



EL SABER DE MIS HIJOS  
HARÁ MI GRANDEZA

# UNIVERSIDAD DE SONORA

---

---

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA  
Y METALURGIA

## APLICACIÓN DEL MÉTODO DE DESTILACIÓN PARA SOLUCIONES Y SÓLIDOS CONTAMINADOS POR CIANURO

Tesis

Que para obtener el título de:

**INGENIERO QUÍMICO**

Presenta:

**ALEXIS GADIEL BELTRAN CEBREROS**

Hermosillo, Sonora

Junio 2019

# Universidad de Sonora

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

## DEDICATORIA

Para mis padres, Juan Ramón y Luz Elvira, quienes siempre me brindan su apoyo incondicional, por ser mis guías en mi camino, y siempre mí ejemplo a seguir; por no perder la fe en mí y siempre contar con su amor. Por todo y eso gracias; los amo.

A mis hermanos Bryan y Juan Alberto por siempre estar mi lado en cada etapa nueva en mi vida, gracias por todo esos momentos especiales llenas de alegrías y bromas.

A mis compañeros y amigos de mi carrera que gracias a ellos tuve experiencias divertidas y de estrés a lo largo de mi preparación profesional.

## **AGRADECIMIENTOS**

A la mina San Francisco (Alio Gold) por haberme permitido realizar mis prácticas profesionales, la realización de este proyecto con la finalidad de titularme y de brindarme apoyo económico durante mi estadía en sus instalaciones.

A mis compañeros, trabajadores y supervisores del área de laboratorio de mina San Francisco porque gracias a ellos tuve los conocimientos adecuados para la realización de este presente trabajo.

A mi director de tesis M. A. Manuel Balcázar Meza, por darme la oportunidad en la realización de este proyecto para poder titularme, resolver mis dudas, así como atender dudas que me surgían a lo largo del proyecto.

A mis profesores de la Universidad de Sonora, de la carrera de Ingeniería Química, por brindarme los conocimientos y las herramientas para concluir mis estudios exitosamente y por poder realizarme profesionalmente.

## ÍNDICE DE CONTENIDO

	<b>Página</b>
1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.....	1
I.1 Aspectos Generales.....	1
I.2 Motivación.....	2
I.3 Objetivo General.....	3
I.4 Objetivos Particulares.....	3
I.5 Justificación.....	3
2. ANTECEDENTES.....	4
II.1 Marco Teórico.....	4
II.2 Método Para Prevención y Cuidado del Cianuro.....	7
II.3 Primeros Auxilios.....	9
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	11
III.1 Recepción de Muestras y su Tratamiento Previo.....	11
III.2 Características de Reactivos:.....	13
III.3 Metodología Previa al Procesó de Destilación:.....	16
III.4 Características de los Instrumentos del Destilador.....	17
III.5 Requerimientos del Proceso.....	19
III.6 Metodología del Proceso.....	21
4. RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	26
IV.1 Experimentación 1: Sin Adicionar Ácido a Diferentes Tiempos:.....	26
IV.2 Experimentación 2: Ácido Clorhídrico (HCl):.....	28
IV.3 Experimentación 3: Ácido Sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ):.....	33

IV.4 Experimento 4: Pruebas Con Muestras de Suelo o Sólidos Cianuradas.	48
IV.5 Problemas Planteados Para Resolverlos al Momento de la Experimentación .....	50
IV.6 Alcances y Limitaciones en la Solución de los Problemas de Experimentación .....	51
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	52
V.1 Conclusiones.....	52
V.2 Recomendaciones.....	52
BIBLIOGRAFÍA .....	54

## ÍNDICE DE FIGURAS

	<b>Página</b>
Figura 1. Destilador.....	16
Figura 2. Soluciones cianuradas.....	21
Figura 3. Destilador montado.....	21
Figura 4. Matraz con la solución de NaOH (1 N).....	22
Figura 5. Canastilla de calentamiento.....	22
Figura 6. Bomba.....	23
Figura 7. Solución problema con el ácido sulfúrico.....	24
Figura 8. Matraces Erlenmeyer de 125 mL.....	24
Figura 9. Soluciones cianuradas antes (izquierda) y después (derecha) de titular con nitrato de plata.....	25
Figura 10. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante sin adicionar ácido.....	27
Figura 11. Resultados de las pruebas con adición de 10 ml de ácido clorhídrico al 10%.....	29
Figura 12. Concentración de cianuro extraído contra tiempo (10 mL de HCl 10%). .....	30
Figura 13. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido clorhídrico al 10%.....	31
Figura 14. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante (15 mL de HCl 10%). .....	32
Figura 15. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 10%.....	34
Figura 16. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante 10 mL de ácido sulfúrico (10%). .....	35
Figura 17. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 10%.....	36

Figura 18. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 15 mL de ácido sulfúrico (10%). .....	37
Figura 19. Comparación de resultados de extracción con diferentes ácidos. ...	38
Figura 20. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 15%. .....	40
Figura 21. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 10 mL de ácido sulfúrico (15%). .....	41
Figura 22. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%. .....	42
Figura 23. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 15 mL de ácido sulfúrico (15%). .....	43
Figura 24. Resultados de las pruebas con adición de 5 de mL de ácido sulfúrico al 50%. .....	44
Figura 25. Resultados de las pruebas con adición de 3 mL de ácido sulfúrico al 50%. .....	46
Figura 26. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%. .....	48
Figura 27. Comparación de las pruebas con método de laboratorio y destilación. ....	49

## ÍNDICE DE TABLAS

	<b>Página</b>
Tabla I. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante sin adición de ácido. ....	27
Tabla II. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido clorhídrico al 10%.....	28
Tabla III. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido clorhídrico al 10%.....	30
Tabla IV. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 10%.....	33
Tabla V. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 10%.....	36
Tabla VI. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 15%.....	39
Tabla VII. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.....	42
Tabla VIII. Resultados de las pruebas con adición de 5 mL de ácido sulfúrico al 50%.....	44
Tabla IX. . Resultados de las pruebas con adición de 3 mL de ácido sulfúrico al 50%.....	45
Tabla X. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.....	47

## RESUMEN

La utilización del cianuro en las industrias tiene alta demanda debido a la fabricación de químicos, plásticos y productos textiles. En la minería se utiliza el 6 % del cianuro del mundial para la hidrometalurgia, generalmente en soluciones de baja concentración con agua, para extraer y recuperar metales como oro y plata mediante el proceso llamado lixiviación.

El compuesto específico utilizado para este proceso es el cianuro de sodio, su utilización debe estar controlada debido que puede volatizarse en forma de ácido cianhídrico si no se tiene una solución alcalina adecuada en hidróxido de sodio (manteniéndolo en un pH 10-12) de no ser así, a altas dosis puede ser letal para la flora y fauna. Por esa razón de estar monitoreando cada cierto tiempo el cianuro en este tipo de plantas mineras con ayuda de laboratorio y control ambiental en casos de derrames.

El método de destilación es una alternativa para la determinación y extracción de cianuro utilizando un agente ácido, el cual consiste en calentar 50 mL de una solución contenida de cianuro a 30°C, después de estabilizarse térmicamente se procede a añadir 15 mL de la solución ácida (ácido sulfúrico), utilizando concentraciones bajas (15%), al momento de realizarse la destilación (10 minutos) los vapores generados serán succionado por una bomba de vacío hacia una solución alcalina (hidróxido de sodio 1 N) que se encontrará depositada, en el matraz de succión, puesto que este será el destilado del proceso.

El citado destilado será la extracción del cianuro que se logró eliminar de la solución contaminada y se medirá con el método de volumetría utilizando titulaciones con nitrato de plata y rodanina como indicador.

La utilización de este método tiene el fin la extracción y determinación de cianuro para soluciones que presentan problemas de turbidez o que el análisis de

volumetría puede ser afectada por sólidos suspendidos debido que su procedencia sea de derrames o suelos contaminados.

Con la aplicación de este proceso se contribuye ayudar laboratorio y control ambiental de Mina San Francisco, logrando el cuidado y condiciones adecuadas en su utilización.

# 1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

## I.1 Aspectos Generales

El presente trabajo trata sobre un método de determinación en fluidos o sólidos que se encuentran contaminados con un agente químico, en este caso cianuro de sodio usando un destilador para el análisis.

El cianuro está presente en la naturaleza y en un gran número de plantas alimenticias, entre las que figuran las almendras, cerezas, legumbres, alfalfa, rábanos, repollos, col, coliflor, brócoli entre otros (Quiroz, 2003). Las personas suelen entrar en contacto con los compuestos de cianuro a través de los alimentos y otros productos, siendo eliminados por el hígado, por lo que no llegan a alcanzar concentraciones dañinas para la salud.

Los compuestos de cianuro poseen un gran número de propiedades beneficiosas, lo que ha dado lugar a su aplicación industrial. El cianuro de sodio es el compuesto del cianuro que se utiliza con mayor frecuencia en la industria minera. Este compuesto se obtiene por la reacción de hidróxido de sodio con el cianuro de hidrógeno.

El cianuro de sodio ( $\text{NaCN}$ ) en las mineras es empleado para el proceso de lixiviación de oro conocido también como cianuración y otro uso de dicho compuesto es ser un depresor de sulfuros en la flotación de minerales (Nava et al., 2007) y su empleo es cada vez mayor en la región debido a la alta demanda que presenta la extracción de oro y plata.

La contaminación de agua o suelos con cianuro de sodio en altas concentraciones puede ser letal para la fauna y flora debido a su toxicidad que presenta este compuesto químico (González y Sahores, 2005).

En donde se realiza actividades como la minería estos compuestos juegan un rol muy importante sobre todo en las regiones pobladas debido a que pueden ocurrir errores humanos, de equipos o procesos en donde se podrían ocasionar derrames con alta concentración de dicha sustancia, en donde una dosis de tan solo 50 ppm puede ocasionar problemas significativos a la salud y una dosis mayor a 150 ppm puede ser letal; “como lo ha citado en sus investigaciones (González et al. 2005).

Debido a los problemas señalizados es que se presenta este proyecto que busca determinar la cantidad de contaminante de cianuro de sodio ( $\text{NaCN}$ ) para así encontrar una forma de contenerlo o neutralizarlo; y además contribuir con la mina San Francisco en el municipio de Santa Ana Sonora específicamente el área de control ambiental y laboratorio de ensaye un método de determinación con el uso de una columna de destilación.

## **I.2 Motivación**

El motivo para el desarrollo del presente trabajo con base a mis conocimientos adquiridos en la carrera de Ingeniería Química en la Universidad de Sonora, es proponer un método de análisis de cianuro de sodio en soluciones o suelos contaminados por este compuesto, que son difícil de detectar por el método de titulación de manera directa, debido que éste funciona con un indicador. En ocasiones dichas sustancias (soluciones) presentan tierra o algún agente que hace difícil la detección de éste por el cual al usar el método de destilación previo al método de titulación se podrá determinar de manera más exacta la concentración del contaminante. Otro motivo fundamental es el desarrollo y aplicación de mis conocimientos y habilidades en el tema y así obtener mi título profesional de Ingeniero Químico

### **I.3 Objetivo General**

Determinar la cantidad de cianuro de sodio en una solución o sólido contaminado por éste, utilizando el método de destilación.

### **I.4 Objetivos Particulares**

- Proponer una alternativa para la determinación de cianuro libre en soluciones o suelos contaminados con el uso de un destilador.
- Determinar la cantidad que se extrajo del contaminante con el método de titulación (volumetría).
- Describir detalladamente el procedimiento para el armado, uso y cuidado del equipo, capacitar al personal de laboratorio de ensaye asignados a realizar la operación.
- Brindar información para posibles investigaciones y usos de este método  
Con base a los experimentos.

### **I.5 Justificación**

La determinación de cianuro libre en las soluciones para riego de plantas y en suelos contaminados es de suma importancia para el control ambiental en este tipo de actividades. De acuerdo con lo anterior, el proyecto que se me asignó fue la determinación de cianuro libre en una solución cianuradas por método de destilación, así como compararlo con el método de titulación realizado en el laboratorio de ensaye en la mina San Francisco.

## 2. ANTECEDENTES

### II.1 Marco Teórico

El análisis químico del cianuro es una operación compleja y de gran importancia para su control y para la descarga de sus efluentes (Nava et al. 2007). El cianuro se encuentra formando diferentes compuestos, cada uno de ellos con diferente estabilidad y, por lo tanto, diferente toxicidad, diferente método de análisis y diferente método de eliminación.

Entre los diversos compuestos y características que se encuentra formado el cianuro están:

- Ion cianuro: Es el término que se refiere únicamente el anión libre  $\text{CN}^-$  en la solución.
- HCN Molecular: Es una molécula de forma neutra a la que denomina el ácido cianhídrico o cianuro de hidrógeno.
- Compuestos simples de cianuro: Son compuestos iónicos que se disocian directamente en el agua liberando un catión y un ion cianuro. Son sales que provienen de reacciones ácido – base (por ejemplo el cianuro de sodio).
- Compuestos complejos de cianuro: Son compuestos que se disocian en el agua liberando un catión y un anión que contiene ion cianuro. El anión, denominado complejo, puede seguir disociándose produciendo en última instancia un catión y varios iones cianuro.
- Organocianuros: Son compuestos orgánicos que contienen el grupo –  $\text{C}=\text{N}$ ; se los denomina nitrilos o cianuros.
- El cianuro libre ( $\text{CN}_L$ ). Comprende el ácido cianhídrico (HCN) y el ion cianuro ( $\text{CN}^-$ ) presentes en la solución. Se emplea tanto para la descripción analítica del cianuro como para evaluar su toxicidad.

