

2017

Universidad de Sonora



“El saber de mis hijos hará mi grandeza”

# [REFINACION DE ORO Y PLATA A PEQUEÑA ESCALA]

DISERTACION

## Repositorio Institucional UNISON



“El saber de mis hijos  
hará mi grandeza”



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess



# UNIVERSIDAD DE SONORA

División de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Civil y Minas

## ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS

10 de noviembre de 2017.

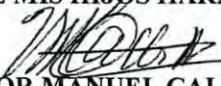
**P.I.M. JOSE ABEL GALLARDO GALLEGOS**

**Presente.-**

Por medio de la presente, informo a usted que después de analizar su solicitud de aprobación del tema de Disertación: **“REFINACION DE ORO Y PLATA A PEQUEÑA ESCALA”**, hemos tenido a bien emitir un dictamen satisfactorio del contenido del mismo, después de revisar cuidadosamente el trabajo desarrollado y verificar que los objetivos propuestos se hayan alcanzado, según lo establecido con anterioridad.

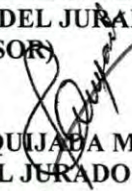
Por tal motivo, la Comisión extiende su autorización para proceder a la edición e impresión final del documento y, posteriormente, presentar el examen profesional en la fecha que de común acuerdo se convenga.

**ATENTAMENTE,**  
**“EL SABER DE MIS HIJOS HARÁ MI GRANDEZA”**

  
**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DE ACADEMIA**

  
**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DEL JURADO**  
**(DIRECTOR)**

  
**DR. SERGIO ALAN MORENO ZAZUETA**  
**SECRETARIO DEL JURADO**  
**(ASESOR)**

  
**ING. BRENDA MARIA QUIJARA MAYORQUIN**  
**VOCAL DEL JURADO**  
**(ASESOR)**

'mjri.



El saber de mis hijos  
hará mi grandeza

# UNIVERSIDAD DE SONORA

División de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Civil y Minas

## ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS

10 de noviembre de 2017.

**P.I.M. LUIS GUSTAVO FELIX PADILLA**

**Presente.-**

Por medio de la presente, informo a usted que después de analizar su solicitud de aprobación del tema de Disertación: **“REFINACION DE ORO Y PLATA A PEQUEÑA ESCALA”**, hemos tenido a bien emitir un dictamen satisfactorio del contenido del mismo, después de revisar cuidadosamente el trabajo desarrollado y verificar que los objetivos propuestos se hayan alcanzado, según lo establecido con anterioridad.

Por tal motivo, la Comisión extiende su autorización para proceder a la edición e impresión final del documento y, posteriormente, presentar el examen profesional en la fecha que de común acuerdo se convenga.

**ATENTAMENTE,**  
**“EL SABER DE MIS HIJOS HARÁ MI GRANDEZA”**

**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DE ACADEMIA**

**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DEL JURADO**  
**(DIRECTOR)**

**DR. SERGIO ALAN MORENO ZAZUETA**  
**SECRETARIO DEL JURADO**  
**(ASESOR)**

**ING. BRENDA MARIA QUIJADA MAYORQUIN**  
**VOCAL DEL JURADO**  
**(ASESOR)**

'mjri.





# UNIVERSIDAD DE SONORA

División de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Civil y Minas

## ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS

20 de octubre de 2017.

**P.I.M. JOSE ABEL GALLARDO GALLEGOS**  
**Presente.-**

Por este conducto le informo que después de presentar ante los miembros de la **ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS**, su solicitud de aprobación del Tema de Disertación: **“REFINACIÓN DE ORO Y PLATA A PEQUEÑA ESCALA”**, que usted propone para obtener el título de **INGENIERO MINERO**, me es grato hacer de su conocimiento que hemos acordado **APROBAR** la propuesta que nos ha enviado, a fin de brindarles la oportunidad de presentar su Examen Profesional según lo establecido por la normatividad vigente.

Asimismo, les informo que la Academia Revisora quedó integrada como sigue:

|                  |  |
|------------------|--|
| <b>DIRECTOR:</b> | <b>M.A. VICTOR MANUEL CALLES MONTIJO</b>   |
| <b>ASESOR:</b>   | <b>DR. SERGIO ALAN MORENO ZAZUETA</b>      |
| <b>ASESOR:</b>   | <b>ING. BRENDA MARIA QUIJADA MAYORQUIN</b> |

Aprovecho la oportunidad para desearle el mayor de los éxitos y solicitarle su mejor esfuerzo para el bien del trabajo académico de nuestra institución.

ATENTAMENTE,  
“EL SABER DE MIS HIJOS HARÁ MI GRANDEZA”

**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DE ACADEMIA**

‘mjri



# UNIVERSIDAD DE SONORA

División de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Civil y Minas

## ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS

20 de octubre de 2017.

**P.I.M. LUIS GUSTAVO FELIX PADILLA**  
Presente.-

Por este conducto le informo que después de presentar ante los miembros de la **ACADEMIA DE OPERACIONES MINERAS**, su solicitud de aprobación del Tema de Disertación: **“REFINACIÓN DE ORO Y PLATA A PEQUEÑA ESCALA”**, que usted propone para obtener el título de **INGENIERO MINERO**, me es grato hacer de su conocimiento que hemos acordado **APROBAR** la propuesta que nos ha enviado, a fin de brindarles la oportunidad de presentar su Examen Profesional según lo establecido por la normatividad vigente.

Asimismo, les informo que la Academia Revisora quedó integrada como sigue:

|                  |  |
|------------------|--|
| <b>DIRECTOR:</b> | <b>M.A. VICTOR MANUEL CALLES MONTIJO</b>   |
| <b>ASESOR:</b>   | <b>DR. SERGIO ALAN MORENO ZAZUETA</b>      |
| <b>ASESOR:</b>   | <b>ING. BRENDA MARIA QUIJADA MAYORQUIN</b> |

Aprovecho la oportunidad para desearle el mayor de los éxitos y solicitarle su mejor esfuerzo para el bien del trabajo académico de nuestra institución.

ATENTAMENTE,  
“EL SABER DE MIS HIJOS HARÁ MI GRANDEZA”

**M.A. VÍCTOR MANUEL CALLES MONTIJO**  
**PRESIDENTE DE ACADEMIA**

‘mjri

## **Agradecimientos**

Primero que nada agradecer a Dios por permitirnos estar presentes y dar a conocer un poco de este tema que nos ayudara con toda seguridad en un momento futuro.

Especial agradecimientos al cuerpo académico que durante la estancia universitaria nos tuvo la dedicación y el respeto de transmitirnos los conocimientos necesarios para poder realizar y alcanzar un sueño como lo es el terminar nuestra carrera profesional.

Por último y no menos importante especial a todas nuestros familiares que estuvieron presentes apoyándonos no tan solo económicamente si no también física y moral, con sus palabras de aliento y sus esperanzas depositadas en nuestros intelectos y aptitudes y también queremos agradecer a todas aquellas personas que estuvieron presentes y nos apoyaron durante los momentos más difíciles.



## CONTENIDO

|                                       |       |
|---------------------------------------|-------|
| Objetivos -----                       | 1     |
| Introducción -----                    | 2     |
| Refinación oro-----                   | 3     |
| • Introducción -----                  | 4     |
| • Resumen del proceso -----           | 5     |
| Proceso de refinación-----            | 6     |
| • I tipo de residuo -----             | 6     |
| • II mezcla con agua regia -----      | 7     |
| • III digestión -----                 | 7-10  |
| • IV filtrado -----                   | 10-11 |
| • V eliminación del acido -----       | 11-12 |
| • VI precipitación del oro-----       | 12-13 |
| • VII filtrado -----                  | 14    |
| • VIII fundición -----                | 14-15 |
| • VIII haciendo un grano de oro ----- | 16    |
| Química -----                         | 17-19 |
| Seguridad -----                       | 20-22 |
| Campanas de extracción-----           | 22-23 |
| Prueba del oro-----                   | 24-25 |
| Refinación plata -----                | 26    |
| • Resumen -----                       | 27    |
| • Introducción -----                  | 27-28 |
| • Resumen del proceso-----            | 28-29 |
| Procedimiento -----                   | 29    |



|                                   |       |
|-----------------------------------|-------|
| • Disolviendo el desperdicio----- | 29-32 |
| • Separación de cloruro-----      | 32-37 |
| Practica segura -----             | 38-39 |
| Lista de materiales -----         | 39-40 |
| Utilería y equipo -----           | 40-42 |
| Control de contaminantes -----    | 43-44 |

## **Objetivos**

Con el propósito de dar a conocer un procedimientos para poder alcanzar un refinación exitosa no solo del oro sino también de la plata, nos hemos atrevido a realizar este escrito para dar a conocer cada paso que conlleva la refinación de oro y plata, siempre teniendo en cuenta la seguridad durante cada proceso de este, y aclarando de toda la utilería necesaria para alcanzar este propósito.

Enriquecer con los conocimientos básicos que conlleva hacer una refinación.

## Introducción

Se podría decir que la minería es tan vieja como la humanidad misma, como comprobar esto, es cuestión de analizar los utensilios de caza que utilizaban nuestros ancestros, obsidianas talladas para alcanzar un mayor nivel de apuntamiento.

Como forme fue evolucionando la humanidad, la minería lo hizo de la mano entrando un poco a la metalurgia y de esta manera poder moldear con mayor facilidad los metales para poder utilizar ya sea como utensilios de comida o como un arma de guerra e incluso como utensilio para realizar una curación de algún tipo de enfermo.

Hoy en día podemos contar con las tecnologías más avanzadas para la obtención de un mineral, y de esta manera obtener un producto final ya sea un metal precioso o una gema, podemos encontrar grandes empresas internacionales tales como Grupo México, Panamericana Silver CO, entre otras pero también debemos resaltar que no solo existe la minera a grande escala también existe una minería a pequeña escala y de este modo existen las personas que obtiene metales de manera más pequeña como lo son los gambusinos, estas se encargan de encontrar metales en ríos, cuencas, montañas e incluso e minas abandonadas.

Al no ser como las grandes empresas estas personas se las tienen que ingeniar para poder refinar su producto y de esta manera tengo un valor comercial más alto.

Para ellos veremos los procedimientos de refinación de dos metales, tal vez los más comunes y conocidos por las personas en el planeta que es el caso del oro y la plata.



## **Refinación de oro a pequeña escala**

## INTRODUCCIÓN

Esta disertación es una descripción de métodos de refinación para el oro que han evolucionado en un periodo de 10 años de trabajo, pero que ha sido constante.

La descripción de los métodos está limitada a la recuperación de oro solamente de los residuos de una ley alta tales como la joyería, derrames de máquinas de fundición, depósitos de joyería y moliendas, etc. Dicho material contiene normalmente de 20% a 70% de oro, la mayor parte de 30% a 50%.

Es bien sabido que la técnica del agua regia aquí descrita no es el único método. Tal vez no es el mejor, y por el bien de la experiencia de las celdas electrolíticas para la refinación de metales preciosos estas han sido examinadas. Probablemente son muy similares a las celdas utilizadas por grandes refinadoras profesionales. Estos métodos electrolíticos eliminan algunos de los problemas del método ácido que se describe en la disertación, pero también tiene un conjunto de desventajas que no son adecuadas para lotes pequeños ni para las necesidades individuales de los fabricantes de joyería.

