

USO DE LAS MICROONDAS EN EL PROCESO DE RECUPERACIÓN DE
TRAZAS DE ORO

MANUEL FERNANDO DÍAZ NIÑO
CARLOS MARCELO RUEDA GÓMEZ

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO - MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y
TELECOMUNICACIONES
BUCARAMANGA

2012

USO DE LAS MICROONDAS EN EL PROCESO DE RECUPERACIÓN DE
TRAZAS DE ORO

MANUEL FERNANDO DÍAZ NIÑO
CARLOS MARCELO RUEDA GÓMEZ

Trabajo de grado para optar al título de
INGENIERO ELECTRÓNICO

Director

CARLOS RODRIGO CORREA CELY, Ph.D

Codirector

IVAN MAURICIO AMAYA CONTRERAS, Ph.D(c)

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO - MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y
TELECOMUNICACIONES
BUCARAMANGA

2012

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por iluminar nuestro trabajo durante toda la carrera.

A nuestros padres, por apoyarnos durante todo este proceso de crecimiento y aprendizaje.

A Carlos Rodrigo Correa Cely, Director del proyecto, por darnos la oportunidad de trabajar junto a él, en la exploración de nuevas aplicaciones en nuestra carrera.

A Iván Mauricio Amaya Contreras, Codirector del proyecto de grado, por toda la amabilidad y colaboración que tuvo durante toda la realización del proyecto.

A los laboratoristas Mario Navarrete, Javier Gaitán y en especial a Ambrosio Carrillo Carrillo por compartir con nosotros sus conocimientos en los procesos realizados, por el préstamo de las instalaciones del laboratorio de piro-metalúrgica y por toda su colaboración, amabilidad y servicio al estudiantado.

A la escuela de Ingenierías Eléctrica, Electrónica y de Telecomunicaciones, por el gran esfuerzo que realizan en la formación de ingenieros con altas capacidades.

Por ultimo a nuestros docentes y amigos, que nos acompañaron durante todo este trayecto de formación como ingenieros.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	15
1. OBJETIVOS.....	16
1.1 Objetivo General.....	16
1.2 Objetivos Específicos.....	16
2. TRABAJOS PREVIOS	17
3. MARCO TEÓRICO	19
3.1 MICROONDAS	19
3.1.1 Interacción con los materiales	19
3.1.2 Propiedades dieléctricas	20
3.2 VENTAJAS DEL CALENTAMIENTO CON MICROONDAS	23
3.3 PROCESAMIENTO TRADICIONAL	23
4. DISEÑO DEL EXPERIMENTO	25
4.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	25
4.2 DISEÑO FACTORIAL 22 POR BLOQUES.....	27
5. SIMULACIÓN COMSOL MULTIPHYSICS 4.3.....	32
5.1 SIMULACIÓN CRISOL DE CARBURO DE SILICIO.....	32
5.2 SIMULACIÓN CRISOL DE GRAFITO	34
5.3 SIMULACIONES CON EL LADRILLO REFRACTARIO	35
6. PRUEBAS PRELIMINARES	39
6.1 TIEMPO MÍNIMO.....	39
6.2 TIEMPO MÁXIMO	40
6.3 SUSCEPTOR (CARBURO DE SILICIO).....	41
6.4 CRISOLES.....	43
6.5 INCREMENTO EN LA TEMPERATURA	43

7.	MEDICIÓN DE TEMPERATURA.....	47
8.	RESULTADOS	50
8.1	TEMPERATURA.....	50
8.2	COMPARACIÓN DE TEMPERATURA ENTRE CRISOLES.....	52
8.3	MEDICIÓN DE POTENCIA.....	54
8.4	RESULTADOS DISEÑO DE EXPERIMENTOS	56
8.5	FUNDICIÓN.....	60
9.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	62
10.	BIBLIOGRAFÍA	64

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Trabajos previos	17
Tabla 2. Reactivos para fundición.....	24
Tabla 3. Bloques y niveles de los factores estudiados.....	28
Tabla 4. Orden de ejecución de las pruebas experimentales	29
Tabla 5. Propiedades del carburo de silicio utilizadas en las simulaciones	33
Tabla 6. Propiedades del grafito utilizadas en las simulaciones	34
Tabla 7. Propiedades del ladrillo refractario utilizadas en las simulaciones.....	36
Tabla 8 Bloques y factores de las pruebas experimentales.....	46
Tabla 9. Medición de potencia y energía para la mufla y el horno de microondas	54
Tabla 10. Resultados de concentración de oro en gramos por tonelada	57
Tabla 11. Porcentajes de concentración de oro con respecto a la concentración obtenida de forma tradicional.....	57
Tabla 12. Resultados de la fundición con Microondas.....	61

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema del diseño de experimentos	29
Figura 2. Simulación del crisol de carburo de silicio durante 5 minutos. (Temperatura en °C)	33
Figura 3. Simulación del crisol de grafito durante 5 minutos. (Temperatura en °C)	35
Figura 4. Simulación del crisol carburo de silicio usando el ladrillo refractario. (Temperatura en °C)	36
Figura 5. Simulación del crisol de grafito utilizando el ladrillo refractario. (Temperatura en °C)	37
Figura 6. Variación de la temperatura vs el tiempo, para el crisol de carburo de silicio	38
Figura 7. Variación de la temperatura vs tiempo, para el crisol de grafito	38
Figura 8. Calentamiento no homogéneo del mineral	40
Figura 9. Sinterización del mineral	41
Figura 10. Carburo de silicio con granulometría < 50 nm	42
Figura 11. Carburo de silicio con granulometría de 297 μm	42
Figura 12. Crisoles utilizados en las pruebas experimentales	43
Figura 13. Ladrillo refractario utilizado para las pruebas experimentales	44
Figura 14. Ladrillo refractario modificado con aberturas en la parte superior	44
Figura 15. Sinterización de la muestra con el suscepto.....	45
Figura 16. Sistema de medición de temperatura de la mufla	47
Figura 17. Adaptación del termopar al horno microondas	48
Figura 18. Sellado de fugas con papel aluminio	48
Figura 19. Sistema de medición de temperatura instalado en el horno microondas	49
Figura 20. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de arcilla 1	50
Figura 21. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de arcilla 2	51

Figura 22. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de carburo de silicio	51
Figura 23. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de grafito	52
Figura 24. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para las pruebas sin susceptor en los 4 crisoles.....	53
Figura 25. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para las pruebas con susceptor en los 4 crisoles.....	53
Figura 26 Analizador de calidad de potencia PowerVisa	54
Figura 27. Potencia Activa y Consumo de Energía en la Mufla	55
Figura 28. Potencia activa y consumo de energía del horno microondas.....	56
Figura 29. Efecto de los factores en la concentración de oro obtenida.....	58
Figura 30. Efecto de los crisoles (un solo factor) en la concentración de oro obtenida	59
Figura 31. Efecto del Tiempo y el susceptor en la concentración de oro obtenida	59
Figura 32. Efecto del susceptor y el crisol en la en la concentración de oro obtenida	60
Figura 33. Fundición usando microondas	61

RESUMEN

TITULO:

USO DE LAS MICROONDAS EN EL PROCESO DE RECUPERACIÓN DE TRAZAS DE ORO. *

AUTOR(ES):

MANUEL FERNANDO DIAZ NIÑO **

CARLOS MARCELO RUEDA GOMEZ **

PALABRAS CLAVE: Microondas, recuperación, susceptor, simulación, refractario.

DESCRIPCIÓN:

El calentamiento con microondas, es una efectiva técnica que ha sido objeto de diferentes estudios con el fin de optimizar y hacer más eficientes los procesos térmicos. A pesar de los buenos resultados obtenidos en estas pruebas, a nivel industrial aun representa una alternativa por implementar. En este informe de investigación se propone la implementación del calentamiento volumétrico con microondas, en el proceso de ensayo al fuego que se realiza a nivel de laboratorio, para calcular la cantidad de oro que se encuentra en una tonelada de tierra. En estos ensayos, se trabajó con una muestra concentrada, extraída de la mina conocida como “Reina de Oro” del municipio de Vetas, Santander. Primero, se realizaron simulaciones de los crisoles de carburo de silicio y de grafito, propuestos por los autores para remplazar los porta-muestras de arcilla, utilizados en los procesos convencionales. Posteriormente, se utilizó el carburo de silicio granulado que como susceptor, con el fin de mejorar la etapa de tostación, en la que se obtuvo una reducción en tiempo del 71.7%, pues se pasó de 180 minutos en la mufla a 51 en el microondas. También se realizó extracción del metal precioso a las muestras tostadas en el microondas, y se comparó la cantidad recuperada, con la obtenida en el proceso convencional. Finalmente, se utilizó un analizador de redes eléctricas, para realizar una medición del consumo de potencia de ambos hornos, la mufla y el microondas, donde se obtuvo también una reducción favorable a la alternativa propuesta en este informe.

* Trabajo de grado

** Facultad de ingenierías Físico-mecánicas. Escuela de ingenierías eléctrica, electrónica y de telecomunicaciones. Director: Carlos Rodrigo Correa Cely. Codirector: Iván Mauricio Amaya Contreras.

ABSTRACT

TITLE:

MICROWAVES FOR THE RECOVERY OF GOLD TRACES *

AUTHOR(S):

MANUEL FERNANDO DIAZ NIÑO **

CARLOS MARCELO RUEDA GOMEZ **

KEYWORDS: Microwave, recovery, susceptor, simulation, heat-resistant.

DESCRIPTION:

Microwave heating is an effective technique that has been the subject of different studies, looking to optimize and improve thermal processes. Despite the good results achieved during these researches, its implementation at industrial scale is something that has yet to occur. The current research report proposes the implementation of a microwave-based volumetric heating, for the fire assay process performed at laboratory level, which is used to estimate the mineral gold's grade. This work was performed on a concentrated sample of a mine known as "Reina de Oro", located at Vetas, Santander. In a first stage, simulations were carried out for a silicon carbide crucible and a graphite one, proposed by the authors to replace the clay-based one used during conventional processes. Silicon carbide, sieve 24, was used as a susceptor, in order to improve microwave absorption inside the sample, achieving a time reduction of 71.7%, decreasing from 180 minutes with the traditional process, to 51 minutes in the microwave applicator. Moreover, gold was extracted from the microwave roasted samples, and it was found that the recovery margins are similar to the ones achieved with traditionally roasted samples. Finally, energy consumption was measured using a power quality analyzer, and it was found that the microwaves-based approach require less energy.

* Degree work

**Physics Mechanical Engineering Faculty. Electric, Electronic and telecommunication School. Director: Carlos Rodrigo Correa Cely. Codirector: Iván Mauricio Amaya Contreras.

INTRODUCCIÓN

La electrónica es disciplina que ha estado incursionando con el pasar de los años en los diferentes procesos que el hombre ha desarrollado de forma artesanal, buscando siempre la manera de optimizar y hacer más eficientes dichas actividades, obteniendo en la mayoría de los casos, mejores resultados.

En procesos que involucran controles o cambios en temperatura, se han realizado diferentes avances, por ejemplo, en la conservación y preparación de alimentos, o en casos industriales, en el cambio de estado de algunas sustancias para facilitar su manipulación y tratamiento, por ejemplo, en fundición de metales o materiales compuestos como el asfalto [1], [2], reemplazando los antiguos hornos de barro que encendían con leña por modernos hornos eléctricos automatizados.

La minería, es una ocupación muy antigua en la historia del hombre, la cual se desarrolla de manera artesanal hasta nuestros días. A nivel de laboratorio se realizan estudios sobre muestras minerales para calcular la concentración de plata y oro que en gramos por tonelada, los cuales requieren el uso de hornos tradicionales que tardan alrededor de 3 horas tostando estas muestras, lo que conlleva elevados costos en el consumo de potencia eléctrica.

En este trabajo de investigación se realizaron los procesos de tostación y fundición en hornos de microondas, contando con la gran incursión que ha tenido el calentamiento volumétrico en procesos térmicos en los últimos años [3], [4]. El objetivo es determinar la eficiencia de este tipo de calentamiento, aprovechando el alto valor de conductividad térmica que presentan el grafito y el carburo de silicio.

1. OBJETIVOS

A continuación se enuncian los objetivos planteados en el plan de trabajo de grado para verificar el alcance y el cumplimiento de los mismos.

1.1 Objetivo General

Realizar un diseño estadístico de experimentos que permita determinar el efecto y la eficiencia que tiene el calentamiento con microondas en el proceso de recuperación de oro en muestras minerales. (Ver página 25)

1.2 Objetivos Específicos

1.2.1 Proponer un sistema de calentamiento (porta-muestras) para realizar los experimentos con mineral que contiene oro. (Ver página 43)

1.2.2 Evaluar los resultados experimentales obtenidos para determinar la viabilidad y eficiencia del proceso con microondas para la recuperación de oro. (Ver pagina 50)

2. TRABAJOS PREVIOS

El uso de las microondas en procesos térmicos ha tenido una gran acogida en la industria por su eficiencia y velocidad de calentamiento, que permiten a las empresas ahorros en consumo de energía, e incluso el aumento de su producción. En la tabla 1 se presentan algunos de los trabajos reportados en la literatura.

