	0,000	0,0000	0,000	0,0000	0,000
II	82,969	4,667	82,969	4,667	82,9,69	4,667	82,696	4,667
III	0,000	0,000	0,0000	0,000	0,000	0,000	0,00	0,000
IV	69,202	3,893	18,658	4,781	0,000	5,287	0,000	4,132
V	100	25,6	100	25,6	100	25,6	100	25,6
VI	49,246	10,157	37,925	7,692	73,772	9,028	43,772	8,811
VII-	15,309	9,568	325,803	10,322	143,624	9,164	48,399	8,811
VIII	79,342	4,463	70,324	3,692	0,0874	3,496	3,545	3,490
ICC	58,348		56,754		57,242		56,682	

Se determinó que los efluentes de la etapa de precipitación, usando los diferentes agentes reductores, tienen una incidencia contaminante muy similar. Según la escala de calificación estándar (tabla 1, anexo C) todos los efluentes se ubican en el rango correspondiente al descriptor de calidad normal con valores de ICC entre 50 y 60.

De acuerdo a lo analizado, el mejor agente precipitante en relación al aspecto ambiental es el ácido oxálico, al presentar el más alto ICC.

Cada uno de los aspectos tenidos en cuenta para la elección del mejor agente precipitante desde el punto de vista técnico fue estimado a partir del análisis de la concentración de metales en el filtrado obtenido en las diferentes experimentaciones.

La selectividad se estimó mediante la comparación de los porcentajes de precipitación, de la masa original de cada uno de los elementos que conformaban la solución.

El rendimiento o eficiencia de la reacción de precipitación, fue determinado como el porcentaje de oro precipitado a partir de los gramos iniciales en la solución de ácido cloroaúrico.

Para calcular el porcentaje de precipitación de cada metal constituyente de la solución se usó la ecuación 25. Los porcentajes de precipitación y pureza, calculados a partir de los gramos iniciales de las diferentes especies metálicas y los gramos finales en el filtrado, se resumen en la tabla 21 para los distintos agentes precipitantes.

Tabla 21. Rendimiento, Selectividad y Pureza del material refinado para cada agente precipitante empleado.

AGENTE PRECIPITANTE	PORCENTAJE EN PESO DE METAL PRECIPITADO						LEY
	Au	Ag	Cu	Zn	Ni	Fe	
$C_2H_2O_4$	100	94.6	5.1	-104,31	14.55	13.9	997.85
$NaHSO_3$	99.99	7.8	-21.43	-172,54	-14.3	-13.6	999.82
$FeSO_4$	99.898	81.84	-10.08	-29,889	-287	-99.2	998.14
$FeCl_2$	97.573	63.68	-7.58	-1012,18	-860	-99.4	998.5

En general se observa un alto rendimiento de precipitación para los cuatro agentes estudiados. El ácido oxálico fue el precipitante con el más alto porcentaje de recuperación del oro, seguido por el metametabisulfito de sodio con un 99,99% de rendimiento.

En términos de rendimiento, es posible que la reacción de precipitación haya sido favorecida nuevamente por la proporción 4:1 usada en la mezcla del clorhídrico con el nítrico. Los estudios más recientes, indican que cuando el oro hace parte de la sal soluble de $HAuCl_4$ no se halla en forma de ión libre disuelto, Au^{+3} , sino formando racimos de metal: Au_2Cl_6 , Au_3Cl_9 , Au_4Cl_{12} , hasta $Au_{33}Cl_{99}$. Dichos agrupamientos son consecuencia de la vinculación fuerte entre los orbitales $d^{10}s^1$ del oro. Se ha establecido que la reducción del oro desde sus sales de cloruro se realiza fácilmente cuando se presentan racimos de más de 11 átomos, puesto que el espaciamento de los mismos en estas agrupaciones es similar al encontrado en el metal antes de la disolución. Cuando la cantidad de ácido clorhídrico usado en las preparaciones iniciales es alto, se favorece la formación de racimos de oro y por tanto la recuperación del metal se ve facilitada; esto justifica también la eliminación del exceso de nítrico antes del proceso de precipitación.

Respecto a la selectividad, se observan altos porcentajes de precipitación de plata para todos los agentes salvo el metametabisulfito de sodio con tan sólo un 7,8%. Los valores negativos para los porcentajes de precipitación de los demás

metales, son el resultado de un incremento de la masa de dichos elementos en el filtrado, respecto a la cantidad inicial en la solución ácida de cloruro aúrico. Este incremento se debe a que los reactivos usados contienen trazas de elementos metálicos; por consiguiente puede decirse que el oxálico es el agente relativamente más puro. Dados los resultados, fue preciso seleccionar el porcentaje de precipitación de plata como el índice de la selectividad de los agentes, lo que señala al metabisulfito de sodio como el precipitante más efectivo según el aspecto mencionado.

Es destacable que el grado de pureza conseguida por los distintos agentes de precipitación estudiados supera a la ley reportada para el oro refinado con ácido nítrico. Se observa que la ley más alta se consigue cuando el precipitante usado es el metabisulfito de sodio.

Teniendo en cuenta el análisis presentado anteriormente se elige al metabisulfito de sodio como el agente precipitante más efectivo en relación a los criterios técnicos evaluados.

4.5 EVALUACION GLOBAL DEL PROCESO DE REFINACION QUIMICA DE ORO CON AGUA REGIA FRENTE AL PROCESO DE REFINACIÓN TRADICIONAL

En este apartado se analizan los resultados obtenidos al practicar la refinación con agua regia a una muestra del material encuartado. El proceso incluye el tratamiento previo con ácido nítrico, necesario dado la composición de la materia prima, y la digestión con agua regia junto con la etapa de precipitación del oro en solución utilizando el metabisulfito de sodio como agente reductor.

Los vertimientos del proceso corresponden a la unión de los efluentes provenientes del tratamiento con ácido nítrico una vez la plata ha sido recuperada y los generados luego de que el oro ha sido recuperado de la solución de ácido cloroaúrico obtenida en la digestión con agua regia. Los análisis de los parámetros fisicoquímicos, hechos a estos vertimientos, se registran en la tabla 22.

Tabla 22. Evaluación fisicoquímica de los vertimientos del proceso general de refinación de oro con agua regia y comparación con el proceso tradicional.

PARAMETRO EVALUADO	REFINACION CON AGUA REGIA	PROCESO DE REFINACION ACTUAL CON HNO ₃ . PUNTO (A)	PROCESO DE REFINACION ACTUAL CON HNO ₃ . PUNTO (D)
PH (U. pH)	<1	1	1
Acidez (p.p.m. CaCO ₃)	45215	68670,845 - 27316,19	37790,16 -0117629,28
Temperatura	25	25	25
Turbidez (NTU)	6	0 – 5,36	2,11 – 77,36
Conductividad (mS/cm)	100,19	76,9 – 2000	106,9 – 177,6
S.T (p.p.m)	0,085	0,02565 – 0,3004	0,014505 – 0,117
Ag (p.p.m.)	2,60	427 a 41850	0,268 – 2,8
Cu (p.p.m)	85,43	6573 a 470900	283,9 a 90000
Fe (p.p.m.)	19,21	0,565 a 2,55	0,634 a 2,41
Ni (p.p.m)	0,11	0,3 a 40	0,37
Zn (p.p.m.)	426,75	0,3 a 40	2100
Na (p.p.m)	577,84	0	N.M*

* Este valor no fue determinado en el estudio precedente de Mindiola y Guerrero

La conclusión más sobresaliente que se extrae del análisis de la tabla anterior es la disminución que sufre la carga metálica en los efluentes, cuando se refina el oro por el método propuesto con agua regia, es destacable que aún cuando se realizó la recuperación de la plata empleando zinc como elemento cementador, la concentración de este metal en el efluente no supera al reportado en el punto de muestreo D, en el proceso tradicional.