Las cantidades que han sido refinadas van de un rango de lotes pequeños de alrededor de 45 g (1 ½ oz Troy) de oro puro recuperado de 100 g (3 oz Troy) de residuos, a más de 3 kg (100 oz Troy) de alrededor de 6 kg (200 oz Troy) de residuos. Este último está por encima del máximo que es manejado razonablemente con el equipo descrito en la disertación.

La refinación de lotes practicada comúnmente es de 300 a 1000 g (10 a 30 oz Troy) de oro puro recuperado de 600 a 3000 g (20 a 100 oz Troy) de los residuos.

El conocimiento de Química no se requiere para la realización de este trabajo. Sin embargo, para aquellos que si lo tienen. A continuación un resumen del proceso:

## RESUMEN DEL PROCESO

La técnica de refinación de oro descrita es un método químico húmedo bastante antiguo por el cual la lámina de oro se disuelve en agua regia. Esta solución de oro se filtra y desechos del banco de material del joyero, lija de papel, granos del disco de molienda y materiales similares permanecen en el filtro como un lodo sólido junto con cualquier cantidad de plata presente que estará en forma cloruro de plata.

El filtro y el lodo o la capa que se forma se lavan repetidamente con pequeñas cantidades de agua para lavar la solución de cloruro de oro hacia abajo a través del filtro. Otros metales que estaban en la aleación o en la chatarra, los restos como níquel, zinc, cobre y metal están también en la solución la cual es usualmente color verde. Sin embargo, si no contiene níquel o zinc será color amarillo característico del cloruro de oro.

El ácido nítrico del exceso de agua regia utilizado en la digestión es removida ya sea por ebullición o reacción química.



*LA CARGA*

Para recuperar el oro como metal se agrega un producto químico reductor para convertir selectivamente el cloruro de oro en partículas de oro sólido y dejar cloruros de otros metales en forma líquida. Cuando las pruebas muestran que esto está terminado, la solución se filtra y el oro en el filtro se lava completamente. Después de eso el oro limpio se funde y se vierte en moldes.

Los ácidos que se utilizan en el proceso son muy corrosivos y producen gases altamente tóxicos. Apéndice no. 2 menciona las medidas de precaución en la operación del proceso y debe ser estudiada cuidadosamente antes de comenzar cualquier parte del trabajo.



## 1. PROCESO DE REFINACIÓN

### I. Tipo de residuo considerado y tratamiento preliminar

El residuo de oro que está considerado en esta disertación es joyería antigua y el material es de trabajos del banco del joyero, limaduras, recortes, desperdicios de piezas de joyería, polvo de discos de molienda, derrames de fundición, lodo, etc. Se ha encontrado que este material contiene de 20% de oro en desperdicios de banco bastante sucia a más del 70% de oro en lodo. La experiencia indica que la mayoría de las tiendas produce desperdicios de banco que contiene de 30% a 40% de oro.

Las mermas del material que cae al suelo y las mermas del pulido, así como desperdicios similares de baja ley requieren de un tratamiento preliminar extensivo que no está descrito en esta disertación.

El llamado oro verde y el oro blanco de bajo quilataje contiene plata en cantidad considerable y son muy difíciles y casi imposibles de disolver en agua regia, ya que un cloruro de plata insoluble es formado lo cual evita cualquier acción realizada con agua regia. Tales tipos de oro o cualquier aleación de plata deben ser derretidos en varias ocasiones con respecto a su peso de cobre o latón y hechos granos para permitir que se disuelvan. (Ver sección Grano de oro).

Si el residuo contiene material combustible, lo mejor es quemarlo antes de hacer cualquier trabajo. Esto se puede realizar en un sartén poco profundo. El combustible tradicional es alcohol, pero se recomienda usar gasolina de naturaleza no explosiva y se ha encontrado que un tipo de combustible conocido como "Líquido para encendido del carbón" es bueno para realizarlo. Usualmente un cedazo o malla gruesa con 10 mm de apertura se utiliza para separar los residuos finos y solo la parte gruesa se quema. La quemadura es mucho más eficiente si se hace en una malla gruesa sobre otro contenedor de metal apto para esto.

Después de quemarlo es bueno remover todo el hierro con un imán. No hace daño si no se realiza este procedimiento pero se necesita más agua regia si se deja el hierro.

Los pedazos grandes toman bastante tiempo para que el agua regia les haga digestión. Cualquier pieza grande debe ser hecha grano fino como se describe aquí. El lodo debe lavarse bien con agua para remover los residuos de cianuro antes de agregarle el ácido.

## **II. Mezcla con agua regia**

Esta y muchas otras operaciones descritas aquí deberán ser realizadas debajo de una campana extractora de gases eficiente. Los detalles sobre esto son proporcionados en el Apéndice no. 3.

Agua regia es una combinación de ácido nítrico y ácido clorhídrico (el grado industrial se denomina como ácido muriático), se hace mezclando 1 volumen de ácido nítrico concentrado con 4 volúmenes de ácido clorhídrico concentrado.

Si se utiliza ácido muriático, usualmente es más barato pero se requieren porciones diferentes: 1 volumen de ácido nítrico por 4.5 de ácido muriático. Hay razones para errar en la parte de usar más ácido clorhídrico que lo teóricamente requerido que utilizar mucho ácido nítrico.

Las precauciones para mezclar ácidos son muy sencillas. Evitar salpicaduras, proteger los ojos y trabajar en un espacio abierto o debajo de una campana de extracción. Estos se mezclan cuidadosamente.

Ambos ácidos y en especial el clorhídrico emiten gases agrios e irritantes. No se produce calor cuando se mezcla pero el agua regia comienza a emitir gas cloro, el cual se produce lentamente durante varios días. No tapar las botellas de agua regia. Un recipiente cerrado de agua regia puede desarrollar la suficiente presión ejercida por el cloro para estallar. Se debe de guardar en un lugar abierto o en un extractor de gases. El agua regia puede ser utilizada inmediatamente, días, semanas o probablemente meses después de prepararlo.

## **III. Digestión del desperdicio**

El desperdicio se coloca en un recipiente de digestión. El recipiente puede ser utilizado para lotes pequeños. El teflón es apto para condiciones altas de oxidación del agua regia y tolera el calentamiento si se realiza con cuidado.

Para varios lotes se utiliza un matraz Erlenmeyer de 6 litros, o los frascos de vidrio ilustrados son adecuados si son calentados con cuidado. De 1 a 2 kilos de chatarra en un matraz Erlenmeyer de 6 litros es típico, aunque se han tratado hasta 3 ½ kilos. Esta cantidad requiere de una agitación considerable para mantener la reacción y se realiza mejor en un frasco debajo de una campana de extracción completamente ventilada.





*Adición de agua regia*



*Filtro*

La cantidad de agua regia requerida para un lote dado varía y depende de la proporción que es de ácido soluble y la calidad del metal presente. Se ha encontrado que se requieren de 3.5 litros a 5 litros de agua regia por kilo de chatarra, la mayoría de los residuos están en el rango de 4 a 4.5 ml por gramo de chatarra.

Si el desperdicio es de limaduras y polvo de los bancos joyeros, el agua regia reaccionará rápidamente y puede sobre ebulir, así que el ácido deberá ser agregado lenta y cuidadosamente.

El flujo lento y la adición gota a gota pueden ser realizadas en una botella con una salida en el fondo, colocada en una repisa sobre el matraz. Si el agua regia es muy vieja y ya no produce gas cloro, un sifón de un gran contenedor es una manera apropiada de agregar agua regia lentamente.

Si el desperdicio esta en forma de joyería vieja o metal u otras piezas grandes, la reacción será más lenta y se puede verter una cantidad considerable de agua regia en la chatarra. Se advierte sobre los cuidados mientras la reacción se vuelve más lenta para empezar y después de unos minutos se vuelve muy,



muy activa. El frasco se pondrá demasiado caliente, lo cual incrementa la velocidad de la reacción.

Cuando hay joyería con diamantes, rubíes, zafiros y gemas similares resistentes a los ácidos, estos pueden dejarse ahí y recuperarse a través del filtro.

La reacción del agua regia con los metales de desperdicio produce óxidos de nitrógeno. Algunos de estos son entre color rojo y marrón, y otros son incoloros pero tan pronto toman oxígeno al alcanzar el aire se tornan color rojo marrón. Estos gases son agrios y demasiado tóxicos; se disuelven muy fácil en agua y soluciones causticas; son más pesados en el aire y la digestión en agua regia debe ser realizada en una campana de extracción.

La práctica preferida es agregar agua regia al lote en dos o tres adiciones separadas. Alrededor de la mitad o tres cuartos de la cantidad de agua regia se agrega y la mezcla se mantiene por un tiempo. Agitarla en ocasiones es bueno, en especial con el material finamente dividido.

Cuando los gases cafés no brotan más y las burbujas de la solución se detienen, normalmente se agrega un poco de ácido clorhídrico. A veces se ve una nueva aceleración de la actividad, habiéndose agotado el ácido clorhídrico original dejando disponible un poco de ácido nítrico sin utilizar. El exceso de ácido clorhídrico no es dañino. Si no aparecen más gases cafés el líquido se vierte cuidadosamente en un contenedor de plástico o vidrio, cuidando que no se altere el material sólido en el recipiente de la reacción.

Se agrega más agua regia como antes y el ciclo se repite hasta que la adición de agua regia fresca no produzca reacción alguna, como los gases cafés o burbujas.

Debe agregarse el agua regia suficiente para disolver todo el oro, sin embargo, el exceso de agua regia que se requiere para lograrlo debe ser removido después, por lo que los altos excesos deben evitarse.

A partir de la última reacción es mucho más lento y es deseable que se entibie la solución y se agite regularmente, pero el agua regia no debe ser calentada al punto de ebullición. Si se caliente de más, producirá gases cafés porque está demasiado caliente, esto desgasta el ácido y oscurece el final de la acción solvente.

La reacción también se vuelve lenta casi al final debido a que la cantidad de sedimento fino presente, tiende a restringir el contacto entre el agua regia y el oro sin disolver, por lo que una agitación más frecuente, sirve de ayuda.

Cuando las piezas de joyería o piezas de metal más grande están siendo disueltas casi siempre parece que la joyería no está siendo atacada porque aún está en su forma original, sin embargo tales piezas usualmente se desmoronan si se aplastan con una varilla agitadora.

La mayoría de las aleaciones de joyería contienen plata y el agua regia disuelve el oro y otras aleaciones de metales dejando el cloruro de plata insoluble como residuo en el tamaño y forma original. Es bueno romperlas ya que puede que estén aun sin disolver y que se disolverá más rápido si es expuesto.

Cuando es aparente que la reacción se completó, la solución debe ser enfriada a temperatura ambiente.

#### **IV. Filtrado**

El agua regia ahora contiene cloruros de distintos metales (y posiblemente nitratos) en la solución y cloruro de plata insoluble así como mucho material no deseado en el sedimento, y la mezcla una vez enfriada debe filtrarse. La razón de enfriamiento es que el cloruro de plata, aunque sea insoluble en agua, es ligeramente soluble en ácidos fuertes y la solubilidad es menor con ácidos fríos. La plata es probablemente el mayor constituyente sin oro del oro refinado por medio de este procedimiento; aunque algunos ensayos se han realizado, estos han mostrado consistentemente de 996/1000 de oro.