Tabla 1. Trabajos previos

Aplicación	Logros
Secado de Madera [5]	Se redujo la humedad en la madera, el consumo de potencia y el tiempo necesario para el proceso.
Secado de cerámica tradicional [3]	Se redujo el consumo de potencia, el tiempo necesario para el proceso y un secado más eficiente.
Síntesis de nano partículas de oro [6]	Se comprobó la efectividad de las microondas en la preparación de nano barras de oro, por su característica de secado rápido.
Procesos metalúrgicos [7], [8]	Reducción en los tiempos de tostación sobre muestras minerales, y se comprobó el potencial de las microondas en procesos de extracción de metales.
Determinación de humedad en suelos [9]	Los resultados presentan el secado con microondas como una alternativa válida en la determinación de la humedad en suelos.
Secado de lodos [10]	Ahorro de un 60% del tiempo al utilizar calentamiento con microondas, con respecto al calentamiento convencional, mayor

	eficiencia energética, y menor consumo de potencia.
Control de plagas [4]	Desinsectación de grano para consumo humano. Se presentan las microondas como un método muy efectivo en el control de termitas de madera seca.
Extracción de aceites [11]	Se obtuvo mejor calidad en el aceite que se extrajo al secar la pulpa con microondas.
Procesos químicos [12]	Se logró obtener carburo de silicio utilizando microondas como fuente de energía.

3. MARCO TEÓRICO

3.1 MICROONDAS

Las microondas son ondas electromagnéticas cuyas frecuencias están en el rango de los 300 MHz a los 300 GHz. A pesar de llevar micro en el nombre, su longitud de onda no alcanza los rangos de μm [13]. Para procesos industriales, en medicina y desarrollo de investigación, se tienen designados rangos de frecuencias específicas: $915\text{MHz} \pm 13\text{MHz}$, $2.45\text{GHz} \pm 50\text{MHz}$, $5.8\text{GHz} \pm 75\text{MHz}$ y $24.124\text{GHz} \pm 125\text{MHz}$ [14], [15], siendo las dos primeras las utilizadas para fines de calentamiento, elegidas así por acuerdo internacional [16], para minimizar los efectos de interferencia con los servicios de comunicación [7]. Los hornos de microondas convencionales, que son utilizados normalmente para uso doméstico, tienen una frecuencia de operación de 2.45GHz , que corresponde a una longitud de onda de $\lambda = 12.33\text{cm}$.

En hornos comerciales, a nivel doméstico, las microondas son generadas por un magnetrón, que alimenta por medio de una guía de onda, la cavidad del horno. Esta cámara de forma cúbica está construida con paredes metálicas y una puerta frontal en fibra de vidrio, que está recubierta por una rejilla metálica con agujeros más pequeños que la longitud de onda de las microondas, evitando su fuga. Algunos hornos incluyen un aspa giratoria metálica que actúa como un agitador de modos, esparciendo la onda por todo el interior del horno [13].

3.1.1 Interacción con los materiales

El origen del calentamiento de las muestras o cargas dentro de la cavidad del microondas, nace de la interacción del campo eléctrico con las moléculas polares o con los iones cargados eléctricamente, generando movimientos en las mismas. Estos cambios están relacionados con la frecuencia del campo y pueden ser de translación, rotación y vibración [17].

Al aplicar radiación con microondas a materiales con moléculas polares, el campo electromagnético cambia de dirección rápidamente, de tal manera que las moléculas no pueden responder a la misma velocidad de esta variación, lo que genera un fenómeno de rotación sobre su eje, haciendo que aumente la fricción en las partículas del material expuesto. Esto se ve reflejado en un aumento en la temperatura del mismo.

En el caso de conducción iónica, al ser aplicado el campo de microondas sobre la muestra, las partículas se mueven debido a su carga inherente, dejando como resultado pequeñas colisiones entre iones que transforman la energía cinética en energía térmica. Como aumente la concentración de iones en la muestra, más colisiones se producen, y como resultado el calentamiento es más rápido. Esta es la ventaja fundamental de este método de calentamiento volumétrico con respecto a otros tipos de calentamiento convencionales, como conducción o convección.

Dependiendo de la respuesta al calentamiento con microondas los materiales se pueden clasificar en:

Transparentes, o materiales de baja pérdida, donde las microondas atraviesan dejando una cantidad de pérdidas insignificante. Generalmente se utilizan para almacenar los materiales a ser tratados con las microondas.

Absorbentes, o materiales de pérdidas considerables, que absorben las microondas y disipan la energía electromagnética en forma de calor, esto dependiendo del valor del factor de pérdidas dieléctricas (ϵ'') [10].

Reflectores, como los metales, que son materiales con electrones libres (alta conductividad eléctrica) por lo cual no permiten el paso de las ondas a través de ellos. Se utilizan en forma de aplicadores y guías de onda para dirigir las microondas.

3.1.2 Propiedades dieléctricas

Las propiedades de un material dieléctrico que se tienen en cuenta para observar la eficiencia del calentamiento de una muestra expuesta a la radiación con microondas, son su permitividad dieléctrica compleja (ϵ) y su tangente de pérdidas

($\tan(\delta)$). La primera es una medida de la respuesta del material bajo el efecto de las microondas y está compuesta por la constante dieléctrica (ϵ'), o parte real de la permitividad compleja, que mide la habilidad del material para almacenar la energía de las microondas, y por el factor de pérdidas dieléctrico (ϵ''), o parte imaginaria de la permitividad compleja, la cual es una medida de la capacidad del material de disipar la energía recibida de las microondas en forma calórica, siendo función de la conductividad (σ) del mismo. Esto se muestra en la ecuación (1).

$$\epsilon = \epsilon' + j * \epsilon'' \quad (1)$$

$$\epsilon'' = \frac{\sigma}{2 * \pi * f} \quad (2)$$

σ = Conductividad eléctrica del material

f = Frecuencia del campo eléctrico

El otro término, también utilizado en la descripción de la interacción de un material expuesto a calentamiento con microondas, es la tangente de pérdidas ($\tan(\delta)$), ecuación (3), la cual es una magnitud adimensional e indica que tanto puede ser penetrado el material por el campo eléctrico, y como disipa esta energía en forma de calor.

$$\tan(\delta) = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{\sigma}{2 * \pi * f * \epsilon'} \quad (3)$$

Por tanto, materiales con un factor de pérdida alto, son los que presentan una mejor conversión de las microondas en energía térmica, con lo cual se calientan más rápidamente. Sin embargo, no es fácil obtener las propiedades dieléctricas de un material, se requieren equipos que no están al alcance de los investigadores, lo que dificulta la optimización de los procesos con microondas.

La profundidad de penetración (D_p, n), es la distancia desde la superficie del material, donde el campo eléctrico (E) absorbido cae a $\frac{1}{e}$ del campo eléctrico de la superficie. La profundidad de penetración es inversamente proporcional a la frecuencia. Por ejemplo, para el agua la mayor tasa de calentamiento ocurre a 20GHz donde el factor de pérdidas dieléctricas está a su máximo valor [7]. Sin embargo, la profundidad de penetración a tal frecuencia es tan baja que tan solo la superficie del material se calentará. Ésta puede calcularse con la ecuación (4), donde: f = frecuencia (Hz), C = velocidad de la luz (m/s) [18].

$$D_p = \frac{C}{2 * \pi * f * \sqrt{2 * \epsilon'} * [\sqrt{1 + \tan^2(\delta)} - 1]^{\frac{1}{2}}} \quad (4)$$

En hornos convencionales, el calor se transfiere al material por radiación electromagnética térmica (también conocida como radiación infrarroja). La profundidad de penetración de la radiación infrarroja, es muy pequeña en la mayoría de los sólidos ($D_p \ll 10^{-4}$), lo que significa que una capa muy delgada del material se va a calentar y el resto lo va a hacer dependiendo de las propiedades de transferencia de calor del material. Esto puede resultar en gradientes de temperatura significativos. La minimización de estas variaciones de temperaturas a través de un material, como resultado de un calentamiento con microondas, puede por lo tanto dar un calentamiento más uniforme.

La densidad de potencia promedio P , es una medida de la absorción del campo eléctrico por el material expuesto a las microondas, ya que la potencia absorbida es directamente proporcional al cuadrado del campo eléctrico. Se muestra esta relación en la ecuación (5), donde ϵ_0 = permitividad del vacío (F/m), ϵ''_{eff} = factor de pérdida eficaz y E = Intensidad del campo eléctrico dentro del material.

$$P = 2 * \pi * f * \epsilon_0 * \epsilon''_{eff} * E^2 \quad (W/m) \quad (5)$$

3.2 VENTAJAS DEL CALENTAMIENTO CON MICROONDAS

El calentamiento con microondas tiene ciertas ventajas con respecto a los métodos de calentamiento comunes. Los hornos de microondas generalmente son de menor tamaño que los hornos convencionales. Además, su sistema electrónico permite detener la exposición de la muestra a la radiación en cualquier momento. Teniendo en cuenta que las microondas actúan directamente sobre el material y no necesitan calentar el entorno que rodea la muestra, se presenta una disminución en el consumo energético y además una mejora en la rapidez del tratamiento (en una mufla, u horno eléctrico tradicional, se requiere precalentar la cavidad a la temperatura deseada). Esto quiere decir que en el horno microondas, la muestra se encuentra a mayor temperatura que el resto de la cavidad. En un horno convencional se calienta primero la superficie del material, lo que hace que en un tiempo determinado, puede que el exterior de la muestra tenga una alta temperatura, pero en el centro de la misma, esta sea mucho menor. Con el horno microondas, el campo electromagnético interactúa con toda la muestra, cosa que permite un calentamiento mas uniforme que en la mufla, siempre y cuando las propiedades dieléctricas del material, sean apropiadas. De lo contrario puede que la muestra no manifiesta cambios de temperatura, o que presente algunas zonas frías y otras calientes.

En las pruebas preliminares desarrolladas en este trabajo de investigación, se observó que utilizar un horno de microondas convencional, también tiene como desventaja no poder operarse por largos periodos de tiempo consecutivos. Esto sucede porque el aparato cuenta con un control de altas temperaturas, que apaga el horno, para evitar daños en sus circuitos internos.

3.3 PROCESAMIENTO TRADICIONAL

A nivel de laboratorio, se realiza un proceso para calcular la cantidad de oro que contiene una tonelada de tierra. En este proceso, la muestra es molida y

posteriormente tamizada, para garantizar el tamaño necesario en el ensayo. Según la norma ASTM E400-2 de ensayo al fuego, el tamaño de partícula requerido para el análisis debe ser malla 100. Posteriormente, se cuartea la muestra para obtener una muestra representativa y se toman 30 gramos de la misma, para realizar el proceso de tostación. Esta muestra se coloca dentro de una mufla a 750°C durante 20 minutos, luego es retirada para permitir que se oxigene y libere sulfuros, y es nuevamente introducida 20 minutos más a la mufla. Esto, sumado a las 2 horas que necesita la mufla para alcanzar la temperatura necesaria de tostación, da un tiempo aproximado de 180 minutos. Al ser extraída del horno, la muestra se prepara para ser fundida, mezclándola con reactivos que facilitan este proceso. En la tabla 2 se muestran los reactivos y la cantidad a utilizar:

Tabla 2. Reactivos para fundición

Reactivo	Cantidad [g]
Litargirio (óxido de plomo)	45
Carbonato de sodio	35
Bórax	10
Harina	5

Una vez preparada la mezcla, se introduce en una mufla a 950°C durante 4 horas para ser fundida y de esta manera separar los metales de los demás minerales que se encuentran en la muestra. El compuesto obtenido, es una mezcla de plomo, plata y oro, por lo que debe pasar nuevamente por la mufla, pero esta vez por una hora y en un contenedor llamado copela (crisol hecho a base de cemento y hueso calcinado). Finalmente se obtiene una pequeña esfera de metal que solamente contiene plata (Ag) y oro (Au). Esta se pesa en una balanza de alta precisión, y luego es atacada con ácidos que se encargaran de eliminar el total de plata. De esta manera se obtiene la concentración de oro y plata en gramos por tonelada que contiene la muestra.

4. DISEÑO DEL EXPERIMENTO

4.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

El diseño de experimentos que se va a realizar en estas pruebas representa una parte muy importante del proyecto, ya que un buen diseño y una buena ejecución del mismo garantizan resultados más confiables. El objetivo de este experimento es determinar la eficiencia del calentamiento con microondas sobre muestras con oro, comparando la recuperación que se obtiene de una muestra tostada con microondas y de una tostada en una mufla u horno resistivo convencional.

Para esto, se deben definir factores variables y constantes. En este caso, se tendrán en cuenta la posición en el horno de la muestra, la cantidad de la misma, el tamaño del grano del mineral y la potencia del horno, como factores constantes. Como variables se tendrán en cuenta, el tiempo de exposición de la muestra a las microondas, el reactor o porta muestras (crisol) y el susceptor. Además se medirá la temperatura en las muestras para poder concluir cual crisol afecta de manera favorable la tostación del mineral.

El siguiente paso, es elegir la cantidad de muestra sobre la cual se trabajará. La norma ASTM E400-2 de ensayo al fuego, menciona que para calcular el porcentaje de recuperación de oro en una tonelada de tierra, se deben utilizar 30 gramos, por tanto, esta será la cantidad que se utilizará en este experimento.