- Cianuro WAD (cianuros disociables en medio de ácido débil): Son complejos metálicos de transición cianuro relativamente débiles (Cu, Cd, Ni, Zn, Ag y otros con constantes de disociación baja similares) y que se disocian en condiciones neutras o ligeramente ácidas.
- El cianuro total (CN<sub>T</sub>): Comprende a todos los compuestos de cianuro presente en la solución, en todas sus formas, incluyendo los cianuros estables (cianuros de hierro).
- El tiocianato (SCN<sup>-</sup>): La presencia del tiocianato en las soluciones de cianuración se debe a la reacción del cianuro con átomos de azufre inestable durante la aireación previa o durante la lixiviación.

Para el análisis de cianuro existe una gran variedad de métodos analíticos disponibles, pero estos métodos presentan dificultades a causa de la interferencia de algunos elementos presentes en la solución.

“De acuerdo a Nava, Elorza, Uribe y Pérez (2007)”. El método de destilación se aplica para liberar de la muestra de solución, bajo condiciones controladas, el cianuro libre presente puede ser separado bajo condiciones del medio (temperatura no mayor a 30 °C).

Para mejorar la descomposición de cianuro libre (fácilmente degradable) de la muestra de solución se le añade ácido sulfúrico al matraz de destilación además de un catalizador de cloruro de magnesio y se usa vacío.

La destilación con reflujo libera gas de cianuro de hidrógeno, que luego es absorbido en una “trampa” que contiene hidróxido de sodio diluido.

Por medio de la bomba de vacío, los cianuros son transferidos al recipiente de absorción en la forma de ácido cianhídrico, el cual es absorbido por la solución de hidróxido de sodio 1 N.

Después de realizarse la destilación, el producto obtenido (destilado) se analiza con volumetría utilizando una solución de nitrato de plata y rodanina como

indicador para así obtener la concentración de cianuro libre presente en dicho producto.

El método común de destilación directa puede provocar efectos secundarios inestables, debido a la evaporación del volumen parcial del agua (Elorza et al., 2007). En lugar de lo anterior se utiliza actualmente un aparato que permite la destilación con un condensador de reflujo intermedio. Esto hace que tanto el volumen del líquido como la concentración en el matraz de destilación y las concentraciones de los reactivos, sean casi constantes. Las sustancias que se volatizan con el vapor y aquellas que pueden causar interferencias se condensan y son retenidas casi en su totalidad.

Las interferencias más notorias que afectan a este procedimiento son las siguientes:

- El sulfuro ( $H_2S$ ) puede destilar en la solución de absorción y afectar el color. Esta interferencia puede eliminarse antes de la destilación mediante la precipitación con acetato de plomo o carbonato de plomo. El cloruro de cadmio puede agregarse a la solución absorbente para precipitar todo el sulfuro residual.
- Los agentes oxidantes como el cloro, peróxido de hidrógeno y el ozono son también un problema en el análisis de las aguas residuales tratadas puesto que su presencia reducirá los valores de cianuro debido a la oxidación de parte del cianuro presente en la muestra. Esta interferencia puede eliminarse agregando agentes reductores como ácido ascórbico, arsenito de sodio o bisulfito sódico.
- El nitrito puede formar HCN al reaccionar con compuestos orgánicos durante la fase de destilación, el nitrato puede reducirse a nitrito y arrojar resultados incorrectos. Con el fin de evitar la interferencia del nitrito o del nitrato, deberá agregarse ácido sulfámico a la muestra antes de la destilación.

- El tiocianato, de estar presente, puede descomponerse durante el proceso del refluo. En caso de aguas residuales es recomendable el uso de ácido hidrociorhídrico y cloruro de hidroxilamina como reactivos para el refluo de ácido por lo cual evita la descomposición de los tiocianato. En caso de soluciones con altos niveles de tiocianato, el método de ácido sulfúrico más cloruro de magnesio puede provocar una ligera descomposición de tiocianato, alterando en forma significativa aquellas muestras con bajos niveles de cianuro. Esto tiene importantes consecuencias en las muestras tomadas en las proximidades de los asientos mineros.

## **II.2 Método Para Prevención y Cuidado del Cianuro**

Como se mencionó anteriormente los compuestos de cianuro tienen la fama de ser altamente tóxicos y peligrosos, debido al uso del cianuro de hidrógeno gaseoso usado en las cámaras de gas (Quiroz, 2003). De ahí el temor de la sociedad a este compuesto.

El contacto externo o interno del ser humano con los compuestos del cianuro puede ser dañino en varias formas. Los efectos más graves se producen cuando el cianuro ingresa al cuerpo, tiene una capacidad fuerte de formar complejos con el hierro, haciendo que interfiera el transporte de oxígeno por parte de la hemoglobina produciendo asfixia a la víctima (Ingrassia, 2015).

Las formas en las que el cianuro puede intoxicar al cuerpo son por la ingesta de un material contaminado ya sea líquido o sólido y por inhalación gas cianuro de hidrógeno que se encuentre disperso.

Debido al gran peligro que presenta el cianuro por su toxicidad, debe prestarse atención a cualquier situación que pueda generar una liberación incontrolada, para eso se debe de tener conocimiento sobre su manejo y almacenamiento, así como qué métodos hay que realizar en caso de derrames (Quiroz, 2003).

Por lo tanto con respecto a lo que se describió anteriormente, se debe tener conocimiento del reactivo, así como su hoja de seguridad y que producto a usar debe estar bien etiquetado.

Las habitaciones en las que se a almacenar o manejar el cianuro debe contar con una buena ventilación y solo personal autorizado podrá operarla, evitar altas temperaturas o que tenga contacto con ácidos o sales ácidas ya que generan el desprendimiento del gas ácido cianhídrico el cual es altamente venenoso.

En caso de preparación de soluciones con cianuro de sodio para evitar degradación o formación de ácido cianhídrico, se suele agregar soda cáustica o hidróxido de sodio antes de disolver el cianuro de sodio; el objetivo es crear una solución alcalina con pH mayor de 11 en donde pueda evitar la hidrólisis y la emisión del HCN. Agregar mayor cantidad de hidróxido de sodio no es químicamente dañino para el cianuro, pero se debe tener cuidado por las salpicaduras porque es dañino para la piel.

En caso de un derrame deberá ser neutralizado con hipoclorito, el área debe ser limpiada a fondo con agua alcalina. Asimismo, debe evitarse que cualquier derrame entre en contacto con soluciones ácidas para evitar la formación de gas cianhídrico.

La máxima concentración permitida de ácido cianhídrico en los lugares en los que se requiere la presencia permanente de trabajadores es de 10 ppm. Si existiera el peligro de que el ácido cianhídrico se encuentre presente en el área, sólo se podrá ingresar si el personal utiliza el EPP (Equipo de protección personal) adecuado ya sea una máscara completa con filtro para vapores ácidos, así como guantes (látex, nitrilo), protección para ojos (lentes claros) y ropa especial (bata para laboratorio, overol).

El ácido cianhídrico es inflamable y forma mezclas explosivas con el aire; por ello, se debe tener prohibido fumar o hacer fuego en las áreas que se pudiera estar presente dicho gas.

En caso de envenenamiento con cianuro, el personal debe encontrarse alerta y listo para tomar acciones inmediatas. Los principales síntomas son:

- Enrojecimiento de los ojos
- Dolor de cabeza
- Irritación de la garganta
- Debilidad en brazos y piernas
- Palpitaciones
- Vértigos
- Dificultad para respirar
- Colapso y convulsiones
- Salivación
- Aturdimiento
- Náuseas

### **II.3 Primeros Auxilios**

1. Contacto con los ojos: En caso de que la sustancia tenga contacto con los ojos se deberá enjuagar inmediatamente con abundante agua por un mínimo de 15 minutos, levantando en forma periódica los párpados superiores e inferiores. Busque de inmediato atención médica.
2. Contacto con la piel: En caso de contacto con la piel quitar rápidamente la ropa contaminada. Lave inmediatamente la parte de la piel con abundante agua y jabón.
3. Respiración: Retirar a la persona del lugar de la exposición, inicie la respiración de rescate (Utilizando precauciones universales) o si hay disponible oxígeno medicinal usarlo preferentemente, en caso de que se haya detenido la respiración y RCP (reanimación cardiopulmonar) si la

acción del corazón se ha detenido. Traslade sin demora a la víctima a un centro de atención médica.

4. Ingestión: Si se ingiere, suministrar el antídoto y administrar oxígeno por arriba. Si el paciente está consciente, inmediatamente darle papilla de carbón activado. No dar nada por boca a una persona inconsciente. No inducir el vómito ya que podría interferir con el uso de reanimación.

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

#### III.1 Recepción de Muestras y su Tratamiento Previo.

La necesidad de medir con precisión la presencia y concentración de los compuestos de cianuro presentes en soluciones o sólidos es fundamental para un adecuado control ambiental y para el proceso que se esté usando (Quiroz , 2003). Esta medición puede ser necesaria para diversos fines:

- Control de los procesos de planta o metalúrgicos
- Evaluación o control del tratamiento de las aguas residuales
- Monitoreo ambiental en caso de un posible derrame o una solución contaminada
- Calidad de agua

Para tener un análisis preciso se debe de tomar una muestra que se encuentre en un volumen suficientemente pequeño pero representativo para su análisis en el laboratorio y que se encuentre en condiciones óptimas para que no tenga degradación, el producto (ya sea en una solución alcalina si es posible regulando su temperatura y pH).

La muestra debe de ser recolectada de una manera apropiada y representativa ya que si no es así su análisis carecerá de valor o no será preciso (Nava et al., 2007).

Existen diferentes tipos de muestras y sus recomendaciones para su correcto tratamiento previo para su análisis entre los que están: aguas residuales (agua recuperada, relaves, rebose de relaves, etc.), aguas superficiales ya sea ríos o lagos y cualquier solución contenida de cianuro.

Aguas residuales: estas soluciones con frecuencia presentan interferencias ya que pueden tener contenido de sulfato, agentes oxidantes o sólidos y pueden afectar el análisis químico, para ello se recomienda:

- Si la muestra tiene contenido de sulfato, es posible eliminarlo añadiendo a la muestra un reactivo químico como el carbonato de plomo.
- Los agentes oxidantes son los que pueden degradar el cianuro al momento de tomar la muestra, antes o durante el análisis, para este caso se puede eliminar con un agente reductor (hidróxido de sodio) así evita que se volatilice y lo mantendrá en un pH adecuado.
- Si se encuentra con sólidos suspendidos, se le recomienda dejar asentar dichos sólidos, si no es posible, se tendrá que usar un método en donde se incluirán dichos sólidos con la solución para determinar el cianuro total, debido a que hay complejos de cianuro que son insolubles y podrían estar contenidas en los sólidos.

Aguas superficiales o solución contenida de cianuro: ya sea con alta o baja concentración de cianuro se deben seguir las siguientes recomendaciones:

- Si se van a recolectar debe ser con frascos de plásticos nuevos y limpios bien identificados.
- Al momento de realizar el análisis debe estar limpio todo el equipo para evitar cualquier contaminación.
- Entre muestras debe de haber un blanco o una muestra estándar para control de calidad.
- Para evitar degradación de la solución contenida de cianuro debe estar regulado el pH a mayor de 11 usando hidróxido de sodio para ello.

Cualquier tipo de muestra debe estar etiquetado de manera adecuada en donde se dice qué tipo de muestra es, fecha, nombre y un símbolo en donde diga los riesgos de la solución.

### III.2 Características de Reactivos:

- Hidróxido de Sodio (NaOH): También conocido como sosa cáustica o soda cáustico es una sustancia altamente versátil en la industria ya que sirve como una base química para la fabricación de papel, tejidos y detergentes u otros compuestos químicos. En nuestro proceso es muy utilizado para crear una solución alcalina regulando el pH a 11 para así depositar el cianuro y este no se escape de la solución evitando formación de ácido cianhídrico.

Es un compuesto peligroso y corrosivo. Reacciona con agua, ácidos y otros materiales. Causa quemaduras a piel y ojos. Puede ocasionar irritación severa de tracto respiratorio y digestivo con posibles quemaduras. En casos crónicos puede producir cáncer en el esófago y dermatitis por prolongado contacto con la piel.

Propiedades físicas:

- Peso Molecular: 40 g/mol
  - Densidad: 2.13 g/cm<sup>3</sup>
  - Punto de fusión: 318 °C
  - Punto de ebullición: 1390 °C
- Nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub>): Es una sal inorgánica mixta, es un compuesto muy utilizado como complemento en distintas soluciones y gracias a sus propiedades químicas se utiliza en la determinación de cianuro libre por volumetría (por titulación). Esta técnica se basa en la reacción del nitrato de plata con el ion cianuro en solución alcalina formando un complejo soluble ([Ag(CN)<sub>2</sub>]<sup>-</sup>) y cuando no queda ya cianuro en la solución, el exceso de plata precipita como AgCN o reacciona con el indicador (rodanina). En ambos casos se hace la aparición de turbidez en la solución o cambia de color (con el indicador) y el volumen gastado de nitrato de plata corresponderá a la concentración de cianuro libre en la solución.