En la tabla 23 se registran los valores de los parámetros de calidad calculados para el proceso general de refinación de oro con agua regia, junto con los ICC calculados para el proceso global de refinación con agua regia.

Tabla 23. Parámetros de calidad de los efluentes en la refinación global con agua regia e ICC

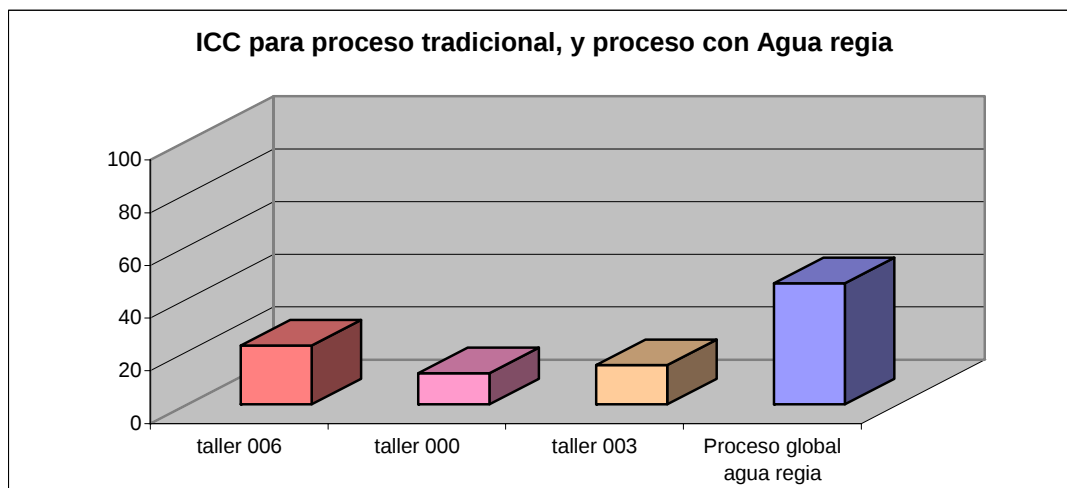
VARIABLE	PARAMETRO DE CALIDAD Q	G.D.I	$\bar{Q}$	$\bar{Q} * W_i$
pH	0,000*	I	0,000	0,000
Acidez	0,000*			
Temperatura	82,978*	II	82,978	4,667
Conductividad	0,000*	III	0,000	0,000
Turbidez	47,332*	IV	73,686	4,145
Sólidos disueltos	100,04**			
Cadmio	100**	V	100	25,625
Plata	28,478*	VI	17,541	3,618
Cobre	6,604**			
Níquel	97,250**	VII	97,250	6,078
Zinc	1,401**	VIII	33,005	1,857
Hierro	61,580**			
Sodio	36,033**			
I.C.C	45,990			

* Parámetro calculado según la ecuación del rango superior

**Parámetro calculado según la ecuación del rango inferior

En la figura 12 se comparan los ICC obtenidos para el proceso global de refinación de oro con agua regia y los valores reportados por Mindiola y Guerrero para algunos de los talleres de refinación de este metal en Bucaramanga.

Figura 12. Comparación de ICC para el proceso de refinación con agua regia y con ácido nítrico.



Se aprecia que al realizar el proceso global de refinación de oro mediante el uso de agua regia se tiene un índice de carga contaminante de 45,990 que le otorga una calidad de impropio en la escala de calificación estándar sugerida por Mindiola y Guerrero. Por su parte al comparar este valor con los ICC determinados para algunos de los talleres que realizan la refinación del metal en la ciudad de Bucaramanga * se concluye que el proceso químico de refinación planteado representa una solución, al menos parcial, al problema de contaminación originado actualmente por el sector de la joyería en la región.

También es de considerar la ventaja que ofrece esta alternativa de refinación en lo que se refiere a la ley del metal obtenido, puesto que se registran títulos de oro superiores a las 997 milésimas, que es un valor mayor que el reportado para la refinación por encuarte**

* Mindiola y Guerrero

** Arias Arce, Vladimir

4.6 EVALUACION DE LOS COSTOS DEL PROCESO DE REFINACION DEL MATERIAL ENCUARTADO CON PLATA, MEDIANTE EL USO DE AGUA REGIA.

Con el propósito de ampliar el estudio, se calcularon los costos generales del proceso de refinación con agua regia tomando como base de cálculo la obtención de 10 g de metal refinado a partir de un material semejante al utilizado para este estudio. Se calcula el costo de los reactivos y sustancias involucradas en el proceso en general, desde el pretratamiento con ácido nítrico hasta la precipitación con cada uno de los agentes estudiados. El costo debido a funcionamiento de equipos y energía no fue determinado, puesto que para todos los ensayos de precipitación realizados la metodología empleada fue básicamente la misma. En la tabla 24 se aprecian estos costos para los cuatro agentes precipitantes.

Tabla 24. Comparación de los costos de reactivos utilizados en la refinación de oro con agua regia para diferentes agentes precipitantes.

Agente precipitante	Costo total de Reactivos/10 gr de producto (\$ col)
Metabisulfito de sodio	16868,1
Ácido oxálico	18130,01
Cloruro Ferroso	24983,4
Sulfato ferroso	32401,6

Se reporta que el agente precipitante que genera los menores costos en lo que respecta a los precios de los reactivos y las sustancias involucradas en la disolución del oro por el agua regia y la precipitación del oro es el metabisulfito de sodio, mientras que el sulfato ferroso resulta ser la sustancia con mayores costos.

5. CONCLUSIONES

- ✓ La refinación con agua regia de materiales con porcentajes de plata superiores al 12% requiere de un tratamiento previo con ácido nítrico, el cual disminuye el contenido de dicho metal en la aleación, para prevenir la formación de los cloruros de plata.
- ✓ Cuando se usa plata como metal encuartante en el pretratamiento con ácido nítrico, ésta puede ser recuperada de los efluentes mediante cementación con zinc; se obtienen porcentajes de recuperación superiores al 99%, lo que hace viable su reutilización en posteriores etapas de encuarte, disminuyendo los costos globales del proceso así como la carga metálica en los vertimientos.
- ✓ Las condiciones más adecuadas para la digestión con agua regia de la totalidad del oro presente en una aleación, son un porcentaje de plata inferior al 12 %, un volumen de 15 mililitros de agua regia por gramo de metal a refinar y una temperatura de 50°C.⁽¹¹⁾
- ✓ La precipitación del oro en solución presentó rendimientos superiores al 99,8% y una ley de metal de más de 997,8 milésimas para los cuatro agentes estudiados.
- ✓ El agente precipitante que mejor se ajusta a los criterios de selectividad, pureza y rendimiento, además de costos de reactivos, es el metabisulfito de sodio. En este aspecto se obtuvo un rendimiento del 99,99% de oro precipitado, permitiendo que la pureza del producto metálico fuese de 999,82

milésimas de oro. El costo de refinación fue de \$16868,1 por cada 10 gramos de oro refinado.

✓ El índice de carga contaminante, ICC, medido en la etapa de precipitación del oro a partir de la solución de ácido cloroaúrico, estuvo entre 56,6 y 58, 3 para los diferentes agentes estudiados, correspondiendo el valor superior al medido cuando el ácido oxálico es el precipitante empleado.

