



Universidad Nacional  
**SAN LUIS GONZAGA**



## **Reconocimiento-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional**

Esta licencia permite a otras combinar, retocar, y crear a partir de su obra de forma no comercial, siempre y cuando den crédito y licencia a nuevas creaciones bajo los mismos términos.

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0>



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**  
**UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA**  
**EVALUACIÓN DE ORIGINALIDAD**

**CONSTANCIA**

El que subscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud al documento cuyo título es: **INFLUENCIA DE LA PRESIÓN Y TEMPERATURA EN LA EFICIENCIA DE LA LIXIVIACIÓN DE LA GALENA EMPLEANDO ÁCIDO NÍTRICO**

Presentado por: **CHACALTANA ORMEÑO, DAYANNE IBETH**

Autor del Proyecto de Tesis del nivel de **PREGRADO** de la Facultad de **INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**. El Resultado obtenido es 12% (PORCENTAJE DE SIMILITUD) por lo cual, se otorga el calificativo de: **APROBADO**, según Reglamento de Evaluación de la Originalidad.

Se adjunta al presente el reporte de evaluación con el software de verificación de originalidad.

Observaciones:

El porcentaje de similitud es menor del 20%, establecido como máximo por Reglamento de Evaluación de originalidad.

Ica, 14 de junio de 2024

UNIVERSIDAD NACIONAL "SAN LUIS GONZAGA"  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA  
LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN



Dra. ROSA L. GALINDO PASACHE  
DIRECTORA (e)

**UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUÍS GONZAGA”  
FACULTAD DE INGENIERÍA DE QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**



Tesis:

**INFLUENCIA DE LA PRESIÓN Y TEMPERATURA EN LA  
EFICIENCIA DE LA LIXIVIACIÓN DE LA GALENA  
EMPLEANDO ÁCIDO NÍTRICO**

**LÍNEA DE INVESTIGACIÓN: CIENCIAS  
NATURALES, INGENIERÍA Y TECNOLOGÍAS  
SOSTENIBLES**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE  
INGENIERO QUÍMICO

**AUTORA:** CHACALTANA ORMEÑO, Dayanne Ibeth

**ASESOR:** Ing. ESPINOZA LA ROSA, Jorge

ICA – PERÚ  
2024

## **DEDICATORIA**

En primer lugar, a Dios por darme la fortaleza y sabiduría todos estos años de estudio, por guiar mis pasos, por hacerme mejor persona.

A mis padres, a mi madre Dixie por haberme apoyado incondicionalmente de todas las maneras posibles, por estar conmigo haciendo también posible que llegue hasta aquí. A mi padre Luis, que siempre estuvo conmigo y pendiente en todo mi proceso universitario, sé que desde el cielo esta feliz y orgulloso de mí.

A mis abuelos, por todo su amor, sus enseñanzas y apoyo incondicional, son como mis padres.

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a todas las personas que con el transcurso del tiempo han sumado algo en mí, a las personas que estuvieron para mí en esta etapa de una u otra manera. A las personas que me brindan cariño incondicionalmente.

Principalmente agradezco a mis padres, por brindarme todo el apoyo, por procurar que nunca me falte nada, por hacer ameno todo el proceso universitario. A mis abuelos por el apoyo desde el momento uno, por el amor y la paciencia.

Al Decano de la Facultad, por su apoyo en todo este proceso, por su orientación y paciencia.

A cada uno de los docentes, por brindarme sus conocimientos y su dedicación en el trabajo.

## INDICE DE CONTENIDOS

	<b>Pág.</b>
PORTADA .....	1
DEDICATORIA .....	2
AGRADECIMIENTO .....	3
ÍNDICE DE CONTENIDOS .....	4
ÍNDICE DE TABLAS .....	5
ÍNDICE DE FIGURAS .....	6
RESUMEN .....	7
ABSTRACT .....	8
I. INTRODUCCIÓN .....	9
II. ESTRATEGIA METODOLOGICA .....	12
2.1. Antecedentes .....	12
2.2. Marco teórico .....	13
2.3. Marco conceptual .....	24
2.4. Estrategia metodológica .....	25
2.5. Desarrollo experimental .....	26
III. RESULTADOS .....	31
IV. DISCUSIÓN .....	51
V. CONCLUSIONES .....	52
VI. RECOMENDACIONES .....	53
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	54
VIII. ANEXOS .....	55

## INDICE DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 2.1. Datos de los tamices empleado, según la escala Tyler .....	27
Tabla 3.1. Composición Mineralógica de la muestra .....	31
Tabla 3.2. Resultados de análisis químico cualitativo de la muestra .....	32
Tabla 3.3. Análisis químico cuantitativo de la muestra .....	33
Tabla 3.4. Concentración de ácido nítrico 6% vs granulometría del mineral .....	34
Tabla 3.5. Concentración de ácido nítrico 8% vs granulometría del mineral .....	35
Tabla 3.6. Concentración de ácido nítrico 10% vs granulometría del mineral .....	36
Tabla 3.7. Concentración de ácido nítrico 12% vs granulometría del mineral .....	37
Tabla 3.8. Concentración de ácido nítrico 14% vs granulometría del mineral .....	38
Tabla 3.9. Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 230 .....	39
Tabla 3.10. Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 270 .....	40
Tabla 3.11. Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 325 .....	41
Tabla 3.12. Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 400 .....	42
Tabla 3.13. Velocidad de agitación en función al tiempo de 30 minutos .....	43
Tabla 3.14. Velocidad de agitación en función al tiempo de 60 minutos .....	44
Tabla 3.15. Velocidad de agitación en función al tiempo de 90 minutos .....	45
Tabla 3.16. Temperatura de lixiviación en un tiempo de 30 minutos .....	46
Tabla 3.17. Temperatura de lixiviación en un tiempo de 60 minutos .....	47
Tabla 3.18. Efecto de la presión y la temperatura (30°C) en la lixiviación .....	48
Tabla 3.19. Efecto de la presión y la temperatura (40°C) en la lixiviación .....	49
Tabla 3.20. Condiciones óptimas para la lixiviación de la galena con HNO <sub>3</sub> .....	50

## INDICE DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 2.1. Esquema de la lixiviación del mineral oxidado .....	14
Figura 2.2. Esquema de la lixiviación física (café pasado) .....	15
Figura 2.3. Lixiviación en pila de minerales oxidados de cobre .....	16
Figura 2.4. Muestra del mineral galena .....	18
Figura 2.5. Galena asociado al cuarzo .....	19
Figura 2.6. Galena argentífera .....	19
Figura 2.7. Galena mostrando su superficie plana exfoliable .....	20
Figura 2.8. Fórmula desarrollada del ácido nítrico .....	22
Figura 2.9. Ácido nítrico con alta concentración de NO <sub>2</sub> .....	22
Figura 2.10. Frasco de ácido nítrico al 65% de concentración .....	23

## RESUMEN

La presente investigación titulada **“INFLUENCIA DE LA PRESIÓN Y TEMPERATURA EN LA EFICIENCIA DE LA LIXIVIACIÓN DE LA GALENA EMPLEANDO ÁCIDO NÍTRICO”**, es una investigación que por su tipo es aplicada, por su nivel explicativo y por su diseño experimental, cuyo objetivo es determinar la influencia del ácido nítrico en la lixiviación de la galena, para refrendar la hipótesis se hicieron pruebas experimentales en las cuales en primer lugar se establecieron los parámetros de la lixiviación como la granulometría del mineral, la temperatura de operación, el tiempo de residencia, la concentración del ácido nítrico. Para todos estos parámetros se diseñaron las experiencias demostrativas que permitieron ir recabando la información necesaria para fundamentar el trabajo de investigación. Se determinó que la concentración adecuada del ácido nítrico es de 14%, la temperatura de trabajo que permite una lixiviación rápida y eficiente es de 40°C cuando la presión del sistema es de 820 mm de Hg. Se trabajo con un mineral de granulometría malla # 400 condiciones que permitieron realizar la lixiviación en un tiempo de 60 minutos.

**PALABRAS CLAVES:** Ácido Nítrico, lixiviación, galena.

## **ABSTRACT**

The present research entitled “INFLUENCE OF PRESSURE AND TEMPERATURE ON THE EFFICIENCY OF GALENA LEACHING USING NITRIC ACID”, is a research that, due to its type, is applied, due to its explanatory level and due to its experimental design, whose objective is to determine the Influence of nitric acid on the leaching of galena. To confirm the hypothesis, experimental tests were carried out in which the leaching parameters were first established, such as the granulometry of the mineral, the operating temperature, the residence time, the concentration of nitric acid. For all these parameters, the demonstration experiences were designed that allowed the necessary information to be collected to base the research work. It was determined that the appropriate concentration of nitric acid is 14%, the working temperature that allows rapid and efficient leaching is 40°C when the system pressure is 820 mm Hg. We worked with a mineral with a # 400 mesh granulometry, conditions that allowed leaching to be carried out in a time of 60 minutes.

**KEYWORDS:** Nitric acid, leaching, galena.

## I. INTRODUCCIÓN

La galena es el sulfuro de plomo, mineral de color gris plúmbeo que en ciertas oportunidades presenta colores azulados y opacos que presenta un brillo metálico y una raya gris o negra. Considerando la escala de Mohs la dureza de la galena es de 2,5 y tiene un plano de exfoliación excelente y fácil de acuerdo con las caras (planos) del cubo. Se considera que es compuesto de densidad muy elevada ya que alcanza los 7,4 g/mL. Se encuentra conformando cristales, de hábito cúbico y octaédrico, o combinación de ambos. A veces se presenta conformando masas exfoliables, granulares, a veces plumosas, que conforme pasa el tiempo se van transformando en anglesita y cerusita. El primero es un sulfuro y el segundo un carbonato.

En la industria metalúrgica se ha establecido que los sulfuros metálicos deben de ser sometidos a flotación (ya que son insolubles en el ácido sulfúrico) para recuperar los metales a partir de un concentrado, a este grupo de minerales pertenece la galena la cual es sometida a flotación para recuperar el plomo, sin embargo los sulfuros bajo condiciones específicas pueden ser lixiviados empleando el ácido nítrico, el cual tiene capacidad para disolver o atacar a los sulfuros formando nitratos los mismos que son solubles en agua y pueden por tanto ser sometidos a lixiviación.

La lixiviación se define como una operación unitaria hidrometalurgia, que permite separar un componente de los minerales mediante la disolución en forma parcial o total de un sólido a fin de extraer ciertos compuestos metálicos que están presentes en el sólido. En este caso la lixiviación es química, es decir, se produce una reacción química entre el compuesto metálico que contiene el sólido y el reactivo lixivante. En ciertos casos la lixiviación necesita que el sólido sea previamente tratado mediante chancado y molienda para que las reacciones sean más rápidas y efectivas. El estudio de la lixiviación de la galena es la que se desarrolla en la presente tesis.

### **Situación problemática.**

Los sulfuros, compuestos químicos a los que pertenece la galena que es un sulfuro de plomo, químicamente son compuestos insolubles en ácido sulfúrico por tanto la lixiviación con este reactivo no se puede llevar a cabo, en cambio el ácido nítrico si ataca a los sulfuros para convertirlos en sales, concretamente en nitratos, los cuales son solubles en agua y por tanto se pueden separar y a partir de dichas soluciones recuperar el plomo. Sin embargo la reacción de los sulfuros con el ácido nítrico genera compuestos muy venenosos y contaminantes del medio ambiente, entre ellos la emisión de sulfuro de hidrógeno y el dióxido de nitrógeno, por lo que el proceso debe de llevarse en un sistema cerrado, en el cual indefectiblemente se eleva la presión y más aun cuando hay un incremento de temperatura dos parámetros que deben ser controlados para lograr un máximo de recuperación del plomo a partir de la galena empleando para ello el método

hidrometalúrgico de lixiviación ácida. Es preciso hacer los estudios experimentales correspondientes para establecer la presión a la cual se puede llevar el proceso sin elevar mucho la temperatura la cual si bien es cierto cataliza la reacción es la responsable de la generación masiva de gas que es altamente venenoso y que contamina el aire. Dicho de otra manera, el estudio no solo implica el estudio del proceso de lixiviación con ácido nítrico, sino además el estudio ambiental.

#### **Problema general.**

¿La presión y la temperatura influyen en la eficiencia de la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico?

