

CARACTERIZACIÓN Y ESTUDIO PRELIMINAR DE LIXIVIACIÓN DE PLATA CONTENIDA EN UN CONCENTRADO DE PLOMO

E. Martínez Rojo¹, J.C. Juárez Tapia^{1}, A.M. Teja Ruiz¹, M. Reyes Pérez¹, R. Moreno Tovar¹, F.R. Barrientos Hernández¹, M. Pérez Labra¹, V. E. Reyes Cruz¹.*

¹Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, C.P. 42184. Mineral de la Reforma, Hidalgo., ice9791@gmail.com, mreyes@uaeh.edu.mx, morenot@uaeh.edu.mx, frbh68@hotmail.com, miguelabra@hotmail.com, reyescruz16@yahoo.com.

**Autor de correspondencia: jcuarez@uaeh.edu.mx*

RESUMEN

El presente estudio muestra la caracterización mineralógica de un concentrado de Pb proveniente del distrito minero de Zimapán, Hidalgo, México; así como el análisis preliminar de lixiviación de este concentrado, utilizando iones de zinc y la inyección de oxígeno para favorecer la reacción de disolución de plata en el sistema propuesto. La técnica de difracción de rayos X (DRX) confirmó la matriz de la muestra mineral correspondiente a un sulfuro de plomo (PbS [COD 96-901-3404]) y la presencia de otras especies minerales como esfalerita (ZnS [COD 96-110-1051]), calcopirita (CuFeS₂ [COD 96-901-5235]) y Lenaita (AgFeS₂ [COD 96-900-4980]) donde se identificó el contenido de plata. Por otro lado, la técnica de microscopía óptica de polarización (MOP) permitió corroborar la matriz del concentrado, además de la presencia de especies minoritarias como pirita (FeS₂), calcopirita (CuFeS₂), arsenopirita (FeAsS) y esfalerita (ZnS). Mediante microscopía electrónica de barrido-análisis de energía dispersivas (MEB-EDS) se obtuvo el análisis semicuantitativo de los elementos Pb, Al, As, Cu, Fe, S y Si, así como la relación elemental de los contenidos metálicos mediante el mapeo realizado a la muestra mineral. La morfología irregular de las partículas del concentrado fue confirmada por micrografías obtenidas mediante electrones secundarios y retrodispersados. Finalmente, se muestran los resultados obtenidos de la propuesta de lixiviación, en donde la mayor recuperación de plata se obtiene en el sistema S₂O₃⁻²-O₂-Zn²⁺.

Palabras Clave: Lixiviación, Lenaita, Concentrado de plomo, Caracterización,

1. INTRODUCCIÓN

A nivel mundial, el campo de la minería enfrenta una diversidad de problemas como; la demanda incierta de metales base y metales preciosos, además de la excesiva explotación de minerales a lo largo de la vida, lo cual da como consecuencia el agotamiento de estos productos.

México no es ajeno a esta problemática y como es bien sabido la plata forma parte importante de la economía del país, debido a que es uno de los principales productores de este metal.

El acumulado de las entidades federativas con más actividad en la extracción del metal precioso (Ag) fue de 487,816 kg hasta abril 2018 [1], siendo el estado de Zacatecas (206,129 kg) con mayor producción, seguido de Chihuahua (84, 377 kg), Durango (55,326 kg), Sonora

(34,977 kg) y Oaxaca (22,044 kg). Mientras que el estado de Hidalgo con una producción de 5,159 kg [2] se ubica en el undécimo lugar.

Debido a la disminución de producción de plata en el estado de Hidalgo, es necesario llevar a cabo la recuperación de este metal precioso a partir de fuentes secundarias como, terreros, minerales de baja ley, residuos mineros, minerales complejos, por ejemplo, los concentrados de Zinc (Zn), Cobre (Cu) y Plomo (Pb), los cuales contienen cantidades relevantes de plata.