Ahora, se procede al diseño del experimento el cual se desea implementar. En la literatura, se pueden encontrar algunos pasos a tener en cuenta a la hora de realizar un diseño de experimentos [19]. En este trabajo de investigación solo se mencionaran, y se invita al lector a investigarlos a fondo:

1. Identificación y exposición del problema.
2. Elección de los niveles, factores y los rangos.
3. Seleccionar la variable de respuesta.
4. Elección del diseño experimental.
5. Realización del experimento.

6. Análisis estadístico de datos.
7. Conclusiones y recomendaciones.

Como ya se mencionó, es muy importante el conocimiento pleno del tema para hacer una buena elección de los factores influyentes en el diseño. Se recomienda al experimentador no exagerar en el uso de técnicas estadísticas complejas y sofisticadas, pues generalmente los métodos de diseño y análisis sencillo funcionan mejor. Es importante tener presente la diferencia entre significación práctica y significación estadística [19], esto debido a que las pruebas estadísticas pueden arrojar muy buenos resultados, pero el investigador no puede dejarse llevar por esto. Por ejemplo, si un ingeniero al implementar una etapa más en el proceso de extracción de oro, logra recuperar más metal precioso que con el proceso convencional, pero implementar esta nueva etapa tiene un costo muy elevado con respecto al material recuperado, a pesar de los buenos resultados del experimento, esta mejora no sería viable para llevarse a la práctica.

Existen diferentes tipos de experimentos, que le permiten al experimentador hacer la mejor elección de acuerdo a las necesidades. La prueba más sencilla consiste en variar un factor a la vez, con el cual el investigador podrá obtener el efecto que tiene cada entrada en la salida. Este tipo de diseño no considera ningún tipo de iteración entre las entradas al sistema, por ende es eficiente para pruebas sencillas donde las entradas no generen efectos conjuntos en la salida o que el efecto sea tan insignificante que se pueda despreciar.

Otra de las alternativas para el diseño de experimentos es el enfoque de la mejor conjetura, el cual es común entre ingenieros y científicos y funciona muy bien para experimentadores que cuentan con experiencia y una gran cantidad de conocimiento en el proceso sobre el cual van a implementar el proceso. Sin embargo este diseño presenta algunas desventajas: la primera, es que los resultados en la primera prueba no sean los esperados, lo cual hará que el experimentador repita la prueba muchas veces corriendo el riesgo de que nunca tenga éxito con los resultados. Ahora suponga que el experimentador en la

primera prueba obtenga un resultado bastante bueno. Esto hará que el experimentador se vea tentado a suspender las pruebas, muchas veces sin ninguna garantía de que esa sea la mejor solución.

Las interacciones entre factores son comunes en diferentes procesos. Por tanto, muchas veces el experimentador debe tener en cuenta los efectos que producen éstas, para que los resultados del experimento sean más eficientes y valederos. En este tipo de procesos, que cuentan con varios factores que afectan el sistema, se debe manejar un enfoque que pueda manejar esta situación. Para este tipo de casos, se recomienda un experimento del tipo factorial. Como su nombre lo indica, este diseño hace referencia a que en cada réplica, se tienen en cuenta todas las posibles combinaciones de los factores. Para este experimento se definieron 3 variables, como son el tiempo de exposición, el reactor o porta muestras y el suscepto. Dos de las tres variables elegidas, tienen 2 niveles, pero para el tercer factor se cuenta con 4 niveles, que son los porta-muestras: Una cuchara para fundición de arcilla, un crisol de barro, un crisol de carburo de silicio y uno de grafito, como se muestra en la Tabla 3. Los 4 niveles que tiene el porta muestras, impide que se realicen todas las pruebas de un experimento factorial bajo condiciones homogéneas. Entonces, los experimentadores deben utilizar una técnica que les permita contar con las condiciones no homogéneas que presenta uno de los factores. El diseño más común, utilizado en este tipo de situaciones, es la formación de bloques.

4.2 DISEÑO FACTORIAL 2^2 POR BLOQUES

Uno de los factores a estudiar, es el material con que está hecho el porta muestras, para lo cual se proponen los cuatro crisoles mencionados anteriormente. Por lo tanto, el tipo de diseño debe permitir estudiar mínimo 4 niveles por factor. Un diseño factorial 4^3 permite estudiar el efecto de los cuatro niveles por factor, pero implica tener que realizar 64 pruebas por réplica. Si se realizan 3 réplicas de cada experimento, se necesitan 192 pruebas, cada una

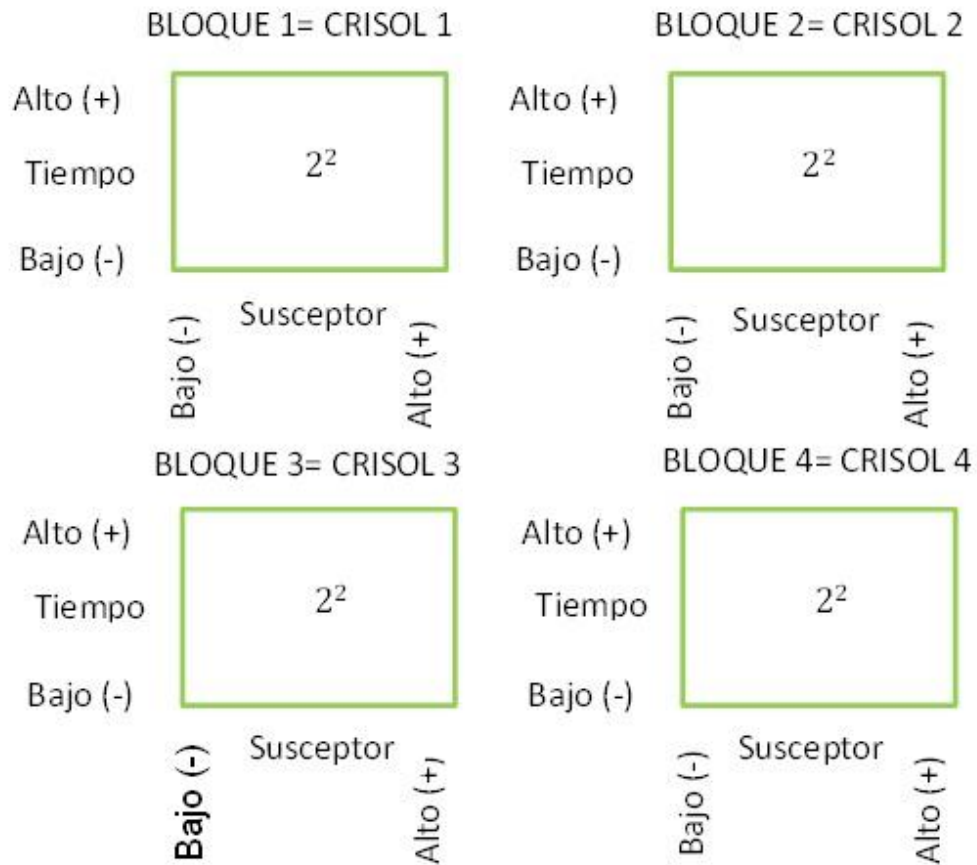
requiere de 30 gramos de muestra, entonces, es necesario 5760 gramos de mineral. La formación de bloques, que es la técnica de diseño utilizada en situaciones como esta, ayuda a reducir el número de pruebas y por ende la cantidad de mineral a utilizar.

Se forman cuatro bloques, uno por cada porta muestra. Para cada bloque se usa un diseño factorial 2^2 , figura 1, realizando 4 pruebas por bloque, para un total de 16 pruebas. Para realizar tres réplicas del experimento se necesitan 1440 gramos de mineral. Este diseño se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Bloques y niveles de los factores estudiados

BLOQUE	FACTOR	NIVEL BAJO (-)	NIVEL ALTO(+)
Crisol 1	Tiempo	Tiempo min	Tiempo max
Cuchara arcilla	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 2	Tiempo	Tiempo min	Tiempo max
Crisol arcilla	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 3	Tiempo	Tiempo min	Tiempo max
Carburo de silicio	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 4	Tiempo	Tiempo min	Tiempo max
Grafito	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor

Figura 1. Esquema del diseño de experimentos



Se realizaron tres repeticiones, cada una consta de 16 pruebas, como se muestra en la figura 1. Para que el desarrollo de la prueba sea totalmente aleatorio, estas pruebas se hicieron en orden totalmente al azar, como se evidencia en la tabla 4.

Tabla 4. Orden de ejecución de las pruebas experimentales

REPETICION	PRUEBA	BLOQUE	TIEMPO	SUSCEPTOR
1	4	+	+	
2	3	+	-	
3	2	+	+	
4	4	+	-	

	5	3	+	+
	6	3	-	-
	7	2	-	-
1	8	1	+	+
	9	2	+	-
	10	1	+	-
	11	4	-	-
	12	1	-	+
	13	3	-	+
	14	2	-	+
	15	4	-	+
	16	1	-	-
<hr/>				
	17	1	+	-
	18	2	+	-
	19	3	+	-
	20	4	+	+
	21	3	+	+
	22	2	-	-
	23	1	+	+
2	24	4	+	-
	25	3	-	+
	26	1	-	+
	27	2	-	+
	28	3	-	-
	29	4	-	-
	30	1	-	-
	31	2	+	+
	32	4	-	+
<hr/>				
	33	2	+	-

	34	1	+	-
	35	4	+	+
	36	1	-	-
	37	37	-	-
	38	2	+	+
	39	1	+	+
3	40	2	+	-
	41	4	+	-
	42	2	-	-
	43	1	-	+
	44	4	-	+
	45	3	-	-
	46	3	-	+
	47	3	+	-
	48	3	+	+

5. SIMULACIÓN COMSOL MULTIPHYSICS 4.3

Simulación, para este caso, es diseñar y desarrollar un modelo lógico, matemático, de un proceso o sistema, con el fin de entender su comportamiento y evaluar diferentes estrategias de mejora del sistema real. Actualmente, los métodos de simulación se encuentran muy avanzados. Además en el mercado, la facilidad de adquisición y gran disponibilidad de software, hacen de la simulación una herramienta ampliamente usada en el análisis de sistemas.

El software utilizado para estas simulaciones es Comsol Multiphysics 4.3, del cual se obtuvo una licencia gratuita, para realizar las pruebas.

El efecto de las microondas sobre un material, depende de las características dieléctricas del mismo, cosa que dificulta en muchos casos las simulaciones de este tipo, ya que no se cuenta con los instrumentos necesarios para realizar pruebas y determinar estas características en los materiales. El software Comsol Multiphysics 4.3, cuenta con una base de datos con las propiedades de diferentes materiales, necesarias para llevar a cabo las simulaciones, lo que contribuyó al trabajo de los autores.

Esta sección muestra una serie de simulaciones con los crisoles que se proponen para mejorar el proceso (crisoles de grafito y carburo de silicio), expuestos a las microondas, con el fin de observar cuál de estos porta-muestras calienta de forma más uniforme y alcanza temperaturas más elevadas. También se presentan simulaciones de los respectivos crisoles dentro de un ladrillo refractario, para observar cómo influye este elemento, en la variación de temperatura en los crisoles. Por último se muestra el comportamiento de la temperatura a través del tiempo para los porta-muestras, utilizando el ladrillo refractario.

5.1 SIMULACIÓN CRISOL DE CARBURO DE SILICIO

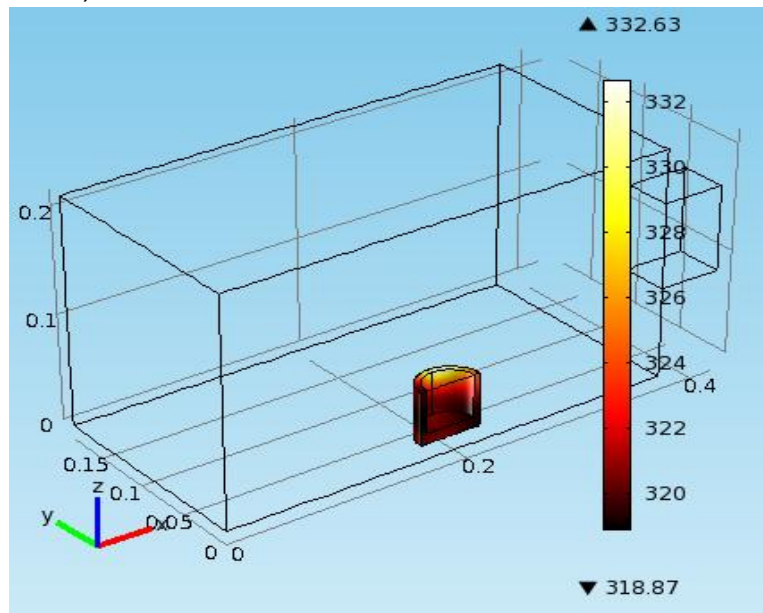
Para las simulaciones con el crisol de carburo de silicio, se utilizaron las propiedades predeterminadas por el simulador Comsol Multiphysics 4.3, las cuales se pueden apreciar en tabla 5.