Es un compuesto corrosivo que causa quemaduras en cualquier área de contacto, puede ser fatal en caso de ingestión, dañino si es inhalado, oxidante fuerte que puede aumentar la inflamabilidad de los materiales combustibles adyacentes.

Propiedades físicas:

- Peso Molecular: 169.87 g/mol
  - Densidad: 4.35 g/cm<sup>3</sup>
  - Punto de fusión: 212 °C
  - Punto de ebullición: 444 °C
- Rodanina Indicador (C<sub>28</sub>H<sub>31</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): Es una solución que sirve como indicador debido a sus compuestos químicos. Se prepara 0.02 g de un compuesto del mismo nombre 5-(4-dimetilaminobencilideno)-Rodanina 99%) y se le añade poca acetona mientras se agita hasta que se disuelve el sólido. Se enrasa a un volumen final de 100 mL en el mismo vaso.

Propiedades físicas:

- Peso Molecular: 479.02 g/mol
  - Punto de fusión: 210°C
- Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): Es un compuesto químico altamente corrosivo y se utiliza mucho en las industrias químicas (manufactura de fosfato y sulfato de amonio, producción de fibras textiles, explosivos, alcoholes, plásticos, refinación de metales, etc.)

Es un líquido de apariencia aceitoso incoloro, peligroso y corrosivo, reacciona con el agua. Puede ocasionar daños en los riñones y pulmones, en ocasiones la muerte. Ocasiona irritaciones severas en los ojos, piel, tracto respiratorio y tracto digestivo con posibles quemaduras.

En el proyecto es utilizado este ácido debido a que mejoraba la destilación del cianuro, puesto que ayudaba la separación en la solución problema, también se hizo experimentación con ácido clorhídrico.

Propiedades físicas:

- Peso Molecular: 98 g/mol
- Densidad: 1.84 g/cm<sup>3</sup>
- Punto de fusión: 3°C
- Punto de ebullición: 274°C

- Ácido Clorhídrico (HCl): Es una disolución acuosa de cloruro de hidrógeno. Es un líquido de color amarillo (por presencia de trazas de fierro, cloro y materia orgánica) o incoloro con un olor penetrante. La disolución acuosa en grado reactivo contiene aproximadamente 38 % de HCl. Es utilizado en la refinación de minerales, en la extracción de estaño y tántalo, para limpiar metales, como reactivo químico, en la hidrólisis de almidón y proteínas para obtener otros productos alimenticios y como catalizador y disolvente en síntesis orgánica. Sus vapores son irritantes a los ojos y membranas mucosas. Es soluble en agua, desprendiéndose calor. Es corrosivo de metales y tejidos. Para su obtención, se tienen diferentes procesos industriales, entre los cuales se encuentran: la reacción entre cloruro de sodio o potasio con ácido sulfúrico; la reacción de bisulfuro de sodio con cloruro de sodio, conocido como proceso Meyer; el proceso Hargreaves, en el cual se usa óxido de azufre, sal y vapor. Es muy corrosivo causa severas quemaduras de tejidos, piel y daños respiratorios al ser inhalado.

Propiedades físicas:

- Peso Molecular: 34.46 g/mol
- Densidad: 1.18 g/cm<sup>3</sup>
- Punto de fusión: -74°C
- Punto de ebullición: 53°C

### III.3 Metodología Previa al Proceso de Destilación:

- Se toman muestras de solución cianuradas. En el caso de este trabajo para las pruebas se tomaron muestras de los compósitos de las plantas ADR I y ADR II de la mina San Francisco o cualquier solución que haya sido contaminada con cianuro.
- Previamente se determina la cantidad de cianuro libre de estas soluciones por el método de titulación usando Nitrato de Plata ( $\text{AgNO}_3$ ) a una concentración de 4.3315 g/L o 0.043 g/L dependiendo de la concentración de cianuro en la solución.
- Usar el equipo de protección adecuado al proceso.
- El equipo a utilizar debe estar en condiciones óptimas de lavado y si es posible totalmente seco.
- Montar el destilador como se muestra en la Figura 1.

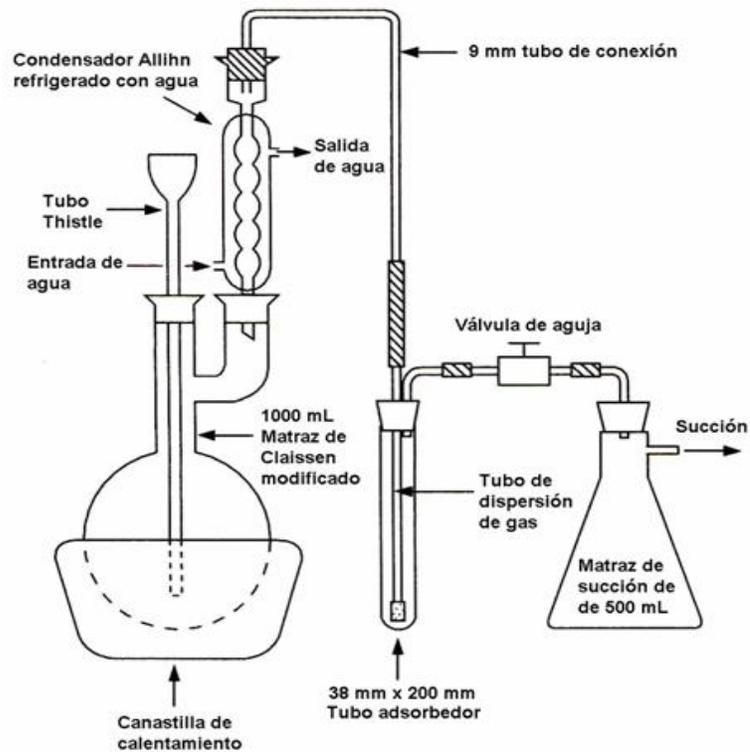


Figura 1. Destilador.

- Conectar la entrada y salida del agua que pasara en el condensador procurando que no suceda derrames.
- Algunas partes del destilador tienen uniones de vidrio esmerilado, se debe untar un poco de grasa ya sea vaselina o de cualquier tipo.
- Debe asegurarse que no se presenten fugas de gas antes de iniciar con la experimentación.
- Preparar la solución de hidróxido de sodio (NaOH) (1N). Pesar aproximadamente 40 g de hidróxido de sodio (NaOH) disolver en 1 litro con agua destilada.
- La solución de hidróxido de sodio se debe de procurar que tenga un pH alto (12 o más), debido a que al momento de depositar el destilado no se produzca ácido cianhídrico.
- Preparar ácido sulfúrico (15% y 10%) que servirá para aumentar la eficiencia del destilador.

#### **III.4 Características de los Instrumentos del Destilador**

- 1) Canastilla de calentamiento: Conocida como mantilla de calentamiento, son equipos que proveen una transferencia de calor segura para calentar la mayoría de los recipientes, pues el calor que estas proveen puede ser ajustado o regulado con un transformador variable de acuerdo a las necesidades que se requieran. Son muy utilizados cuando dichas sustancias o compuestos son sensibles al calor o inflamables.
- 2) Matraz de Claissen modificado: Es un matraz de vidrio con un tubo de desprendimiento lateral, utilizado para destilar diferentes líquidos. Consta de dos bocas ya que se le puede acoplar un termómetro. Este matraz tiene la ventaja de disminuir al mínimo el riesgo de que el líquido caiga sobre el destilado.

- 3) Tubo Thistle: Conocido como tubo de seguridad y es un material de laboratorio fabricado de vidrio, que consiste principalmente de un tubo largo o eje, de diferentes formas, que finaliza en un ensanchamiento o depósito con forma de embudo en la parte superior.

El tubo de seguridad presenta un eje, el cual permite la inserción a través de un pequeño agujero en algunos tapones, permitiendo que el tubo se inserte en un contenedor como un recipiente para añadir sustancias al mismo y como medio para evacuarlas cuando la presión interior aumenta.

Es muy utilizado para evitar una explosión por exceso de presión y para verter líquido dentro de los recipientes sin necesidad de destaparlos entre otros posibles usos.

- 4) Condensador Allihn: En general los condensadores son aparatos contruidos en vidrio, que se usan para condensar vapores que se desprenden del matraz de destilación, por medio de un líquido refrigerante que usualmente es agua.

Consta de dos tubos cilíndricos concéntricos. Por el tubo interior circulan los vapores que serán condensados. Por el tubo exterior circula el líquido refrigerante.

El condensador Allihn o condensador de bulbos consiste en un tubo largo de cristal con una camisa de agua que circula por el tubo exterior. Posee una serie de constricciones y abultamientos en el tubo interior que aumentan la superficie sobre la cual los componentes de vapor se pueden condensar.

- 5) Tubo de dispersión de gas y tubo adsorbedor: Es un tubo delgado de vidrio en donde el gas evaporado de la destilación se dispersa por medio de una superficie porosa hacia un tubo adsorbedor que es jalado por una bomba de gas.

- 6) Válvula de aguja: Es un dispositivo mecánico con el cual se puede iniciar, detener o regular la circulación de líquidos o gases mediante un vástago cónico que hace de obturador.
- 7) Matraz de succión: Conocido como matraz de Kitasato, consiste en un frasco de vidrio grueso cuya estructura tiene forma de cono, con cuello alargado y un delgado tubo en la parte superior y lateral. Sirve para realizar experimentos como destilación, recolección de gases, filtraciones al vacío o también sirve como una trampa en una línea de vacío para garantizar que no se transporten fluidos desde el aspirador o la bomba de vacío al aparato evacuado, o viceversa.
- 8) Bomba de vacío: es un equipo diseñado para extraer gases del interior de recipientes, redes de tuberías o en cualquier proceso donde se requiera reducir la presión interior de un sistema, a valores inferiores a la atmosférica.

### **III.5 Requerimientos del Proceso**

Antes de proceder al análisis se debe de contar con los siguientes equipos y herramientas:

- 1) Equipos:
  - Condensador Allihn
  - Canastilla de calentamiento
  - Bomba de vacío
  - Campana de extracción de gases
- 2) Herramientas:
  - Varilla de vidrio
  - Tijeras
  - Navaja
  - Mangueras de conexión

3) Materiales:

- Matraz de Claissen modificado de 1000 mL
- Tubo Thistle
- Tubo adsorbedor
- Tubo de dispersión de gases
- Matraz de succión de 500 mL
- Probeta de 100 mL
- Vaso precipitado
- Pipetas de 10 y 15 mL
- Matraz Erlenmeyer de 1000 mL
- Vaselina

4) Reactivos:

- Agua destilada
- Hidróxido de Sodio (NaOH)
- Solución que contenga cianuro (CN)
- Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) al 10% o 15%
- Nitrato de Plata ( $AgNO_3$ ) al 4.3315 g/L y al 0.043 g/L
- Indicador (Rodanina)

5) Equipo de protección personal

- Bata de laboratorio
- Guantes de látex o nitrilo
- Lentes de seguridad
- Máscara respiradora contra vapores ácidos
- Zapatos de seguridad

### III.6 Metodología del Proceso

- Se recolecta la solución cianurada y para en las pruebas se tomó una muestra representativa de 50 mL para realizar distintos análisis de la misma. Estas muestras proceden de los compósitos de las plantas ADR I y ADR II de Mina San Francisco (figura 2).



Figura 2. Soluciones cianuradas.

- Se instala el destilador (figura 3) y se hacen las conexiones del condensador (entrada y salida del agua).



Figura 3. Destilador montado.

- Se le agrega 10 mL de la solución de hidróxido de sodio (1N) en el matraz de destilado (figura 4) y se le agrega agua destilada hasta que el tubo esté cubierto, después se hacen las conexiones correspondientes, revisando que no se encuentre ninguna fuga.



Figura 4. Matraz con la solución de NaOH (1 N).

- Se enciende la manta o canastilla de calentamiento y se regula la temperatura deseada. En los experimentos que se hicieron se usó un calentamiento de 30 °C debido a que no requiere temperaturas altas (figura 5).



Figura 5. Canastilla de calentamiento.

- Abrir la llave de agua para que suministre la entrada y salida del condensador.
- Encender la bomba (figura 6.) para generar la succión de aire.



Figura 6. Bomba.

- Al momento de tener la temperatura deseada agregar la solución problema y esperar a que llegue a su estabilidad térmica.
- Al estar a la temperatura deseada, agregar el ácido sulfúrico (15 mL). Al momento de agregarle el ácido, la solución problema cambiará de color a una especie de color café (figura 7).

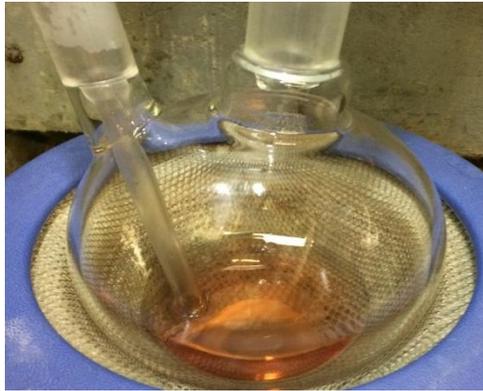


Figura 7. Solución problema con el ácido sulfúrico.

- Dejar que la solución destile por lo menos 10 minutos.
- Apagar equipo de calentamiento, motor de succión y condensador, esperar a que se estabilice el equipo.
- Desmontar el equipo.
- Medir el volumen del destilado y de la solución que se destiló. Se deberá también anotar sus volúmenes
- Se toman 25 mL de cada una de las muestras del destilado y solución posterior para analizar, y se colocaran en matraces Erlenmeyer de 125 mL (figura 8).