#### **Problemas específicos**

- ¿Cuál es la presión promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico?
- ¿Cuál es la temperatura promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico?
- ¿Qué relación cuantitativa existe entre la presión y la temperatura durante la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico?

#### **Objetivo General.**

Determinar la influencia de la presión y de la temperatura en la eficiencia de la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico.

#### **Objetivos específicos**

- Determinar la presión promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico.
- Determinar la temperatura promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico.
- Determinar la relación cuantitativa que existe entre la presión y la temperatura durante la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico.

#### **Hipótesis general.**

La presión y la temperatura influyen directamente en la eficiencia de la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico.

#### **Hipótesis específicas**

- La presión promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico, es alta.
- La temperatura promedio que se requiere en la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico, es superior a 100°C.
- La relación cuantitativa que existe entre la presión y la temperatura durante la lixiviación de la galena empleando ácido nítrico, es directa.

**Variables:****Variable independiente:**

Presión y temperatura.

**Variable dependiente.**

Eficiencia de la lixiviación de la galena.

**Justificación e importancia.****Justificación teórica:**

Teóricamente la presente investigación se justifica porque aborda el estudio de la lixiviación de un sulfuro como la galena, bajo condiciones de alta temperatura y presión, en donde se analiza el efecto de cada uno de estos parámetros en la eficiencia de la lixiviación.

**Justificación metodológica:**

Esta investigación se justifica desde el punto de vista metodológico porque se desarrolla métodos operativos experimentales que permitirán evaluar parámetros que luego se emplearán en la industria.

**Justificación social:**

Se justifica porque busca que mejorar las técnicas de recuperación del plomo de tal manera que se evita la contaminación lo cual protege la salud de los trabajadores y la población.

**Justificación práctica:**

Se justifica porque permitirá un trabajo metódico, planificado de las muestras con el fin de lograr mejores resultados.

## II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

### 2.1. Antecedentes.

#### A nivel internacional:

J. Paz [1] en su tesis sobre la lixiviación empleando alta temperatura y presión, plantea la necesidad de emplear un reactor autoclave para evitar la contaminación del medio ambiente y evitar el peligro para la salud a la que pueden estar expuesto el personal laboral de la planta. En la tesis también se plantea la dosificación de oxígeno gaseoso al reactor a fin de aumentar la presión y la dispersión del material reactante. Se aplicó en las pruebas experimentales una temperatura de 130°C con el fin de hacer mucho más veloz el proceso y lograr la máxima transformación del mineral, el cual ingresa al reactor pulverizado a malla #150, esto se ha hecho con el fin de darle una mayor movilidad al mineral y pueda este reaccionar mucho más rápido con el ácido nítrico en solución. Las pruebas experimentales han establecido que cuando se aumenta la concentración del ácido, aumenta la recuperación del plomo, tan igual cuando se aumenta la velocidad de agitación y la temperatura de trabajo.

M. García [2] en su tesis sobre recuperación del plomo a partir de la galena plantea el empleo de del ácido acético como lixivante, el cual es un ácido orgánico débil que no se ioniza totalmente en la solución por lo que se requiere el empleo de altas temperaturas para lograr una buena recuperación del metal, esta temperatura supera los 130°C. La investigación es de diseño experimental y de tipo aplicada, su finalidad era buscar una alternativa industrial en la cual se pueda recuperar el plomo por vía húmeda sin recurrir a la pirometalurgia. Durante el proceso experimental se evaluaron varios parámetros importantes: granulometría del mineral, la concentración del ácido la densidad de la pulpa y la temperatura. Según la autora con la aplicación de este método se logró una recuperación del 98% de plomo, cuando se trabajó con una concentración del ácido de 15% y a una velocidad de agitación 250 rpm, utilizando un mineral pulverizado hasta malla #100.

O. Hinojosa [3] en su estudio de tipo teórico y nivel descriptivo sintetiza los diversos estudios realizados en torno a la oxidación hidrometalúrgica considerando la temperatura y la presión como una forma de pretratamiento de los minerales sulfurosos a fin de disminuir la contaminación ambiental por los gases que se generan con este tipo de minerales durante los procesos pirometalúrgicos. En el estudio se considera el oxígeno, el cual es necesario para lograrla oxidación y separar el azufre del compuesto en presencia de un ácido que puede ser ácido clorhídrico, o ácido nítrico. En el artículo se revisan otros métodos empleados en

la oxidación de sulfuros, sus ventajas y desventajas, así como la química y la cinética química del proceso. Una de las conclusiones principales del trabajo es qué mediante este tratamiento previo, no solamente se oxida el sulfuro, sino que además de libera al mineral del azufre y otros componentes ajenos al plomo y que durante la lixiviación puede consumir una gran de reactivos.

#### **A nivel nacional:**

J. Alejo y Y. Canchan [4] En su tesis sobre lixiviación de sulfuros de cobre se propone el empleo de sulfato de hierro y cloruro de sodio en el proceso, a fin de lograr la sulfatación de los sulfuros y poder de esa manera emplear la lixiviación ácida con ácido nítrico, el proceso se lleva a cabo a alta temperatura a fin de activar la reacción y lograr los resultados esperados. La muestra empleada fue mineral sulfuro primario. El estudio busco que verificar si el proceso planteado experimentalmente se podía llevar a escala industrial. se centró en determinar si este sistema de lixiviación química podría aplicarse a escala industrial. Los ensayos a nivel laboratorio se llevaron a cabo en columna con una cantidad promedio de muestra igual a 50 kg, previamente se curó durante 15 días y la lixiviación en 15 días. Los resultados obtenidos por los investigadores fueron de 50.23%, a 32.9°C agregando 0.6 kg de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por tonelada de mineral, 0.525 kg de NaCl por tonelada de mineral y 0.5 kg de FeSO<sub>4</sub> por tonelada de mineral.

#### **A nivel local.**

No existe registro alguno sobre investigaciones relacionadas con el tema que se desarrolla en el presente proyecto en las Universidades locales.

## **2.2. Marco teórico.**

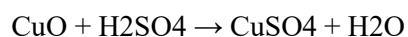
### **2.2.1. Lixiviación de minerales.**

#### **2.2.1.1. Concepto y tipos de lixiviación.**

La lixiviación o percolación se define como una operación unitaria, cuya finalidad es extraer uno o varios metales que tienen valor económico y que se encuentran conformando el sólido que puede ser un mineral conformando por varios compuestos químicos que se denominan especies mineralógicas, utilizando para ello un solvente, que generalmente es un reactivo químico con el cual reaccionan disolviéndose en el medio. puede ser un reactivo en el cual son solubles. Por la forma como se produce la transferencia de masa la lixiviación se conceptualiza como un método de extracción sólido-líquido, donde el solvente extrae una determinada sustancia que reacciona y se solubiliza en él y que conforma la estructura del sólido. Por el mecanismo de acción del reactivo de lixiviación, esta puede ser: lixiviación química y lixiviación física.

### Lixiviación química.

En la lixiviación química la extracción sólido-líquido se lleva a cabo con un reactivo químico, el cual interactúa con el componente del sólido convirtiéndolo en un compuesto químico soluble. Esta es la lixiviación típica que se produce en metalurgia, en las plantas hidrometalúrgica destinadas a la recuperación de metales mediante lixiviación. Un ejemplo de este tipo de lixiviación es la llamada lixiviación ácida de minerales oxidados de cobre en la cual se produce la siguiente reacción:



El ácido sulfúrico que se emplea como reactivo lixivante reacciona con un mineral oxidado de cobre, formando sulfato de cobre el cual se diluye y va concentrando en la solución acuosa. Los óxidos metálicos son solubles en ácido sulfúrico y en otros ácidos inorgánicos fuertes como el ácido nítrico y el ácido clorhídrico. Cabe mencionar que el ácido nítrico reacciona tanto con minerales oxidados como con minerales sulfurosos.

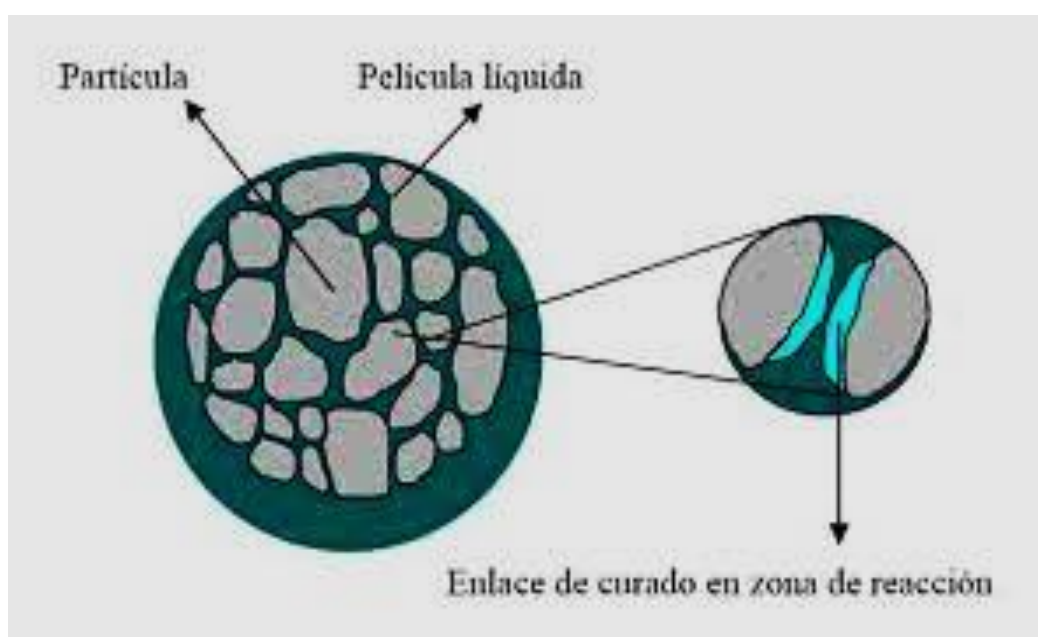


Fig. 2.1. Esquema de la lixiviación del mineral oxidado [3]

### Lixiviación física.

La lixiviación física se lleva a cabo con sustancias líquidas en las cuales son solubles alguna sustancia o varias de ellas que se encuentran conformando la estructura del sólido. En este caso tanto la sustancia lixivante como la sustancia a lixiviarse tienen las mismas propiedades, como por ejemplo ambas son sustancias polares o apolares, ambas son solubles en agua, etc. En la lixiviación física, terminada la extracción se puede recuperar el solvente para volverlo a utilizar si es

necesario. Los solventes más usados en la lixiviación física son: semilla de algodón, semilla de girasol, etc.

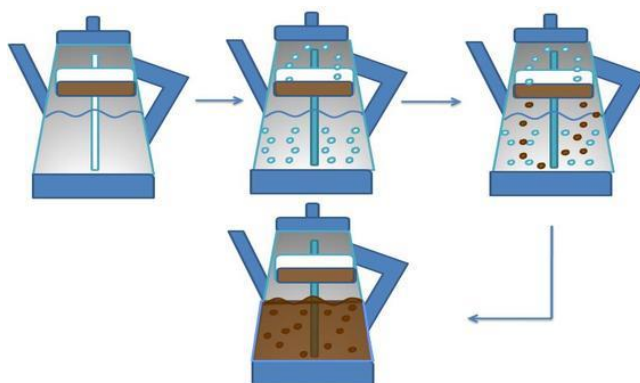


Fig. 2.2. Esquema de la lixiviación física (café pasado) [3]

### 2.2.1.2. Lixiviación de minerales de cobre.

Los cambios geológicos sucedidos hacen muchos miles de años en la corteza dieron origen a miles de compuestos inorgánicos que en su estructura contienen átomos de un determinado metal, es así que el cobre se combinó con otros elementos formando una gran variedad de sustancias químicas que de acuerdo con la profundidad en la que quedaron depositados se convirtieron en óxidos (minerales oxidados) si están a flor de tierra en contacto con el oxígeno del aire o minerales sulfurosos si se depositaron en zonas profundas donde no hay oxígeno. En la siguiente tabla (tabla 2.1) se muestra algunos minerales oxidados de cobre que tienen importancia comercial, de ellos la cuprita y la tenorita son las menas de mayor importancia en contenido de cobre.