✓ Se determinó un Índice de Carga Contaminante de 45,99 para los efluentes del proceso general de refinación con agua regia empleando el metabisulfito de sodio como precipitante; este valor comparado con los ICC del proceso de refinación tradicional con ácido nítrico, los cuales oscilan entre 11,86 y 22,30, muestra que el impacto ambiental generado por los vertimientos de joyería puede atenuarse mediante el uso de agua regia como agente de afinación de oro.

RECOMENDACIONES

Aunque el I.C.C. obtenido para el Proceso de Refinación de oro con agua regia es superior al que se registra por el método tradicional de purificación del metal con ácido nítrico se sugiere complementar el estudio realizando un tratamiento a los efluentes del proceso antes de su vertimiento a la red de alcantarillado público y de esta manera garantizar que los parámetros fisicoquímicos junto con la concentración de metales se ajuste a lo reglamentado por la ley nacional, según lo expresado en el Decreto 1594 del año 1984.

Cuando se lleve a cabo el proceso de Refinación de oro empleando como agente químico el agua regia se recomienda que la proporción en que ésta se elabore sea de 4 volúmenes de ácido clorhídrico por cada volumen de ácido nítrico. Esta relación garantiza una correcta precipitación del oro, por medio de un agente reductor, tras su disolución en la mezcla ácida.

BIBLIOGRAFIA

ALSINA, Jorge. El oro tomo II. Barcelona, España: Editorial Alsina. 1989; p218-231

ARANGO, L. Estructura de la economía colombiana. 1990. Bogotá, Colombia. Banco de la República; p 64-67

ARIAS, Vladimir. Acuerdo de competitividad de la cadena productiva de la joyería de Santander. CDP de Joyería, Bucaramanga, 2004

CASTRO, Diana y TARAZONA, Pilar. Refinación de oro mediante el uso de agua regia con el propósito de reducir la carga contaminante de los vertimientos. VII seminario internacional de medio ambiente y desarrollo sostenible. Bucaramanga 2004.

CELIS, Raúl y REYES, Jorge. Optimización Mediante el Diseño Experimental de la Refinación Electrolítica de Oro. Ingeniería Metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, 1985.

FAJARDO, Nubia y CANDELA, Nury. Factibilidad para la comercializadora de oro puro en la ciudad de Bucaramanga. Programa de Gestión Empresarial. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, 1998

Ministerio de Agricultura. Decreto 1594 de 1984 República de Colombia

HIGUERA, Luis y REYES, José. Estudio experimental del proceso de refinación de oro con ácido nítrico utilizado en los talleres de Bucaramanga. Ingeniería Metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga; 2004.

KEMMER, Frank, y McCALLION, John. Manual Del agua. Su naturaleza, tratamiento y aplicaciones. México: McGraw Hill. 1993.

MINDIOLA, Mirley y GUERRERO, Edilberto. Propuesta para disminuir la contaminación generada por los efluentes líquidos del proceso actual de refinación química de oro y plata en los talleres de Bucaramanga. Escuela de ingeniería Química. Trabajo de pregrado. Bucaramanga, Colombia. 2003

RAMÍREZ, Iván. Diagnóstico tecnológico y de impacto ambiental en la refinación de oro y plata en Bucaramanga. Monografía. Escuela de Ingeniería Química. Especialización en Ingeniería Ambiental. 1998

VILLEGAS, Francisco. Evaluación y Control de la Contaminación. Bogotá, Colombia, Editorial: Universidad Nacional de Colombia. P48-63, 79-83

www.theaethergroup.com.dhpatent.

www.hqzwt.cl/html/centrodoc

ANEXO A

PROTOCOLO PARA LA REALIZACIÓN DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ORO CON AGUA REGIA

Este documento entrega las condiciones más adecuadas para la realización del proceso de refinación de oro con agua regia según el estudio experimental realizado.

GENERALIDADES DEL PROCESO

El proceso de refinación con agua regia es el indicado cuando se desea obtener una ley de oro superior a la conseguida con el proceso de refinación con ácido nítrico; además el agua regia es un proceso adecuado para las necesidades de los refinadores pequeños.

La preparación y manipulación de los reactivos utilizados en el proceso que se describe a continuación debe hacerse bajo una campana de extracción, evitando salpicaduras y empleando las medidas y los elementos de protección adecuados.

El material a refinar por el método, consiste en desechos de joyería como limaduras y recortes; no es útil en la afinación de aleaciones con alto contenido de plata, ya que cuando se digiere este tipo de material, se forma una película insoluble de cloruro de plata que inhibe la reacción del agua regia sobre el metal. El material debe estar en partes pequeñas para aumentar la velocidad de reacción.

En general, el método de afinación consiste en cuatro grandes etapas:

1. PRETRATAMIENTO CON ACIDO NITRICO

Cuando se presume que el porcentaje de plata en el material a refinar excede del 12% en peso es necesario someterlo a una digestión previa con ácido nítrico para reducir dicho contenido. Esta etapa del proceso comprende las siguientes operaciones:

1.1 Encuarte. El encuarte del material a refinar, es necesario con el fin de lograr una mejor disolución de la plata y otras impurezas (hierro, níquel, zinc, etc). Consiste en la adición por fundición de material encuartante en una proporción de 3 veces la cantidad de oro presente en la aleación. El material de encuarte sugerido es la plata, dado que se puede recuperar de los efluentes generados y emplearse nuevamente, lo que reduce el costo general del proceso así como el impacto ambiental generado por el vertido de efluentes con alta concentración de metales.

Con el fin de calcular la masa requerida de plata, P^{Ag} , se debe conocer el peso de la aleación y su contenido aproximado de oro; el cálculo es el siguiente:

$$P^{Ag} = P^A * \left[4 * \frac{ley}{1000} - 1 \right]$$

donde:

- P^A : peso de la aleación a refinar
- ley: contenido estimado de oro en milésimas.

La plata se funde con la aleación en un crisol de cerámica o una cuchara de barro mediante una llama directa de oxiacetileno.

1.2 Laminado. El laminado del material encuartado permite aumentar el área de contacto entre el metal y los distintos agentes químicos empleados. Se recomienda un espesor de aproximadamente 0.15mm.

1.3 Ataque químico. La digestión de la plata se realiza por la reacción del material laminado con el ácido nítrico. Esta fase comprende los siguientes pasos:

- ✓ Medición del peso, P^L , de la lámina de metal. Mediante la ayuda de una balanza de exactitud se pesa el material encuartado que se desea refinar.
- ✓ Preparación del ácido nítrico diluido. El ácido empleado es una solución al 44% en porcentaje peso a peso. El volumen en mililitros, $V^1_{HNO_3}$, de solución de ácido nítrico empleado está dado por:

$$V^1_{HNO_3} = 12 * P^L$$

Para preparar la solución al 44% mida un volumen de ácido nítrico concentrado, $V^0_{HNO_3}$, el cual puede calcular mediante la siguiente relación:

$$V^0_{HNO_3} = V^1_{HNO_3} * \left(\frac{44}{C^0_{HNO_3}} \right)$$

siendo $C^0_{HNO_3}$ la concentración del ácido nítrico concentrado.

$V^0_{HNO_3}$ deberá medirse con una probeta graduada u otro recipiente para medir volúmenes de líquidos. Al volumen medido se le adiciona agua, preferiblemente destilada, hasta completar un volumen igual a $V^1_{HNO_3}$.