Las soluciones de agua regia se filtran con un filtro de embudo Buchner y un matraz de vacío de 4 litros. Dos tamaños de embudos se han utilizado, uno pequeño de alrededor de 125 mm de diámetro y una más grande de más o menos 250 mm de diámetro.

Los estudios han mostrado que los discos de papel que se utilizan usualmente en estos filtros por los químicos tienden a flotar cuando el filtro se llena de líquido, pero los filtros para café obtenido de hoteles o restaurantes han probado su eficacia. Estos deben ser lo suficientemente grandes para cubrir la parte de fondo y los lados del filtro, se insertan secos y después se humedecen completamente con agua y se asientan y presionan con firmeza en las esquinas para evitar arrugas y fugas al vacío. Dos pliegos de papel de filtro son utilizados para ayudar la filtración y evitar el escape.

El vacío se produce por medio de una bomba de agua disponible a los suministradores químicos de laboratorio. Bombas de plástico y no de metal, son las que deben usarse, ya que los gases ácidos de agua regia se filtran rápidamente, se reduce la habilidad de bombeo de una bomba de metal. Por la misma razón las bombas mecánicas al vacío no se recomiendan a menos que sea provista con trampas eficientes de los vapores ácidos.



El filtrado es generalmente limpio y claro. Sin embargo, algunos de los sólidos pasan a través del primer filtrado, entonces se debe parar mientras se espera y el líquido regresa para ser re filtrado. Usualmente el líquido será claro y limpio.

Los procedimientos de filtrado son más rápidos, si la parte más clara del agua regia se decanta en el primer filtro. Cuando el lodo y los sólidos llegan al filtro, el proceso normalmente se vuelve lento. Todos los sólidos deben ser lavados en el filtro con una corriente pequeña de agua. Una botella de lavado es útil para esta operación.

Cuando el filtrado se completa, el papel y el lodo deben ser lavados con repetidas cantidades de agua. Todo esto para sacar toda la solución de cloruro de oro del filtro y el lodo en el líquido.

El papel filtro ahora contiene material no deseado y cloruro de plata. Se recomienda que se seque y se guarde hasta que se acumulen al menos 30 galones. La plata y cualquier residuo de oro pueden recuperarse por separado o mandar el material a una refinadora.

El líquido filtrado usualmente es color verde claro, debido al níquel y al cobre, etc. Si solo el cloruro de oro estuviera presente, sería color amarillo.

La solución filtrada se vierte en un recipiente de plástico para los siguientes pasos para eliminar el exceso de ácido nítrico y precipitar el oro.

## **V. Eliminación del ácido nítrico**

El exceso de agua regia que se agregó para asegurar la solución de todo el oro, esta desde luego, aun en la solución en esta etapa y debe ser eliminada para permitir que se precipite el oro.

El procedimiento clásico para la eliminación del ácido nítrico es ebullición repetidamente cerca del secado con la adición de ácido hidroclorehídrico con ácido sulfúrico cerca del final. Este es un largo proceso y requiere de paciencia.

Hay diferentes métodos químicos para eliminar el ácido nítrico. Estos han sido considerados después de extensivos experimentos con varios de ellos, el uso del bisulfito de sodio fue seleccionado como el tipo de proceso más práctico descrito aquí.





*Transferencia del sedimento*



*Filtro lavado libre de oro*

El bisulfito de sodio ( $\text{NaHSO}_3$ ) también usado como meta bisulfito de sodio ( $\text{NaS}_2\text{O}_5$ ) tiene como ventaja que el trabajo se hace en frío y con el cuidado necesario no surgen gases agrios, en común con otros materiales considerados, el oro también se precipita.

El bisulfito de sodio tiene una solubilidad de 44% en agua y una solución de 37% a 40% puede conseguirse en una o dos horas con un agitación ocasional. Es preferible no calentar esta solución.

La solución se coloca en un estante y se inyecta en la solución de agua regia por medio de un tubo de vidrio de diámetro pequeño. Un simple sifón y una llave de cierre funcionan perfectamente para transmitir y controlar el flujo de la solución, la adición preferida va de los 250 a los 300 ml por minuto.

El procedimiento usual es verter la solución de agua regia filtrada en una cubeta de 5 galones y diluir con al menos la cantidad equivalente de agua. Si se liberan gases marrón cuando se agrega el bisulfito se agrega la solución probablemente muy concentrada, y deberá ser diluida. La solución debe ser agitada vigorosamente durante la adición del bisulfito de sodio.

Puede producirse gas incoloro, esto probablemente sea óxido nitroso. El punto final para la eliminación del ácido es determinado por el comienzo de la precipitación del oro cuando las partículas de oro se vuelven visibles en la superficie de la solución.

## **VI. Precipitación del oro**

El método clásico de la reducción de cloruro de oro en solución a oro sólido es agregar caparrosa a la solución. Caparrosa es un nombre antiguo para el sulfato ferroso, una sustancia química mucho más barata. Muchas otras sustancias químicas reducirán también el cloruro de oro, pero como el bisulfito de sodio ya ha sido utilizado para eliminar el ácido nítrico es más conveniente simplemente continuar agregando esto a la solución para precipitar el oro.

La precipitación del oro puede ser vista como una nube de partículas en la solución. El punto final de la precipitación es difícil de percibir, algunos indicadores pueden ser notados en la densidad de la nube de partículas de oro. La solución será más clara y notablemente menos amarillenta especialmente si una gota es vista en una superficie de loza blanca de china. Esto debido a que



el cloruro de oro amarillo sale y el verde de los otros cloruros permanece. Se requiere de cierto cuidado durante el trabajo de la precipitación del oro. Deben observarse las señales y probar la solución constantemente para evitar grandes excesos de bisulfito.

Una prueba rápida y satisfactoria para el oro en solución se describe en el Apéndice No. 4.

Cuando todo el oro se ha precipitado de la solución, si se agrega algún exceso de bisulfito de sodio, se liberará dióxido de sulfuro de la solución y tendrá un hedor diferente del calentamiento del sulfuro. Para evitar esto debe agregarse bisulfito cuidadosamente y debe realizarse lentamente hasta el punto final.

El hedor del dióxido de sulfuro, puede ser utilizado como una de las señales para identificar que la precipitación se ha completado.

El problema que ocurre cuando se agrega demasiado bisulfito es que el cloruro de cobre, el cual es muy soluble en forma de cloruro de cobre, se reduce por el exceso de bisulfito en cloruro cuproso, el cual forma un precipitado blanco. La experiencia limitada con este contaminante ha mostrado que eso reducirá un poco la calidad del oro y afectará su color.

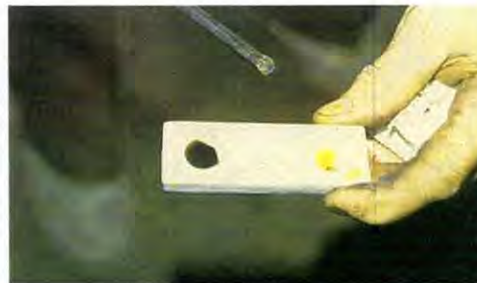
Si el cloruro cuproso está presente, hará del derretido del oro una experiencia memorable. Nubes densas de gases blancos sofocantes harán que todas las personas salgan del horno de gas rápidamente.

Tan solo un exceso de bisulfito se requiere para causar un efecto colateral no deseado, y es percibido que las ventajas de no ebullición y no emitir gases color marrón hacen que valga la pena utilizar bisulfito aun cuando se está trabajando con grandes volúmenes de líquidos y ciertos cuidados que son requeridos en el punto final.

Si por error se forman algunos cristales de cloruro cuproso, estos pueden removerse después como se describe en el reporte.



*Precipitación de oro*



*Prueba de oro*

## **VII. Filtrado**

Cuando se desea eliminar el oro de la solución se debe dejar reposar por varias horas si es posible durante la noche ya que esto facilita el filtrado subsecuente. Aunque el oro es pesado y la mayoría de lo que contiene se asienta rápidamente, algunas partículas son muy pequeñas y requieren tiempo para asentarse en el fondo.

En el interés de reducir el tiempo y la agravación de muchos filtrados, la porción superior clara de la solución se puede decantar y solo las pocas pulgadas cerca del fondo se ponen en el filtro. Un simple sifón removerá la porción de líquido de encima lentamente sin revolver las partículas de oro. Las pocas pulgadas de líquido que hay en el fondo se vierten a través del filtro manteniendo el oro por un tiempo en la cubeta.

Los mismos filtros de Buncher y el mismo tipo de filtro y papel son usados para el oro de manera previa para filtrar el agua regia. El oro es lavado con repetidas y pequeñas cantidades de agua hasta que el agua proveniente a través del filtro sea clara e incolora. El oro en la pala se cubre con ácido clorhídrico concentrado y se remueve completamente. El ácido se agrega al filtro y el tratamiento se repite varias veces, seguido de un continuo lavado con agua. Este tratamiento removerá las pequeñas cantidades de contaminantes incluyendo el cloruro de cuproso.

Cuando el oro ha sido tratado con ácido hidroclohídrico y lavado completamente, está listo para transferirse al filtro. Un raspador de cocina suave ayude a remover el oro del filtro y un chorro de agua pequeño es muy útil para limpiar hasta las últimas partículas dentro del filtro. Con frecuencia se adhiere el oro a las paredes de la cubeta, esta puede ser tallada con un cepillo rígido y lavado en el filtro con el chorro de agua. Cuando todo el oro está en el filtro, la bomba de vacío debe utilizarse por un rato hasta conseguir que el oro esté lo más seco posible.

## **VIII. Fundición de oro**

Cualquier horno de gas o eléctrico que se utiliza normalmente para la fundición de oro o producción de aleaciones, puede ser usado para la fundición del precipitado de oro.

El crisol no es esencial y puede ser seleccionado para sustituir el horno de fundición. Sin embargo el crisol debe ser limpiado y guardado únicamente para fundir el oro.

Una cuchara ordinaria es conveniente para cambiar el oro al crisol y debe trabajarse sobre una superficie suave y limpia para que no se pierdan ninguna



partícula salpicada. Cuando el filtro está completamente vacío, el papel y los restos de oro se vacían en el crisol. El papel debe presionarse firmemente.

Cuando el oro se esté fundiendo el papel del filtro se quemará y dejara algunas partículas de oro adheridas al crisol. Usualmente se quema lentamente porque la flama del horno en la temperatura requerida para fundir el oro no tiene exceso de oxígeno. Con el tiempo se terminará de quemar. Los fundentes no son usualmente requeridos, pero si en la capa superficial aparece un pequeño bórax entonces se puede necesitar. Sin embargo el papel de filtro puede quemarse rápidamente agregando una pequeña porción de nitrato de sodio (1/4 de cucharada o menos). Cuando se agrega en un crisol caliente el papel se quema con una flama deslumbrante.

Los residuos de estos flujos suelen ser muy líquidos y no se pueden eliminar fácilmente. Si es necesario remover, una varilla de grafito es usada para sumergirse en los residuos que se quedan como grumos adheridos en la varilla.

