

OBTENCIÓN DE METALES A PARTIR DE LODOS PELIGROSOS DE LA  
INDUSTRIA GALVÁNICA

LAURA MILENA LOMBANA TORRES  
ANGIE DANIELA SAAVEDRA MORALES

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ, D.C.  
2018

OBTENCIÓN DE METALES A PARTIR DE LODOS PELIGROSOS DE LA  
INDUSTRIA GALVÁNICA

LAURA MILENA LOMBANA TORRES  
ANGIE DANIELA SAAVEDRA MORALES

Proyecto integral de grado para optar el título de:  
INGENIERO QUÍMICO

Director  
Felipe Correa Mahecha  
Ingeniero Químico

Co-director  
Diana Marcela Cuesta Parra  
Ingeniera Ambiental

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2018

Nota De Aceptación

---

---

---

---

---

---

---

Felipe Correa Mahecha

---

Diana Marcela Cuesta Parra

---

Firma del jurado

Bogotá, D.C. Agosto, 2018.

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Jaime Posada Díaz

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos.

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. Ana Josefa Herrera Vargas

Decano Facultad de Ingeniería

Ing. Julio César Fuentes Arismendi

Director de Investigación

Ing. Armando Fernández Cárdenas

Director Programa ingeniería

Ing. Leonardo de Jesús Herrera Gutiérrez

Las directivas de la Fundación Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

A mi familia, quienes son un ejemplo de empeño, dedicación y superación.

**Laura M. Lombana Torres**

Dedico con mucho cariño este proyecto a mis padres quienes con su apoyo incondicional y su confianza me ayudan siempre a cumplir mis metas.

A mi hermana Diana por compartir conmigo este y muchos otros sueños y finalmente a mi Lupita.

**Angie D. Saavedra Morales**

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco en primer lugar a Dios, quien me permitió culminar una etapa importante en mi vida, la cual es convertirme en Ingeniera Química, en segundo lugar a mi familia, especialmente a mis padres Lourdes Torres y Juan David Lombana y a mis abuelos Flor de Jesús Montañez y Arcadio Lombana, quienes me ofrecieron su apoyo incondicional en muchos aspectos, resaltando en gran medida el invaluable apoyo emocional, el cual siempre fue un aliciente y un motor para seguir adelante en complemento con los valores éticos y morales que me han transmitido para ser una mejor persona. A mis hermanos Sofía y Kevin quienes me motivan cada día a ser más responsable y así ser un ejemplo para ellos en el futuro.

De igual modo, a Raúl Pereira y Alfonso Saez, quienes de una u otra manera estuvieron presentes durante mi carrera y proyecto de investigación, al ofrecerme su apoyo incondicional, cariño y dedicación.

Un agradecimiento a mis directores IQ. Felipe Correa Mahecha y co-directora IA. Diana Marcela Cuesta Parra, por su colaboración, dedicación y conocimiento, siendo un aporte determinante para culminar el presente proyecto, a su vez confiaron plenamente en nosotras, dándonos la oportunidad de pertenecer al grupo de investigación de semillero GPS respaldándonos a lo largo del proyecto.

A mi amiga y compañera de tesis Daniela Saavedra quien fue mi confidente de alegrías y tristezas, con quien asumí el reto de desarrollar nuestro proyecto de investigación, por brindarme su apoyo moral, amistad, sin perder de vista que cada día que compartimos fue de mutuo aprendizaje, lo cual me deja un sin fin de bonitos recuerdos, gracias por todo amiga.

A la empresa Alpha1 S.A.S y al Tecnoparque del SENA, quienes por medio de sus colaboradores nos prestaron toda la ayuda posible para llevar a cabo el presente proyecto, de igual forma nos permitieron hacer uso de sus instalaciones y así desarrollar los procesos que fueron de gran ayuda.

Y por último, pero no menos importante, a mis amigas Laura Delgado, Alejandra Cañón, Katherine Márquez, Camila Jiménez, Sharon Céspedes, Erika Suarez y Heidi Caicedo quienes estuvieron presentes en toda mi carrera, para brindarme su apoyo y amistad incondicional.

***Laura Milena Lombana Torres***

## **AGRADECIMIENTOS**

A nuestro director, IQ. Felipe Correa Mahecha por su ayuda, dedicación y conocimientos sin los cuales no hubiese sido posible realizar este proyecto, a nuestra co-directora IA. Diana Marcela Cuesta Parra por darnos la oportunidad de pertenecer a este grupo de investigación, por compartir con nosotras su conocimiento y por brindarnos las herramientas necesarias para el desarrollo de esta investigación.

A mis padres, Yolanda Isabel Morales y Leonel Saavedra por su apoyo, sus consejos, sus esfuerzos y sacrificios mediante los cuales me demuestran siempre todo su amor. Por los valores que me han inculcado, por enseñarme que siempre hay una mejor manera de hacer las cosas, por su apoyo incondicional en cada una de mis decisiones, por entender mis malos momentos y por brindarme siempre la mejor educación, las palabras nunca serán suficientes para demostrar mi infinito agradecimiento y admiración hacia ustedes.

A mi hermana, Diana por ser siempre un gran ejemplo a seguir, por motivarme siempre a ser mejor, por estar siempre dispuesta a escucharme y ayudarme cada que lo necesité, por desvelarte conmigo casi a diario y brindarme tus consejos tanto emocional como académicamente. Gracias por compartir tus sueños conmigo y por confiar en mí para hacerlos realidad juntas.

A Ivan por apoyarme en los momentos que más lo he necesitado, por estar siempre para mí y demostrarme su cariño en cada momento, por escucharme, por siempre animarme a cumplir mis sueños, por soportar mi carácter y con su paciencia ayudarme a controlarlo. Gracias por llenar mi vida de alegría y felicidad.

A mi primo Andrés, mi tía Rubi y mi tío Alex por toda su ayuda, gracias a ustedes hoy se hace posible que cumpla este sueño. A mis abuelos por todas sus oraciones y por compartir conmigo sus experiencias.

A mi compañera Laura por asumir este reto conmigo, por su esfuerzo y dedicación, por haberme tenido la paciencia necesaria y especialmente por alentarme siempre a continuar. Te agradezco por todos los momentos compartidos antes y durante este proyecto, las risas, la complicidad y la confianza, por ayudar a que esta investigación se culminara con éxito y por ser una excelente amiga.

A la empresa Alpha1 S.A.S quienes facilitaron todos los medios para poder realizar las pruebas de FRX y DRX necesarias en la realización en este proyecto, de igual manera al Tecnoparque SENA por permitirnos hacer uso de sus instalaciones para la realización de este proyecto.

A mis amigas Kathe, Lady y Dani por ser como mis hermanas, gracias por acompañarme a lo largo de mi vida, por su apoyo incondicional, por permitirme

compartir con ustedes tantas experiencias y por hacer que a pesar de los años esta amistad siga intacta.

Agradezco infinitamente a mis amigas Eri, Heidi, Cami y Tati por estar presentes a lo largo de esta carrera, por su ayuda, sus consejos, sus palabras de ánimo y por brindarme esta gran amistad.

De igual forma agradezco a todas las personas que han estado presentes a lo largo de estos 5 años, compartiendo conmigo sus conocimientos, experiencias, alegrías y tristezas. Gracias a su apoyo hoy culmino este peldaño más en mi vida profesional.

***Angie Daniela Saavedra Morales.***

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	28
OBJETIVOS	30
1. GENERALIDADES DEL PROYECTO DE INVESTIGACIÓN	31
1.1 INDUSTRIA GALVÁNICA	31
1.1.1 Metales usados en la industria galvánica	32
1.1.2 Proceso de galvanostegia	33
1.2 RESIDUOS PELIGROSOS	34
1.3 TÉCNICAS DE MUESTREO	35
1.3.1 Resolución 0062	36
1.3.2 NTC-ISO 5667-13	36
1.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	37
1.4.1 Espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX)	37
1.4.2 Difracción de rayos X (DRX)	38
1.5 TRATAMIENTOS REALIZADOS A RESIDUOS GALVÁNICOS	39
1.5.1 Hidrometalurgia	39
1.5.2 Electrometalurgia	39
1.5.3 Pirometalurgia	39
1.6 CARACTERÍSTICAS REOLÓGICAS DE LOS FLUIDOS	40
1.6.1 Tipos de fluidos	40
1.6.2 Generalidades de la sedimentación	42
1.7 GENERALIDADES DEL PROCESO DE LIXIVIACIÓN	43
1.7.1 Lixiviación en una sola etapa	44
1.7.2 Lixiviación en múltiples etapas a contracorriente	45
1.7.3 Métodos de lixiviación	47
1.7.4 Cinética de lixiviación	49
1.7.5 Agentes lixiviantes	50
1.7.6 Agentes oxidantes	51
1.8 GENERALIDADES DEL PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN	52
1.8.1 Celdas electroquímicas	53
1.8.2 Electrolito	54
1.8.3 Electrodo	54

1.8.4	Concentración de la solución	55
1.8.5	Potencial del electrodo	56
1.8.6	Ley de Faraday	57
1.8.7	Conductividad eléctrica	57
2.	IDENTIFICACIÓN DEL TIPO RESIDUO	59
2.1	ORIGEN DEL RESIDUO	59
2.2	MUESTREO DE LODOS RESIDUALES	60
2.2.1	Ejecución del protocolo del muestreo	60
2.3	CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS RESIDUALES	61
2.3.1	Preparación de la muestra	62
2.3.2	Resultados de la caracterización de Fluorescencia de rayos X.	67
3.	VARIABLES DE PROCESO EN LA OBTENCIÓN DE ESTAÑO	71
3.1	PROCESO DE LIXIVIACIÓN	71
3.1.1	Variables determinantes en el proceso	71
3.1.2	Selección de variables y parámetros de operación	80
3.1.3	Diseño experimental de lixiviación	82
3.2	PROCESO DE ELECTRÓLISIS	83
3.2.1	Variables determinantes en el proceso.	84
3.2.2	Selección de variables y parámetros de operación	88
3.2.3	Diseño experimental proceso de electrólisis	91
4.	OBTENCIÓN DEL METAL	92
4.1	ANÁLISIS REOLÓGICO DEL FLUIDO	92
4.2	PROCESO DE LIXIVIACIÓN	100
4.2.1	Selección del agente lixivante	100
4.2.2	Evaluación del uso de un agente oxidante	104
4.2.3	Evaluación del efecto de la temperatura	107
4.2.4	Caracterización del refinado	109
4.3	PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN	110
4.3.1	Montaje para el proceso de electrodeposición	110
4.3.2	Desarrollo experimental	112
4.3.3	Caracterización del electrodo resultante	115
4.3.4	Caracterización del residuo	120
4.3.5	Indicadores del proceso de electrodeposición	121
5.	CONCLUSIONES	124

6.	RECOMENDACIONES	125
	BIBLIOGRAFÍA	126
	ANEXOS	136

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Relación entre el esfuerzo cortante en función de la velocidad de corte	41
Figura 2. Relación entre la velocidad aparente en función de la velocidad de corte	42
Figura 3. Lixiviación en una sola etapa.	45
Figura 4. Lixiviación en múltiples etapas a contracorriente	46
Figura 5. Esquema Celda electrolítica	53
Figura 6. Potenciales estándar de reducción de metales a 25°C	56
Figura 7. Diseño de muestreo probabilístico (estratificado) sobre espacio.	60
Figura 8. Tanques de almacenamiento de residuos	61
Figura 9. Equipo de fluorescencia de rayos X	61
Figura 10. Proceso de análisis de materia orgánica.	66
Figura 11. Muestra final en forma de pastilla	68
Figura 12. Espectro de fluorescencia de rayos X (FRX) para la muestra analizada	68
Figura 13. Tipos de sólidos.	96
Figura 14. Montaje de lixiviación por agitación para los tres agentes lixiviantes.	101
Figura 15. Centrifuga	102
Figura 16. Separación de las fases obtenidas para el $C_6H_8O_7$ por medio de centrifugación	102
Figura 17. Espectro de fluorescencia de rayos X para la comparación de los tres agentes lixiviantes evaluados	103
Figura 18. Montaje para evaluación del efecto de la temperatura	107
Figura 19. Fuente de potencia	111
Figura 20. Montaje de electrodeposición	112
Figura 21. Solución residual del proceso de electrodeposición	113
Figura 22. Electrodos obtenidos a partir del Ensayo #1	116
Figura 23. Electrodos obtenidos a partir del Ensayo #2	117
Figura 24. Espectro de DRX para el cátodo obtenido en el Ensayo #1	118
Figura 25. Diagrama de torta composición de las fases contenidas en el cátodo del Ensayo #1	118
Figura 26. Espectro de DRX para el cátodo obtenido en el Ensayo #2	119
Figura 27. Diagrama de torta composición de las fases contenidas en el cátodo del Ensayo #2	119

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Velocidad de sedimentación	43
Ecuación 2. Balance general de lixiviación en una etapa	45
Ecuación 3. Balance para el soluto en una etapa	45
Ecuación 4. Balance para el disolvente en una etapa	45
Ecuación 5. Balance general para lixiviación en múltiples etapas a contracorriente	46
Ecuación 6. Balance de soluto para lixiviación en múltiples etapas a contracorriente	46
Ecuación 7. Reacción general de óxido-reducción	52
Ecuación 8. Ley de Faraday	57
Ecuación 9. Porcentaje de humedad	64
Ecuación 10. Peso inicial de una muestra	64
Ecuación 11. Perdidas por ignición	66
Ecuación 12. Potencial externo de celda	89
Ecuación 13. Reacción de formación de cloruro de estaño	100
Ecuación 14. Reacción de formación de sulfato de estaño	100
Ecuación 15. Reacción de formación de citrato de estaño	100
Ecuación 16. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido clorhídrico	100
Ecuación 17. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido sulfúrico	100
Ecuación 18. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido cítrico	100
Ecuación 19. Energía libre de reacción	101
Ecuación 20. Reacción del sulfato de estaño en presencia de peróxido	106
Ecuación 21. Reacción de formación parcial del estaño en ácido metastécnico	106
Ecuación 22. Porcentaje de recuperación en electrodeposición	121
Ecuación 23. Eficiencia del proceso de electrodeposición	122

## LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Variación de peso de la muestra APH22256	63
Gráfica 2. Diagrama de torta composición del lodo APH22256 en base seca.	69
Gráfica 3. Composición del residuo APH22256 en base húmeda	69
Gráfica 4. Efecto de la concentración del agente oxidante sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado	73
Gráfica 5. Efecto de la concentración del mineral sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado	74
Gráfica 6. Efecto de la concentración del mineral sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés	75
Gráfica 7. Efecto de la concentración del agente lixivante sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado	76
Gráfica 8. Efecto de la concentración del agente lixivante sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés	76
Gráfica 9. Efecto de la temperatura sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado	77
Gráfica 10. Efecto de las altas temperaturas en el proceso de lixiviación sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés	78
Gráfica 11. Efecto de la velocidad de agitación sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado	79
Gráfica 12. Efecto de la velocidad de agitación sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés	79
Gráfica 13. Efecto de la concentración de la solución sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés	85
Gráfica 14. Efecto del pH sobre la pureza del metal depositado	87
Gráfica 15. Efecto de la densidad de corriente en la pureza del metal depositado	88
Gráfica 16. Determinación tipo de fluido a partir de la viscosidad	93
Gráfica 17. Velocidad de sedimentación para las concentraciones de 37.15 y 32%	94
Gráfica 18. Velocidad de sedimentación para las concentración de 27, 22, 16 y 10%	94
Gráfica 19. Comparación velocidades de sedimentación	95
Gráfica 20. Sólidos contenidos en las fases resultantes de la sedimentación para diferentes diluciones	97
Gráfica 21. Determinación tipo de fluido a partir de la viscosidad con diferentes ácidos	98
Gráfica 22. Velocidad de sedimentación para dilución al 27% con diferentes ácidos	98
Gráfica 23. Porcentaje de sólidos contenidos en las fases resultantes de la sedimentación para diferentes ácidos	99

Gráfica 24. Porcentaje de recuperación de Sn en función del tiempo para la selección del agente lixivante	103
Gráfica 25. Concentraciones de Sn obtenidas en función del tiempo para la selección del agente lixivante	104
Gráfica 26. Porcentaje de recuperación de Sn y concentración de Sn en el lixiviado para la evaluación de la concentración del agente oxidante	105
Gráfica 27. Comparación de la composición de los principales metales obtenidos en la evaluación de la concentración del agente oxidante	106
Gráfica 28. Porcentaje de recuperación de Sn y concentración de Sn en el lixiviado para la evaluación del efecto de la temperatura	108
Gráfica 29. Diagrama de torta composición del refinado en base húmeda obtenido a partir de lixiviación a 80°C	109
Gráfica 30. Variación de peso del cátodo de Estaño en el Ensayo #1	114
Gráfica 31. Variación de peso del cátodo de Acero inoxidable en el Ensayo #2	114
Gráfica 32. Diagrama de torta composición del residuo obtenido a partir del Ensayo #1	120
Gráfica 33. Diagrama de torta composición del residuo obtenido a partir del Ensayo #2	120

## LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Resultados de pH del lodo proveniente de los tanques	62
Tabla 2. Comparación de pH	63
Tabla 3. Contenido de humedad inicial en el lodo	65
Tabla 4. Comparación de humedades	65
Tabla 5. Resultados de materia orgánica para el lodo residual	66
Tabla 6. Comparación de Materia orgánica (LOI)	67
Tabla 7. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el lodo APH22256	68
Tabla 8. Resumen características del residuo APH22256 en base húmeda	70
Tabla 9. Parámetros de operación	82
Tabla 10. Diseño de experimentos del proceso de lixiviación	83
Tabla 11. Parámetros de operación para el proceso de electrólisis	91
Tabla 12. Velocidad de sedimentación a diferentes diluciones en agua	95
Tabla 13. Velocidad de sedimentación dilución al 27% con diferentes ácidos	99
Tabla 14. Resumen resultados de fluorescencia evaluación de un agente oxidante	107
Tabla 15. Resumen resultados de cuantificación compuestos en base seca para el refinado obtenido a partir de lixiviación a 80°C	109
Tabla 16. Dimensiones de la celda electrolítica	111
Tabla 17. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el Ensayo #1	115
Tabla 18. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el Ensayo #2	116
Tabla 19. Resumen resultados de cuantificación compuestos en los residuos obtenidos a partir de electrólisis	120

## LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Diferencias entre Fluorescencia y Difracción de rayos X	38
Cuadro 2. Ventajas y desventajas del proceso de lixiviación por agitación.	48
Cuadro 3. Métodos de lixiviación	49
Cuadro 4. Comparación de diferentes agentes lixiviantes.	72

## LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo 1. Lista de residuos o desechos peligrosos por procesos o actividades	137
Anexo 2. Residuos o desechos peligrosos por corrientes de residuos	139
Anexo 3. Protocolo de muestreo	143
Anexo 4. Protocolo caracterización del lodo residual	148
Anexo 5. Reporte fluorescencia de raxos X lodo APH22256	153
Anexo 6. Muestras de calculo de conversión de los resultados del lodo galvanico APH22256 a base húmeda	154
Anexo 7. Matriz de revisión bibliográfica - variables para el proceso de lixiviación	155
Anexo 8. Matriz de revisión bibliográfica - variables para el proceso de electrólisis	158
Anexo 9. Protocolo determinación características reológicas del fluido	160
Anexo 10. Muestras de cálculo del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos	172
Anexo 11. Muestras de cálculo del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos con agente lixivante	173
Anexo 12. Protocolo selección del agente lixivante	174
Anexo 13. Muestras de cálculo del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos en la selección del agente lixivante	181
Anexo 14. Reportes fluorescencia de raxos X para HCL	182
Anexo 15. Reportes fluorescencia de raxos X para H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	190
Anexo 16. Reportes fluorescencia de raxos X para C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	198
Anexo 17. Muestras de calculo de conversión a base humeda de los resultados de fluorescencia de rayos X para la selección de agente lixivante	206
Anexo 18. Muestras de calculo para determinación del porcentaje de recuperación en el proceso de la selección del agente lixivante	216
Anexo 19. Protocolo evaluación del agente oxidante	218
Anexo 20. Muestras de cálculo del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos con agente oxidante	225
Anexo 21. Reportes fluorescencia de raxos X para evaluación de agente oxidante	226
Anexo 22. Muestras de calculo de conversión a base humeda de los resultados de fluorescencia de rayos X para la evaluación de agente oxidante	229
Anexo 23. Muestras de calculo para determinación del porcentaje de recuperación en el proceso de evaluación del agente oxidante	231
Anexo 24. Protocolo evaluación efecto de la temperatura	232
Anexo 25. Muestras de cálculo del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos en la evaluación de temperatura	239
Anexo 26. Reportes fluorescencia de raxos X para evaluación de temperatura	240

Anexo 27. Muestras de calculo de conversión a base húmeda de los resultados de fluorescencia de rayos X para la evaluación de temperatura	243
Anexo 28. Muestras de calculo para determinación del porcentaje de recuperación en el proceso de evaluación de temperatura	245
Anexo 29. Reporte de fluorescencia de rayos x para los residuos de 80°C	246
Anexo 30. Muestras de calculo de conversión de los resultados del refinado obtenido a partir de lixiviación a 80°C a base húmeda	247
Anexo 31. Matriz de revisión bibliográfica – dimensiones de la celda electrolítica	248
Anexo 32. Protocolo electrodeposición	249
Anexo 33. Reporte de fluorescencia de los electrodos	253
Anexo 34. Reporte de fluorescencia para el electrodo de estaño puro	255
Anexo 35. Reporte de difracción de rayos X para los electrodos obtenidos a partir de los ensayos #1 y #2	256
Anexo 36. Reporte de fluorescencia para los residuos finales de los ensayos #1 y #2	265
Anexo 37. muestras de calculo de conversión de los resultados de los residuos obtenidos a partir de electrólisis a base húmeda	267

## ABREVIATURAS

<b><i>A</i></b>	Área (cm <sup>2</sup> )
<b><i>C</i></b>	Concentración (g)
<b><i>C<sub>0</sub></i></b>	Concentración inicial (g)
<b><i>DRX</i></b>	Difracción de rayos X
<b><i>d</i></b>	Espacio interatómico
<b><i>E<sub>celda</sub></i></b>	Potencial de reducción (V)
<b><i>FRX</i></b>	Fluorescencia de rayos X
<b><i>G</i></b>	Energía libre de Gibbs (KJ/mol)
<b><i>h</i></b>	Altura (m)
<b><i>h<sub>0</sub></i></b>	Altura inicial (m)
<b><i>H</i></b>	Humedad
<b><i>H<sub>0</sub></i></b>	Humedad inicial
<b><i>I</i></b>	Intensidad de corriente (A)
<b><i>i</i></b>	Densidad de corriente (A/m <sup>2</sup> )
<b><i>LOI</i></b>	Perdida por ignición
<b><i>l</i></b>	Longitud (cm)
<b><i>Ox<sub>1</sub></i></b>	Oxidación
<b><i>P</i></b>	Presión (kN)
<b><i>R</i></b>	Constante de los gases (8,314 J/mol.K)
<b><i>Red<sub>1</sub></i></b>	Reducción
<b><i>rpm</i></b>	Revoluciones por minuto
<b><i>T</i></b>	Temperatura (°C)
<b><i>t</i></b>	Tiempo (min)
<b><i>V</i></b>	Potencial eléctrico (V)
<b><i>Ṽ</i></b>	Volumen (L)
<b><i>v<sub>s</sub></i></b>	Velocidad de sedimentación (cm/min)
<b><i>W<sub>0</sub></i></b>	Peso inicial (g)
<b><i>W<sub>bm</sub></i></b>	Peso capsula con muestra
<b><i>W<sub>bv</sub></i></b>	Peso capsula vacío
<b><i>W<sub>s</sub></i></b>	Peso seco (g)
<b>[ ]</b>	Concentración Molaridad (M)
<b><i>θ</i></b>	Angulo de incidencia de los rayos X
<b><i>λ</i></b>	Longitud de onda
<b><i>μ</i></b>	Viscosidad (Pa.s)

## GLOSARIO

**ÁNODO:** electrodo o material conductor de una celda electroquímica cargado positivamente en el cual se lleva a cabo la oxidación de los iones negativos, por medio de la pérdida de electrones del ion haciendo que este aumente su carga, y que los electrones perdidos sean transferidos hacia el cátodo.<sup>1</sup>

**CAMPO ELECTROLÍTICO:** es la porción de electrólito situada entre dos electrodos de sentidos opuestos atravesada por una corriente eléctrica continua preferentemente.<sup>2</sup>

**CÁTODO:** electrodo o material conductor de una celda electroquímica cargado negativamente en el cual se lleva a cabo la reducción de los iones positivos, por medio de la ganancia de electrones provenientes de la reacción ocurrida en el ánodo, haciendo que el ion disminuya su carga.<sup>3</sup>

**CELDA VOLTAICA:** son celdas electroquímicas en las cuales las reacciones espontáneas de óxido-reducción producen energía eléctrica.<sup>4</sup>

**CHANCADO:** proceso mediante el cual se disminuye el tamaño de las rocas mineralizadas triturándolas en equipos llamados chancadoras y molinos. El material extraído pasa por chancador primario, secundario y terciario, hasta llegar a tamaños de menos de ½ pulgada.<sup>5</sup>

**COBREADO:** operación que consiste en depositar una capa de cobre sobre una superficie.<sup>6</sup>

**CORRIENTE ELECTROLÍTICA:** cantidad de corriente que atraviesa una célula electrolítica.<sup>7</sup>

**DESENGRASAR:** efectuar una acción que tiene por fin limpiar una superficie metálica desembarazándola de las grasas que la recubren.<sup>8</sup>

---

<sup>1</sup> BROWN, Theodore; LEMAY, Eugene, et al. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

<sup>2</sup> GILAYMAN, J., & FARKAS, G. Galvanotecnia. Técnicas y procedimientos. En: Barcelona Eta, 1969. p 366

<sup>3</sup> BROWN, Op.,cit.,p. 566

<sup>4</sup> ESACADEMIC. Celda voltaica. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.esacademic.com/dic.nsf/eswiki/198286>

<sup>5</sup> MINISTERIO DE MINERIA. Chancado. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.minmineria.gob.cl/glosario-minero-c/chancado/>

<sup>6</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p. 367

<sup>7</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.368

<sup>8</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.366

**DIFRACCIÓN DE RAYOS X:** la difracción de rayos x es uno de los fenómenos físicos que se producen al interaccionar un haz de rayos X, de una determinada longitud de onda, con una sustancia cristalina.<sup>9</sup>

**DISOLUCIÓN:** es una mezcla homogénea de dos o más sustancias. una disolución se forma cuando una sustancia se dispersa de manera uniforme a través de otra, estas disoluciones pueden ser gaseosas, líquidas o sólida.<sup>10</sup>

**ELECTRODEPOSICIÓN:** la electrodeposición es el proceso que permite a una sustancia depositarse sobre un electrodo gracias a un fenómeno de electrólisis.<sup>11</sup>

**ELECTRODEPÓSITO:** capa obtenida por vía electrolítica o consecuencia del paso de una corriente eléctrica apropiada en un electrólito.<sup>12</sup>

**ELECTRODO:** es un dispositivo en el que se produce la corriente eléctrica por una reacción espontánea o se utiliza para provocar una reacción no es espontánea.<sup>13</sup>

**ELECTRÓLISIS:** la electrólisis es la operación que permite una modificación química por el paso de corriente eléctrica a través de un electrólito.<sup>14</sup>

**ELECTROLITO:** corresponde a un soluto que produce iones cuando se encuentra en disolución, la cual tiene como característica conducir la electricidad dependiendo del número de iones que contiene.<sup>15</sup>

**ELECTROMETALURGIA:** es un proceso por el cual hace uso de la electrólisis para reducir las menas del metal o para refinar los metales.<sup>16</sup>

**ESTAÑADO:** término general que designa todo proceso de formación de un revestimiento metálico de estaño sobre una superficie.<sup>17</sup>

**FLUORESCENCIA DE RAYOS X (FRX):** la técnica de fluorescencia de rayos x se basa en el estudio de las emisiones de fluorescencia generadas después de la excitación de una muestra mediante una fuente de rayos X.<sup>18</sup>

---

<sup>9</sup> EHU. Difracción de rayos X en muestra policristalina [DRXP]. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/DRXP.htm>

<sup>10</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.366

<sup>11</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.367

<sup>12</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.364

<sup>13</sup> LAGUÍAQUÍMICA. Electroodos. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/electroodos-quimica>

<sup>14</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.366

<sup>15</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.365

<sup>16</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.365

<sup>17</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p.367

<sup>18</sup> LABORATORIO DE TÉCNICAS INSTRUMENTALES UVA. Espectrometría de Fluorescencia de rayos X. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet:

**GALVANOTECNIA:** la galvanotecnia es la rama tecnológica que agrupa a aquellos procesos en los que se logra depositar una capa metálica continua y adherente, sobre la superficie de un conductor inmerso en un electrólito, con el uso de la corriente eléctrica. Al proceso de deposición en particular se le denomina recubrimiento electrolítico.<sup>19</sup>

**HIDROMETALURGIA:** es un proceso químico acuoso para recuperar un metal por medio de la lixiviación, el cual el compuesto que contiene el metal deseado se disuelve de manera selectiva. Este proceso involucra tres etapas: Lixiviación, separación y solución.<sup>20</sup>

**IN SITU:** es una locución de origen latino que significa “en el lugar”, ‘en el sitio’, ‘sobre el terreno’.<sup>21</sup>

**INTENSIDAD DE CORRIENTE:** la intensidad de corriente eléctrica es la cantidad de electricidad o carga eléctrica que circula por un circuito en la unidad de tiempo.<sup>22</sup>

**LIXIVIACIÓN:** la lixiviación, o extracción sólido-líquido, es un proceso en el que un disolvente líquido pasa a través de un sólido pulverizado para que se produzca la disolución de uno o más de los componentes solubles del sólido.<sup>23</sup>

**METAL:** elemento químico generalmente dotado de un brillo particular llamado brillo metálico, que conduce el calor y la electricidad. Todos los metales son cationes.<sup>24</sup>

**METALURGIA:** es la ciencia y la tecnología de la extracción de los metales de sus fuentes naturales mediante una combinación de procesos químicos y físicos.<sup>25</sup>

**POTENCIAL ELÉCTRICO:** el potencial eléctrico en un punto, es el trabajo que debe realizar un campo electrostático para mover una carga positiva desde dicho punto

---

<http://laboratoriotecnicasinstrumentales.es/analisis-quimicos/espectrometra-de-fluorescencia-de-rayos-x>

<sup>19</sup> SABELOTODO. Galvanotecnia. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.sabelotodo.org/electrotecnia/galvanotecnia/galvanotecnia.html>

<sup>20</sup> BROWN, Op.,cit.,p.566

<sup>21</sup> SIGNIFICADOS. Que es un In situ. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://www.significados.com/in-situ/>

<sup>22</sup> ELECTROTECNIA. Intensidad de corriente eléctrica. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.etitudela.com/Electrotecnia/principiosdelaelectricidad/tema1.2/contenidos/01d569940f0a8ba01.html>

<sup>23</sup> BOLETINAGRARIO. Lixiviación. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://boletinagrario.com/ap-6,lixiviacion,565.html>

<sup>24</sup> GILAYMAN, Op.,cit.,p. 364

<sup>25</sup> BROWN, Op.,cit.,p.566

hasta el punto de referencia, ignorando el componente irrotacional del campo eléctrico, dividido por unidad de carga de prueba.<sup>26</sup>

**PIROMETALURGIA:** proceso por medio del cual el calor modifica químicamente al mineral y por último reduce al metal; por ejemplo: calcinación, tostación y fusión.<sup>27</sup>

**REACCIONES DE ÓXIDO-REDUCCIÓN:** la oxidación se define como la pérdida de electrones y la reducción como la ganancia de electrones por un átomo. En una reacción “redox” la oxidación y la reducción ocurren simultáneamente.<sup>28</sup>

**RESIDUO PELIGROSO:** de acuerdo con la legislación nacional, y más específicamente el decreto 4741 de 2005 en su artículo 2, un residuo peligroso es aquel que por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables, infecciosas o radiactivas, puede causar riesgo o daño para la salud humana y el ambiente. Así mismo, se consideran residuo o desecho peligroso los envases, empaques y embalajes que hayan estado en contacto con ellos.<sup>29</sup>

**SEDIMENTACIÓN:** la sedimentación es el proceso por el cual los materiales son transportados por distintos agentes (escorrentía, glaciares, viento) y procedentes de la erosión y la meteorización de las rocas son depositados, pasando a ser sedimentos.<sup>30</sup>

---

<sup>26</sup> PASATUSRAMOS. Potencial eléctrico. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://pasatusramos.net/ciencias/fisica/potencial-electrico/>

<sup>27</sup> BROWN, Op.,cit.,p. 566

<sup>28</sup> GARZON, Guillermo. Fundamentos de química general. En: McGraw-Hill, segunda edición.1989. p. 166

<sup>29</sup> SANTOS, J. M., Uribe, J. G., Carreño, A. S., Bonilla, MRepública de Colombia Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. En: Diagnostico nacional de salud ambiental.2012.p 195

<sup>30</sup> INVESTIGANDO EL TRATAMIENTO DEL AGUA. Sedimentación. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: [http://cidta.usal.es/cursos/agua/modulos/Conceptos/uni\\_04/u5c3s1.htm](http://cidta.usal.es/cursos/agua/modulos/Conceptos/uni_04/u5c3s1.htm)

## RESUMEN

El presente trabajo de grado muestra una propuesta para la recuperación de metales pesados contenidos en residuos peligrosos provenientes de una empresa del sector galvanico; el proyecto se desarrolló en tres fases: en la primera se realizó la caracterización del lodo residual encontrando como componente no acuoso mayoritario el estaño (Sn) con un porcentaje de 19,3% en base húmeda, en la segunda fase se realizó la revisión bibliográfica para la selección de las variables y parámetros involucrados en los procesos de lixiviación y electrólisis, y la tercera fase consistió en el desarrollo experimental de dichos procesos.

La lixiviación se realizó mediante agitación magnética a 750 rpm y a partir del análisis reológico del lodo se seleccionó una concentración de sólidos del 27%; inicialmente, se propuso evaluar cada ensayo durante 420 min, sin embargo, al comparar los resultados obtenidos mediante el uso de tres agentes lixiviantes (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) con concentración 1 M, se observó que no existía variación significativa en el porcentaje de recuperación a partir de los 240 min para el caso del ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), el cual fue seleccionado como el mejor agente lixiviante; se evaluó el uso del peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) como agente oxidante a cuatro concentraciones (0%, 2%, 3% y 5% P/V) y se determinó que la adición de éste favorecía considerablemente la solubilidad de compuestos indeseados, por último se evaluó el efecto de la temperatura a 22°C, 40°C, 60°C Y 80°C obteniendo mayores recuperaciones a medida que aumentaba la temperatura; la mayor recuperación de estaño fue de 47.9% y se dio en el ensayo realizado con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 M, t = 240min, rpm=750 y T= 80°C.