Figura 8. Matraces Erlenmeyer de 125 mL.

- Por medio de la titulación con Nitrato de Plata 4.335 g/L para soluciones altas de cianuro o 0.043 g/L para soluciones muy bajas de cianuro, se determina el Cianuro contenido en ambas muestras usando un indicador (Rodanina) éste cambia de color amarillo a rosado para el caso de la muestra del destilado y para la muestra que se destiló de color café a rosado (figura 9).



Figura 9. Soluciones cianuradas antes (izquierda) y después (derecha) de titular con nitrato de plata.

- Al finalizar se comparan los resultados con los otros métodos utilizados en absorción atómica.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Se realizaron diferentes pruebas y obtener resultados, para así hacer una investigación sobre el método óptimo a usarse, en donde se obtenga mejor extracción y recuperación de cianuro libre de la muestra de solución.

En las pruebas que se hicieron se usó temperatura de calentamiento de la manta a 30 °C debido a que la separación del cianuro no requiere temperaturas muy altas y en esa temperatura es en donde empezó a notarse la mayor separación y al momento de aumentar la temperatura no se notaba alguna diferencia de extracción.

La experimentación se realizó con diferentes condiciones y diferentes concentraciones del ácido sulfúrico.

### **IV.1 Experimentación 1: Sin Adicionar Ácido a Diferentes Tiempos:**

Usando la temperatura de 30 °C de calentamiento de la mantilla, sin adicionar ningún tipo de ácido, variando tiempos de 20, 25, 30 minutos.

En estas pruebas se usó una solución problema (50 mL) con 280 ppm de cianuro y 25 mL en la solución del matraz (recuperación) con NaOH a 12 de pH.

Tabla I. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante sin adición de ácido.

Tiempo (min)	CN (ppm)
15	70
20	80
25	80
30	90
35	100
40	100

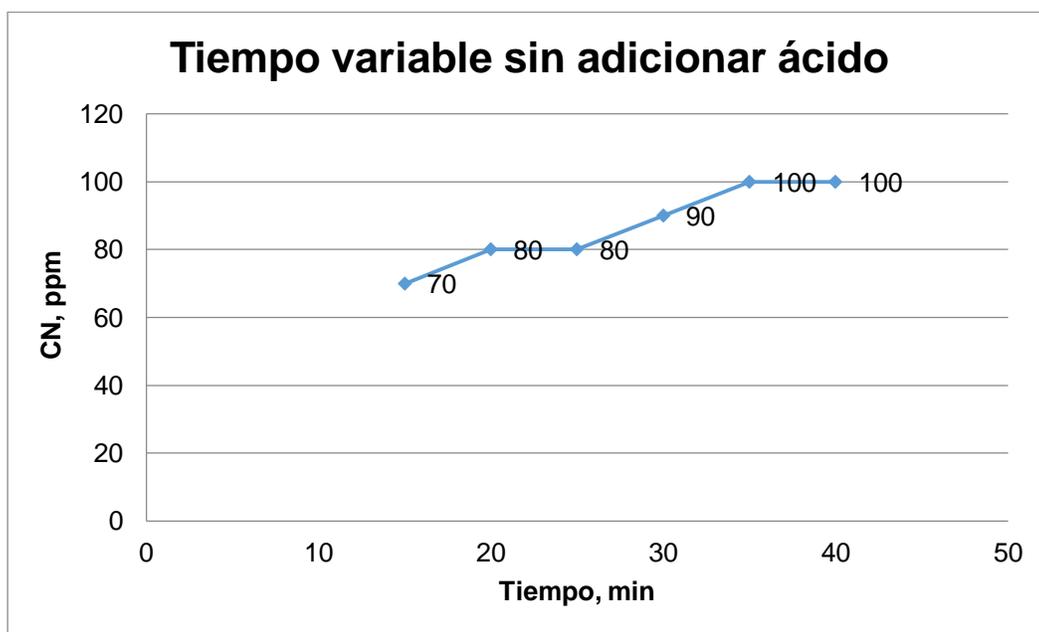


Figura 10. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante sin adicionar ácido.

Aquí se puede observar que a pesar de que se le aumenta el tiempo, la extracción del cianuro no es satisfactoria debido que se ocupa un agente de descomposición en el presente caso, es la adición del ácido.

#### **IV.2 Experimentación 2: Ácido Clorhídrico (HCl):**

Durante el período de análisis, también se realizaron experimentos con la adición del ácido clorhídrico para ver su efecto en la destilación.

En estas pruebas se usó una solución problema (50 mL) con 280 ppm de cianuro y 25 mL en la solución del matraz (recuperación) con NaOH a 12 de pH.4.

La temperatura se manejó a 30°C de calentamiento variando tiempo y volumen de adición del ácido.

Lo que se hacía era que al momento que se encontrara a las condiciones especificadas del destilador, se le agregaba ya sea 10 o 15 mL del ácido clorhídrico a una concentración de 10% y proporcionar el tiempo que se desee.

- **Prueba 1 con 10 mL HCl (10%)**

Tabla II. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido clorhídrico al 10%.

Pruebas	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)
1	15	280	170	110
2	20	280	200	80
3	25	280	190	90
4	30	280	200	80

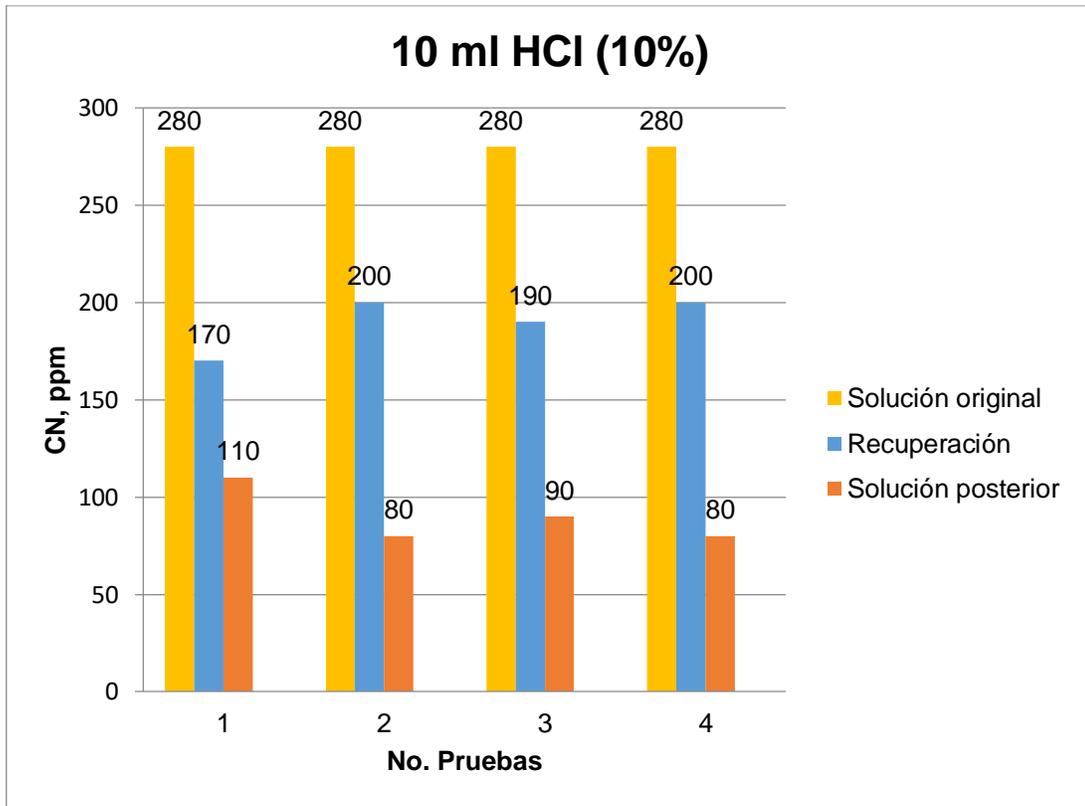


Figura 11. Resultados de las pruebas con adición de 10 ml de ácido clorhídrico al 10%.

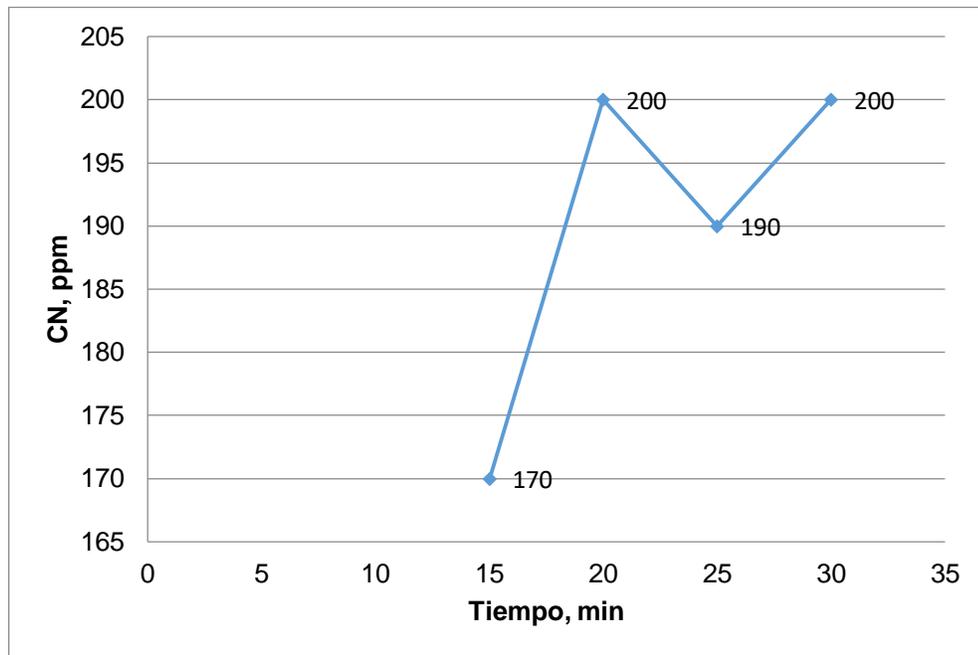


Figura 12. Concentración de cianuro extraído contra tiempo (10 mL de HCl 10%).

- **Prueba 2 con 15 mL HCl (10%)**

Tabla III. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido clorhídrico al 10%.

Pruebas	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)
1	15	280	220	60
2	20	280	230	50
2	25	280	230	50
2	30	280	230	50

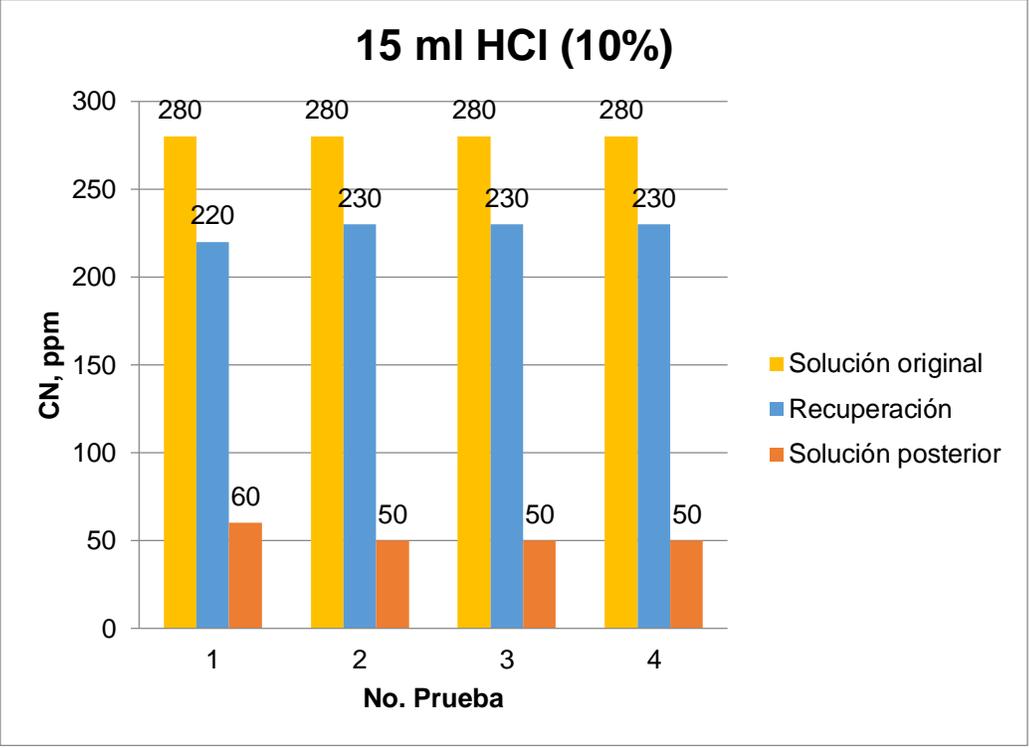


Figura 13. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido clorhídrico al 10%.