Cuando el oro se funde bien y rápido, se puede verter en el molde. El molde debe ser ahumado con una flama de hollín y rociado con líquido de separación de silicona. A veces se recomiendan recubrimientos de aceite mineral pero suelen decolorar el oro.

El molde debe estar tibio y seco. Un molde frío puede tener partes húmedas y verter el oro fundido vertido así, puede crear la erupción más sorprendente, costosa y potencialmente dolorosa.



Lavando oro precipitado



Oro granulado

## **IX. Haciendo un grano de oro**

Si el oro se usa para aleación, hacerlo es más conveniente en forma de grano que en forma de barra.

Se han utilizado diversos métodos para hacer un grano. En este trabajo el oro fundido se vierte lentamente en un recipiente de agua que tenga un chorro de agua en forma de abanico que pasa a través del recipiente alrededor de una pulgada por debajo de la superficie. El exceso de agua fluye sobre la parte superior del recipiente.

Para ayudar lentamente a la caída del metal y prevenir la aglomeración del grano, se ajusta un deflector de metal inclinado. Todo ello se ilustra en la figura No. 10.

Finalmente el grano de oro debe ser generosamente secado; en este trabajo un asador eléctrico ha proporcionado un buen servicio para dicho propósito.

### **BIBLIOGRAFÍA**

Para descripciones generales de métodos electrolíticos de plata y oro puede encontrar varios textos en electroquímica, electro refinación, etc. Estos métodos no son nuevos, habiendo sido realizados en el cambio de siglo o antes.

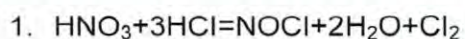
## QUÍMICA

Agua regia, el "Agua Real" de las antigüedades era llamada así porque podría disolver oro que resiste otros ácidos y solventes. Su uso en una u otra forma probablemente nos lleva a Pliny, 77 A.C., o tal vez mucho antes.

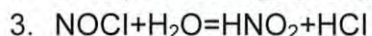
Las sustancias químicas mencionadas aquí y su condición usual de cómo se encontraron es la siguiente:-

HNO<sub>3</sub> Ácido nítrico-solución  
HCl Ácido hidrociorhídrico- solución  
NOCl Agua regia- solución  
H<sub>2</sub>O Agua- líquida  
Cl<sub>2</sub> Cloro- gas  
HNO<sub>2</sub> Acido nitroso-solución  
Au Oro-sólido  
AuCl<sub>3</sub> Cloruro de oro- solución  
NO Óxido nítrico-gas  
O<sub>2</sub> Oxígeno- gas  
H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> Ácido sulfuroso-solución  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Ácido sulfúrico- solución  
NaHSO<sub>3</sub> Bisulfito de sodio o ácido sulfito de sodio- solución  
Na<sub>2</sub>SO<sub>5</sub> Metabisulfitos de sodio- sólido  
Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> Sulfito de sodio- sólido  
CuCl<sub>2</sub> Cloruro cúprico-sólido  
CuCl Cloruro cuproso- sólido  
NH<sub>4</sub>OH Hidróxido de amonio- solución

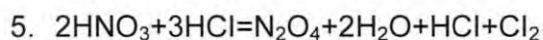
La ecuación química para la formación de agua regia es:-



En el procedimiento práctico se usa un volumen de ácido nítrico de laboratorio con cuatro volúmenes de ácido clorhídrico de laboratorio proporciona entre una y 3 cantidades en la ecuación. La mezcla de uno de ácido nítrico con tres de hidrociorhídrico resulta en reacciones químicas no deseadas.



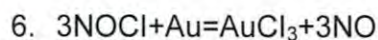
Si los componentes aparecen la izquierda o derecha de cualquiera de las ecuaciones descritas se cancelan y los resultados se combinan, se obtiene un antes y después con la siguiente ecuación:-



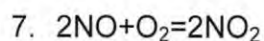


Y esto no contiene agua regia. Esto da un énfasis teórico a la importancia de ser cuidadoso con el exceso de ácido nítrico. La ecuación de arriba está cerca de 1 a 3 mezclas por volumen. Las reacciones de descomposición son demasiado lentas.

La reacción del agua regia con oro es:-



El óxido nítrico no es estable en el aire pero se combina rápidamente con el oxígeno formando gases acros color marrón de óxido nitroso ( $\text{NO}_2$ )

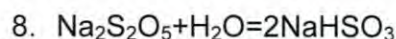


La reacción con oro es muy rápida. La solución normalmente se entibia y la reacción es más rápida conforme se va calentando.

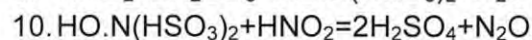
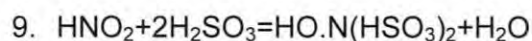
Las reacciones entre agua regia y otras aleaciones de metales en oro y el desperdicio son similares. La mayoría de estos metales se disolvería ya sea con ácido nítrico o ácido clorhídrico o ambos si no están en aleación con oro.

Sin embargo, la plata forma un cloruro insoluble que puede formar una capa delgada pero tenaz en la superficie del objeto. Esto se convierte en una barrera efectiva para el agua regia. Lo que sea que contenga más de 10% a 15% de plata se disolverá muy lento o no lo hará. El oro verde tiene alto contenido de plata y se disuelve con bastante dificultad.

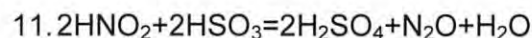
El bisulfito de sodio comprado normalmente está en forma de metabisulfito y cuando se disuelve pasa lo siguiente:-



La destrucción del exceso de ácido nítrico o el exceso de agua regia por medio del bisulfito de sodio no se proporciona en varios textos químicos que han sido investigados. Sin embargo, se proporciona una reacción similar para ácido nitroso con ácido sulfúrico en Mellor de la forma siguiente:

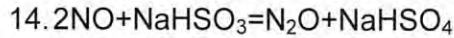
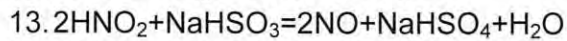


Si se suma esto algebraicamente se obtiene la siguiente ecuación final:-

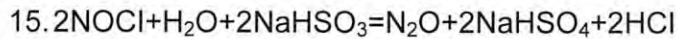


Nuestra experiencia en las sales de ácido sulfuroso como el sulfito de sodio y el ácido sulfito de sodio indican que estas actúan de forma similar con agua regia.

Nuestras observaciones indican que la siguiente secuencia probablemente es lo que ocurre:-



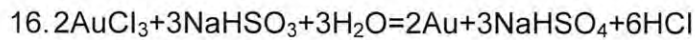
La suma algebraica nos da la condición final-



El óxido nítrico ( $\text{N}_2\text{O}$ ) que se forma es incoloro, bastante estable y de alguna forma es un gas soluble mejor conocido como el gas de la risa. Es un elemento mucho menos deseable que el óxido nitroso color marrón.

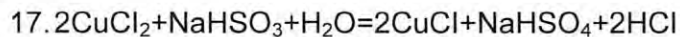
En la experiencia actual a menos que el bisulfito se agregue lentamente y a menos que el agua regia, el oro y la solución de cloruro de metal se diluyan, el óxido nítrico ( $\text{NO}$ ) en la ecuación 13 se escapa antes de que haya tiempo de pasar a la ecuación 14. Y esto forma entonces óxido nítrico ( $\text{NO}_2$ ) conforme a la ecuación 7. No hay un daño técnico en esto, solamente el nacimiento/brote de gases acres.

Cuando se acaba el exceso de agua regia el bisulfito comienza a reducir el cloruro de oro.



Las partículas de oro pesadas se hunden en el fondo rápidamente mientras se está dando la reacción.

Cuando el material blanco insoluble sale junto con el oro es probable que el cloruro cuproso haya sido reducido del cloruro cúprico. Tal reacción sería la siguiente:-



Esto se forma cuando se agrega mucho bisulfito y se cree que el agregar muy rápido la adición de bisulfito es un factor en la formación de cloruro cuproso. Si está presente, este se disolverá en un ácido hidroclorehídrico. Este también se disuelve en hidróxido de amonio formando una solución azul espesa.

Las observaciones indican que el sulfito de sodio produce más activamente el cloruro cuproso que el bisulfito. Cuando el gas de dióxido de sulfuro se usa como agente reductor rara vez o nunca se forma. Dióxido de sulfuro puede ser utilizado para eliminar el exceso de agua regia así como para precipitar el oro. Sabemos de una gran refinería que hace eso como una cuestión de rutina. Es bastante lento y más costoso que el bisulfito.

Se cree que es posible que la presencia del sodio en el bisulfito pueda ser un factor en la formación del cloruro cuproso.



## SEGURIDAD

Los materiales involucrados en estos procesos no son algo que los expertos en Química y Metalurgia, consideran como especialmente peligroso. De cualquier forma son ácidos fuertes y producen gases acres y soluciones que pueden quemar y manchar gravemente la piel. Estos merecen respeto. Se involucran materiales muy valiosos por lo que es importante tener el equipo y procedimientos establecidos para evitar la pérdida.

Los ácidos que se utilizan, nítrico e hidroclorehídrico son volátiles y emiten gases y deben ser detenidos para mantenerlos fuera de las áreas de trabajo. Estos ácidos, en especial el hidroclorehídrico emiten gases cuando se vierten para las medidas y las mezclas. Esto corroe el equipamiento y dificulta la respiración y esto debe ser realizado en una campana de extracción o en un lugar abierto.

Si los ácidos salpican la ropa se formarán hoyos y producirá manchas aunque no será de forma instantánea. El ácido en la piel descubierta hará marca y quemará rápidamente, aunque tampoco instantáneamente, y las salpicaduras deberán ser lavadas inmediatamente con agua. Las precauciones razonables son usar guantes, ropa de trabajo y zapatos, y usar lentes o goggles siempre ya que una salpicadura en los ojos puede ser seria. Las regaderas de emergencia y lavado de ojos son requeridos en donde se lleva a cabo este tipo de trabajo. El equipamiento puede ser un requerimiento oficial en la mayoría de los lugares.

Una o dos cajas de bicarbonato de sodio deben guardarse a la mano porque neutraliza efectivamente el ácido que se salpica al piso y la ropa. En sí mismo es inofensivo. Sin embargo es muy fuerte y no debe ser utilizado para los ojos.

El ácido hidroclorehídrico y el nítrico se mezclan lentamente sin salpicar sin importar cuál ácido se vierte sobre el otro.

El agua regia, tan pronto como se mezcla comienza a emitir gas cloro. Hace esto lentamente durante varios días. El cloro es uno de los gases más tóxicos y no debe ser inhalado (hay mucho malestar al respirar la emisión del agua regia que en cierta área sería normalmente vaciada antes de que cause algún daño a la vida).

El contenedor de agua regia debe ser vidrio o plástico. El metal no lo soportará, solamente el tantalio pero es muy costoso. El contenedor debe estar abierto o ventilado para permitir el escape del cloro. Una forma conveniente de ventilar el cloro es un corcho equipado con un tubo y una pequeña manguera de hule para ventilar la pila.

Aunque el agua regia fría no ataca rápidamente el plástico, el teflón es el único plástico realmente resistente al ataque oxidante del agua regia.