Por último se llevó a cabo el proceso de electrólisis, se determinó que el factor más influyente es la concentración del electrolito y ésta es dada por el proceso de lixiviación, adicional a esto, se evaluaron dos configuraciones de electrodos con densidad de corriente de 200 A/m<sup>2</sup>, intensidad de corriente de 1.47 A y agitación magnética de 300 rpm, finalmente, a partir de la configuración de ánodo de grafito y cátodo de acero inoxidable se obtuvo estaño en forma metálica depositado en el cátodo con pureza del 92.4% y se recuperó 33.0% del metal contenido en el electrolito con una eficiencia de proceso del 12.4%.

**PALABRAS CLAVE:** Lodo galvanico, RESPEL, Lixiviación, Electrólisis, Recuperación.

## INTRODUCCIÓN

Una empresa del sector galvánico ubicada en Bogotá D.C., se dedica a realizar recubrimientos electroquímicos sobre metales, como: electroplateado, estañado estático, estañado bombeo y cobrizado, estas electrodeposiciones constan de cinco pasos: desengrase, decapado, electrodeposición, sellado y secado. A partir de dichos procesos, se puede llegar a generar hasta una tonelada y media mensual de residuos considerados altamente peligrosos debido a su contenido de metales pesados; los residuos inicialmente son almacenados en canecas por un término de residencia en la planta de aproximadamente un año, transcurrido este tiempo son enviados a empresas dedicadas a almacenar residuos peligrosos en celdas de seguridad.

De la bibliografía consultada se ha encontrado que el proceso de recubrimiento metálico en general, es muy poco efectivo, ya que solo una pequeña cantidad de las sustancias utilizadas se depositan en la pieza y hasta un 90% de estas terminan en los residuos generados por el proceso<sup>31</sup> representando una pérdida significativa de materias primas, adicionalmente, los metales pesados contenidos en residuos galvánicos han provocado serios problemas de contaminación, deterioro del ambiente y daños no sólo afectando la salud de las personas, sino a todas las formas de vida<sup>32</sup>; en cuanto a la salud humana, se incorporan al organismo en pequeñas concentraciones a través de los alimentos, el agua y el aire. En trazas, algunos metales pesados (e.j cobre, selenio, zinc) son esenciales para mantener el metabolismo del hombre, pero en concentraciones más altas pueden conducir al envenenamiento puesto que tienden a bioacumularse, por cuanto la concentración en un organismo biológico en cierto plazo supera a la concentración del elemento químico en el ambiente<sup>33</sup>.

Las tecnologías emergentes en el tratamiento de residuos de galvanotecnia se basan fundamentalmente en procesos de separación y la mayoría de las veces requieren previamente de la separación de efluentes o aguas residuales. Dentro de estas tecnologías se pueden mencionar: evaporación, intercambio iónico, recuperación electrolítica, ósmosis inversa y ultrafiltración<sup>34</sup>. De las anteriores, la recuperación electrolítica ofrece una variedad de ventajas entre las que se encuentra incluido el hecho de que permite lograr una deposición selectiva de

---

<sup>31</sup> ACOSTA, Gema., *et al.* Identificación del manejo de metales en vertimientos de la industria galvánica. Universidad Militar Nueva Granada. 2008.

<sup>32</sup> LOIÁCONO, Rosa., *et al.* Eliminación de metales pesados de efluentes industriales por método electroquímico. Universidad Nacional de San Juan, 2005.

<sup>33</sup> LÓPEZ, Santiago. AYALA CARCEDO, F., Contaminación y depuración de suelos. Instituto Tecnológico geominero de España, 1995.

<sup>34</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Guía De Buenas prácticas para el sector Galvanotecnia. Bogotá, DC, 2001 p. 55.

metales con alta pureza<sup>35</sup>, no obstante, se ha demostrado que la recuperación y la pureza del metal depositado por medio de electrólisis depende principalmente de la solución electrolítica, es allí donde entra el proceso de lixiviación, pues por medio del contacto sólido líquido se permite obtener sales de metal, que hacen que la solución pueda conducir la corriente eléctrica y por tanto sea evaluada como electrolito en el proceso de electrodeposición.

Según cifras de la secretaría distrital de ambiente entre los años 2008 y 2010, se reportaron en promedio 819 Ton/año de lodos galvánicos generados por este sector industrial en el Distrito capital<sup>36</sup> y, en Colombia, los residuos sólidos de carácter peligroso se rigen por el Decreto 4741 de 2005<sup>37</sup>, en él se establecen las normas a las que debe darse cumplimiento para el manejo de los residuos y así evitar comparendos ambientales establecidos por la ley 1259 de 2008<sup>38</sup> o incluso el cierre de la compañía; de igual manera, la ley 1252 de 2008<sup>39</sup> artículo 2°, indica que dichas empresas deben aplicar un plan de tratamiento para los residuos peligrosos disminuyendo simultáneamente la pérdida de materias primas en el ciclo productivo.

La presente investigación busca recuperar uno de los metales contenidos en un residuo galvánico por medio de lixiviación y electrólisis para de esta manera disminuir el grado de contaminación de los desechos producidos por la empresa, reduciendo así el impacto ambiental que estos generan, adicionalmente, se espera recuperar el metal a elevadas puridades con el fin de ser reciclado en el proceso.

---

<sup>35</sup> UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA. Electroquímica y medio ambiente. [en línea]. [revisado 20 Agosto 2017]. Disponible en Internet: [http://docencia.udea.edu.co/cen/electroquimicall/tratamiento/tratamiento\\_contaminantes.pdf](http://docencia.udea.edu.co/cen/electroquimicall/tratamiento/tratamiento_contaminantes.pdf)

<sup>36</sup> SECRETARIA DISTRITAL DE AMBIENTE. Diagnóstico de la situación actual de los residuos peligrosos generados en el Distrito Capital. [en línea]. 2010. Disponible en Internet: [http://www.ambientebogota.gov.co/c/document\\_library/get\\_file?uuid=375a3fee-6f7f-4fa5-842f-10bf15dfe6c5&groupId=10157](http://www.ambientebogota.gov.co/c/document_library/get_file?uuid=375a3fee-6f7f-4fa5-842f-10bf15dfe6c5&groupId=10157)

<sup>37</sup> COLOMBIA, MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Decreto 4741 (30, Diciembre, 2005) por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.

<sup>38</sup> CONGRESO DE COLOMBIA. Ley 1259 (19, Diciembre, 2008) Por medio de la cual se instaure en el territorio nacional la aplicación del comparendo ambiental a los infractores de las normas de aseo, limpieza y recolección de escombros; y se dictan otras disposiciones.

<sup>39</sup> CONGRESO DE COLOMBIA. Ley 1252 (27, Noviembre, 2008) Por la cual se dictan normas prohibitivas en materia ambiental, referentes a los residuos y desechos peligrosos y se dictan otras disposiciones.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Obtener metales a partir de lodos provenientes de la industria galvánica.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Caracterizar los lodos generados por la industria galvánica.
- Determinar las variables requeridas en los procesos de lixiviación y electrólisis.
- Recuperar el metal de interés por medio de lixiviación y electrólisis.
- Evaluar la eficiencia del proceso de remoción de metales y la pureza del electrodo obtenido mediante caracterización.

## 1. GENERALIDADES DEL PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

En este capítulo se contextualizarán los conceptos relacionados para el desarrollo del presente proyecto, abordando temas como la industria galvánica en general, los procesos que esta realiza, los residuos generados, el por qué dichos residuos son considerados peligrosos y las técnicas por las cuales se llevará a cabo la recuperación del metal que este contiene; esto con el propósito de dar una breve explicación acerca de la lixiviación y la electrólisis como métodos no convencionales para la recuperación de metales en residuos.

### 1.1 INDUSTRIA GALVÁNICA

La industria galvánica se dedica al tratamiento de superficies por medio de la electrodeposición de metales; el objetivo de este proceso es mejorar el aspecto de diferentes piezas protegiéndolas de la corrosión y/o mejorando sus propiedades mecánicas; las empresas del sector galvánico se pueden integrar en la cadena productiva como unidades integrales, caracterizadas por realizar todo el proceso de manufactura de piezas o como empresas prestadoras de servicios, estas últimas son más frecuentes y se dedican a realizar el proceso de acabado<sup>40</sup>, es decir que únicamente efectúan el recubrimiento metálico de la pieza.

La técnica llevada a cabo en este sector es denominada galvanotecnia, en la cual se llevan a cabo dos tipos de procesos: la galvanoplastia y la galvanostegia. El primero hace referencia a procesos donde se realizan recubrimientos metálicos sobre superficies de materiales no conductores; mientras que en el segundo proceso los recubrimientos se realizan siempre sobre materiales metálicos<sup>41</sup>.

Los metales frecuentemente usados para realizar recubrimientos son: cobre, cromo, estaño, plata, zinc, entre otros; dicho proceso es llevado a cabo en una celda voltaica, en la que dos piezas llamadas electrodos reciben una cantidad determinada de corriente aprovechando la diferencia de potencial electrolítico entre los dos metales. La pieza a recubrir se utiliza como cátodo y se sumerge en un baño electrolítico que posee la capacidad de transportar los iones metálicos a depositar en la superficie<sup>42</sup>.

---

<sup>40</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Op. Cit., p. 78.

<sup>41</sup> Ibid., p. 72

<sup>42</sup> CASTAÑEDA Bocanegra, J. J. Evaluación de los métodos de hidrometalurgia, pirometalurgia y estabilización solidificación en el tratamiento de lodos procedentes de plantas de aguas residuales de procesos de cromado. En: Universidad Nacional de Colombia-Sede Bogotá.2015.p 7.

**1.1.1 Metales usados en la industria galvánica.** En la industria galvánica se emplea una gran cantidad de metales para realizar el proceso de electrodeposición, cada uno de ellos posee características diferentes, por lo que el uso de un metal en específico depende de las propiedades que se deseen proveer a la pieza; no obstante, dependiendo del metal utilizado, los riesgos para la salud y el medio ambiente son variables y originados tanto por la pieza como por los residuos del proceso de deposición. A continuación, se describen tres de los metales mayormente usados en la industria.

**Plata:** Metal precioso de color blanco-grisáceo, también considerado uno de los metales pesados y nobles. Se caracteriza por poseer una alta conductividad térmica y eléctrica, razón por la cual es utilizado en puntos de contacto eléctricos y electrónicos. Además, es utilizado en la industria para recubrimientos de joyas, piezas metálicas, entre otros.<sup>43</sup> Por otro lado es un elemento bastante escaso, por lo que su valor comercial es de \$1 608.079 pesos colombianos por gramo.<sup>44</sup>

**Cobre:** Metal de transición no ferroso, se caracteriza por su brillo y tonalidad rojiza, además, de ser uno de los metales más usados a nivel industrial, debido a la combinación de sus propiedades físicas, químicas y mecánicas, sumado a su capacidad para conducir electricidad, a su vez puede ser utilizado en la fabricación de piezas electrónicas y eléctricas, entre otros.<sup>45</sup> El cobre es un elemento bastante abundante en el planeta, por lo que su valor comercial es de \$ 16.897 pesos colombianos por gramo<sup>46</sup>.

**Estaño:** Elemento metálico de aspecto gris plateado brillante, se caracteriza por ser suave, flexible y resistente a la corrosión en muchos medios, por esta razón una de sus principales aplicaciones es el recubrimiento de envases de acero para conservar alimentos y bebidas; además, puede llegar a ser un excelente conductor eléctrico.<sup>47</sup> Debido a sus importantes propiedades el estaño se puede encontrar en Colombia con un costo de \$ 58.269 pesos colombianos por gramo<sup>48</sup>.

---

<sup>43</sup> LENNTECH. Propiedades químicas de la plata-Efectos de la plata sobre la salud- Efectos ambientales de la plata [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://www.lennotech.es/periodica/elementos/ag.htm>.

<sup>44</sup> INDEX MUNDI. Indicadores compilados por el Banco Mundial. Plata precio mensual – Peso colombiano por Onza troy [en línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en Internet: <http://www.indexmundi.com/es/precios-de-mercado/?mercancia=plata&meses=12&moneda=cop>

<sup>45</sup> DEFINICIÓN.DE. Definición de cobre [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://definicion.de/cobre/>

<sup>46</sup> INDEX MUNDI. Indicadores compilados por el Banco Mundial. Estaño precio mensual – Peso colombiano por Tonelada [en línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en Internet: <http://www.indexmundi.com/es/precios-de-mercado/?mercancia=estano&moneda=cop>

<sup>47</sup> LENNTECH. Propiedades química del Estaño - Efectos del Estaño sobre la salud- efectos ambientales del Estaño [en línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en internet: <https://www.lennotech.es/periodica/elementos/sn.htm>

<sup>48</sup> INDEX MUNDI. Indicadores compilados por el Banco Mundial. Estaño precio mensual – Peso

**1.1.2 Proceso de galvanostegia.** Como se mencionó anteriormente, el proceso de galvanostegia consiste en el recubrimiento realizado sobre superficies metálicas mediante un proceso de electrólisis; sus objetivos fundamentales consisten en ejercer protección contra la corrosión, dar buen aspecto, cambiar alguna propiedad superficial como dar mayor dureza, mejorar la conductividad, ejercer lubricación, entre otros<sup>49</sup>. El proceso de galvanostegia completo incluye limpieza, electrodeposición y secado.

**1.1.2.1 Limpieza.** La limpieza de superficies es fundamental en el proceso de galvanostegia, la superficie del metal base es limpiada con el fin de eliminar impurezas como: grasa, suciedad o partículas extrañas que no se derivan de la base metálica. El origen de estas impurezas proviene de los diferentes estados de transformación a los que es sometido el metal. Este pretratamiento o limpieza consta de dos etapas: Desengrase y decapado<sup>50</sup>, las cuales se describen a continuación:

**Desengrase:** Consiste en la eliminación de todo residuo graso de la superficie del metal. Existen dos métodos de desengrase: químicos y electrolíticos, sin embargo, en galvanotecnia se utiliza más comúnmente el desengrase electrolítico, puesto que es uno de los métodos que ofrece mayor seguridad cuando se aplica de forma adecuada<sup>51</sup>; el proceso se realiza por inmersión de las piezas en soluciones alcalinas o solventes orgánicos, es importante aclarar que el desengrasante y su forma de aplicación depende únicamente del metal base de la pieza<sup>52</sup>.

**Decapado:** Es un tratamiento superficial que se realiza a las piezas por medio del ataque químico de un ácido, de esta manera, se disuelven o desgastan los óxidos derivados de los productos de transformación. Esta acción decapante se puede efectuar por chorreado seco o húmedo, bombeado (rotación o vibración), decapado químico, o decapado electroquímico<sup>53</sup>; es importante tener en cuenta que el agente decapante no ataque el metal base.

---

colombiano por Tonelada [en línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en Internet: <http://www.indexmundi.com/es/precios-de-mercado/?mercancia=estano&moneda=cop>

<sup>49</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Op. Cit., p. 76.

<sup>50</sup> BLUM, W., & HOGABOOM, G. B. Galvanotecnia y galvanoplastia: dorado-plateado-niquelado-cromado. En: México, 1985., p 123.

<sup>51</sup> Ibid., p. 124

<sup>52</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Op. Cit., p. 78.

<sup>53</sup> BLUM, W., & HOGABOOM, G. B. Op. Cit., p. 134.

**1.1.2.2** Recubrimiento electrolítico. Durante el proceso de recubrimiento, la pieza de interés es usada generalmente como cátodo, conectada a un generador de corriente y sumergida en un electrolito que debe contener los iones metálicos a depositar sobre su superficie; esto es lo que llamamos una celda electrolítica, durante esta etapa es importante tener claras las condiciones de operación; como la temperatura del electrolito, la densidad de corriente, la agitación, la concentración de los iones metálicos, el tipo y concentración de los aniones y/o aditivos, el pH, el tipo y la concentración de aditivos específicos con el fin de conseguir las propiedades del recubrimiento deseadas<sup>54</sup>.

El proceso de deposición de estaño, más comúnmente conocido como estañado es de gran interés para la presente investigación; en este proceso, el baño electrolítico posee generalmente H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, SO<sub>4</sub>Sn y aditivos orgánicos (refinadores de grano y abrillantantes). Existen dos formas de electrodeposición, mediante baño estático o tambor, el uso de cada uno depende de las características y tamaño de las piezas a recubrir<sup>55</sup>.

**1.1.2.3** Secado. La etapa de secado se realiza ya sea a temperatura ambiente o mediante la utilización de aire caliente<sup>56</sup>, es importante tener en cuenta que durante este procedimiento no deben caer partículas que puedan disminuir la calidad del acabado conferido a la pieza.

## **1.2 RESIDUOS PELIGROSOS**

En Colombia, la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos, dentro de los cuales se encuentran los residuos sólidos de carácter peligroso, está reglamentado por el Decreto 4741 de 2005<sup>57</sup>, en cuyo articulado se adopta la definición de residuo peligroso, consistente en aquel residuo o desecho que por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables, infecciosas o radiactivas, puede causar riesgo o daño para la salud humana y el ambiente; de igual manera, se reglamenta el manejo de los residuos y sus disposiciones finales indicando que la empresa generadora debe minimizar la cantidad y peligrosidad de los mismos.

---

<sup>54</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Op. cit., p. 79.

<sup>55</sup> ENRIC MARTINEZ.. Jornada de recubrimientos y tratamientos de superficies. Aplicaciones del recubrimiento de estaño en el sector ferroviario. BCN RAIL. [en línea], 1 de diciembre de 2009, [revisado 3 de septiembre de 2017]. Disponible en Internet: [http://www.aias.es/pdf/Bcn%20Rail%20ponencias/Aplicaciones%20del%20recub.%20de%20esta%20F1o%20en%20el%20sector%20ferroviario\\_NIQUELMART.pdf](http://www.aias.es/pdf/Bcn%20Rail%20ponencias/Aplicaciones%20del%20recub.%20de%20esta%20F1o%20en%20el%20sector%20ferroviario_NIQUELMART.pdf)

<sup>56</sup> MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Op.,cit., p. 79.

<sup>57</sup> COLOMBIA, MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Decreto 4741 Op. Cit.

El conjunto de sustancias denominadas como peligrosas para efectos del presente trabajo, se compone principalmente de residuos no aprovechables por la actividad consumidora y productora de bienes o servicios; en el sector manufacturero los principales productores de los mismos, son particularmente las industrias petroquímica, carboquímica, galvánica y de curtiembres. Desde el punto de vista regional la generación se concentra en las áreas del país con mayor nivel de industrialización, siendo Cundinamarca el departamento con mayor producción de residuos sólidos potencialmente peligrosos (incluyendo a la ciudad de Bogotá) con el 34% de los residuos generados en el país.<sup>58</sup>

Además, según el más reciente informe de generación y manejo de residuos peligrosos en Colombia realizado por el Instituto de hidrología, meteorología y estudios ambientales (IDEAM), en el año 2015 se generaron 406.078 Toneladas de sustancias tóxicas en el país, de estas, alrededor del 39% fueron gestionadas adecuadamente, el 32% aprovechadas y el 28% restante llegó a los basureros sin ningún tipo de tratamiento.<sup>59</sup>

### 1.3 TÉCNICAS DE MUESTREO

El muestreo es una de las etapas más importante para realizar la caracterización física y química de los residuos o desechos peligrosos, una muestra del residuo consiste usualmente, en una mezcla de porciones del residuo (sub-muestras) tomadas al azar; el muestreo para los residuos considerados de carácter peligroso en Colombia se debe realizar de conformidad con los lineamientos establecidos en la norma NTC-ISO 5667-13<sup>60</sup> y la Resolución 0062 de 2007 *“Por la cual se adoptan los protocolos de muestreo y análisis de laboratorio para la caracterización fisicoquímica de los residuos o desechos peligrosos en el país”*<sup>61</sup>.

A continuación, se detallan los aspectos de la norma y resolución que deben ser tenidos en cuenta para la realización del presente proyecto.

---

<sup>58</sup> SUAREZ, Inés & GÓMEZ, William. Residuos peligrosos en Colombia. Seminario internacional gestión integral de residuos sólidos y peligrosos, siglo XXI. p., 2. [en línea], [revisado 17 de Noviembre de 2017]. Disponible en Internet: <http://www.bvsde.paho.org/bvsacd/acodal/xvi.pdf>

<sup>59</sup> REVISTA SEMANA. Colombia está inundada de residuos peligrosos. [en línea], 7 de Marzo de 2017, [revisado 17 de Noviembre de 2017]. Disponible en Internet: <http://sostenibilidad.semana.com/medio-ambiente/articulo/residuos-peligrosos-en-colombia-un-grave-problema/37263>

<sup>60</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Guía para el muestro de lodos de aguas residuales y plantas de tratamiento de aguas. NTC-ISO5667-13 Bogotá D.C., Colombia. 22 de julio de 1998.

<sup>61</sup>IDEAM. Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales, Resolución No. 0062 [en línea], [revisado 16 noviembre 2017]. Disponible en internet: [http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Parte\\_1\\_Resolucion\\_0062\\_de\\_2007.pdf/6cd3555a-2bfc-403a-83ae-5f4fde24e5dc](http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Parte_1_Resolucion_0062_de_2007.pdf/6cd3555a-2bfc-403a-83ae-5f4fde24e5dc)

**1.3.1 Resolución 0062.** La resolución 0062 de 2007 es la reglamentación proferida por el IDEAM mediante la cual se adoptan los protocolos de muestreo y análisis de laboratorio para la caracterización fisicoquímica de los residuos o desechos peligrosos en el país<sup>62</sup> y debe ser tomado como referencia básica para realizar dichos procedimientos.

En el contexto de muestreo de residuos existen dos categorías de diseño de muestreo a saber: diseño probabilístico y diseño autoritativo, el primero, hace referencia a diseños de muestreo en los cuales todas las partes del desecho tienen una probabilidad de estar incluidas en la muestra final; una importante característica de los diseños de muestreo probabilístico es que ellos pueden ser aplicados a lo largo de una línea de tiempo o de espacio o ambas<sup>63</sup>; los muestreos sobre espacio son adecuados para la obtención de muestras ubicadas en barriles, tanques, pilas u otras unidades de almacenamiento; el segundo, conocido también como muestro no probabilístico, es una técnica de muestro donde se recolecta de un proceso que no brinda a todos los individuos de la población iguales oportunidades de ser seleccionados, es decir que se encuentra en función de su accesibilidad.<sup>64</sup>

De igual manera, deben seguirse los protocolos establecidos en la resolución para identificar el tipo de muestra a tomar, los equipos requeridos para obtenerla y la metodología con la que se debe llevar a cabo el proceso de muestreo.

**1.3.2 NTC-ISO 5667-13.** La Norma Técnica Colombiana NTC-ISO 5667-13, proferida por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, ICONTEC, presenta una guía a seguir para el muestreo de lodos de instalaciones de tratamiento de aguas residuales, de tratamiento de aguas y procesos industriales, de igual forma es aplicable a todos los tipos de lodos que surgen de estas obras y también a lodos de características similares, por ejemplo, lodos de tanques sépticos. También brinda orientación sobre el diseño de programas de muestreo y técnicas para la recolección de muestras.

En este sentido, el muestreo para los residuos considerados de carácter peligroso según la norma NTC-ISO 5667-13 Guía para el muestreo de lodos de aguas residuales y plantas de tratamiento de aguas<sup>65</sup>, hace referencia al muestreo de lodos residuales contenidos en tanques; el cual consiste en tomar porciones en diferentes secciones y profundidades para obtener una muestra representativa, antes de realizar el muestreo en el tanque este debe mezclarse muy bien. Una vez realizado el muestreo, los lodos deben ser almacenados en recipientes de polietileno,

---

<sup>62</sup> Ibid., p. 1

<sup>63</sup> Ibid., p 5

<sup>64</sup> EXPLORABLE. Muestreo no probabilístico. en línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en internet: <https://explorable.com/es/muestreo-no-probabilistico>

<sup>65</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. NTC-ISO5667-13. Op.,cit.

polipropileno, policarbonato o vidrio, para conservar su composición química adecuadamente. La norma igualmente indica que los utensilios de plásticos o de acero inoxidable son más apropiados para realizar el muestreo toda vez que estos son más resistentes y evitan la contaminación de los lodos residuales.

Para culminar la técnica de muestreo es importante identificar la muestra con los siguientes parámetros: Fecha y hora de la recolección de la muestra, el nombre del recolector de la muestra, apariencia de la muestra, el sitio de muestro, el nombre de la planta que los genero, las condiciones meteorológicas entre otros. La NTC-ISO 5667 debe leerse conjuntamente con la NTC-ISO 5667-1, NTC-ISO 5667-2 y la NTC-ISO 5667-3.

## 1.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

**1.4.1 Espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX).** La fluorescencia de rayos X es un método de análisis no destructivo que consiste en irradiar la muestra a analizar con ayuda de una fuente de rayos X<sup>66</sup>, los elementos presentes en la muestra emiten radiación fluorescente de rayos X con energías discretas (equivalentes a colores en el rango de luz visible) que son características de cada elemento<sup>67</sup>, así, al obtener la radiación conocida como incidente o primaria, ésta se emite en dirección a un detector (cristal analizador) con espaciado interatómico ( $d$ ) que la difracta en un ángulo ( $\theta$ ) dependiente de su longitud de onda ( $\lambda$ ) siguiendo la ley de Bragg, con el fin de identificar y medir el valor de las concentraciones de los elementos que se encuentran presentes en la muestra.<sup>68</sup> Esta técnica es un método analítico para determinar la composición química de todo tipo de materiales<sup>69</sup>; las muestras a analizar se pueden encontrar en forma sólida, líquida, en polvo, filtrada, entre otras. Adicionalmente, la técnica también puede ser utilizada para determinar el espesor y la composición de capas y recubrimientos<sup>70</sup>.

El análisis se realiza en dos pasos, el primero es determinar los elementos presentes por medio de su radiación característica para realizar el análisis cualitativo y el segundo es medir las intensidades netas de los espectros medidos para calcular las concentraciones de los elementos presentes y de esta manera efectuar el análisis cuantitativo.

---

<sup>66</sup> UNIVERSIDAD DE SEVILLA. Equipos de fluorescencia de rayos X (AXIOS, EAGLEIII, FISCHER SCOPE y S2PICOFOX). [en línea]. [Reviso el 23 enero 2018]. Disponible en internet: <https://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx/servicios>

<sup>67</sup> BROUWER, Peter. Theory of XRF. Almelo, Netherlands: PANalytical BV, 2006, p. 10

<sup>68</sup> UNIVERSIDAD DE ALICANTE. Espectroscopia de fluorescencia de rayos X. [en línea]. [Revisado 23 enero 2018]. Disponible en internet: <https://sstti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/espectroscopia-de-fluorescencia-de-rayos-x.html>

<sup>69</sup> PIZARRO, C. O. M., & Dávila, A. A. C. Espectrometría de fluorescencia de rayos x. En: Universidad Autónoma de Chihuahua, 2009. p 2

<sup>70</sup> BROUWER. Op.,cit., p.8

**1.4.2 Difracción de rayos X (DRX).** La difracción de rayos X (DRX) es un método analítico no destructivo para analizar las propiedades de una muestra ya sea en polvo, sólida o incluso muestras líquidas; adicionalmente, es una de las técnicas más eficaces para el análisis cualitativo y cuantitativo de fases cristalinas, estructura, textura, entre otros<sup>71</sup>, de cualquier tipo de material, tanto natural como sintético por medio de la comparación del patrón de difracción de rayos X obtenido a partir de la muestra analizada con patrones de una base de datos de referencia.

Los rayos-X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda; del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos-X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto, pero el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos-X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos y si se cumplen las condiciones que vienen dadas por la Ley de Bragg que relaciona la longitud de onda de los rayos-X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado.<sup>72</sup>

A continuación, se detallan las diferencias entre la fluorescencia de rayos X y Difracción de rayos x que deben ser tenidos en cuenta para la realización del presente proyecto.

Cuadro 1. Diferencias entre Fluorescencia y Difracción de rayos X

Diferencias	Fluorescencia de rayos X	Difracción de rayos X
Método de análisis	Cuantitativo o cualitativo	Cualitativo y cuantitativo
Detección	Buena lectura para elementos pesados	Buena para elementos ligeros y pesados
Detector	Rodio (Rh)	Gran variedad de materiales, principalmente Rodio (Rh), Paladio (Pd), Niobio (Nb) y Circonio (Zr)
Rango de elementos	Na-U	Be-U
Reportes de análisis	Composición de los elementos (Elemental u óxidos)	Fases cristalinas, estructura
Costo	\$140 000 <sup>73</sup>	\$190 000 <sup>74</sup>

Fuente: Elaboración propia

<sup>71</sup> ERMIRICH, Martin; OPPER, Detlef. XRD for the analyst. Getting acquainted with the principles. Second. PANalytical, 2013.

<sup>72</sup> SERVICIOS CENTRALES DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN. Unidad Difracción de Rx. [en línea], [revisado 14 Septiembre 2017]. Disponible en internet: <http://www.scai.uma.es/servicios/aqcm/drx/drx.html>

<sup>73</sup> ALPHA1 S.A.S., 6 Septiembre 2017

<sup>74</sup> ALPHA1 S.A.S., 6 Septiembre 2017

## 1.5 TRATAMIENTOS REALIZADOS A RESIDUOS GALVÁNICOS

**1.5.1 Hidrometalurgia.** La hidrometalurgia hace parte de la rama de la metalurgia extractiva que estudia los procesos que ocurren en disoluciones acuosas para separar un metal de un mineral que lo contiene<sup>75</sup>. La lixiviación es la rama más importante de la hidrometalurgia y consiste en la disolución de un metal de interés poniéndolo en contacto con un agente lixivante, el agente ideal de extracción es el agua, sin embargo, también se encuentran agentes lixivante ácidos, bases o sales que se usan con el fin de lograr una extracción más selectiva.<sup>76</sup>

La hidrometalurgia en comparación con otros métodos genera menor impacto ambiental, bajos costos de operación, es más selectivo y posee una gran flexibilidad para combinar operaciones unitarias para lograr un proceso más óptimo.

**1.5.2 Electrometalurgia.** La electrometalurgia se define como la rama de la metalurgia que usa la energía eléctrica para refinar o purificar un elemento metálico.<sup>77</sup> El proceso de electrólisis se puede llevar a cabo ya sea en una sal fundida o en una disolución acuosa.<sup>78</sup>

La electroquímica aporta herramientas para estudiar, controlar, mitigar, o tratar residuos industriales, su estudio y control está relacionado con las posibilidades que brinda para reducir, transformar o incluso eliminar residuos tóxicos, especialmente, purificar soluciones líquidas del procesamiento de metales pesados, como ocurre en las aguas residuales, donde es posible recuperar metales pesados en su forma más valiosa.<sup>79</sup>

**1.5.3 Pirometalurgia.** La Pirometalurgia es un proceso en el cual se hace uso de elevadas temperaturas (superiores a 950°C) para provocar reacciones químicas que modifiquen químicamente a un mineral y por último reducirlo al metal libre<sup>80</sup>. Existen tres diferentes formas para realizar este proceso:

---

<sup>75</sup> DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA. Capítulo 14. Hidrometalurgia. [en línea], Revisado el 26 febrero 2018]. Disponible en internet: <http://metalurgia.usach.cl/sites/metalurgica/files/paginas/capitulo14.pdf>

<sup>76</sup> BROWN, Theodore; LEMAY, Eugene, et al. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

<sup>77</sup> GUEVARA, Mejía Dilmer. Electrometalurgia. Universidad Alas Peruanas. Perú, 2013. p.2

<sup>78</sup> BROWN, Op.,cit., p.988

<sup>79</sup> GIL SOLANO, Julio. Tratamiento electroquímico para la remoción de metales pesados en residuos líquidos peligrosos generados en los laboratorios de docencia de la universidad del cauca. En: Colombia, 2012.p.3

<sup>80</sup> BROWN, Op.,cit., p.984-986

- Calcinación: Consiste en el calentamiento de un mineral para provocar la descomposición y eliminación de un producto volátil.<sup>81</sup>
- Tostación: Es un proceso térmico que favorece las reacciones químicas entre el mineral y la atmosfera dando lugar a la oxidación o reducción, un ejemplo importante es la oxidación de minerales de sulfuro, donde se calientan para oxidar el azufre en SO<sub>2</sub>.<sup>82</sup>
- Fundición: Es un proceso de fusión en el cual los materiales forman en el horno dos o más capas de materiales insolubles entre sí. Una capa consta de un metal fundido y la otra está compuesta de otros materiales (escoria).<sup>83</sup>

Este proceso como se había mencionado anteriormente requiere de grandes cantidades de energía, adicionalmente, debido a las emisiones de gases, es un proceso que contamina a la atmosfera, en especial, por su contenido de dióxido de azufre y carbono.

## 1.6 CARACTERÍSTICAS REOLÓGICAS DE LOS FLUIDOS

La reología es la parte de la física que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación en los materiales que son capaces de fluir, dicho esto la reología estudia la relación que existe entre la el esfuerzo de corte y la velocidad de corte, puesto que no todos los fluidos se comportan de la misma manera debido a estas características, los fluidos de mayor interés son aquellos fluidos viscosos newtonianos y fluidos sólidos elásticos.<sup>84</sup>

La medición de propiedades reológicas se aplica a todo tipo de materiales, ya sea a soluciones diluidas, semi sólidos, entre otros. Estas propiedades mecánicas estudiadas por la reología se pueden medir mediante reómetros; aparatos que permiten someter al material a diferentes tipos de deformaciones controladas y medir los esfuerzos o viceversa.<sup>85</sup>

**1.6.1 Tipos de fluidos.** Los fluidos se pueden clasificar de tres maneras, newtonianos, no newtonianos y viscoelásticos, cada uno de ellos se comportan de diferentes maneras cuando se ejerce un esfuerzo a continuación se hace una breve descripción de cada uno de ellos:

---

<sup>81</sup> BROWN, Op.,cit., p.984

<sup>82</sup> BROWN, Op.,cit., p.984

<sup>83</sup> BROWN, Op.,cit., p.985

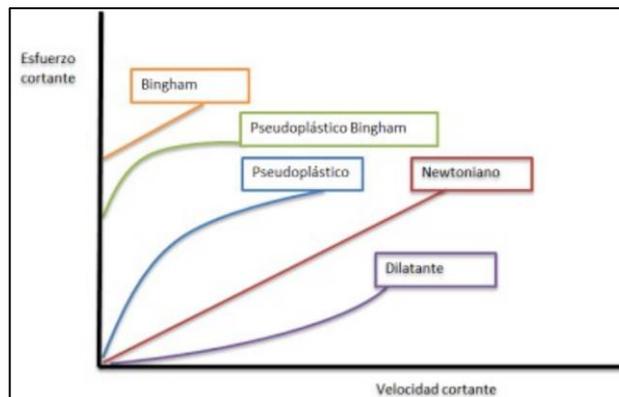
<sup>84</sup> REDULA. Reología: Conceptos básicos. [en línea], [Revisado el 20 de mayo 2018]. Disponible en internet: <http://www.webdelprofesor.ula.ve/ingenieria/mabel/materias/sistemdispersos/Reologia.pdf>

<sup>85</sup> QUIMINET. Qué es la reología. [en línea], [Revisado el 17 de mayo 2018]. Disponible en internet: <https://www.quiminet.com/articulos/que-es-la-reologia-33383.htm>

- Fluidos newtonianos: Son aquellos fluidos que se comportan de acuerdo con las leyes de viscosidad de Newton es decir, que existe una relación lineal entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación.<sup>86</sup>
- Fluidos no newtonianos: También llamados fluidos complejos, estos fluidos no cumplen con las leyes de Newton, es decir, cuando se ejerce una fuerza externa a estos fluidos la relación entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación no es lineal<sup>87</sup>. Entre los fluidos no newtonianos se encuentra: Fluidos pseudoplásticos, Fluidos dilatantes, Plásticos de Bingham: Son aquellos fluidos que es necesario superar un esfuerzo de corte para que el sistema comience a fluir.
- Fluidos viscoelásticos: Se caracterizan por presentar a la vez tanto propiedades viscosas como elásticas. Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas muy largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos. Por ejemplo: La nata, la gelatina, los helados entre otros.<sup>88</sup>

En las Figuras 1 y 2 se encuentran representados los diferentes comportamientos que presentan los fluidos newtonianos y no newtonianos.