✓ Reacción de digestión. Lleve la solución de ácido nítrico a un recipiente de material termorresistente y de capacidad suficiente para albergarla junto con la lámina de metal encuartado (si es posible, la capacidad debe ser de al menos el doble del volumen ocupado por el ácido nítrico diluido y el metal). Adicione la lámina de metal y caliente en una estufa hasta alcanzar una temperatura de 55°C; la temperatura se controlará con la ayuda de un termómetro de mercurio. Permita la reacción por un tiempo de 10 minutos. En todo caso el fin de la emanación de humos rojizos (óxido nítrico) puede emplearse para estimar el tiempo de reacción. Deje enfriar la solución y decante el metal digerido.

✓ Lavado y filtración. Use un filtro para lavar el metal con agua cuidando no perder partículas finas de oro.

Al final de esta primera etapa, se obtendrá un metal con bajo contenido de plata, adecuado para ser sometido a digestión con agua regia.

2. DIGESTION CON AGUA REGIA

Esta etapa está constituida por las siguientes operaciones:

2.1 Determinación del peso del metal digerido con ácido nítrico, P^m . El metal obtenido en la etapa anterior debe pesarse teniendo cuidado de no incurrir en pérdidas. Luego se lleva a un recipiente de material resistente a la corrosión y el calor. Para pequeñas masas a refinar pueden emplearse recipientes de vidrio pirex, como erlenmeyers; en caso de una gran masa, el teflón es el material más adecuado.

2.2 Preparación del agua regia. Mezcle un volumen de ácido nítrico con cuatro de ácido clorhídrico. Una vez preparada, el agua regia emite gases de cloro que se desarrollan por varios días. El reactivo puede utilizarse de inmediato o guardarse bajo campana de extracción; evite tapar el recipiente que lo contiene, pues la presión que ejercen los gases que emite el agua regia puede hacerlo estallar. Se aconseja usar reactivos analíticos, sin embargo esto aumentan el costo del proceso; use 4,5 veces el volumen de nítrico en caso de usar ácido muriático en lugar de clorhídrico, EL PROCESO SE FAVORECE CUANDO LA PROPORCIÓN DE CLORHÍDRICO EMPLEADA ES LA ADECUADA.

2.3 Medición del volumen de agua regia. El volumen de agua regia, V^{AR} , requerido para la digestión del metal de oro es:

$$V^{AR} = 15 * P^m$$

Aunque el agua regia conserva sus propiedades por varios días o incluso semanas se recomienda preparar no más de la cantidad requerida, con el fin de evitar la emisión de sus gases altamente corrosivos.

2.4 Reacción con el metal. El volumen de agua regia se adiciona al metal a refinar asegurándose que quede completamente cubierto. La adición debe hacerse lentamente, pues el agua regia reacciona inmediatamente con el metal generando gases de óxido de nitrógeno. Puede emplearse un flujo gota a gota cuando el volumen a manipular es demasiado grande. Caliente la mezcla a 50° C o una temperatura inferior; el agua regia no debe llevarse hasta ebullición pues el ácido clorhídrico es muy volátil y si escapa de la solución se perderá su acción disolvente. Si el material es fino, la agitación ocasional favorecerá la reacción. La digestión del metal se habrá completado cuando cese el desprendimiento de gases marrones de óxido nitroso o cuando no se observen restos del material sólido en el fondo del recipiente. El producto de esta digestión del material es una solución de cloruros en la que el oro se ha diluido. EVITE PERDER CUALQUIER VOLUMEN DE ESTA SOLUCION, PUES ESTO REDUCE EL RENDIMIENTO DEL PROCESO.

Si el contenido de plata se ha disminuido eficientemente en el tratamiento previo con nítrico, el tiempo de reacción no es superior a 30 minutos. Cuando sea evidente que la reacción ha terminado (no se generan humos pardos ni hay burbujeo) deje enfriar a temperatura ambiente; esto favorecerá la filtración, ya que la solubilidad en ácidos fuertes del cloruro de plata es más baja cuando la temperatura disminuye.

2.5 Filtración. Los cloruros de metal y especialmente los de plata, así como otras impurezas deben ser separados de la solución de oro obtenida. La operación se puede hacer en un embudo de plástico o vidrio según la s capacidades del taller de refinación. Use un papel de filtro adecuado para el tamaño del embudo, el cual se colocará seco y luego será adherido a

la superficie del embudo para evitar pérdidas. Lave el filtro y los sólidos retenidos con abundante agua para evitar perder solución del cloruro de oro.

Guarde el papel de filtro para posteriormente recuperar la plata a partir del cloruro así como cualquier residuo de oro; cuando tenga un acumulado suficiente, envíe a un refinador experto.

2.6 Adecuación de la solución de oro en agua regia. Elimine el exceso de ácido nítrico adicionando úrea a la solución.

3. PRECIPITACIÓN DEL ORO.

La recuperación del oro desde la solución de agua regia se consigue por la adición de metabisulfito de sodio. Los pasos a seguir durante esta etapa son:

3.1 Peso del metabisulfito de sodio, P^B . La cantidad requerida de este agente precipitante es:

$$P^B = 2 * P^m$$

3.2 Reacción de precipitación. Adicione el metabisulfito a la solución de oro en agua regia; lleve a calentamiento a 50°C y agite suavemente con una varilla de plástico o madera. Verifique que todo el oro ha precipitado de la solución; una señal para comprobar la precipitación total, es el cambio de coloración: al principio se presenta una “lluvia” de partículas en la solución, la cual se observa ahora turbia; cuando la precipitación termina la solución es más clara y no vuelve a ser turbia aunque se adicione más metabisulfito de sodio; evite usar más precipitante del requerido, ya que con un exceso de este reactivo puede aparecer un precipitado blanco de cloruro cuproso (CuCl), el cual reducirá la calidad y el color del oro obtenido de la refinación; para no incurrir en excesos puede adicionar primero la mitad del peso de precipitante sugerido y agregar paulatinamente el resto, mientras que se comprueba la precipitación total.

Deje reposar por varia horas.

3.3 Filtración y fundición. El oro obtenido tiene la apariencia de un lodo en solución; éste debe filtrarse y fundirse. Para facilitar la filtración de volúmenes grandes de esta solución puede emplearse un sifón simple, el cual permite extraer el líquido más claro de la parte superior sin ocasionar movimientos del lodo asentado en el fondo. Puede usarse el mismo tipo de filtro y papel usado en la filtración del agua regia. Lave varias veces con pequeñas cantidades de agua hasta que ésta pase por el filtro bastante clara. El oro puede adherirse al fondo del recipiente en cuyo caso debe usarse una espátula de plástico para removerlo, la cual debe ser lavada. La fusión del material puede hacerse en una cuchara de barro, mediante calentamiento con una llama de oxiacetileno; también puede usarse hornos eléctricos si están disponibles en el taller. El material fundido es enfriado para obtener un lingote de metal purificado

Cuando los pasos se han seguido cuidadosamente la ley de oro obtenida es superior a las 997 milésimas.

La principal impureza presente en el metal refinado es la plata, de ahí la necesidad de que sea filtrada completamente de la solución de oro en agua regia antes de proseguir con el proceso de precipitación.