Tabla 2.1

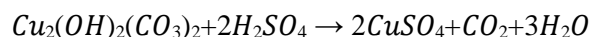
Minerales oxidados de cobre

Mineral	Fórmula	% Cu
Cobre nativo	$\text{Cu}^{\circ}$	100
Malaquita	$\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$	57.5
Azurita	$2\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$	55.3
Chalcantita	$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	25.5
Brochantita	$\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{Cu}(\text{OH})_2$	56.2
Antlerita	$\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{Cu}(\text{OH})_2$	53.7
Atacamita	$\text{CuOCuCl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	59.5
Crisocola	$\text{CuOSiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	36.2
Diaptasa	$\text{CuOSiO}_2(\text{OH})_2$	40.3
Neotocita	$(\text{Cu} - \text{Fe} - \text{Mn})\text{SiO}_3$	Variable
Cuprita	$\text{Cu}_2\text{O}$	88.8
Tenorita	$\text{CuO}$	79.9
Pitch/Limonita	$(\text{Fe} - \text{Cu})\text{O}_2$	Variable

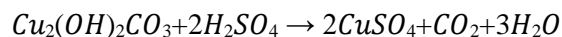
Fuente: Elaboración propia.

Los minerales oxidados de cobre son aquellos que contienen en mayor cantidad minerales cuyas especies mineralógicas contienen oxígeno en sus moléculas, entre ellos están, los óxidos, carbonatos, sulfatos, nitratos, fosfatos, etc.; ellos reaccionan (o son solubles) en ácido sulfúrico formando el sulfato de cobre pentahidratado. Algunos de estos minerales cuando reaccionan con el ácido sulfúrico lo hacen de acuerdo con las siguientes reacciones químicas:

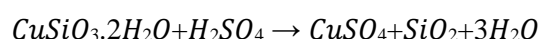
Azurita



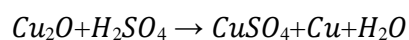
Malaquita



Crisocola



Cuprita



Observando estos compuestos, se llega a la conclusión que el mineral oxidado de cobre es una asociación de hidróxidos, carbonatos, silicatos, óxidos, todos ellos contienen oxígeno, y son solubles en ácido sulfúrico y todas las reacciones conllevan a la formación del sulfato de cobre.

Cuando se disuelven los minerales, se lleva a cabo una reacción química la cual se le indica que es una reacción de descomposición, en donde aquellos productos utilizados son solubles en agua. El mismo caso sucede cuando se emplea carbonatos, silicatos y sulfatos.

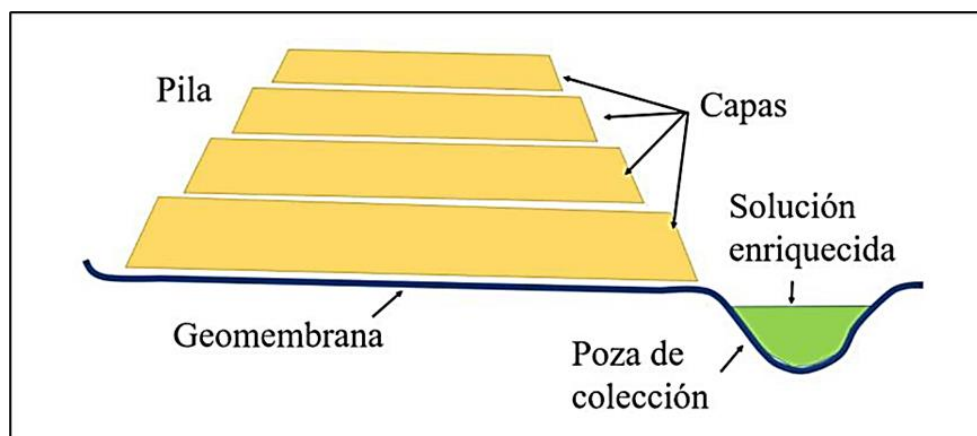


Fig.2.3. Lixiviación en pila de minerales oxidados de cobre [4]

### 2.2.1.3. Reactivos para la lixiviación.

La lixiviación de los minerales oxidados de cobre no solo con el ácido sulfúrico se puede realizar, existen lógicamente otros reactivos que tienen la capacidad de disolverlos, tal es el caso del ácido nítrico, el ácido clorhídrico, el cianuro de sodio, el hidróxido de sodio, etc. Con ellos la reacción de extracción es

más lenta o rápida, sin embargo, industrialmente se emplea generalmente ácido sulfúrico, debido a que este es más barato, y de fácil obtención en el mercado. La selección del reactivo que se va a emplear en la lixiviación depende de su disponibilidad, costo, estabilidad química, selectividad, facilidad de producir y regenerar, que permite la recuperación del cobre de la solución acuosa en forma económica. Estas características son inherentes al ácido sulfúrico.

Químicamente los reactivos que se pueden utilizar en un proceso de lixiviación de minerales oxidados son varios, entre ellos los más importantes y posibles de ser usados son los siguientes y están clasificados de la esta manera:

- a. Ácidos inorgánicos:
  - Ácido sulfúrico
  - Ácido clorhídrico
  - Ácido nítrico
- b. Bases:
  - Hidróxido de amonio.
  - Hidróxido de sodio
- c. Agentes oxidantes:
  - Sales de amonio
  - Cianuros
  - Carbonatos
  - Cloruros
- d. Agentes a complejantes:
  - Amoniac.
  - Sales de amonio.
  - Cianuros.
  - Carbonatos.
  - Cloruros.

El ácido sulfúrico que se emplea en la lixiviación de los minerales es de calidad técnica, lo que disminuye mucho su valor en el mercado ya que tiene muchas impurezas, aunque su concentración sigue siendo la misma: 98% con una densidad de 1,84 g/mL es un reactivo oxidante energético, con un punto de ebullición de 337°C. Con los metales activos reacciona formando el sulfato y desplazando hidrógeno, pero con los metales inactivos no reacciona a condiciones normales; así por ejemplo con el cobre no reacciona, para hacerlo requiere de calor y no desplaza hidrógeno:

#### 2.2.1.4. Galena.

El plomo en la naturaleza se encuentra en minerales que lo contienen, siendo el principal de ellos la Galena que es químicamente hablando el sulfuro de plomo cuya fórmula es  $PbS$ . La galena es un mineral primario, lo que quiere decir, que se ha formado a cierta profundidad donde no hay oxígeno y por tanto no sufren alteraciones. Sin embargo, los cambios geológicos a través del tiempo hacen que estos minerales afloren y tengan contacto con el oxígeno del aire produciéndose en ellos un proceso de oxidación dando origen a otros minerales llamados sulfuros secundarios como la anglesita o formando carbonatos de plomo como en el caso de la cerusita, estas son alteraciones naturales que se dan a través de cientos o miles de años en la corteza terrestre. En los yacimientos la galena como todo sulfuro primario se encuentra junto con otros minerales, entre los que predominan sulfuros de cobre, hierro y zinc, además de otros compuestos de metales como la plata y el bismuto; estos últimos influyen en la estructura y propiedades de la galena, si hay bismuto la escisión de la galena se es octaédrica y si contiene plata se escisión es escamoso y ligeramente torcidos.

Cuando se rompe (parte) un trozo de galena se puede observar en las superficies nuevas un brillo metálico intenso que se va poco a poco volviendo más opaco, debido a la oxidación del aire. Los cristales de galena son frágiles, se rompen con facilidad ante un golpe o al caerse. La galena está asociada con el cuarzo, esfalerita, calcopirita, pirita, bornita, barita, siderita, dolomita, calcita, marcasita, fluorita.

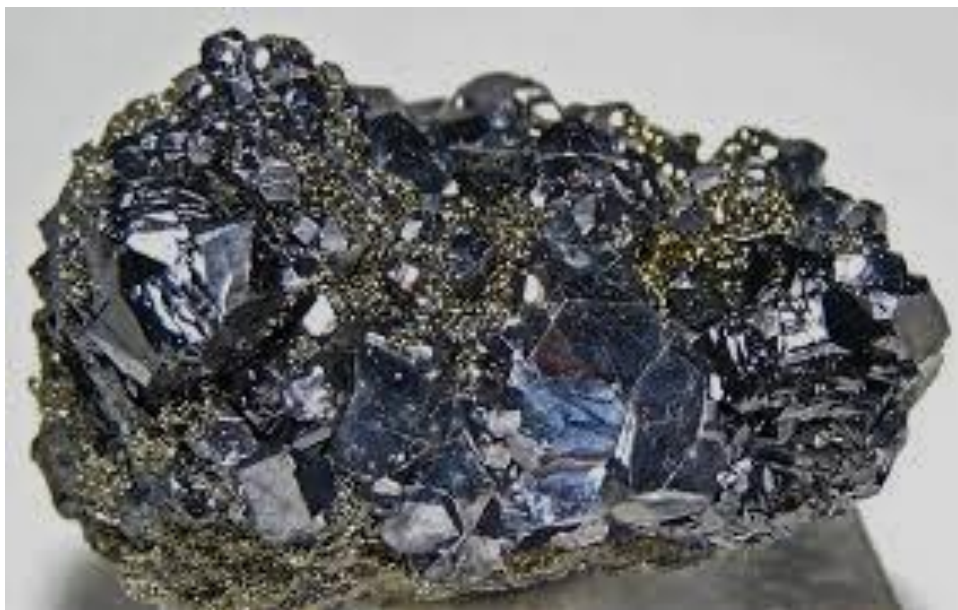


Fig. 2.4. Muestra del mineral galena [4]



Fig. 2.5. Galena asociado al cuarzo [4]

La galena es un mineral de formación hidrotermal de media-baja temperatura típico, en los yacimientos a veces se presenta asociada a rocas graníticas, y en rocas pegmatíticas. En ocasiones se ha reportado su presencia en yacimientos de rocas de origen carbonáceos. Existen yacimientos donde la galena está asociada a menudo con minerales de plata y con plata nativa, denominada galena argentífera.



Fig.2.6. Galena argentífera [5]

La galena es un mineral clasificado dentro de los sulfuros, posee según la escala de dureza de Mohs una dureza muy baja que alcanza los 2,5 a 3. Las superficies

nuevas del mineral poseen una gama de colores brillantes predominando el color gris metálico, que a veces es azul intenso y brillante, lo que permite identificarlo con mucha rapidez y certeza.

Hay otros minerales opacos que son semejantes a la galena, pero se diferencian en la raya que dejan cuando se frota sobre una superficie blanca, estos dan una coloración pardo rojizo y además sus estructuras no son cúbicas. La galena tiene una forma de cristal que le otorga un aspecto cúbico por lo general. Hay casos en los que se puede encontrar a la galena formando un poliedro de 8 caras e incluso adheridas unas a otras. Cuando este mineral se pone en contacto con los sulfatos entonces comienza a transformarse en anglesita y si se le pone en contacto con carbonatos se va transformando en cerusita.

La galena posee superficies planas las cuales están sujetas a exfoliación muy fácil, además se puede rayar con mucha facilidad. Esto depende de las caras total que posea el terminal. En la práctica este mineral se puede presentar con diversa morfología que puede ser granular, plomosa y exfoliable.



Fig. 2.7. Galena mostrando su superficie plana exfoliable [5]

La galena es un mineral que está constituido por un 86,6% de su volumen de plomo y el otro 13,4% es de azufre, estudios geológicos afirman que la génesis de la galena sucede en filones hidrotermales asociados principalmente a la pirita,

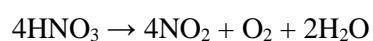
calcopirita y esfalerita. Su empleo industrial como mineral está dirigido especialmente a la extracción de plomo y mena de plata.

Cuando el contenido de plata es significativo la galena es nombrada galena argentífera. Cuando esto sucede el plomo es sustituido por la plata en la estructura atómica o puede ser que los minerales de plata en pequeños fragmentos están incrustados en la estructura de la galena. En la galena encontramos caras curvas, la cual se genera por la interrupción de la plata en la estructura cristalina, por otro lado, tenemos otros minerales de impureza como el bismuto el cual provoca una exfoliación ya que tiene una escisión octaédrica.

En dicho sulfato se encuentran pequeñas cantidades de cobre, zinc, cadmio y antimonio. Usualmente la galena se presenta como cristales cúbicos, sin embargo, también podemos encontrar octaedros al cubo y en algunos casos dodecaedros; los cuales tienen una exfoliación en pequeños cubos y con una fractura perfecta. Una propiedad física de importancia es su densidad la cual es relativamente alta: 7.4 a 7.6 g/mL.