Figura 1. Relación entre el esfuerzo cortante en función de la velocidad de corte



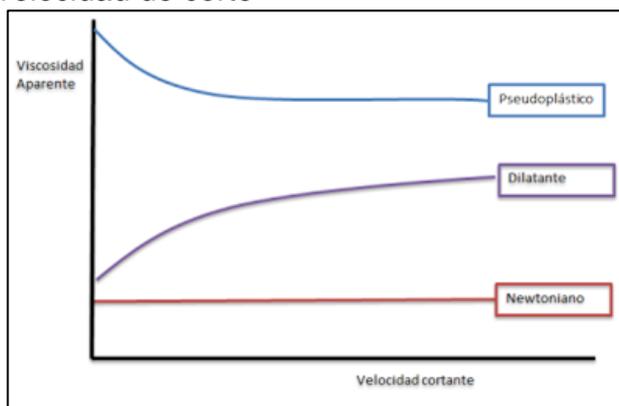
Fuente: DARLINGTON. Fluidos newtonianos y no newtonianos.

<sup>86</sup> LEVENSPIEL, O. Flujo de fluidos e intercambio de calor, edición en español, Ed. Reverté, España, 1993, pag. 17

<sup>87</sup> LEVENSPIEL, O. Op.,cit., p.p,88

<sup>88</sup> LEVENSPIEL, O. Op.,cit., p.90

Figura 2. Relación entre la velocidad aparente en función de la velocidad de corte



Fuente: DARLINGTON. Fluidos newtonianos y no newtonianos.

**1.6.2 Generalidades de la sedimentación.** La sedimentación es la operación que tiene como finalidad separar de una suspensión un líquido claro conocido como clarificado que sobrenada en la superficie y un lodo conocido como espesamiento que se deposita en el fondo, el cual contiene una elevada concentración de materia sólida, este fenómeno es dado por la acción gravitacional y viscosidad que actúan sobre las partículas del fluido.<sup>89</sup>

En los sedimentadores, el espesamiento ocurre en el fondo del tanque, mientras que la clarificación en la parte superior, en donde una suspensión uniforme de partículas en descenso produce un flujo clarificado. Los sólidos de la zona de clarificación pasan a la zona de espesamiento; como la concentración de los sólidos incrementa, la velocidad del descenso disminuye mientras que la velocidad del líquido aumenta.<sup>90</sup>

**1.6.2.1** Tipos de sedimentación. Según la concentración y la interacción de las partículas se pueden dar cuatro tipos de sedimentación: discreta, floculenta, zonal y por compresión, a continuación, se hace una breve descripción de cada una.<sup>91</sup>

- Sedimentación de partículas discretas: Son aquellas partículas que no cambian sus características físicas como forma, tamaño, y densidad durante el descenso, esta sedimentación se presenta en fluidos de bajas concentraciones de sólidos.
- Sedimentación de partículas floculentas: Son aquellas producidas por la aglomeración de partículas coloidales generadas por la aplicación de agentes químicos, y que sedimentan con mayor velocidad en comparación con otras.

<sup>89</sup> ZARATE ROMANO, Victoria. Estudios de sedimentación de lodos secundarios de plantas de tratamientos de aguas residuales municipales del estado de nuevo león. México, 1995. p. 28

<sup>90</sup> Ibid., p 32

<sup>91</sup> Ibid., p 28

- Sedimentación zonal: Son aquellas partículas floculentas que se encuentran en altas concentraciones, por lo que la velocidad de sedimentación de este tipo varía función de la concentración de sólidos.
- Sedimentación por compresión: El descenso de las partículas se ve obstaculizado por las partículas ya depositadas que se encuentran bajo ellas. El peso de las capas superiores de partículas, provoca la salida del líquido de las inferiores.<sup>92</sup>

**1.6.2.2** Velocidad de sedimentación. Para la determinar la velocidad de sedimentación se realizan suspensiones de diferentes concentraciones iniciales  $C_0$ .<sup>93</sup> Una vez determinadas las alturas en función del tiempo, existen dos métodos diferentes para determinar la velocidad de sedimentación los cuales son: el método de Coe y Clevenger y el método de Kynch. Ambos están basados en un tipo de sedimentación zonal por tanto la velocidad de sedimentación está en función de la concentración.<sup>94</sup>

Ecuación 1. Velocidad de sedimentación

$$v_s = f(C)$$

Fuente: GASOS. Métodos de cálculo d espesadores por ensayos discontinuos En: Junta de Energía Nuclear, Madrid España, 1957., p. 9

El más utilizado es el método de Coe y Clevenger, el cual se basa en realizar ensayos de sedimentación discontinua para hallar mediante una serie de datos experimentales,<sup>95</sup> las alturas obtenidas del espesamiento en función del tiempo, a distintas concentraciones iniciales, obteniendo así las pendientes,  $(\frac{\Delta h}{\Delta t})$  que son las velocidades de sedimentación.<sup>96</sup>

## 1.7 GENERALIDADES DEL PROCESO DE LIXIVIACIÓN

La lixiviación es la disolución preferente de uno o más componentes de una mezcla solida por contacto con un disolvente líquido<sup>97</sup>. Para separar el soluto o componente deseado de la fase sólida, el sólido se pone en contacto con el disolvente líquido, que puede ser de carácter ácido o básico, de esta manera, el soluto o los solutos

<sup>92</sup> Ibid.,p 28-29

<sup>93</sup> FERNANDEZ CELIS, Jaime. Determinación experimental de la velocidad de sedimentación. España, 2014. p. 6.

<sup>94</sup> GASOS, P.; PEREZ, C.; JODRA, L. G. Métodos de cálculo de espesadores por ensayos discontinuos. En: Junta de Energía Nuclear, Madrid España, 1957., p. 9

<sup>95</sup> Ibid.,p 9.

<sup>96</sup> FERNANDEZ, Op.,cit., p.8

<sup>97</sup> TREYBAL, Robert E., et al. Operaciones de transferencia de masa. En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

se difunden desde el sólido hacia la fase líquida, permitiendo una separación de los componentes originales del sólido<sup>98</sup>.

Este proceso es de uso común en la industria metalúrgica, pues la lixiviación permite extraer en forma de sales solubles los metales útiles que suelen encontrarse en mezclas con grandes cantidades de constituyentes indeseables<sup>99</sup>, sin embargo, las condiciones para realizar el proceso de lixiviación, son gobernadas principalmente por la naturaleza del material que está siendo tratado, así como por el grado de selectividad requerido para el proceso en cuestión; en otras palabras, para hacer uso de las condiciones apropiadas durante el proceso, es posible disolver ciertos compuestos metálicos de un material complejo alimentado, dejando a otros sin atacar, con el fin de que sean posteriormente recuperados en los residuos del lixiviado.<sup>100</sup>

Investigaciones anteriores acerca del uso del proceso de lixiviación para la remoción de metales han demostrado que este ofrece cierto grado de selectividad hacia el metal de interés, obteniendo recuperaciones de entre el 40 y el 90%, es importante destacar que este porcentaje depende tanto del método usado como de las condiciones de operación y la selección adecuada del agente lixivante.<sup>101</sup>

**1.7.1 Lixiviación en una sola etapa.** En las operaciones de lixiviación en las que el soluto ya está disuelto, se logra una rápida concentración uniforme en toda la solución, inicialmente, la mezcla es una suspensión de sólidos insolubles sumergidos en una solución de soluto en el disolvente, por tanto se deben separar las fases físicamente por medio de sedimentación, centrifugación o filtrado y toda la operación constituye una sola etapa<sup>102</sup>; la Figura 3 representa el proceso de lixiviación en una etapa, la alimentación del sólido que se va a lixiviar se representa con la letra F (g) y la del disolvente que se va a extraer con la letra D (g), los efluentes o descargas son R<sub>1</sub> (g) para la solución lixiviada y E<sub>1</sub> (g) para el sólido lixiviado; la fracción másica del soluto en el flujo de sólidos es y, y la fracción másica de soluto en los flujos líquidos es x.

---

<sup>98</sup> GEANKOPLIS, Christie J. Procesos de transporte y operaciones unitarias. Compañía Editorial Continental, 1998., p. 813.

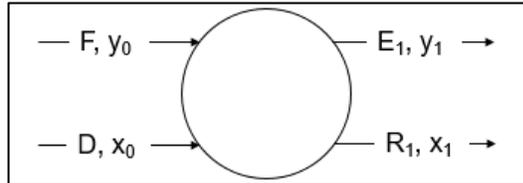
<sup>99</sup> Ibid., p 813

<sup>100</sup> DÍAZ CORTÉS, Gregorio Gabriel; Sánchez Nieto, José Luis Federico. Tesis, proceso de recuperación de cobre de los lodos anódicos provenientes de la electrólisis del cobre, en una refinera electrolítica. En: México D.C, 1993., p. 8.

<sup>101</sup> CÁCERES ARENAS. Hidrometalurgia y electrometalurgia. Universidad de Atacama. En: Chile, 2007. p 40

<sup>102</sup> TREYBAL. Op. Cit., p. 822

Figura 3. Lixiviación en una sola etapa.



Fuente: Modificada a partir de TREYBAL, Robert E., et al. Operaciones de transferencia de masa. En: McGraw Hill, México, 1988. p. 827

Ecuación 2. Balance general de lixiviación en una etapa

$$F + D = E_1 + R_1$$

Fuente: TREYBAL. Operaciones de transferencia de masa En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

Ecuación 3. Balance para el soluto en una etapa

$$Fy_0 + Dx_0 = E_1y_1 + R_1x_1$$

Fuente: TREYBAL. Operaciones de transferencia de masa En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

Ecuación 4. Balance para el disolvente en una etapa

$$F(1 - y_0) + D(1 - x_0) = E_1(1 - y_1) + R_1(1 - x_1)$$

Fuente: TREYBAL. Operaciones de transferencia de masa En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

No es posible separar todo el líquido del sólido en un proceso de lixiviación en una etapa; por ende, el sólido sedimentado que sale de esta etapa siempre contiene algo de líquido en el cual se encuentra presente soluto disuelto; la cantidad retenida de solución depende de la viscosidad y la densidad del líquido en el cual está suspendido el sólido; a su vez, esto depende de la concentración de soluto en la solución<sup>103</sup>, es por esta razón que se realiza un análisis reológico del fluido y se recomienda realizar la lixiviación en múltiples etapas.

**1.7.2 Lixiviación en múltiples etapas a contracorriente.** Mediante el contacto de los sólidos lixiviados con un lote fresco de disolvente de lixiviación, se puede disolver o eliminar soluto adicional del material insoluble.<sup>104</sup>

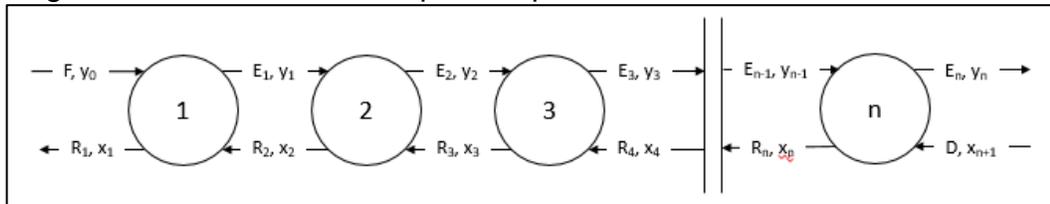
La extracción en contracorriente es un proceso económico, que permite obtener altas concentraciones de soluto en el extracto final y una gran recuperación a partir

<sup>103</sup> GEANKOPLIS. Op. Cit., p. 819

<sup>104</sup> TREYBAL. Op. Cit., p. 828

del sólido inicial con la mínima cantidad de disolvente. Para alcanzar altas concentraciones se disponen de varios tanques en serie, donde el sólido que va a lixiviarse se suministra al tanque en forma de lodo<sup>105</sup>, en la Figura 4 se muestra el diagrama para la lixiviación en múltiples etapas a contracorriente, donde se puede observar que los sólidos lixiviados de una etapa se convierten en sólidos de alimentación para la siguiente.

Figura 4. Lixiviación en múltiples etapas a contracorriente



Fuente: Modificada a partir de TREYBAL, Robert E., et al. Operaciones de transferencia de masa. En: McGraw Hill, México, 1988. p. 830

Ecuación 5. Balance general para lixiviación en múltiples etapas a contracorriente

$$F + D = E_1 + R_1$$

Fuente: TREYBAL. Operaciones de transferencia de masa En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

Ecuación 6. Balance de soluto para lixiviación en múltiples etapas a contracorriente

$$Fy_0 + Dx_0 = E_1y_1 + R_1x_1$$

Fuente: TREYBAL. Operaciones de transferencia de masa En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

La operación generalmente debe ser continua para que predominen las condiciones de estado estacionario, aunque el sistema se encaminara al estado estacionario después de muchos ciclos<sup>106</sup>, adicionalmente, durante el proceso de lixiviación, si la viscosidad y la densidad de la solución cambian de manera apreciable con la concentración del soluto, los sólidos de las etapas más cercanas a la alimentación del sólido, donde las concentraciones del soluto son altas, pueden retener más solución líquida que los sólidos de las etapas posteriores, donde el soluto está más diluido<sup>107</sup>, es por esta razón que concentraciones bajas de sólidos no favorecen la concentración de soluto en el producto de lixiviación y se recomienda realizar el análisis reológico para la determinación del porcentaje de sólidos en el proceso.

<sup>105</sup> OLAF A, HOUGEN, KENNETH M. Principios de los procesos químicos. Editorial Reverte S.A. España Barcelona. 1982. p 215

<sup>106</sup> TREYBAL. Op. Cit., p. 831

<sup>107</sup> GEANKOPLIS. Op. Cit., p. 823

**1.7.3 Métodos de lixiviación.** En la industria existen diferentes métodos para la extracción de metales contenidos en minerales, mediante la utilización de disoluciones lixiviantes acuosas selectivas que permiten la purificación o concentración de estos metales;<sup>108</sup> entre estos métodos se encuentran, en in situ, en pilas, por percolación, por agitación y microbiana o biolixiviación, aunque cada método posee sus ventajas y desventajas, se ha encontrado que la agitación y la biolixiviación ofrecen un porcentaje de recuperación superior en comparación con otros métodos, disminuyendo así los tiempos de operación. Respecto al agente lixivante, es importante tener en cuenta su afinidad con el metal a recuperar, así como su solubilidad para de esta manera establecer la proporción en que se deben poner en contacto<sup>109</sup>, a continuación, se hará una breve descripción de cada uno de ellos.

**1.7.3.1** Lixiviación in situ. Es el proceso de recuperación de minerales en yacimientos subterráneos o en minas antiguas ya explotadas, consistente en la aplicación de soluciones directamente sobre el mineral que está ubicado en el lugar del yacimiento, evitando recurrir a técnicas de extracción mineras convencionales, existen dos modalidades para la lixiviación in-situ las cuales dependen de la zona a lixiviar el mineral, estas son:<sup>110</sup> Gravitacional y Forzada.

Igualmente, este método evita las operaciones de extracción convencionales, siendo innecesaria la reducción de tamaño del mineral, puesto que la solución lixivante se pone en contacto directo con el yacimiento o mina.<sup>111</sup>

**1.7.3.2** Lixiviación en pilas. La lixiviación en pilas consiste en humedecer la superficie del mineral con una solución lixivante, usando sistemas de distribución de goteros o aspersores. Para realizar dicho proceso es necesario tener en cuenta las condiciones del lugar, con el fin de evitar la evaporación de la solución, de igual forma es necesario contar con una gran cantidad de agua, la cual será indispensable durante el proceso. Finalmente, estas soluciones son acumuladas por la gravedad en estanques o pozos, que se encuentran en la parte baja de la pila. Este proceso es aplicado para las recuperaciones de cobre, uranio, oro y plata de los minerales oxidados que lo contiene, aplicando una solución de ácido sulfúrico y agua como los agentes lixiviantes.<sup>112</sup>

---

<sup>108</sup> DOMIC, Esteban. Hidrometalurgia: Fundamentos, procesos y aplicaciones. En: Andros Impresos, Chile, 2001., p. 162

<sup>109</sup> CÁCERES, Op., cit., p. 160

<sup>110</sup> DOMIC, Op., cit., p. 160

<sup>111</sup> DOMIC, Op., cit., p. 163

<sup>112</sup> DOMIC. Op., cit., p. 164-173

**1.7.3.3** Lixiviación en bateas o percolación. La lixiviación por percolación consiste en un tanque construido con forma de paralelepípedo, hecho de materiales como ladrillo, cemento u hormigón, los cuales son recubiertos con materiales como asfalto antiácido o resina epoxi, con el fin de resistir soluciones ácidas o alcalinas dependiendo de lo que se lixivie.

Este proceso es usado para lixiviar menas de oro, plata, uranio, y vanadio obteniendo porcentajes de extracción altas, para los casos de menas auríferas las extracciones son bajas entre 40-50%.<sup>113</sup>

**1.7.3.4** Lixiviación por agitación. Durante los procesos de lixiviación por agitación, un mineral finamente molido es puesto en contacto con una solución lixivante y mediante agitación mecánica o neumática se aumenta el área de contacto entre superficie a tratar y la solución. Este método se utiliza en los minerales de alto valor comercial como la extracción de cobre, oro, plata, entre otros y su objetivo es obtener recuperaciones más altas en tiempos más cortos. El sistema de lixiviación por agitación es adecuado para favorecer las cinéticas de reacción, en la medida en que actúan factores como la temperatura, agitación y el uso de reactivos oxidantes y altamente agresivos.<sup>114</sup>

A continuación, se muestra el Cuadro 2 donde se tratan las ventajas y desventajas que posee el método de lixiviación por agitación.

Cuadro 2. Ventajas y desventajas del proceso de lixiviación por agitación.

<b>Ventajas</b>	<b>Desventajas</b>
Altas recuperaciones del elemento de interés.	Altos costos de inversión y operación.
Cinética de extracción más rápida.	Algunos materiales pueden necesitar tratamientos previos de reducción de tamaño.
Proceso continuo con posibilidades de automatización.	

Fuente: Elaboración propia

**1.7.3.5** Lixiviación bacteriana. La lixiviación microbiana o biolixiviación es un proceso en el cual mediante la utilización microorganismos, se extraen metales como uranio, cobre, zinc, níquel, cobalto entre otros, presentes en las menas o en un concentrado mineral.<sup>115</sup>

<sup>113</sup> DOMIC. Op.,cit.,p .173

<sup>114</sup> RAMIREZ, MARTINEZ. Lixiviación de minerales por agitación y percolación.Bucaramanga.2014. p 4

<sup>115</sup> VÁZQUEZ CAMPOS. Lixiviación microbiana. Universidad de Vigo. España. 2005. p 1.

Consiste en un proceso natural de disolución que resulta de la acción de un grupo de bacterias principalmente del género *Thiobacillus ferrooxidans* con habilidad de oxidar minerales sulfurados, permitiendo la liberación de los valores metálicos contenidos en ellos.<sup>116</sup> Este proceso se lleva a cabo por contacto directo o indirecto con diferentes comunidades microbianas acidófilas entre las que destacan los géneros *Acidithiobacillus*, *Leptospirillum* y *Acidiphilium*,<sup>117</sup> donde el producto final de la biolixiviación es una solución ácida que contiene el metal en su forma soluble.<sup>118</sup>

Para concluir, en el Cuadro 3 se muestra un breve resumen de las diferentes técnicas de lixiviación de minerales, puesto que ayudará a seleccionar el mejor método de extracción.

Cuadro 3. Métodos de lixiviación

Rangos de Aplicación y Resultados	Métodos de Lixiviación				
	En situ	En pilas	Percolación	Agitación	Biolixiviación
<b>Inversión</b>	Mínima	Media	Media a alta	Alta	Baja
<b>Granulometría</b>	Corrido de mina	Chancado grueso	Chancado medio	Molienda húmeda	No requiere
<b>Tiempo de tratamiento</b>	Varios años	Varias Semanas	Varios días	Horas	Días
<b>Calidad de soluciones</b>	Diluidas	Diluidas	Concentradas	Medianas	Concentradas
<b>Recuperación</b>	40-60%	70 a 85%	70 a 85%	80 a 95%	>95%

Fuente: DOMINIC, Mihovilovic, Esteban. Hidrometalurgia: fundamentos, procesos y aplicaciones. Santiago, Chile: 2001. p 181. Modificado por los autores.

**1.7.4 Cinética de lixiviación.** La velocidad o cinética de lixiviación, consiste en lograr un rendimiento óptimo en el menor tiempo posible, debido a la gran variedad de factores que ayudan a determinar la velocidad del proceso.

En la hidrometalurgia el estudio cinético es difícil de predecir, puesto que los diferentes procesos aplicados son lentos, ya que, se trabajan a temperaturas altas o ambiente, también, se ve afectada por el tamaño de partícula del mineral, por lo

<sup>116</sup> MARCHANT LEON. Capacitación Incap. Área de procesos industriales. Santiago-Chile. 2003. P11

<sup>117</sup> VÁZQUEZ, Op.,cit., p. 11

<sup>118</sup> MARCHANT, Op.,cit., p.11

que un tamaño pequeño produce una disolución rápida. Estas son reacciones que se dan en fase heterogénea.<sup>119</sup>

Los factores que afectan la cinética de las reacciones heterogéneas de lixiviación son: Temperatura, Geometría, tamaño, porosidad del sólido, tiempo de lixiviación, naturaleza reacción química, concentraciones de los reactantes y productos solubles.<sup>120</sup>

**1.7.5 Agentes lixiviantes.** Los agentes lixiviantes son sustancias químicas que tienen la característica de disolver selectivamente uno o más elementos presentes en un sólido o líquido, la selección de estos depende de varios factores como su disponibilidad, costo, estabilidad química, selectividad, siendo el más importante, que el agente sea efectivo para la disolución de los metales a tratar, sus características corrosivas, entre otras.<sup>121</sup>

Existen diferentes agentes lixiviantes utilizados en los procesos de lixiviación clasificados de la siguiente manera: ácidos y básicos.

**1.7.5.1 Ácidos** Los agentes lixiviantes ácidos se aplican principalmente a los óxidos metálicos presentes en la naturaleza como lo son el óxido de zinc, óxido de cobre, óxido de estaño entre otras. Los lixiviantes ácidos más utilizados son:

- **Ácido sulfúrico:** Es el agente lixivante más utilizado en los procesos de lixiviación por su bajo costo en el mercado, disponibilidad, fácil manipulación y características químicas<sup>122</sup>. Este agente se caracteriza por ser un reactivo ácido universal por su eficiencia, por ser extremadamente corrosivo, es altamente soluble en agua. Es utilizado para la recuperación de cobre, níquel, cromo, zinc entre otros.
- **Ácido clorhídrico:** Es el segundo agente lixivante más utilizado, por su alta solubilidad, por su bajo costo, disponibilidad entre otras, también se caracteriza por ser un ácido muy fuerte que se disocia completamente en una disolución acuosa y por ser altamente corrosivo. Es utilizado comúnmente para la recuperación de níquel, cadmio y zinc.<sup>123</sup>

---

<sup>119</sup> MUÑOZ Sebastián. Conceptos de lixiviación de minerales. Procesos de lixiviación de minerales de cobre: LX. [en línea]. [Revisado 4 de marzo 2018]. Disponible en internet: [http://www.academia.edu/6896709/Conceptos\\_de\\_lixiviaci%C3%B3n\\_de\\_minerales](http://www.academia.edu/6896709/Conceptos_de_lixiviaci%C3%B3n_de_minerales)

<sup>120</sup> Ibid., p. 7.

<sup>121</sup> VÁZQUEZ, Blanca Rosa. Lixiviación a presión en hidrometalurgia. Universidad de Sonora. 1985. [en línea]. [Revisado 2 de marzo 2018]. Disponible en internet: <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/6716/Capitulo2.pdf>.

<sup>122</sup> DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA, Op.,cit., p. 2.

<sup>123</sup> IDEAM. Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales, Identidad de la sustancia química ácido clorhídrico. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: <http://documentacion.ideam.gov.co/openbiblio/bvirtual/018903/Links/Guia2.pdf>

- **Ácido nítrico:** Es utilizado comúnmente como reactivo en los procesos de metalurgia ya que reacciona con la mayoría de los metales como un agente oxidante, también se caracteriza por ser corrosivo, este es utilizado con más frecuencia para la obtención de oro y plata.<sup>124</sup>

Otros agentes ácidos utilizados son: Ácido acético, ácido perclórico, ácido cítrico, ácido férrico, ácido carbónico, cloruro férrico entre otros.

**1.7.5.2 Básicos.** Los agentes lixiviantes básicos son comúnmente utilizados en los procesos de lixiviación extractiva de cobre, oro y plata, los más utilizados se encuentran:

- **Amoníaco:** Se caracteriza por ser altamente soluble en agua, se destaca en la lixiviación de metales por la formación de compuestos, por su capacidad para ceder electrones de hidrogeno.<sup>125</sup>
- **Cianuro:** se considera como un lixivante básico para la disolución de minerales de cobre. Es conocido en la industria como un agente extractivo de oro y plata con el nombre de cianuración de oro y plata, este proceso es altamente toxico y dañino para la salud humana.<sup>126</sup>

**1.7.6 Agentes oxidantes.** Los agentes oxidantes son sustancias químicas que tienen la característica de oxidar iones metálicos para disolver selectivamente uno o más elementos presentes en un sólido o líquido, la selección de estos depende de varios factores como su disponibilidad, costo, estabilidad química, selectividad, y el más importante, que el agente tiene que ser efectivo para la disolución de los metales a tratar<sup>127,128</sup>.

Considerando que la primera etapa del proceso de lixiviación consiste en separar el metal del mineral mediante una reacción de oxidación, generalmente es conveniente la adición de un agente oxidante con el objetivo de aumentar el grado

<sup>124</sup> ECURED. Ácido nítrico. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: [https://www.ecured.cu/%C3%81cido\\_n%C3%ADtrico](https://www.ecured.cu/%C3%81cido_n%C3%ADtrico).

<sup>125</sup> INSTITUTO TECNOLÓGICO GEOMINERO DE ESPAÑA. Minería química. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: <https://books.google.com.co/books?id=29xW6aOhcXgC&pg=RA2-PR3&lpg=RAPR3&dq=agentes+lixiviantes+basicos&source=bl&ots=-uTgSWoLTa&sig=fgVHn3c3uioKjDutKE95xPyBKqM&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwils8n9ssXZAhVLnlkKHeHoDCIQ6AEIWDaf#v=onepage&q=agentes%20lixiviantes%20basicos&f=false>

<sup>126</sup> INSTITUTO TECNOLÓGICO GEOMINERO DE ESPAÑA. Minería química. Op.cit. P 92

<sup>127</sup> VÁZQUEZ, Blanca Rosa., Op.cit., p1

<sup>128</sup> PEREZ, Eduardo. Estudio de la lixiviación ácida a escala laboratorio del mineral cupro-uranífero luz del cobre. [en línea]. [Revisado 18 de mayo 2018]. Disponible en internet: <http://www.bidi.uson.mx/TesisIndice.aspx?tesis=3191>

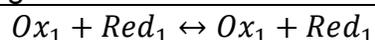
de extracción<sup>129</sup>; los agentes oxidantes más empleados son Fe<sup>3+</sup> y O<sub>2</sub>, empleándose para la lixiviación de sulfuros y algunos metales<sup>130</sup>, sin embargo, también se emplean el Peróxido de Sodio, Clorato de Potasio, Peróxido de Hidrógeno, Dicromato de Potasio y Permanganato de Potasio.

El mecanismo de lixiviación en presencia de agentes oxidantes puede ser de dos tipos, de tipo químico, donde se favorece la formación de azufre elemental o sulfatos y de tipo electroquímico, donde se trata a los minerales que son totalmente insolubles en ácido produciendo azufre elemental<sup>131</sup>, de esta manera, se determina que las sales de metal son obtenidas mediante mecanismos químicos de lixiviación a pH ácido.

## 1.8 GENERALIDADES DEL PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN

La electrólisis es un proceso en el que la electricidad, a través de una solución, suministra energía para que tenga lugar una reacción de Óxido- Reducción (Redox) no espontánea (Ecuación 7). Este proceso consiste en recuperar metales que están en solución, depositándolos en el cátodo.<sup>132</sup> Cuando se aplica un campo eléctrico para movilizar contaminantes se producen distintos fenómenos como la electromigración o transporte de iones, este proceso se destaca en la electroremediación de sustratos contaminados<sup>133</sup>.

Ecuación 7. Reacción general de óxido-reducción



Fuente: BROWN. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

El fenómeno de electrodeposición implica la reducción de un compuesto metálico disuelto en un sustrato o también llamado electrolito y una deposición del metal resultante sobre una superficie conductora (electrodo).<sup>134</sup> Investigaciones anteriores

<sup>129</sup> ORDUÑO, Oralia. Adsorción del complejo Tiourea-Plata en la Resina de Intercambio Iónico Diphonix. Tesis de maestría Hermosillo, Sonora: Universidad de Sonora. Departamento de ingeniería química y metalurgia. 1999., p. 8.

<sup>130</sup> DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA. Op.,cit., p. 189

<sup>131</sup> FERNÁNDEZ, Sósimo. Optimización del proceso de lixiviación clorurante en medio ácido oxidante de concentrados sulfurada de cobre. Tesis de maestría Lima, Perú: Universidad nacional mayor de San Marcos. Facultad de ingeniería geológica, minera, metalúrgica y geográfica. 2007., p. 13.

<sup>132</sup> TAPIA Julieta. Tesis, diseño e implementación de sistemas para la recuperación de oro en solución por cementación y electrólisis, a escala de laboratorio. En: Escuela Politécnica Nacional, Quito.2013. p 8

<sup>133</sup> VÁZQUEZ, Mario.; HERNÁNDEZ Luis, F. Electroremediación: Una técnica electroquímica de interés ambiental. En: Innovación, 2003, vol. 15, no 1, p. 45-51.

<sup>134</sup> IMAZ, Molina. Aplicación de técnicas de electrodeposición mediante pulsos de corriente para la obtención de recubrimiento metálicos. Universidad de Barcelona. En: España, 2013. p 74

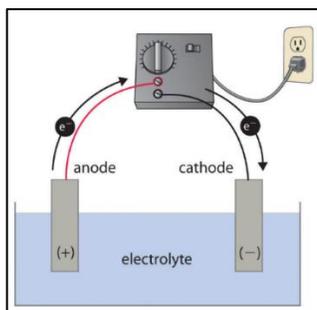
acerca del uso del proceso de electrólisis para la remoción de metales contenidos en residuos galvánicos han demostrado obtener recuperaciones de entre el 17 y el 90%, es importante destacar que este porcentaje depende de las condiciones de operación a las que se lleva a cabo<sup>135</sup>.

**1.8.1 Celdas electroquímicas.** Las celdas electroquímicas pueden ser de dos maneras, ya sea electrolítica o galvánica, estas se diferencian por ser reacciones no espontáneas o espontáneas respectivamente, a continuación, se detalla una celda electrolítica en donde se llevará a cabo la electrodeposición del metal de interés.

**1.8.1.1 Celdas electrolíticas.** Son aquellas en las que se dan reacciones no espontáneas de óxido-reducción, las cuales requieren de un agente externo o potencial aplicado para que se dé la reacción transformando la energía eléctrica a energía química<sup>136</sup>.

Estas celdas están conformadas por tres elementos principales, donde cada una cumple una función específica (Figura 5) como primer elemento, se encuentran los electrodos; los cuales son encargados de conducir la corriente eléctrica y dar lugar a una reacción redox, estos están conformados por, ánodo y cátodo, en estos se da un flujo de electrones desde el ánodo hacia el cátodo. Como segundo elemento, está el sustrato acuoso o también llamado electrolito donde se encuentran distribuidos uniformemente los iones metálicos a recuperar, dentro del electrolito se introducen los electrodos, con el fin de provocar que el ion se electrodeposite sobre el cátodo. Por último y como tercer elemento se encuentra la fuente de corriente, la cual tiene la función de proporcionar un potencial eléctrico permitiendo que los iones se transfieran a través del electrolito desde la zona positiva (ánodo) hasta la zona negativa (cátodo)<sup>137</sup>.

Figura 5. Esquema Celda electrolítica



Fuente: Saylor Academy. General Chemistry – Principles, patterns, and applications [online]. 2012.

<sup>135</sup> CÁCERES ARENAS, Op., Cit. p.40

<sup>136</sup> TAPIA, Op.,cit. p.8

<sup>137</sup> TAPIA, Op.,cit. p.8

En la celda electrolítica intervienen diferentes variables significativas como lo son: temperatura, energía suministrada al sistema, pH, composición del electrolito, presencia de aditivos, relación del área superficial, distancia entre los electrodos y tiempo, estas influyen en la eficiencia del proceso de electrólisis para la recuperación de los iones metálicos contenidos en el electrolito<sup>138</sup>.

Los materiales más utilizados para la construcción de la celda electrolítica dependen del tipo de disolución (electrolito) donde se lleva a cabo la reacción de óxido-reducción, entre estos se encuentran materiales como: vidrio, acrílico, plexiglás y policarbonato<sup>139</sup>, sin embargo, también es necesario tener en cuenta los siguientes factores:

- Resistencia química
- Resistencia térmica
- Resistencia mecánica
- Durabilidad
- No exista interferencia o reacción química con los componentes en estudio y los fenómenos relacionados con el proceso electroquímico.