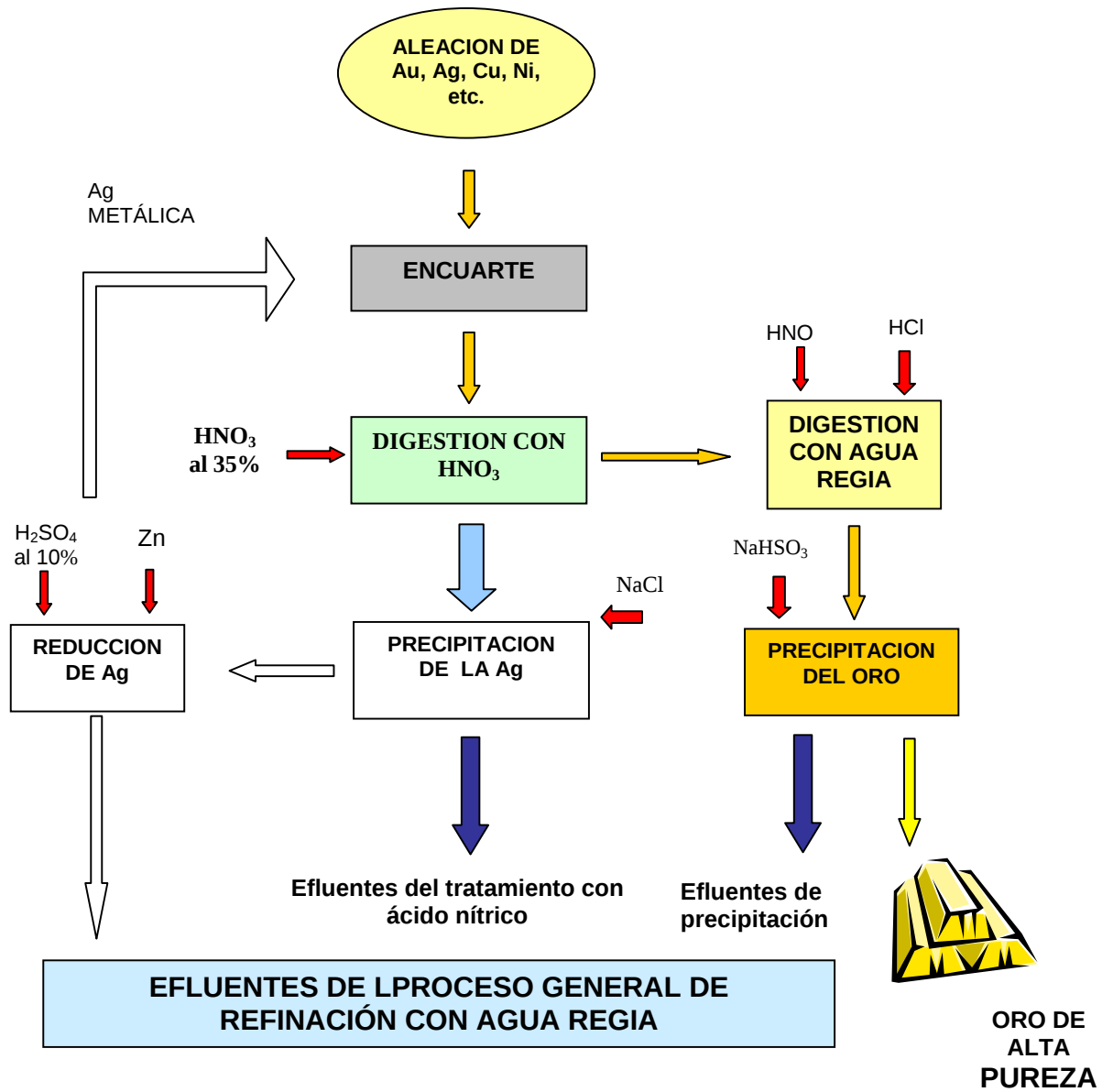
4. RECUPERACIÓN DE LA PLATA DISUELTA EN EL PRETRATAMIENTO CON ACIDO NITRICO.

Para este propósito se debe agregar aproximadamente 0,54 gramos de cloruro de sodio o sal común por gramo de plata, agregado en el encuarte, al líquido obtenido del filtrado del pretratamiento con ácido nítrico. Se observará la formación de un precipitado blanco que corresponde al cloruro de plata. El precipitado de cloruro de plata, es lavado para eliminar la acidez. Este se lleva a un recipiente junto con una solución de ácido sulfúrico al 10%; se agrega poco a poco zinc en polvo o en viruta y se agita al tiempo la solución hasta el cambio total de color blanco a transparente, lo que indica la precipitación total de la plata. Por último el metal se lava, seca y funde con la respectiva adición de fundentes.

MEDIDAS DE SEGURIDAD

- ✓ Los óxidos de nitrógeno (NO y NO_2) son gases altamente tóxicos son más densos que el aire, de ahí la necesidad de usar una campana de extracción durante las operaciones de digestión con ácido nítrico y agua regia, así como la preparación de esta última. En caso de no contar con la campana, las operaciones se harán al aire libre.
- ✓ Evite el contacto de los reactivos con la piel y ropa; la ropa de trabajo debe ser resistente para evitar ser arruinada por la acción fuerte de los ácidos. Use gafas de seguridad para evitar el contacto con los ojos.

ESQUEMA GENERAL DEL PROCESO DE REFINACION DE ORO CON AGUA REGIA



ANEXO B

REPÚBLICA DE COLOMBIA MINISTERIO DE AGRICULTURA

DECRETO 1594 DEL 26 DE JUNIO DE 1984

Por el cual se reglamenta parcialmente el Título I de la Ley 9 de 1979, así como el Capítulo II del Título VI -Parte III- Libro II y el Título III de la Parte III -Libro I- del Decreto - [Ley 2811 de 1974](#) en cuanto a usos del agua y residuos líquidos.

EL PRESIDENTE DE LA REPUBLICA DE COLOMBIA,
en uso de las atribuciones que le confiere el numeral 3 del artículo 120 de la Constitución política,

DECRETA:

CAPITULO VI

DEL VERTIMIENTO DE LOS RESIDUOS LIQUIDOS

Artículo 60: Se prohíbe todo vertimiento de residuos líquidos a las calles, calzadas y canales o sistemas de alcantarillado para aguas lluvias, cuando quiera que existan en forma separada o tengan esta única destinación.

Artículo 61: Se prohíbe la inyección de residuos líquidos a un acuífero, salvo que se trate de la reinyección de las aguas provenientes de la exploración y explotación petrolífera y de gas natural, siempre y cuando no se impida el uso actual o potencial del acuífero.

Artículo 62: Se prohíbe la utilización de aguas del recurso, del acueducto público o privado y las de almacenamiento de aguas lluvias, con el propósito de diluir los vertimientos, con anterioridad a la descarga al cuerpo receptor.

Artículo 63: Se permite la infiltración de residuos líquidos siempre y cuando no se afecte la calidad del agua del acuífero en condiciones tales que impida los usos actuales o potenciales.

Artículo 64: Cuando en el presente Decreto se haga referencia a normas de vertimiento, se entenderá por tales las contenidas en este Capítulo con las modificaciones o adiciones que el Ministerio de Salud o la EMAR, establezcan de acuerdo con los procedimientos señalados en el Capítulo XI de este Decreto.

Artículo 65: Declarado nulo por el Consejo de Estado en Sentencia del 14 de agosto de 1992. Con fundamento en las disposiciones de este Decreto y las demás vigentes sobre la materia, la EMAR fijará en cada caso las normas que deben cumplir los vertimientos a un cuerpo de agua o a un alcantarillado, previamente a la instalación, modificación, ampliación

de una fuente contaminante, o desarrollo de un plan de cumplimiento por parte de cualquier usuario.