#### **2.2.1.5. Ácido nítrico.**

El ácido nítrico es un ácido inorgánico fuerte, de acción corrosiva, cuyos vapores son irrespirables, sofocantes que aportan dióxido de nitrógeno el mismo que nitra las proteínas por lo que resulta tóxico; en la naturaleza forma sales neutras o alcalinas y no a su forma ácida debido a la alta reactividad que posee frente a diversos compuestos. Físicamente es un líquido que se presenta como incoloro o amarillento pudiendo adquirir un color rojizo cuando en el se encuentra disuelto una gran cantidad de dióxido de nitrógeno. Conforme aumenta su concentración aumenta su olor irritante. Es un ácido soluble en agua en todas las proporciones y forma un azeótropo cuya composición es de 69,2% de ácido y 30,8 % de agua. Este ácido se descompone por efecto térmico o por efecto de la luz generando como resultado de la descomposición: agua, oxígeno y dióxido de nitrógeno, de acuerdo con la siguiente reacción:



El dióxido de nitrógeno generado permanece disuelto en el líquido dándole a este una coloración pardo rojizo; esta característica de descomposición térmica del ácido nítrico hace difícil la determinación de muchas de sus propiedades a temperaturas superiores a los 50 °C. Se descompone también en presencia de alcoholes.

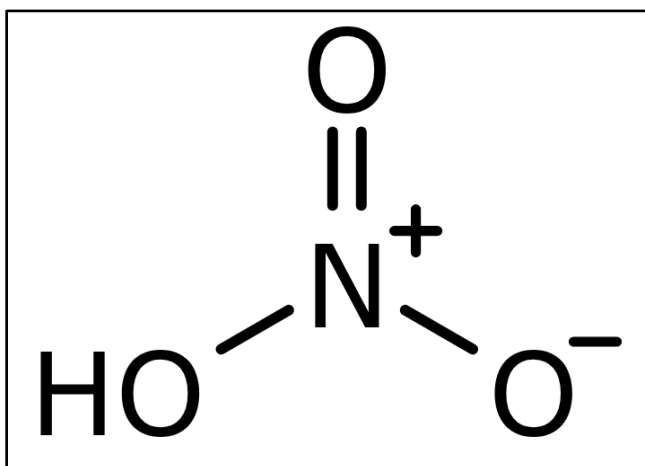


Fig. 2. 8. Fórmula desarrollada del ácido nítrico [6]

### Propiedades físicas

Propiedad	Valor
Peso Molecular (g/mol)	63,0
Estado físico	Líquido
Punto de Ebullición (°C) (760mmHg)	83-87; 100% 121,8; 69,2% en agua
Punto de Fusión (°C)	60; fumante rojo -41,6; 100% -41; 69,2% en agua -52; fumante rojo



Fig. 2.9. Ácido nítrico con alta concentración de NO<sub>2</sub> [6]

## Propiedades químicas

El ácido nítrico concentrado químicamente actúa como un compuesto oxidante muy energético atacando en frío y en caliente a los metales inactivos (nobles) como el cobre y la plata, pero su poder oxidante no logra atacar al oro y al platino aun cuando está concentrado. Las propiedades oxidantes se ven menguadas cuando el ácido se diluye. Cuando reacciona concentrado con los metales genera dióxido de nitrógeno y cuando está diluido genera monóxido de nitrógeno. El primero es un gas de color pardo rojizo y el segundo es un gas incoloro.



Fig. 2.10. Frasco de ácido nítrico al 65% de concentración [6]

Se conoce que el ácido nítrico reacciona con aquellos metales que son de carácter básico, generando así una liberación de hidrogeno y dando paso al nitrato del metal; si tenemos los metales en polvo la reacción será violenta, generando energía y provocando en algunos casos explosiones. Dicho acido no suele atacar a los metales nobles.



El cloruro de nitrosilo (NOCl) que se forma es un compuesto muy inestable que rápidamente se descompone en monóxido de nitrógeno y cloro. El cloro que se genera es llamado cloro nascente y es mucho más activo que el cloro molecular (Cl<sub>2</sub>), este es el responsable de la disolución del oro cuando se emplea agua regia para dicho fin:



En el caso del que el ácido nítrico ataque metales como el cromo y el aluminio, se va agregar una pequeña capa de óxido, el cual no va a dejar que se siga atacando al metal protegiéndolos así de otros ataques a futuro, especialmente del oxígeno del aire, este fenómeno se conoce como pasivación. En otras palabras, el ácido nítrico los vuelve inoxidable.

Este tipo de ácidos suelen atacar a los cauchos, los plásticos y los recubrimientos; en donde su reacción se vuelve más violenta si es con sustancias oxidables como, por ejemplo: el etanol, la madera, la trementina y los combustibles.

Se conoce que el ácido nítrico es una sustancia oxidante, la cual tiene una reacción violenta si se mezcla con algún combustible o con madera; es decir tiene dicha reacción con las sustancias básicas. Las sustancias con las que reacciona violentamente son: la acetona, los alcoholes, explosión, ácido acético, carburos, ácido acético, entre otros.

En el caso del ácido nítrico, este al estar concentrado va a liberar gases tóxicos al momento de mezclarse con el agua y cuando este ácido se calienta va a liberar óxidos de nitrógenos que son irritantes.

### **2.3. Marco conceptual.**

#### **BRILLO:**

Es una de las propiedades físicas que se refiere al grado de reflexión de la luz en la superficie del mineral. Existen dos tipos de brillo: brillo metálico y brillo no metálico.

#### **COLOR DE LA RAYA:**

Es el color que deja el mineral cuando se frota sobre una superficie de porcelana. La raya está constituida por el polvo del mineral.

#### **ESCALA DE DUREZA DE MOHS:**

Es una escala propuesta por Mohs, basada en la resistencia al rayado que ofrecen los objetos sólidos (minerales). Se ordenan los minerales de menor a mayor dureza y son: 1, talco; 2, yeso; 3, calcita; 4, fluorita; 5, apatito; 6, ortoclasa; 7, cuarzo; 8, topacio; 9, corindón; 10, diamante.

#### **EXFOLIACION:**

Propiedad que tienen ciertos minerales de romperse de acuerdo con planos cuya dirección viene establecida por la estructura interna del mineral.

#### **HIDROTHERMAL:**

Es un tipo de yacimiento de minerales que se forma a cierta presión y temperatura por la precipitación de los compuestos minerales contenidas en disoluciones acuosas calientes, de origen magmático.

#### MINERAL:

Compuestos inorgánicos naturales que existen en la corteza terrestre y contienen especies mineralógicas que tienen valor económico.

#### MINERALES OXIDADOS

Son aquellos minerales compuestos por compuestos que poseen en su fórmula oxígeno, entre ellos podemos citar: carbonatos, sulfatos, hidróxidos, nitratos y óxidos.

#### SULFUROS SECUNDARIOS.

Son sulfuros que se forman como resultado de la descomposición de otros sulfuros llamados primarios, en niveles superiores de la corteza terrestre como resultado de su contacto con el oxígeno, el agua o por la acción de microorganismos.

#### ÓXIDOS LIXIVIABLES

Óxidos que son solubles en ácido sulfúrico y como resultado de ello forman sulfatos.

#### LIXIVIACIÓN.

Proceso de extracción sólido líquido que empleando un reactivo químico se disuelve un componente del sólido.

### 2.4. **Estrategia metodológica.**

#### **Tipo, Nivel y Diseño de la Investigación.**

Tipo de investigación: Aplicada

Nivel: Explicativa.

Diseño: Experimental.

#### **Población y muestra.**

##### **Población.**

Estuvo constituida por los minerales que poseen un gran porcentaje de galena que llegan a la cancha de minerales de las plantas hidrometalúrgicas de Nasca.

##### **Muestra:**

La muestra estuvo conformada por minerales compuestos principalmente por galena, los cuales fueron recolectado en las canchas de minerales de la planta de beneficio Santa Ana de Nasca.

##### **Técnicas de recolección de información.**

Las técnicas empleadas fueron: las marchas analíticas para establecer la cantidad de plomo que se puede recuperar de la galena lixiviada con ácido nítrico.

### **Instrumentos de recolección de información.**

Los instrumentos empleados fueron análisis en el laboratorio y las corridas experimentales, los cuales sirvieron para verificar los valores de los parámetros que estaban en proceso.

### **Técnicas de análisis e interpretación de datos.**

Se hizo el análisis estadístico de datos, con las respectivas tabulaciones e interpretación y discusión de resultados.

## **2.5. Procedimiento experimental.**

### Toma de muestras.

Las muestras de mineral con un gran porcentaje de galena se recogieron en la cancha de recepción de minerales de la planta “Santa Ana”, situada cerca del km 45 de la Panamericana Sur después de la ciudad de Nazca, en el sector de Pampa Caballa, Provincia de Nazca, Departamento de Ica. Esta planta cuenta con un circuito de lixiviación de minerales oxidados de cobre por el método Vat.

El mineral recolectado fue la galena con mínimo contenido de otros sulfuros y óxidos de metales como hierro y cobre, además de cuarzo. El total de muestra tomada fue de 50 kg. El método de muestreo empleado fue el Grab Sampling.

### Preparación de las muestras para el análisis.

Las muestras obtenidas en el laboratorio de la planta se sometieron a conminución, sometiéndolo a chancado primero y luego a molienda hasta obtener un material de malla #400. Esta granulometría fue necesaria ya que la lixiviación que se realizará se hará en un reactor hermético para evitar la descarga de gases nitrosos. En el reactor se llevó a cabo la lixiviación dinámica.

### Obtención de la muestra representativa.

Del mineral molido a malla # 400 por cuarteo se tomó una muestra representativa, de acuerdo con el siguiente procedimiento:

El mineral molido se mezcla apilándolo en cono y después se achata con el fin de hacer una torta de la que se eliminaran dos partes una vez que se ha partido en cuatro. Con las dos partes que quedan, se vuelve a repetir el procedimiento las veces que sean necesarias hasta obtener unos 200 g de muestra representativa, con ese material se llevaron a cabo los ensayos para caracterizar el mineral.

### **Desarrollo de la lixiviación.**

#### Generalidades.

La lixiviación de la galena se hizo con ácido nítrico, el cual tiene la capacidad de disolver los sulfuros (reacciona con ellos dejando libre el azufre y formando los respectivos nitratos en este caso el nitrato de plomo). La lixiviación se llevó a cabo en un reactor que consistió en un tanque agitado, con un tanque de vidrio de dos litros de capacidad, en cuya tapa hay orificios por los que se introducen: el agitador,

el termómetro y la salida de un tubo para la captación de vapores de dióxido de nitrógeno el cual es muy tóxico.

Ensayos para establecer los parámetros para la lixiviación.

a. Concentración del ácido nítrico.

Se hicieron ensayos con concentraciones de ácido nítrico desde 6% hasta 14%. Durante estos ensayos los otros parámetros de lixiviación (diámetro de partícula, temperatura, velocidad de agitación) no se variaron.

a. Granulometría.

La selección del diámetro de partícula que es requerido para lograr la eficiencia del proceso se hizo haciendo pruebas con mineral molido a mallas #: 100, 140, 200, 230, 270, 300, 325 y 400. Las aperturas de cada una de las mallas usadas se dan en la tabla 2.1.

Tabla 2.1

Datos de los tamices empleado, según la escala Tyler

Número de malla, serie Tyler	Apertura de malla en micrones	Apertura de malla en milímetros
100	149	0,149
140	105	0,105
200	74	0,074
230	63	0,063
270	53	0,053
325	44	0,044
400	37	0,037

NOTA:

Se visualiza en la tabla, en la 1ra columna el # de mallas, posteriormente se encuentra la apertura de malla en micrones la cual se obtiene de la tabla del apéndice y, por último, la columna de apertura de mallas, pero en milímetros. Dichos resultados nos muestran que mientras mas fina sea la partícula del mineral, más eficiente será la recuperación del cobre por medio de la bornita.

c. Velocidad de agitación.

Se trabajó a velocidades altas para lograr una lixiviación rápida y eficiente. Para ello se seleccionaron velocidades desde 500, 600, 700, 800, 900 y 1000 revoluciones por minuto.

- d. Determinación de la temperatura adecuada.