**1.8.2 Electrolito.** Los conductores electrolíticos están constituidos por soluciones cuyo soluto usualmente es una sal, ácida o base, en donde los iones positivos y negativos intervienen en forma aditiva en la conductividad puesto que, las cargas de estos son de signos opuestos, también lo son sus movilidades<sup>140</sup>

En el caso de la deposición de metales, el electrolito es generalmente una solución acuosa de sales metálicas, sin embargo, algunos autores adicionan otros metales para incrementar la conductividad del mismo.<sup>141</sup>

**1.8.3 Electrodo.** El electrodo es un conductor eléctrico utilizado para hacer contacto con una parte no metálica de un circuito, de igual modo, es una superficie en donde ocurren las reacciones de óxido-reducción, donde el electrodo llamado ánodo se produce la oxidación es decir la pérdida de electrones y el electrodo llamado cátodo se produce la reducción es decir donde el electrodo gana electrones<sup>142</sup>.

---

<sup>138</sup> IMAZ, Op.,cit. p.32

<sup>139</sup> MURILLO, Rivera. Diseño y construcción de un prototipo para evaluar y caracterizar la electroremediación de suelos contaminados con hidrocarburos. Universidad Autónoma Metropolitana. En: México, 2006. p.41

<sup>140</sup> AGUILERA, Rojas. Electro Obtención. [En línea]. [Revisado 6 de junio del 2018] Disponible en internet: [https://www.academia.edu/9823593/Presentacion\\_Electro\\_obtencion](https://www.academia.edu/9823593/Presentacion_Electro_obtencion)

<sup>141</sup> GIL, Op.,cit. p.3

<sup>142</sup> PEREZ ZUÑIGA, María Helena. Tratamiento de lodos residuales procedentes de plantas de tratamiento de aguas residuales mediante procesos electroquímicos para la disminución de metales pesados (PB). Universidad politécnica salesiana. En: Ecuador, 2016. p.33

La superficie de los ánodos y de los cátodos debe guardar una relación de 1:1 o ligeramente superior a favor de la superficie anódica que puede llegar a ser de 2:1.<sup>143</sup>

Generalmente se utilizan barras de metal, donde el grado de calidad y pureza del mismo debe ser óptimo, con el fin de evitar una contaminación en la disolución<sup>144</sup>. Existen diferentes tipos de materiales de los electrodos que impiden la generación de iones no deseados durante el proceso, entre ellos se encuentran los metales nobles como platino, plata y oro, sin embargo, debido a los altos costos comerciales, estos son reemplazados por materiales como acero, titanio y grafito<sup>145</sup>.

- Existen diversos criterios para la selección del tipo de electrodo, entre estos se encuentran:
- Propiedades de conducción eléctrica del material
- Disponibilidad del material.
- Facilidad para moldear.
- Resistencia mecánica.
- Resistencia química.
- Resistencia térmica<sup>146</sup>.

**1.8.4 Concentración de la solución.** Se ha determinado que al emplear soluciones con concentraciones altas se pueden llegar a presentar unas ventajas y desventajas durante la realización del proceso, estas son:

- Ventajas: Conductividad alta, densidad de corriente alta, mayor eficiencia del proceso.
- Desventajas: Costo altos para la preparación de los procesos, a tendencia de cristalización sobre las paredes de las celdas y de los electrodos, descenso de la eficiencia catódica<sup>147</sup>

Por lo tanto, una solución electrolítica será conveniente cuando tenga pocos iones a depositar y muchas moléculas no disociadas dispuestas a disociarse rápidamente, liberando de esta manera iones metálicos que sustituirán a los que desaparecen de la película líquida catódica durante la electrólisis.<sup>148</sup>

---

<sup>143</sup> GIL, Op.,cit. p.32

<sup>144</sup> GIL, Op.,cit. p.32

<sup>145</sup> GIL, Op.,cit. p. 33

<sup>146</sup> MURILLO, Op.,cit. p.34

<sup>147</sup> GIL, Op.,cit. p.35

<sup>148</sup> GIL, Op.,cit. p.35

**1.8.5 Potencial del electrodo.** El potencial de un electrodo es en realidad, el potencial de una celda electroquímica que tiene el hidrógeno como el electrodo de referencia universal, donde el potencial del electrodo estándar tiene como valor 0 voltios. En la serie de potenciales de los metales hay elementos que son positivos con respecto al hidrogeno, es decir, que tienen mayor potencial, estos son considerados como lado noble y los elementos con potencial negativo con respecto al hidrogeno se denominan lado activo.<sup>149</sup>

Los metales o aleaciones que poseen un potencial negativo tienen la tendencia de emitir iones positivos, de igual modo estos se comportan como electrodos anódicos y aquellos que poseen un potencial positivo se comportan como electrodos catódicos, atrayendo a los iones positivos<sup>150</sup>. A continuación, en la Figura 6, se presentan los valores estándar de los electrodos.

Figura 6. Potenciales estándar de reducción de metales a 25°C

Reacción	E° a 25°C, V
$\text{Ba}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ba}(\text{s})$	-2.91
$\text{Ti}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ti}(\text{s})$	-1.63
$\text{Ti}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ti}(\text{s})$	-1.21
$\text{AgI}(\text{s}) + \text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{s}) + \text{I}^{-}$	-0.151
$\text{Cd}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Cd}(\text{s})$	-0.40
$\text{Cr}^{2+} + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Cr}(\text{s})$	-0.89
$\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Zn}(\text{s})$	-0.763
$\text{Cr}^{3+} + 3\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Cr}(\text{s})$	-0.74
$\text{Ni}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ni}(\text{s})$	-0.25
$\text{Sn}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Sn}(\text{s})$	-0.13
$\text{Pb}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Pb}(\text{s})$	-0.13
$2\text{H}^{+} + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{H}_2(\text{g})$	0.000
$\text{Br}_2(\text{l}) + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons 2\text{Br}^{-}$	+1.065
$\text{Ag}^{+} + \text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{s})$	+0.799
$\text{Fe}^{3+} + \text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+}$	+0.771
$\text{I}_3 + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons 3\text{I}^{-}$	+0.536
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^{-} \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{s})$	+0.337

Fuente: Skoog, Douglas. Química analítica, McGraw-Hill interamericana. En: México, 2001.p. 429.

Los factores que determinan los potenciales de los electrodos y de las celdas son: Naturaleza de los electrodos, Temperatura de la solución y Actividades de la solución empleada.<sup>151</sup>

<sup>149</sup> CORTEZ Álvarez, Kelly. Diseño de un módulo de electrodeposición metálica por medios electrolíticos. En: Guatemala, 2014.p.2

<sup>150</sup> Ibid.,p 3

<sup>151</sup> TAPIA, Op.,cit. p.12

**1.8.6 Ley de Faraday.** La ley de Faraday consiste en el principio fundamental de la electrólisis, este se basa en los experimentos realizados por Michael Faraday en 1831 y establece que: “La cantidad de cualquier elemento (radical o grupo de elementos) liberada ya sea en el cátodo o en el ánodo durante la electrólisis, es proporcional a la cantidad de electricidad que atraviesa la solución” <sup>152</sup>

Con la ecuación de esta ley se puede calcular la cantidad de metal que se ha corroído o depositado uniformemente sobre otro, mediante un proceso electroquímico durante cierto tiempo,<sup>153</sup> a continuación, se demuestra la ecuación de la ley de Faraday.

Ecuación 8. Ley de Faraday

$$W = \frac{I * t * M}{n * F_R}$$

Fuente: HIGGINS. Engineering metallurgy Applied Physical Metallurgy. Vol I. Sexta edición. En: Londres, Gran Bretaña, 1993

Donde:

W= Cantidad del metal que se ha depositado (g)

I = Corriente (A)

t = tiempo (s)

M = Masa atómica del metal (g/mol)

n = número de valencia del metal

$F_R$  = Constante de Faraday (96 500 A.s/mol)

**1.8.7 Conductividad eléctrica.** La diferencia de potencial en un proceso electrolítico, este es aplicado en el extremo de un metal con el fin de que los electrones se muevan libremente en la estructura metálica. Los factores que disminuyen la conductividad eléctrica son las aleaciones y la presencia de impurezas. El comportamiento de la conductividad eléctrica es similar a la conductividad térmica, en donde las vibraciones incrementan la energía cinética y esta es transportada por los electrones.<sup>154</sup>

---

<sup>152</sup> LÓPEZ, L. F. Ley de Faraday-Lenz. Instituto Senderos Azules. Buenos Aires, 2005. [En línea]. [Revisado 6 de junio 2018]. Disponible en internet: <http://www.ib.edu.ar/becaib/bib2007/LopezL.PDF>

<sup>153</sup> CORTEZ Alvarez, Kelly. Op.,cit. p.20

<sup>154</sup> HIGGINS, R. Engineering metallurgy Applied Physical Metallurgy. Vol I. Sexta edición. En: Londres, Gran Bretaña, 1993

**1.8.7.1** Eficiencia de corriente. La eficiencia de la corriente está dada por la relación entre el metal efectivamente depositado y el que teóricamente debía depositarse de acuerdo a la corriente eléctrica.

Si la eficiencia es menor al 100%, esto es debido a las siguientes razones:

- Al precipitarse la solución acuosa se produce el desprendimiento de hidrogeno simultáneamente a la deposición del metal.
- El electrolito realiza un ataque químico al depósito con el que está en contacto.
- Los pares galvánicos producen corrosión del depósito.
- Cortocircuitos entre ánodos y catodos.<sup>155</sup>

---

<sup>155</sup> DOMIC. Op.,cit.,p .220

## 2. IDENTIFICACIÓN DEL TIPO RESIDUO

Una vez determinadas las generalidades del proyecto de investigación, tal como se desarrolló en el capítulo 1, se procedió a dar aplicación de las mismas; se llevó a cabo el desarrollo experimental de la técnica de muestreo de lodos residuales y la caracterización de los mismos.

### 2.1 ORIGEN DEL RESIDUO

Se realizó el muestreo sobre los residuos sólidos producto de los baños de estaño de una empresa del sector galvanico ubicada en la localidad de Fontibón; el proceso de electrodeposición se llevó a cabo en tanques de 400 cm de longitud con 40 cm de profundidad donde se generan aproximadamente 250 kg de lodo residual de estaño por mes, en el proceso se usa ácido sulfúrico como activador y como agente formador del electrolito para realizar la electrodeposición.

De conformidad con los Anexos 1 y 2 del Decreto 4741 de 2005 “*Por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral*”<sup>156</sup> y teniendo en cuenta la actividad desarrollada, los procesos realizados y los compuestos químicos involucrados, se puede clasificar el residuo obtenido en las siguientes categorías:

- Y17 Desechos resultantes del tratamiento de superficies de metales y plásticos.
- Y21 Compuestos de cromo hexavalente.
- Y22 Compuestos de cobre.
- Y23 Compuestos de zinc.
- Y34 Soluciones ácidas o ácidos en forma sólida.
- A1050 Lodos galvanicos.
- A1060 Líquidos de desecho del decapaje de metales.

La empresa, genera en promedio 1000 Kg al mes de residuos provenientes de todos los procesos realizados incluido el sistema de tratamiento de aguas residuales y debe pagar cerca de \$830/Kg<sup>157</sup> para su almacenamiento en la celda de seguridad donde realiza la disposición final del residuo; debido al promedio de generación de Respel, esta empresa es considerada un gran generador según lo establecido en el artículo 28° del Decreto 4741 de 2005<sup>158</sup> pues genera una cantidad igual o mayor a 1000 Kg/mes de residuos.

---

<sup>156</sup> COLOMBIA, MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Decreto 4741 Op. Cit.

<sup>157</sup> GOMEZ, Rodrigo. Entrevista realizada el 3 de Noviembre de 2017. Bogotá, Colombia. Observación inédita

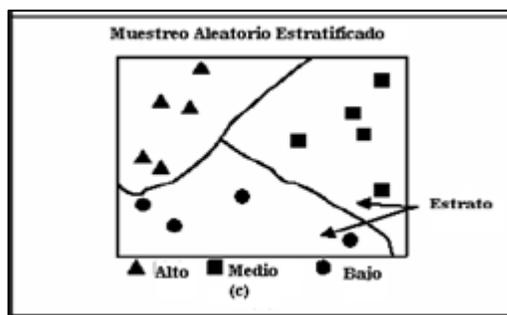
<sup>158</sup> COLOMBIA, MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Decreto 4741 (30, Diciembre, 2005). Op.,cit.

## 2.2 MUESTREO DE LODOS RESIDUALES

Como se mencionó en la sección 1.3, una muestra adecuada del lodo residual debe contener una mezcla de porciones del residuo, en este caso, se toma una muestra representativa para todo el lodo residual atendiendo lo establecido en las normas NTC-ISO 5667-13<sup>159</sup>, Resolución 0062 de 2007<sup>160</sup> y el Curso internacional de rellenos sanitarios y de seguridad Lima, Perú 1995.<sup>161</sup> Para el caso de la empresa analizada, se realizó un muestreo a lo largo del espacio debido a que los residuos se encuentran almacenados en tanques y son guardados en las instalaciones de la empresa durante aproximadamente un (1) año.

Se realizó un Muestreo Aleatorio estratificado (Figura 7) que consiste en tomar muestras aleatorias en diferentes secciones y profundidades (Alto, medio, bajo), garantizando de esta manera la representación adecuada del contenido total del tanque.

Figura 7. Diseño de muestreo probabilístico (estratificado) sobre espacio.



Fuente: IDEAM. Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales, Resolución No. 0062

**2.2.1 Ejecución del protocolo del muestreo.** Para obtener una muestra significativa del residuo se elaboró un protocolo de muestreo teniendo en cuenta la normatividad relacionada anteriormente, en consecuencia, se determinó la necesidad de cumplir 10 pasos, los cuales se detallan en el Anexo 3. Durante el desarrollo del muestreo se encontraron dos tanques diferentes (Figura 8), el primero (izquierda) contiene una mezcla de lodos resultante de los demás procesos y el sistema de tratamiento de aguas, mientras que el segundo (derecha) contiene los lodos provenientes de los baños electrolíticos de estaño. El muestreo se realizó sobre los lodos provenientes del baño de estaño siendo este el metal a recuperar.

<sup>159</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. NTC-ISO5667-13. Op.,cit.

<sup>160</sup> IDEAM. Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales, Resolución No. 0062. Op.,cit.

<sup>161</sup> CEPIS-LIMA, PERÚ. Curso internacional de rellenos sanitarios y de seguridad. Lima -Perú. 1995

Figura 8. Tanques de almacenamiento de residuos



Fuente: Elaboración propia.

Se recolectaron 4.09 Kg de lodo galvánico los cuales según la norma NTC-ISO 5667-13 fueron almacenados en contenedores de polipropileno de alta densidad para que pudieran soportar las condiciones del medio muestreado.

### 2.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS RESIDUALES

Con el fin de determinar la composición de los lodos residuales, se empleó la técnica de fluorescencia de rayos X (FRX) se utilizó un espectrómetro marca Panalytical, modelo AXIOS MAX MINERALS (Figura 9); este equipo realiza un barrido exploratorio de diversos tipos de elementos que abarcan desde el sodio (Na) hasta el uranio (U) en muestras sólidas, líquidos, polvos, entre otros, obteniendo así un análisis ya sea de tipo cualitativo o cuantitativo, los elementos con mayor número atómico tienen mejor detección en comparación con los elementos livianos,<sup>162</sup> por estas razones, el método se considera apropiado para realizar la lectura del residuo proveniente de los baños electrolíticos de estaño (Sn).

Figura 9. Equipo de fluorescencia de rayos X



Fuente: Analytical. Equipo de fluorescencia de rayos X.

---

<sup>162</sup> BROUWER. Op.,cit., p.8

**2.3.1 Preparación de la muestra.** Una vez realizado el plan de muestreo y obtenida la muestra representativa del lodo residual, se llevó al laboratorio ALPHA1 S.A.S donde los autores realizaron los tratamientos previos al análisis de fluorescencia de rayos X.

En primer lugar, se procedió a registrar la muestra al sistema con el nombre de *APH22256*, se determinó que la muestra se encontraba en estado semi-sólido, por lo que fue necesario realizar un secado, con el fin de reducir su tamaño y evitar de esta forma que se pegara a los molinos de bola planetario; para culminar la preparación de la muestra, se realizó un proceso de elaboración de pastilla, la cual, una vez obtenida es leída por el equipo FRX. El protocolo a seguir para realizar la preparación de la muestra a caracterizar se detalla en el Anexo 4.

A continuación, se detallan los análisis realizados durante el proceso de caracterización de la muestra.

**2.3.1.1** Determinación del pH. La determinación del pH se realizó in-situ antes de realizar el proceso de secado, para ello se hizo uso de un pH-metro marca 350 pH Meter Jenway, donde se midió por duplicado la muestra del lodo proveniente de los tanques de almacenamiento. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Resultados de pH del lodo proveniente de los tanques.

<b>Muestra</b>	<b>pH</b>	<b>Promedio</b>	<b>Desviación estándar</b>
APH22256	0.56 0.55	0.555	0.005

Fuente: Elaboración propia.

De acuerdo con lo reportado en la toma de pH de la muestra se puede apreciar que en promedio del lodo proveniente del proceso de estañado presentan un pH de 0.55, es decir, un pH ácido que concuerda con el uso de ácido sulfúrico como activador y como agente formador del electrolito para realización de la electrodeposición.

En la Tabla 2 Se muestra una comparación del pH promedio obtenido en el ensayo con otros pH obtenidos para lodos residuales de la industria galvánica, es importante recalcar que el pH del residuo es dependiente de los procesos realizados en la empresa, por ejemplo, Avila<sup>163</sup> realiza el proceso de electrodeposición por métodos alcalinos mientras la empresa analizada usa métodos ácidos.

---

<sup>163</sup> AVILA, OSORIO. Propuesta de tratamiento para los residuos sólidos generados durante el proceso de cincado de la empresa recubrimientos galvánicos de Colombia. Colombia, Bogotá, 2016. p. 23

Tabla 2. Comparación de pH

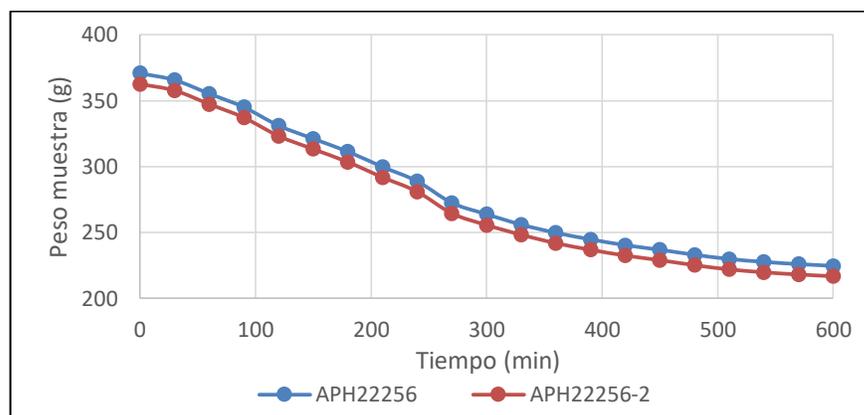
Referente	Residuo analizado	pH
Los autores	Lodo galvánico	0.55
Avila y Osorio, 2016 <sup>164</sup>	Lodo galvánico	7.50
Su, Zijian., et al, 2017 <sup>165</sup>	Lodo anódicos y residuos electrónicos	14.0

Fuente: Elaboración propia.

**2.3.1.2** Determinación del contenido de humedad. Una vez obtenida e identificada la muestra, se procedió a realizar un tratamiento térmico, que consiste en retirar la humedad contenida en el lodo; para ello se utilizó una estufa marca StableTemp y a partir de este proceso también se realizó la determinación del porcentaje de humedad contenido en el lodo, este análisis se realizó de conformidad con la norma ASTM D2216-10 *“para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas”*.<sup>166</sup>

El proceso de determinación del contenido de humedad se realizó por duplicado, para esto, se llevaron las muestras a la estufa previamente configurada a una temperatura de 110°C y cada 30 min se tomó el peso de las muestras, en la Gráfica 1 se puede observar el comportamiento del peso de la muestra en el tiempo hasta obtener una variación menor a 1g en el peso de la muestra.

Gráfica 1. Variación de peso de la muestra APH22256



Fuente: Elaboración propia

<sup>164</sup> Ibid., p. 46

<sup>165</sup>SU, Zijian, et al. Extraction and Separation of Tin from Tin-Bearing Secondary Resources: A Review. JOM, 2017, vol. 69, no 11, p. 2371.

<sup>166</sup> AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Determinación del contenido de agua en suelos y rocas. [En línea]. [Revisado 16 de Julio 2018]. Disponible en internet: <http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:oZ3iSpppxtkJ:148.243.51.170:8007/intranet/sistema-de-gestion-de-la-calidad-sgc/category/54-procedimientos-de-prueba.html%3Fdownload%3D245:it-003-determinacion-del-contenido-de-agua-en-suelos-y-rocas+%&cd=1&hl=es&ct=clnk&gl=co>

Una vez conocido el peso final de las muestras se procede a realizar el cálculo del contenido de humedad inicial para cada una a partir de las ecuaciones 9 y 10.

#### Ecuación 9. Porcentaje de humedad

$$\%H_0 = \frac{W_o - W_s}{W_o} \times 100$$

Fuente: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM).  
Determinación del contenido de agua en suelos y rocas.

Donde:

$H_0$  = Humedad inicial del residuo

$W_o$  = Peso inicial

$W_s$  = Peso seco

El peso inicial se determina de la siguiente manera:

#### Ecuación 10. Peso inicial de una muestra

$$W_o = W_{bm} - W_{bv}$$

Fuente: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM).  
Determinación del contenido de agua en suelos y rocas.

Donde:

$W_{bm}$  = Peso cápsula con muestra

$W_{bv}$  = Peso cápsula vacía

A continuación, se realiza una muestra de cálculos para el lodo *APH22256*, obteniendo los siguientes resultados:

$$W_o = 370.8g - 138.2g = 232.6g$$

Una vez obtenido el peso inicial se procede a calcular el porcentaje de humedad inicial con la ecuación 13

$$\%H_0 = \frac{232.6g - 86.4g}{232.6g} \times 100 = 62.85\%$$

Los anteriores cálculos fueron efectuados también para el duplicado de la muestra, y los resultados se presentan en la Tabla 3, donde se reportan los datos de humedad, junto con su valor promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos.

Tabla 3. Contenido de humedad inicial en el lodo.

<b>Muestra</b>	<b>% Humedad</b>	<b>Promedio</b>	<b>Desviación estándar</b>
APH22256	62.85 62.81	62.83	0.02

Fuente: Elaboración propia.

De esta manera, se obtuvo una humedad con un valor promedio de 62.83%, una desviación estándar de 0.02, adicionalmente, en la curva de secado se puede observar un comportamiento similar en el duplicado de la muestra, por lo que el lodo recolectado puede considerarse homogéneo, por esta razón, se determina que el valor promedio calculado es representativo para toda la muestra recolectada y puede ser usado en todos los cálculos en que se le requiera.

Tabla 4. Comparación de humedades.

<b>Referente</b>	<b>Residuo analizado</b>	<b>% Humedad</b>
Los autores	Lodo galvánico	62.83%
Avila y Osorio, 2016 <sup>167</sup>	Lodo galvánico	77.0%
Rossini y Bernardes, 2005	Lodo galvánico	67.5%
Rossini y Bernardes, 2005	Lodo galvánico	60.2%
Rossini y Bernardes, 2005 <sup>168</sup>	Lodo galvánico	59.2%

Fuente: Elaboración propia.

En la Tabla 4 se muestra una comparación entre el lodo objeto de estudio y 4 diferentes lodos residuales de la industria de galvanotecnia, a partir de estos referentes bibliográficos se puede determinar que la humedad del residuo analizado se encuentra dentro del promedio de humedad en lodos galvánicos.

**2.3.1.3** Determinación de materia orgánica. Se realiza el análisis de pérdidas por ignición (LOI) tomando como referencia el método de calcinación, el proceso consiste en someter la muestra a altas temperaturas para eliminar cualquier materia orgánica presente (Figura10); se usó de una mufla marca B&M modelo MBT7.500, la cual se encontraba programada a 1000°C durante 60 min, tiempo al cual fue sometida la muestra para la eliminación de materia orgánica volátil. Una vez los crisoles se hubieran enfriado se procedió a pesar cada uno, en la Tabla 5 se muestran los resultados obtenidos durante el proceso.

<sup>167</sup> AVILA, OSORIO. Op. Cit., p. 77.

<sup>168</sup> ROSSINI, BERNARDES. Galvanic sludge metals recovery by pyrometallurgical and hydrometallurgical treatment. Brasil, 2005. p. 3

Figura 10. Proceso de análisis de materia orgánica.



Fuente: Elaboración propia.

Para determinar el porcentaje de pérdida se utilizó la Ecuación 11 y se obtuvo una pérdida promedio de 23.10% con respecto al peso inicial de las muestras; este porcentaje de materia orgánica generalmente está relacionado con la presencia de carbono y nitrógeno en la muestra, cabe resaltar que los procesos efectuados en la empresa se realizan de manera abierta, exponiendo tanto las piezas como los residuos a la composición del ambiente y adicionalmente, se usa sellante a base de carbonatos en el proceso de terminación, es por esta razón que es normal encontrar materia orgánica en el residuo.

Ecuación 11. Perdidas por ignición

$$\%Perdida = \frac{P2 - P3}{P2 - P1} * 100$$

Fuente: ESCUELA POLITECNICA DEL EJÉRCITO. Determinación del contenido de materia orgánica.

Donde:

$P1$  = Crisol vacío

$P2$  = Crisol + muestra

$P3$  = Crisol + muestra después del proceso

Tabla 5. Resultados de materia orgánica para el lodo residual

N° Muestra	%Perdida por ignición	Valor promedio	Desviación estándar
APH22256	23.07 23.13	23.10	0.07

Fuente: Elaboración propia.

A continuación, en la Tabla 6 se muestra una comparación de materia orgánica donde se puede observar que el contenido de materia orgánica para el lodo objeto de estudio es inferior al reportado por otros estudios, de igual manera, como se ha mencionado anteriormente, esto se debe a los procesos realizados por cada empresa, por ejemplo, Castañeda Bocanegra indica el uso de carbonatos y efervescencia al adicionar ácidos.

Tabla 6. Comparación de Materia orgánica (LOI)

Referente	Residuo analizado	% LOI
Los autores	Lodo galvánico	23.10%
Castañeda Bocanegra, 2015 <sup>169</sup>	Tratamiento de aguas residuales	33.67%
Perez-Villarejo, L., et al, 2015 <sup>170</sup>	Lodo galvánico	36.62%
Luz, C. A., et al, 2009 <sup>171</sup>	Lodo galvánico	35.40%
Stepanov, S., et al, 2016 <sup>172</sup>	Lodo galvánico	29.78%

Fuente: Elaboración propia.

**2.3.2 Resultados de la caracterización de Fluorescencia de rayos X.** Luego de la realización del protocolo de caracterización se obtuvo la muestra compacta en forma de pastilla (Figura 11) y esta se analizó en el equipo de Fluorescencia de rayos X, en la Figura 12 se muestra un ejemplo de los espectros de fluorescencia de rayos X para la muestra, se pueden observar principalmente picos de estaño (Sn) y teniendo en cuenta que la intensidad de los picos está directamente relacionada con la cantidad del componente en la muestra el espectro indica a simple vista que este es el componente mayoritario de la muestra, de igual manera se aprecian algunos picos de Rodio (Rh), esto se debe a que el equipo usa un tubo de rodio para emitir los rayos X, que serán irradiados a las muestras, y así obtener la radiación conocida como incidente o primaria emitida en dirección a un detector para hacer el respectivo análisis; todos los demás componentes fueron leídos en curvas de menor nivel.

<sup>169</sup> CASTAÑEDA BOCANEGRA, Op.,cit.

<sup>170</sup> PEREZ-VILLAREJO. L., et al. Valorization and inertization of galvanic sludge waste in clay bricks. En: Applied Clay Science. España, 2015. vol. 105, p. 89-99.

<sup>171</sup> LUZ, C. A., et al. Valorization of galvanic sludge in sulfoaluminate cement. En: Construction and Building Materials, 2009, vol. 23, no 2, p. 595-601.

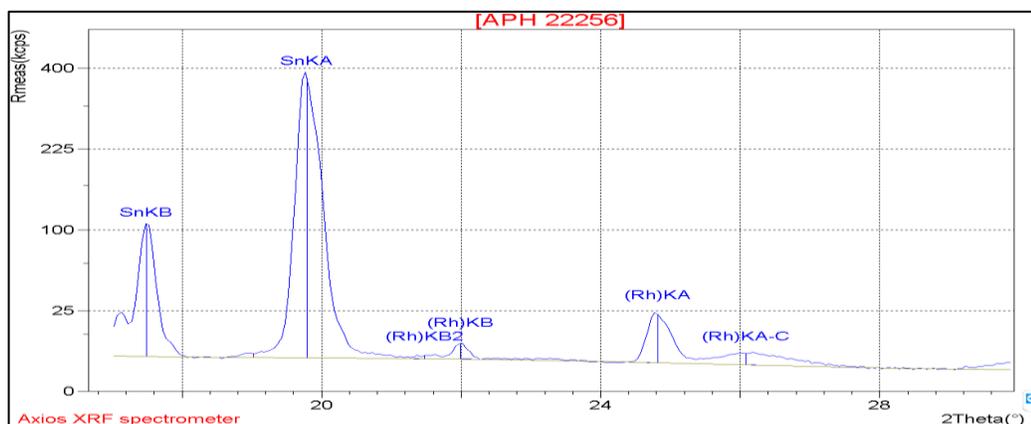
<sup>172</sup> STEPANOV, Sergei, et al. Efficiency of Use of Galvanic Sludge in Cement Systems. En: Procedia Engineering, 2016, vol. 165, p. 1112-1117.

Figura 11. Muestra final en forma de pastilla



Fuente: Elaboración propia

Figura 12. Espectro de fluorescencia de rayos X (FRX) para la muestra analizada



Fuente: Elaboración propia

Se obtuvo la cuantificación de la composición del residuo por medio de la aplicación de lectura automática Malvern basada en estándares internacionales marca Panalytical<sup>173</sup>, a continuación, en la Tabla 7 se muestra un resumen de los componentes en base seca; los componentes minoritarios están constituidos por: Aluminio, Silicio, Potasio, Cromo, Hierro, Níquel, Cobre, Zinc y Cloro. El resultado completo del análisis se muestra en el Anexo 5

Tabla 7. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el lodo APH22256.

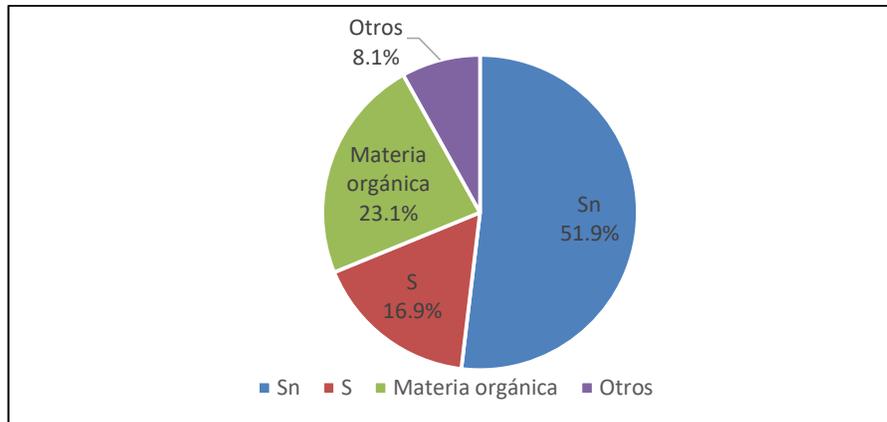
Nombre	Compuesto	Composición
<b>Azufre</b>	S	16.9%
<b>Estaño</b>	Sn	51.9%
<b>Perdidas por ignición</b>	Materia orgánica	23.1%
<b>Componentes minoritarios</b>		8.1%

Fuente: Elaboración propia.

<sup>173</sup> BROUWER. Op.,cit., p.8

En el siguiente Diagrama de torta (Gráfica 2) se observa que el componente no acuoso mayoritario es el Estaño (Sn), por esta razón, dicho elemento fue seleccionado como el metal a recuperar; de igual forma se encontró azufre en menor medida, por lo que se puede deducir que los metales pueden estar contenidos en el residuo principalmente en forma de sulfato.

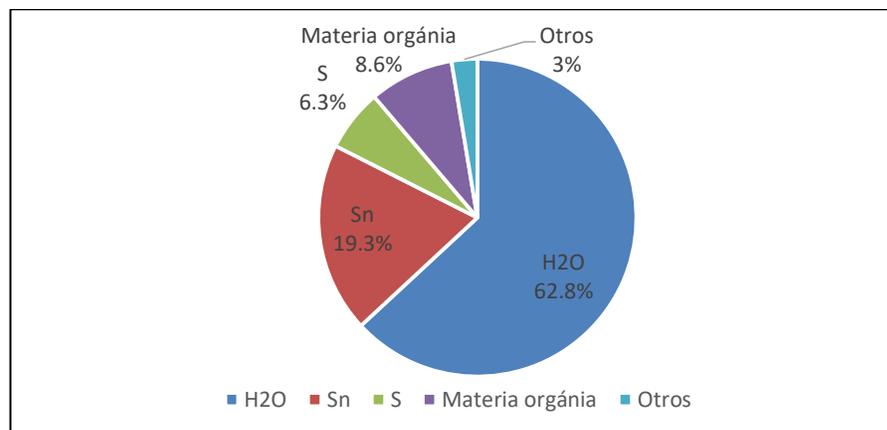
Gráfica 2. Diagrama de torta composición del lodo APH22256 en base seca.



Fuente: Elaboración propia.

Teniendo en cuenta que los residuos se encuentran en fase semi-sólida y el resultado fue reportado en base seca, se realiza la conversión a base húmeda, los cálculos realizados para tal fin se encuentran en el Anexo 6, en el mismo sentido, para comprender mejor los resultados se realizó un Diagrama de torta (Gráfica 3) donde se incluye el contenido de agua en su composición, de esta manera, se determina que del total de la muestra APH22256 únicamente el 19.3% correspondiente a estaño.

Gráfica 3. Composición del residuo APH22256 en base húmeda



Fuente: Elaboración propia.

A continuación, en la Tabla 8 se muestra un resumen de los resultados obtenidos del análisis realizado al lodo residual, las composiciones se muestran en base húmeda pues este valor corresponde al contenido real del residuo.

Tabla 8. Resumen características del residuo APH22256 en base húmeda

<b>Análisis</b>	<b>Compuesto</b>	<b>Composición</b>
<b>Humedad</b>	H <sub>2</sub> O	62.8%
<b>Perdidas por ignición</b>	Materia orgánica	8.6%
<b>Azufre</b>	S	6.3%
<b>Estaño</b>	Sn	19.3%
<b>Componentes minoritarios</b>		2.6%
<b>pH</b>		0.55

Fuente: Elaboración propia.