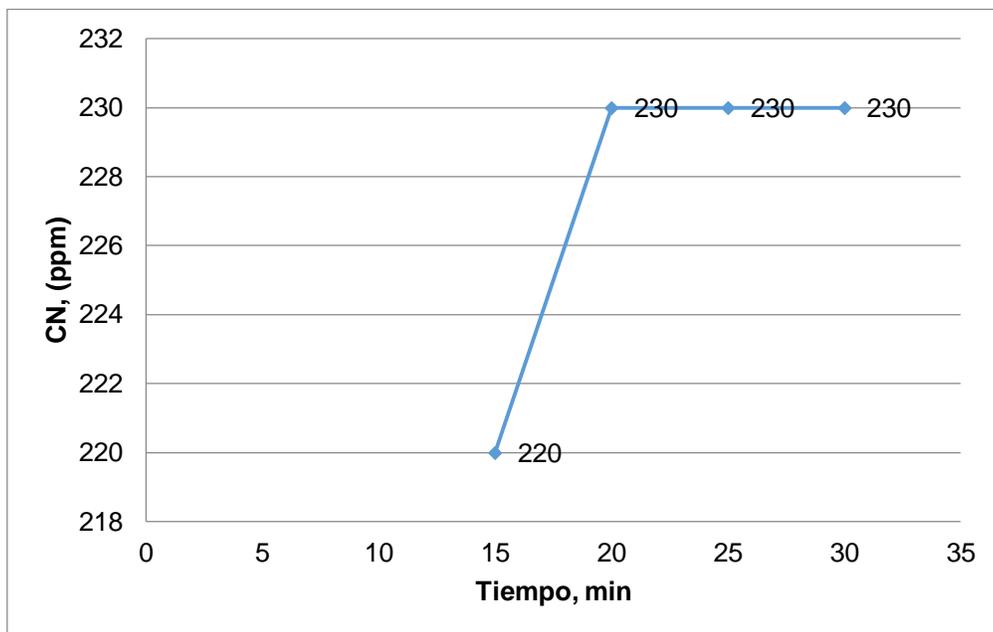


Figura 14. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante (15 mL de HCl 10%).

Se puede observar en la figura 11 y 12 que corresponden a la adición de 10 mL del ácido clorhídrico, la extracción y recuperación no es muy satisfactoria a lo mucho llegaba hasta 75% y luego se optó por usar 15 mL (figura 13 y 14) llegando hasta 80%.

Se dejó de usar este ácido debido a que había muchas alteraciones y al momento de analizar pintaba mucho la solución problema a un color un poco rosado y hacía difícil la lectura al momento de analizar las pruebas.

Otro factor que surgió fue que al utilizar una concentración más alta había alteraciones con los resultados (aumentaba el cianuro).

### IV.3 Experimentación 3: Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>):

Al realizar investigaciones en varios artículos y asesoría, se optó a utilizar este ácido debido a su efectividad, realizándose varias pruebas con diferentes concentraciones (10%,15% y 50%) y diferentes volúmenes para ver cuál es el más óptimo.

- **Prueba 1 con 10 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 10%**

En estas pruebas se usó una solución problema (50 mL) con 280 ppm de cianuro y 25 mL en la solución del matraz (recuperación) con NaOH a 12 de pH.

La temperatura se manejó a 30°C de calentamiento variando tiempo y volumen de adición del ácido.

Se experimentó primero con la adición de 10 mL de ácido sulfúrico (10%) para ver su efectividad y así comparar los experimentos anteriores.

Tabla IV. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 10%.

Pruebas	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)	Pérdidas CN (ppm)	Extra (ppm)
1	15	270	190	70	10	0
2	20	270	250	20	0	0
3	25	270	280	10	0	10
4	30	270	250	20	0	0

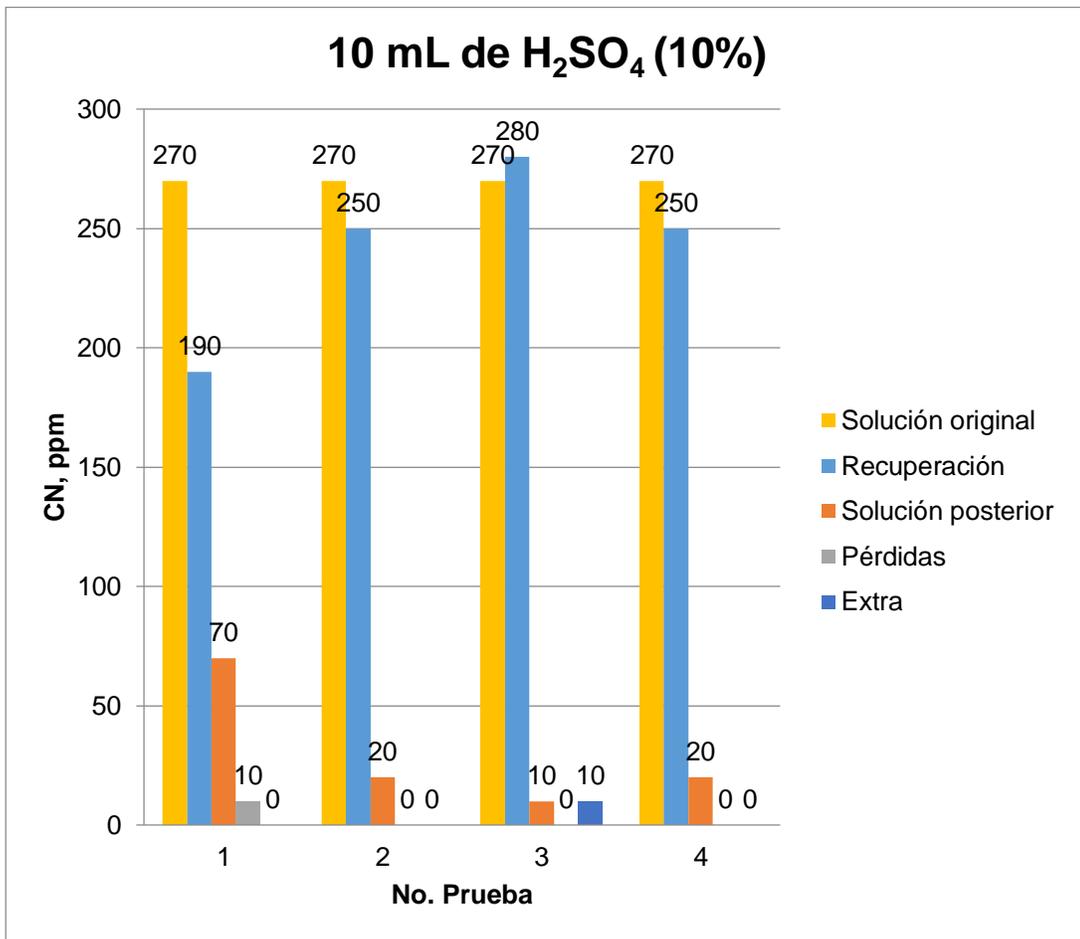


Figura 15. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 10%.

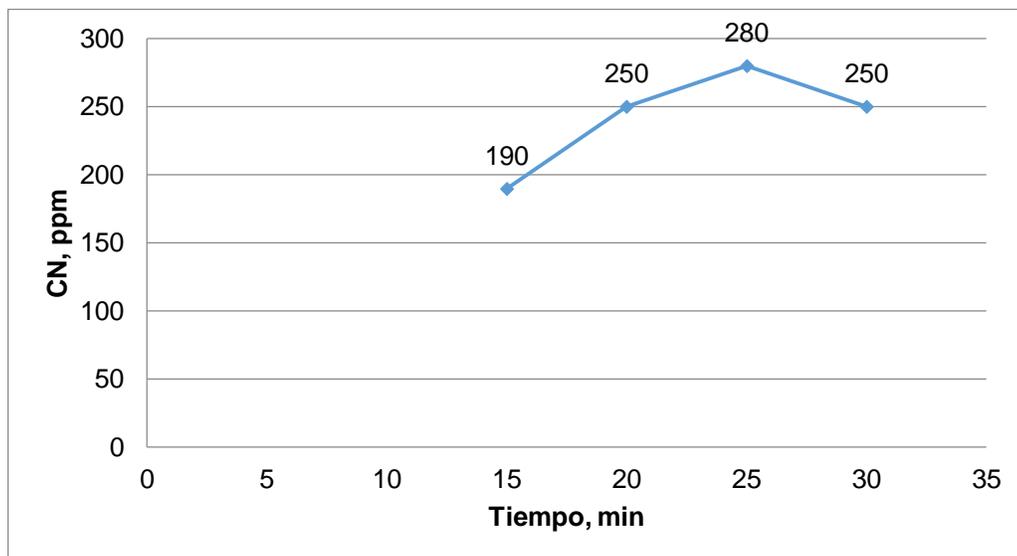


Figura 16. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante 10 mL de ácido sulfúrico (10%).

Como se observa en la Figura 16, la extracción mejoraba poco a poco con el tiempo pero no se extraía lo suficiente ya que llegaba un determinado momento en que permanece constante la extracción.

En la Figura 15 se nota que había extracciones casi exitosas, pero se nota que aún queda concentración en la solución o que había extras (cianuro formado) esto se pudo haber ocasionado ya sea por contaminación al destilar o debido a que la solución tenía compuestos que pudieran interferir (sulfuros, nitratos, formación de tiocianato).

- **Prueba 2 con 15 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 10%**

También se hicieron pruebas con 15 mL de ácido sulfúrico en donde se obtuvieron los siguientes resultados, en estas pruebas se usó un riego con más concentración de cianuro (290 ppm):

Tabla V. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 10%.

Pruebas	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)
1	15	290	230	60
2	20	290	280	10
3	25	290	280	10
4	30	290	270	10

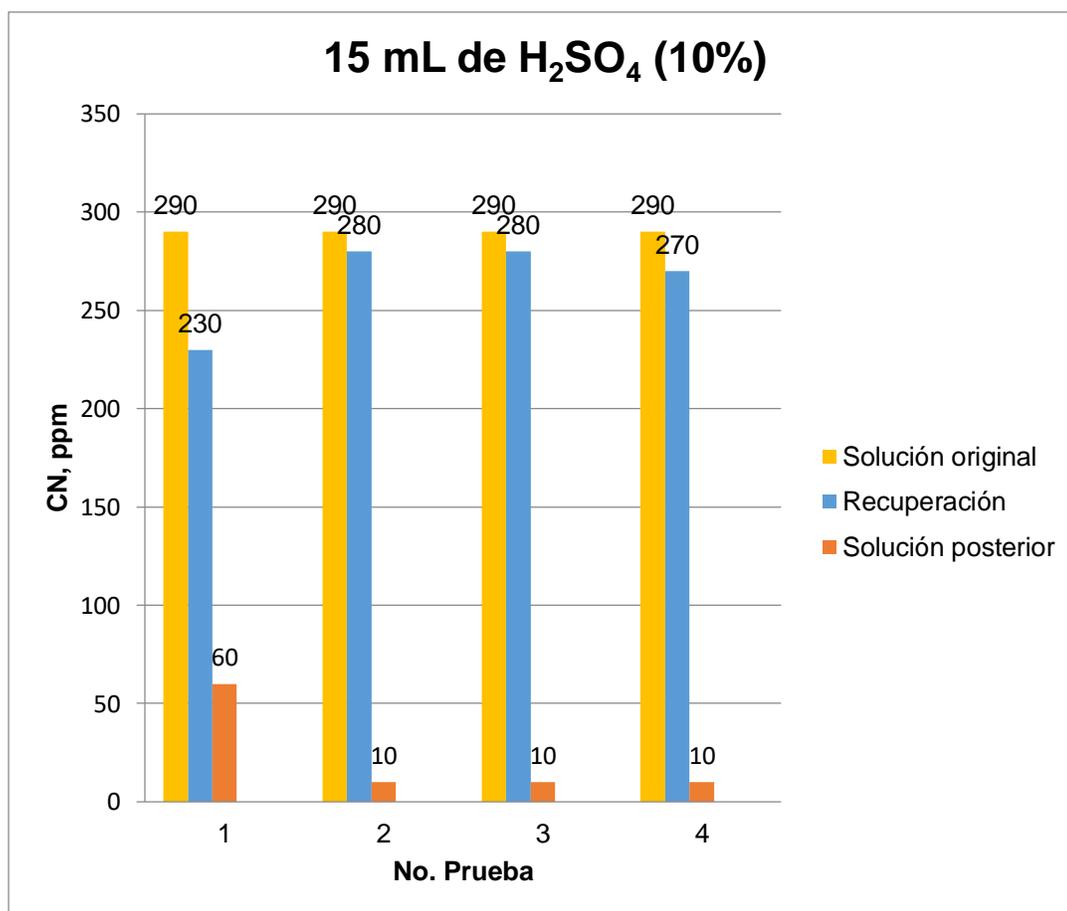


Figura 17. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 10%.