3. PARTE EXPERIMENTAL

Se obtuvo una muestra representativa del concentrado de Pb proveniente del distrito minero de Zimapán, Hidalgo, la cual fue homogenizada por el método de cuarteo obteniendo una muestra representativa de 1,000 g. Para el análisis químico y con la finalidad de conocer la concentración de plata y de otros elementos presentes en el concentrado, se realizó la digestión de la muestra por triplicado, tomando el peso de 0.1 g, agregando primeramente ácido clorhídrico (HCl), a una temperatura de 200 °C hasta sequedad total, posteriormente se adicionaron 10 ml de agua regia y 5 ml de ácido perclórico (HClO₄), dejando secar nuevamente. Finalmente se aforo a 200 ml agregando 20 ml de ácido clorhídrico al 60% más agua desionizada. La determinación de elementos presentes en la muestra fue realizada por la técnica analítica de espectrofotometría absorción atómica en un equipo de la marca Perkin Elmer, modelo Analyst 200.

Para el análisis mineralógico y morfológico se embebió 1 g de muestra en una pastilla de resina epóxica, la cual se dejó secar, para posteriormente desbastarla y pulirla hasta acabado espejo, la identificación primaria de las especies mineralógicas se realizó en un microscopio marca OLYMPUS modelo BH41. Con la finalidad de complementar la caracterización mineralógica, se efectuó el estudio de difracción, utilizando un difractómetro de rayos X, marca EQUINOX 2000. También los polvos del concentrado fueron analizados por la técnica de fluorescencia de rayos X (XRF), utilizando un equipo de la marca Bruker, modelo Titan S1 utilizando espectro-membranas de la marca Chempix.

Para concluir la caracterización se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) con microanálisis de energías dispersivas de rayos X, para conocer la morfología y topografía de la muestra, así como también, determinar la distribución de los elementos presentes en el concentrado, mediante un mapeo de la muestra, e identificar la mineralogía presente en los concentrados. Para estos estudios se utilizó un equipo Jeol, modelo JSM 6701F a diferentes magnificaciones con electrones secundarios y retrodispersados.

Una vez realizada la caracterización del concentrado se realizaron los experimentos de lixiviación, utilizando los siguientes sistemas: S₂O₃²⁻-O₂, S₂O₃²⁻-O₂-Zn²⁺. Los experimentos fueron desarrollados en un reactor de vidrio, equipado con un motor y propela con la que se mantuvieron los sólidos en suspensión a una velocidad de 700 min⁻¹ sobre una plancha de calentamiento para mantener la temperatura constante y un pH-metro con su respectivo electrodo para mantener constante el pH

4. RESULTADOS

En esta sección se presentan los resultados del estudio de caracterización del concentrado de plomo. Y del estudio preliminar de lixiviación de plata en los medios propuestos.

a) Espectrofotometría de absorción atómica (EAA).

Los resultados obtenidos por EAA se muestran en la Tabla 1, donde se observan los elementos presentes en el concentrado y las concentraciones de los mismos, resaltando la

alta concentración de plata de $3.602 \text{ kg Ton}^{-1}$, motivando al estudio preliminar de lixiviación del metal precioso Ag.

Tabla 1. Análisis químico de la concentración de Ag, Cu, Pb, Zn y Fe del concentrado de Plomo.

Concentrado de Plomo					
Muestra	Ag (gr/Ton)	Cu %	Pb %	Zn %	Fe %
Todo uno	3,602.55	2.422	44.529	3.843	1.270

b) Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX).

Para complementar el análisis químico se analizó la muestra en estado sólido (polvo), por medio de la técnica FXR cuyos resultados se presentan en la Tabla 2, observándose los porcentajes de los elementos presentes en la materia prima, que no pudieron ser identificados por EAA. Con esta información se corrobora la presencia de Ag, en el concentrado, así también la presencia de otros elementos como Antimonio (Sb), Azufre (S) y Arsénico (As) los cuales, son característicos de las sulfosales que están presentes en el concentrado de plomo [3].

Tabla 2. Análisis de Fluorescencia de Rayos X del concentrado de Pb.

Concentrado Plomo.											
Al	Si	S	K	Ca	V	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As
0.00	0.37	6.22	0.12	2.65	0.04	0.03	4.04	0.00	2.64	1.23	0.66
Nb	Mo	Pd	Ag	Cd	Sn	Sb	W	Pt	Pb	Bi	
0.02	0.01	0.07	0.12	0.06	0.10	3.15	0.11	2.74	14.81	0.19	

c) Análisis por microscopía óptica de polarización (MOP).