A partir de los análisis realizados anteriormente y conociendo que la empresa genera aproximadamente 250 000 g de lodos de Estaño al mes, se puede concluir que la empresa podría recuperar potencialmente cerca de 48 250 g de Estaño al mes, es decir, 579 000 g/año.

### 3. VARIABLES DE PROCESO EN LA OBTENCIÓN DE ESTAÑO

En el presente capítulo se desarrolla la revisión bibliográfica referente a las condiciones de operación involucradas dentro de los procesos de lixiviación y electrólisis, lo cual permite identificar los efectos que tienen sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés. Posteriormente, teniendo en cuenta dichos efectos, se realizó la selección de las variables y los parámetros del proceso, y en base a estudios previos se planteó un diseño de experimentos con el fin de estudiar el comportamiento de la lixiviación y la electrólisis bajo ciertas condiciones de operación.

#### 3.1 PROCESO DE LIXIVIACIÓN

Para llevar a cabo el proceso de lixiviación es necesario tener en cuenta las variables de operación del proceso que pueden hacer más eficiente la remoción, de las más analizadas se encontró: el tamaño de partícula del componente sólido, el tiempo de lixiviación, la concentración del producto de interés en el mineral, la concentración del agente lixivante, la velocidad de agitación y la temperatura de lixiviación; a continuación, se realiza una breve descripción de cada una de ellas junto con el análisis correspondiente al Anexo 7, donde se muestra una tabla comparativa de las variables analizadas por diversos referentes bibliográficos con relación a la lixiviación de residuos que contienen metales pesados, destacando aquellos que se enfocan en la recuperación de estaño

##### 3.1.1 Variables determinantes en el proceso

**3.1.1.1** Agente lixivante. Los agentes lixivantes son sustancias químicas que tienen la característica de disolver selectivamente uno o más elementos presentes en un sólido o líquido, por lo que la selección de estos depende de varios factores como su disponibilidad, costo, consumo y el más importante, su efectividad para la disolución del metal de interés, los más utilizados y que a la vez cumplen con estas características son: ácido sulfúrico, sulfato férrico, amoníaco y carbonato amónico, anhídrido sulfuroso, cloruro férrico, cloruro cúprico, ácido clorhídrico, cloro, ácido nítrico, hidróxido de sodio<sup>174</sup>.

Dicho esto, algunos autores consultados como Jha<sup>175</sup> y Ranitovic<sup>176</sup> cuyos proyectos para la recuperación de estaño evalúan el uso de agentes lixivantes ácidos como: clorhídrico (HCl), sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y nítrico (HNO<sub>3</sub>), obteniendo para ambas investigaciones mayores recuperaciones de estaño con ácido clorhídrico y sulfúrico, sin embargo para el presente proyecto se realizó una comparación entre

---

<sup>174</sup> VÁZQUEZ, Blanca Rosa. Op.,cit.,p.3

<sup>175</sup> JHA, Manis Kumar. Leaching studies for tin recovery from waste e-scrap. India, 2011. p. 2

<sup>176</sup> RANITOVIC, M. Hidrometallurgical recovery of tin and lead from waste printed circuit boards (WPCBs): Limitations and opportunities. Scientific paper, 2012. p. 154

estos agentes lixiviantes teniendo en cuenta: el costo, la disponibilidad, el producto formado para cada uno de los agentes y su solubilidad respecto a otros materiales.

De igual forma se efectúa el análisis de otros dos agentes lixiviantes como lo son: ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y EDTA ( $C_{10}H_{16}N_2O_8$ ), teniendo en cuenta los mismos criterios, dicho análisis se muestra a continuación en el Cuadro 4.

Cuadro 4. Comparación de diferentes agentes lixiviantes.

Reactivo	Costo \$	Disponibilidad	Producto formado	Solubilidad del producto formado
$H_2SO_4$ 1L 95-98%	\$99.000	Si	$Sn + H_2SO_4 = SnSO_4 + SO_2 + 2H_2O$	Soluble en Agua (18.9 g por 100 ml de Agua a 20°C). Soluble en Ácido Sulfúrico.
HCl 1L 37%	\$159.000	Si	$Sn + HCl = SnCl_2 + H_2$	Soluble en acetona, etanol, gasolina, benceno, tolueno en agua fría y en disolventes aromáticos y clorurados.
$HNO_3$ 1L 65%	\$172.000	No	$Sn + HNO_3 = Sn(NO_3)_2 + NH_4NO_3 + 3H_2O$	Soluble en agua, completamente miscible
$C_6H_8O_7$ 500g	\$179.000	Si	$Sn + C_6H_8O_7 = C_6H_6O_7Sn + H_2O$	Muy Soluble en agua (59.2 g/100g a 20C). Es muy soluble en etanol, soluble en éter y acetato de etilo e insoluble en benceno y cloroformo.
EDTA 500g	\$380.000	No	$Sn + C_{10}H_{16}N_2O_8 = C_{10}H_{12}SnN_2O_8 + 2H_2O$	Soluble en Agua (0.05 g en 100 mL a 25°C). Soluble en medio básico mg/mL (20 °C)

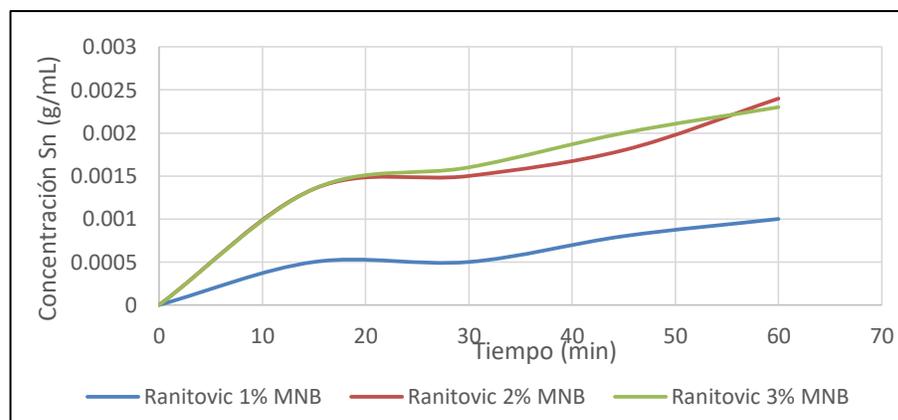
Fuente: Elaboración propia.

**3.1.1.2** Agente oxidante. Los agentes oxidantes son sustancias químicas que tienen la capacidad de oxidar iones metálicos para disolver selectivamente uno o más elementos presentes en un sólido o líquido, los autores consultados han evaluado el uso de  $O_2$ ,  $H_2O_2$ ,  $NaNO_3$ ,  $HNO_3$  y Ácido metanitrobenzoico (MNB) para la recuperación de estaño.

Los autores han demostrado que generalmente la adición del agente oxidante favorece la recuperación del metal, en la Gráfica 4 se muestra la recuperación de estaño para la adición del oxidante orgánico MNB, se puede observar que al

aumentar la concentración del oxidante de 1% a 2% la recuperación aumenta de manera significativa, sin embargo, al cabo de cierto tiempo la recuperación es ligeramente mayor para una concentración de 2% en comparación con la de 3%, por tanto, sería conveniente realizar una evaluación para tiempos más prolongados, de acuerdo con esto, en la investigación realizada por Du<sup>177</sup> al evaluar la concentración del agente oxidante, se observó que para concentraciones superiores al 3% la recuperación disminuye y, además, Ranitović indica que en algunos casos la adición de estos puede favorecer la formación de algunos compuestos indeseados<sup>178</sup>.

Gráfica 4. Efecto de la concentración del agente oxidante sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado



Fuente: RANITOVIĆ, M., et al. Hydrometallurgical recovery of tin and lead from waste printed circuit boards (WPCBs): limitations and opportunities. Belgrado, Serbia, 2016. p. 154. Modificado por los autores.

El peróxido de hidrogeno ha sido ampliamente usado en procesos hidrometalúrgicos, pues debido a sus propiedades puede ser considerado como un oxidante seguro, efectivo, potente y versátil. En solución ácida el  $H_2O_2$  es más potente que otros oxidantes como el cloro, dióxido de carbono y permanganato de potasio; adicionalmente, la capacidad oxidante de este compuesto es tan fuerte que se considera una especie de oxígeno altamente reactivo<sup>179</sup>.

<sup>177</sup> DU, Tianbao; VIJAYAKUMAR, Arun; DESAI, Vimal. Effect of hydrogen peroxide on oxidation of copper in CMP slurries containing glycine and Cu ions. *Electrochimica Acta*, 2004, vol. 49, p. 4507

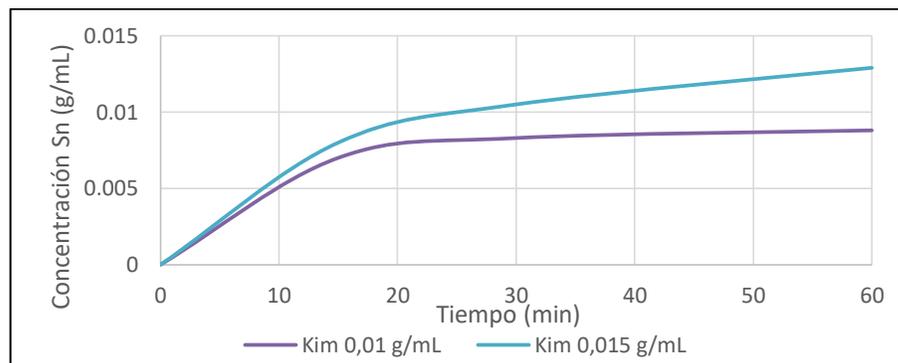
<sup>178</sup> RANITOVIĆ, M. Op., cit., p. 154

<sup>179</sup> WANG, Zhike; GUO, Su; YE, Cunling. Leaching of copper from metal powders mechanically separated from waste printed circuit boards in chloride media using hydrogen peroxide as oxidant. *Procedia Environmental Sciences*, 2016, vol. 31, p. 917-924.

**3.1.1.3** Granulometría del sólido. Una partícula de mayor tamaño requiere de una menor cantidad de solución lixivante en conformidad con el área que entra en contacto; mientras mayor sea la granulometría del sólido, más lenta será la penetración de la solución sobre el mineral para disolver el metal, en el caso opuesto, cuando el tamaño de la partícula es menor se requiere de una mayor cantidad de solución lixivante, al tener una menor granulometría, mayor será el contacto de la solución lixivante con el sólido, mejorando la cinética de la lixiviación y por ende la recuperación del metal.<sup>180</sup> Por esta razón, en los procesos realizados a partir de un residuo en estado sólido se realiza una disminución del tamaño de partícula, obteniendo una muestra con mayor grado de uniformidad y mejorando la extracción del metal deseado, sin embargo, el residuo a analizar se encuentra en estado semi-sólido y no se hace necesario tener en cuenta la granulometría de este.

**3.1.1.4** Concentración del mineral. La dependencia del proceso respecto a la concentración del mineral se puede evaluar de dos maneras, ya sea mediante el porcentaje de sólidos o mediante la densidad de la pulpa, para ambos casos, el valor debe ser lo más alto posible para alcanzar una alta concentración del ion metálico en la solución de lixiviación, esto ayuda a minimizar los costos de inversión<sup>181</sup>, tal como lo han demostrado algunos autores entre los que se destaca Kim,<sup>182</sup> cuyo proyecto para la recuperación de estaño muestra que a mayor densidad de pulpa se obtienen mayores concentraciones de estaño, en la Gráfica 5 se puede observar este comportamiento.

Gráfica 5. Efecto de la concentración del mineral sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado



Fuente: KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016. p. 3. Modificado por los autores.

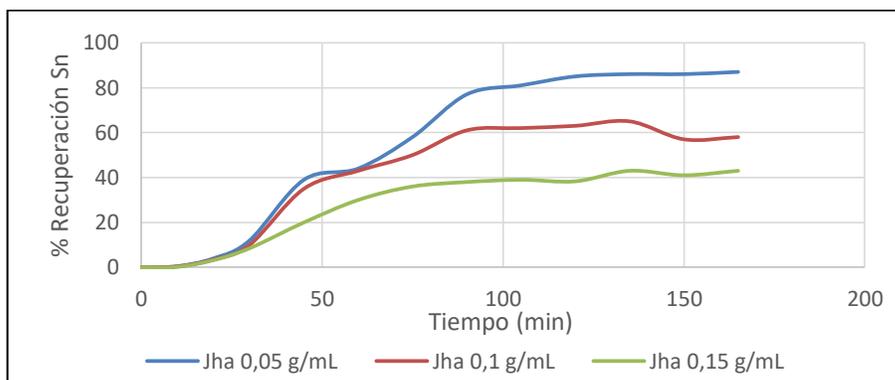
<sup>180</sup> RODRIGUEZ JAIME. Curso de capacitación. Fundamentos generales de la lixiviación y variables que influyen en la operación. 2003. p 6

<sup>181</sup> CÁCERES, Op.,cit., p. 66

<sup>182</sup> KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016. p. 3

Sin embargo, otros autores como Jha<sup>183</sup> (recuperación de estaño) y De la torre<sup>184</sup> (recuperación de zinc), en sus investigaciones han demostrado que entre menor sea el porcentaje del sólido o la densidad de pulpa, mayor será el porcentaje de extracción del metal a recuperar, llegando a obtener recuperaciones superiores al 86%, a continuación se muestra la gráfica correspondiente a los resultados obtenidos por Jha para la variación de densidad de pulpa:

Gráfica 6. Efecto de la concentración del mineral sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés



Fuente: JHA, Manis Kumar. Leaching studies for tin recovery from waste e-scrap. India, 2011. p. 2. Modificado por los autores.

La variación en la densidad de pulpa en el presente proyecto se basará en la obtención de la mayor concentración posible del metal deseado, teniendo en cuenta que la solución obtenida por medio de lixiviación será usada como electrolito en el proceso de electrólisis, de esta manera, se tendrá una mayor cantidad de metal a depositar.

**3.1.1.5** Concentración del agente lixivante. Una de las variables generalmente analizadas en la lixiviación de metales es la concentración del agente lixivante, en la Gráfica 7 se pueden observar las concentraciones obtenidas a través del tiempo para 4 diferentes concentraciones en el marco de la investigación realizada por Kim,<sup>185</sup> a su vez en la Gráfica 8 se muestran los porcentajes de recuperación obtenidos por Yang<sup>186</sup> a tres diferentes concentraciones

A partir de estos resultados se puede determinar que a mayor concentración del agente lixivante, mayor concentración y mayor porcentaje recuperación, sin

<sup>183</sup> JHA, Op.,cit., p. 2

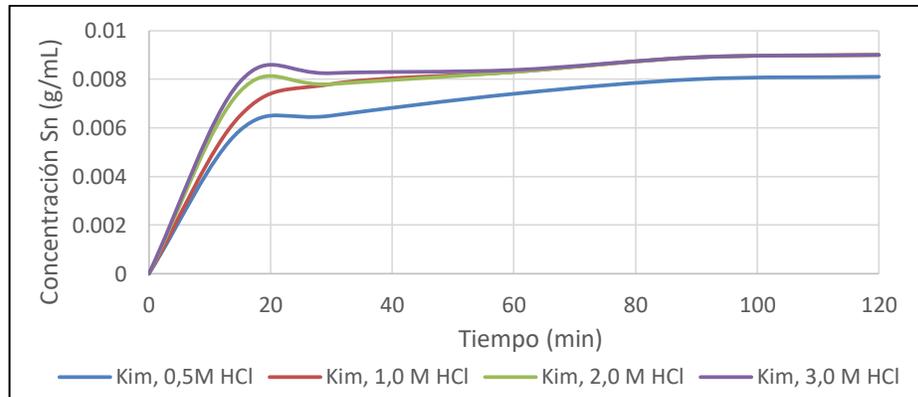
<sup>184</sup> DE LA TORRE, E. Valoración de polos de aceria, mediante recuperación de zinc por lixiviación y electrólisis. Quito, Ecuador, 2013. p. 3.

<sup>185</sup> KIM, Op.,cit.,p.3

<sup>186</sup> YANG, Tianzu. Recovery of tin from metal powders of waste printed circuit boards. China, 2017. p. 2012

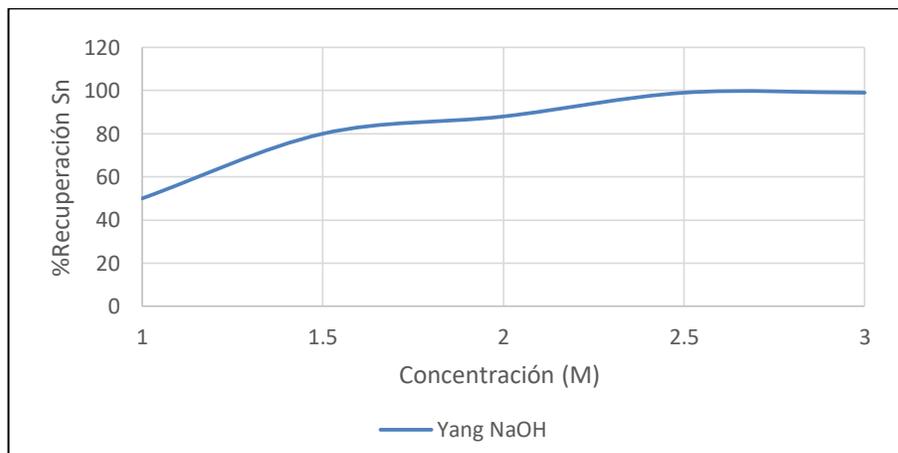
embargo, se observa que después de determinado tiempo no hay variación entre las concentraciones del lixiviado obtenidas a 1, 2 y 3 M, esto se debe a que el sistema es estable en tiempos superiores a los 40 min para cualquiera de las tres concentraciones, de esta manera, se planteó realizar el proceso con agentes lixiviantes en concentración 1M.

Gráfica 7. Efecto de la concentración del agente lixiviante sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado



Fuente: KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016. p. 3. Modificado por los autores.

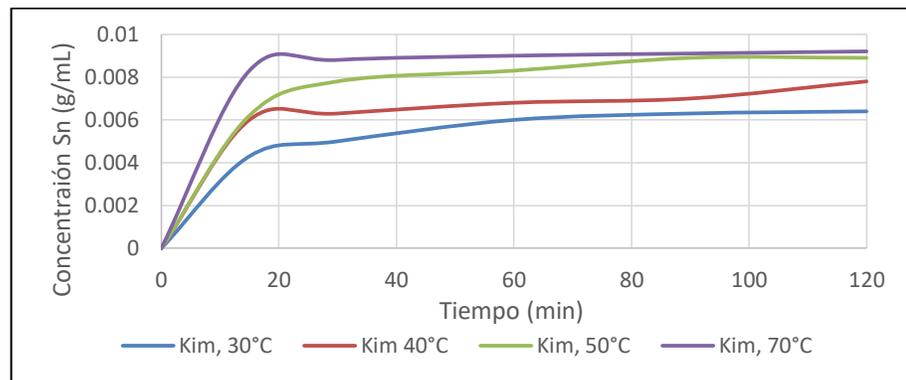
Gráfica 8. Efecto de la concentración del agente lixiviante sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés



Fuente: YANG, Tianzu. Recovery of tin from metal powders of waste printed circuit boards. China, 2017. p. 2012. Modificado por los autores

**3.1.1.6** Temperatura. La velocidad de lixiviación se incrementa al aumentar la temperatura, obteniendo mayores porcentajes de recuperación en menor tiempo, esto sucede debido a que la temperatura se encuentra directamente relacionada con la cinética del proceso mediante la ecuación de Arrhenius, adicionalmente, debido al aumento de temperatura, la viscosidad del lodo disminuye y esto permite un mayor contacto del agente lixiviante con el mineral.<sup>187</sup> Según los autores consultados, entre más altas las temperaturas a las que se lleve el proceso, mayor es la recuperación del metal, tal como se puede evidenciar en las investigaciones realizadas por Kim<sup>188</sup> y Yang,<sup>189</sup> teniendo en cuenta diferentes temperaturas como se muestra en las Gráficas 9 y 10, obteniendo así mayores concentraciones y porcentajes de recuperación con temperaturas por encima de 70°C.

Gráfica 9. Efecto de la temperatura sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado



Fuente: KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016. p. 3. Modificado por los autores

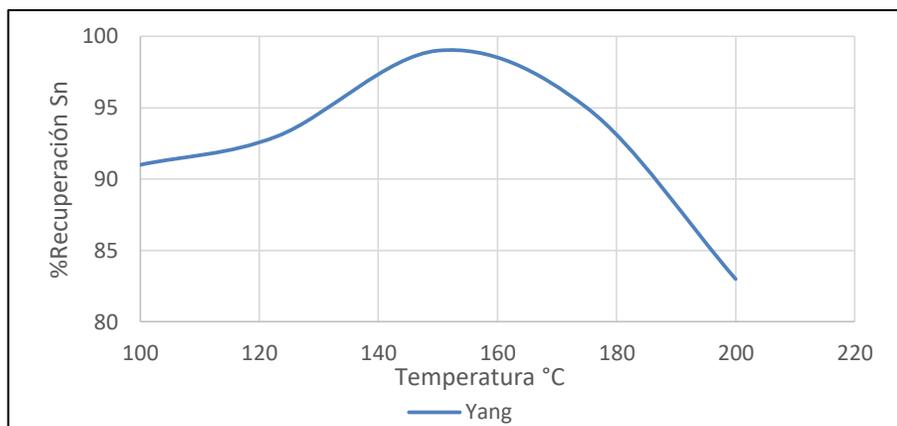
Sin embargo, en la Gráfica 10 se observa que luego de 150°C la recuperación de estaño disminuye, esto se puede deber a que favorece la recuperación de otros metales no deseados contenidos en el residuo.

<sup>187</sup> RODRIGUEZ, Op.,cit., p. 10

<sup>188</sup> KIM, Op.,cit.,p.3

<sup>189</sup> YANG, Op.,cit.,p.2

Gráfica 10. Efecto de las altas temperaturas en el proceso de lixiviación sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés



Fuente: YANG, Tianzu. Recovery of tin from metal powders of waste printed circuit boards. China, 2017. p. 2012 Modificado por los autores.

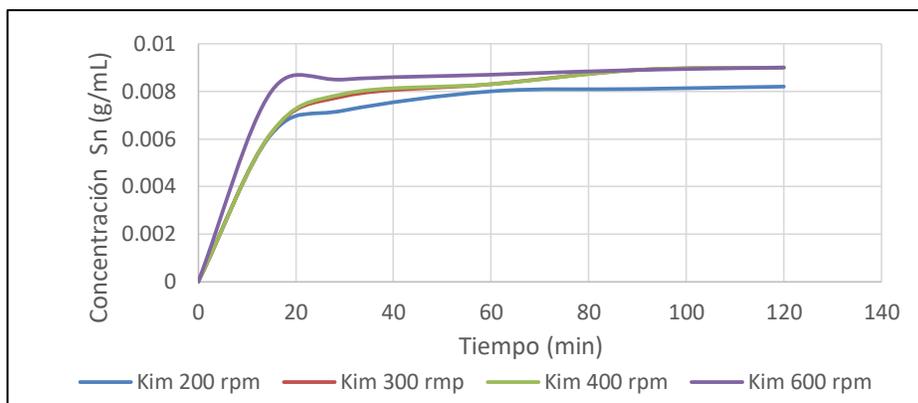
**3.1.1.7** Velocidad de agitación. La velocidad de agitación debe ser lo suficientemente alta para mantener los sólidos en suspensión sin que se decanten favoreciendo la cinética de extracción, la desventaja consiste en que a mayor velocidad de agitación, el consumo energético es mayor y por tanto aumentan los costos de operación<sup>190</sup>. Los autores consultados generalmente mantienen fijas las velocidades para todos los ensayos realizando agitaciones entre 300 y 750 rpm, sin embargo, Kim<sup>191</sup> y Yang<sup>192</sup> evalúan el efecto de la velocidad de agitación en el proceso de lixiviación de estaño, los resultados obtenidos se muestran en las Gráficas 11 y 12 respectivamente, en estas se puede observar que para tiempos superiores a los 80 min, la variación en la concentración de estaño obtenida en el lixiviado no es significativa a velocidades superiores de 600 y 1100 rpm respectivamente.

<sup>190</sup> CÁCERES, Op.,cit., p. 67

<sup>191</sup> KIM, Op.,cit.,p.3

<sup>192</sup> YANG, Op.,cit.,p.2

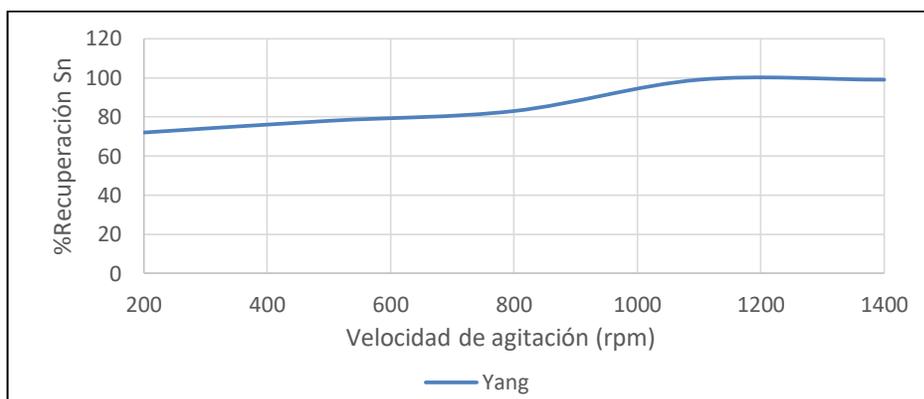
Gráfica 11. Efecto de la velocidad de agitación sobre la concentración del metal de interés obtenida en el lixiviado



Fuente: KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016. p. 3. Modificado por los autores.

No obstante, en la Gráfica 12 se puede observar que luego de 1100 rpm la recuperación de estaño es constante, por lo tanto, las velocidades de agitación muy altas tienen una variación insignificante en el proceso de lixiviación.

Gráfica 12. Efecto de la velocidad de agitación sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés



Fuente: YANG, Tianzu. Recovery of tin from metal powders of waste printed circuit boards. China, 2017. p. 2012. Modificado por los autores.

**3.1.1.8** Tiempo de lixiviación. El tiempo varía en función del porcentaje de extracción, por tanto, se entiende que el tiempo y la recuperación del metal son directamente proporcionales y que a mayor tiempo de retención, mayor será la remoción,<sup>193</sup> sin embargo, para tiempos prolongados el sistema llega a un punto de equilibrio para el que no se evidencia variación significativa en el porcentaje de recuperación, adicional a esto, el tiempo de lixiviación es dependiente de las variables anteriormente mencionadas, por ejemplo; una mayor velocidad de agitación permite que se dé un mayor contacto entre las fases y por tanto requerirá un menor tiempo de lixiviación, de igual manera, como se mostró anteriormente en la selección de la variable de temperatura, a temperaturas más altas se obtiene una mayor recuperación en menor tiempo.

**3.1.2 Selección de variables y parámetros de operación.** Teniendo cada una de las variables involucradas en el proceso de lixiviación para la recuperación del metal de interés, se realiza una clasificación de las variables y parámetros de operación de acuerdo con la revisión bibliográfica anteriormente mencionada, con el fin de realizar una comparación del efecto que tiene cada de las variables sobre el objetivo del proyecto, el cual es obtener un alto grado de recuperación del metal de interés.

**3.1.2.1** Variables de operación. Se pudo identificar que las variables de operación determinantes para el proceso de lixiviación son: agente lixivante, concentración del agente oxidante, concentración del mineral y temperatura; puesto que estas variables logran cambiar de manera considerable el proceso en función del tiempo de lixiviación. A continuación, se explican las razones por las que se seleccionaron estas variables de operación como determinantes:

- **Agente lixivante.** Es una variable crítica en el proceso de lixiviación, puesto que la función que cumple es disolver selectivamente uno o más elementos presentes en un sólido o líquido, según los referentes bibliográficos mencionados en la sección 3.1.1.1, los más utilizados para la extracción son agentes ácidos, por lo tanto, se determinó realizar la lixiviación con diferentes agentes lixivantes ácidos, con el fin de realizar una comparación del porcentaje de recuperación que se obtuvo en cada uno.
- **Concentración del agente oxidante.** El agente oxidante tiene como objetivo aumentar el grado de extracción del metal, según los referentes bibliográficos mencionados en la sección 3.1.1.2, y basado en algunos datos reportados en los experimentos realizados por otros autores, cuanto mayor sea la concentración del agente oxidante mayor va ser el grado de extracción, sin embargo, a concentraciones altas, también se puede favorecer la formación de otros compuestos. De acuerdo con lo anterior, se determina variar la

---

<sup>193</sup> CÁCERES, Op.,cit., p. 65

concentración del agente oxidante y comparar el porcentaje de recuperación con las lixiviaciones sin el uso de agente oxidante.

- **Concentración del mineral.** Se evaluará mediante el porcentaje de sólidos, de conformidad con los referentes bibliográficos mencionados en la sección 3.1.1.4, entre mayor sea el porcentaje del mineral, mayor será la recuperación, sin embargo, otros autores determinan que entre menor sea la concentración del mineral, mayor es el porcentaje de recuperación. De esta forma, la concentración del mineral es determinante para el proceso, por lo tanto, se tomarán diferentes valores, con el fin de seleccionar la proporción sólido líquido a utilizar en el proceso de lixiviación, dicho proceso se determinó por medio un análisis reológico del fluido.
- **Temperatura.** En el proceso de lixiviación la temperatura es una variable determinante durante el proceso, debido a que al aumentar la temperatura se obtienen mayores porcentajes de recuperación en menor tiempo, en concordancia con los datos reportados por otros autores, se determinó evaluar altas temperaturas con el fin de realizar una comparación de los porcentajes de extracción.

**3.1.2.2** Parámetros de operación. Los parámetros de operación se entienden como aquellas variables fijas, tenidas en cuenta al inicio del proceso o aquellas que son parametrizadas durante el desarrollo del mismo, con el fin de disminuir los grados de libertad, y así proceder con las variables más importantes.<sup>194</sup> Por consiguiente, para evitar que estos parámetros tengan una influencia en las variables dependientes, se seleccionaron las variables definidas en diversos referentes bibliográficos, relacionadas con la recuperación de estaño en residuos peligrosos. En conclusión, los parámetros de operación fijados para la recuperación de estaño en residuos galvánicos fueron los siguientes:

- **Método de Lixiviación.** Para el desarrollo de la lixiviación existen varios métodos de recuperación de metales, sin embargo, para la presente investigación se seleccionó la lixiviación por agitación, en consideración de que es el método más utilizado actualmente, y a su vez obtiene altos porcentajes de recuperación.
- **Tiempo de Lixiviación.** De acuerdo con lo encontrado en los referentes bibliográficos, se estimó un tiempo de lixiviación de 7 horas, el cual se llevará a cabo en la pre-experimentación para la determinación de agentes lixiviantes.

---

<sup>194</sup> UDLAP. Teoría de diseño de experimentos. [En línea]. [Revisado 22 Julio del 2018]. Disponible en internet: [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lem/salvador\\_s\\_g/capitulo4.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lem/salvador_s_g/capitulo4.pdf)

- **Velocidad de agitación:** Se definió una velocidad de agitación de 750 rpm, de acuerdo con los referentes bibliográficos consultados anteriormente, teniendo en cuenta la ya mencionada relación del gasto energético y la recuperación de estaño.
- **Agente oxidante.** Se selecciona como agente oxidante el peróxido de hidrogeno ( $H_2O_2$ ), de acuerdo con los referentes bibliográficos consultados, teniendo en cuenta el costo y de la disponibilidad del mismo.
- **Concentración del agente lixiviante.** Teniendo en cuenta que el agente lixiviante efectúa la extracción del metal, es importante elegir adecuadamente el agente, toda vez que dependiendo del tipo de agente lixiviante se efectuará la disolución selectiva del estaño (Sn), con lo cual para el presente proyecto se hará uso de agentes lixiviantes ácidos, con una concentración 1M, lo anterior basado en las investigaciones anteriormente mencionadas.

De acuerdo con lo anterior, en la Tabla 9 se establecen los parámetros de operación para el proceso de lixiviación en una sola etapa.

Tabla 9. Parámetros de operación

<b>Parámetro</b>	<b>Condición</b>
Método de lixiviación	Agitación
Tiempo de lixiviación	420 min
Velocidad de agitación	750 rpm
Agente oxidante	$H_2O_2$
Concentración de agente lixiviante	1 M

Fuente: Elaboración propia.

**3.1.3 Diseño experimental de lixiviación.** El diseño experimental consiste en evaluar e identificar los parámetros y condiciones de entrada y salida del proceso, para ello se realiza una serie de pruebas experimentales variando las condiciones de entrada, con el fin tanto de recopilar el comportamiento de cada una de las variables modificadas, como de determinar la variabilidad de las mismas, y así poder establecer las variables óptimas del proceso<sup>195</sup>.

Para desarrollar la experimentación, se evalúa el efecto de cada una de las variables determinadas del proceso de lixiviación para la recuperación de estaño, contenido en un residuo galvánico, inicialmente se planteó una serie de diseños

<sup>195</sup> MINITAB, Diseño de un experimento, 2015, [en línea].[Revisado el 20 de mayo del 2018] Disponible en internet: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/getting-started/designing-an-experiment/>

experimentales, los cuales consistieron en ir seleccionando las variables de entrada anteriormente mencionadas (agente lixivante, concentración del agente oxidante y temperatura) y dejando fijo otras (concentración del mineral, agitación, concentración de agente lixivante), con el objetivo de obtener la mayor recuperación del ion metálico.

A continuación, se hará una breve descripción de cada variable modificada:

- Los agentes lixiviantes ácidos a evaluar para la recuperación de estaño son: ácido clorhídrico (HCl), ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), cada uno de ellos a una concentración de 1 M; los criterios de selección de estos fueron: la disponibilidad en el laboratorio (tenida en cuenta en la Cuadro 4), el costo y la sal formada durante el proceso.
- El uso del agente oxidante se realizó para determinar si aumenta o no el grado de extracción del metal de interés, para ello se seleccionó el peróxido de hidrogeno como agente oxidante, teniendo en cuenta la disponibilidad en el laboratorio y su costo; se evaluará a tres diferentes concentraciones, 2%, 3% y 5% (P/V).
- La variación de temperatura favorece la velocidad de lixiviación, obteniendo porcentajes de recuperaciones altas en menores tiempos. Esta variable se evaluó a 40°C, 60°C y 80°C

De acuerdo con lo anterior, en la Tabla 10 se muestra el diseño experimental para el proceso de lixiviación que se realizó en una sola etapa.

Tabla 10. Diseño de experimentos del proceso de lixiviación

Factores	Agentes lixiviantes (1M)			Agente Oxidante (P/V)			Temperatura (°C)		
	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	2%	3%	5%	40	60	80
<b>Niveles</b>									

Fuente: Elaboración propia.