En cuanto a la lixiviación dinámica, este se realiza a T° mayor a la T° ambiente, el cual puede superar los 50°C, pero al ser una temperatura mayor va a desprender un gas de NO<sub>2</sub>, este se genera cuando el ácido nítrico se encuentra en ciertas temperaturas con el sulfuro, de acuerdo a la reacción:

t°C



El desprendimiento de dióxido de nitrógeno debe ser la más mínima temperatura, con la finalidad de evitar alguna contaminación masiva en la atmosfera. Las temperaturas de ensayo que se han considerado en el presente estudio han sido 30, 35, 40, 45 y 50°C.

- e. Tiempo de lixiviación.

Para determinar el tiempo que dura el proceso, se hicieron ensayos desde los 30 minutos hasta los 90 minutos.

#### Desarrollo de la lixiviación.

La lixiviación dinámica se desarrolló de la siguiente manera.

#### MUESTREO

El muestreo se realizó en la cancha de recepción de minerales de la planta, seleccionando el mineral que contiene la galena y otros sulfuros secundarios del cobre como la covelina, estos últimos en mínima cantidad, lográndose recolectar un total de 20 kg los cuales fueron puestos dentro de dos sacos de rafia de 10 kg cada uno.

#### CHANCADO

El mineral muestreado en una chancadora de quijadas de laboratorio se redujo su granulometría a media pulgada como máximo. El material chancado se recibió en un balde y luego se tamiza a fin de separar el material fino y se vuelve a chancar para reducir el material a ½” y poder luego alimentar el molino de bolas.

#### MOLIENDA.

A pesar que el mineral este chancado, aun presenta partículas de tamaño no menor a ½”, las cuales aún deben de reducirse por medio de un molino de bolas, esta máquina reduce el mineral a 0,037 mm. La finalidad que tiene realizar este proceso, es que el mineral se reduzca hasta malla -400, con la finalidad que dichas sustancias queden suspendidas dentro del reactor como si ambos componentes (solución ácida y mineral) fueran una sola fase (líquida).

#### TAMIZAJE.

Cuando ya tenemos la muestra pulverizada se empieza a clasificar las partículas por tamaño, en donde se utilizó diferentes tamices de diferente tamaño de apertura,

clasificando el mineral por su granulometría. Por cada una de las mallas utilizadas se recolectó 1000 g para llevar a cabo las pruebas de lixiviación.

#### PESAJE.

Una vez que se obtenga el pulverizado, se pesa hasta que se alcance los 1000 gramos, el cual se utiliza para la carga del tanque.

#### PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN ÁCIDA.

Se coloca 200 ml en un vaso precipitado, en donde se va a preparar la solución acida utilizando el ácido nítrico comercial que tiene una concentración del 70% y una densidad de 1,42 g/mL, el cálculo de la cantidad de reactivo necesario para preparar dicha solución se calcula mediante la ecuación:

$$V_{ac.} = (C_1 \times V \times \rho_1) / (\rho_2 \times C_2) = \text{mL}$$

Donde:

$V_{ac.}$  - Volumen de ácido necesario para preparar la solución, en mL

$C_1$  - Concentración (porcentaje) que se pide, en %

$V$  - Volumen de la solución a preparar, mL

$\rho_1$  - Densidad de la solución al porcentaje que se pide, g/mL (se obtiene de las tablas)

$\rho_2$  - Densidad del ácido concentrado, g/mL

$C_2$  - Concentración del ácido concentrado, en %

Con esta fórmula se harán los cálculos para preparar las soluciones a los porcentajes de 6, 8, 10, 12 y 14%. Así por ejemplo si se quiere preparar 1 000 mL de ácido nítrico al 10 %, entonces se procede de la siguiente manera:

Reemplazando valores en la fórmula tenemos:

$$V_{ac.} = (10 \times 1000 \times 1,021) / (1,42 \times 70) = 145,85 \text{ mL}$$

Se necesita de 102,70 mL de ácido trioxonitrico (concentrado). Posteriormente, se añade 200ml en el vaso precipitado y se coloca en un vaso de 700 ml que contiene agua destilada, después se agita en todo momento y se va añadiendo el ácido nítrico y por último, se agrega 1000 mL de agua destilada.

#### ACONDICIONAMIENTO.

Se añade la solución realizada al reactor y posterior el mineral pesado. Se tapa el reactor y se utilizan los accesorios que indican y se procede a agitar la mezcla para homogenizarla y luego se inicia el calentamiento hasta la temperatura requerida, con ayuda de una resistencia eléctrica (cocinilla).

## LIXIVIACIÓN

Una vez que se realice el acondicionamiento, empieza la lixiviación, en donde se va a mantener la T° necesaria y una velocidad de agitación también adecuada. La lixiviación se mantiene el tiempo necesario para extraer todo el plomo, tomando muestras en cada unidad de tiempo para los análisis respectivos que permitieron establecer el tiempo adecuado.

### III. RESULTADOS

#### 3.1. Resultados obtenidos.

##### 3.1.1. Del análisis de la muestra.

Tabla 3.1

Composición Mineralógica de la muestra

Especie mineralógica	Observación
Galena	+++
Calcopirita	+
Pirita	+
Covelina	-
Pirrotina	+
Blenda	+
Cuarzo	++

Fuente. Datos de laboratorio.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.1. los resultados del análisis mineralógico del mineral empleado en la lixiviación de la galena con ácido nítrico, como se observa hay en la muestra: galena en mayor cantidad seguido del cuarzo, calcopirita, pirita y pirrotina, así como blenda.

Tabla 3.2  
Resultados de análisis químico cualitativo de la muestra

Componente	Resultados
Al	T.
As	N, D.
Ba	N, D.
Be	N, D.
Ca	N.D.
Pb	M.
Cu	D.
Fe	D.
K	N, D.
Li	N, D.
Mg	N.D.
Mn	N, D.
Mo	N, D.
Na	N, D.
Ni	N, D.
Si	M.
S	M.
Sn	N, D.
Zn	D.

Fuente. Reporte de laboratorio.

**NOTA.**

- M Mayor componente.
- N D Investigado, pero no detectado.
- T. Trazas
- D Determinado

Se visualiza en la tabla mostrada 3.2 los resultados del análisis químico cualitativo, se reporta presencia de plomo, cuarzo, azufre y aluminio en trazas.

Tabla 3.3  
Análisis químico cuantitativo de la muestra

Componente	Porcentaje
Plomo (Pb)	9,36
Hierro (Fe)	1,28
Cobre (Cu)	1,05
Sílice (Si)	4,71
Azufre (s)	14,6
Aluminio (Al)	0,12

Fuente. Datos de laboratorio.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.3. los resultados del análisis cuantitativo del mineral empleado en la lixiviación con ácido nítrico, como se observa tienen plomo en mayor proporción (9,36%), hierro un 1,28%, cobre 1,05%, sílice 4,71% y azufre 14,6%.

### 3.1.2. De la determinación de los parámetros de la lixiviación.

Tabla 3.4

Concentración de ácido nítrico 6% vs granulometría del mineral

Granulometría, # malla	Porcentaje de ácido, %	Plomo recuperado, G
100	6	11
140	6	17
200	6	22
230	6	28
270	6	33
325	6	39
400	6	45

Fuente: Datos experimentales.

Cantidad de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Se visualiza en la tabla mostrada 3.4. los resultados del tratamiento del mineral pulverizado a malla diferente con ácido nítrico al 6%. Los resultados indican que la concentración del ácido del 6% no permite recuperar todo el plomo de la muestra, a malla # 400 se recupera solo 45g de plomo.

Tabla 3.5

Concentración de ácido nítrico 8% vs granulometría del mineral

Granulometría, # malla	Porcentaje de ácido, %	Plomo recuperado, g
100	8	16
140	8	21
200	8	29
230	8	36
270	8	42
325	8	49
400	8	57

Fuente: Datos experimentales.

Cantidad de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Se visualiza en la tabla mostrada 3.5 los resultados del tratamiento del mineral pulverizado a malla diferente con ácido nítrico al 8%. Los resultados indican que la concentración del ácido del 8% no permite recuperar todo el plomo de la muestra, a malla # 400 se recupera solo 57g de plomo.

Tabla 3.6

Concentración de ácido nítrico 10% vs granulometría del mineral

Granulometría, # malla	Porcentaje de ácido, %	Plomo recuperado, G
100	10	20
140	10	27
200	10	34
230	10	41
270	10	49
325	10	57
400	10	66

Fuente: Datos experimentales.

Cantidad de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Se visualiza en la tabla mostrada 3.6. los resultados del tratamiento del mineral pulverizado a malla diferente con ácido nítrico al 10%. Los resultados indican que la concentración del ácido del 10% no permite recuperar todo el plomo de la muestra, a malla # 400 se recupera solo 66g de plomo.

Tabla 3.7

Concentración de ácido nítrico 12% vs granulometría del mineral

Granulometría, # malla	Porcentaje de ácido, %	Plomo recuperado, G
100	12	26
140	12	35
200	12	43
230	12	52
270	12	61
325	12	69
400	12	77

Fuente: Datos experimentales.

Cantidad de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Se visualiza en la tabla mostrada 3.7. los resultados del tratamiento del mineral pulverizado a malla diferente con ácido nítrico al 12%. Los resultados indican que la concentración del ácido del 12% no permite recuperar todo el plomo de la muestra, a malla # 400 se recupera solo 77g de plomo.

Tabla 3.8

Concentración de ácido nítrico 14% vs granulometría del mineral

Granulometría, # malla	Porcentaje de ácido, %	Plomo recuperado, g
100	14	35
140	14	42
200	14	51
230	14	62
270	14	73
325	14	86
400	14	93

Fuente: Datos experimentales.

Cantidad de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Se visualiza en la tabla mostrada 3.8. los resultados del tratamiento del mineral pulverizado a malla diferente con ácido nítrico al 14%. Los resultados indican que la concentración del ácido del 14% permite recuperar todo el plomo de la muestra, a malla # 400 se recupera los 93g de plomo.

Tabla 3.9

Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 230

Número de malla, serie Tyler	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
230	30	21
230	40	27
230	50	33
230	60	40
230	70	47
230	80	54
230	90	63

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Concentración de ácido nítrico: 14%

Se visualiza en la tabla mostrada 3.9. los resultados de los ensayos realizados para determinar el tiempo de lixiviación en función a la granulometría del mineral. Como se observa a malla # 230 en un tiempo máximo de 90 minutos se recupera solo 63 g de plomo que está contenido en la muestra.

Tabla 3.10

Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 270

Número de malla, serie Tyler	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
270	30	26
270	40	32
270	50	39
270	60	45
270	70	53
270	80	60
270	90	69

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Concentración de ácido nítrico: 14%

Se visualiza en la tabla mostrada 3.10 los resultados de los ensayos realizados para determinar el tiempo de lixiviación en función a la granulometría del mineral. Como se observa a malla # 270 en un tiempo máximo de 90 minutos se recupera solo 69 g de plomo que está contenido en la muestra.

Tabla 3.11

Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 325

Número de malla, serie Tyler	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
325	30	30
325	40	38
325	50	45
325	60	53
325	70	61
325	80	68
325	90	76

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Concentración del ácido nítrico: 14%

Se visualiza en la tabla mostrada 3.11 los resultados de los ensayos realizados para determinar el tiempo de lixiviación en función a la granulometría del mineral. Como se observa a malla # 325 en un tiempo máximo de 90 minutos se recupera solo 76 g de plomo que está contenido en la muestra.

Tabla 3.12

Determinación del tiempo de lixiviación a malla # 400

Número de malla, serie Tyler	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
400	30	43
400	40	51
400	50	62
400	60	73
400	70	81
400	80	93
400	90	93

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Velocidad de agitación: 800 rpm

Concentración del ácido nítrico: 14%

Se visualiza en la tabla mostrada 3.12 los resultados de los ensayos realizados para determinar el tiempo de lixiviación en función a la granulometría del mineral. Como se observa a malla # 400 en un tiempo máximo de 90 minutos se recupera un total de 93 g de plomo que está contenido en la muestra.

Tabla 3.13

Velocidad de agitación en función al tiempo de 30 minutos

Velocidad de agitación, rpm	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
500	30	17
600	30	21
700	30	26
800	30	30
900	30	35
1000	30	42
1100	30	50

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Concentración del ácido nítrico: 14%

Granulometría del mineral: Malla # 400

Se visualiza en la tabla mostrada 3.13 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la agitación durante la lixiviación de la galena con ácido nítrico, como se puede observar cuando aumenta la velocidad de agitación, aumenta también la recuperación del plomo, a una velocidad de 1100 rpm se recupera en 30 minutos 50 g de plomo.