Los gases generados durante la digestión del agua regia son tóxicos pero son tan acres que su presencia se detecta rápidamente. Una buena campana de extracción con una corriente móvil de aire dirigida a la pila o a lavadero se requiere para esta operación. Todos los gases producidos en el proceso son más pesados que el aire pero serán vaciados por medio de una campana de extracción diseñada adecuadamente.

El cloruro de oro se forma cuando el agua regia digiere el desperdicio de oro. Tiene propiedades fotoquímicas similares a las propiedades de las sales de plata utilizadas en la fotografía. Pequeñas cantidades de esta solución serán suficientes para manchar la piel. Cualquier trabajo realizado con esta solución resultará casi seguro con las manos manchadas color morado oscuro. La mancha aparece horas después del contacto. No es peligroso, solamente es muy visible. Esto se previene usando guantes de hule consistentemente.

Las manchas de oro en la piel pueden removerse lavando con blanqueador de hogar, pero los efectos a largo plazo del contacto repetido con esta sustancia no son conocidos.

Es esencial que los crisoles para el fundido sean secados completamente antes de calentarlos en el horno de fundición. Si no son secados propiamente suelen desintegrarse de forma explosiva en el horno. Como esto ocurre en el horno esto es raramente peligroso pero es muy ruidoso y costoso.

Todas las varillas de agitación y las pinzas deben ser calentadas completamente antes de ponerlas en el crisol. Una herramienta fría en metal muy caliente resulta en una expulsión de metal muy fuerte.

Se vierte el metal molido solo cuando los moldes están completamente secos y calientes. Pequeñas cantidades de humedad pueden crear vapor instantáneamente y brotes explosivos del metal molido con fuerza dinámica.

Un par de lentes oscuros ayudarán mucho para observar el progreso del fundido y también protegerán los ojos. La fuerza usada por operadores de los hornos industriales o soldadura eléctrica son satisfactorios.

La protección de los ojos es realmente necesaria. Los accidentes en el trabajo de fundido son muy raros, pero el metal caliente en los ojos puede causar daño severo y permanente.

Un par de lentes resistentes al calor o manoplas son necesarios para el bienestar. Hay suficiente calor radiante para guantes de cuero. Camisas de mangas largas y zapatos decentes son precauciones razonables para las salpicaduras de metal caliente.

Aunque hay una posibilidad de explosión si los metales molidos se vierten en superficies húmedas, esto no representa un peligro cuando se vacía en

volúmenes grandes de agua para hacer un grano. Bajo dichas condiciones el metal no puede atrapar el humo debajo por lo que no brota.

Un chorro de agua activo ayuda a romper el vapor de la molienda y lo hace más seguro. El metal debe vaciarse lentamente. Esto tal vez no sea cierto siempre, que el desperdicio a veces salpica cuando toca el agua.

Es sentido común utilizar protección para los ojos en este trabajo.

Esto no se trata de la seguridad personal pero de las salpicaduras de solución de oro las cuales pueden ser muy costosas y vale la pena tener eso en cuenta. Los contenedores para esto normalmente son de vidrio y en algún momento se quebrarán.

El piso de la campana de extracción debe ser resistente al ácido y volcarse hacia una trampa o a una captación de plástico para que cualquier salpicadura de la solución de oro no se pierda permanentemente.

Los lavaderos, mesas y pisos hechos de vidrio se cubren con almohadillas, forros o cubiertas permanentes de hule o plástico suave.

Inspecciona todo el material de vidrio regularmente para cualquier quiebre. Se debe golpetear el recipiente ligeramente cuando está siendo lavado para revelar los quiebres ya que el sonido diferente de un contenedor puede indicar que ya no es un buen contenedor.

### **CAMPANAS DE EXTRACCIÓN**

El proceso de agua regia tiene como desventaja la producción de diferentes tipos de gases químicos y todos son desagradables y otros tóxicos. El problema de manejar volúmenes considerables de estos gases cuando se refinan lotes grandes de desperdicio de oro hace que los métodos electrolíticos más lentos sean más atractivos para las grandes refinerías.

Los pequeños lotes mencionados en este reporte pueden manejarse en una campana de extracción de un laboratorio químico ordinario. La campana debe ser lo suficientemente profunda para llevarse los gases pero lo suficientemente superficial para trabajarlo con las manos. Si es posible debe haber suficiente espacio para uno o dos platos grandes en forma de disco y un área para mezclar el agua regia. Una esquina para realizar la precipitación del oro es deseable debido a los gases de dióxido de sulfuro que pueden liberarse.

La campana usada en este trabajo tiene un área principal de 2 ½ pies de profundidad por 5 pies de largo con una sección en forma de L de 2 ½ pies de profundidad por 1 ½ pies, en uno de los extremos para mezclar y guardar el agua regia. El área de trabajo normal es de 2 ½ por 2 ½ pies y se utiliza para la digestión del oro con agua regia.



El máximo posible de la apertura frontal es de 2 ¼ pies de alto por 4 ½ de largo. Para remover bien los gases usualmente se reduce a 2 ¼ pies de alto por 2 ½ de largo de apertura hacia el área de trabajo. En algunos casos de humaredas pesadas y extensivas se baja una puerta parcial para reducir la apertura a 1 pie de alto por 2 ½ de largo. El conducto por el cual el aire y los gases se extraen es de 10 por 12 pulgadas. La altura vertical es solo de ocho pies, lo cual es muy bajo para crear una corriente natural y uno efectivo se produce por el uso de un extractor externo económico. Este arreglo y las dimensiones esenciales se muestran en la figura No. 11.

A la escala del trabajo requerido, no se han detectado gases o olores excepto cuando los rangos de la reacción se han vuelto excesivos.

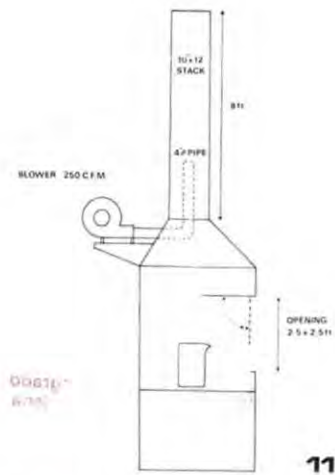
Se ha encontrado que las plantas de plátano son más sensibles a estos gases ácidos y una pequeña ranura en el área inmediata de la pila provee un monitor útil de la efectividad de control de gases, produciendo buenos ajustes.

Si se requiere una campana más grande lo siguiente puede ser de interés.

Una campana de laboratorio químico con 2 ½ por 6 pies en la apertura frontal y 18 pulgadas de diámetro, 12 pies de alto, el estante funciona bien con gases densos. El abanico extractor tiene un motor de 1 ½ caballos de fuerza y 3 ½ pulgadas por 4 pulgadas del tubo de escape en la pila.

El ventilador opera con presión alta comparado con el mencionado previamente, pero se usa ocasionalmente; la corriente natural puede ser suficiente. El hecho de que un plato grande y caliente en la campana este en constante uso probablemente es lo que ayuda a este flujo natural. Dicha campana de extracción ha sido usada regularmente por varios años.

Un rociador de agua en el sistema del conducto puede ser de ayuda para reducir la emisión de gases y un rociador de solución de sosa cáustica con una pequeña bomba de recirculación, aún más. Aun mejor sería una torre equipada con una montura u otras formas y un sistema de solución de la sosa cáustica. Una refinería en Texas ha estado usando un sistema casero por algunos años. Se recomienda en todos los casos profesionales calificados o un aviso oficial debe ser obtenido antes de hacer un compromiso mayor con estos procesos.



*Campana de extracción*

## PROCEDIMIENTO PARA LA PRUEBA DEL ORO

Se necesitará:-

20 o 30 gramos de cristales de cloruro de estaño

20 o 30 gramos de hojalata pura- la forma física no es importante

Un poco de ácido hidrociorhídrico

Un plato spot, es decir, como un plato de porcelana blanca con pequeñas cavidades o algo similar

Un gotero de 30 a 50 ml- Esto tiene una ranura en el tapón de vidrio para dejar que el líquido salga gota por gota.

Poner 1 o 2 gramos de cristales de cloruro estaño en un gotero y agregar uno o dos gramos de hojalata. Llenar  $\frac{3}{4}$  con agua y agregar alrededor de 30 gotas de ácido clorhídrico.

Se formará un líquido lechoso y eso quiere decir que está listo para usarse. La hojalata se disuelve lentamente y mantiene la solución en condición. La solución tiene una vida limitada de algunos meses tal vez, pero vale la pena el riesgo de tenerlo a la mano.

Checar la solución con regularidad con una pequeña botella de solución de oro. Una pieza pequeña de oro de 2 a 2.5 gramos se disuelve en una pequeña cantidad de agua regia y se lava en una botella pequeña con pocos mililitros de



agua. Esto es una prueba para comprobar que el cloruro estaño no se ha vuelto inefectivo.

La solución de oro puede ser utilizada si el oro se pesa y se diluye cuidadosamente con las medidas de agua para hacer series de solución de oro estándar fuerte y débil. Estos pueden ser útiles si uno desea comparar para ver la cantidad aproximada de oro en la muestra de la solución.

La prueba del cloruro de estaño se hace sumergiendo una varilla de vidrio o plástico en la solución para probar y transferir una o dos gotas en una de las cavidades en el plato spot.

Utilizando el gotero, se coloca una gota de la solución de cloruro estaño en la muestra en una de las cavidades. Si hay oro presente cambiará a un color muy oscuro. Un ligero oscurecimiento indica que hay oro. Si no contiene oro no habrá cambio más que lo causado por la dilución mutua de ambos líquidos.

La práctica es que cuando la primera prueba del día no muestra oro, se confirma agregando una gota de solución de oro estándar. Después se muestra un color oscuro del cloruro de estaño y significa que está bien, si es incoloro significa que la solución de la prueba se perdió.

Descartar la solución de oro que ha sido probada que no tiene oro por muy vieja y utilizada que sea, puede ser muy costosa.

## **Refinación de plata a pequeña escala**



## RESUMEN

El proceso para la refinación de plata proveniente de la chatarra se describe paso a paso con instrucciones sin términos técnicos. El método funciona bastante bien con cantidades de 5 o 6 kilos (y pueden ser más si se utilizan contenedores más grandes). La pureza de la plata refinada es normalmente alrededor de 999 y con un cuidado especial 9999 si es posible.

Se proporciona una lista de equipamiento y suministros que se necesitan. La simple seguridad y las precauciones durante el procedimiento se describen así como las pruebas de control necesarias. Se discuten algunas sugerencias sobre el control de la contaminación.

## INTRODUCCIÓN

La operación de la refinación de oro del autor es en ocasiones material ofrecido que es alto en plata pero contiene cantidades valiosas de oro. La partición usual para tal material es muy sencilla pero el proceso de la plata a una pureza razonable nunca ha sido consistente o satisfactorio.

La plata es un metal bastante reactivo. Hay numerosos químicos de plata y la reducción de los componentes de plata a metal de plata puede ser realizada de diferentes maneras. La elección del proceso adecuado no es fácil. Se necesita ciertas consideraciones con la calidad del desperdicio crudo y su condición física y química, disposición de los productos, adecuación del lote u operaciones continuas y todos los aspectos de costo, tiempo y medidas.