### 3.2 PROCESO DE ELECTRÓLISIS

Para llevar a cabo el proceso de electrólisis es necesario tener en cuenta las variables de operación del proceso que puedan tener un efecto a favor o en contra del rendimiento de la celda y de la electrodeposición del ion metálico de interés, entre las más analizadas se encontraron: densidad de la corriente, temperatura, agitación, pH, agentes de adición, electrodos, tiempo, distancia entre electrodos y relación de área superficial; a continuación, se realizó una breve descripción de cada una de dichas variables junto con el análisis correspondiente al Anexo 8, donde se muestra una tabla comparativa de las variables analizadas por diversos

referentes bibliográficos con relación a la electrólisis de residuos que contienen metales pesados, destacando aquellos que se enfocan en la recuperación de estaño

### **3.2.1 Variables determinantes en el proceso.**

**3.2.1.1** Electroodos. Los electroodos corresponden a una variable crítica durante el proceso de electrólisis, puesto que puede verse afectado el comportamiento del proceso debido al material de los electroodos, la selección de estos debe garantizar que se lleve a cabo las reacciones oxido-reducción para obtener el ion metálico y a su vez minimizar la formación de reacciones secundarias. Igualmente, el material de los electroodos debe poseer una alta conductividad eléctrica, un alto grado de estabilidad frente al electrolito sin ver afectado las propiedades fisicoquímicas y mecánicas, su bajo costo, entre otros.

Algunos autores como Yang,<sup>196</sup> y Stefanowics<sup>197</sup> han estudiado la recuperación de estaño por medio de celdas electrolíticas, el primero usa ánodos y cátodos de acero inoxidable mientras el segundo usa ánodos de grafito y cátodos de acero puro; ambos autores obtuvieron recuperaciones por encima de 74% de estaño.

Sin embargo, Huang<sup>198</sup> cuyo proyecto para la recuperación de cobre utiliza como ánodo hierro y cátodo del mismo material a recuperar, obtiene recuperaciones superiores al 97%.

**3.2.1.2** Concentración de la solución. Se ha determinado que al emplear soluciones con concentraciones altas se obtienen una mayor densidad de corriente, además, favorece la eficiencia del proceso, sin embargo, el costo energético es bastante alto. Algunos autores consultados evalúan la concentración de la solución, con el fin, de realizar una comparación entre altas y bajas concentraciones, entre los que se destaca Huang<sup>199</sup>, cuyo proyecto evalúa el porcentaje de remoción del ion metálico (Estaño) en función de la concentración de la solución obteniendo (Gráfica 13), mayores recuperaciones con altas concentraciones, por lo tanto la recuperación directamente proporcional a la concentración.

---

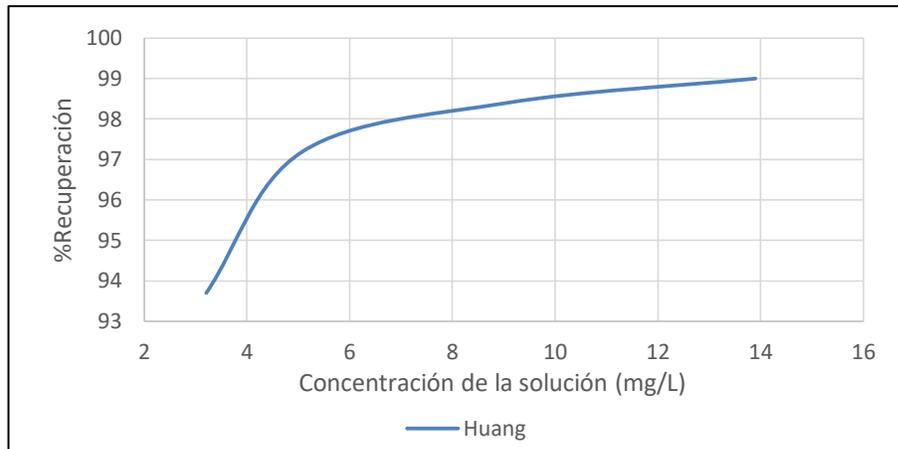
<sup>196</sup> YANG, Tianzu. Reoveery of tin metal powders of waste pronted ircuit boards. ElSevier. En: China, 2017. p.7

<sup>197</sup> STEFANOWICZ, Tadeusz. Tin recovery from an electroplating sludge.Elseier Science Publishers B.V. En: Polonia, 1991. p. 65

<sup>198</sup> HUANG, Ju-Sheng. Recovery of heavy metal fro scrap metal pickling wastewater by electrolysis. Pergamon, 1993.p.227

<sup>199</sup> Ibid., p. 3

Gráfica 13. Efecto de la concentración de la solución sobre el porcentaje de recuperación del metal de interés



Fuente: HUANG, Ju-Sheng. Recovery of heavy metal from scrap metal pickling wastewater by electrolysis. Pergamon, 1993.p.227. Modificado por los autores

**3.2.1.3** Relación de Área superficial. El área superficial de los electrodos es donde se llevan a cabo las reacciones de óxido- reducción, por lo tanto entre mayor sea su tamaño, mayor es la electrodeposición de los iones metálicos.<sup>200</sup> De acuerdo con estudios realizados por Stefanowics<sup>201</sup> cuyo proyecto para la recuperación de estaño, utiliza como ánodo el grafito y cátodo acero, la relación del área superficial entre estos electrodos es 2:1, donde la recuperación del ion metálico fue del 88%, sin embargo y Yang<sup>202</sup> cuyo proyecto para la recuperación estaño, la relación de área superficial entre electrodos es 1:1, obteniendo una recuperación del 99,8%.

<sup>200</sup> HERNÁNDEZ, Andres, TAFUR, Javier. Obtención de un agente desinfectante a partir de la electrolisis de cloruro de sodio para el tratamiento de agua potable. Bogotá, 2017.p.59

<sup>201</sup> STEFANOWICZ. Op.,cit. p.35

<sup>202</sup> YANG, Tianzu. Reoveery of tin metal powders of waste pronted ircuit boards. ElSevier. En: China, 2017. p.7

**3.2.1.4** Distancia entre electrodos. La distancia entre electrodos es función del tiempo que dura el proceso de electrodeposición, es decir, entre mayor sea la distancia entre electrodos mayor será el gradiente de potencial eléctrico<sup>203</sup>, de igual manera, a menor distancia entre electrodos existe una menor resistencia que facilita el proceso electroquímico.<sup>204</sup> Estudios realizados por Tapia<sup>205</sup> cuyo proyecto para la recuperación de cobre, utiliza una distancia entre electrodos de 3.7 cm, obteniendo una recuperación del 88%, sin embargo un estudio realizado por Gil<sup>206</sup> para la recuperación de plata utiliza una distancia entre electrodos de 15 cm obteniendo un recuperación del 77%.

**3.2.1.5** Temperatura. El aumento de la temperatura afecta muchos factores del proceso de deposición como la velocidad de deposición, solubilidad de las sales en el electrolito, la conductividad del electrolito, la eficiencia de la corriente y reduce el voltaje de la misma, obteniendo concentraciones del ion más altas a partir de estos, sin embargo, realizar la electrólisis a temperaturas superiores a 70°C es un proceso complicado, por lo tanto se recomienda efectuar el proceso con un rango 15 a 65°C.<sup>207</sup>

**3.2.1.6** pH. El pH del electrolito influye relevantemente en la naturaleza de la electrodeposición y en el rendimiento de la corriente principalmente debido a que este es el que contiene el ion metálico. De igual manera, en los proceso electrolíticos para la obtención de metales, a medida que se va agotando el ion metálico el pH aumenta<sup>208</sup>. Adicionalmente, se conoce que a pH bajos, se favorece a la producción de OH<sup>-</sup> y H<sup>+</sup>, y que al disminuir el pH, aumenta la conductividad eléctrica del electrolito<sup>209</sup>.

Un estudio realizado por Huang<sup>210</sup>, para la recuperación de cobre, evalúa el efecto del pH sobre la pureza del metal depositado, a continuación, en la Gráfica 14 se muestran los resultados obtenidos para este estudio.

---

<sup>203</sup> MURILLO, Rivera. Diseño y construcción de un prototipo para evaluar y caracterizar la electroremediación de suelos contaminados con hidrocarburos. Universidad Autónoma Metropolitana. En: México, 2006.

<sup>204</sup> NIÑO, G. E. A., Barrera, C. A. C. La electrocoagulación como un tratamiento eficiente para la remoción de metales pesados presentes en aguas residuales. Revista Facultad de Ciencias Básicas [En línea], [Revisado 7 de junio 2018], Disponible en internet: de <http://revistas.unimilitar.edu.co/index.php/rfcb/article/view/389>

<sup>205</sup> TAPIA, Op.,cit. p.12

<sup>206</sup> GIL. Op.,cit. p.45

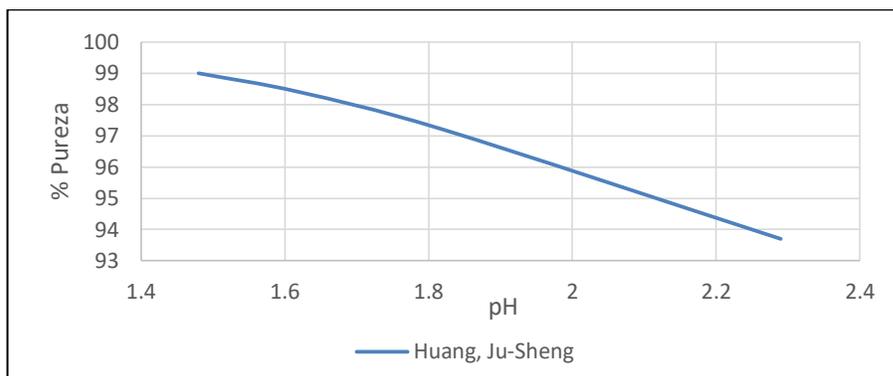
<sup>207</sup> GIL. Op.,cit. p.35

<sup>208</sup> PÉREZ MACIAS, Jhon Henry. Obtención de polvos de cinc por vía electrolítica. Universidad del valle. En: Colombia, 2011. p.29

<sup>209</sup> JUANG, Ruey-Shin; WANG, Shioh-Wen. Electrolytic recovery of binary metals and EDTA from strong complexed solutions. *Water Research*, 2000, vol. 34, no 12, p. 2

<sup>210</sup> HUANG, Op.,cit. p.225

Gráfica 14. Efecto del pH sobre la pureza del metal depositado.



Fuente: HUANG, Ju-Sheng. Recovery of heavy metal from scrap metal pickling wastewater by electrolysis. Pergamon, 1993. Modificado por los autores

**3.2.1.7** Tiempo. El tiempo se puede considerar como una variable independiente del proceso de electrólisis, generalmente, se recomienda estudiar el comportamiento de la electrodeposición del ion metálico en función del tiempo bajo determinadas condiciones de operación, estudios previos reportan tratamientos electroquímicos con una gran variedad de tiempos que oscilan entre horas o meses.<sup>211</sup>

**3.2.1.8** Agitación. La agitación es una variable que afecta la cinética del proceso, y del mismo modo, aumenta la velocidad de formación del metal (Cátodo), ayuda a mantener la solución homogénea evitando la sedimentación de las partículas, previene la formación de burbujas gaseosas, permite utilizar una densidad de corriente más alta, con el fin de mejorar la difusión de los iones metálicos; sin embargo, cuando se tiene una agitación alta, puede presentarse el desprendimiento de partículas contenidas en el ánodo afectando el proceso, por ende se recomiendan velocidades de agitación bajas, con el fin de favorecer la descomposición únicamente del ion de interés<sup>212</sup>.

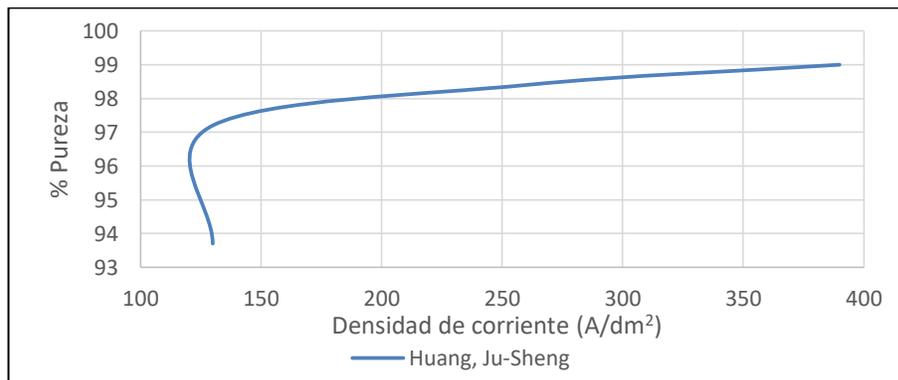
<sup>211</sup> PEREZ ZUÑIGA, Op.,cit. p. 41

<sup>212</sup> GIL. Op.,cit. p.35

**3.2.1.9** Densidad de corriente. La densidad de la corriente es uno de los factores más influyentes para la obtención de iones metálicos. Al aumentar la densidad de corriente, aumenta la velocidad de electrodeposición, además, para obtener una deposición uniforme del ion metálico es necesario que la densidad sea constante, sin embargo, cuando la densidad de corriente es muy alta, puede llegar a ocasionar quemaduras en los bordes de las piezas y las partes salientes de los electrodos.

Varios autores han realizado estudios sobre el efecto que tiene la densidad de la corriente sobre la pureza del ion depositado, entre los que se destaca Huang,<sup>213</sup> dicho estudio determinó que el voltaje es directamente proporcional al porcentaje de recuperación del ion metálico, como se puede observar en la Gráfica 15.

Gráfica 15. Efecto de la densidad de corriente en la pureza del metal depositado



Fuente: HUANG, Ju-Sheng. Recovery of heavy metal from scrap metal pickling wastewater by electrolysis. Pergamon,1993.p.,227. Modificado por los autores.

**3.2.2 Selección de variables y parámetros de operación.** Teniendo cada una de las variables involucradas en el proceso de electrólisis para la recuperación del metal de interés, se realizó una clasificación de las variables de operación o dependientes y parámetros de operación de acuerdo a la revisión bibliográfica mencionada en la sección 3.2.1, con el fin de realizar una comparación del efecto que tiene cada de las variables sobre el objetivo del proyecto, el cual es obtener un alto grado de recuperación del metal de interés.

<sup>213</sup> HUANG, Op.,cit. p.225

**3.2.2.1** Variables de operación. A partir de lo mencionado en la sección 3.2.1 se determinó como variable de operación la configuración de electrodos en el proceso, a continuación, se explica el por qué se seleccionó esta variable como controlada:

- **Electrodos.** Las dimensiones de los electrodos fueron seleccionados a partir de la celda disponible en el grupo de investigación, se fabricó teniendo en cuenta una relación de área superficial 1:1 para el primer ensayo y 1:2 para el segundo, en la sección 3.2.3 se realizó la selección de los materiales a evaluar como electrodos diferenciando entre ánodos y cátodos.

**3.2.2.2** Variables dependientes.

- **Tiempo.** De acuerdo con los referentes bibliográficos, se estableció tomar el peso del cátodo cada 30 minutos hasta obtener peso constante, es decir, los ensayos se realizaron durante el tiempo necesario para que la deposición de metal en el cátodo sea nula.
- **Temperatura.** El proceso de electrólisis se llevó a cabo a temperatura ambiente, basado en las investigaciones anteriormente mencionadas, sin embargo, ellos también indican que la reacción tiende a ser exotérmica, por esta razón, se monitoreo la temperatura cada 30 min.
- **Potencial eléctrico.** Para determinar el valor mínimo del potencial externo o potencial aplicado con el que se debe llevar a cabo el proceso de electrodeposición en una celda electrolítica se hizo uso de la siguiente ecuación:

Ecuación 12. Potencial externo de celda

$$E_{celda}^{\circ} = E_{red}^{\circ} (cátodo) - E_{red}^{\circ} (ánodo)$$

Fuente: BROWN. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

El electrolito resultante del proceso de lixiviación es el que define los valores para el cálculo del potencial aplicado, sin embargo, es importante aclarar en este punto que la fuente de potencia con la que cuenta el grupo de investigación no permite el control del potencial aplicado, por esta razón, y al depender del electrolito, el voltaje se monitoreó cada 30 min durante el tiempo que transcurrió en cada ensayo.

- **pH.** El pH es determinante en el proceso de electrólisis, debido a que a menor pH se favorece la conductividad eléctrica del electrolito, sin embargo, la

investigación realizada por Ali<sup>214</sup> para la electrodeposición de estaño, indica que un valor de pH entre 3.7 y 6.0 resulta en la formación de un complejo altamente estable, adicionalmente, a medida que la solución pierde iones metálicos se aumenta el pH de esta, por ende, se decidió comenzar cada ensayo con un pH de 3.7 y se monitoreó dicha variable evitando alcanzar pH básicos por medio de la adición de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### 3.2.2.3 Parámetros de operación

- **Distancia entre electrodos.** Se seleccionó una distancia entre los electrodos de 1.5 cm, con el fin, de facilitar el proceso electroquímico, de acuerdo con los diferentes referentes bibliográficos.
- **Volumen del electrolito.** La celda tiene la capacidad de almacenar hasta 0.25 L, sin embargo, considerando que el electrolito es obtenido por medio de lixiviación no se cuenta con la cantidad suficiente para llenar la celda, por tanto, se determinó que la cantidad mínima a suministrar a la celda debe ser ligeramente mayor a la mitad de la capacidad máxima de está estableciéndose un valor de 0.17 L a utilizar para realizar la electrodeposición.
- **Densidad de corriente.** Se determinó la densidad de corriente a partir de los referentes bibliográficos para la electrodeposición de Estaño, se tomó un valor medio entre estos autores estableciendo una densidad de corriente de 200 A/m<sup>2</sup>.
- **Intensidad de corriente.** Se calculó la intensidad de corriente teniendo en cuenta la densidad de corriente anteriormente establecida y el área transversal de la celda electrolítica, de esta manera, se determinó que la intensidad de la corriente a suministrar a la celda debe ser de 1.47 A.
- **Agitación.** Según los referentes bibliográficos anteriormente mencionados, se seleccionó una velocidad de 300 rpm, puesto que favorece la descomposición del ion metálico.

De acuerdo con lo anterior, se estableció los parámetros de operación para el proceso de electrodeposición que me muestran en la Tabla 11.

---

<sup>214</sup> ALI, Nour Mohammad-Sadik; AMANIAMPONG, Prince Nana; KARAM, Ayman. Determination of optimal conditions for electrodeposition of Tin (II) in the presence of Alizarin Red S. *Heliyon*, 2016, vol. 2, no 12, p. 1.

Tabla 11. Parámetros de operación para el proceso de electrólisis

Parámetro	Condición
Distancia entre electrodos	1.5 cm
Volumen del electrolito	0.17 L
Densidad de corriente	200 A/m <sup>2</sup>
Intensidad de corriente	1.47 A
Agitación	300 rpm

Fuente:Elaboración propia.

**3.2.3 Diseño experimental proceso de electrólisis.** Para desarrollar la experimentación, inicialmente se planteó un diseño factorial experimental de 2<sup>1</sup>, el cual consistió en realizar una serie de ensayos variando los electrodos y dejando fijo otras (distancia entre electrodos, volumen del electrolito, densidad de corriente y agitación), de la misma manera, se mantuvo controlada otras variables (pH, temperatura, potencial eléctrico y tiempo). El criterio para finalizar el proceso electrólisis dependerá hasta obtener un peso constante del cátodo.

A continuación, se hará una breve descripción de cada variable modificada:

- Los ánodos evaluados para la electrodeposición de estaño son: Acero inoxidable y Grafito, los criterios de selección de estos fueron: la disponibilidad considerando que el grupo de investigación posee electrodos de ambos materiales.
- Se estableció evaluar el uso de un cátodo de mismo material del ion metálico, esto con el fin de formar un lingote de estaño y así evitar procesos de separación (como la pirometalurgia) que puedan causar afectaciones al medio ambiente, adicionalmente, con el fin de evaluar el cátodo usado en las investigaciones para la recuperación de estaño realizadas por Yang<sup>215</sup> y Stefanowics<sup>216</sup>, se seleccionó evaluar un cátodo de acero inoxidable.

<sup>215</sup> YANG, Op.,cit. p.7

<sup>216</sup> STEFANOWICZ. Op.,cit. p.35

## 4. OBTENCIÓN DEL METAL

En el presente capítulo se llevaron a cabo los diseños experimentales para los procesos de lixiviación y electrólisis lo cuales fueron mencionados en capítulo 3, con el fin, de obtener la mayor recuperación del metal de interés, posteriormente, teniendo en cuenta los resultados obtenidos por los dos procesos para la obtención del metal, finalmente, se evaluó la eficiencia del proceso de electrodeposición y la pureza obtenida en el electrodo llamado cátodo, por medio de las técnicas de Fluorescencia de rayos X (FRX) y Difracción de rayos X (DRX).

### 4.1 ANÁLISIS REOLÓGICO DEL FLUIDO

Se determinó el comportamiento reológico del fluido realizando ensayos de viscosidad a diferentes diluciones basándose en el método rotacional y se determinó la velocidad de sedimentación de acuerdo al método Coe y Clevenger para cada una de estas, el protocolo para la determinación de las características reológicas del fluido se muestra en el Anexo 9; estos procesos se realizaron con el fin de seleccionar la proporción solido/líquido a utilizar en el proceso de lixiviación de tal manera que favorezca la separación de las dos fases del fluido.

Para realizar los ensayos de viscosidad y velocidad de sedimentación se tomaron soluciones con un porcentaje del 37.15, 32, 27, 22, 16 y 10% de sólidos, donde el primer porcentaje corresponde a la concentración inicial del lodo, tanto el balance de materia, como los cálculos realizados para determinar la cantidad de agua a suministrar al residuo y de esta manera disminuir su contenido de sólidos, se encuentran en el Anexo 10, de igual manera, para el proceso de determinación de viscosidad, la selección de husillo se realizó de acuerdo con lo establecido por Aguirre<sup>217</sup>, quien en su investigación acerca de Reología de barros y lodos indica que estos poseen una viscosidad entre 0.030 y 0.040 Pa.s, seleccionándose de esta manera el husillo L1 como el que se ajusta adecuadamente al tipo de fluido de acuerdo con la tabla que se muestra en el Anexo 9.

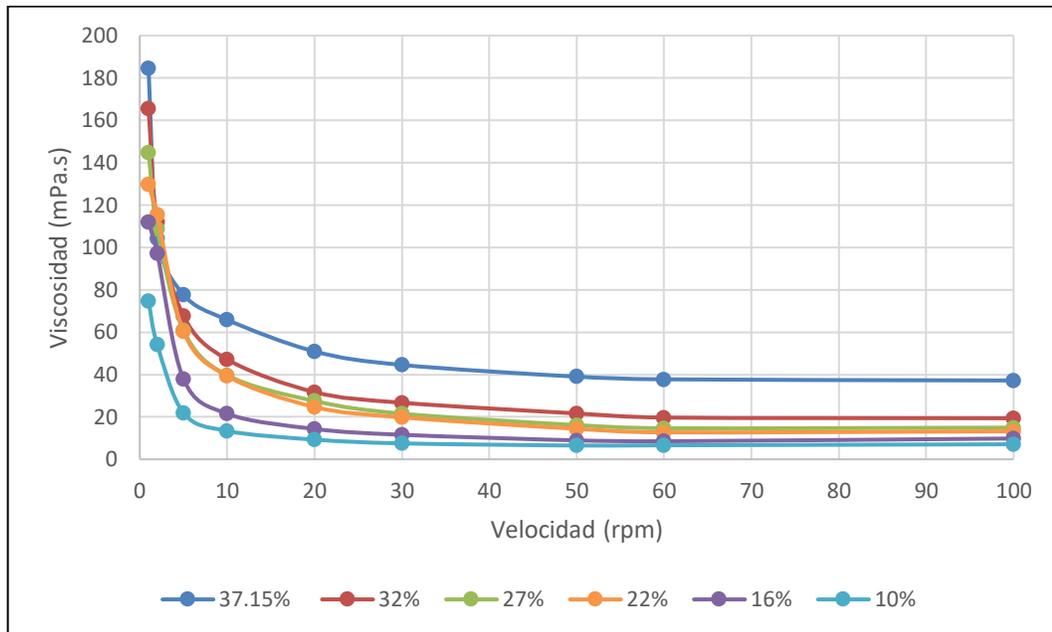
En la Gráfica 16 se muestran los resultados obtenidos para la viscosidad basado en el método rotacional, en función de la velocidad de agitación (o velocidad cortante) para cada una de las diluciones, se puede observar que la viscosidad del lodo es directamente proporcional al porcentaje de sólidos contenidos en el residuo, de igual manera también se determina que el fluido se encuentra dentro de los fluidos No-newtonianos, más específicamente dentro de los fluidos de tipo pseudoplástico pues su viscosidad disminuye al aumentar la velocidad cortante, esto se encuentra en conformidad con la teoría para este tipo de fluidos, la cual, indica que los fluidos pseudoplásticos son aquellos que normalmente están formados por varias fases,

---

<sup>217</sup> AGUIRRE-PE, Julián. *et al.* Reología y mecánica de barros y lodos. En: Revista iberoamericana de ingeniería mecánica. Venezuela, 2005., p. 43

siendo al menos una de ellas un fluido simple, y la otra, generalmente, una dispersión de partículas sólidas.<sup>218</sup>

Gráfica 16. Determinación tipo de fluido a partir de la viscosidad.



Fuente: Elaboración propia.

Gasos<sup>219</sup> y Romero<sup>220</sup> determinan la velocidad de sedimentación de lodos a partir del método de Coe y Clevenger, el cual consiste en depositar cierta cantidad de lodo en una probeta de 100 mL y tomar las alturas del lodo sedimentado cada determinado tiempo, luego se procede a graficar la variación de la altura en función del tiempo, con el fin de obtener la pendiente, correspondiente a la velocidad de sedimentación.

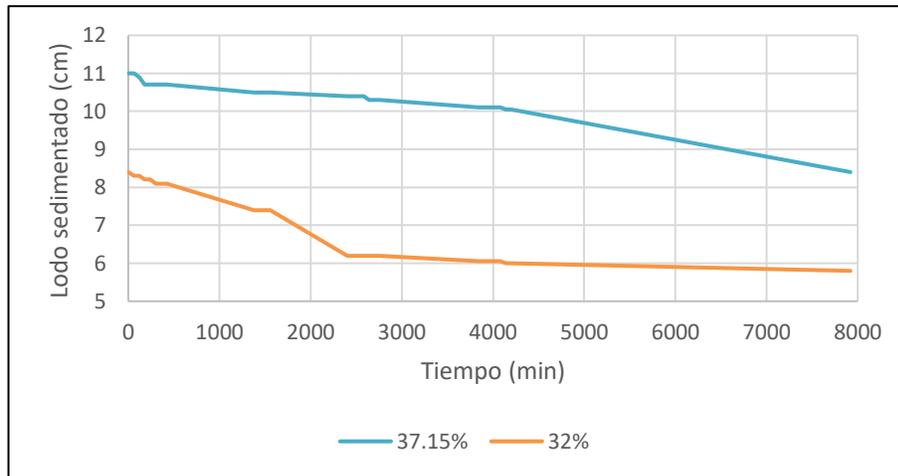
Para el caso de la presente investigación se realizaron las suspensiones para concentraciones de 37.15, 32, 27, 22, 16, 10% de sólidos en agua, para cada una de estas fue necesario realizar las Gráficas 17 y 18 por separado puesto que la sedimentación de los lodos con 37.15 y 32% sólidos tomaron 6420 min adicionales en comparación a los lodos con porcentajes de sólidos inferiores.

<sup>218</sup> JESUS ARIZA, María. Comportamiento reológico de fluidos complejos. España, 2012.

<sup>219</sup> GASOS, P.; PEREZ, C.; JODRA, L. G. Op.,cit., p.8

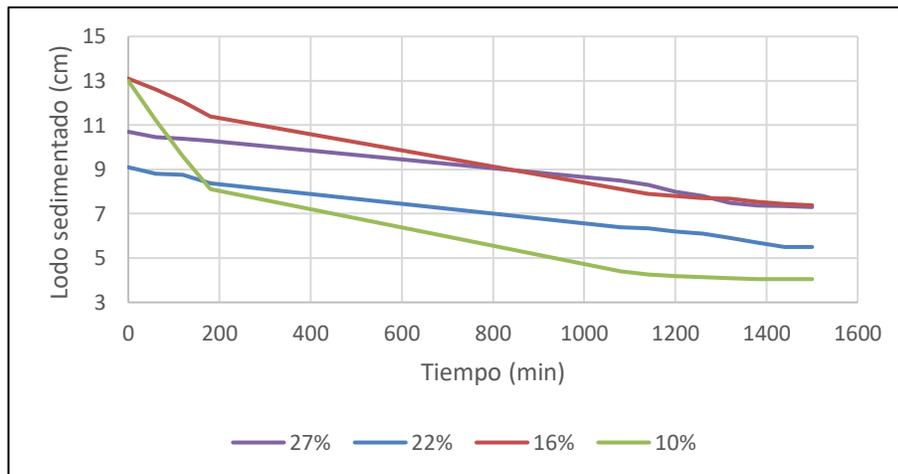
<sup>220</sup> ROMERO ROJAS, Jairo Alberto. Tratamiento de aguas residuales, teoría y principios de diseño. En: Escuela Colombiana de ingeniería, Colombia, 2008., p. 17-23.

Gráfica 17. Velocidad de sedimentación para las concentraciones de 37.15 y 32%



Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 18. Velocidad de sedimentación para las concentraciones de 27, 22, 16 y 10%



Fuente: Elaboración propia.

En la Tabla 12 se muestran las velocidades de sedimentación para cada una de las diferentes concentraciones de sólidos calculadas a partir de la ecuación 3, se puede observar que la velocidad de sedimentación del lodo es inversamente proporcional al porcentaje de sólidos contenidos en el residuo, es decir entre mayor sea el porcentaje de sólidos menor será la velocidad de sedimentación.

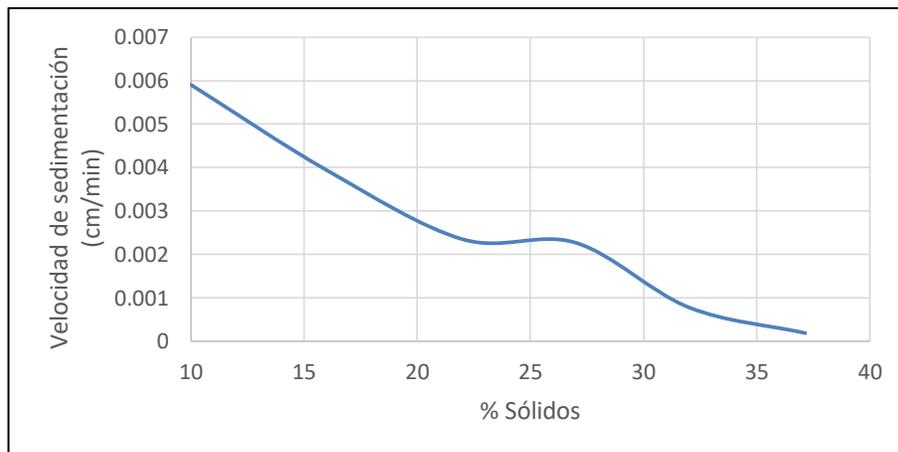
Tabla 12. Velocidad de sedimentación a diferentes diluciones en agua

<b>%Sólidos en solución</b>	<b>Velocidad de sedimentación (cm/min)</b>
37.15	0.000187
32	0.000780
27	0.00227
22	0.00235
16	0.00394
10	0.00591

Fuente: Elaboración propia.

Con el fin de observar más claramente los resultados mencionados anteriormente se realizó la Gráfica 19, en ella se puede observar que la variación en la velocidad de sedimentación obtenida para las concentraciones de sólidos del 22% y 27% es bastante similar, esto se puede deber a que para estas concentraciones de sólidos las partículas pueden ser consideradas uniformes y adicionalmente, es importante tener en cuenta que en cuanto menor sea la concentración del sólido mayor será el gasto del agente lixiviante, de esta manera, se estableció que la dilución al 27% posee una buena velocidad de sedimentación y puede ser apropiada como como proporción sólido/líquido en el proceso de lixiviación.

Gráfica 19. Comparación velocidades de sedimentación



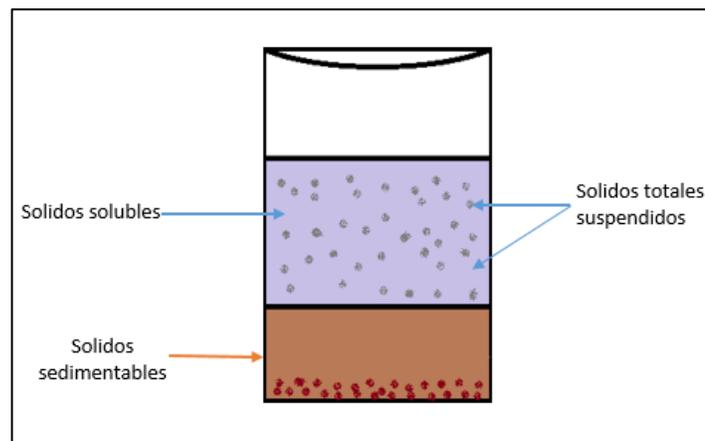
Fuente: Elaboración propia.

De igual manera como se indica en el Anexo 9 se deben cuantificar los sólidos solubles y los sólidos totales, con ayuda de un balance de materia de las dos fases resultantes del proceso de sedimentación, para el clarificado se determinó tanto

sólidos solubles como sólidos totales y en el caso de lodo de sedimentación se determinaron los sólidos totales contenidos en este.

Conocer los sólidos solubles es el objetivo principal de este proceso pues este valor se correlaciona con la cantidad de metal que logra transferirse a la fase líquida, sin embargo, resulta adecuado conocer los sólidos totales para cada una de las fases puesto que estos corresponden a compuestos que pueden generar interferencias en el proceso de lixiviación, para ello se basó en el método de secado,<sup>221</sup> de acuerdo con lo anterior, en la Figura 13 se evidencia los tres tipos de sólidos que se encuentran en la dispersión, donde los sólidos solubles son aquellas partículas que se solubilizaron en el medio acuoso, los sólidos totales disueltos son la combinación de los sólidos solubles más los sólidos suspendidos contenidos en el clarificado y por último se encuentran los sólidos totales sedimentables que son aquellas partículas que son sedimentadas por acción de la gravedad.

Figura 13. Tipos de sólidos.