Tabla 3.14

Velocidad de agitación en función al tiempo de 60 minutos

Velocidad de agitación, rpm	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
500	60	25
600	60	31
700	60	38
800	60	43
900	60	49
1000	60	61
1100	60	73

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Concentración del ácido nítrico: 14%

Granulometría del mineral: Malla # 400

Se visualiza en la tabla mostrada 3.14 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la agitación durante la lixiviación de la galena con ácido nítrico, como se puede observar cuando aumenta la velocidad de agitación, aumenta también la recuperación del plomo, a una velocidad de 1100 rpm se recupera en 60 minutos 73 g de plomo.

Tabla 3.15

Velocidad de agitación en función al tiempo de 90 minutos

Velocidad de agitación, rpm	Tiempo de lixiviación, Min	Plomo recuperado, G
500	90	34
600	90	43
700	90	53
800	90	75
900	90	93
1000	90	93
1100	90	93

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 20°C

Concentración del ácido nítrico: 14%

Granulometría del mineral: Malla # 400

Se visualiza en la tabla mostrada 3.15 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la agitación durante la lixiviación de la galena con ácido nítrico, como se puede observar cuando aumenta la velocidad de agitación, aumenta también la recuperación del plomo, a una velocidad de 900 rpm se recupera en 90 minutos 93 g de plomo.

Tabla 3.16

Temperatura de lixiviación en un tiempo de 30 minutos

Temperatura de lixiviación, °C	Tiempo de lixiviación, min	Plomo recuperado, G
20	30	12
25	30	16
30	30	23
35	30	30
40	30	36
45	30	40
50	30	43

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Velocidad de agitación: 900 rpm

Malla empleada # 400.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.16 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la temperatura en la lixiviación en función al tiempo, como se observa en 30 minutos a 50°C se recupera solo 43 g de plomo que contiene la muestra.

Tabla 3.17

Temperatura de lixiviación en un tiempo de 60 minutos

Temperatura de lixiviación, °C	Tiempo de lixiviación, min	Plomo recuperado, G
20	60	52
25	60	64
30	60	73
35	60	81
40	60	93
45	60	93
50	60	93

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Velocidad de agitación: 900 rpm

Malla empleada # 400.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.17 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la temperatura en la lixiviación en función al tiempo, como se observa en 60 minutos a 40°C se recupera los 93 g de plomo que contiene la muestra.

Tabla 3.18

Efecto de la presión y la temperatura (30°C) en la lixiviación

Temperatura de lixiviación, °C	Presión ejercida. mm de Hg	Plomo recuperado, G
30	760	53
30	780	64
30	800	72
30	820	82
30	840	89
30	860	93
30	880	93

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Velocidad de agitación: 900 rpm

Malla empleada # 400.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.18 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la presión y la temperatura en la lixiviación, como se observa a una presión de 860 mmHg y a 30°C se recupera los 93 g de plomo que contiene la muestra.

Tabla 3.19

Efecto de la presión y la temperatura (40°C) en la lixiviación

Temperatura de lixiviación, °C	Presión ejercida. mm de Hg	Plomo recuperado, G
40	760	53
40	780	64
40	800	72
40	820	93
40	840	93
40	860	93
40	880	93

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de plomo en la muestra: 93,6 g

Muestra tratada: 1000 g

Velocidad de agitación: 900 rpm

Malla empleada # 400.

Se visualiza en la tabla mostrada 3.19 los resultados de los ensayos realizados para establecer la influencia de la presión y la temperatura en la lixiviación, como se observa a una presión de 820 mm Hg y a 40°C se recupera los 93 g de plomo que contiene la muestra.

Tabla 3.20

Condiciones óptimas para la lixiviación de la galena con HNO<sub>3</sub>

Parámetros	Valores
Peso del mineral, g	1000
Cantidad de agua, mL	3000
Concentración del ácido, %	14
Concentración del plomo, g	93,6
Velocidad de agitación, rpm	900
Temperatura de trabajo, °C	40
Presión, mm Hg	820
Granulometría, # malla	400
Tiempo de lixiviación, min	60

Fuente: Datos de las tablas anteriores.

#### IV. DISCUSIÓN

La parte experimental de esta tesis se ha realizado con la finalidad de establecer parámetros para la lixiviación de la galena empleando como reactivo lixivante el ácido nítrico, la concentración de este último se estableció haciendo pruebas experimentales con diferentes concentraciones del ácido, estas concentraciones fueron: 6%, 8%, 10%, 12% y 14%. La determinación de este porcentaje se hizo en función a la granulometría, para lo cual se consideró las mallas # 100, 140, 170, 230, 270, 325 y 400, estableciéndose finalmente que el mineral pulverizado a malla # 400 es el más adecuado ya que con ese diámetro de partícula del sólido se mueve dentro del reactor como un fluido más y el choque de partículas es más directo y eficiente durante la reacción entre el sulfuro de plomo y el ácido nítrico. Esta condición hace que la lixiviación se lleve a cabo en un tiempo más breve, que ha resultado ser de 60 minutos.

Cada uno de los parámetros se han seleccionado de manera individual en función a otro parámetro como, por ejemplo, la granulometría y la concentración del ácido, esto debido a que el aumento de la superficie de contacto del sólido favorece el contacto con el reactivo que en este caso es el ácido nítrico, a menor diámetro de partícula se requiere de un ácido de menor concentración. Los estudios experimentales indican que la malla #400 es ideal para llevar a cabo la lixiviación dinámica de manera eficiente. Otro factor que ha influido directamente en el proceso de lixiviación es la velocidad de agitación, esta inicialmente fue de 700 rpm para todas las pruebas hechas por eso la cantidad de reactivo (ácido nítrico) es alta, pero cuando se aumenta las revoluciones por minuto, el proceso se vuelve más enérgico y por tanto no requiere de mucho tiempo y de mucho reactivo.

El reactor empleado es un tanque agitado de vidrio, de empleo en el laboratorio, el cual puede ser puesto en operación mediante agitación mecánica con las paletas de las hélices o mediante agitación neumática para lo cual se inyecta aire o cualquier gas a cierta presión medida en un manómetro que permite generar turbulencia dentro del tanque agitando su contenido y creando una presión adicional dentro del equipo, cosa que se ha aprovechado para estudiar el efecto de la presión durante la lixiviación de la galena. Se ha podido establecer que conforme aumenta la presión la temperatura que se requiere para llevar a cabo la lixiviación es menor, de tal forma que se requiere de una temperatura de 40°C para lograr la recuperación de todo el plomo de la muestra a una presión de 820 mm de Hg.

## V. CONCLUSIONES

1. Se ha determinado experimentalmente que el ácido nítrico es un reactivo que puede ser usado para lixiviar sulfuros como la galena bajo diversas condiciones: a condiciones ambientales, y bajo presión y temperatura. En estas últimas condiciones la lixiviación de la galena es perfectamente posible y beneficioso ya que la baja temperatura evita la descomposición térmica del ácido residual.
2. La lixiviación dinámica con ácido nítrico de la galena se llevó a cabo bajo las siguientes condiciones: Granulometría del mineral malla # 400, concentración del ácido nítrico 14%, Tiempo de residencia 60 minutos, velocidad de agitación 900 rpm, temperatura de operación 40°C, presión 820 mm de Hg.
3. El ácido nítrico reacciona con los sulfuros primarios formando el respectivo nitrato y deja libre el azufre que forma una nata sobre el lixiviado.

## **VI. RECOMENDACIONES**

1. Durante la realización de las pruebas experimentales se recomienda tomar en cuenta las medidas de seguridad a fin de evitar intoxicaciones por dióxido de nitrógeno.
2. El tubo de descarga de gases que sale del tanque agitado debe de unirse a una trompa de vacío conectada al caño de agua a fin de captar y eliminar los gases y vapores de la lixiviación.
3. El laboratorio en donde se está trabajando con estos ensayos debe de estar lo suficientemente ventilado para evitar que dentro de él se acumulen vapores nitrosos.

## VII. REFERENCIAS

- [1] R. Armijo. Caracterización de la cinética de reacción y desactivación del proceso de lixiviación no oxidativa de la bornita a 70°C, Tesis, Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología de la Universidad de Chile, 2017
- [2] Comisión Chilena del cobre. Sulfuros desafíos y oportunidades. Artículo, Chile, Revista COCHILCO del Ministerio de Minería del Gobierno de Chile, 2017
- [3] L. Galdós. Estudio de aplicación de proceso no convencional a sulfuros refractarios primarios de cobre a presión atmosférica. Tesis, Perú, Universidad Nacional San Agustín de Arequipa, 2017.
- [4] J. Estrada. Evaluación de la lixiviación bacteriana de minerales mixtos de la mina Utcush para la recuperación del cobre - Huánuco – 2018, Tesis, Perú, Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión, 2019.
- [5] S. García, Obtención de óxidos a partir de sulfuros de cobre mediante la aplicación de la tostación oxidante a temperaturas reguladas, Tesis, España, Universidad de Oviedo, 2017
- [6] M. Cabrejos, Recuperación de oro a partir de un mineral refractario de pirrotina por tostación oxidante, Tesis, Perú, Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión de Huacho, 2018
- [7] E. Fernández. Recuperación de cobre mediante lixiviación ácida a partir de sulfuros tratados por tostación oxidante, Tesis, Perú, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, 2020
- [8] Wells, J. Consideraciones importantes en el diseño de plantas de lixiviación de minerales de cobre, extracción por solventes y electrodeposición, Texto, México, Revista de Minería, 2017
- [9] Lorosch, J. y otros. Optimización del proceso químico de lixiviación en pilas. Impulso Minero N.º 5 año 1, 2018
- [10] Calzado, L y Ponciano, J. Estudio del comportamiento a la lixiviación de un mineral marginal sulfurado de cobre conteniendo plata, Texto, Perú, - Dpto. Investigaciones Centromin Perú SA. 2017
- [11] Navarro, P. y Cornely B. Mecanismos de disolución de calcopirita en medio oxidante- Texto, Perú, XXII ingenieros de Minas del Perú. Arequipa. 2019

## VIII. ANEXOS

### Azufre en minerales.

#### PROCEDIMIENTO

1. Se añade 0.5 gramos de la muestra en un vaso de 400 ml.
2. Luego se agrega clorato de potasio (0,01gramo), agua de bromo (25ml) y, por último, ácido nítrico (15ml). Después se debe atacar con una plancha con asbesto y llevarlo a sequedad.
3. Añadir ácido clorhídrico (5ml) y después atacar despacio hasta sequedad. Quitar la plancha.
4. Añadir carbonato de sodio (70ml) que sea al 10%, luego hervir la mezcla por 15 minutos.
5. En un vaso de 600ml filtrar la mezcla, empleando papel de filtro N°2.
6. Empleando Methyl Orange se va a neutralizar la solución con ácido clorhídrico.
7. La solución se ebulle, luego añadir 25ml de cloruro de bario que este caliente al 10%; hervirlo por unos 5 a 10 minutos y dejarlo reposar después toda la noche a T° ambiente.
8. Emplear papel filtro N°2 para filtrar y luego se lava con agua caliente entre 10 a 12 veces.
9. Pasar el papel con el precipitado a un crisol de arcilla, secar y calcinar a 800°C x 2 horas.
10. Enfriar y pesar como BaSO<sub>4</sub>

#### CALCULO:

$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

### g. Sílice.

#### PROCEDIMIENTO.

1. Agregar 1,0 g. de crisol de níquel, luego mezclarlo con 8 gramos de fundente Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> - NaOH y cubrir con una pequeña capa del fundente.
2. Fundir en el horno al rojo oscuro (700 °C) aprox. 5 mnts.
3. Vaciar la masa fundida un molde de Hierro apropiado o en una cápsula de níquel o cápsula apropiada expresamente.
4. Lavar el crisol de níquel en una cacerola, con agua caliente o con HCl (1:1) alternando con agua caliente procurando sacar todas las partículas adheridas al crisol con una varilla de goma.
5. Pasar la masa del molde de fierro a la cacerola y disolverlo todo, agregando agua si es necesario. Cuando todo se ha disuelto, agregar HCl hasta que la solución se ponga clara.
6. Evaporar a sequedad. Después de seco dejar unos 10-15 minutos más en la plancha (para que oxide el hierro).