Cuando se trate de normas específicas de vertimiento para protección de los recursos naturales, estas deberán ser fijadas por la EMAR.

Artículo 66: Las normas de vertimiento serán fijadas teniendo en cuenta los criterios de calidad establecidos para el uso o los usos asignados al recurso.

En los tramos en donde se asignen usos múltiples, las normas de vertimiento se establecerán teniendo en cuenta los valores más restrictivos de cada uno de los parámetros fijados para cada uso.

El control de los criterios de calidad se hará por fuera de la zona de mezcla, la cual será determinada para cada situación específica por la EMAR.

Artículo 67: Para el control del cumplimiento de las normas de vertimiento por parte de cada usuario, se deberá tener en cuenta que cuando la captación y la descarga se realicen en un mismo cuerpo de agua, en las mediciones se descontarán las cargas de los contaminantes existentes en el punto de captación.

Artículo 68: Los usuarios existentes que amplíen su producción, serán considerados como usuarios nuevos con respecto al control de los vertimientos que correspondan al grado de ampliación.

Artículo 69: Los responsables de todo sistema de alcantarillado deberán dar cumplimiento a las normas de vertimiento contenidas en el presente Decreto.

Artículo 70: Los sedimentos, lodos, y sustancias sólidos provenientes de sistemas de tratamiento de agua o equipos de contaminación ambiental, y otras tales como cenizas, cachaza y bagazo, no podrán disponerse en cuerpos de aguas superficiales, subterráneas, marinas, estuarinas o sistemas de alcantarillado, y para su disposición deberá cumplirse con las normas legales en materia de residuos sólidos.

Artículo 71: Para efectos del control de la contaminación del agua por la aplicación de agroquímicos, se tendrá en cuenta:

- a. Se prohíbe la aplicación manual de agroquímicos dentro de una franja de tres (3) metros, medida desde las orillas de todo cuerpo de agua.
- b. Se prohíbe la aplicación aérea de agroquímicos dentro de una franja de treinta (30) metros, medida desde las orillas de todo cuerpo de agua.
- c. La aplicación de agroquímicos en cultivos que requieran áreas anegadas artificialmente requerirá concepto previo del Ministerio de Salud o de su entidad delegada y de la EMAR.
- d. Además de las normas contenidas en el presente artículo sobre aplicación de agroquímicos, se deberán tener en cuenta las demás disposiciones legales y reglamentarias sobre la materia.

DE LAS NORMAS DE VERTIMIENTO

Artículo 72: Todo vertimiento a un cuerpo de agua deberá cumplir, por lo menos, con las siguientes normas:

Referencia	Usuario Existente	Usuario Nuevo
pH	5 a 9 unidades	5 a 9 unidades
Temperatura	< 40°C	< 40°C
Material flotante	Ausente	
Ausente		
Grasas y aceites	Remoción > 80% en carga	Remoción >
80% en carga		
Sólidos suspendidos, domésticos o industriales	Remoción > 50% en carga	Remoción >
80% en carga		

Demanda bioquímica de oxígeno:

Para desechos domésticos	Remoción > 30% en carga	Remoción > 80% en
carga		
Para desechos industriales	Remoción > 20% en carga	Remoción > 80% en
carga		

Carga máxima permisible (CMP), de acuerdo con lo establecido en los artículos 74 y 75 del presente Decreto.

Parágrafo: Declarado nulo por el Consejo de Estado en Sentencia del 14 de agosto de 1992. De acuerdo con las características del cuerpo receptor y del vertimiento, la EMAR decidirá cuál o cuáles de las normas de control de vertimiento señaladas en este artículo podrán excluirse.

Artículo 73: Todo vertimiento a un alcantarillado público deberá cumplir, por lo menos, con las siguientes normas:

Referencia	Valor	
pH	5 a 9 unidades	
Temperatura	< 40°C	
Acidos, bases o soluciones ácidas o básicas que puedan causar contaminación; sustancias explosivas o inflamables.	Ausentes	
Sólidos sedimentables	10 ml/l	
Sustancias solubles en hexano	100 mg/l	
Referencia	Usuario Existente	Usuario Nuevo
Sólidos suspendidos para desechos domésticos e industriales	Remoción > 50% en carga	Remoción > 80% en
carga		

Demanda bioquímica de oxígeno:

Para desechos domésticos carga	Remoción > 30% en carga	Remoción > 80% en
Para desechos industriales carga	Remoción > 20% en carga	Remoción > 80% en
Caudal máximo	1.5 veces el caudal	promedio horario

Carga máxima permisible (CMP) de acuerdo a lo establecido en los artículos 74 y 75 del presente Decreto.

Parágrafo: Declarado nulo por el Consejo de Estado en Sentencia del 14 de agosto de 1992. De acuerdo con las características del cuerpo receptor y del vertimiento, la EMAR decidirá cuál o cuáles de las normas de control de vertimiento anotadas, podrán excluirse.

Artículo 74: Las concentraciones para el control de la carga de las siguientes sustancias de interés sanitario, son:

Sustancia	Expresada como	Concentración (mg/l)
Arsénico	As	0.5
Bario	Ba	5.0
Cadmio	Cd	0.1
Cobre	Cu	3.0
Cromo	Cr ⁺⁶	0.5
Compuestos fenólicos	Fenol	0.2
Mercurio	Hg	0.02
Níquel	Ni	2.0
Plata	Ag	0.5
Plomo	Pb	0.5
Selenio	Se	0.5
Cianuro	CN-	1.0
Difenil policlorados	Concentración de agente activo	No detectable
Mercurio orgánico	Hg	No detectable
Tricloroetileno	Tricloroetileno	1.0
Cloroformo	Extracto Carbón Cloroformo (ECC)	1.0
Tetracloruro de carbono	Tetracloruro de Carbono	1.0
Dicloroetileno	Dicloroetileno	1.0
Sulfuro de carbono	Sulfuro de carbono	1.0
Otros compuestos organoclorados, cada variedad	Concentración de agente activo	0.05
Compuestos organofosforados, cada variedad	Concentración de agente activo	0.1
Carbamatos		0.1

Parágrafo: Cuando los usuarios, aún cumpliendo con las normas de vertimiento, produzcan concentraciones en el cuerpo receptor que excedan los criterios de calidad para el uso o usos asignados al recurso, el Ministerio de Salud o las EMAR podrán exigirles valores más restrictivos en el vertimiento.

Artículo 75: La carga de control de un vertimiento que contenga las sustancias de que trata el artículo anterior, se calculará mediante la aplicación de las siguientes ecuaciones:

$$A = (Q) (CDC) (0.0864)$$

$$B = (Q) (.CV) (0.0864)$$

Parágrafo: Para los efectos de las ecuaciones a que se refiere el presente artículo adóptanse las siguientes convenciones:

A: Carga de control, kg/día.

Q: Caudal promedio del vertimiento, l/seg.

B: Carga en el vertimiento, kg/día.

CDC: Concentración de control, mg/l.

CV: Concentración en el vertimiento, mg/l.

0.0864: Factor de conversión.

Parágrafo 2: La carga máxima permisible (CMP) será el menor de los valores entre A y B.

Artículo 76: Cuando la carga real en el vertimiento sea mayor que la carga máxima permisible (CMP), aquella se deberá reducir en condiciones que no sobrepase la carga máxima permisible.