Tabla 5. Propiedades del carburo de silicio utilizadas en las simulaciones

Propiedad	Valor	Unidades
Permeabilidad relativa	1	1
Conductividad eléctrica	1e3	[S/m]
Capacidad calorífica a presión constante	1200	[J/(kg*K)]
Permitividad relativa	10	1
Densidad	3200	[kg/m ³]
Conductividad térmica	$450 \cdot (300[K]/T)^{0.75}$	[W/(m*K)]
Superficie de emisividad	0.5	1

Al cabo de 5 min de exposición, se alcanzan temperaturas entre los 320°C y los 332°C en el crisol, como se ilustra en la figura 2. Esta temperatura es bastante elevada para este tiempo de calentamiento, pero no es la temperatura adecuada para llevar a cabo el proceso de tostación.

Figura 2. Simulación del crisol de carburo de silicio durante 5 minutos. (Temperatura en °C)



5.2 SIMULACIÓN CRISOL DE GRAFITO

Para el crisol de grafito, al igual que para el crisol de carburo de silicio, se utilizaron las propiedades predefinidas por el simulador, las cuales se muestran en la tabla 6.

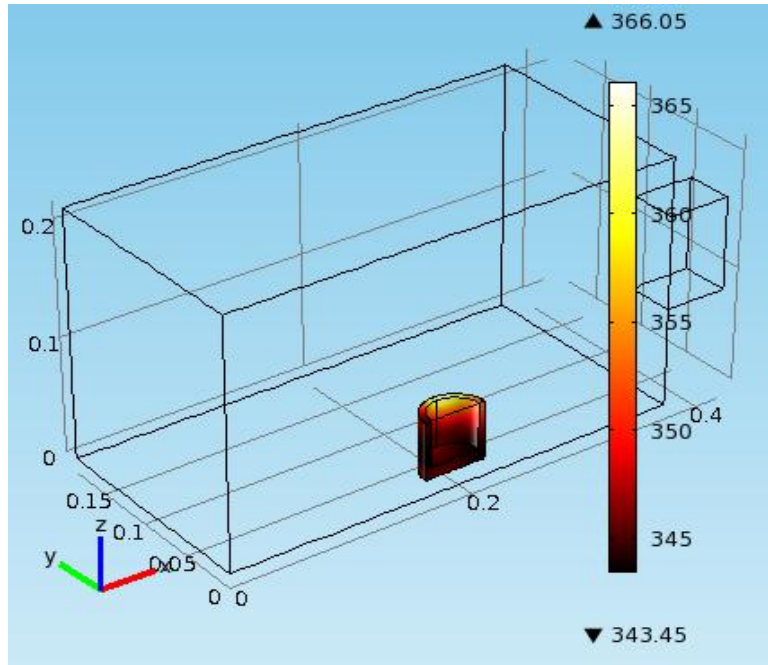
Tabla 6. Propiedades del grafito utilizadas en las simulaciones

Propiedad	Valor	Unidades
Permeabilidad relativa	1	1
Conductividad eléctrica	3e3	[S/m]
Capacidad calorífica a presión constante	710	[J/(kg*K)]
Permitividad relativa	1	1
Densidad	1950	[kg/m ³]
Conductividad térmica	150*(300[K]/T)	[W/(m*K)]
Superficie de emisividad	1	1

Para 5 minutos de exposición a las microondas, el crisol de grafito obtuvo una temperatura entre los 345°C y los 365°C, como se observa en la figura 3. Esta temperatura, es mayor a la obtenida en el crisol de carburo de silicio, pero sigue siendo inadecuada para el proceso de tostación.

Aunque se espera que el crisol de carburo de silicio presente mayores aumentos en la temperatura que el crisol de grafito, de las simulaciones anteriores se puede concluir, que en algunos intervalos de tiempo, puede que el grafito alcance mayores temperaturas que el carburo de silicio, ya que la características dieléctricas de ambos materiales, dependen de las variaciones en la temperatura.

Figura 3. Simulación del crisol de grafito durante 5 minutos. (Temperatura en °C)



5.3 SIMULACIONES CON EL LADRILLO REFRACTARIO

Para obtener temperaturas superiores en el mismo tiempo de exposición, se propone utilizar un ladrillo refractario. Para esta simulación, se requieren las propiedades dieléctricas del material, pero el software no cuenta con esta información. Conociendo los autores, que se requiere un material con buen aislamiento térmico y transparencia a las microondas, se utilizaron en esta etapa las propiedades de un plato para hornos microondas suministradas por el simulador, estas características se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. Propiedades del ladrillo refractario utilizadas en las simulaciones

Propiedad	Valor	Unidades
Permeabilidad relativa	2.55	1
Conductividad eléctrica	0	[S/m]
Permitividad relativa	1	[J/(kg*K)]
Densidad	1900	1
Conductividad térmica	0	[kg/m ³]

En la figura 4 y la figura 5, se muestra el resultado de las simulaciones del crisol de carburo de silicio y el crisol de grafito respectivamente, utilizando el ladrillo refractario, para un mismo tiempo de exposición a las microondas. En estas graficas se observa el aumento en la temperatura de los crisoles, utilizando el ladrillo.

Figura 4. Simulación del crisol carburo de silicio usando el ladrillo refractario. (Temperatura en °C)

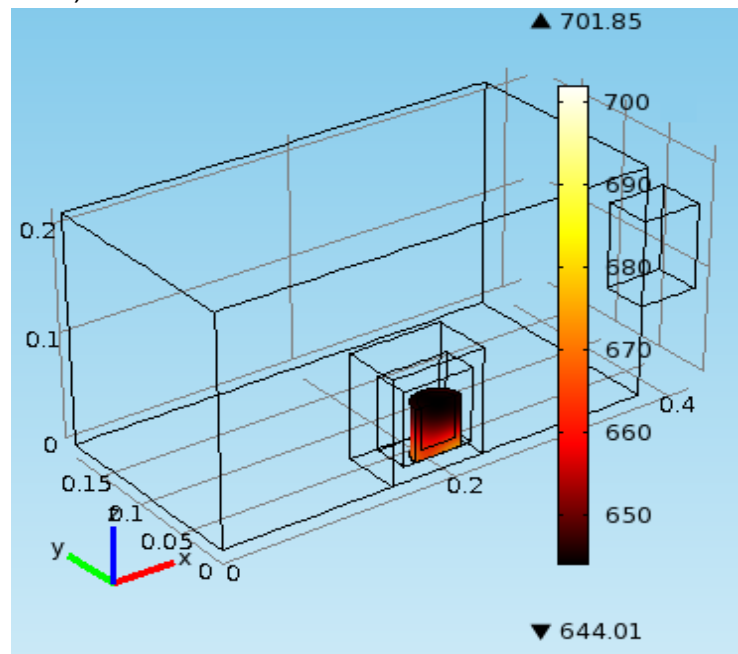
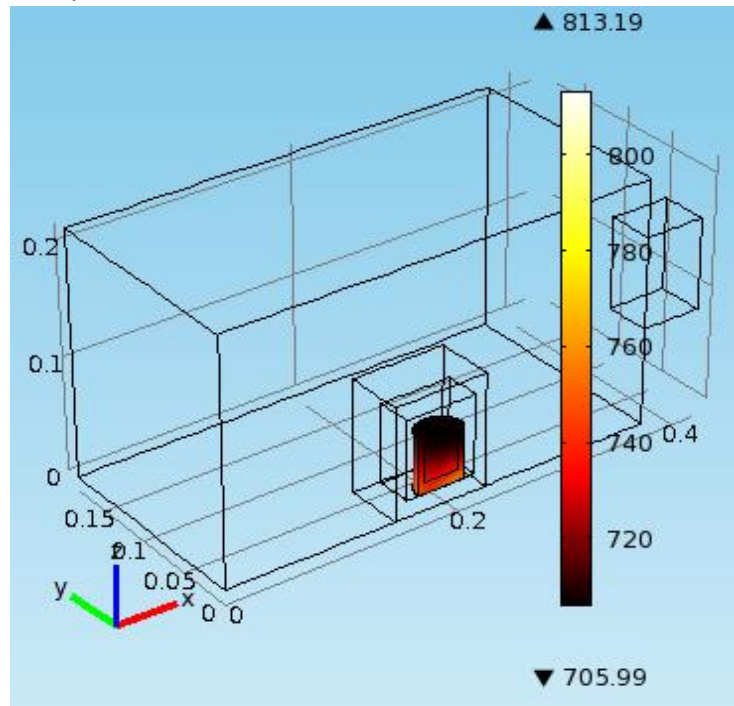


Figura 5. Simulación del crisol de grafito utilizando el ladrillo refractario. (Temperatura en °C)



En la figura 6 y en la figura 7 se presenta el comportamiento de la temperatura durante el tiempo de exposición del crisol de carburo de silicio y el crisol de grafito respectivamente.

Con el resultado de estas simulaciones, se concluye que utilizando el ladrillo refractario, se logran alcanzar temperaturas más elevadas en la muestra, lo cual lleva a una reducción en los tiempos de las corridas. También se puede observar en las gráficas de temperatura, que ambos crisoles alcanzan los 700°C aproximadamente en 5 minutos bajo condiciones ideales. Esto da un punto de partida para determinar los intervalos de tiempo necesarios en el proceso de tostación.

Figura 6. Variación de la temperatura vs el tiempo, para el crisol de carburo de silicio

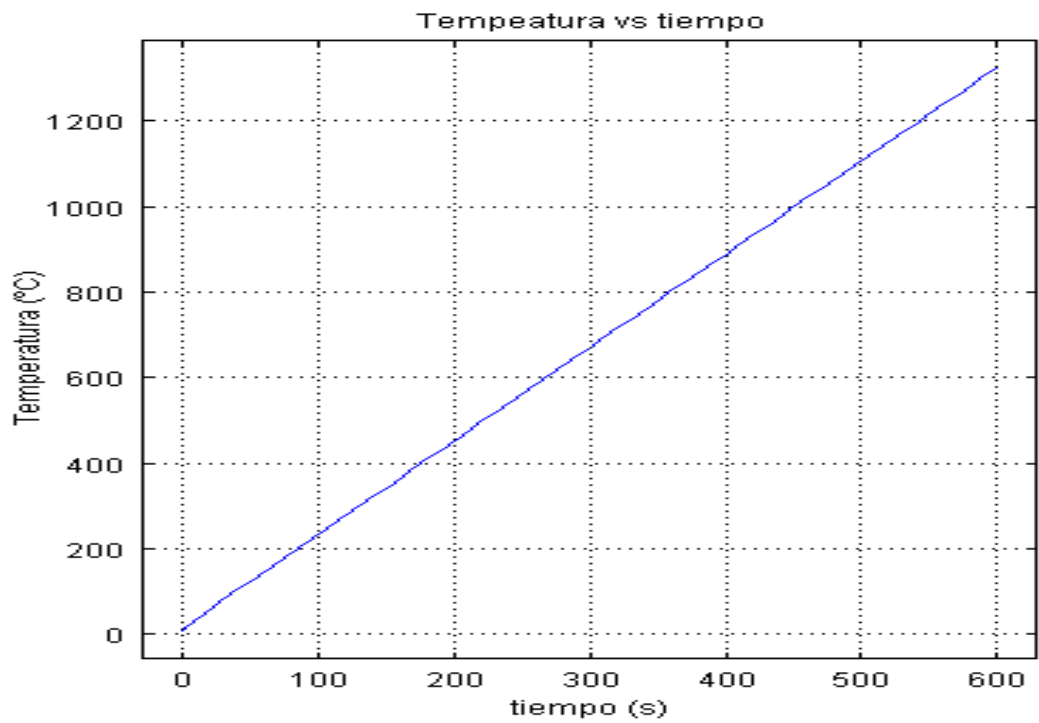
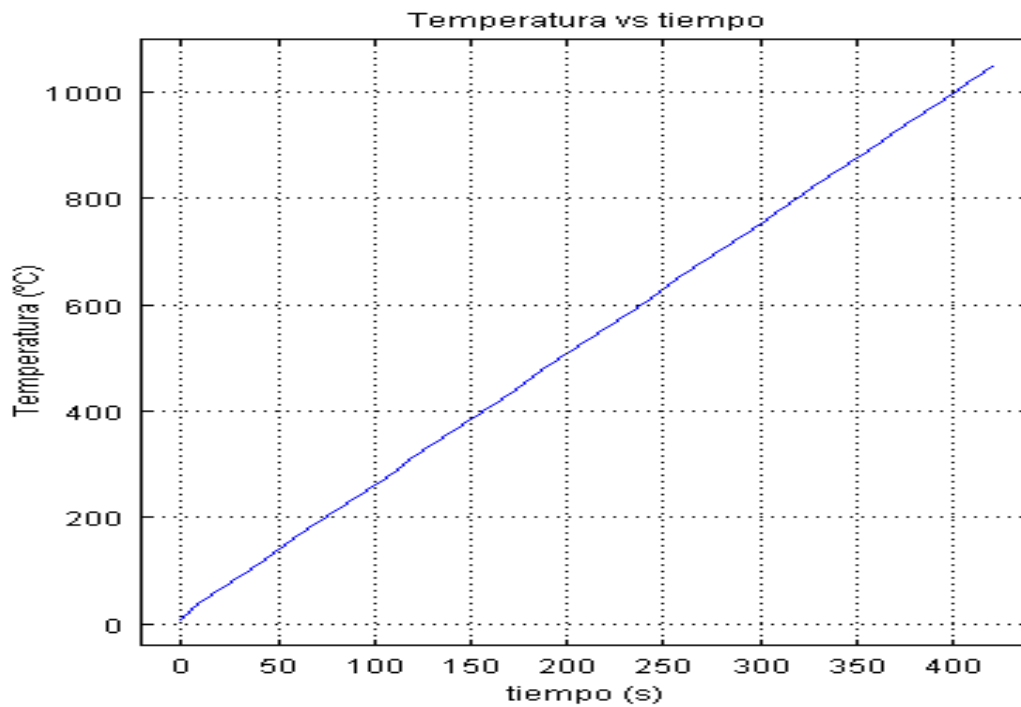


Figura 7. Variación de la temperatura vs tiempo, para el crisol de grafito



6. PRUEBAS PRELIMINARES

Para llevar a cabo las pruebas experimentales, es necesario definir los tiempos de exposición para cada uno de los crisoles, que garanticen una buena tostación y evitar la sinterización de la muestra. Para determinar dichos valores se llevaron a cabo algunas pruebas preliminares.