En la Figura 1 se muestran 3 micrografías obtenidas a diferentes aumentos, observándose en la Figura 1a dos partículas de forma irregular una de color amarillo latón correspondiente a la calcopirita (CuFeS_2), en la misma figura se observa una superficie de color azul posiblemente de alguna sulfosal, que sería corroborada con la técnica de DRX. Otras especies identificadas se observan en la micrografía de la Figura 1b, en la cual se observa una morfología irregular de coloración amarillo-latón como ya se describió que es característica de la calcopirita (CuFeS_2), de igual manera se observan partículas de tonalidades grises, de forma irregular las cuales corresponden al sulfuro de zinc conocido como esfalerita (ZnS). Y por último la Figura 1c se observa una partícula de color amarillo latón brillante y ángulos rectos cuyo hábito cristalino corresponde a la especie mineral pirita (FeS_2) con forma idiomórfica, la cual también se asocia a la especie arsenopirita (FeAsS) [4], así mismo se identificó la especie galena (PbS) con una textura cuadrículada, de estructura cristalina cúbica formando cristales alargados. Es importante resaltar que la mayoría de las especies minerales se encuentran adheridas a otras.

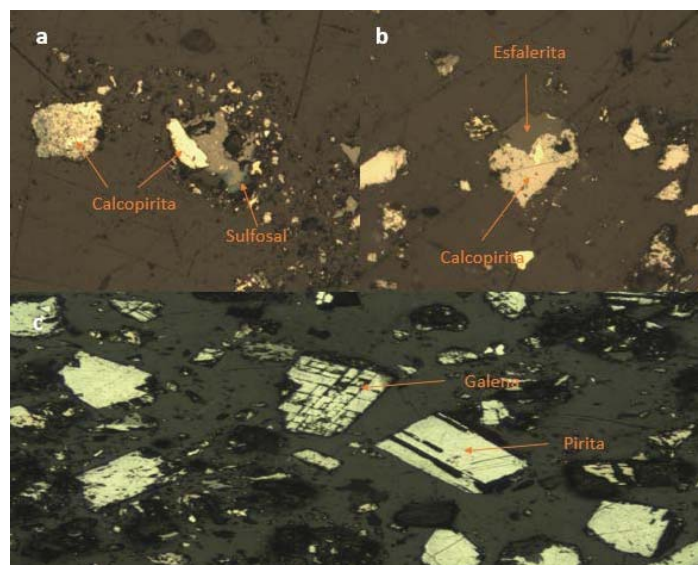


Figura 1. Micrografías de las partículas metálicas presentes en el concentrado de Pb, obtenidas a 20X, donde se identifica la presencia de: a) partículas de calcopirita y una sulfosal. b) Partícula binaria de esfalerita y calcopirita. c) Partículas de galena y pirita.

d) Análisis por difracción de rayos X (DRX).

La caracterización mineralógica es una parte fundamental en el estudio debido a que con esta se pueden identificar las especies mineralógicas que contienen plata y con esto plantear un sistema de lixiviación adecuado. Los resultados obtenidos por la técnica DRX, se presentan en el difractograma de la Figura 2. En la cual se observa parte de la mineralización metálica del concentrado, identificados mediante “*Cystallography Open Database*” (COD por sus siglas en inglés).

El difractograma de la Figura 2, muestra la composición mineralógica relevante correspondiente al concentrado de Pb, las especies identificadas son: galena (PbS) [5], como matriz de la muestra [COD: 96-901-3404], esfalerita (ZnS) [COD: 96-110-1051] y lainita (Ag_3FeS_2) [COD: 96-901-2610], la cual es una sulfosal compleja que contiene al metal precioso plata.