En nuestro pequeño trabajo de refinación, los lotes individuales son el único trabajo que ofrecemos. La refinación electrolítica usual no es adecuada para la operación de lotes a pequeña escala. La reducción de fuego clásica de cloruro de plata con sosa caustica es bastante ineficiente con pérdidas en escoria y en humo. Hay una falta de equipamiento adecuado para el método Kunda de hacer la reducción del cloruro de plata a una temperatura baja en estado sólido.

El uso de formaldehído y sosa caustica para la obtención de la plata proveniente del nitrato de plata fue intentado pero el formaldehído es ofensivo, posiblemente un cancerígeno y el proyecto nunca se persiguió al punto de determinar la pureza de la plata. Se exploraron otros métodos investigados en la literatura y por medio de pruebas prácticas en lotes pequeños de desperdicio de plata. Los métodos investigados incluyen:-

1. Reducción por fundición (horno de crisol) de cloruro de plata con sosa comercial.
2. Refinación electrolítica (por celdas)
3. Reducción por borohidruro de sodio.
4. Reducción por fase sólida del cloruro de plata con sosa caustica (500°C max- método Kunda)
5. Cementación de la solución



6. Cementación del cloruro de plata (fase sólida en bandejas)
7. Reducción por formaldehído de nitrato de plata mas sistema cáustico.
8. Reducción por ditionito de sodio ( $\text{NA}_2\text{S}_2\text{O}_4$ )
9. Reducción por caña de azúcar.

El método aquí descrito no es nuevo y el uso de azúcar invertida para este propósito es muy conocido. Nuestra decisión de desarrollar este procedimiento se basó en diferentes cosas. Una fue la posibilidad de usar equipamiento simple y materiales muy comunes. Nuestro éxito en los primeros experimentos (donde se utilizó jarabe de maíz) y nuestra habilidad anticipada para producir un metal de plata de buena calidad fue la motivación real.

En una sección más adelante se discute sobre la habilidad del cloruro de plata de co-precipitar impurezas y se proporciona el método para remover tales impurezas. Si hay algo único en este método tal vez sea el lavado extensivo y los repetidos tratamientos ácidos para drenar los contaminantes.

Las ventajas de este proceso son que es adecuado para lotes individuales, se utilizan sustancias químicas comunes, equipamiento común y puede purificar desperdicio de plata de baja ley. También se proporcionan las precauciones de seguridad requeridas. Se utiliza protección para los ojos y guantes de hule en algunos de los pasos y una campana de extracción es uno de ellos.

Una desventaja menor del proceso recomendado es la necesidad de lavar el material demasiadas veces. Esto requiere atención ocasional del operador. El uso de lavado con agua caliente acidificada con ácido nítrico promueve el asentamiento rápido del cloruro de plata y el lavado procede a un ritmo razonable.

## **RESUMEN DEL PROCESO PARA EL REFINAMIENTO DEL DESPERDICIO DE PLATA**

1. El desperdicio de plata se disuelve en ácido nítrico diluido. La mayoría de las monedas y toda libra esterlina se disolverá por completo. Si hay oro presente permanecerá como sedimento.
2. Se filtra la solución.
3. La solución de sal limpia (salmuera) se hace con sal de mesa ordinaria.
4. La salmuera se agrega a la solución de nitrato de plata limpia y filtrada y se forma un precipitado de plata blanca. A esto se le permite asentarse.
5. La solución (que contiene las impurezas y usualmente verde por el cobre) se decanta por medio de un sifón.
6. El agua caliente acidificada con ácido nítrico se agrega agitando vigorosamente y después se permite de nuevo el asentamiento del cloruro de plata.
7. Pasos 5 y 6 se repiten hasta que el agua para lavar este bien clara y después se realiza una prueba para completar el lavado.



8. Después del último lavado (usualmente después de 12 a 15 lavados) el cloruro de plata con una pequeña cantidad de agua residual se agita junto con dextrosa; aunque se pueden usar otras formas de azúcar.
9. La sosa cáustica se agrega con precaución. El material se calienta y el cloruro de plata cambia a metal de plata. Después de dejarse toda la noche, se hace una prueba para completar la reacción.
10. Un procedimiento de lavado con agua como se describe anteriormente se repite con la plata. Un lavado con un 10% de ácido sulfúrico se realiza después de 7 u 8 lavados.
11. Después de que la prueba muestre que la plata está libre de impurezas (cobre) se lava 3 o 4 veces más.
12. La plata se desagua en un filtro, se seca, funde y se vierte en un molde de lingote.



Figure 1: 'Homemade' gas furnace for melting silver and silver scrap.



Figure 2: Container for making silver shot.

Figura 1. Horno casero para fundir plata y desperdicio de plata.

Figura 2. Contenedor para hacer grano de plata.

## PROCEDIMIENTO

### 1. Disolviendo el desperdicio

El desperdicio de plata en forma de alambre, charola, monedas u otras piezas pequeñas se disolverán muy rápido en ácido nítrico diluido. Lingotes, escoria pesada y otros trozos de chatarra se disolverá lentamente y nosotros preferimos derretir y convertir en un grano. Nosotros vertimos el desperdicio molido en una olla de aluminio grande para cocinar o una cubeta pequeña inoxidable de acero, rellena con agua. Un chorro de agua

con corriente cruzada cerca de la superficie ayuda a hacer un grano pequeño el cual se disolverá inmediatamente (Figuras 1, 2, 3 y 4).



Figure 3: Pouring silver shot

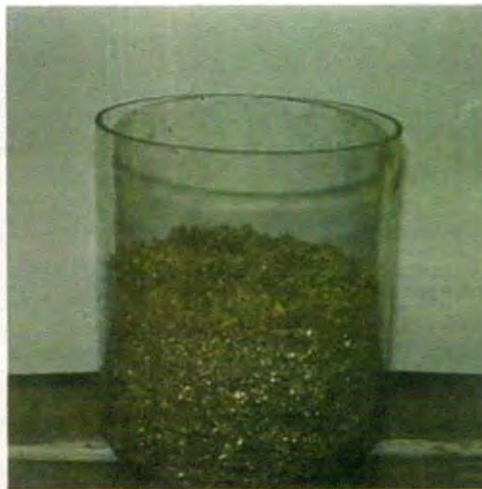


Figure 4: Scrap silver shot before addition of nitric acid.

Figura 3. Vertiendo un grano de plata.

Figura 4. Granos de desperdicio de plata antes de agregar ácido nítrico.

El ácido nítrico comercial viene como material concentrado 42° Bé (Baumé) el cual es aproximadamente 70% ácido y 30% agua. Este ácido disolverá plata solo que lentamente si acaso. En concentraciones menores, la reacción es menor pero los gases son reducidos y teóricamente pueden ser eliminados por completo (Figura 6).

Normalmente diluimos el ácido concentrado tal como lo recibimos con tres o cuatro partes de agua para reducir la emisión de gases y aun así mantener un rango de disolución razonable. Esto se realiza en un recipiente químico de vidrio o plástico debajo de una campana de extracción apropiada. El ácido disolverá la plata y la mayoría de las impurezas encontradas en el desperdicio. El oro no se disolverá en ácido nítrico y permanecerá en el lodo en el recipiente de la reacción o subsecuentemente en el filtro. El oro deberá refinarse como se describió previamente





Figure 5: Reaction of strong nitric acid with silver shot.



Figure 6: Dilute nitric acid dissolution of silver scrap.

Figura 5. Reacción de ácido nítrico fuerte con grano de plata.

Figura 6. Disolución con ácido nítrico diluido de desperdicio de plata.

Si el oro está presente en una cantidad mayor al 20% esto protegerá la plata y alentará o detendrá por completo la solución de plata. En tales casos debe fundirse plata adicional con el desperdicio para reducir el contenido de oro a 20% o menos.

Cobre, níquel y la mayoría de los metales base encontrado en la chatarra de plata darán color a la solución. Este es usualmente azul verdoso debido al cobre.

El ácido se agrega al desperdicio de metal con cuidado. Es posible que haya acción vigorosa y sobre ebullición. Cuando el recipiente de la reacción está razonablemente lleno y la reacción se haya detenido, la solución se filtra a través de un papel de filtro químico o a través de papel de filtro para café. Un embudo de filtro Buchner y un asistente de vacío son altamente recomendadas. La solución debe ser clara. Si no lo es debe filtrarse de nuevo (Figuras 7 y 8)



Figure 7: Filtration Equipment.



Figure 8: Suction filtration of silver nitrate through a Buchner funnel.

Figura 7. Equipo para el filtrado.

Figura 8. Filtrado por succión de nitrato de plata a través de un embudo Buncher..

Nosotros utilizamos un sifón para transferir la solución del recipiente de disolución al filtro dejando a su paso el desperdicio que no se disolvió y el lodo sin alteraciones.

Se agrega más ácido para mayor disolución y mayor filtración hasta que todo el desperdicio disoluble se remueva. Si había oro presente en el desperdicio, el lodo (y el filtro) se procesan para recuperar el oro.

La solución filtrada de nitrato de plata debe ser clara y limpia (de no ser así, re filtrar). Esto lucirá color azul verdoso debido al cobre, pero talvez haya otros metales bases presentes.

## 2. Separación del cloruro de plata

Una salmuera limpia de buena calidad se hace disolviendo cloruro de sodio en agua usando 200 g o 250 g de sal por litro. No se requiere calentar ya que el agua fría disuelve la sal suficiente. Sal de mar usualmente es muy sucia como para usarse. La salmuera debe filtrarse si no es clara y limpia.



Figure 9: Addition of brine to silver nitrate solution.



Figure 10: Addition of brine to silver nitrate solution near end of reaction.

Figura 9. Adición de salmuera a la solución de nitrato de plata.

Figura 10. Adición de salmuera a la solución de nitrato de plata cerca del final de la reacción.

Mientras se agita vigorosamente con una paleta ó aleta mecánica con un inyector de aire o con la mano, la salmuera se agrega a la solución de plata. Se utiliza una pequeña manguera como sifón para agregarla. La adición de salmuera para tratar 4 o 5 kilos de plata de 15 a 20 minutos funciona bien.



Se forma un precipitado blanco de cloruro de plata abundante. Cerca del punto final se verá que la solución entera se forma una nube arriba. Detener la adición de salmuera y permitir que el cloruro de plata se asiente un poco (la agitación vigorosa ayuda con eso) y después agrega un poco más de salmuera. Cuando la salmuera no ocasione la formación de cloruro de plata blanca, la reacción está completa. (Figuras 9 y 10).

Un gran exceso de sal no es deseable ya que los complejos de cloruro de plata y sodio pueden formar y fijar metales base y acarrearlos para contaminar el cloruro de plata.

Agitar vigorosamente y el cloruro de plata se asentará más rápido.

Esto se deja así hasta que esté bastante claro. Se prueba de nuevo con la salmuera para asegurarse de que la precipitación está completa. Después se usa un sifón para remover la mayor parte del líquido. Nosotros preferimos dejar alrededor de una pulgada de líquido sobre la capa de cloruro de plata para que la plata no se perdiera.

La profundidad exacta de la capa de cloruro de plata puede variar de una lavada a otra por lo que es prudente insertar la succión por encima de la capa de cloruro de plata. La primera descarga del sifón se pone en una cubeta especial y si la plata aparece en esta porción puede regresarse para la siguiente lavada.