6.1 TIEMPO MÍNIMO

Para determinar el tiempo mínimo de exposición, se introduce la muestra por cortos periodos, se saca, se revuelve y se pone nuevamente dentro de la cavidad, esto con el fin de oxigenar la muestra y lograr una temperatura más homogénea. Este proceso se repite, hasta lograr una buena tostación. Se probaron diferentes periodos de tiempo, 3, 5, 8 y 10 minutos. Con los periodos más largos se buscaba obtener temperaturas más altas, próximas a las necesarias para este proceso.

Con las primeras replicas, se ve la necesidad de oxigenar las muestras con mayor frecuencia, para lograr una buena tostación y se observa, que las muestras expuestas en los crisoles de arcilla presentan un calentamiento menos homogéneo (figura 8), que el logrado por los crisoles de carburo de silicio y de grafito.

Cuando se logra una buena tostación, el material cambia de color, esto debido a la oxidación de sulfuros. En la muestra utilizada en este experimento, extraída de la mina "reina de oro" del municipio de Vetas, pasó de un color gris a un color café. Este cambio, determinó el tiempo mínimo de exposición en el horno microondas. El periodo que mejores resultados presentó, fue el de intervalos de 5 minutos, hasta alcanzar los 30 minutos (tiempo mínimo), sin contar el tiempo de oxigenación.

Figura 8. Calentamiento no homogéneo del mineral



6.2 TIEMPO MÁXIMO

La sinterización, (figura 9) es un fenómeno en el cual las partículas finas de la muestra se aglomeran en una masa compacta y porosa, originada por el calor producido por combustión dentro del mismo mineral. En el proceso de tostación, es recomendable evitar este fenómeno, para garantizar una óptima eliminación de sulfuros, [20], y para impedir daños en los crisoles. Por tanto, este evento será la referencia para definir el tiempo máximo de exposición de la muestra a las microondas. Este límite se determina exponiendo la muestra en periodos de 5 minutos (tiempo determinado en la prueba anterior), hasta que el material se sinterice, dejando como resultado, un tiempo de 40 minutos.

Figura 9. Sinterización del mineral



6.3 SUSCEPTOR (CARBURO DE SILICIO)

El carburo de silicio es un cerámico con excelentes propiedades térmicas, mecánicas, químicas y eléctricas, lo cual le ha convertido en uno de los materiales más utilizados en diferentes procesos de ingeniería. En electrónica se ha dado gran aplicabilidad a sus propiedades y se ha utilizado en la construcción de diodos de alto voltaje, diodos emisores de luz, resistencias eléctricas, transistores, nanocircuitos, pantallas planas e interconectores, entre otros [21][22]. Para procesos térmicos, es utilizado por su alta conductividad térmica, en la fabricación de crisoles para fundición y en tubos que sirven como susceptor de microondas [23], aunque otras de sus características han limitado su aplicación en este campo, como lo es su dureza y su falta de plasticidad, al igual que la oxidación que sufre a temperaturas aproximadas a los 1100°C [22][14]. Intentando aprovechar sus características térmicas, en este trabajo de investigación, se utiliza como susceptor de microondas.

Con el fin de definir el tamaño de partícula a utilizar para el susceptor, se colocó dentro de la cavidad multimodal un nano polvo de carburo de silicio, con una granulometría menor a 50nm (figura 10). Después de 30 minutos de exposición, se observó que el nano polvo no calentó. Posteriormente, se utilizó una granulometría

mayor ($297\ \mu\text{m}$). Esta vez, el suscepto se puso al rojo vivo al exponerse a la radiación con microondas durante 5 minutos figura 11. Con estos resultados, se decide utilizar el segundo tamaño de partícula.

Figura 10. Carburo de silicio con granulometría $< 50\ \text{nm}$



Figura 11. Carburo de silicio con granulometría de $297\ \mu\text{m}$



6.4 CRISOLES

El último parámetro que se utilizó en el experimento, fue el material del cual está hecho el crisol. Para esto, se utilizaron dos crisoles tradicionales de arcilla, un crisol de grafito y un crisol de carburo de silicio, en la realización tanto de las pruebas preliminares como para la ejecución del diseño de experimentos (figura 12).

Figura 12. Crisoles utilizados en las pruebas experimentales



6.5 INCREMENTO EN LA TEMPERATURA

Con el fin de obtener una mayor temperatura en la muestra, y evitar el recalentamiento del horno microondas, se hizo un molde con ladrillo refractario para introducir el crisol con la muestra mineral, ver figura 13.

El ladrillo refractario es transparente a las microondas, por tanto, la muestra debe absorberlas de igual manera con o sin él. Adicionalmente, el ladrillo ofrece aislamiento térmico, lo cual ayuda a concentrar el calor en la cavidad donde se encuentra la muestra, y de esta manera, obtener una temperatura superior a la lograda sin el refractario.

Figura 13. Ladrillo refractario utilizado para las pruebas experimentales



Se realizaron pruebas con el ladrillo totalmente cerrado, sin ningún tipo de abertura, pero no se producía una buena eliminación de gases. Por esta razón, se deben hacer agujeros al ladrillo para permitir que los gases fluyan y que haya presencia de oxígeno en el proceso, esto garantiza una mejor tostación, como lo muestra la figura 14.

Figura 14. Ladrillo refractario modificado con aberturas en la parte superior



Para asegurar que el ladrillo afecta la temperatura de manera favorable, se realizaron unas mediciones con el termopar en la muestra, con y sin ladrillo. En la

prueba con el crisol de grafito sin ladrillo, se alcanzaron temperaturas de hasta 310°C en 5 minutos de exposición a las microondas, mientras que utilizando el refractario, se alcanzaron temperaturas sobre los 410°C en el mismo tiempo. Esta prueba se realizó también en los demás crisoles, obteniendo también, resultados favorables al utilizar el ladrillo.

Igualmente, fue necesario realizar algunas pruebas preliminares con el susceptor, ya que la buena interacción del carburo de silicio con las microondas, también afectó los 2 niveles del factor tiempo.

Se ensayó nuevamente, ahora con el susceptor y el ladrillo, y se logró incrementar aun más la temperatura en los crisoles de arcilla, pero, en los crisoles de grafito y carburo de silicio, no se mostraron aumentos notables. Sin embargo, en ambos casos, se logró tostar y se alcanzó la sinterización en menos tiempo. En la figura 15, se observa una muestra con susceptor expuesta durante 10 minutos a las microondas, dentro del ladrillo.

Figura 15. Sinterización de la muestra con el susceptor



Buscando obtener una temperatura cercana a los 700°C, y teniendo en cuenta los resultados de las pruebas anteriores, se escoge un periodo de exposición de 6

minutos, dejando oxigenar la muestra durante 3 minutos. Este proceso se repite hasta alcanzar los tiempos mínimo y máximo del experimento, para los cuales solo se cuenta el tiempo de exposición. Después de realizar varias pruebas a la muestra, con susceptor y ladrillo refractario, se escogió un tiempo mínimo de exposición de 24 minutos y un tiempo máximo de 36 minutos. El tiempo mínimo se determinó al observar los primeros cambios de color, y el tiempo máximo al presentarse las primeras señales de sinterización sobre la muestra. La tabla 8 muestra los bloques y factores con el tiempo mínimo y máximo establecidos para ejecutar las pruebas.

Tabla 8 Bloques y factores de las pruebas experimentales

BLOQUE	FACTOR	NIVEL BAJO (-)	NIVEL ALTO(+)
Crisol 1	Tiempo	24 minutos	36 minutos
	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 2	Tiempo	24 minutos	36 minutos
	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 3	Tiempo	24 minutos	36 minutos
	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor
Crisol 4	Tiempo	24 minutos	36 minutos
	Susceptor	Sin susceptor	Con susceptor

7. MEDICIÓN DE TEMPERATURA

Para medir temperatura en la muestra, se utilizó el mismo sistema de medición que tienen las muflas, el cual consiste en un controlador-indicador de temperatura, un termopar tipo k y el respectivo cable de extensión (figura 16).

Figura 16. Sistema de medición de temperatura de la mufla



El indicador de temperatura fue retirado de una mufla e instalado posteriormente en el horno microondas. Para esto, se realizó una serie de adaptaciones al mismo. Primero se perforó la parte superior del horno para poder introducir el termopar, tratando que el orificio fuese lo más ajustado posible, para evitar fugas de radiación (figura 17).

Figura 17. Adaptación del termopar al horno microondas



Después, se recubre con papel aluminio el extremo del termopar que se encuentra fuera del horno, de esta manera se garantiza la seguridad de trabajo para los investigadores, como se muestra en la figura 18.

Figura 18. Sellado de fugas con papel aluminio



Por último se realizaron algunas pruebas para medir fugas con la ayuda de un sensor de radiación de microondas. En la figura 19, se muestra la adaptación al horno del sistema de medición de temperatura una vez instalado.

Figura 19. Sistema de medición de temperatura instalado en el horno microondas



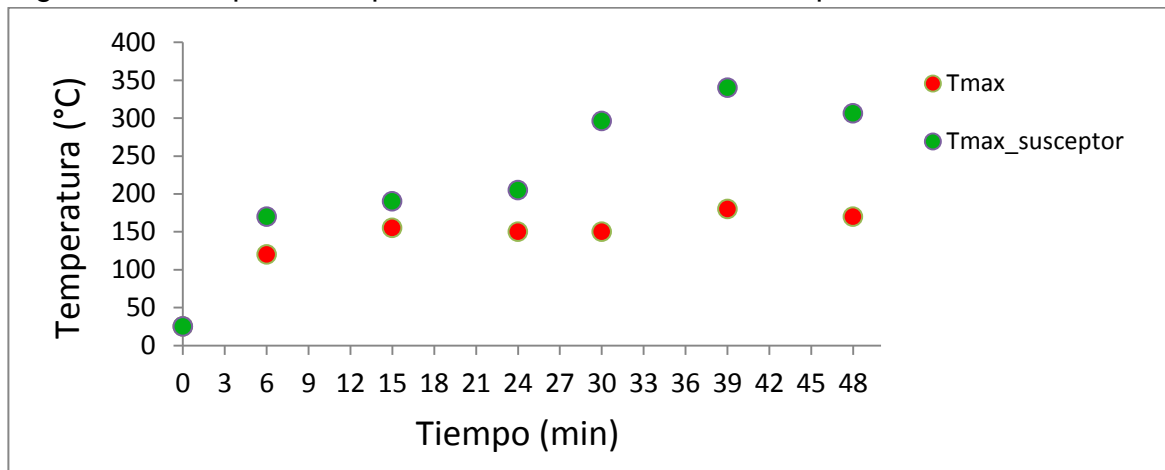
Con el fin de evitar errores en la toma de datos de temperatura, a causa de posibles corrientes parasitas que se pudieran generar en el termopar por la radiación con microondas, la medición de temperatura se realizó con el magnetrón apagado, es decir, al finalizar cada periodo de exposición.

8. RESULTADOS

8.1 TEMPERATURA

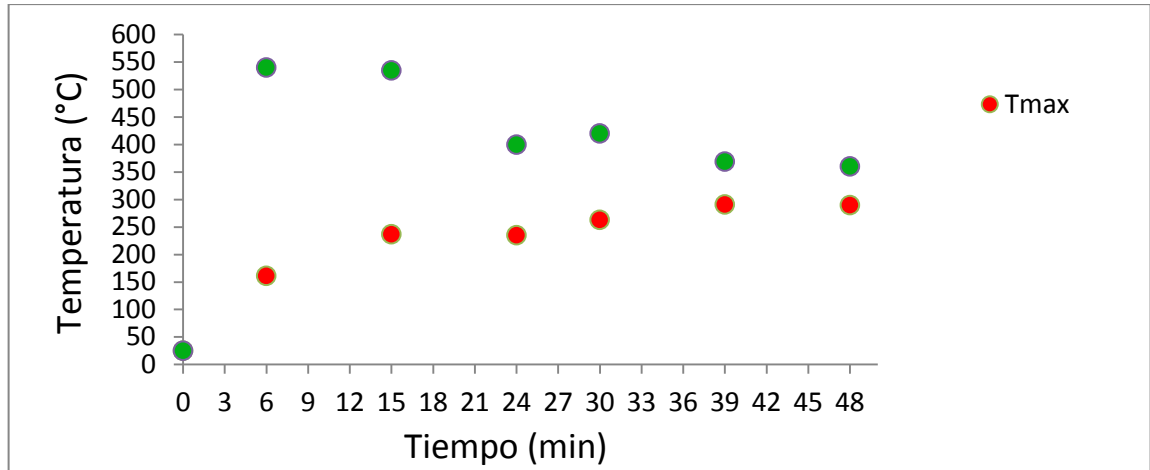
Las temperaturas alcanzadas en la muestra, para cada uno de los crisoles utilizados en las pruebas, se muestran en las siguientes figuras. En todas las gráficas, el comportamiento de la temperatura en la muestra usando el susceptor, está representada por la línea verde discontinua. La línea continua de color verde representa el comportamiento de la temperatura de la muestra sin usar susceptor, además se muestran los tiempos máximos de las pruebas.