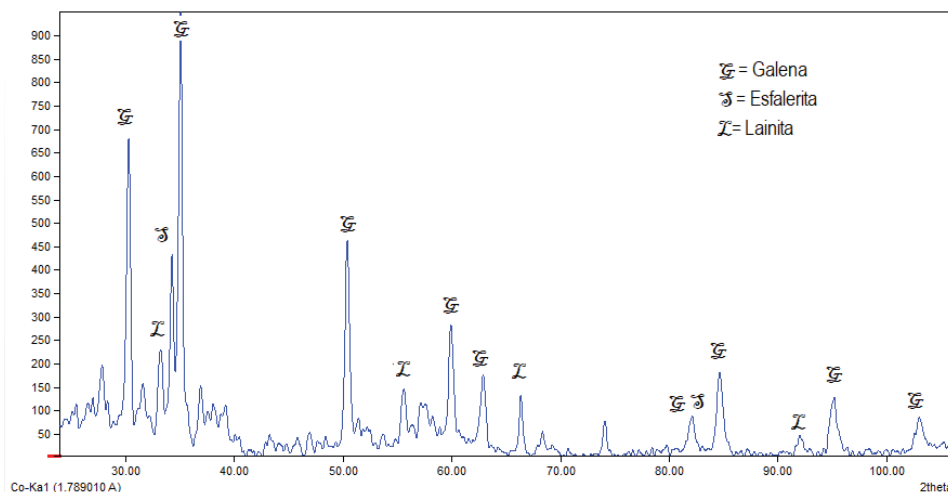


Figura 2. Difractograma de rayos X del concentrado de Pb, en el cual se muestran las especies mineralógicas identificadas.

e) Análisis por microscopía electrónica de barrido - espectroscopía por dispersión de energía de rayos x (MEB-EDS).

En los resultados de MEB-EDS que se muestran en la Figura 3, observándose en la micrografía varias partículas con una morfología heterogénea, pero de tamaño similar de alrededor de 50 µm. también se observan minerales metálicos como la calcopirita (CuFeS₂) y galena, así como también mineralización no metálica correspondiente a óxidos como el cuarzo (SiO₂) y alúmina (Al₂O₃).

Utilizando la imagen de electrones retrodispersados, se realizó un mapeo, el cual se presenta en la Figura 4. Dicho análisis muestra la presencia de los elementos obtenidos en el análisis EDS mostrado en la Figura 3. Haciendo un análisis de asociación se puede determinar que la presencia mineralógica corresponde a sulfuros y óxidos: tales como, galena, pirita, alúmina, óxido de silicio y covelita, corroborando también la distribución de los componentes mineralógicos descritos en las micrografías obtenidas en MEB.

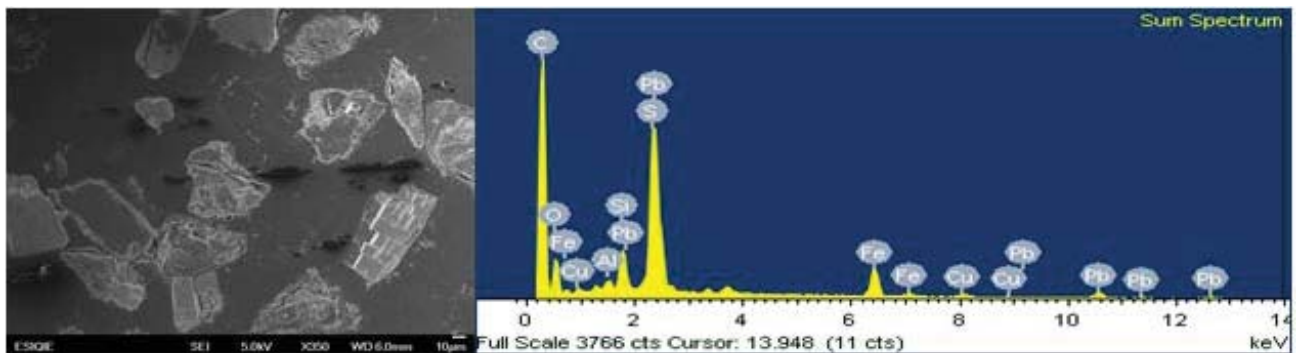


Figura 3. Micrografía y espectro de energías dispersivas general del concentrado de Pb obtenida a 350X.