7. Enfriar agregar 5 mL de HCl 30 mL de agua caliente y calentar hasta disolver todas las sales solubles.
8. Filtrar la solución caliente a través de un papel filtro N°40, lavando bien la cacerola y recibiendo el filtrado en vaso de 400 mL, lavar el precipitado 2 veces con HCl (1:1) caliente y 8 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO.
9. Colocar el papel filtro que contiene el precipitado, en un crisol de arcilla y secar en la plancha. Calcinar en la mufla eléctrica al rojo brillante 1500 °C por 1 o 2 horas.
10. Enfriar y pesar el residuo como sílice.
11. Hacer una prueba en blanco, usando los mismos reactivos.

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{Peso residuo calcinado} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Colocar el filtrado que se reservó en un frasco volumétrico de 200 mL y diluir a la marca con agua destilada, agitar bien y tomar 100 mL para Fe, Ca y Mg los otros 100 mL para la determinación del aluminio.

Si se quiere evitar diluciones tomar otra muestra exclusivamente para Al y trabajar de idéntica manera, separando el SiO<sub>2</sub> y continuando para el Al.

### **Hierro.**

#### **PROCEDIMIENTO.**

1. La solución que se pipetea de la dilución (100 mL) o (la solución contenida en el vaso si el proceso es directo) agregar 3 gramos de cloruro de amonio y 30 mL de hidróxido de amonio y hervir durante 8 minutos.
2. Filtrar en caliente a través de papel filtro N °4 recibiendo el filtrado en vaso de 600 mL. Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO PARA EL ENSAYO DE Ca y Mg.
3. Pasar el precipitado de Fe al vaso original extendiendo el papel en el filo del vaso y lavar con un chorro fino de agua y con solución caliente de HCl (1:1) 3 veces y lavar con agua 3 veces. Disolver todo el precipitado con HCl (no usar mucha agua para el lavado).
4. Calentar a ebullición y agregar cloruro estañoso gota a gota hasta reducir todo el Fe. (hasta que la solución quede clara) agregar 2 gotas de exceso).
5. Diluir a 200 mL con agua fría y enfriar después agregar 15 mL de solución fosfo-sulfúrica, 10 mL de solución de cloruro mercuríco y 3 gotas de digenilamina como indicador.
6. Titular con solución valorada de bicromato de potasio. Hacer los cálculos para Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.  
 $\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Fe} \times 1.4298$

7. Pasar el papel con el precipitado a un crisol de arcilla, secar y calcinar a 800°C durante 2 horas.
8. Enfriar y pesar como BaSO<sub>4</sub>

CALCULO:

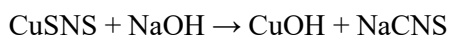
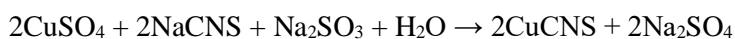
$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

### **Cobre - método del permanganato de potasio.**

FUNDAMENTO.

Este método se basa en la precipitación del cobre como tiocianato cuproso, el cual se descompone después en filtro con NaOH al 7 % - 8 %, hirviendo, y después de lavar el filtro con agua caliente, la solución se hace ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:1) y se titula con solución valorada de permanganato de potasio hasta color rosa permanente.

El método se basa en las reacciones siguientes:



La solución del sulfucianuro cuproso en la manipulación de este método es posible que sufra una oxidación incompleta.

PROCEDIMIENTO:

1. Pesar de 0.5 a 2.0 gramos de muestra, preparada a malla-100, en Erlenmeyer de 300 mL.
2. Agregar 10-15 mL de ácido nítrico y atacar a bajo calor, cuando ha cesado de desprender vapores nitrosos, a regar 0.1 g de clorato de potasio y seguir atacando a bajo calor, hasta que quede en unos 7mL aproximadamente.
3. Agregar 5-10 mL de ácido clorhídrico y continuar el ataque hasta que quede 7 mL aproximadamente.
4. Agregar 5ml de ácido sulfúrico, seguir atacando hasta que comience as desprender vapores blancos, esfumar en la plancha caliente hasta el estado pastoso, bajar y enfriar.
5. Agregar cuidadosamente 30 mL de agua y calentar hasta ebullición, hervir por 5 minutos, bajarlos.
6. Filtrar en caliente, usando filtro N°2 o 4, recibiendo el filtrado en Erlenmeyer de 300 mL lavar bien los frascos, pasando varilla con goma si es necesario. Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente. Descartar el residuo del filtro.
7. Neutralizar la solución con amoniaco, hasta que aparezca precipitado de fierro, agregar HCl gota a gota hasta que desaparezca el precipitado, agregar dos gotas de exceso, lavar las paredes del frasco con agua caliente.

8. Agregar 10-20 mL de solución de sulfito de sodio al 10% y calentar.
9. Agregar 5-10 mL de solución de sulfocianuro de sodio al 10% y hervir unos minutos más. Agregar más sulfito si el color rojo persiste. El precipitado debe ser blanco lechoso.
10. Filtrar la solución caliente, usando filtro N° 5 (o filtro doble N° 2 y 4). Pasar todo el precipitado al filtro lavando bien el frasco. Lavar el precipitado del filtro 5 veces con agua caliente. Descartar el filtrado.
11. Colocar debajo del embudo el frasco de 300 mL. Disolver el precipitado de CuCNS, con solución caliente de NaOH al 7 %, lavando dos veces, removiendo bien el precipitado.
12. Lavar 6 veces con agua caliente. Descartar el residuo del filtro.
13. Dejar enfriar la solución. Agregar 25 mL de ácido sulfúrico (1:1) al frasco y titular con solución valorada de permanganato de potasio.
14. Hacer una prueba en blanco usando los mismos reactivos. Descontar el blanco de la titulación.

$$\%Cu = \frac{\text{mL de la titulación} \times \text{factor de la solución} \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

#### NOTAS.

- 1°. Cuando las muestras son pacos (coloreados) atacar primero con HCl y después con ácido nítrico y finalmente con ácido sulfúrico y esfumar. No usar clorato de potasio.
- 2°. Es posible eliminar el primer proceso de filtración, cuando las muestras no contienen mucho insoluble.
- 3°. Cuando las muestras son sulfuros, se puede eliminar el proceso de sulfatizar. Se ataca con nítrico y después con HCl, cuando está en estado siruposo, se agregan gotas de ácido sulfúrico y se lleva a sequedad, se enfría, diluye, hierve y filtra, etc., y se continúa.
- 4°. Cuando se usa ácido sulfúrico comercial (1:1) para la titulación, tener cuidado con el blanco, este varía según el sulfúrico tomado.

Es recomendable purificar el ácido sulfúrico comercial (1:1) antes de diluirlo, para lo cual se echa el sulfúrico en un matraz de 600 m, se agrega cuidadosamente poco a poco y agitando, 1 gramo de clorato por litro, se calienta a ebullición, cuando está claro se deja enfriar hasta el día siguiente.

## FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD DE MATERIALES

### ÁCIDO NÍTRICO

#### SECCIÓN I - INFORMACIÓN DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA

Nombre Comercial: **ÁCIDO NÍTRICO**

Nombre Químico: **ÁCIDO NÍTRICO**

N° CAS: 7697-37-2

N° EC: 231-714-2

N° ÍNDICE: 007-004-00-1

Recomendaciones de Uso:


**<Nombre de la empresa>**

Fabricante: <Dirección> <Pcia> <CP>  
<Teléfono>


Teléfono para emergencias (24 horas): <Teléfono>

#### SECCIÓN II – IDENTIFICACIÓN DEL PELIGRO

**CLASIFICACIÓN (según la Directiva 1272/2008/EC)**

PICTOGRAMA:	
	Corrosivo cutáneo (Categoría 1A) - Líquido comburente (Categoría 3)
PALABRA DE ADVERTENCIA:	PELIGRO
INDICACIONES DE PELIGRO:	H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H272 Puede agravar un incendio; comburente.
CONSEJOS DE PRUDENCIA:	
PREVENCIÓN	P210 Mantener alejado de fuentes de calor, superficies calientes, chispas, llamas al descubierto y otras fuentes de ignición. No fumar. P220 Mantener alejado de la ropa y otros materiales combustibles. P260 No respirar el humo, el gas, la niebla, los vapores o el aerosol. P264 Lavarse cuidadosamente tras la manipulación. P280 Usar guantes, ropa y equipo de protección para los ojos y la cara.
INTERVENCIÓN	P371 + P380 + P375 EN CASO DE INCENDIO DE GRANDES PROPORCIONES: Evacuar la zona. Combatir el incendio a distancia debido al riesgo de explosión. P301 + P330 + P331 EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuagarse la boca. NO provocar el vómito. P303 + P361 + P353 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Enjuagar la piel con agua o ducharse. P363 Lavar la ropa contaminada antes de volverla a usar. P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, cuando estén presentes y pueda hacerse con facilidad. Proseguir con el lavado. P304 + P340 EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración.
ALMACENAMIENTO	P405 Guardar bajo llave.
ELIMINACIÓN	P501 Eliminar el contenido/recipiente conforme a la reglamentación nacional/internacional.

CLASIFICACIÓN (Según la Directiva 67/548/CEE – DSD o Dangerous Substances Directive –)

SÍMBOLO DE PELIGRO:	
FRASES R:	R8 Peligro de fuego en contacto con materias combustibles. R35 Provoca quemaduras graves.
FRASES S:	S1/2 Consérvese bajo llave y manténgase fuera del alcance de los niños. S23 No respirar los gases, humos, vapores o aerosoles. S26 En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua y acúdase a un médico. S36 Úsese indumentaria protectora adecuada. S45 En caso de accidente o malestar, acúdase inmediatamente al médico (si es posible, muéstrela la etiqueta).

### SECCIÓN III - COMPOSICIÓN / INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

Nuestra evaluación del peligro ha identificado los siguientes ingredientes químicos como peligrosos según OSHA 29 CFR 1910.1200 y el Reglamento (CE) No. 1272/2008.

INGREDIENTES PELIGROSOS	No. CAS	% PESO
Ácido nítrico	7697-37-2	
Corrosivo.		

### SECCIÓN IV - MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS

MEDIDAS GENERALES:	Evite la exposición al producto, tomando las medidas de protección adecuadas. Consulte al médico, llevando la ficha de seguridad.
CONTACTO CON LOS OJOS:	Enjuague inmediatamente los ojos con agua durante al menos 20 minutos, y mantenga abiertos los párpados para garantizar que se aclara todo el ojo y los tejidos del párpado. Enjuagar los ojos en cuestión de segundos es esencial para lograr la máxima eficacia. Si tiene lentes de contacto, quíteselas después de los primeros 5 minutos y luego continúe enjuagándose los ojos. Consultar al médico.
CONTACTO CON LA PIEL:	Lávese inmediatamente después del contacto con abundante agua y jabón, durante al menos 20 minutos. Quítese la ropa contaminada, y lávela antes de reusar.
INHALACIÓN:	Para quien proporciona asistencia, evite la exposición al producto. Use protección adecuada si es necesario. Traslade a la víctima y procúrele aire fresco. Manténgala en calma. Si no respira, suminístrela respiración artificial. Si presenta dificultad respiratoria, suminístrela oxígeno. Llame al médico.
INGESTIÓN:	NO INDUZCA EL VÓMITO. Dé de beber agua. Nunca suministre nada oralmente a una persona inconsciente. Llame al médico. Si el vómito ocurre espontáneamente, coloque a la víctima de costado para reducir el riesgo de aspiración.
SÍNTOMAS:	El contacto con este producto puede producir graves quemaduras en los ojos y en la piel. Puede causar irritación severa y edema pulmonar retardado. Corrosión de las membranas mucosas, garganta y esófago, con dolor inmediato y disfagia. Necrosis. Náuseas, vómitos, hemorragias.