Artículo 77: Cuando el caudal promedio del vertimiento se reduzca y por consiguiente la concentración de cualesquiera de las sustancias previstas en el artículo 74 se aumente, la carga máxima permisible (CMP) continuará siendo la fijada según el parágrafo 2 del artículo 75 del presente Decreto.

Artículo 78: El control del pH, temperatura (T), material flotante, sólidos sedimentables, caudal y sustancias solubles en hexano, en el vertimiento, se hará con base en unidades y en concentraciones. El de los sólidos suspendidos y el de la demanda bioquímica de oxígeno con base en la carga máxima permisible (CMP), de acuerdo con las regulaciones que establezca la EMAR.

Artículo 79: Las normas de vertimiento correspondiente a las ampliaciones que hagan los usuarios del recurso se calcularán de acuerdo con lo establecido en los artículos 75, 76, 77 y 78 del presente Decreto.

Artículo 80: El control de vertimientos para las ampliaciones deberá efectuarse simultáneamente con la iniciación de las operaciones de ampliación o modificación.

Artículo 81: Las ampliaciones deberán disponer de sitios adecuados para la caracterización y aforo de sus efluentes.

Artículo 82: De acuerdo con su caracterización, todo vertimiento puntual o no puntual, además de las disposiciones del presente Decreto deberá cumplir con las normas de vertimiento que establezca la EMAR.

Artículo 83: Los usuarios que a la fecha de expedición del presente Decreto estén desarrollando obras conforme a las exigencias de la EMAR respectiva o del Ministerio de Salud, deberán cumplir con las normas de vertimiento establecidas en los plazos convenidos.

Parágrafo: Los usuarios a que hace referencia el presente artículo, una vez expirados los plazos de los permisos o autorizaciones correspondientes, deberán cumplir con las normas contenidas en el presente Decreto o cualesquiera otras que en desarrollo del mismo establezca la EMAR.

Artículo 84: Los residuos líquidos provenientes de usuarios tales como hospitales, lavanderías, laboratorios, clínicas, mataderos, así como los provenientes de preparación y utilización de agroquímicos, garrapaticidas y similares, deberán ser sometidos a tratamiento especial de acuerdo con las disposiciones del presente Decreto y aquellas que en desarrollo del mismo o con fundamento en la ley establezcan el mismo y la EMAR.

Artículo 85: El Ministerio de Salud y la EMAR establecerán las normas que deberán cumplir los vertimientos de residuos líquidos radiactivos.

Artículo 86: Toda edificación, concentración de edificaciones o desarrollo urbanístico, turístico o industrial fuera del área de cobertura del sistema de alcantarillado público, deberá dotarse de sistemas de recolección y tratamiento de residuos líquidos conforme a las normas especiales que para cada caso señalen el mismo y la EMAR correspondiente.

Artículo 87: Se prohíbe el vertimiento de residuos líquidos no tratados provenientes de embarcaciones, buques, naves u otros medios de transporte marítimo, fluvial o lacustre, en aguas superficiales dulces, marinas y estuarinas.

Parágrafo: La EMAR fijará las normas de vertimiento para el caso contemplado en este artículo teniendo en cuenta lo establecido en el presente Decreto.

Artículo 88: Los puertos deberán contar con un sistema de recolección y manejo para los residuos líquidos provenientes de embarcaciones, buques, naves y otros medios de transporte. Dichos sistemas deberán cumplir con las normas de vertimiento.

Artículo 89: Las disposiciones del presente Decreto también se aplicarán a las exploraciones y explotaciones petroleras o de gas natural, el beneficio del café, los galpones, las porquerizas, los establos y similares.

Artículo 90: En ningún caso se permitirán vertimientos de residuos líquidos que alteren las características existentes en un cuerpo de agua que lo hacen apto para todos los usos señalados en el presente Decreto.

Artículo 91: No se admite ningún tipo de vertimiento:

- a. En las cabeceras de las fuentes de agua.
- b. En un sector aguas arriba de las bocatomas para agua potable, en extensión que determinará, en cada caso, la EMAR conjuntamente con el Ministerio de Salud.
- c. En aquellos cuerpos de agua que la EMAR y el Ministerio de Salud, total o parcialmente declaren especialmente protegidos.

Artículo 92: El Ministerio de Salud o su entidad delegada, así como la EMAR, establecerán el sitio de toma de muestras para la evaluación de las concentraciones de sustancias de interés sanitario en un vertimiento.

Artículo 93: Cuando en un cuerpo de aguas se presenten vertimientos accidentales o por fuerza mayor o caso fortuito, tales como de petróleo, hidrocarburos y otras sustancias, que originen situaciones de emergencia, el Ministerio de Salud coordinará con las EMAR los procedimientos tendientes a controlar dicha situación.

Artículo 94: Se prohíbe el lavado de vehículos de transporte aéreo y terrestre en las orillas y en los cuerpos de agua, así como el de aplicadores manuales y aéreos de agroquímicos y otras sustancias tóxicas y sus envases, recipientes o empaque.

Artículo 95: Se prohíbe el vertimiento de residuos líquidos sin tratar, provenientes del lavado de vehículos aéreos y terrestres, así como el de aplicadores manuales y aéreos, recipientes, empaques y envases que contengan o hayan contenido agroquímicos u otras sustancias tóxicas.

Parágrafo: Los residuos líquidos provenientes de embarcaciones, buques, naves o medios de transporte similares, se dispondrán de conformidad con el artículo 88 de este Decreto.

Artículo 96: Los usuarios que exploren, exploten, manufacturen, refinan, transformen, procesen, transporten o almacenen hidrocarburos o sustancias nocivas para la salud y para los recursos hidrobiológicos, deberán estar provistos de un plan de contingencia para la prevención y control de derrames, el cual deberán contar con la aprobación de la EMAR y el Ministerio de Salud o su entidad delegada.

ANEXO C
Indice de carga contaminante (ICC)
MINDIOLA Y GUERRERO (2003)

Para obtener una herramienta que permita valorar aproximadamente la contaminación generada por los efluentes líquidos del proceso de refinación química de oro, se plantea el diseño de un índice de carga contaminante (ICC).

El ICC para los efluentes del proceso de refinación química de oro, engloba las diferentes variables fisicoquímicas que se determinaron durante la caracterización, con el objeto de mostrar su efecto contaminante y su posible incidencia en los vertidos.

En la construcción de un índice de calidad se requiere de una calificación tanto cualitativa como cuantitativa para el vertido, la cual para el caso en estudio se definió como se indica en la Tabla 31

La escala de calificación estándar consta de las siguientes valoraciones *

Tabla1. Descriptores de calidad para los ICC

VALORACION	CALIDAD
0	Pésimo
10	Muy malo
20	Malo
30	Desagradable
40	Impropio
50	Normal
60	Aceptable
70	Agradable
80	Bueno
90	Muy bueno
100	Excelente

* OTT,W.R.(1978)

Para cada una de las variables de estudio se elabora una escala de calificación que se denominó estándar, a partir de esta se genera una tabla de calificación con las diferentes variables de estudio, dando un rango de calificación de 0 a 100, y partiendo de tres puntos que son, el valor de emisión ideal que sería el 100% de calidad, el valor normal tomado del máximo permisible que sería el 50%, y el valor de la variable cuando excede 50 veces el máximo permisible que daría un porcentaje de calidad del 0%.

En la Tabla 2, se describen las escalas de calificación estándar, cualitativa y cuantitativa, para cada variable de estudio.