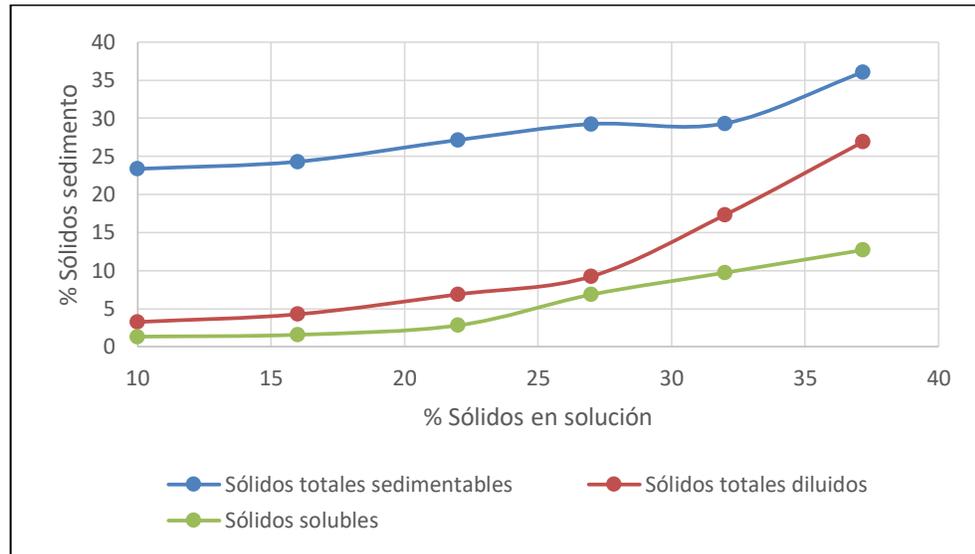
Fuente: Elaboración propia.

En la Gráfica 20 se muestran los resultados obtenidos para los sólidos totales disueltos y los sólidos solubles contenidos en el clarificado junto con los sólidos totales sedimentados llevados a cabo por el método de secado; se puede observar que para la dilución correspondiente al 27% de sólidos inicia la tendencia al aumento de sólidos solubles mientras para los sólidos totales diluidos corresponde al último valor antes del cambio de pendiente de los mismos, no obstante, los sólidos totales sedimentables guardan una relación directa con el porcentaje de sólidos en solución, por ésta razón su tendencia es al alza de acuerdo con el porcentaje de sólidos en solución; de igual manera, se observa que la velocidad de sedimentación

<sup>221</sup> AMAZON. Determinación de sólidos, Introducción. [En línea]. [Revisado 22 de Julio del 2018]. Disponible en internet: [ecaths1.s3.amazonaws.com/.../1017119782.determinacion3b3n-de-solidos.pdf](http://ecaths1.s3.amazonaws.com/.../1017119782.determinacion3b3n-de-solidos.pdf)

es lenta para concentraciones superiores al 27%, esto lo hace adecuado como relación sólido/líquido para el proceso de lixiviación.

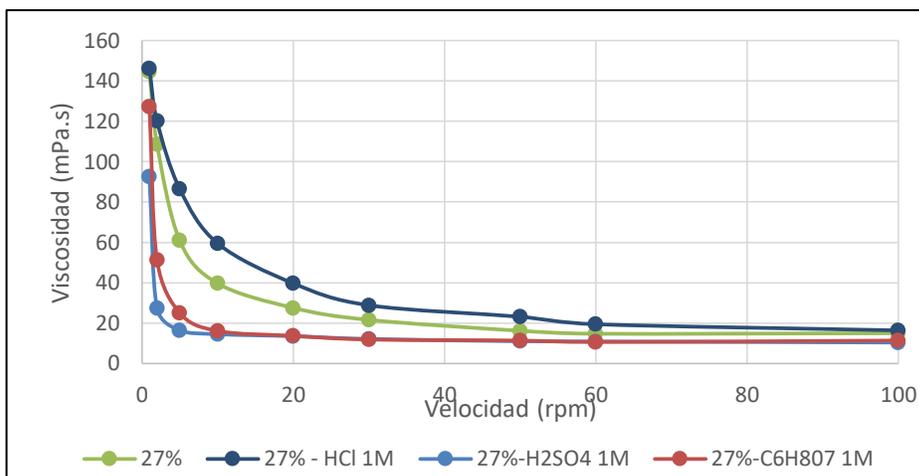
Gráfica 20. Sólidos contenidos en las fases resultantes de la sedimentación para diferentes diluciones



Fuente: Elaboración propia.

Igualmente se procedió a evaluar las viscosidades del fluido con los tres ácidos seleccionados como agentes lixiviantes para llevar a cabo el diseño de experimentos que se encuentra en la Tabla 10, los ácidos seleccionados fueron HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> y los cálculos del balance de materia para la disminución del porcentaje de sólidos se muestra en el Anexo 11, los resultados obtenidos se muestran a continuación en la Gráfica 21.

Gráfica 21. Determinación tipo de fluido a partir de la viscosidad con diferentes ácidos

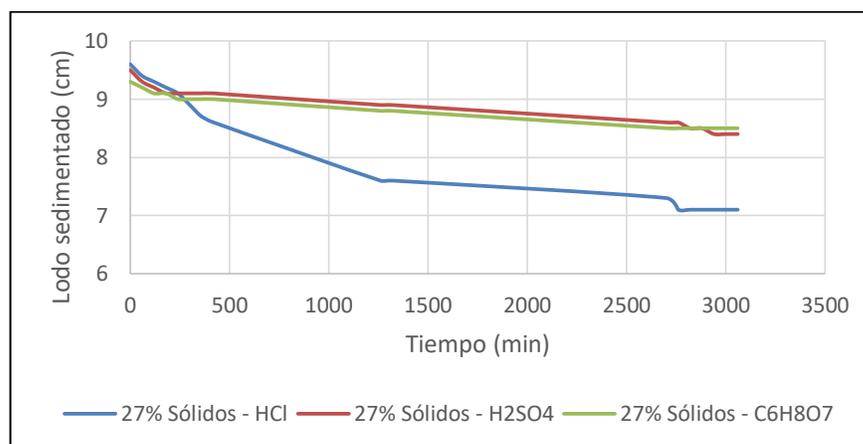


Fuente: Elaboración propia.

Se puede observar que, para los tres ácidos analizados, la tendencia de un fluido no newtoniano del tipo pseudoplástico se mantiene, sin embargo, las viscosidades para el caso del ácido clorhídrico (HCl), son mayores en comparación con las obtenidas para la dilución con agua al 27% de sólidos lo que podría dificultar la agitación en el proceso de lixiviación, y disminuyen para el ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y el ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>8</sub>).

De manera similar al proceso realizado con agua, en la Gráfica 22, se muestran las velocidades de sedimentación para los tres ácidos y en la Tabla 13 las velocidades de sedimentación para cada uno.

Gráfica 22. Velocidad de sedimentación para dilución al 27% con diferentes ácidos



Fuente: Elaboración propia.

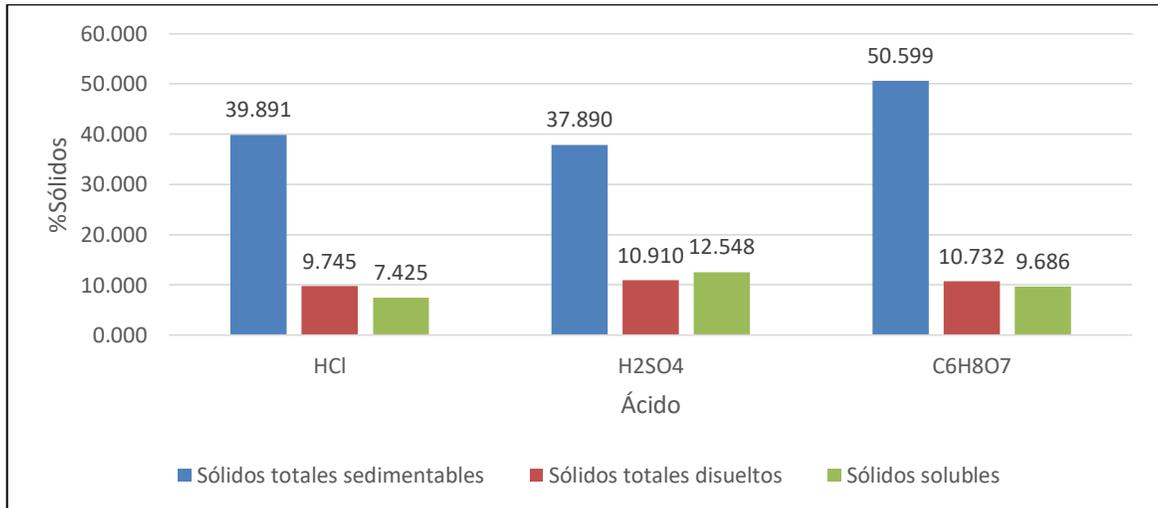
Tabla 13. Velocidad de sedimentación dilución al 27% con diferentes ácidos

Ácido	Velocidad de sedimentación (cm/min)
HCl	0.000805
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.00025
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	0.000237

Fuente: Elaboración propia.

En la Gráfica 23 se muestran los resultados obtenidos para los porcentajes de sólidos contenidos en las fases producto de la sedimentación con tres diferentes ácidos al 27%; en el eje horizontal, 1, 2 y 3 corresponden al Ácido clorhídrico (HCl), Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) Y Ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) respectivamente, se puede observar que el ácido sulfúrico posee cantidad de sólidos solubles más que los otros ácidos con un valor de 12.548% y totales diluidos junto con la menor cantidad de sólidos totales sedimentables, de esta manera se puede intuir que este será el ácido que logre transferir la mayor cantidad de metal a la fase líquida, sin embargo, se debe tener en cuenta que este mismo posee una baja velocidad de sedimentación por lo que la separación de las fases tardaría un tiempo prolongado de no realizarse por medios mecánicos.

Gráfica 23. Porcentaje de sólidos contenidos en las fases resultantes de la sedimentación para diferentes ácidos

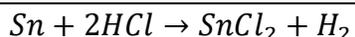


Fuente: Elaboración propia.

## 4.2 PROCESO DE LIXIVIACIÓN

**4.2.1 Selección del agente lixivante.** Se realizó la selección del agente lixivante para el cual se obtiene la mayor recuperación del metal de interés por medio de lixiviación agitada a temperatura ambiente, las condiciones del proceso fueron las seleccionadas anteriormente en el capítulo 3 y como se mencionó en este, los agentes lixiviantes a evaluar fueron: ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), ácido clorhídrico (HCl) y ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) con concentración de 1 M, las Ecuaciones 13, 14 y 15 muestran las reacciones que se presentan para cada uno de estos.

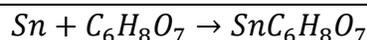
Ecuación 13. Reacción de formación de cloruro de estaño



Ecuación 14. Reacción de formación de sulfato de estaño

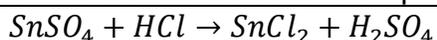


Ecuación 15. Reacción de formación de citrato de estaño

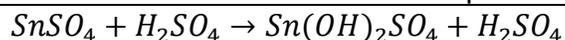


Sin embargo, resulta adecuado conocer las reacciones que pueden ocurrir si los metales contenidos en el lodo residual estuvieran en forma de sulfato como se mencionó en el capítulo 1, a continuación, en las Ecuaciones 16, 17 y 18 se representa las reacciones para cada uno de estos.

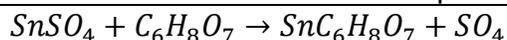
Ecuación 16. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido clorhídrico



Ecuación 17. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido sulfúrico



Ecuación 18. Reacción del sulfato de estaño en presencia de ácido cítrico



Para determinar si las reacciones químicas anteriormente mencionadas se encuentran en equilibrio, se procede a calcular la energía libre de Gibbs en condiciones estándar de temperatura y presión, cual viene dada por la diferencia entre la energía libre de Gibbs estándar de formación de los productos y los

reactivos, esta se calcula con la ecuación 19, obteniendo para cada reacción  $\Delta G_R < 0$ , lo que indica ser reacciones espontaneas.

Ecuación 19. Energía libre de reacción

$$\Delta G^{\circ}_R = \sum \gamma_p \Delta G^{\circ}_f(\text{productos}) - \sum \gamma_r \Delta G^{\circ}_f(\text{reactivos})$$

Fuente: BROWN. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

La descripción completa del procedimiento para realizar la selección del agente lixiviante se encuentra en el Anexo 12; este se realizó durante 420 min en beakers de 250 mL donde se adicionaron 100.5 g de lodo residual, los cálculos necesarios para determinar la cantidad de agente lixiviante a adicionar y de esta manera obtener una mezcla al 27% de sólidos se encuentran en el Anexo 13; la lixiviación se llevó a cabo en planchas de agitación magnética a 750 rpm y temperatura ambiente (22°C), el montaje del proceso de lixiviación se muestra en la Figura 14 y se tomaron alícuotas de 10 mL a los 10 min y posteriormente cada hora para evaluar la cinética de lixiviación.

Figura 14. Montaje de lixiviación por agitación para los tres agentes lixiviantes.



Fuente: Elaboración propia.

La separación de las fases se realizó por medio de centrifugación en una centrifuga marca Hermle modelo Z326K (Figura 15) a 6000 rpm y temperatura de 10 °C durante 30 min; en la Figura 16 se puede observar las muestras obtenidas para el caso del Ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y finalmente, el clarificado de estas se analizó por medio de fluorescencia de rayos X para determinar la concentración de Estaño (Sn) en el lixiviado o producto de lixiviación, en la Figura 17 se puede observar la comparación para los espectros de fluorescencia de rayos X de los tres agentes lixiviantes en el tiempo 420 min, en él se pueden observar los picos de estaño (Sn) para cada agente, como se mencionó anteriormente, la intensidad es directamente proporcional a la cantidad y por tanto se puede concluir que se obtuvo una mayor

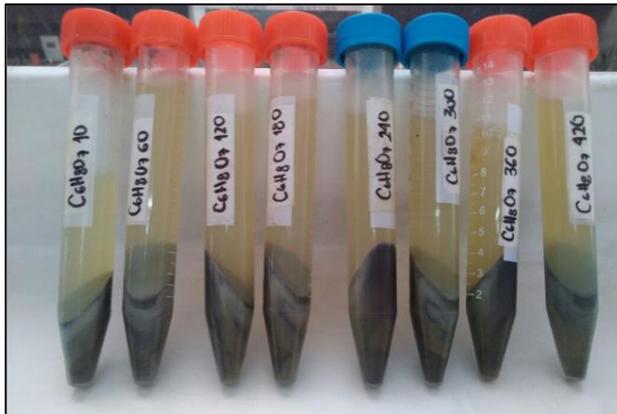
concentración para el ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) de esta manera, se determina que este será el agente lixiviante a utilizar en los próximos ensayos.

Figura 15. Centrifuga



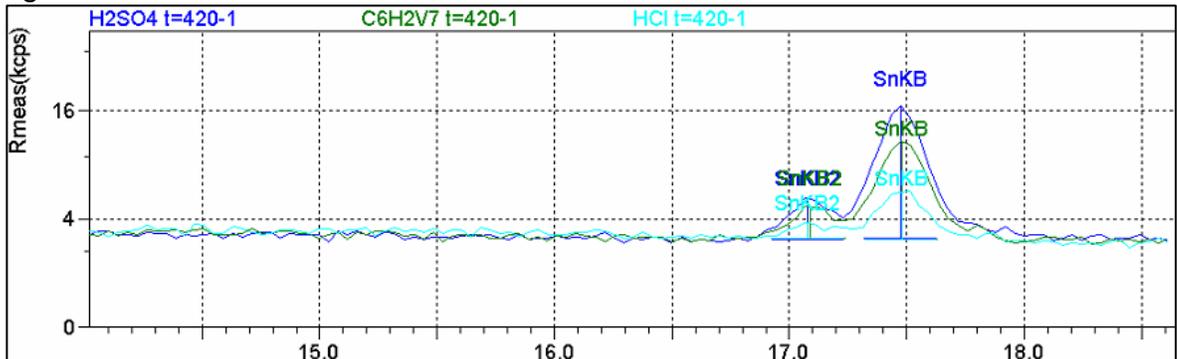
Fuente: Elaboración propia.

Figura 16. Separación de las fases obtenidas para el  $C_6H_8O_7$  por medio de centrifugación



Fuente: Elaboración propia.

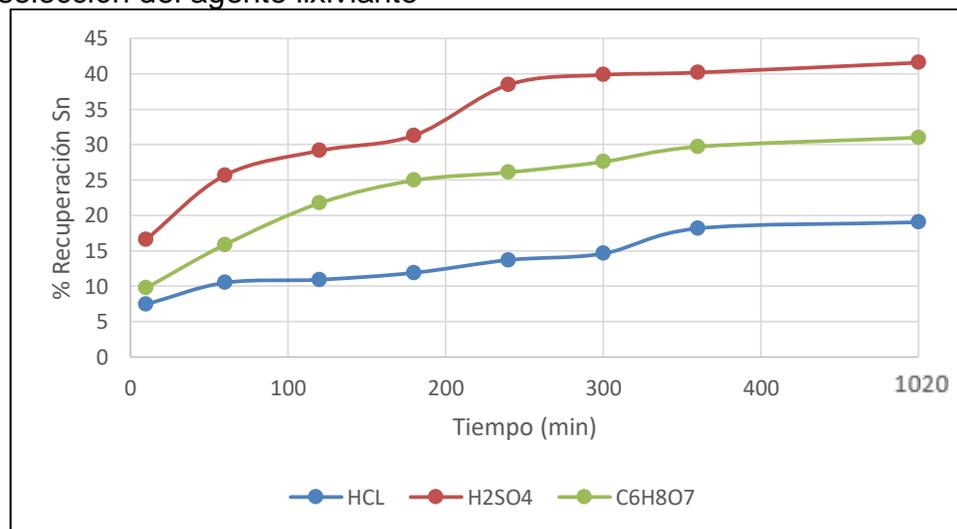
Figura 17. Espectro de fluorescencia de rayos X para la comparación de los tres agentes lixiviantes evaluados



Fuente: Elaboración propia.

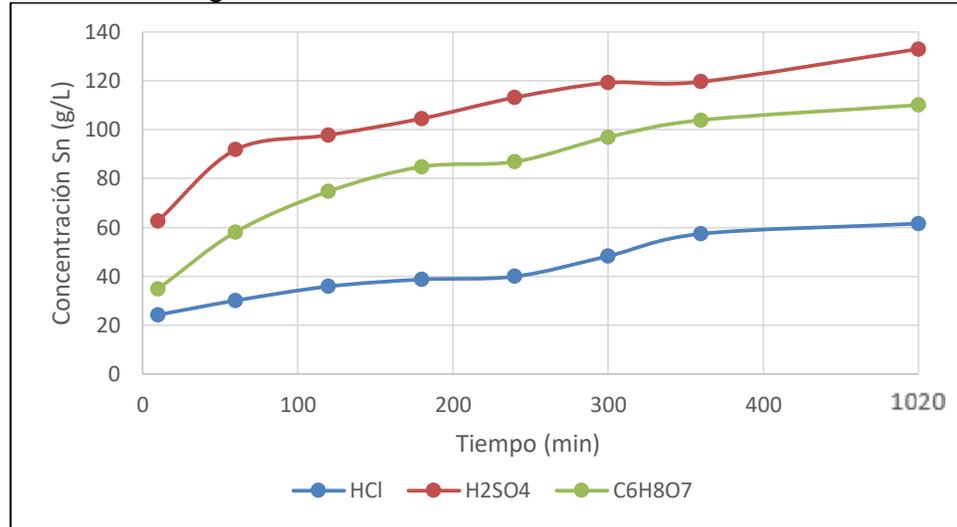
Los reportes de Fluorescencia de rayos X se detallan en los Anexos 14, 15 y 16 para el HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> respectivamente, al estar estos reportados en base seca, se realizó la conversión a base húmeda obteniendo los resultados que se muestran en el Anexo 17 y a continuación, se procedió a realizar el cálculo de los porcentajes de recuperación como se muestra en el Anexo 18, en la Gráfica 24 se muestra la comparación de los porcentajes de recuperación de estaño para cada uno de los agentes lixiviantes y en la Gráfica 25 la comparación de las concentraciones obtenidas para cada solución.

Gráfica 24. Porcentaje de recuperación de Sn en función del tiempo para la selección del agente lixiviante



Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 25. Concentraciones de Sn obtenidas en función del tiempo para la selección del agente lixiviante



Fuente: Elaboración propia.

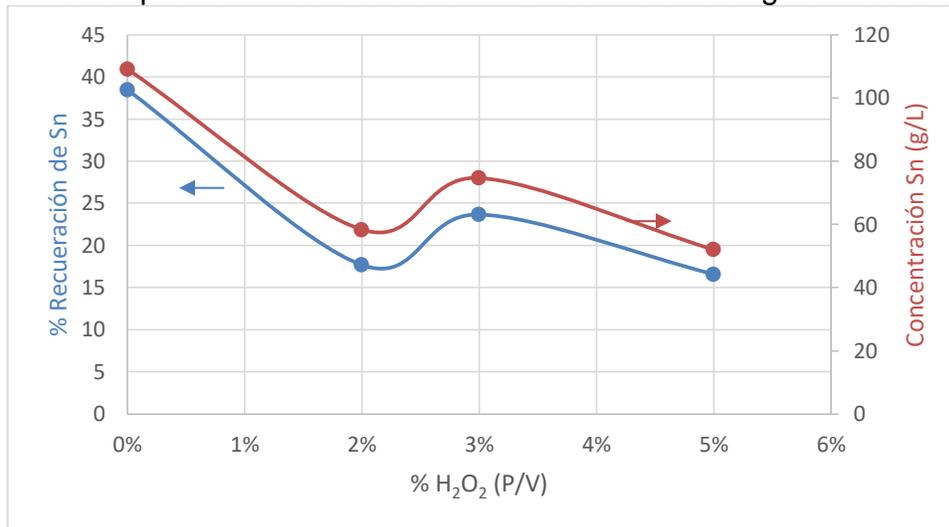
Se puede observar que el agente lixiviante que presenta mejores resultados es el ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) en concentración 1 M operando a 750 rpm y a temperatura ambiente, se obtiene una concentración de 132.98 g/L y un porcentaje de recuperación de estaño del 41.572% en una sola etapa, adicional a esto, se observa que para este agente lixiviante, la variación en el porcentaje de recuperación es mínima a partir de los 240 min, por esta razón se determina que los siguientes procedimientos se realizarán durante el tiempo mencionado anteriormente, con el fin de disminuir el costo energético del proceso.

**4.2.2 Evaluación del uso de un agente oxidante.** Se realizó la evaluación del uso de un agente oxidante, en este caso, el Peróxido de Hidrógeno ( $H_2O_2$ ) a tres diferentes concentraciones (2% 3% y 5% P/V) para la lixiviación con  $H_2SO_4$  1 M, las condiciones de operación son las mismas que en el procedimiento anterior, la lixiviación se llevó a cabo en planchas de agitación magnética a 750 rpm y temperatura ambiente ( $22^\circ C$ ), no obstante, el tiempo disminuyó de 420 min a 240 min pues los resultados obtenidos en la cinética de lixiviación indican que la variación en el porcentaje de recuperación es mínima a partir de este momento.

La descripción completa del procedimiento para realizar la evaluación del agente oxidante se encuentra en el Anexo 19; este se realizó en beakers de 250 mL donde se adicionaron 107.5 g de lodo residual, los cálculos necesarios para determinar la cantidad de agente lixiviante a adicionar y de esta manera obtener una mezcla al 27% de sólidos se encuentran en el Anexo 20, de manera similar al proceso anterior se realizó la separación mecánica de las fases bajo las mismas condiciones. El lixiviado obtenido para cada proceso se analizó por medio de Fluorescencia de rayos X y los reportes se encuentran en el Anexo 21, el cálculo para la conversión

de estos resultados a base húmeda se muestra en el Anexo 22; finalmente, la Gráfica 26 corresponde a la comparación entre los porcentajes de recuperación para cada concentración del agente oxidante, los cálculos se pueden observar en el Anexo 23.

Gráfica 26. Porcentaje de recuperación de Sn y concentración de Sn en el lixiviado para la evaluación de la concentración del agente oxidante

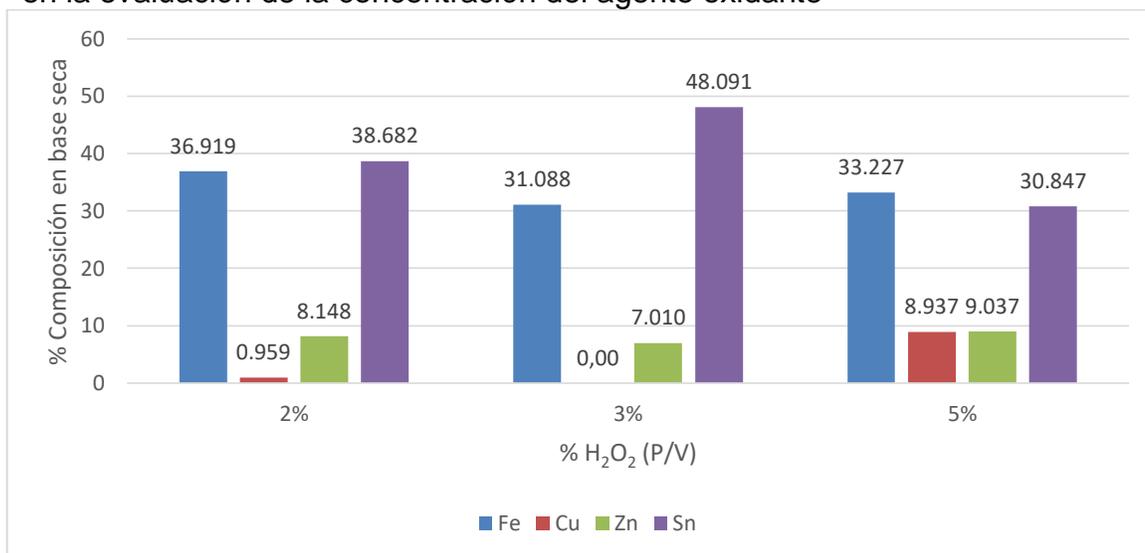


Fuente: Elaboración propia.

Se puede observar que la adición del agente oxidante no favorece la recuperación de estaño, al analizar los reportes en el Anexo 21, de igual forma, en la Gráfica 27 se observa que la adición del Peróxido de Hidrógeno está favoreciendo la solubilización del Hierro y disminuyendo la del Estaño; en la Tabla 14 se puede observar un resumen de los resultados obtenidos, los componentes minoritarios están constituidos por Aluminio, Cromo, Fosforo y Silicio, adicionalmente, los resultados obtenidos, concuerdan con los obtenidos por Du<sup>222</sup> para la evaluación del Peróxido de Hidrógeno en la recuperación de Cobre (Cu), en su estudio, la recuperación aumentaba en concentraciones de 2% a 3% pero disminuía a partir de este punto, ellos indican que este fenómeno puede deberse a la fuerte pasivación del cobre.

<sup>222</sup> DU, Tianbao., Op.,cit., p. 4507

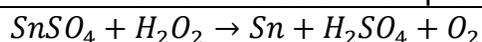
Gráfica 27. Comparación de la composición de los principales metales obtenidos en la evaluación de la concentración del agente oxidante



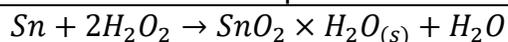
Fuente: Elaboración propia.

La Reacción general del Sulfato de Estaño y el Peróxido de Hidrógeno se puede observar en la Ecuación 20, sin embargo, Ranitovic<sup>223</sup> indica que la presencia de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en la solución de lixiviación puede causar la transformación parcial del Estaño en ácido metasténico de acuerdo con la reacción mostrada en la Ecuación 21; el ácido metasténico es un líquido, generalmente color amarillo pálido de baja solubilidad (0.02 g/kg)<sup>224</sup>.

Ecuación 20. Reacción del sulfato de estaño en presencia de peróxido



Ecuación 21. Reacción de formación parcial del estaño en ácido metasténico



De esta manera, se puede concluir que la adición del agente oxidante favorece la formación de impurezas especialmente en concentraciones superiores al 3%, favoreciendo la solubilidad de otros compuestos y disminuyendo la del estaño convirtiéndolo en ácido metasténico, de esta manera, se determina que no se usará agente oxidante para ensayos posteriores en la presente investigación.

<sup>223</sup> RANITOVIC, M. Op., cit., p. 154

<sup>224</sup> OSTRAKHOVITCH, Elena A. Chapter 56–Tin. *Handbook on the toxicology of metals*, 2015, vol. 2, p. 1242.

Tabla 14. Resumen resultados de fluorescencia evaluación de un agente oxidante

Nombre	Compuesto	Composición		
		2%	3%	5%
<b>Calcio</b>	Ca	2.006%	1.490%	2.139%
<b>Azúfre</b>	S	3.371%	1.987%	4.986%
<b>Potasio</b>	K	5.233%	5.231%	5.390%
<b>Hierro</b>	Fe	36.919%	31.088%	33.227%
<b>Níquel</b>	Ni	1.571%	2.694%	3.358%
<b>Cobre</b>	Cu	0.959%	-	8.937%
<b>Zinc</b>	Zn	8.148%	7.010%	9.037%
<b>Estaño</b>	Sn	38.682%	48.091%	30.847%
<b>Componentes minoritarios</b>		3.110%	2.409%	2.079%

Fuente: Elaboración propia.

#### 4.2.3 Evaluación del efecto de la temperatura

Se realizó la evaluación del efecto de la temperatura en el proceso de lixiviación, se evaluaron tres diferentes temperaturas (40°C, 60°C y 80°C), las demás condiciones de operación son las mismas que las establecidas anteriormente usando como agente lixiviante H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en concentración 1 M, agitación magnética a 750 rpm y tiempo de retención de 240 min.

La descripción completa del procedimiento para realizar la evaluación del efecto de la temperatura se encuentra en el Anexo 24; este se realizó durante 240 min en beakers de 600 mL donde se adicionaron 201 g de lodo residual, los cálculos necesarios para determinar la cantidad de agente lixiviante a adicionar y de esta manera obtener una mezcla al 27% de sólidos se encuentran en el Anexo 25; la lixiviación se llevó a cabo en planchas de calentamiento y agitación magnética, sin embargo, una de estas no alcanzaba la temperatura necesaria para el proceso puesto que se encontraba dañada, por esta razón, el montaje del proceso de lixiviación con adición de temperatura se realizó como se muestra en la Figura 18.

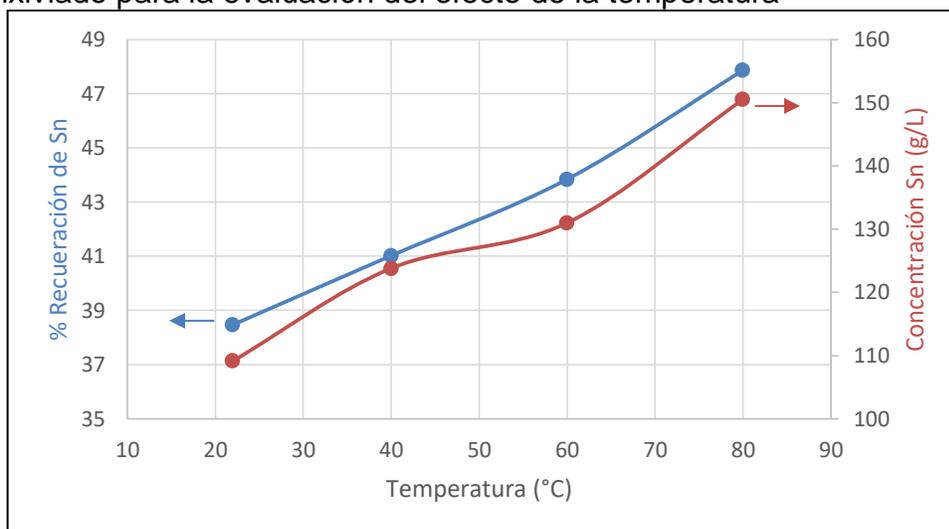
Figura 18. Montaje para evaluación del efecto de la temperatura



Fuente: Elaboración propia.

De igual manera se realizó la separación mecánica de las fases bajo las mismas condiciones que en el proceso de selección del agente lixiviante, el lixiviado obtenido para cada proceso se analizó por medio de Fluorescencia de rayos X y los reportes se encuentran en el Anexo 26, el cálculo para la conversión de estos resultados a base húmeda se muestra en el Anexo 27; finalmente, la Gráfica 28 corresponde a la comparación entre los porcentajes de recuperación obtenidos para cada temperatura evaluada, los cálculos se pueden observar en el Anexo A28

Gráfica 28. Porcentaje de recuperación de Sn y concentración de Sn en el lixiviado para la evaluación del efecto de la temperatura



Fuente: Elaboración propia.

Se corrobora que la temperatura de operación influye favorablemente en el proceso de lixiviación obteniéndose recuperaciones más altas, sin embargo, se debe tener en consideración el gasto energético que conlleva elevar la temperatura hasta 80°C; para una etapa de lixiviación, la recuperación de estaño aumenta de 38.471% a 47.862% tras elevar la temperatura en 58°C, de igual manera, durante el proceso de lixiviación se puede observar el aumento en la viscosidad de la solución, esto se debe a la evaporación de algunos compuesto con baja temperatura de ebullición y se debe adicionar agua destilada para evitar que el porcentaje de sólidos crezca a valores superiores del 27%, no obstante, los referentes bibliográficos consultados para el proceso de electrodeposición como Yang<sup>225</sup> y Stefanowicz<sup>226</sup> han demostrado que la eficiencia del proceso es altamente gobernada por la concentración del metal en la solución, es por esta razón que se elige la solución obtenida a partir de la lixiviación a 80°C para la realización del proceso de electrólisis.

<sup>225</sup> YANG, Op.,cit.,p.2

<sup>226</sup> STEFANOWICZ. Op.,cit. p.35

**4.2.4 Caracterización del refinado.** Se realiza la caracterización del refinado obtenido para el proceso en el cuál se obtuvo la mayor recuperación de estaño, es decir, el proceso realizado con ácido sulfúrico a 80°C, el resultado obtenido a partir de FRX para este residuo se muestra en el Anexo 29, a continuación, en la Tabla 15 se muestra un resumen de los componentes en base seca; los componentes minoritarios están constituidos por: Silicio, Fósforo, Hierro y Níquel.

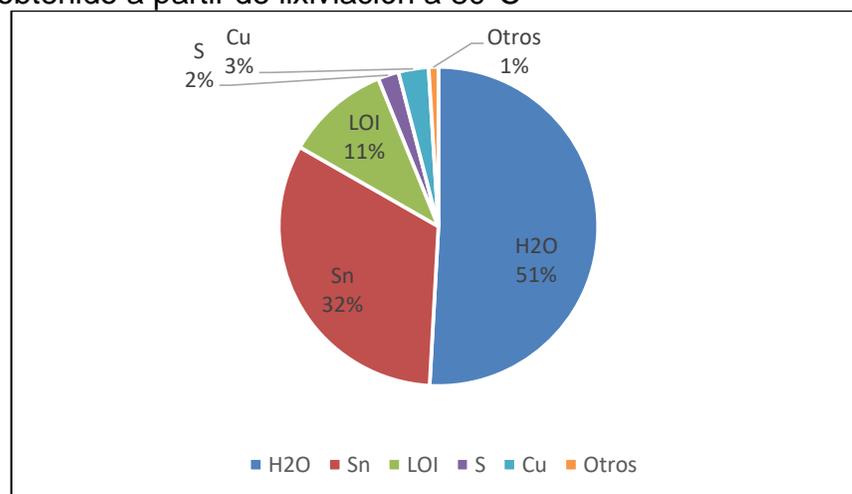
Tabla 15. Resumen resultados de cuantificación compuestos en base seca para el refinado obtenido a partir de lixiviación a 80°C

Nombre	Compuesto	Composición
<b>Azufre</b>	S	4.284%
<b>Cobre</b>	Cu	6.216%
<b>Estaño</b>	Sn	65.955%
<b>Perdidas por ignición</b>	Materia orgánica	21.539%
<b>Componentes minoritarios</b>		1.0%

Fuente: Elaboración propia.