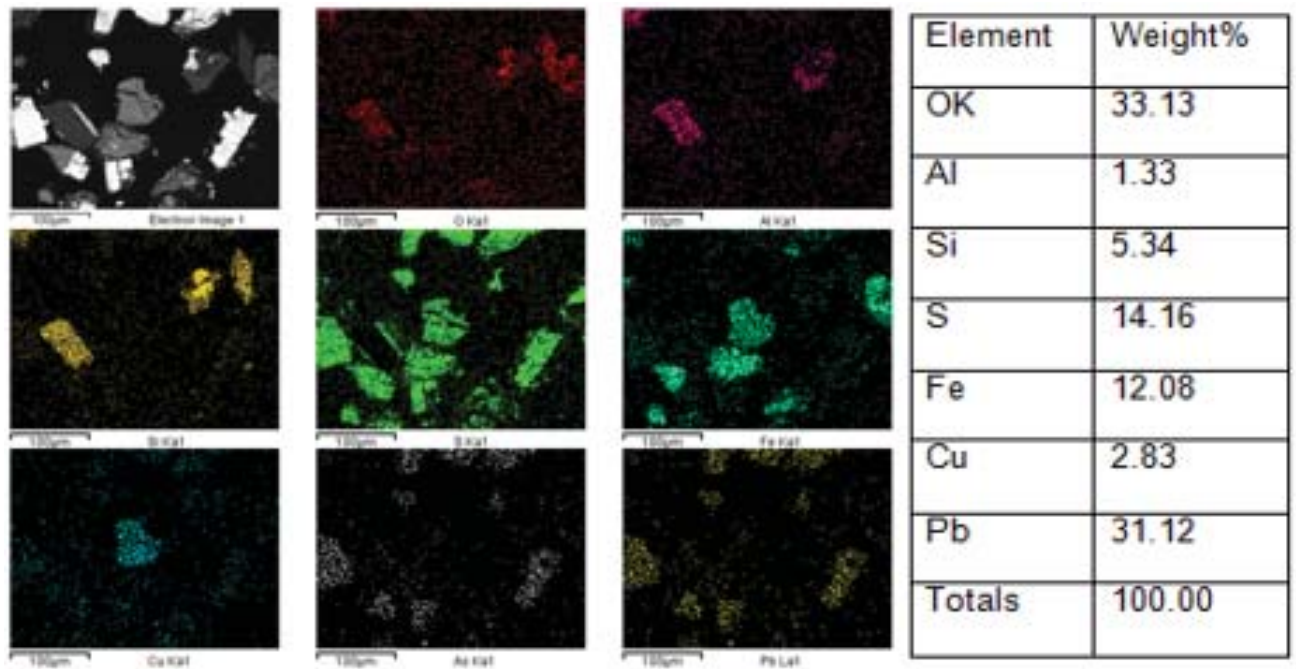


Figura 4. Mapeo de las partículas del concentrado de Pb.

f) Pruebas preliminares de lixiviación.

Para el estudio de lixiviación de la plata se evaluaron dos sistemas: $S_2O_3^{2-}-O_2$ a temperatura ambiente y el sistema $S_2O_3^{2-}-O_2-Zn^{2+}$ utilizando concentraciones de 1.1 y 4.4 g de Zn^{2+} [6], a temperatura de 40 °C, al evaluar este efecto los demás parámetros se mantuvieron constantes (pH, PpO_2 , y velocidad de agitación). Para el seguimiento de la reacción, se obtuvieron alícuotas de 10 mL a diferentes intervalos de tiempo, las cuales fueron analizadas por la técnica de ICP. La representación gráfica de disolución de Ag con respecto al tiempo en los sistemas propuestos se presenta en la Figura 5.