Figura 20. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de arcilla 1



La temperatura máxima obtenida para la prueba sin susceptor, para el crisol 1, es de aproximadamente 170°C y para la prueba con susceptor es de 340°C. Se puede apreciar, en la figura 20, como el susceptor logra un incremento en la temperatura de la muestra en todos los intervalos medidos.

Figura 21. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de arcilla 2



En el crisol 2, la temperatura máxima alcanzada en la muestra usando susceptor es de 550 °C, temperatura que se acerca a la temperatura de tostación (figura 21). La temperatura en la muestra, al igual que para el crisol 1, es superior cuando se utiliza el susceptor. El fenómeno de disminución en la temperatura con el aumento del tiempo, figura 21, se le atribuye al exceso de trabajo del horno. El primer paso de la ya mencionada protección del horno contra las altas temperaturas, es la disminución en la potencia de trabajo, lo cual se refleja en estas disminuciones en la temperatura de la muestra.

Figura 22. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de carburo de silicio

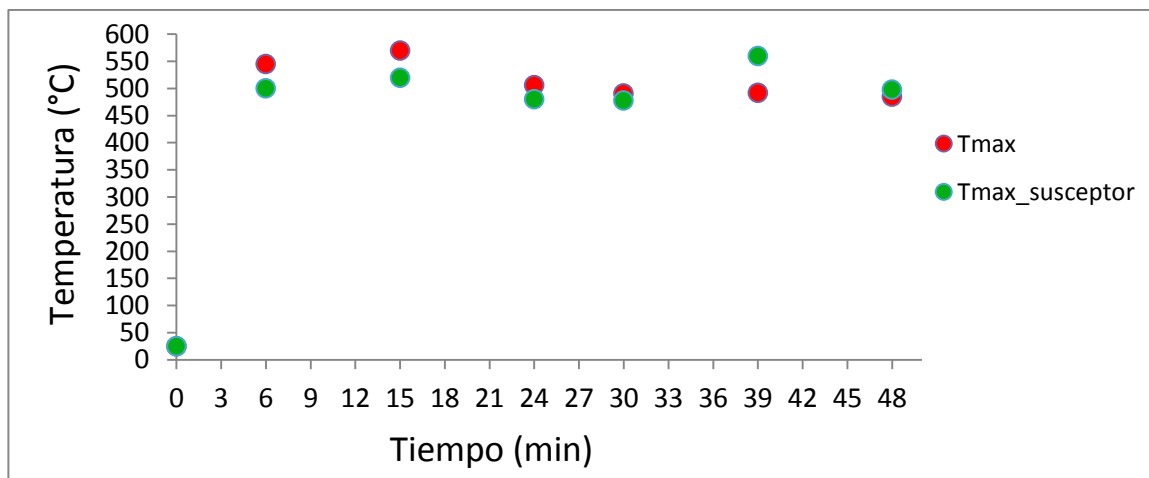
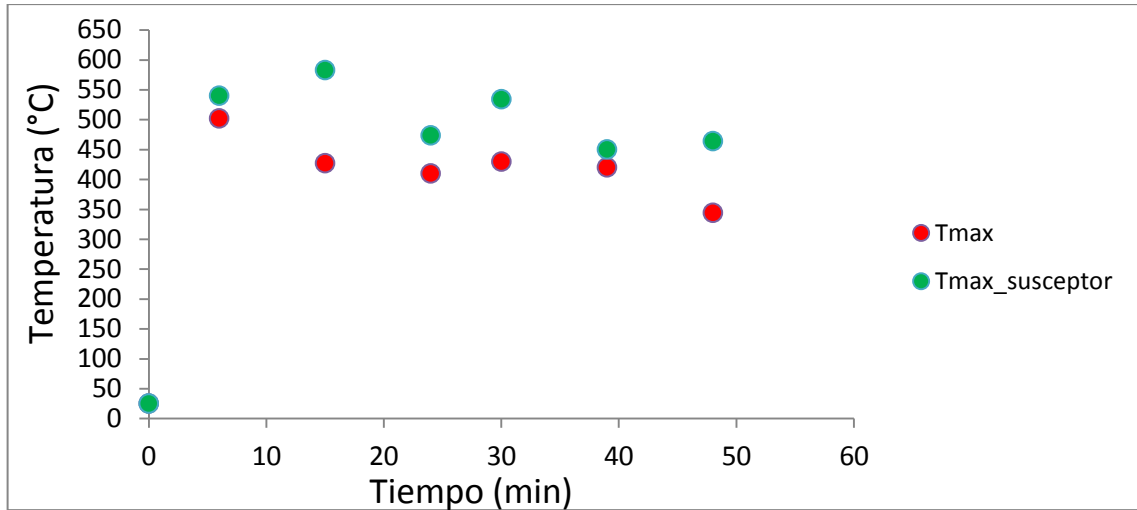


Figura 23. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para el crisol de grafito

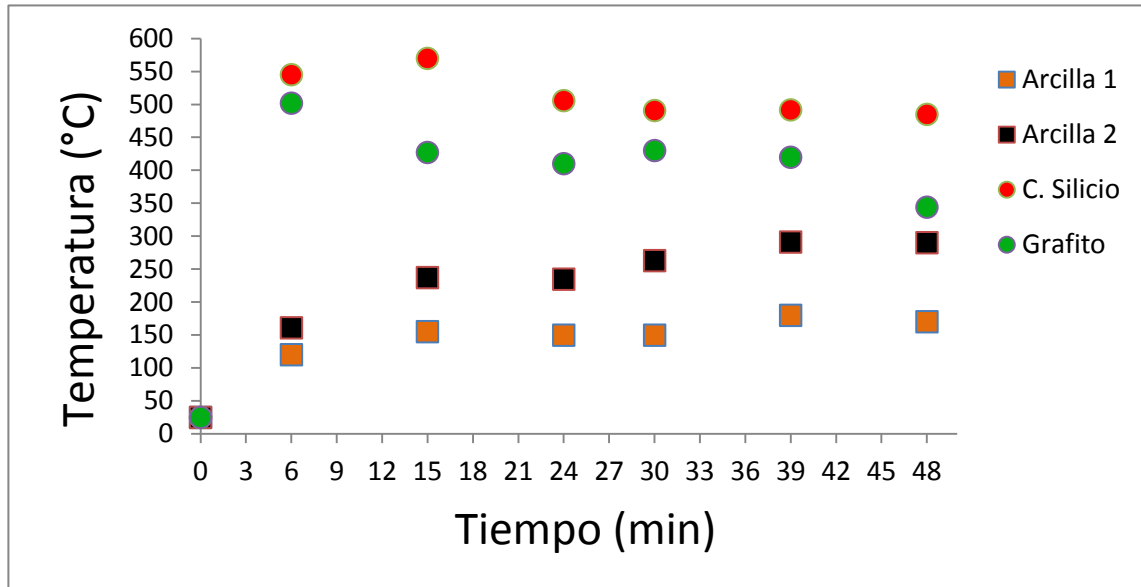


La temperatura medida en la muestra para los crisoles de carburo de silicio (figura 22) y de grafito (figura 23) arroja valores muy similares, tanto para las pruebas usando susceptor, como para las pruebas en la que no se usó. Esto muestra que el efecto en la temperatura debido al susceptor es apreciable en crisoles de arcilla, los cuales no se consideran buenos absorbiendo las microondas. También es de considerar el aumento en la temperatura de la muestra, cercana a la temperatura de tostación en el proceso tradicional.

8.2 COMPARACIÓN DE TEMPERATURA ENTRE CRISOLES

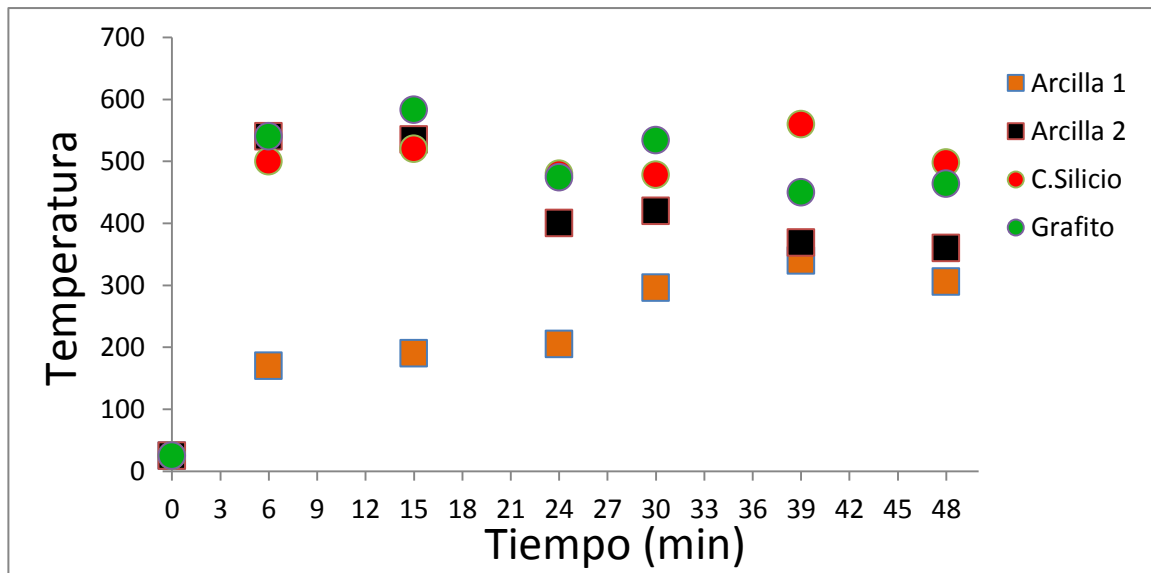
En esta sección se presenta una comparación de la temperatura obtenida en la muestra para cada crisol, usando o no, susceptor. La figura 24, presenta temperaturas superiores en los crisoles de carburo de silicio y grafito, comparadas con las temperaturas alcanzadas usando los crisoles de arcilla, sin ayuda del susceptor. Esto muestra la importancia de la interacción de las microondas con el crisol utilizado, es decir, las propiedades dieléctricas del porta muestras aportan un efecto positivo en la obtención de temperaturas elevadas, siempre y cuando sea absorbente.

Figura 24. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para las pruebas sin susceptor en los 4 crisoles



En la figura 25 se pueden apreciar las temperaturas con susceptor, y la ratificación del efecto del susceptor en los crisoles de arcilla.