El cloruro de plata se lava con agua caliente acidificada con ácido nítrico el cual no destruye la condición cohesiva del cloruro de plata, así continúan asentándose rápidamente después de cada lavada.

El agua a 55° a 70°C (130° a 160°F) se utiliza y se encontró que 2ml de concentrado de 42° Bé (70%) de ácido nítrico por litro de agua caliente funciona. De alguna forma las mezclas fuertes mayores a 10 ml por litro no perjudican y pueden ser de ayuda.

Este ciclo de lavado y decantado se repite hasta que el agua se vea bastante clara, después de al menos 10 o 12 lavadas. Tomar la muestra del agua para lavar en un vaso de precipitación y notar el color. Agregar suficiente hidróxido de amonio para hacer que la muestra sea definitivamente amoniaco y comparar el color con la muestra del agua en un contenedor similar. Comparar esto en un pedazo de papel blanco. Algunas veces habrá un ligero color azul cuando se agrega el amonio. Esto es debido al azul intenso que los componentes del cobre forman con el amonio.

Cuando se realiza la prueba, hay que asegurarse de encontrar rastros apenas visibles de tonalidad azulada. Utilizar las mejores condiciones de

iluminación, mostrará una tinta azul apenas visible y se comparará con un contenedor similar de agua en una superficie blanca.

Cuando el tinte azul se ausente por completo el lavado ha finalizado (Notamos que encontramos que solamente en casos excepcionales se realizan 10 lavadas pero usualmente se requieren de 12 a 15).

### 3. Reducción del cloruro de plata a plata

Después del último lavado dejar alrededor de una pulgada de agua por encima de la capa de cloruro de plata. Si el contenido del desperdicio de plata es conocido, se usa ese peso de plata para calcular la dextrosa y la sosa cáustica que se necesita para la conversión a metal de plata.

Si el contenido de plata es desconocido se puede hacer un estimado de la dextrosa y la sosa cáustica, midiendo la capa de cloruro de plata y usando factores que hemos encontrado para dar estimaciones confiables.

CUANDO EL PESO DE PLATA FINA EN EL DESPERDICIO ES CONOCIDA

EL PESO DE LA DEXTROSA = 0.33 x PESO DEL CONTENIDO DE PLATA FINA

EL PESO DE LA SOSA CÁUSTICA = 0.56 x PESO DEL CONTENIDO DE PLATA FINA

Esto es más que un requerimiento teórico y funciona bien. En caso de que no se encuentre dextrosa disponible se puede utilizar miel Karo si una corrección se aplica por el hecho de que la miel Karo contiene solo 75% de dextrosa.

Si el contenido de plata es desconocida, medir la profundidad de la capa de cloruro en centímetros y para recipientes cuadrangulares o rectangulares también la amplitud y longitud en centímetros. El volumen del cloruro se calcula con la siguiente ecuación:-

Volumen= (cm de profundidad x cm de amplitud x cm de longitud)/1000, litros

Para las medidas en cubetas se mide el diámetro en centímetros y se calcula de la forma siguiente:

Volumen = (D<sup>2</sup> x 3.14 x profundidad (cm))/4000, litros

Por ejemplo: un contenedor cilíndrico de 14 cm de diámetro que tiene una capa de cloruro de plata de 10 cm

Volumen = (14cm x 14cm x 3.14 x 10cm)/4000 = 1.539 litros



CUANDO EL PESO DE LA PLATA FINA EN EL DESPERDICIO DE PLATA ES DESCONOCIDO

PESO DE LA DEXTROSA (KILO) =  $0.15 \times$  VOLUMEN DE CLORURO DE PLATA (LITROS)

PESO DE LA SOSA CÁUSTICA (KILO) =  $0.30 \times$  VOLUMEN DE CLORURO DE SODIO (LITROS)

La dextrosa es un material benévolo y se necesita un poco de cuidado en el manejo, sin embargo, la sosa cáustica debe ser tratada con respeto. Deben usarse guantes, protección para los ojos ya que la sosa quema y puede ser doloroso y tan malo o peor que cuando quema el ácido. Los contenedores de sosa cáustica deben cerrarse ya que absorbe el agua del aire hasta que cuaje en bultos o grumos y finalmente se vuelve líquido.

La sosa cáustica agregada al cloruro de plata lo cambia a óxido de plata (hay un cambio de color definido). La adición de la dextrosa en el óxido de plata caliente convertirá éste en metal.

No necesitamos calentar las soluciones ya que cuando la sosa cáustica se agrega al agua, esta se calienta y lo hace por nosotros. También un calentamiento considerable de la reacción entre la dextrosa y el óxido de plata con la sosa cáustica proporciona la temperatura para la ebullición y es suficientemente reactiva por lo que se requiere de prudencia al agregar estos materiales.

La secuencia de la reacción indica que se debe agregar la sosa cáustica al sedimento de cloruro (con cuidado, utilizando guantes y protección para los ojos) y después, pese a que el lodo del óxido de plata esté muy caliente, se agrega la dextrosa con cuidado. De cualquier forma la reacción también funciona bien o tal vez mejor si se agrega primero la dextrosa y después la sosa cáustica. Nosotros preferimos lo último y hacerlo de la siguiente forma:

La cantidad de dextrosa completa se vacía en el lodo de cloruro de plata y se agita bien. La mezcla se vuelve notablemente más líquida. Hay un pequeño cambio de temperatura.

Después con cuidado se agrega la sosa cáustica (Figura 11). Usualmente una o dos cucharadas completas a la vez. Nosotros encontramos útil sumergir un termómetro de acero inoxidable en el lodo para monitorear la temperatura. El lodo se agita vigorosamente con la mano, mecánicamente o con un inyector de aire. Protección del rostro o al menos de los ojos, guantes de hule son requeridos porque en un momento se tendrá una solución cáustica caliente que es bastante agresiva al contacto con la piel. Nosotros agitamos cada adición de sosa cáustica en la mezcla impidiendo que se queden algunas partículas sin disolver. La temperatura se eleva

bastante rápido, la reacción es aparente en los colores oscuros producidos y la espuma que se libera.



Figure 11: Precipitation of silver by addition of caustic soda to chloride/dextrose mixture.

Figura 11. Precipitación de plata por adición de sosa cáustica a mezcla de cloruro y dextrosa.

Encontramos que la temperatura frecuentemente llega al punto de ebullición y algunas veces es conveniente dejarlo por un rato y agregar un poco de agua fría y proceder con más sosa cáustica. La adición entera y sus reacciones usualmente pueden realizarse en menos de media hora con una cantidad de 5 a 6 kilos de desperdicio. La adición rápida puede resultar en una sobre ebullición y una erupción hacia el techo. Una acción no deseada con materiales costosos, calientes y peligrosos.

Cerca del final los sólidos cambiarán su condición natural. Usualmente serán grises y si se agitan con la mano, aparentarán ser más pesados.

Una prueba para completar la reacción en este momento usualmente muestra que hay cloruro u óxido sin reacción, por lo que se cubre el recipiente para finalizar la reacción y dejar enfriar usualmente durante la noche antes de hacer la prueba.

Cuando el material se ha asentado por 3 o 4 horas, y lo suficiente para enfriarse, se hace la prueba para la presencia de cloruro de plata u óxido de plata. Si está presente, la reacción estaba incompleta y se debe usar más dextrosa y sosa cáustica.

De varias partes del recipiente se toma una muestra del sedimento de plata. Utilizar una cuchara larga y guantes de hule. Mezclar bien las diferentes muestras y remover una pequeña cantidad (10 ml) en un vaso de precipitación de 200 ml o más grande y regresar el resto al recipiente.



Los 10 ml de sólidos se lavan 7 u 8 veces agregando agua, agitando, dejando asentar y vertiendo hasta que el agua esté bastante clara. Después de la última lavada, agregar 4 o 5 ml de hidróxido de amonio y agitar. Después diluir con 100 ml y dejar que se asienten los sólidos. Verter alrededor de 30 a 50 ml en otro vaso de precipitación y agregar de 1 a 5 ml de ácido hidrociorhídrico. Si la solución sigue clara, la reacción estuvo bien, si se forman nubes blancas quiere decir que hubo cloruro u óxido de plata que no reaccionaron en la muestra.

Cuando la prueba muestra que la conversión de cloruro de plata a metal de plata está completa, la plata deberá ser lavada varias veces. La técnica es la que se utiliza para el lavado de cloruro de plata excepto que se utiliza bastante agua. Al principio el agua del lavado es café y tiene un hedor dulce de la dextrosa y la sosa cáustica presente.

Después de la quinta lavada nosotros hacemos un lavado con ácido sulfúrico de aproximadamente 5 a 10% de ácido. No utilizar ácido nítrico ya que disuelve el metal de plata aun cuando está diluido. Hacer una solución diluida del ácido vertiendo un volumen de ácido sulfúrico concentrado en 20 volúmenes de agua.

(Ácido en el agua). Usar un volumen de este diluido equivalente al volumen de la plata y el agua presente en el recipiente. Agitar bien, decantar, y luego continuar lavando con agua.

El propósito del lavado con ácido es remover las impurezas de metal base que no fueron eliminados durante el lavado del cloruro de plata. La sosa cáustica en la conversión de la plata cambia metales base a óxidos e hidróxidos insolubles. Sin embargo, el ácido puede disolver la mayor parte o todos ya sean óxidos o hidróxidos.

Muchos de los lavados con dicho ácido y/o en cloruro de plata adicional se sugieren si al final la plata muestra una baja pureza.

Después de un total de 10 u 11 lavadas, o cuando el agua con la que se lavó luzca clara, se toma una muestra de esa agua y se le agrega amonio. Sobre una superficie blanca se compara el color con una cantidad de agua equivalente en un contenedor similar.

Algunas veces un ligero color azulado indica la presencia de cobre y se requieren más lavadas.

Cuando se completa el lavado, se transfiere la plata a un papel de filtro limpio y se lava con varios volúmenes de agua. La plata está lista para fundirse.



## PRÁCTICA DE TRABAJO SEGURO

La seguridad casi siempre se considera un tema de guardias, aparatos y ropa de protección y procedimientos formales de seguridad. De hecho, un área de trabajo limpia y ordenada, lugares que se usan regularmente de almacenes para suministros y equipamiento, etiquetas claras en los suministros y hábitos de trabajo con atención de la higiene, son muy importantes para la seguridad.

Los materiales y el equipamiento requeridos son aquellos usados en miles de laboratorios como rutina. La sosa cáustica y los ácidos necesitan ser conseguidos en su forma concentrada, pero son utilizados después de ser diluidos. Salpicaduras en las manos o la ropa dañan ligeramente o casi nada, si se lava en el momento.

Por lo tanto, el área de trabajo debe tener una fuente de agua corriendo generosamente y siempre disponible. Los ojos son tal vez la parte más vulnerable por lo que su protección es muy importante. Guantes para proteger las manos de salpicaduras son necesarios. Una campana de extracción adecuada para manejar la disolución del desperdicio de plata y la dilución de ácidos fuertes es recomendada. Además de esto, nuestra propia precaución de utilizar ropa adecuada para el trabajo más que para vestir.