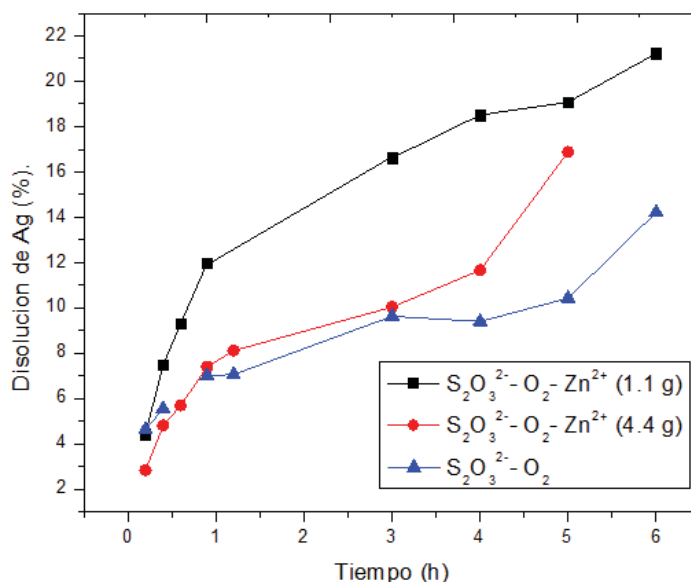


Figura 5. Comportamiento de la disolución de plata en los sistemas propuestos

Primeramente, se llevó a cabo la lixiviación de la plata en el sistema $S_2O_3^{2-}-O_2$, observando un comportamiento de disolución del metal precioso lento y que en algunos intervalos de tiempo la reacción permanece constante, sin embargo, hacia el final del experimento aumentó la velocidad de disolución, y el porcentaje de plata en los licores de lixiviación alcanzando un máximo de 14.2 %.

Posteriormente se llevó a cabo la lixiviación en el sistema $S_2O_3^{2-}-O_2-Zn^{2+}$, en donde la concentración de iones de Zn^{2+} fue de 1.1 g. En el análisis de este sistema se aprecia, que en la primera hora la reacción de lixiviación es más rápida con respecto al sistema $S_2O_3^{2-}-O_2$, cambiando drásticamente a un comportamiento lento, pero en ascenso constante hasta la cuarta hora de reacción, en la cual vuelve aumentar considerablemente la velocidad de reacción hasta obtener 16.9 % de plata lixiviada.

Con la finalidad de alcanzar una mayor disolución de plata en este sistema, se utilizaron 4.4 g de Zn^{2+} , observándose claramente un aumento en la velocidad de disolución y en el porcentaje de plata en los licores de lixiviación en los mismos tiempos de ataque, indicativo que el aumento de la concentración de iones de Zn^{2+} [7] en el sistema favorece la reacción.

4. CONCLUSIONES

La caracterización química del concentrado de Pb, reveló una concentración de plata de 3.602 kg Ton^{-1} . Los resultados obtenidos de difracción de rayos X y los análisis puntuales por EDS a varias partículas presentes en el concentrado confirman que la galena, corresponde a la matriz mineral del concentrado. La especie mineral que contiene plata, fue identificada

como lainita (Ag_3FeS_2) a través de la técnica de DRX. La caracterización mineralógica por MOP, del concentrado permitió conocer que una de las especies minerales metálica más abundante presente, corresponde a sulfuro de plomo, conocida como galena, encontrándose también otras especies como calcopirita, pirita, esfalerita, y arsenopirita. Y parte de la mineralización no metálica corresponde a óxidos de aluminio y silicio principalmente. En los sistemas de lixiviación de plata propuestos se observó que la presencia de Zn^{2+} favorece la disolución de plata ya que en ausencia de éste, la reacción únicamente depende del oxígeno disuelto en el sistema. El incremento de la temperatura influye ligeramente en el grado de disolución de la plata. Las disoluciones obtenidas de plata a través de los sistemas propuestos se pueden atribuir a que la especie que contiene la plata es muy compleja y requieren más tiempo de disolución ya que se observa claramente en la gráfica que en ambos sistemas las velocidades y los porcentajes de disolución van incrementando continuamente.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] INEGI. (2008). *Estadística de la industria minero metalúrgica*. México. Recuperado de http://www.inegi.org.mx/saladeprensa/notasinformativas/2018/ind_miner/ind_miner2018_06.pdf
- [2] INEGI. (2018). *Instituto Nacional de Estadística y Geografía*. México. Recuperado de <http://www.beta.inegi.org.mx/temas/mineria/>
- [3] J. Martínez, J. Marín. Sulfuros y sulfosales de metales nobles. ed., CSIC., Madrid, España (1995). 1-380
- [4] R. Moreno, J. Téllez, Monroy M.G. Rev. Int. Contam. Ambient. 28 (2012) 203-218.
- [5] CYTEC. (2010), *Mining Chemical Handbook*. Estados Unidos: CYTEC
- [6] J.C. Juárez, I. Rivera, F. Patiño. *Estudio cinético de la lixiviación de plata en medio Tiosulfato, con la adición de catalizadores de las escombreras dos Carlos del Estado de Hidalgo* (Tesis doctoral). (2012) Universidad autónoma del Estado de Hidalgo. México
- [7] J. Juárez, I. Rivera., M Reyes. Inf. Tecnol. 23 (2012) 133-138.