**SECCIÓN V - MEDIDAS PARA COMBATIR EL FUEGO**

<b>MEDIOS DE EXTINCIÓN APROPIADOS:</b>	Utilice CO <sub>2</sub> , niebla de agua o rocío de agua. Cualquier agente extintor apropiado a las características del fuego circundante. Evite en medida de lo posible la utilización de polvo químico seco o espuma.
<b>PELIGROS ESPECÍFICOS:</b>	Puede producir humos tóxicos de monóxido de carbono y óxidos de nitrógeno en caso de incendio. Puede liberar hidrógeno altamente inflamable en contacto con metales. Puede explotar en contacto con reductores fuertes. No es combustible, pero por sus propiedades oxidantes puede incrementar el incendio o provocar la ignición de combustibles.
<b>EQUIPAMIENTO ESPECIAL DE PROTECCIÓN PARA BOMBEROS:</b>	Utilice equipo autónomo de respiración. La ropa de protección estructural de bomberos provee protección limitada en situaciones de incendio ÚNICAMENTE; puede no ser efectiva en situaciones de derrames. En derrames importantes use ropa protectora contra los productos químicos, la cual esté específicamente recomendada por el fabricante. Esta puede proporcionar poca o ninguna protección térmica.
<b>MEDIDAS ESPECIALES DE LUCHA CONTRA INCENDIOS:</b>	Evacúe el área. Si una fuga o derrame no se ha encendido, use rociador de agua para dispersar los vapores y proteger al personal que intenta detener la fuga. Mueva los contenedores del área de fuego si lo puede hacer sin ningún riesgo. No introduzca agua en los contenedores ni en las zonas de fuga. Rocíe con agua los recipientes para mantenerlos fríos. Enfríe los contenedores con chorros de agua hasta mucho después de que el fuego se haya extinguido. Combata el incendio desde una distancia máxima o utilice soportes fijos para mangueras o reguladores. SIEMPRE manténgase alejado de tanques envueltos en fuego.

**SECCIÓN VI - MEDIDAS PARA CASO DE DERRAME ACCIDENTAL**

<b>PRECAUCIONES PERSONALES:</b>	Evitar fuentes de ignición. Evacuar al personal hacia un área ventilada. Usar equipo de respiración autónoma y de protección dérmica y ocular. Usar guantes protectores impermeables. Ventilar inmediatamente, especialmente en zonas bajas donde puedan acumularse los vapores.
<b>PRECAUCIONES DEL MEDIO AMBIENTE:</b>	Contener el líquido con un dique. Prevenir la entrada hacia vías navegables, alcantarillas, sótanos o áreas confinadas.
<b>CONTENCIÓN Y LIMPIEZA:</b>	Recoger el producto a través de arena, tierra o material absorbente inerte y limpiar o lavar completamente la zona contaminada. Neutralizar muy lentamente y con control de la temperatura empleando hidróxido de calcio, carbonato de sodio, carbonato de calcio o bicarbonato de sodio. Disponer el agua y el residuo recogido en envases señalizados para su eliminación como residuo químico.

**SECCIÓN VII – MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO**

<b>MANIPULACIÓN:</b>	<p>Prohibido comer, beber o fumar durante su manipulación.</p> <p>Evitar contacto con ojos, piel y ropa. Lavarse los brazos, manos, y uñas después de manejar este producto. El uso de guantes es recomendado.</p> <p>Evitar la inhalación de los vapores. Mantener cerrado el recipiente. Usar con ventilación apropiada. Maneje los recipientes con cuidado. Abra lentamente con el fin de controlar posible alivio de presión.</p>
<b>CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO:</b>	<p>Almacenar en un área limpia, seca y bien ventilada, a temperatura superior al punto de fusión. Proteger de la luz solar directa. No apilar los contenedores. Mantener alejado de bases o álcalis y metales.</p> <p>Material de empaque apropiado: el suministrado por el fabricante. Acero inoxidable, vidrio o PVC.</p> <p>Código NFPA: <b>3 0 1 OX</b></p>

**SECCIÓN VIII – CONTROLES DE EXPOSICIÓN Y PROTECCIÓN PERSONAL**

<b>PARÁMETROS DE CONTROL:</b>	<p>CMP (Res. MTESS 295/03): 2ppm (5mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>CMP-CPT (Res. MTESS 295/03): 4ppm (10mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>TLV-TWA (ACGIH): 2ppm (5mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>TLV-STEL (ACGIH): 4ppm (10mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>PEL-TWA (OSHA 29 CFR 1910.1000): 2ppm (5mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>PEL-STEL (OSHA 29 CFR 1910.1000): 4ppm (10mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>IDLH (NIOSH): 25ppm (62.5mg/m<sup>3</sup>)</p>
<b>MEDIDAS DE PROTECCIÓN:</b>	<p>Mantener ventilado el lugar de trabajo. La ventilación normal para operaciones habituales de manufacturas es generalmente adecuada. Campanas locales deben ser usadas durante operaciones que produzcan o liberen grandes cantidades de producto. En áreas bajas o confinadas debe proveerse ventilación mecánica.</p> <p>Disponer de duchas y estaciones lavaojos.</p>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b>	<p>En los casos necesarios, utilizar protección respiratoria para vapores de dióxido de azufre y ácidos (E). Debe prestarse especial atención a los niveles de oxígeno presentes en el aire.</p> <p>Si ocurren grandes liberaciones, utilizar equipo de respiración autónomo (SCBA).</p>
<b>PROTECCIÓN DÉRMICA:</b>	<p>Al manipular este producto se deben usar guantes protectores impermeables de neopreno (que cumplan con las normas IRAM 3607-3608-3609 y EN 374), ropa de trabajo y zapatos de seguridad resistentes a productos químicos.</p>
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b>	<p>Se deben usar gafas de seguridad, a prueba de salpicaduras de productos químicos (que cumplan con la EN 166).</p>

**SECCIÓN IX – PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS**

FORMA Y APARIENCIA:	Líquido claro traslúcido ligeramente amarillento, fumante
OLOR:	Asfixiante
UMBRAL DE OLOR:	0.75mg/m <sup>3</sup>
pH:	Ca. 0
PUNTO DE FUSIÓN:	-41.6°C
PUNTO DE EBULLICIÓN :	83°C
PUNTO DE INFLAMACIÓN:	No inflamable
TASA DE EVAPORACIÓN:	No disponible
TEMP. DE AUTOIGNICIÓN:	No inflamable
INTERVALO DE EXPLOSIVIDAD:	No inflamable
PRESIÓN DE VAPOR (20°C):	63.1mmHg (8.41kPa)
DENSIDAD VAPOR (AIRE=1):	2
DENSIDAD (25°C):	1.51g/cm <sup>3</sup>
SOLUBILIDAD (EN AGUA, 20°C):	Muy soluble
COEF. DE REPARTO (pK <sub>s/w</sub> ):	No disponible
VISCOSIDAD (cP):	0.617 a 40°C

**SECCIÓN X – ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD**

ESTABILIDAD:	El material es estable bajo condiciones normales.
RIESGO DE POLIMERIZACIÓN:	El material no desarrollará polimerización peligrosa.
CONDICIONES A EVITAR:	Fuentes de calor, y contacto con el agua.
PRODUCTOS PELIGROSOS DE DESCOMPOSICIÓN:	Óxidos de nitrógeno, vapores de ácido nítrico, hidrógeno. La descomposición térmica puede producir gases y humos irritantes, con dióxido de carbono, monóxido de carbono y óxidos de nitrógeno. En caso de incendio, ver la Sección V.
MATERIALES INCOMPATIBLES:	Bases o álcalis fuertes, metales, combustibles, materia orgánica, agentes reductores, alcoholes, sulfuro de hidrógeno, cloratos, carburos, acero al carbón, cobre, aleaciones y ácido crómico.

**SECCIÓN XI – INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA**

VÍAS DE EXPOSICIÓN:	Ingestión, contacto con la piel y ojos.
CARCINOGENICIDAD, MUTAGENICIDAD Y OTROS EFECTOS:	No se identifica ningún componente de este producto, que presente niveles mayores o iguales que 0,1%, como carcinógeno humano probable, posible o confirmado por la IARC (Agencia Internacional de Investigaciones sobre Carcinógenos).
DATOS EN ANIMALES:	LD50 (oral, rata, OECD 423): corrosivo LD50 (dérmica, conejo, OCDE 402): corrosivo LC50 (inhalación, 1hs., rata, OCDE 403): 2500ppm (6250mg/m <sup>3</sup> ) IRRITACIÓN CUTÁNEA (conejo, OCDE 404): corrosivo IRRITACIÓN OCULAR (conejo, OECD 405): corrosivo SENSIBILIDAD DÉRMICA (ratón, OECD 429): no disponible

**SECCIÓN XII – INFORMACIÓN ECOTOXICOLÓGICA**

ECOTOXICIDAD:	Elevada mortalidad debido a cambios extremos en el pH.
PERSISTENCIA Y DEGRADABILIDAD:	Fácilmente biodegradable. Puede producir eutrofización por aporte de nitratos.
BIOACUMULACIÓN:	Sin información disponible.
AOX, CONTENIDO DE METALES:	El producto no contiene halógenos orgánicos ni metales.

**SECCIÓN XIII – CONSIDERACIONES PARA DESECHO**

Tanto el sobrante de producto como los envases vacíos deberán ser eliminarse según la legislación vigente en materia de Protección del Medio ambiente y en particular de Residuos Peligrosos (Ley Nacional N° 24.051 y sus reglamentaciones). Deberá clasificar el residuo y disponer del mismo mediante una empresa autorizada.

**SECCIÓN XIV – INFORMACIÓN PARA EL TRANSPORTE****TRANSPORTE TERRESTRE:**

Nombre Apropiado para Embarque:	ÁCIDO NÍTRICO
No UN/ID:	2031
Clase de Peligro:	8 (5.1)
Grupo de Empaque:	I
Cantidad Exenta:	0 / E0

**TRANSPORTE AÉREO (ICAO/IATA):**

Nombre Apropiado para Embarque:	ÁCIDO NÍTRICO
No UN/ID:	2031
Clase de Peligro:	8 (5.1)
Grupo de Empaque:	I
Avión de Pasajero y Carga:	Solo con aprobación de autoridad competente
Avión de Carga Solamente:	854, 2.5L
CRE:	8X

**TRANSPORTE MARÍTIMO (IMDG/IMO):**

Nombre Apropiado para Embarque:	ÁCIDO NÍTRICO
No UN/ID:	2031
Clase de Peligro:	8 (5.1)
Grupo de Empaque:	I
Contaminante Marino:	NO
Código EMS:	F-A; S-Q
Estiba y Segregación:	D

**SECCIÓN XV – REGULACIÓN DE USO**

Reglamentación y legislación en materia de seguridad, salud y medio ambiente específicas para la sustancia o la mezcla:

Sin peligro para la capa de ozono (1005/2009/CE).

Contenidos orgánicos volátiles de los compuestos (COV) (1999/13/EC): < 0.1%

Hoja de Datos de Seguridad conforme a la Norma IRAM 41400: 2012.

Resolución 295/2003 Ministerio de Trabajo, Empleo y Seguridad Social, República Argentina.

Ley Nacional N° 24.051 y sus reglamentaciones, República Argentina.

Resolución 195/97 Secretaría de Obras Públicas y Transporte, República Argentina.

Reglamento (CE) 1272/2008 sobre Clasificación, etiquetado y envasado de las sustancias químicas y sus mezclas.

Reglamento (CE) 1907/2006 relativo al registro, la evaluación, la autorización y la restricción de las sustancias y preparados químicos (REACH).

Dir. 91/689/CEE de residuos peligrosos y Dir. 91/156/CEE de gestión de residuos.

Acuerdo europeo sobre Transporte Internacional de Mercancías peligrosas por carretera (ADR 2013).

Reglamento relativo al Transporte Internacional de Mercancías Peligrosas por Ferrocarril (RID 2013).

Código Marítimo Internacional de Mercancías Peligrosas (IMDG 34 ed.).

Regulaciones de la Asociación de Transporte Aéreo Internacional (IATA 52 ed.) relativas al transporte de mercancías peligrosas por vía aérea.

Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos, quinta edición revisada, 2013 (SGA 2013).

**SECCIÓN XVI – OTRA INFORMACIÓN**

Esta información solamente se refiere al producto antes mencionado y no ha de ser válida para otro(s) producto(s) ni para cualquier proceso. Esta hoja de datos de seguridad proporciona información de salud y seguridad. La información es, según nuestro mejor conocimiento, correcta y completa. Se facilita de buena fe, pero sin garantía. El producto debe ser usado en aplicaciones consistentes con nuestra bibliografía del producto. Los individuos que manejen este producto, deben ser informados de las precauciones de seguridad recomendadas y deben tener acceso a esta información. Para cualquier otro uso, se debe evaluar la exposición de forma tal que se puedan implementar prácticas apropiadas de manipulación y programas de entrenamiento para asegurar operaciones seguras en el lugar de trabajo.

Continúa siendo responsabilidad propia del usuario el que esta información sea la apropiada y completa para la utilización especial de este producto.