Figura 25. Tiempo vs temperatura medida en la muestra para las pruebas con susceptor en los 4 crisoles



8.3 MEDICIÓN DE POTENCIA

Otra de las ventajas que presenta el horno microondas con respecto a la mufla, es el ahorro en el consumo de potencia. Para confirmar este hecho, se utiliza el analizador de redes y calidad de potencia PowerVisa (figura 26), con el cual, se realizaron mediciones de potencia activa y energía consumida en la mufla y en el horno microondas. Los resultados obtenidos, se presentan en la tabla 9:

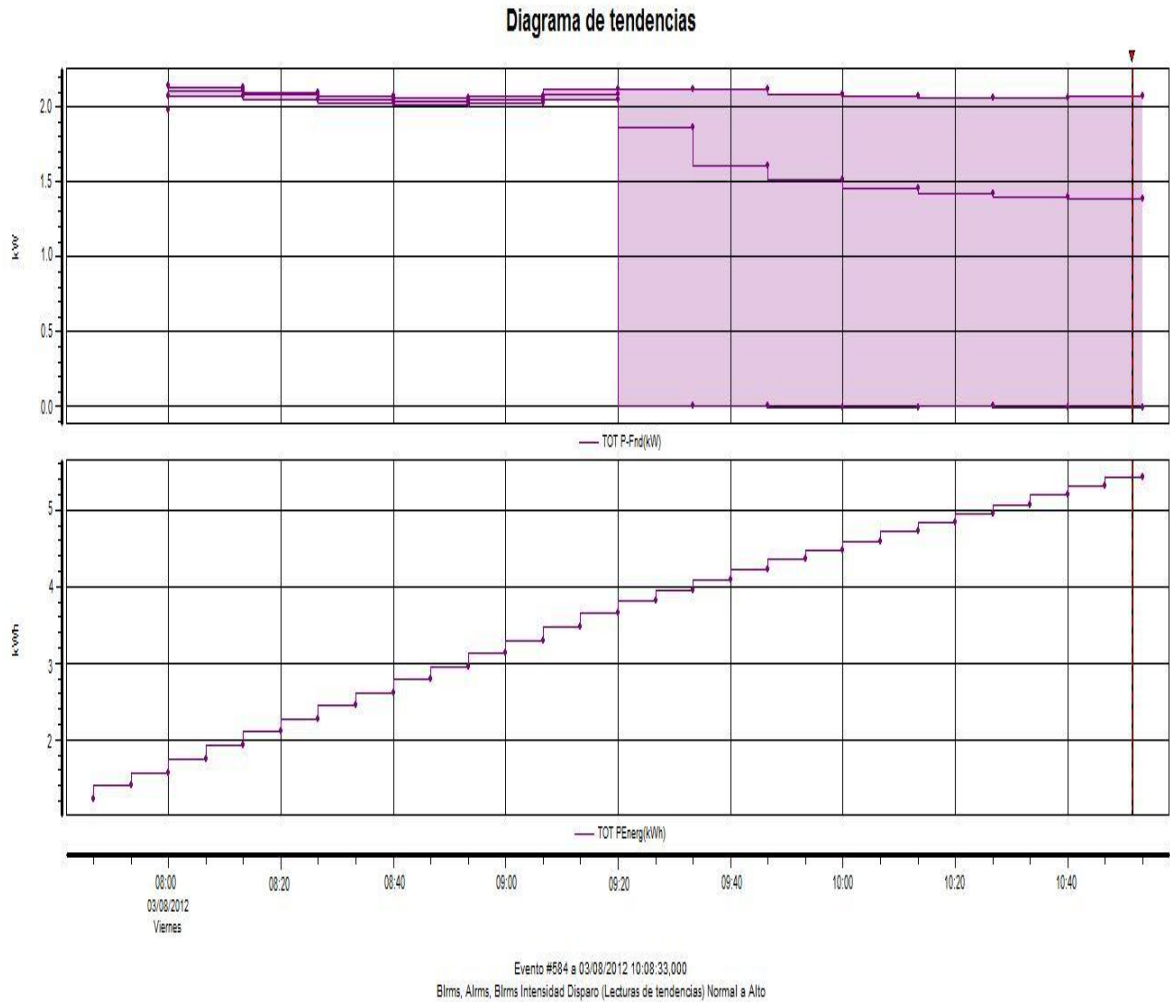
Tabla 9. Medición de potencia y energía para la mufla y el horno de microondas

	Potencia Activa (kW)	Consumo de Energía (kWh)
Mufla	2.1	5.2
Microondas	1.3	1

Figura 26 Analizador de calidad de potencia PowerVisa



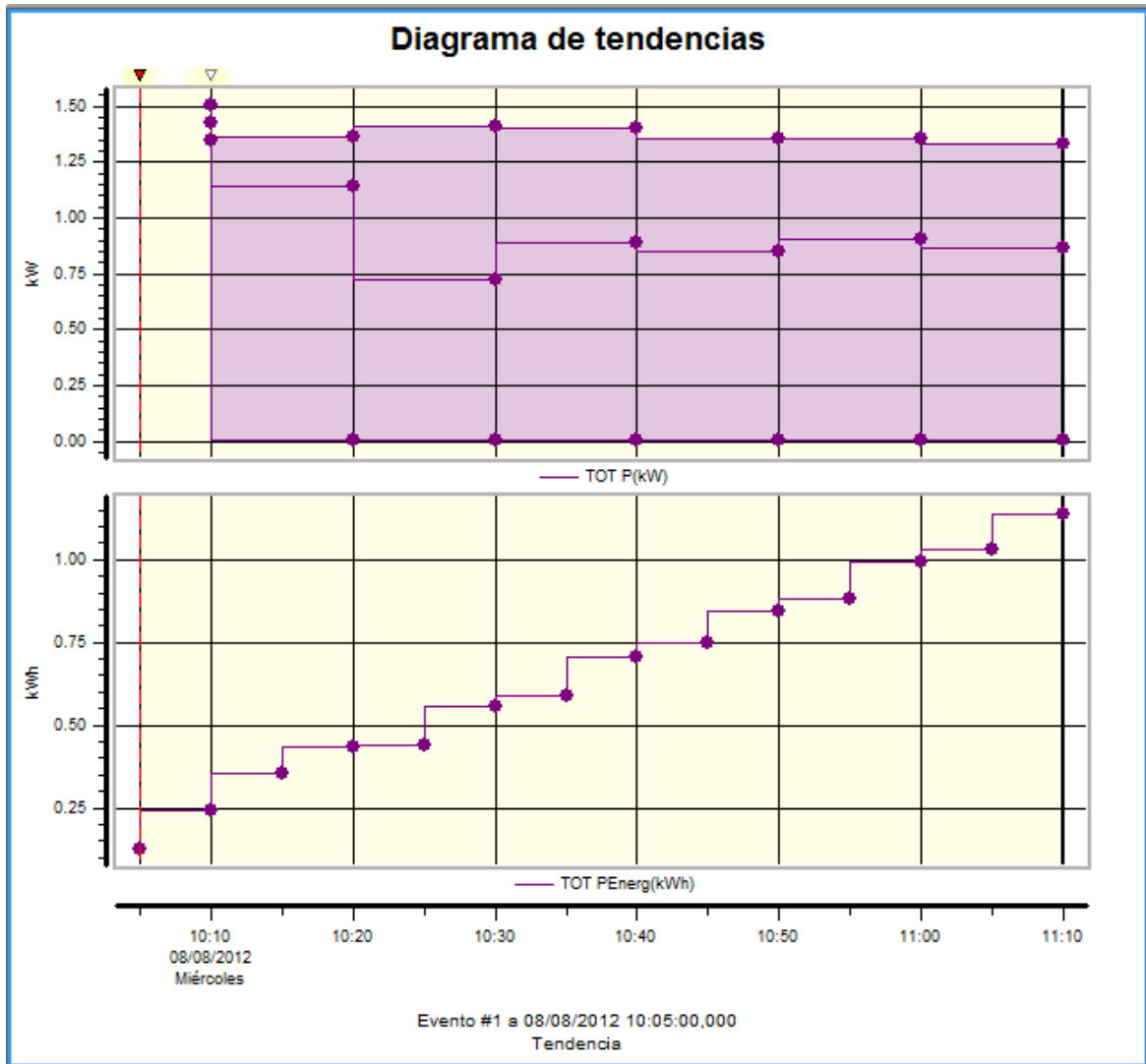
Figura 27. Potencia Activa y Consumo de Energía en la Mufla



Los resultados representan un ahorro energético con el microondas de un 88.08% y del 38.1% en potencia activa.

La figura 27 y la figura 28, son los gráficos entregados por el analizador de redes durante el proceso de tostación en ambos hornos.

Figura 28. Potencia activa y consumo de energía del horno microondas



Con estos resultados, la tostación con microondas, resulta ser un proceso bastante viable, en cuanto a términos de consumo de energía se trata.

8.4 RESULTADOS DISEÑO DE EXPERIMENTOS

La cantidad de oro recuperado de las 48 pruebas sobre la muestra se presenta en la tabla 10 y el porcentaje con respecto a la recuperación tradicional en la tabla 11. Se debe tener en cuenta, que el análisis de ensayo al fuego tradicional, sobre esta misma muestra, dejó como resultado, 46 gramos por tonelada.

Tabla 10. Resultados de concentración de oro en gramos por tonelada

TIEMPO (min)	SUSCEPTOR							
	NO				SI			
	CRISOL							
	1	2	3	4	1	2	3	4
24	1	0	17	24.7	9.3	50	20.7	4.3
	2.3	0.7	22.3	30.1	10.4	45	19.7	12.3
	1.9	0.9	20.3	28.1	8.3	40	18.6	7.8
36	6.7	0.7	20	52	39.3	54.7	36.3	20
	7	1	23.4	40	38.2	47.2	36.7	18.7
	5.3	1.1	23.4	45.1	35.1	43.3	34.3	19.3

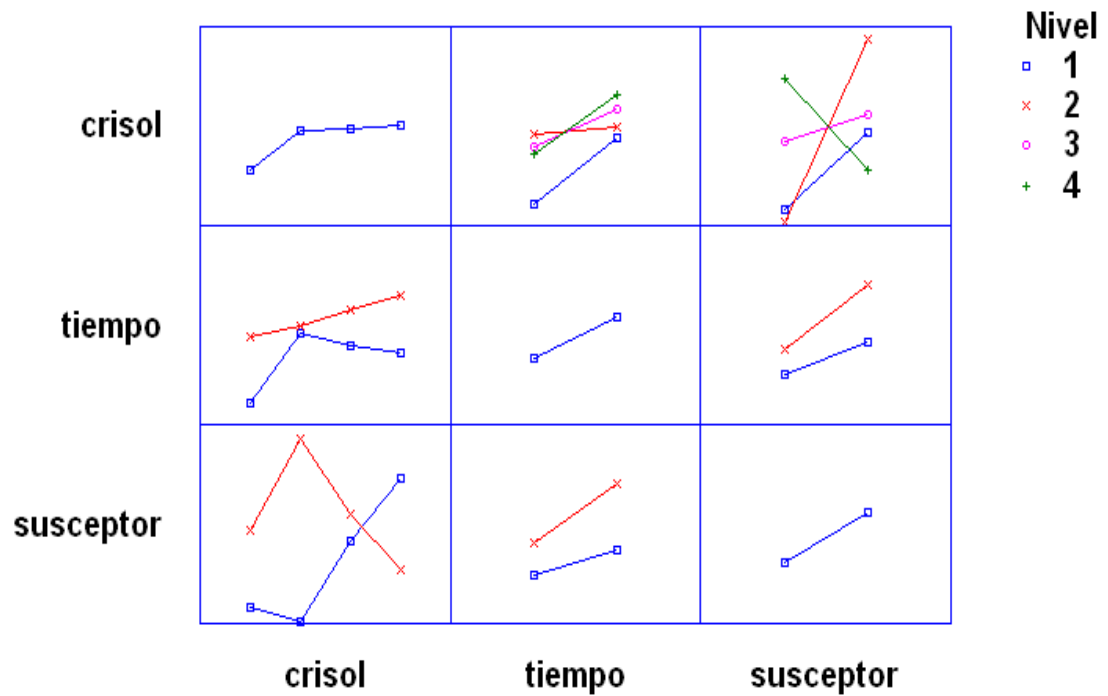
Tabla 11. Porcentajes de concentración de oro con respecto a la concentración obtenida de forma tradicional

TIEMPO (min)	SUSCEPTOR							
	NO				SI			
	CRISOL							
	1	2	3	4	1	2	3	4
24	2.17	0	36.95	53.60	20.28	108.69	44.91	9.41
	5	1.52	48.48	65.54	22.69	97.82	42.73	26.84
	4.02	2.02	44.17	61.19	18.04	86.95	40.43	17.02
36	14.47	1.43	43.47	113.04	85.5	118.82	78.97	43.47
	15.21	2.17	50.91	86.95	83.10	103.6	79.69	40.65
	11.46	2.41	50.86	98.04	76.41	94.06	74.63	41.97

Estos resultados se obtuvieron de realizar todas las tostaciones en el microondas, y el resto de las etapas de manera tradicional, con el fin de verificar el efecto y la eficiencia de las microondas en el proceso.

El análisis de datos, se realizó con el software statgraphics, y sus resultados se presentan en las siguientes figuras.

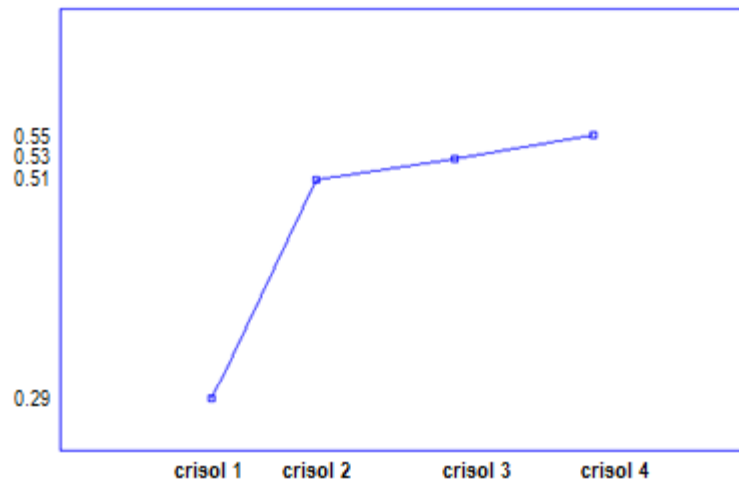
Figura 29. Efecto de los factores en la concentración de oro obtenida



La figura 29, muestra las tres variables del experimento con el efecto que tienen sobre el proceso, y las interacciones entre ellos. Las graficas azules de la diagonal principal del arreglo, representan el efecto de cada factor en la recuperación de oro.