Cuando se usa el hidróxido de amonio para la prueba de la reacción del cloruro de plata a metal de plata, debemos conocer el procedimiento específico a seguir. La muestra de la partícula de metal debe ser lavada hasta que el agua del lavado se vea clara y el pH bajo (8 o 9). Cuando la prueba está completa, cualquier solución que contenga amonio deberá ser acidificada con ácido hidrociorhídrico. **EN NINGÚN CASO DEBE PERMITIRSE QUE LAS SOLUCIONES CON AMONIO SE SEQUEN.** Con un alto pH por arriba de 10, bajo algunas condiciones, el amonio y el cloruro de plata formarán componentes fulminantes y explosivos. La solución de cloruro de plata en amonio regularmente se realiza en laboratorios, pero no se permite que se sequen los materiales y se neutralizan rápidamente con ácido.

La fundición del polvo de plata debe ser hecha con prudencia para evitar quemaduras. Tenazas resistentes al calor y protección para los ojos son básicos, así como ropa y zapatos adecuados. El área de fundición debe estar despejada y ordenada. Los crisoles y los moldes de lingotes deben ser precalentados y secados. La plata húmeda debe ser secada antes de fundirse. Cualquier contacto con humedad y metal molido resultará en erupciones de fuerza dinámica.

Si se utiliza un crisol lo suficientemente grande se puede rellenar con polvo de plata húmedo y encender el horno. Conforme se hunde la plata se agrega más polvo húmedo para que no caiga plata húmeda en plata molida.



Si eso ocurre, la plata usualmente es expulsada alrededor de las instalaciones. Se requiere de una gran atención y cuidados, y este proceso no es recomendado.

Es prudente secar la plata en un horno o comprimirlo en bloques en una prensa y luego secarlos antes de fundir.

El fundido debe ser realizado con un bloque de carbón en el crisol para proporcionar una atmósfera reducida. La plata fina absorberá grandes volúmenes de oxígeno a menos que se proteja de esta forma.

## LISTA DE MATERIALES

1. Ácido nítrico 42° Bé (Baumé) - ( $\text{HNO}_3$ )  
Este líquido es aproximadamente 70% ácido nítrico y 30% agua. Produce ligeros gases, pero muy pocos cuando se diluye bien con agua. Esto varía un poco de otros ácidos, es un agente oxidante.
2. Ácido hidroclorehídrico - ( $\text{HCl}$ )  
Este líquido es 37% ácido y lo demás es agua. Este libera gases en contenedores abiertos pero muchos menos cuando se diluye. También es conocido como ácido muriático. Aquí se usa en muy pequeñas cantidades para hacer la prueba de los contenidos de plata en las soluciones.
3. Cloruro de sodio (sal) - ( $\text{NaCl}$ )  
La conocida mesa de sal. No usar sal de mar la cual puede estar contaminada y sucia.
4. Ácido sulfúrico - ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  
Es un líquido pesado, con 93% ácido sulfúrico y 7% agua. Aquí se utiliza en su forma diluida. Cuando se diluye el ácido sulfúrico siempre se vierte el ácido en el agua, la cual se calienta. Cuando se hace de otra forma el efecto de calentamiento puede ser local y muy fuerte que el ácido se esparcirá por todo el cuarto.
5. Sosa cáustica - ( $\text{NaOH}$ )  
Aquí utilizada como hojuela sólida o pellets. Las hojuelas son preferibles pero no esenciales, esto reacciona fuertemente en la mezcla y los contenedores deben ser cerrados. Es una base fuerte (lo opuesto al ácido). Este quema la piel y la carne y puede ser tan incómodo como las quemaduras con ácido. Ataca fuertemente el aluminio. Los guantes de hule son una medida de precaución muy importante cuando se utiliza esta sustancia.

6. Hidróxido de amonio - ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )  
Un líquido que emite gases fácilmente cuando los contenedores están abiertos. Tiene un fuerte hedor. Así como la sosa cáustica es una base. Aquí se usan pequeñas cantidades para la prueba en soluciones de cobre.
7. Dextrosa  
Un polvo blanco con un sabor dulce. El uso que se le da mayormente es como aditivo. También conocido como d-glucosa, azúcar de uva, azúcar de maíz, azúcar de miel, azúcar de almidón. El jarabe de maíz Karo contiene cerca de un 75% de dextrosa y puede ser usado como sustituto incrementando la cantidad de forma apropiada.

## **EQUIPAMIENTO Y SUMINISTROS**

Esta es una lista del equipamiento y los suministros requeridos para este trabajo. Los aparatos sustitutos que están disponibles o son adecuados pueden utilizarse en varios casos.

1. Un frasco de vidrio Pyrex de 9 litros para disolver el desperdicio en ácido nítrico. Recipientes más pequeños son apropiados para lotes pequeños o se han utilizado cubetas de plástico de 5 galones para lotes más grandes.
2. La dilución del ácido para este trabajo se hace en un vaso de precipitación de 6 litros y no se requiere de precisión por lo que cualquier contenedor resistente al ácido es adecuado.
3. Un cilindro graduado de 1 o 2 litros, de vidrio o plástico, se utiliza para una dilución del ácido nítrico y sulfúrico más cuidadosa, después del lavado.
4. Un embudo de filtro Buchner de 25 cm se utiliza para filtrar la solución de nitrato de plata.
5. Un matraz de 4 litros se utiliza con el filtro de arriba.
6. Papel de filtro para café de 29 pulgadas. (Con 2 capas para prevenir el escape)



7. Bomba aspiradora para usar con agua y producir la succión arriba del filtro. Conseguir el modelo de plástico económico ya que sobrevivirá los gases agrios que pueden liberarse.
8. Contenedor de salmuera, de vidrio o plástico, cubeta o cualquier contenedor similar.
9. Recipiente para la adición de la salmuera a la solución de nitrato y para lavar el cloruro de plata. Una cubeta de plástico o un contenedor parecido, un tanque de acero inoxidable con cámara de rayos X (35 litros), bote de basura de plástico (30 galones), o similar.
10. Varilla de agitación (plástico), varilla mecánica (plástico o acero inoxidable), o un tubo inyector de aire (plástico o acero inoxidable).
11. Tubo de sifón para decantar el agua (o una bomba de plástico).
12. Balanza para pesar la sosa cáustica y dextrosa (capacidad aproximada de 5 kilos).
13. Cuchara para manejar la dextrosa y la cáustica. Plástico o acero inoxidable (el aluminio reacciona con la sosa cáustica).
14. Plástico resistente al calor o acero inoxidable para la reacción del cloruro de plata, dextrosa y sosa cáustica. Puede ser como los del número 9 para evitar la transferencia de cloruro después de lavar.
15. Un termómetro de acero inoxidable. Es una conveniencia durante la reacción de la sosa cáustica, más no una necesidad.

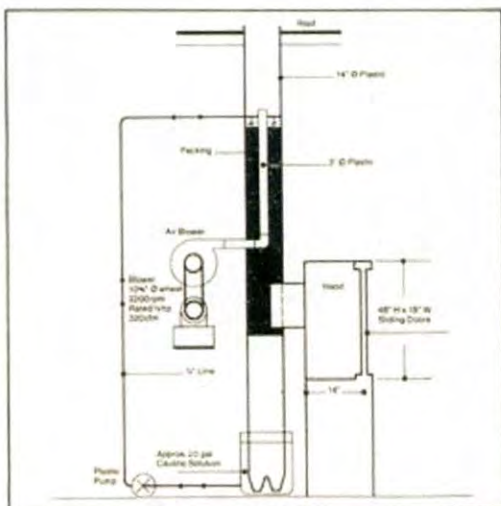


Figure 12: Diagram of fume hood/scrubber unit.



Figure 13: Polythene shapes packing scrubber column.

Figura 12. Diagrama de unidad de campana extractora/purificador.

Figura 13. Formas de polietileno conteniendo la columna de purificador

16. Un papel para indicar el pH (de un rango amplio de pH 1-14). Nosotros preferimos el tipo CF de Whatman como el más sencillo para leer y usar.
17. 2 o 3 vasos de precipitación de aproximadamente 100 a 200 ml para las pruebas.
18. Un aparato de secado para las charolas de plata, platos calientes, horno o algo similar.
19. Un horno de fundido, crisoles, moldes de lingotes. Crisol de gas, eléctrico o inducción son todos adecuados.



## CONTROL DE CONTAMINANTES

La solución de desperdicio de plata por ácido nítrico es la fuente de los gases agrios de dióxido de nitrógeno si se utiliza un ácido nítrico fuerte. Por tales condiciones, una campana de extracción química propia y un limpiador adecuado son necesarios. Un sistema exitoso casero se describió previamente el cual es apropiado por uso intermitente. Para uso más intensivo se usa una versión revisada incorporando un depurador que se muestra en la figura 12, y el de plástico se usa en la columna de limpieza así como se muestran en la figura 13.

En el tema de la descarga de agua de una calidad aceptable no somos capaces de dar una recomendación específica y las instrucciones exactas. Mucho de ello depende del tamaño del trabajo, las capacidades del sistema de drenaje para aceptar el material, el lugar, las reglas y regulaciones y la actitud de la regulación de autoridad.

Sin embargo, algunas generalidades usualmente aplican. Una descarga neutral, por ejemplo un pH entre 6 y 8, es no deseado a menos que un pH más alto o más bajo ayude a la condición del alcantarillado. El contenido químico de la descarga no debe contener metales pesados. En este caso uno puede esperar que el cobre esté regularmente presente y tal vez el níquel así como otros metales similares. La mayoría de los metales son tóxicos en algún grado, así mismo todos los componentes de cobre.

Es verdad que los rastros de la mayoría de los metales son necesarios para una vida saludable, pero las cantidades aquí exceden tales requerimientos. La toxicidad es más relativa al tema de qué tan tóxico es.

Algunos metales pueden ser removidos de la solución por otros metales los cuales van en la solución. Un ejemplo es el uso del zinc para remover el oro de los filtros de cianuro. A esto se le llama cementación.

En este caso el zinc puede usarse en vez de cobre, etc., pero la presencia del zinc debe ser aceptable. Nuestras pruebas sugieren que el hierro (que también desprendería el cobre) puede ensuciar corrientes de agua y ríos. El aluminio se consideró más aceptable y también desprendería muchos metales más. Tenemos que los componentes del aluminio tienen un mal efecto en las branquias de los peces y son la causa de muerte de al menos ciertas especies.

Los metales en solución ácida se volverán insolubles formando hidróxidos u óxidos de metal si las soluciones están hechas con base y sosa cáustica, hidróxido de calcio o alguna base similar. Un pH de al menos 10 u 11 es sugerido.

Sabemos que hay muchas plantas que manejan las aguas efluentes por medio de este método. El pH se incrementa a 10 u 11 o más alto. Los sólidos se asientan. El líquido se decanta o filtra y regresa a un pH de 6 u 8 ácido antes de eliminar los residuos. El material sólido se desecha como desperdicio sólido.

En el procedimiento anterior, hay una solución ácida en la operación de lavado del cloruro de plata y sosa cáustica en la última lavada del metal de plata. Estos pueden combinarse en un tanque adecuado para ahorrar el costo de sosa cáustica o ácido extra para lograr la eliminación del metal.