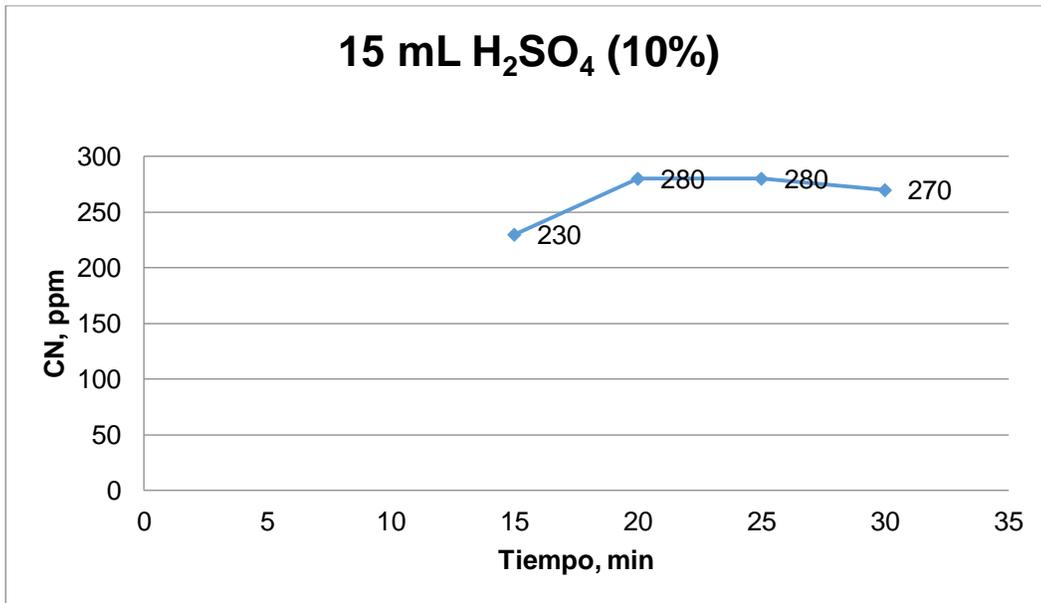


Figura 18. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 15 mL de ácido sulfúrico (10%).

Como se puede observar se tenían mejores resultados al momento de adicionar 15 mL de ácido sulfúrico, pero aún quedaba poca concentración en la solución problema.

Se hizo también una comparación con los diferentes ácidos utilizados y diferentes volúmenes, todos a las mismas condiciones de temperatura y usando 20 minutos como referencia:

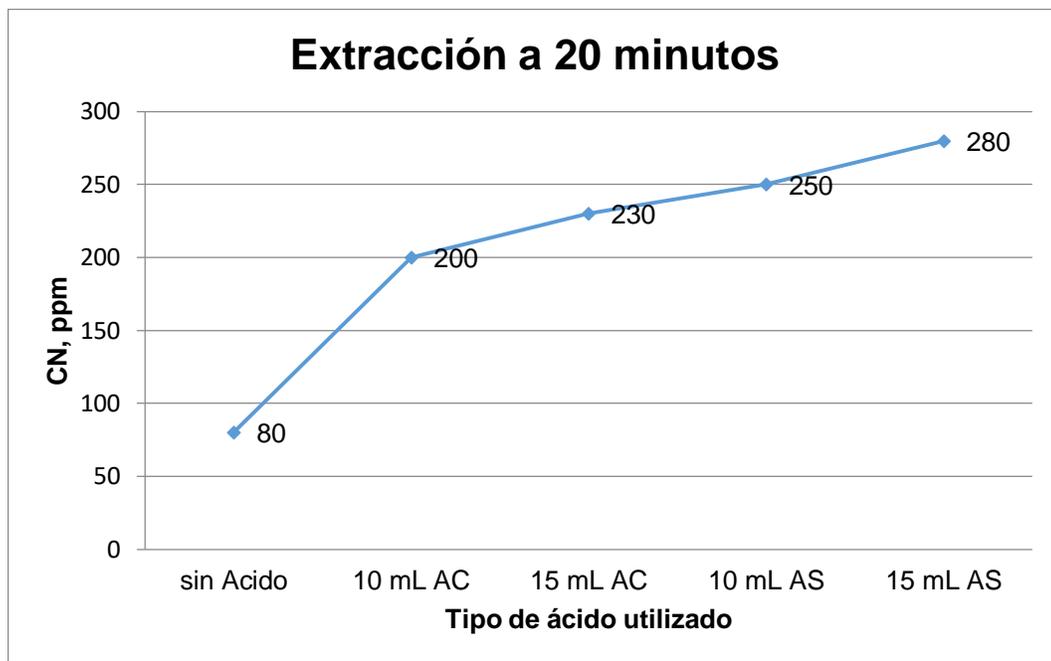


Figura 19. Comparación de resultados de extracción con diferentes ácidos.

Al observar la Figura 19 se pueden comparar los resultados que se han estado obteniendo y efectivamente es recomendable usar el ácido sulfúrico por su mejor extracción debido a que degrada al cianuro de manera eficiente.

- **Prueba 3: Ácido sulfúrico con 10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 15%**

A pesar de tener buenos resultados con 10% aún faltaba extraer la concentración que le quedaba a la solución problema y con menor tiempo por eso se realizaron pruebas aumentando la concentración del ácido sulfúrico.

Las pruebas que se realizaron fueron con una solución problema con 290 ppm, pero durante la experimentación en las pruebas 4 y 5 se tuvo que cambiar a una solución de 330 ppm debido a que se me terminó la solución pasada.

En los resultados se notaron algunas pérdidas (falta de cianuro) debido a varios factores como posible contaminación, pero era más por la acción del ácido así que se optó por usar 30 ml de la solución alcalina (NaOH a pH 12) esto se puede notar en las pruebas 4 y 5 en la Figura 20.

Tabla VI. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 15%.

Pruebas	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)	Pérdidas CN (ppm)
1	10	290	230	60	0
2	15	290	220	50	20
3	20	290	250	30	10
4	25	330	250	50	30
5	25	330	270	40	20

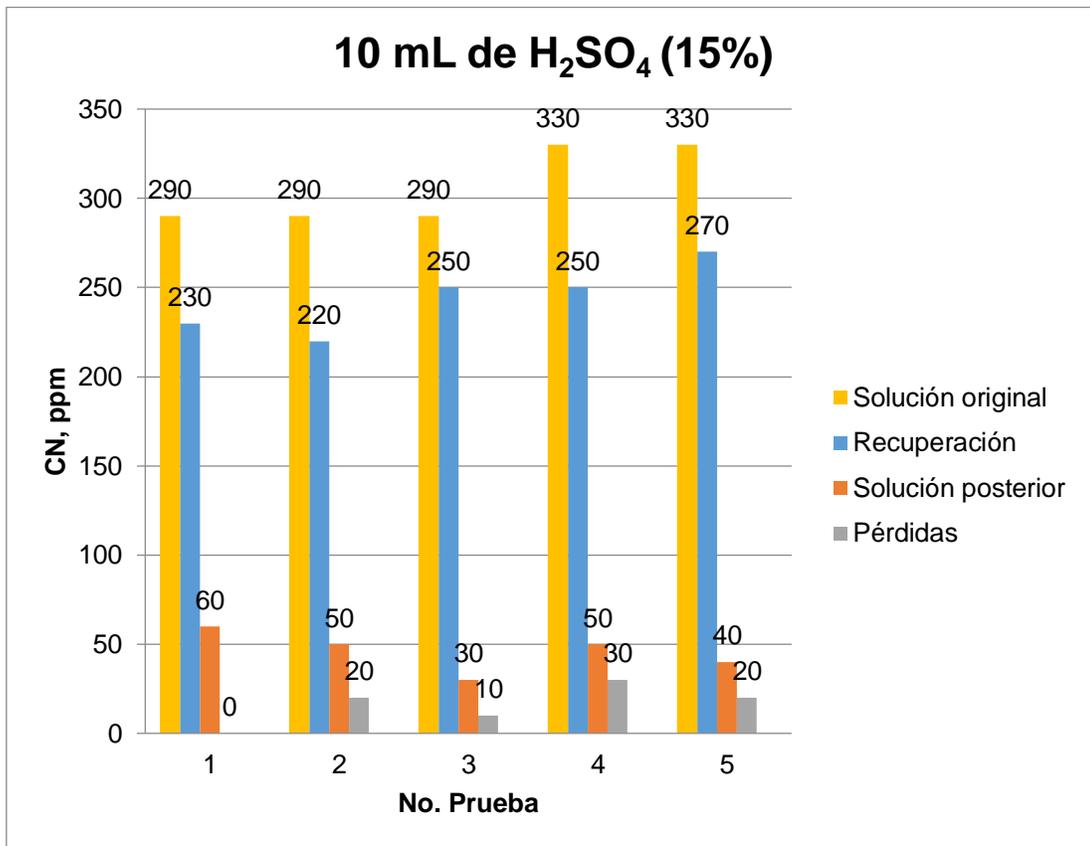


Figura 20. Resultados de las pruebas con adición de 10 mL de ácido sulfúrico al 15%.

Se hizo una comparación de la extracción del cianuro conforme el tiempo (Figura 21) en donde se notó que el tiempo óptimo es de 10 minutos ya que si se aumentaba el tiempo, no era muy representativo, además que causaba alteraciones como pérdidas o aumento de cianuro.

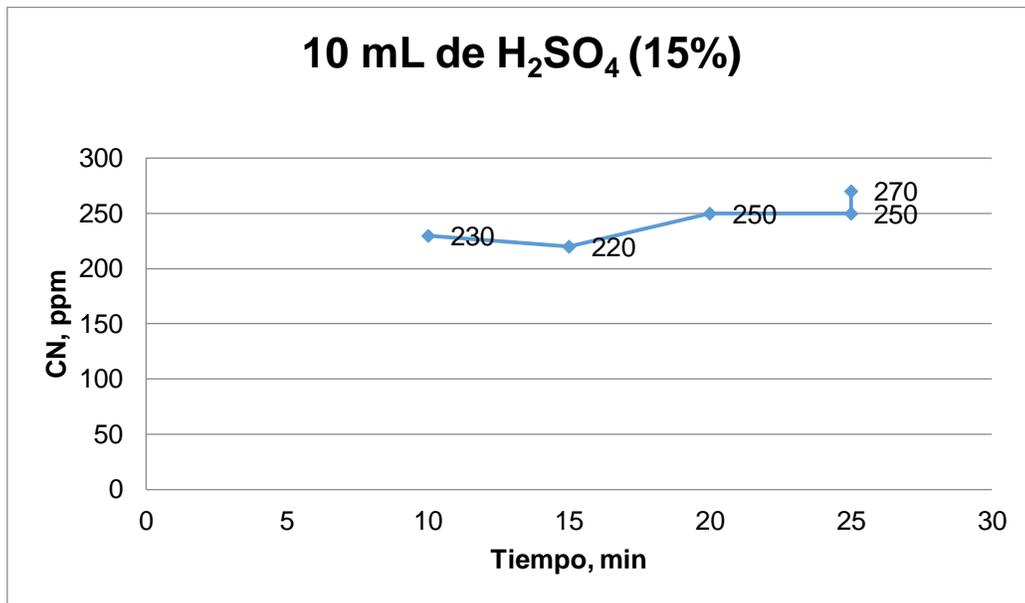


Figura 21. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 10 mL de ácido sulfúrico (15%).

- **Prueba 4 con 15 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 15%**

La extracción mejoraba notablemente conforme el tiempo, pero para fines de mejorar el proceso y que se obtuvieran resultados en menor tiempo, se aumentó de 10 a 15 mL. En estas pruebas se usó una solución problema de 330 ppm y en el matraz de recuperación se usaron 38 mL de solución alcalina (NaOH a un pH de 12), tomándose esta cantidad para aumentar la cantidad de ácido para que se compense y no se produzcan alteraciones.

Tabla VII. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.

Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación CN (ppm)	Solución posterior (ppm)	Pérdidas CN (ppm)	Extra (ppm)
10	330	320	20	10	0
10	330	300	20	10	0
15	330	290	30	10	0
20	330	300	20	10	0
25	330	280	20	30	0

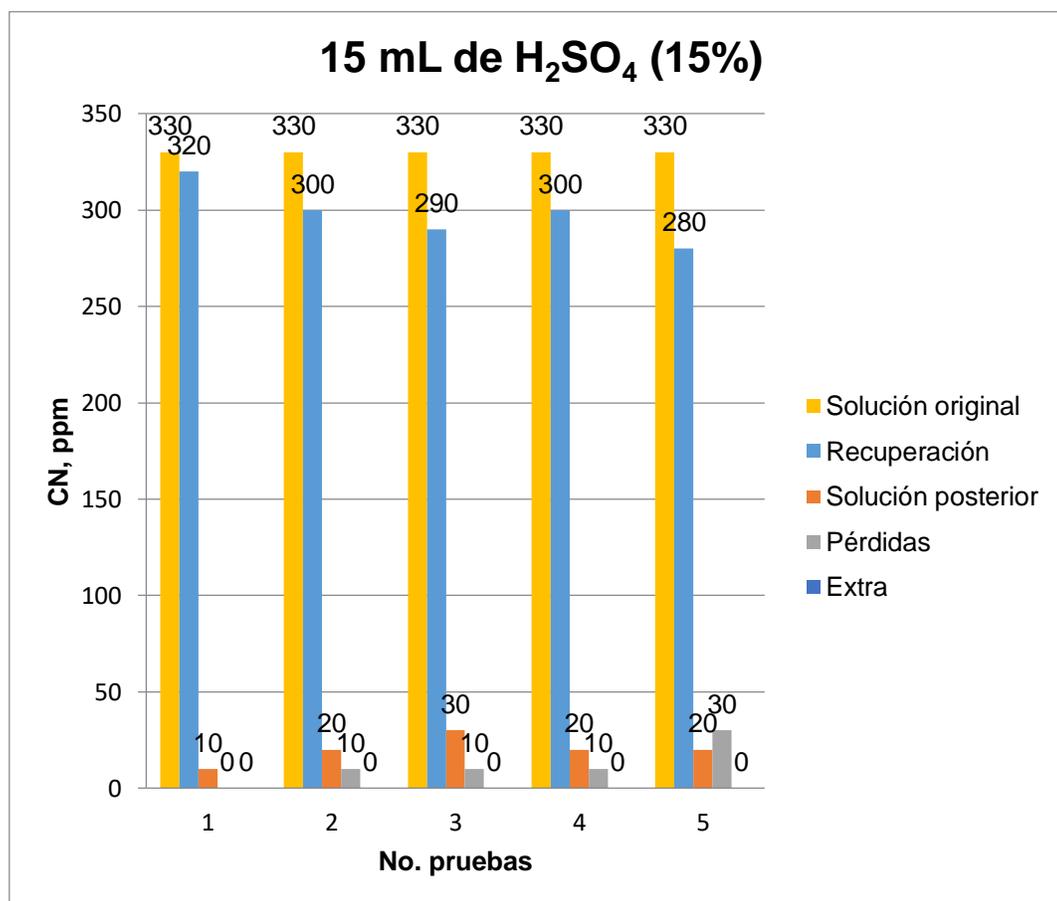


Figura 22. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.