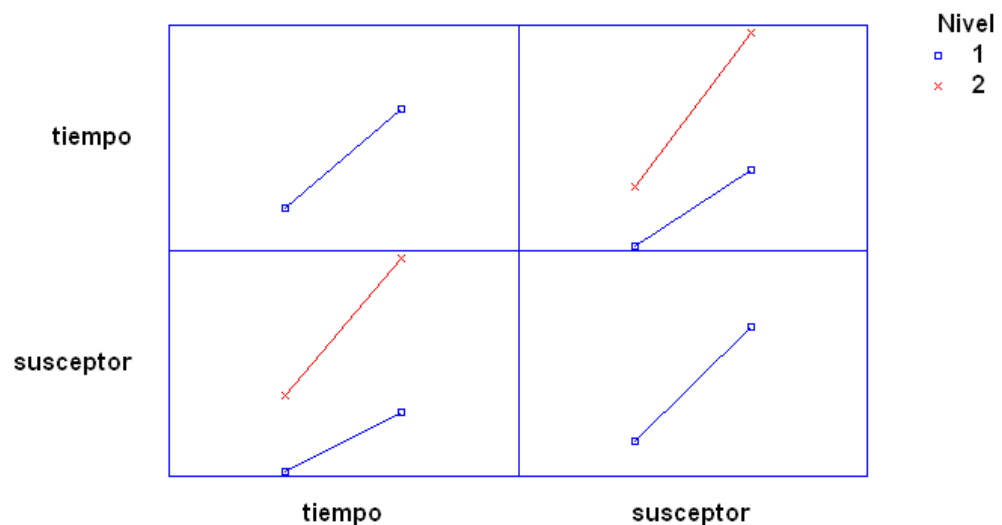
Por ejemplo, los puntos azules de la figura 30, representan los diferentes crisoles, numerándolos de izquierda a derecha como crisol 1, crisol 2, crisol 3 y crisol 4, siendo el crisol 1 el que presenta el efecto más bajo en la recuperación de oro.

Figura 30. Efecto de los crisoles (un solo factor) en la concentración de oro obtenida



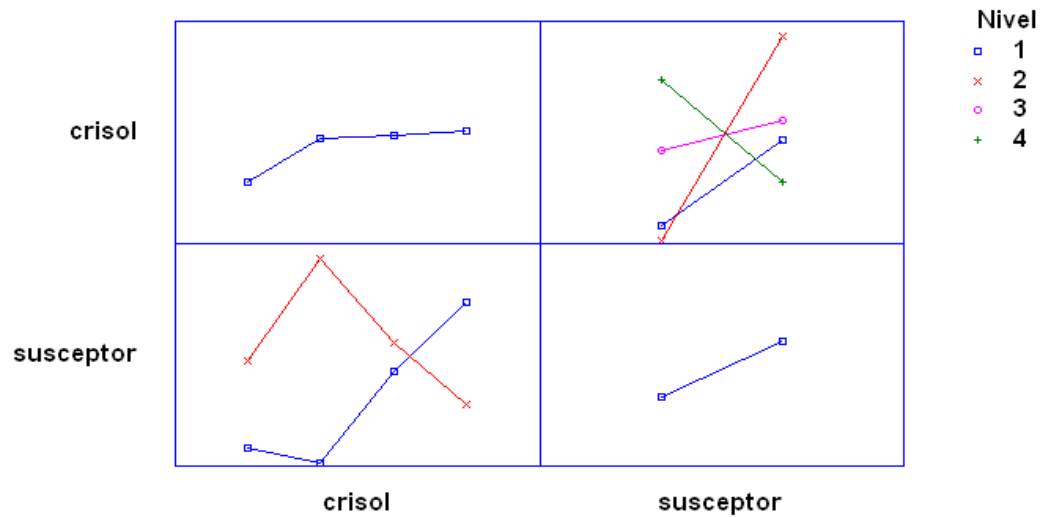
En la figura 31 se tiene la relación de la cantidad de oro recuperado en función del tiempo y el susceptor. Se aprecia, que en los niveles altos de estos factores, es mayor la extracción del metal precioso (líneas azules). Cuando hay interacción de los dos factores (líneas rojas), se tiene un incremento en la cantidad recuperada de oro.

Figura 31. Efecto del Tiempo y el susceptor en la concentración de oro obtenida



La interacción entre las variables crisol y susceptor, muestra como este último presenta un decremento en la cantidad extraída de oro, cuando se usa en el crisol de grafito (línea verde), figura 32.

Figura 32. Efecto del susceptor y el crisol en la en la concentración de oro obtenida



8.5 FUNDICIÓN

Como trabajo adicional, en esta sección, se presenta el proceso de fundición realizado en el horno microondas y algunos resultados.

Se tostaron 3 muestras, la primera corresponde a la tostación tradicional en la mufla, la segunda al crisol de carburo de silicio usando susceptor y la tercera al crisol de grafito sin susceptor, ambas en el microondas.

Para el ensayo de fundición, se utilizaron los fundentes correspondientes mencionados en la Tabla 2 y como porta muestras la cuchara de arcilla, y un ladrillo refractario para muflas. Las tres muestras, se mezclaron con los fundentes y posteriormente se expusieron durante 20 minutos a la radiación con microondas. Esto dejó como resultado, una fundición perfecta de las mezclas, figura 33.

Figura 33. Fundición usando microondas



Como se mencionó en la sección 2.3, el tiempo necesario en la mufla para fundición es de 4 horas, por tanto, el resultado de estas pruebas es bastante gratificante, porque representa un ahorro en tiempo del 91.7%, lo cual implica también, un ahorro en el consumo de energía.

Tabla 12. Resultados de la fundición con Microondas

Tostación	Cantidad de oro por tonelada (g)
Tradicional	43.7
Crisol Carburo de Silicio	36.7
Crisol Grafito	40

En la tabla 12, se presenta la cantidad de oro recuperado, en las fundiciones realizadas en el microondas, donde se puede observar que las cantidades recuperadas, son similares a las obtenidas en la fundición con horno convencional.

9. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. Se cumplieron los objetivos planteados en el plan de proyecto.
2. La tostación con microondas, realizada en el ensayo al fuego, presento ventajas con respecto al método tradicional, reduciendo el tiempo de esta etapa en un 71.7%, y un ahorro en el consumo de energía del 80.8%.
3. El proceso de fundición con microondas, presento un ahorro en tiempo de un 91.7% con respecto al proceso tradicional y cantidades de oro recuperadas cercanas a las obtenidas en el proceso tradicional.
4. El análisis de varianza realizado por el software, que resulta del diseño de experimentos, muestra que todas las variables influyeron significativamente en el proceso de tostación.
5. Los crisoles de carburo de silicio y de grafito, facilitan un calentamiento mas uniforme sobre la muestra en comparación, con los convencionales crisoles de arcilla, lo cual favoreció el proceso de tostación.
6. El uso del susceptor, carburo de silicio granulado, aumentó la temperatura hasta en un 50% en los crisoles de arcilla, pero en los crisoles de grafito y carburo de silicio, no tuvo una influencia significativa. El crisol de grafito presento reducción en la concentración de oro obtenida al agregársele susceptor.
7. El control de la temperatura en la mufla, ayuda a que la muestra no se sinterice. En las simulaciones, se puede apreciar como la temperatura en los crisoles aumenta aproximadamente 100°C en un minuto, esto limita el tiempo de

exposición a las microondas luego de alcanzar la temperatura de tostación, para evitar la sinterización del mineral que ocurre cerca de los 850°C.

8. Se recomienda realizar un estudio económico en cuanto a costos en el proceso, teniendo en cuenta los costos de los crisoles, el susceptor, y que el resultado máximo de concentración en este ensayo, fue de 54,7 gramos por tonelada.
9. Se recomienda realizar un estudio estadístico con tostaciones simultáneas en el microondas, teniendo en cuenta que en la mufla, se pueden realizar 4 en paralelo.
10. Se recomienda, realizar un estudio más detallado sobre esta etapa del proceso, y verificar la viabilidad de reemplazar los hornos convencionales resistivos por hornos microondas.
11. Se recomienda un análisis de rayos x en las muestras, después de la tostación, para descartar posibles reacciones entre el grafito y el carburo de silicio que puedan afectar la extracción.
12. Se recomienda diseñar e implementar un sistema de control de temperatura para el horno microondas, para lograr de esta manera que la muestra esté expuesta durante un periodo más largo de tiempo a temperaturas entre los 750°C y 850°C.

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] S. E. B. Sepulveda, “Reutilización de pavimento asfáltico utilizando microondas para su acomodamiento.” Trabajo de grado, Universidad Industrial de Santander, 1997.
- [2] F. G. Ortiz Silva and Y. E. Rojas Gonzalez, “Diseño y construcción de un equipo para tratamiento térmico de muestras de pavimento con microondas,” Trabajo de grado, Universidad Industrial de Santander, 2003.
- [3] C. Cárdenas, R. Restrepo, J. García-sucerquia, J. Marin, and C. García, “Las microondas como una alternativa para el secado de materiales cerámicos tradicionales,” *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, vol. 1, no. 1, pp. 427–432, 2009.
- [4] A. Díaz Morcillo, J. Monzó Cabrera, E. Domínguez Tortajada, and M. E. Requena Pérez, “Principios fundamentales y aplicaciones del calentamiento por microondas,” *Telecoforum*, pp. 1–3, 2004.
- [5] T. Argüelles, R. C. Barth, J. A. Barth, R. E. Callaba, E. A. Bobadilla, and G. Berger, “Estudio de secado de probetas de madera de *Pinus taeda* mediante el uso de horno de microondas,” pp. 1–7.
- [6] F.-K. Liu, Y.-C. Chang, F.-H. Ko, and T.-C. Chu, “Microwave rapid heating for the synthesis of gold nanorods,” *Materials Letters*, vol. 58, no. 3–4, pp. 373–377, Jan. 2004.
- [7] M. Al-Harashseh and S. W. Kingman, “Microwave-assisted leaching—a review,” *Hydrometallurgy*, vol. 73, no. 3–4, pp. 189–203, Jun. 2004.
- [8] A. C. Gaviria, J. González, and H. F. Mora, “Tostación, empleando microondas, en menas refractarias auríferas y su efecto en la extracción de oro,” *Dyna*, vol. 73, no. 150, pp. 29–37, 2006.
- [9] L. Gómez, M. Soledad, and S. Vidal Arcos, “Correlación de determinación de humedad de suelos por medio de secado en horno y en microondas,” *Redalyc*, vol. 6, no. 1, pp. 28–34, 2007.
- [10] Y. Fernandez Diez, “Tratamientos térmicos asistidos con microondas en procesos de valoración energética,” Universidad de Oviedo, España, 2010.
- [11] M. E. Jiménez, M. del R. Aguilar, M. de la L. Zambrano, and E. Kolar, “Propiedades físicas y químicas del aceite de aguacate obtenido de puré deshidratado por

- microondas,” *Journal of the Mexican Chemical Society*, vol. 45, no. 002, pp. 89–92, 2001.
- [12] J. Aguilar and J. Rodríguez, “Producción del carburo de silicio utilizando microondas como fuente de energía.”
- [13] M. Vollmer, “Physics of the microwave oven,” *Physics Education*, vol. 39, no. 1, pp. 74–81, Jan. 2004.
- [14] O. Gualdrón and R. Correa, “Las Microondas en la Industria.pdf,” *Energía y Computación*, vol. VIII, no. 1, pp. 20–27, 1999.
- [15] Roberto Nivon Delgado, “Tratamientos hidrotermicos asistidos con microondas para desinfección de mangos variedad ‘Tommy Atkins’, Universidad de las Americas, Puebla.” Universidad de las Americas Puebla, 2009.
- [16] R. Meredith, *Engineers’ Handbook of Industrial Microwave Heating.pdf*. The institution of Electrical Engineers, London UK, 1998, pp. 1–359.
- [17] R. Correa, F. Ortiz, and R. Cruz, “Medición en línea de la temperatura de una muestra en una cavidad de microondas,” *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, no. 53, pp. 123–133, 2010.
- [18] J. M. Osepchuk, “A history of microwave,” *IEEE*, vol. MTT-32, no. 9, pp. 1200–1223, 1984.
- [19] D. C. Montgomery and G. C. Runger, *Applied Statistics and Probability for Engineers Third Edition*. 2003, pp. 505–564.
- [20] J. H. Coronado, M. a. Encinas, J. C. Leyva, J. L. Valenzuela, a. Valenzuela, and G. T. Munive, “Tostación de un concentrado refractario de oro y plata,” *Revista de Metalurgia*, vol. 48, no. 3, pp. 165–174, Jul. 2012.
- [21] M. J. Rivas Martínez, J. R. Ganzer, and M. L. Cosme Huertas, *Aplicaciones actuales y futuras de los nanotubos de carbono*. 2007, pp. 1–170.
- [22] F. Vargas, E. López, D. López, J. Areiza, and M. Monsalve, “Fabricación de tubos de carburo de silicio para uso como cuerpo radiante en hornos y sistemas de calentamiento,” *Dyna*, pp. 233–242, 2009.
- [23] J. M. Criado, M. J. Diánez, and L. A. Pérez Maqueda, “Modificación de un horno doméstico de microondas para el tratamiento de materiales a alta temperatura bajo atmósfera controlada,” Centro Mixto Universidad de Sevilla, 2008.