Tomando como base los tres puntos que están predeterminados, el siguiente paso es ajustar las escalas a una ecuación, mediante el ajuste de estos datos a diferentes modelos matemáticos de curvas, se encontraron dos comportamientos diferentes entre el rango inferior y el rango superior. El primero sigue un modelo lineal y el segundo tiene el comportamiento de una curva; esto se debe, en el primer caso a que la diferencia entre el valor ideal y el máximo valor permisible están muy cercanos y la escala se puede ajustar a una línea recta, mientras que en la segunda situación entre el valor máximo permisible y la diferencia es muy grande para los mismos rangos de calificación de porcentaje de contaminación.

Para la construcción de la escala del rango superior de cada variable, se tomo como base para los espaciamientos las siguientes consideraciones:

- Impropio: 2 veces por encima de la norma
- Desagradable: 5 veces por encima de la norma
- Malo: 10 veces por encima de la norma
- Muy malo: 20 veces por encima de la norma
- Pésimo: 50 veces por encima de la norma

Las anteriores calificaciones se ajustaron a la ecuación de una curva, que describe su comportamiento

Los espaciamientos de la escala del rango inferior se obtuvieron dividiendo el intervalo en partes iguales.

Las ecuaciones fueron ajustadas gráficamente en Microsoft Excel, aceptando su validez para correlaciones que estuviesen dentro del intervalo $0.99 \leq R^2 \leq 1.00$.

Para el diseño del ICC, la escala de calificación se asume como la valoración de la calidad de esa variable en el efluente; por consiguiente se le denomina como parámetro de calidad 'Q'.

A continuación se presenta la Tabla 3 que contiene las ecuaciones para los rangos superior e inferior, correspondientes a la escala de calificación para cada variable de estudio.

Tabla 3 Ecuaciones para los rangos de calificación estándar de cada variable

VARIABLE	ECUACION RANGO SUPERIOR	ECUACION RANGO INFERIOR
pH (pH)	$Q_{pH} = 10 Ph - 10$	
Acidez (AC)	$Q_{AC} = -1,0017AC + 49,342$	$Q_{AC} = 0$
Temperatura (T)	$Q_T = 27,318 \ln(T) - 4,9556$	$Q_T = -5,3425T + 209,45$
Conductividad (CT)	$Q_{CD} = -54,883\ln(CT) + 186,43$	$Q_{CD} = -4,0059CT + 97,033$
Turbidez (TB)	$Q_{TB} = -12,861\ln(TB) + 70,376$	$Q_{TB} = -10TB + 100$
Oxígeno disuelto (Ox)	$Q_{OX} = 10 * OX$	$Q_{OX} = 10 * OX + 50$
Sólidos disueltos (SD)	$Q_{SD} = -12,861\ln(SD) + 138,52$	$Q_{SD} = -0,05SD + 100$
Sólidos suspendidos (SS)	$Q_{SS} = -12,861\ln(SS) + 129,6$	$Q_{SS} = -0,1SS + 100$
Plata (Ag)	$Q_{Ag} = -12,861\ln(Ag) + 40,763$	$Q_{Ag} = -100Ag + 100$
Cobre (Cu)	$Q_{Cu} = -12,861\ln(Cu) + 63,806$	$Q_{Cu} = -16,667Cu + 100$
Hierro (Fe)	$Q_{Fe} = -12,861\ln(Fe) + 91,074$	$Q_{Fe} = -2Fe + 100$
Zinc (Zn)	$Q_{Zn} = -12,861\ln(Zn) + 79,29$	$Q_{Zn} = -5Zn + 100$
Níquel (Ni)	$Q_{Ni} = -7,996\ln(Ni) + 56,54$	$Q_{Ni} = -25Ni + 100$
Plomo (Pb)	$Q_{Pb} = -12,861\ln(Pb) + 40,763$	$Q_{Pb} = -100Pb + 100$
Cadmio (Cd)	$Q_{Cd} = -12,861\ln(Cd) + 20,065$	$Q_{Cd} = -500Cd + 100$
Aluminio (Al)	$Q_{Al} = -12,861\ln(Al) + 70,376$	$Q_{Al} = -10Al + 100$
Sodio (Na)	$Q_{Na} = -12,861\ln(Na) + 117,82$	$Q_{Na} = -0,25Na + 100$

Tabla 2 Escalas estándar para calificación del nivel de carga contaminante de los efluentes del proceso de refinación química de oro y plata con ácido nítrico en los talleres de Bucaramanga y su área metropolitana

ESCALAS DE CALIFICACION ESTANDAR																		
Calificación	%	pH	T	AC	CT	OX	TB	SD	SS	Ag	Cu	Fe	Zn	Ni	Pb	Cd	Al	Na
Pésimo	0	1-14	> 50 />-8	50	30	0	250	50000	25000	25	150	1250	500	100	25	5	250	10000
Muy Malo	10	2-13	45/-6	20	24,87	1	100	20000	10000	10	60	500	200	40	10	2	100	4000
Malo	20	3-12	40/-4	10	20,77	2	50	10000	5000	5	30	250	100	20	5	1	50	2000
Desagradable	30	4-11	36 / -2	5	16,92	3	25	5000	2500	2,5	15	125	50	10	2,5	0,5	25	1000
Impropio	40	5-10	32 0	2	14,68	4	10	2000	1000	1	6	50	20	4	1	0,2	10	400
Normal	50	6-9,5	<30 /<5	0	12	5	5	1000	500	0,5	3	25	10	2	0,5	0,1	5	200
Aceptable	60	6,5	<28/ >10	0	9,6	5,4	4	800	400	0,4	2,4	20	8	1,6	0,4	0,08	4	160
Agradable	70	9	<26 />12	0	4,2	5,8	3	600	300	0,3	1,8	15	6	1,2	0,3	0,06	3	120
Bueno	80	8,5	24 14	0	4,8	6,2	2	400	200	0,2	1,2	10	4	0,8	0,2	0,04	2	80
Muy Bueno	90	8	22 15	0	2,4	6,6	1	200	100	0,1	0,6	5	2	0,4	0,1	0,02	1	40
Excelente	100	7	21 16	0	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

En la Tabla 4 se indican los grupos de importancia (GDI), sus variables y respectivos pesos de incidencia ambiental

Tabla 4 Grupos de importancia y sus respectivos pesos de incidencia ambiental

GRUPO DE IMPORTANCIA (GDI)	VARIABLES QUE INCLUYE	PESO DE INCIDENCIA AMBIENTAL * (w)
I	pH, ACIDEZ	0.2
II	Temperatura	0.05
III	Conductividad	0.05
IV	Oxígeno Disuelto	0.05
V	Turbidez, Sólidos	0.05
VI	Metales Altamente Tóxicos (Cd)	0.25
VII	Metales Tóxicos (Cu,Pb,Ag)	0.20
VIII	Metales Medianamente Tóxicos (Ni)	0.10
IX	Metales Ligeramente Tóxicos (Al, Zn, Fe ,Au ,Na)	0.05

Definidos los grupos de variables y a partir de las ecuaciones de la Tabla 4, se procedió a calcular los respectivos valores de calidad (Q) para cada uno de los puntos de muestreo en los diferentes talleres.

Los parámetros de calidad calculados para cada taller se encuentran tabulados a continuación, es necesario aclarar que el uso de la sigla N.A., implica que este valor no se calculó debido a que las variables incluidas en este grupo no fueron determinadas y cuya evaluación estaba a cargo de la CDMB.

Tabla 4 Grupos de importancia y sus respectivos pesos de incidencia ambiental

* CANTER (1998)