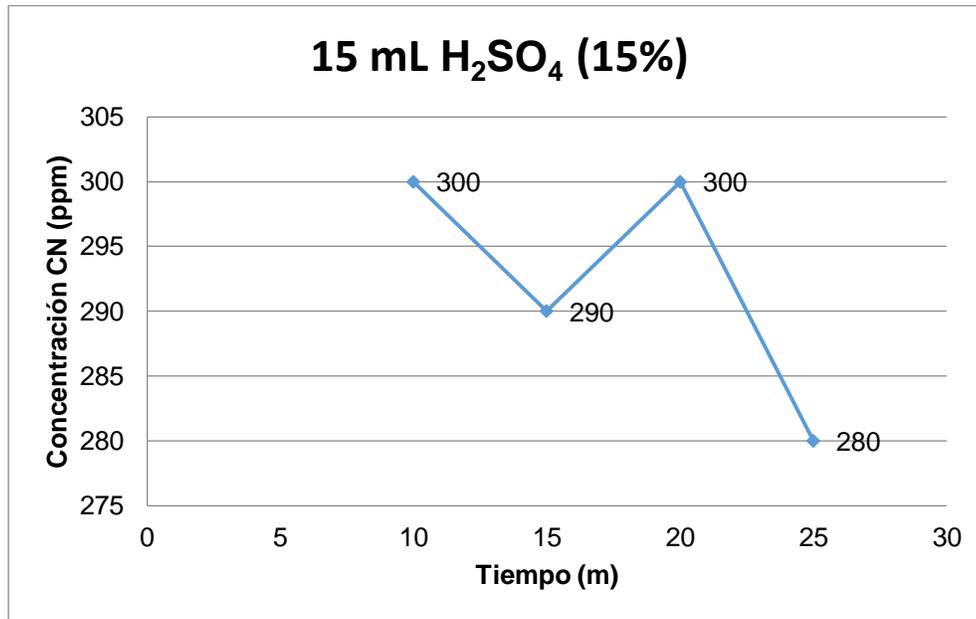


Figura 23. Concentración de cianuro extraído contra tiempo a temperatura constante de 15 mL de ácido sulfúrico (15%).

Como se puede notar la extracción mejoraba en menos tiempo, pero aún quedaba solución y pérdidas, que pudo ser ocasionada por agentes indeseables (sulfuros, nitratos, formación de ácido cianhídrico o tiocianato).

- **Prueba 5 con 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%**

En estas pruebas se usó una solución de 350 ppm, e igual con una solución alcalina (NaOH con un pH de 12), un calentamiento de 30°C, pero se notó que habían muchas alteraciones con los resultados lo cual pudo ser causado por el aumento de concentración del ácido.

Tabla VIII. Resultados de las pruebas con adición de 5 mL de ácido sulfúrico al 50%

Prueba	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación (ppm)	Solución posterior (ppm)	Pérdidas (ppm)	Extra (ppm)
1	10	350	360	10	0	10
2	10	350	450	0	0	100
3	10	350	260	10	80	0
4	10	350	200	10	140	0
5	10	350	450	0	0	100

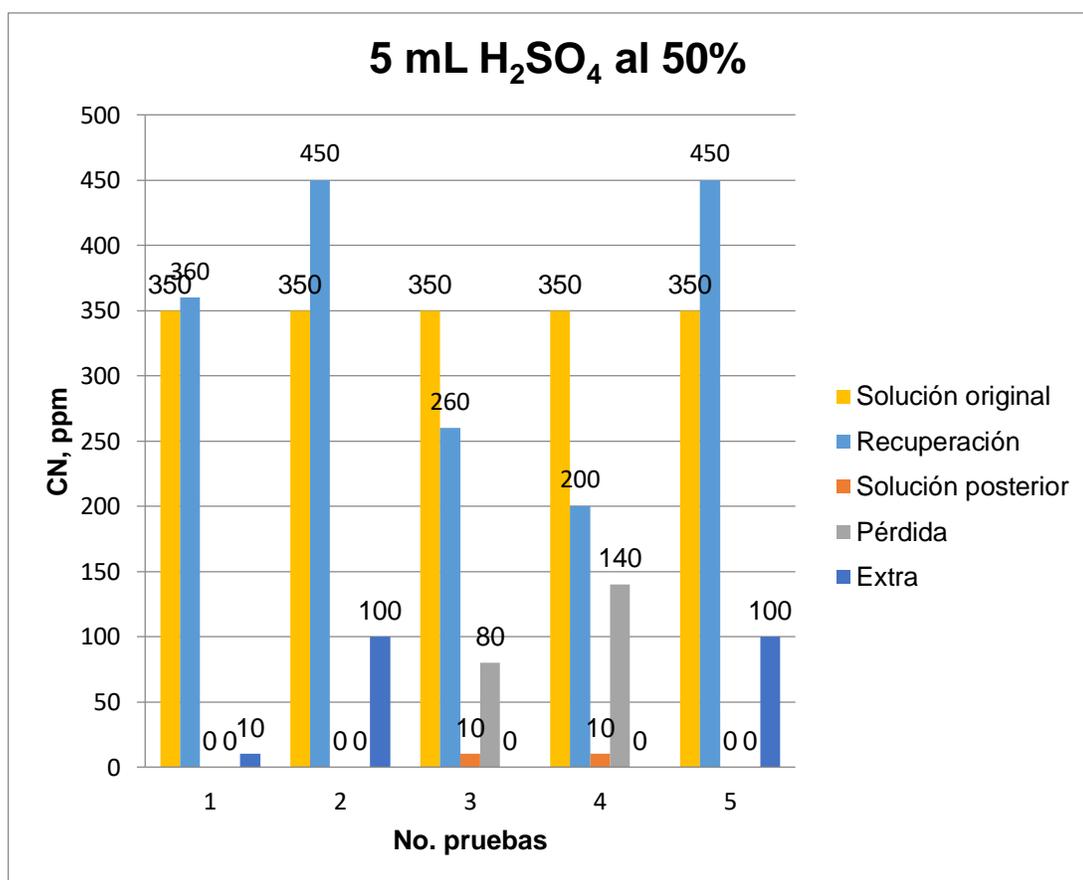


Figura 24. Resultados de las pruebas con adición de 5 de mL de ácido sulfúrico al 50%.

- **Prueba 6 con 3 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%**

Se observaron muchas alteraciones con 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%, debido a esto se experimentó con una adición de 3 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con la misma concentración y se obtuvieron los siguientes resultados (todas estas pruebas se hicieron a 10 minutos y a una temperatura de calentamiento previo a 30°C, una solución alcalina con un pH de 12):

Tabla IX. . Resultados de las pruebas con adición de 3 mL de ácido sulfúrico al 50%

Prueba	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación (ppm)	Solución posterior (ppm)	Extra (ppm)
1	10	350	360	0	30
2	10	350	450	0	100
3	10	350	400	0	50

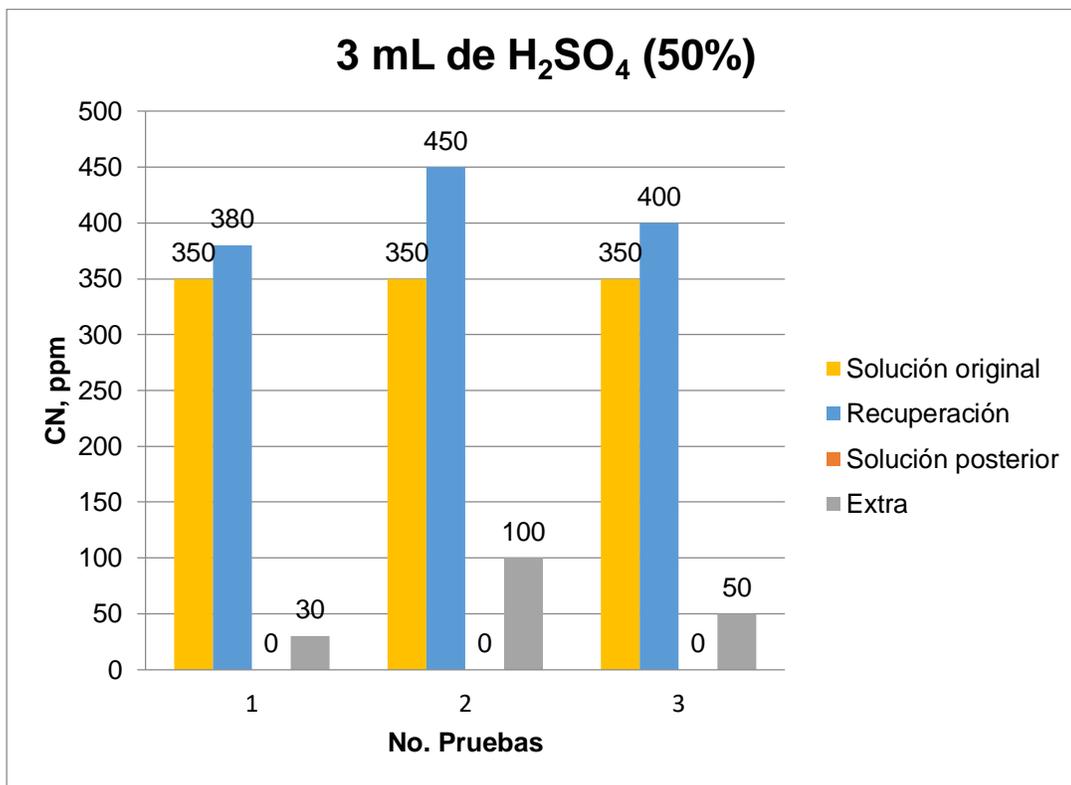


Figura 25. Resultados de las pruebas con adición de 3 mL de ácido sulfúrico al 50%.

Como se nota en la Figura 25, no había pérdidas, pero se generaba cianuro en las recuperaciones, esto es debido a que se hizo una investigación que mostró que el ácido es demasiado fuerte y puede alterar resultados ya que generaba tiocianato (esto hace que aumente el cianuro), debido también a que faltan sustancias para que la destilación se haga de manera correcta (cloruro de magnesio).

Se optó por regresar el ácido sulfúrico al 15 %, dado que no se presentaban tantas alteraciones junto con la solución alcalina de NaOH 1 N (pH de 12).

- **Retomando pruebas de 15 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15%**

Se optó por regresar a la concentración de 15 % (Figura 26), y se puede notar que extrae pero aún queda poca en la solución. (Pruebas a misma temperatura 30°C, 10 minutos y un pH de 12 de solución alcalina).

Tabla X. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.

Prueba	Tiempo (min)	Solución original (ppm)	Recuperación (ppm)	Solución posterior (ppm)	Extra (ppm)
1	10	350	360	10	10
2	10	350	330	20	0
3	10	250	220	30	0
4	15	350	320	30	0
5	15	350	340	10	0
6	10	250	230	20	0

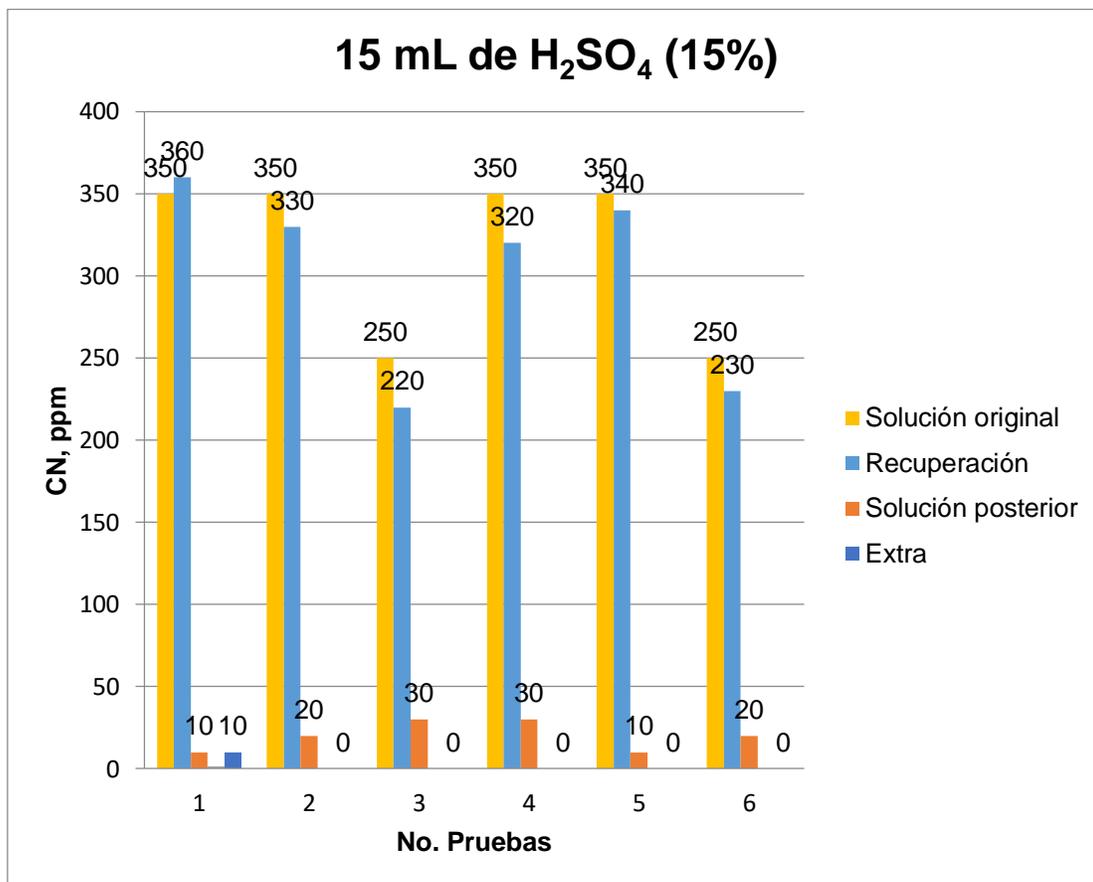


Figura 26. Resultados de las pruebas con adición de 15 mL de ácido sulfúrico al 15%.

Se concluyó que con las herramientas con que se cuentan en el laboratorio, éstas son las condiciones adecuadas para la destilación para soluciones cianuradas.

#### IV.4 Experimento 4: Pruebas Con Muestras de Suelo o Sólidos Cianuradas.

De la misma manera se realizaron experimentos con muestras (ya sea tierra o suelo) contaminado con cianuro.

Para fines experimentales se extrajeron rocas y se bañó con cianuro (210 ppm) dejando que se mezcle la muestra.

Después se realizaron las pruebas y para ello se empleó el método que ya se hacía en el laboratorio siendo el siguiente:

Se toman muestras de 500 g húmedo y se deposita en 500 mL de solución alcalina (11-12 pH), se agita por 30 minutos, en la tabla agitadora, se esperan 15 minutos a que se asiente, se centrifuga y por último se analiza por volumetría el cianuro libre.

Para el destilador (usando 15 mL de ácido sulfúrico 15 %) se realiza lo mismo solo que se experimenta con y sin centrifugar, en donde los resultados fueron parecidos compararlos con el método anterior, se notó que había una recuperación más alta de cianuro.

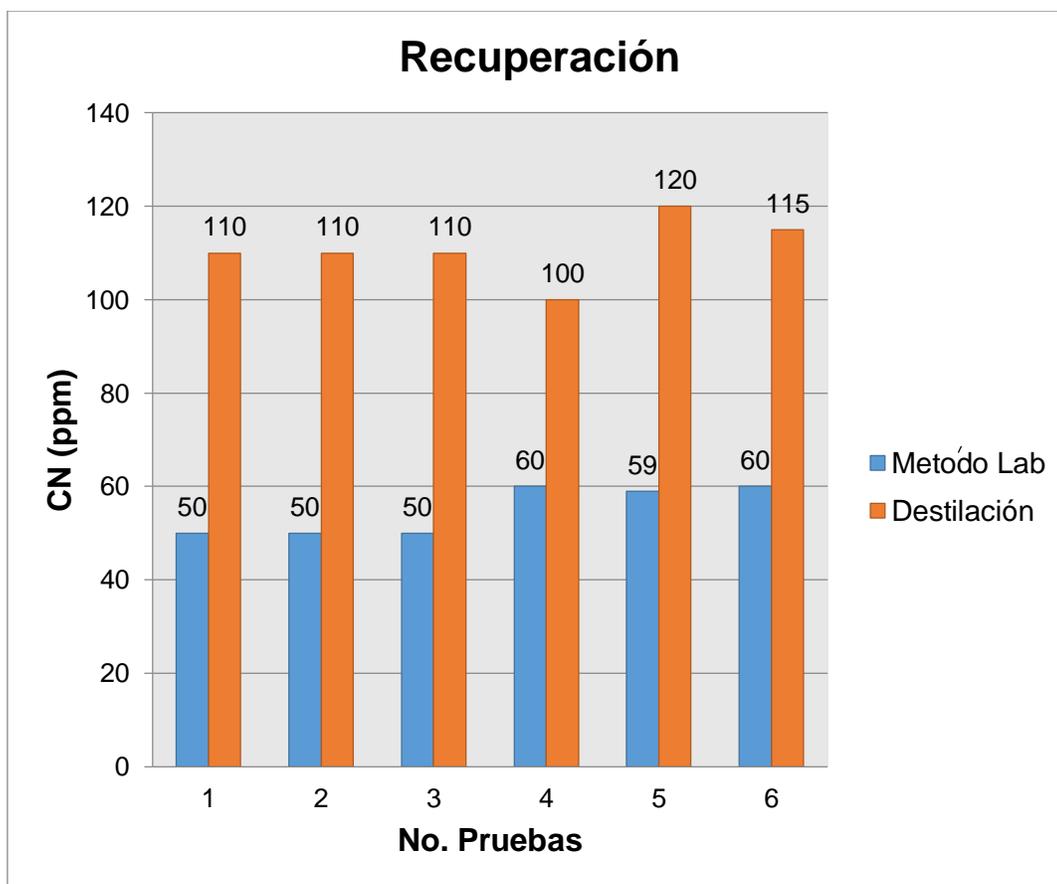


Figura 27. Comparación de las pruebas con método de laboratorio y destilación.

Como se puede observar en las pruebas se pudo recuperó el doble, no se recuperó su totalidad debido a que se ha de haber perdido cianuro al momento de mezclar en las muestras o que el cianuro se haya quedado impregnado al sólido.

#### **IV.5 Problemas Planteados Para Resolverlos al Momento de la Experimentación**

Uno de los problemas que se presentaron fue que algunas muestras de solución contenían sulfuros o nitritos, estos alteran los resultados al momento de determinar el cianuro (formación de tiocianato o ácido cianhídrico), se formaban al aumentar la concentración del ácido sulfúrico. Para evitar esto se optó por usar concentraciones bajas.

Al matraz de destilado se debe de colocar la solución exacta de NaOH así como monitorear pH y concentración, ya que puede formarse ácido cianhídrico.

Hay unas piezas rotas del equipo que posiblemente hayan alterado los resultados entre los cuales se encuentran el tubo Thistle roto, el tubo de vidrio en donde se succionaba el aire tenia partes rotas, pero con un acomodo con las mangueras se logró arreglarlo.

La bomba de vacío a veces se llevaba cianuro, esto se corrigió agregándole más solución de NaOH al matraz de destilado.

El ácido sulfúrico colorea la muestra a un color marrón, se debe titular con cuidado al momento de agregar el nitrato de plata ya que cambia a marrón rosado y puede que se exista dificultad al observar el cambio.

Se debe tener cuidado con las concentraciones que se utilicen en el ácido sulfúrico debido a que puede alterar resultados. En este caso se optó a usar 15 mL de ácido sulfúrico (15%) en muestras de 50 mL de solución de riego cianuradas.

#### **IV.6 Alcances y Limitaciones en la Solución de los Problemas de Experimentación**

Al momento de destilar se debe de cuidar el uso de la mantilla de calentamiento debido a que no se ocupa temperaturas altas, se debe poner a un nivel moderado para así tener la temperatura deseada.

Se utilizó un termómetro convencional, lo cual puede determinar la precisión de las medidas de temperatura.

Al momento de destilar se varió la concentración del ácido sulfúrico (10%,15%,50%), se realizaron varias pruebas hasta que se optó a usar el de 15%.

También se experimentó con el ácido clorhídrico 10% al y se tuvieron buenos resultados, pero requiere mucho tiempo para poder extraer y pintar la solución haciendo difícil el momento al determinar el cianuro y se optó por usar el ácido sulfúrico.

En el equipo de destilación, existen conexiones de vidrio esmerilado que se deben lubricar para evitar que se peguen al momento de usar la bomba de vacío.

El volumen de ácido sulfúrico a utilizar dependerá de la cantidad de muestra de la solución cianuradas que se tratará.

Faltaron algunos reactivos como cloruro de magnesio, este compuesto ayuda a disminuir interferencia de tiocianato.

## 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### V.1 Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede ver que la utilización del método de destilación es factible para la extracción de cianuro siempre y cuando se utilicen concentraciones bajas del ácido sulfúrico (10 % y 15 %), adicionalmente se debe asegurar que el equipo este bien limpio para evitar cualquier tipo de contaminación.

Cerciorarse que la solución alcalina a usar este en un pH adecuado (mayor de 11) y que la succión de la bomba sea la óptima para así evitar pérdidas o alteraciones posibles.

Se podría mejorar el proceso adicionando reactivos específicos para minimizar alteraciones.

### V.2 Recomendaciones

En base a los resultados obtenidos de las diferentes pruebas e investigaciones de diferentes artículos se pudo observar que la destilación si es efectiva, pero se necesitan algunas sustancias para eliminación de los siguientes compuestos para que no existan alteraciones en los resultados o minimizarlos:

- Sulfuros: son una interferencia habitual en los efluentes mineros con un pH elevado y un contenido deficiente de oxígeno. El sulfuro puede ser destilado junto con el ácido cianhídrico, esto puede colorear la solución y alterar resultados y para prevenir esto se usa un papel de nitrato de plomo si colorea negro significa que contiene sulfuros y en este caso se le agrega a la muestra nitrato de bismuto. Otra alternativa es colocar una trampa como sal de plomo o una disolución de acetato de plomo (PbOAc) al 3 %

para capturar sulfuros previos a la disolución alcalina. Si la cantidad de sulfuros es grande, es mejor adicionar carbonato de plomo ( $\text{Pb}(\text{CO}_3)_2$ ) para evitar que disminuya considerablemente el pH de la solución.

- Nitratos: son compuestos que pueden formar ácido cianhídrico con los compuestos orgánicos durante la destilación. Para evitar esto se adiciona ácido sulfámico antes de la destilación.
- Tiocianato: puede transformarse en cianuro bajo condiciones ácidas de la destilación y aumentar la cantidad original de cianuro. Para evitar la interferencia del tiocianato después de añadir el ácido sulfúrico, se le agrega cloruro de magnesio que serviría como un catalizador para descomponer los complejos metálicos como viene siendo el tiocinato.
- Se puede sustituir el ácido sulfúrico por el ácido fosfórico para disminuir la cuantificación de cianuro en la destilación por el tiocianato en las muestras, además que tendría mejores resultados, no se experimentó con él porque no se contaba con dicho ácido y tiene más alto el costo.

De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede observar que la utilización del método de destilación, aun sin eliminar los compuestos anteriores, es factible siempre y cuando se utilice concentraciones bajas del ácido sulfúrico (10 % y 15 %). Adicionalmente se debe asegurar que el equipo esté bien limpio, seleccionar adecuadamente la solución alcalina a usar y que la succión de la bomba sea la óptima para así evitar pérdidas o alteraciones posibles.

## BIBLIOGRAFÍA

González S., Sahores M., 2005. Impacto ambiental del cianuro en la minería a cielo abierto. Argentina: Universidad Nacional de la Patagonia San Juan Bosco UNPat SJB.

Ingrassia V., 2015. ¿Qué efectos tiene el cianuro en el cuerpo humano?, Editorial La Nación. Recuperado de <https://www.lanacion.com.ar/1828468-que-efectos-tiene-el-cianuro-en-el-cuerpo-humano>.

Johnson C. A., 2015. The fate of cyanide in leach wastes at gold mines: An environmental perspective, *Rev. Els.* **57**. 194-205, doi: 10.1016/j.apgeochem.2014.05.023

Kemmer, F., McCallion, J., 1996. Nalco Chemical Company, Manual del agua. Su naturaleza, tratamiento y aplicaciones, Editorial McGraw-Hill, México.

Logsdon M. J., Hagelstein K., Terry Mudder C. I., 1999. The management of cyanide in gold extraction (El manejo del cianuro en la extracción de oro), Editorial ICME, Canada, ISBN 1-895720-35-4.

Mackenzie L. D., 2005. Ingeniería y ciencias ambientales, Editorial McGraw-Hill, México.

Nava F., Elorza E., Uribe A. y Pérez R. 2007, Análisis químico de cianuro en el proceso de cianuración: revisión de los principales métodos\*, *Rev. Metal.* **43 (1)**, 20-28 ISSN: 0034-8570.

Peat M., 1989. A Review of Clinical and Experimental Toxicology of Cyanides. *Rev. Journal of Forensic Sciences*, **34(6)**. doi: 10.1520/jfs12791j

Quiroz I., 2003, Vol. 13 Guía ambiental para el manejo del cianuro, Editorial Lima-Peru: UB-Sector Minería.

Romo M. A. (2001), Análisis de aguas - Determinación de cianuros totales en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba: NMX-AA-058-SCFIO-2001.

Smith A., Mudder T., 1991. The Chemistry and Treatment of Cyanidation Wastes (Química y tratamiento de residuos de la cianuración), Editorial Mining Journal Books, Londres, Reino Unido.