Con el fin de observar con mayor claridad los resultados obtenidos, se realiza la conversión a base húmeda, los cálculos realizados para tal fin se encuentra en el Anexo 30, y para comprender mejor los resultados se grafica el siguiente Diagrama de torta en donde se observa que el Estaño (Sn), posee una concentración de 32.397% en base húmeda, adicionalmente, se observa que la masa del sólido para este ensayo disminuyó desde 52.936 g hasta 15.135 g, de esta manera, se concluye que si bien, continua siendo necesario enviar el residuo a celdas de seguridad, la disminución en la cantidad y por tanto en el costo de las mismas disminuirá significativamente.

Gráfica 29. Diagrama de torta composición del refinado en base húmeda obtenido a partir de lixiviación a 80°C



Fuente: Elaboración propia.

### 4.3 PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN

El objetivo principal del proceso de electrodeposición es el de obtener el estaño de forma sólida, algunos autores como Tapia<sup>227</sup>, Yang<sup>228</sup> y Huang<sup>229</sup> han demostrado que el porcentaje de recuperación y la pureza del metal depositado dependen principalmente del tipo de sal o electrolito usado; para el caso de la presente investigación, el electrolito es proveniente del proceso de lixiviación, de esta manera, no se determina evaluar un diseño de experimentos complejo sino únicamente la influencia de los electrodos en el proceso de electrodeposición, las condiciones de operación son las determinadas a partir de la revisión bibliográfica en el capítulo 3.

#### 4.3.1 Montaje para el proceso de electrodeposición.

**4.3.1.1** Dimensiones de la celda electrolítica. Para el desarrollo de la técnica de electrodeposición se requiere de una celda electrolítica donde ocurrirán reacciones de óxido-reducción para la transformación del estaño en solución a  $\text{Sn}^0$ , para la selección de las dimensiones de dicha celda se tuvieron en cuenta los estudios previos para la recuperación de metales que se muestran en la matriz de selección de dimensiones para la celda electrolítica que se muestra en el Anexo 31, algunos autores como Loíacono<sup>230</sup> y Gil<sup>231</sup> usan acrílico para soluciones altamente ácidas ( $\text{pH} < 2$ ), adicionalmente, se observa que algunos de los autores usan celdas con dimensiones inferiores a los 10 cm, de esta manera, se determina que la celda perteneciente al grupo de investigación puede ser usada para el proyecto de investigación, las dimensiones y características de dicha celda electrolítica se muestran a continuación en la Tabla 16.

---

<sup>227</sup> TAPIA, Op.,cit. p.8

<sup>228</sup> YANG, Op.,cit.,p.2

<sup>229</sup> HUANG, Op.,cit. p.2

<sup>230</sup> LOIACONO, Op.,cit. p.3

<sup>231</sup> GIL, Op.,cit.,p.14

Tabla 16. Dimensiones de la celda electrolítica

	<b>ENSAYO #1</b>	<b>ENSAYO #2</b>
<b>Material de la celda</b>	Polimetilmetacrilato (PMMA) – Acrílico	Polimetilmetacrilato (PMMA) – Acrílico
<b>Dimensiones de la celda</b>	Ancho: 5.08 cm Alto 12.08 cm Profundidad: 6.08 cm	Ancho: 5.08 cm Alto 12.08 cm Profundidad: 6.08 cm
<b>Material del ánodo</b>	Acero Inoxidable	Grafito
<b>Material del cátodo</b>	Estaño (Sn)	Acero Inoxidable
<b>Dimensiones del ánodo</b>	Largo: 12 cm Alto: 6 cm Espesor: 0.2 cm	Largo: 12 cm Alto: 6 cm Espesor: 0.3 cm
<b>Dimensiones del cátodo</b>	Largo: 12 cm Alto: 6 cm Espesor: 0.2 cm	Largo: 12 cm Alto: 6 cm Espesor: 0.2 cm
<b>Distancia entre electrodos</b>	1.5 cm	1.5 cm
<b>Volumen del electrolito</b>	0.17 L	0.17 L

Fuente: Elaboración propia.

**4.3.1.2** Fuente de potencia empleada. El proceso de electrodeposición se desarrolla empleando una fuente de potencia marca BAKU modelo BK-305D que se muestra en la Figura 19 la cual es una fuente reguladora que permite operar con un potencial eléctrico constante entre 0 y 30 V o con una intensidad de corriente entre 0 y 5 A.

Figura 19. Fuente de potencia

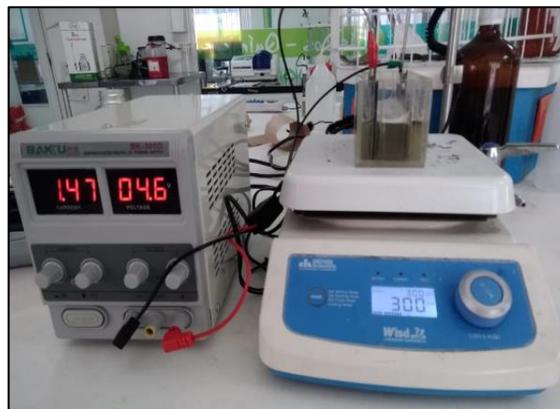


Fuente: Elaboración propia.

**4.3.2 Desarrollo experimental.** Para el desarrollo del proceso de electrodeposición se utilizó la celda acrílica de dimensiones 6 cm \* 12 cm \* 5 cm; de acuerdo con lo determinado en el proceso de selección de variables del capítulo 3 se determinan como variables dependientes el tiempo, la temperatura, el potencial eléctrico y el pH y de igual modo, se determinan los parámetros de operación como se muestra en la Tabla 11; se realizaron dos ensayos para evaluar el efecto de la variación de los electrodos, para el primer ensayo se utilizó un ánodo de acero inoxidable con dimensiones de 6 cm \* 12 cm \* 0.2 cm con relación 1:1 respecto al cátodo, el cual fue del mismo material a depositar, es decir, Estaño; el segundo ensayo se llevó a cabo con un ánodo de grafito de dimensiones 6 cm \* 12 cm \* 0.3 cm con relación 2:1 respecto al cátodo de acero inoxidable, cuyas dimensiones fueron 6 cm \* 12 cm \* 0.2 cm.

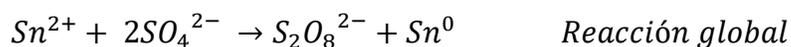
El proceso inicia depositando 0.17 L del electrolito proveniente del proceso de lixiviación en la celda y ubicando el ánodo y cátodo en sus respectivos lugares, el procedimiento completo para realizar la electrodeposición se detalla en el Anexo 32, es importante recalcar que la selección de variables y parámetros de operación se realizó en el Capítulo 3, en el, se estableció monitorear las variables dependientes pH, temperatura, potencial eléctrico y peso del cátodo, por tanto fueron medidas cada 30 min, en la Figura 20 se muestra el montaje realizado para el proceso.

Figura 20. Montaje de electrodeposición



Fuente: Elaboración propia.

El electrolito utilizado para el proceso de electrodeposición corresponde al obtenido a partir de la lixiviación con ácido sulfúrico a 80°C, de esta manera, se concluye que las reacciones involucradas en el proceso son las siguientes:



A partir de estas se calcula el potencial mínimo a suministrar a la celda a partir de la Ecuación 16 obteniendo el siguiente resultado:

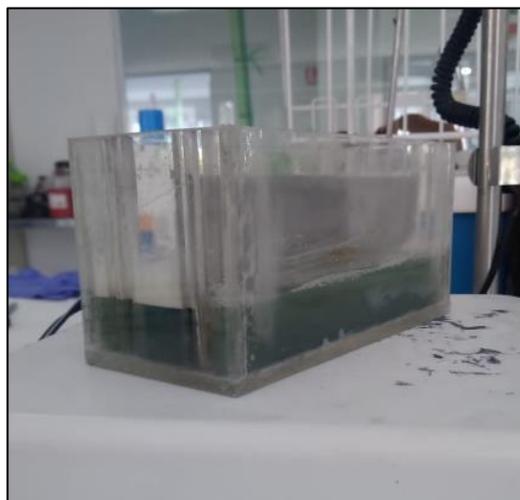
$$E^{\circ}celda = -1.14V - 2.01V$$
$$E^{\circ}celda = -3.15V$$

El valor negativo del potencial indica que la reacción no es espontánea; para forzar la electrólisis es necesario utilizar una diferencia de potencial mayor a 3.15 V.

Adicionalmente, se había establecido iniciar la electrodeposición en pH 3.7, considerando que el pH inicial de la solución era inferior a este valor se adicionó hidróxido de sodio (NaOH) con el fin de aumentarlo, sin embargo, la adición de este compuesto (pH =12) no representó cambio alguno en el pH del electrolito, por ende, la solución a la cual se adicionó NaOH fue desechada en los contenedores dispuestos para tal fin y los ensayos se realizaron iniciando en el pH natural del lixiviado.

Al realizar el monitoreo de las variables dependientes se observó que en el transcurso de la electrodeposición tanto el pH como la temperatura de la solución electrolítica aumentaban, sin embargo, nunca llegaron a valores básicos o temperaturas superiores a 40°C, por tanto, no fue necesario realizar alguna modificación; sumado a lo anterior se pudo apreciar que a medida que el cátodo se acercaba a peso constante, la solución empezaba a tomar una tonalidad azul-verdosa (Figura 21) lo que podía dar indicios de la formación de otros compuestos en el electrolito dando fin al experimento.

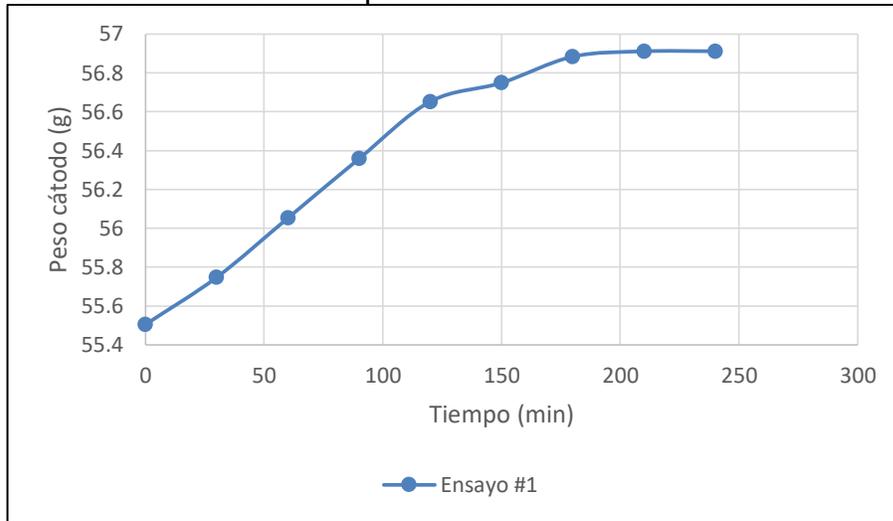
Figura 21. Solución residual del proceso de electrodeposición



Fuente: Elaboración propia.

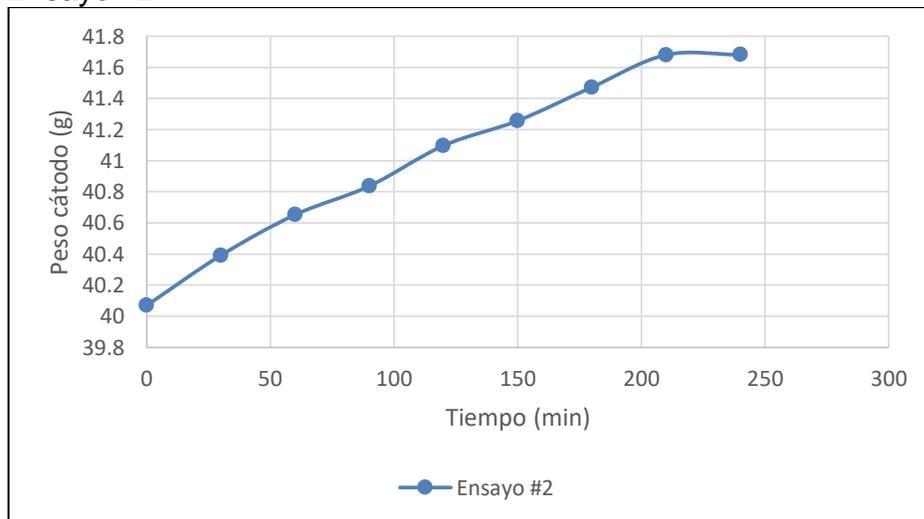
A continuación, en las Gráficas 30 y 31 se muestran los valores obtenidos para el monitoreo de la determinación del peso en los ensayos 1 y 2 respectivamente, se observa que si bien, la variación de peso no supera los 2 g en ninguno de los ensayos, para ambos se llegó a peso constante antes de los 240 min; en el ensayo #1 se depositaron 1.406 g de metal mientras en el ensayo #2 se depositaron 1.613 g del mismo, se determina finalmente que para el ensayo #2 se obtuvo una mayor deposición del metal.

Gráfica 30. Variación de peso del cátodo de Estaño en el Ensayo #1



Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 31. Variación de peso del cátodo de Acero inoxidable en el Ensayo #2



Fuente: Elaboración propia.

### 4.3.3 Caracterización del electrodo resultante

**4.3.3.1** Fluorescencia de rayos X (FRX). Se realiza la caracterización del electrodo resultante por medio de FRX para cada uno de los ensayos realizados con el fin de conocer los compuestos que se encuentran presentes en los electrodos, el reporte detallado se encuentra en el Anexo 33 para ambos ensayos.

En el ensayo #1 se usó ánodo de acero inoxidable y cátodo de Estaño, como se ha mencionado anteriormente, esto se realizó con el fin de obtener un lingote de estaño que no requiera procesos de separación adicionales, adicionalmente, se realizó la caracterización del cátodo utilizado en el presente ensayo para de esta manera verificar el aumento en la composición de estaño en el electrodo, el resultado completo de este análisis se detalla en el Anexo 34 y a partir de este se determina que el electrodo posee un composición inicial de estaño de 82.509%, adicional a esto, en la Tabla 17 se muestra un resumen de los resultados obtenidos por medio de FRX para el cátodo obtenido a partir de este ensayo, los componentes minoritarios están constituidos por Magnesio, Aluminio, Azufre, Hierro y Cloro.

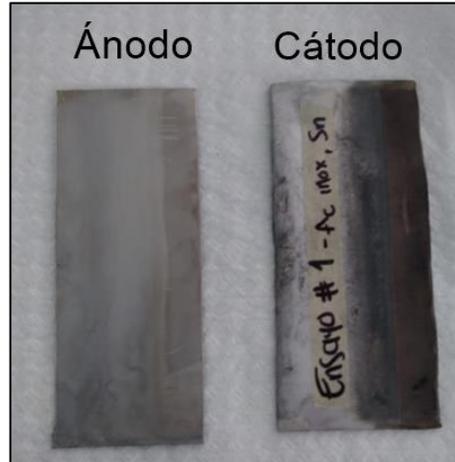
Tabla 17. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el Ensayo #1

<b>Nombre</b>	<b>Compuesto</b>	<b>Composición</b>
<b>Oxígeno</b>	O	14.380%
<b>Cobre</b>	Cu	2.095%
<b>Estaño</b>	Sn	83.243%
<b>Componentes minoritarios</b>		0.281%

Fuente: Elaboración propia.

Al transcurrir la electrodeposición se podía evidenciar inicialmente la formación de una capa grisácea en la parte del cátodo que se encontraba sumergida, al transcurrir el tiempo, esta capa empezó a depositarse más oscura hasta alcanzar una tonalidad castaña rojiza (Figura 22) aproximadamente a los 180 min, inicialmente intuyó que se estaba empezando a depositar cobre debido a la tonalidad que estaba tomando el electrodo y sumado a esto que el cobre se encontraba presente en la solución, finalmente, se puede evidenciar que efectivamente se presentó una deposición de cobre en el cátodo pues inicialmente, este posea una cantidad inferior al 1% en su composición.

Figura 22. Electrodo obtenidos a partir del Ensayo #1



Fuente: Elaboración propia.

En el ensayo #2 se usó ánodo de grafito y cátodo de acero inoxidable con el fin de replicar la investigación realizada por Stefanowics<sup>232</sup>, es necesario aclarar que la lámina de Acero Inoxidable no se le realizó el análisis por Fluorescencia de rayos X, ya que, es una análisis destructivo y solo se contaba con una lámina de este, en la Tabla 18 se muestra un resumen de los resultados obtenidos mediante FRX para el cátodo obtenido en este proceso, los componentes minoritarios corresponden a Azufre, Níquel y Cobre.

Tabla 18. Resumen resultados de cuantificación compuestos en el Ensayo #2

<b>Nombre</b>	<b>Compuesto</b>	<b>Composición</b>
<b>Oxígeno</b>	O	14.186%
<b>Cromo</b>	Cr	2.332%
<b>Hierro</b>	Fe	6.257%
<b>Estaño</b>	Sn	76.199%
<b>Componentes minoritarios</b>		1.025%

Fuente: Elaboración propia.

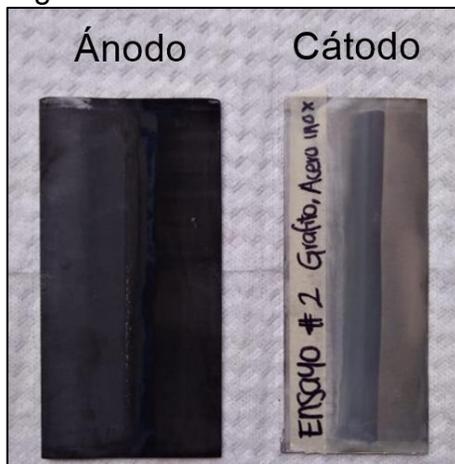
Se puede evidenciar que el Cromo y el Hierro aparecen en concentraciones superiores al 1% y por esta razón no son tomados como componentes minoritarios, la presencia de estos se debe a que el Acero inoxidable es una aleación de Hierro y carbono que por definición contiene un mínimo de 10,5% de cromo y en ocasiones se le adicionan elementos aleantes como el níquel o el molibdeno<sup>233</sup>, razón por la

<sup>232</sup> STEFANOWICZ. Op.,cit. p.35

<sup>233</sup> MARTÍNEZ CODINA, Gabriel. Nueva propuesta de dimensionamiento de perfiles de acero inoxidable conformados en frío mediante un coeficiente de reducción función de la esbeltez de la sección. 2014. Tesis de Licenciatura. Universidad Politécnica de Catalunya.

cual también aparece el níquel dentro de los componentes minoritarios; se puede observar que el Estaño es el componente mayoritario en el electrodo, debido a esto se puede confirmar la electrodeposición del mismo, en adición a esto se considera que el proceso fue exitoso pues se puede observar fácilmente la capa depositada (Figura 23) y sumado a esto se obtuvo un 76.199% de Estaño teniendo en cuenta que al inicio del proceso este metal no se encontraba presente en el cátodo de acero inoxidable.

Figura 23. Electrodo obtenidos a partir del Ensayo #2



Fuente: Elaboración propia.

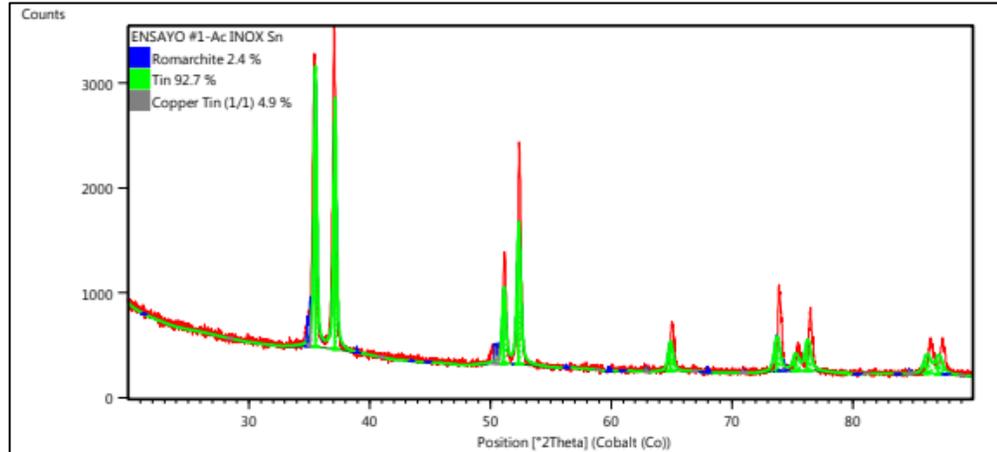
**4.3.3.2** Difracción de rayos X (DRX). Se realiza el análisis de DRX para los cátodos obtenidos a partir de los dos ensayos realizados en el proceso de electrólisis, el reporte detallado se encuentra en el Anexo 35 para ambos ensayos.

En la Figura 24 se puede observar el espectro obtenido por medio de la técnica de caracterización DRX para el Ensayo #1, se observa que se encontraron tres fases aceptadas por medio de esta: Estaño en forma tetragonal, Estaño de cobre y Romarchita; el primero corresponde al compuesto de interés y se observa que es el que se encuentra en mayor cantidad, el segundo corresponde a una aleación estaño-cobre que puede ser considerado una impureza, el tercero por su parte es un polimorfo del estaño cuando entra en contacto con oxígeno, Dunkle<sup>234</sup> estudia la formación de la Romarchita durante un proceso de corrosión, en él se indica que la formación de la Romarchita impide que la solución llegue a pH básicos, lo que podría justificar la imposibilidad de aumentar el pH del electrolito.

---

<sup>234</sup> DUNKLE, Stacie E., et al. Romarchite, hydroromarchite and abhurite formed during the corrosion of pewter artifacts from the Queen Anne's Revenge (1718). *The Canadian Mineralogist*, 2003, vol. 41, no 3, p. 659-669.

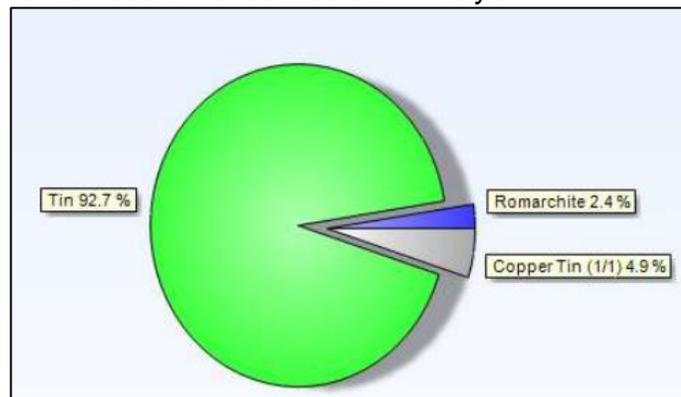
Figura 24. Espectro de DRX para el cátodo obtenido en el Ensayo #1



Fuente: Elaboración propia.

A continuación, en el diagrama de torta de la Figura 25 se pueden observar más claramente la composición de las fases contenidas en el cátodo de estaño evaluado durante el primer ensayo, de igual modo, se puede observar que el principal componente del material depositado es el estaño con una pureza del 92.7%, de esta manera, las impurezas corresponden al 7.3% restante y están constituidas por Estaño de cobre y Romarchita.

Figura 25. Diagrama de torta composición de las fases contenidas en el cátodo del Ensayo #1

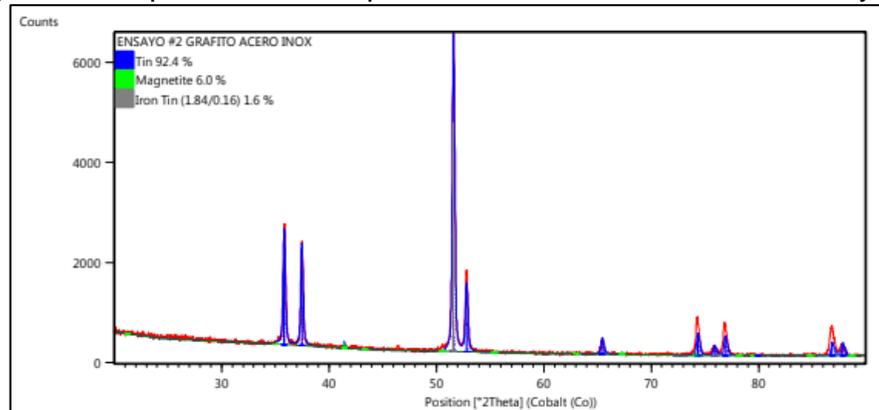


Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 26 se puede observar el espectro obtenido por medio de la técnica de caracterización DRX para el Ensayo #2, se observa que se encontraron tres fases aceptadas por medio de esta: Estaño en forma tetragonal, Magnetita y una aleación Hierro-estaño; el primero, nuevamente corresponde al compuesto de interés y es el que se encuentra en mayor concentración, en segundo lugar la Magnetita es un mineral formado por la combinación de óxidos de hierro y la aleación Hierro-estaño es meramente una impureza de los componentes mayoritarios del electrodo, es

importante tener en cuenta que la formación de estos compuestos de hierro se debe a que como se ha mencionado anteriormente el acero inoxidable es una aleación de hierro-carbono, al comparar este espectro con el que se muestra en la Figura 24 se puede observar que el tercer pico aumenta su intensidad, esto se debe, a que se solapan los picos de cromo y estaño que típicamente se encuentran en la misma posición 2 $\theta$

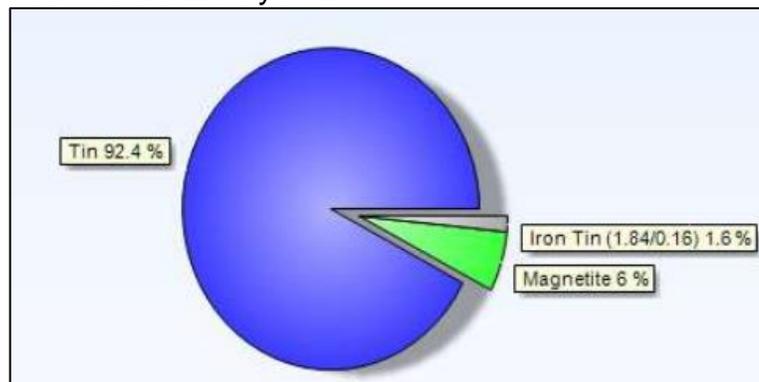
Figura 26. Espectro de DRX para el cátodo obtenido en el Ensayo #2



Fuente: Elaboración propia.

A continuación, en el diagrama de torta de la Figura 27 se pueden observar más claramente la composición de las fases contenidas en el cátodo de Acero inoxidable, evaluado durante el segundo ensayo, de igual modo, se puede observar que el principal componente del material depositado es el estaño con una pureza del 92.4%, de esta manera, las impurezas corresponden al 7.6% restante y están constituidas por una aleación Hierro-Estaño y Magnetita.

Figura 27. Diagrama de torta composición de las fases contenidas en el cátodo del Ensayo #2



Fuente: Elaboración propia.

Es importante recalcar que este es un método relativo y depende de la cantidad de fases encontradas, por esta razón se posee una desviación aproximada del 6.8%.

**4.3.4 Caracterización del residuo.** Se realiza la caracterización de los residuos obtenidos a partir de los ensayos de electrodeposición, los resultados obtenidos a partir de FRX para dichos residuos se muestran en el Anexos 36.

A continuación, en la Tabla 19 se muestra un resumen de los componentes en base seca para los ensayos realizados; los componentes minoritarios para el ensayo #1 están constituidos por: Aluminio, Silicio, Manganeso, Niquel y zinc, mientras para el ensayo #2 están constituidos por: Silicio y Zinc.

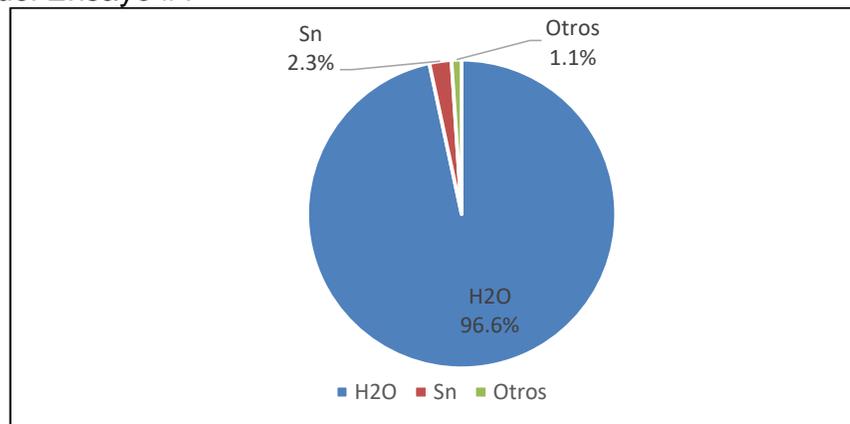
Tabla 19. Resumen resultados de cuantificación compuestos en los residuos obtenidos a partir de electrólisis

Nombre	Compuesto	Composición	
		Ensayo #1	Ensayo #2
<b>Azufre</b>	S	5.186%	4.648%
<b>Potasio</b>	K	2.210%	6.237%
<b>Cromo</b>	Cr	2.979%	-
<b>Hierro</b>	Fe	17.835%	13.158%
<b>Estaño</b>	Sn	68.766%	74.478%
<b>Componentes minoritarios</b>		3.023%	1.479%

Fuente: Elaboración propia.

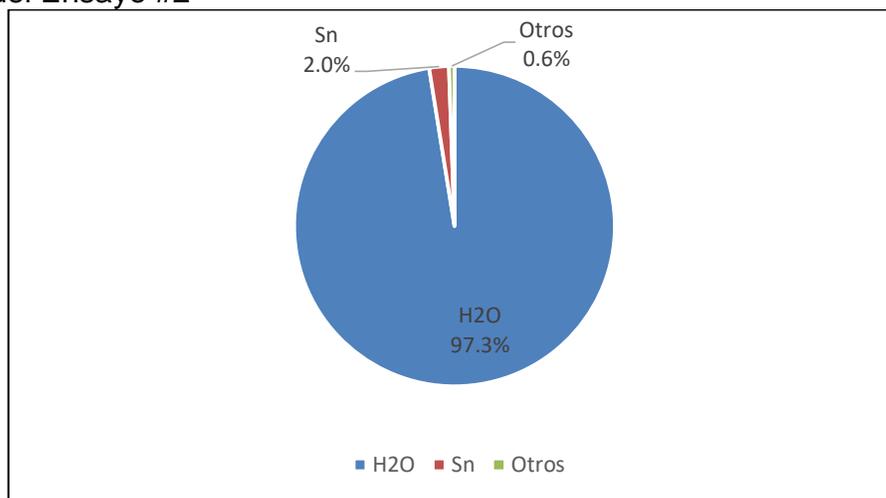
Considerando que el electrolito no se encuentra en fase sólida sino en fase acuosa, se realiza la conversión a base húmeda, los cálculos realizados para tal fin se encuentran en el Anexo 37, y para comprender mejor los resultados se grafican los Diagramas de torta para los ensayos #1 y #2 en las Gráficas 32 y 33, respectivamente, se observa que la composición de Estaño (Sn) para ambos casos es mínima, siendo del 2.316% para el primer ensayo y de 1.987% para el segundo.

Gráfica 32. Diagrama de torta composición del residuo obtenido a partir del Ensayo #1



Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 33. Diagrama de torta composición del residuo obtenido a partir del Ensayo #2



Fuente: Elaboración propia.

### 4.3.5 Indicadores del proceso de electrodeposición

**4.3.5.1** Porcentaje de recuperación. Se calcula el porcentaje de recuperación del metal y la eficiencia del proceso haciendo uso de la caracterización realizada anteriormente por medio de FRX, a continuación, se realiza una muestra de cálculos para el Ensayo # 1.

Ecuación 22. Porcentaje de recuperación en electrodeposición

$$\%R_M = \frac{\text{Cantidad actual del metal depositado en el cátodo}}{\text{Cantidad inicial del metal en el electrolito}} \times 100$$

Fuente: JUANG, Ruey-Shin; WANG, Shioh-Wen. Electrolytic recovery of binary metals and EDTA from strong complexed solutions. Water Research, 2000, vol. 34, no 12

La cantidad actual del metal depositado en el cátodo corresponde al peso que adquirió el cátodo durante el proceso de electrodeposición, para el caso del ensayo #1 este valor corresponde a 1.406 g y la cantidad inicial del metal en el electrolito es calculada en gramos mediante balance de materia para el lixiviado obtenido a partir de la lixiviación a 80°C, cuyo valor es de 4.885 g, este valor es el mismo para ambos ensayos.

De esta manera, se procede a calcular la recuperación del metal de la siguiente manera:

$$\%R_{M\#1} = \frac{1.406 \text{ g}}{4.885 \text{ g}} \times 100 = 28.782\%$$

El porcentaje de recuperación obtenido para el Ensayo #2 es de 33.019% teniendo en cuenta que para este caso se depositaron 1.613 g de metal.

**4.3.5.2** Eficiencia del proceso. Para el caso, de la eficiencia del proceso se debe calcular inicialmente la Cantidad de metal que debería depositarse según la Ley de Faraday, este cálculo se realiza a partir de la ecuación 10 como se muestra a continuación:

$$W = \frac{1.47 \text{ A} \times 240 \text{ min} \times \frac{60 \text{ s}}{1 \text{ min}} \times 118.710 \text{ g/mol}}{2 \times 96500 \text{ A.s/mol}} = 13.020 \text{ g}$$

Una vez conocido este valor se procede a calcular la eficiencia del proceso haciendo uso de la siguiente ecuación:

Ecuación 23. Eficiencia del proceso de electrodeposición

$$\% \eta = \frac{\text{Cantidad actual del metal depositado en el cátodo}}{\text{Cantidad de metal depositado basado en la ley de Faraday}} \times 100$$

Fuente: QUIMICA INORGANICA. Eficiencia o porcentaje de rendimiento de una reacción química.

$$\% \eta_{\#1} = \frac{1.406 \text{ g}}{13.020 \text{ g}} \times 100 = 10.799\%$$

El valor calculado para la eficiencia del Ensayo #2 corresponde a 12.389%, resultando en eficiencias de proceso bajas en comparación con autores como Juang<sup>235</sup> quien obtuvo eficiencias superiores al 40%, sin embargo, al realizar una comparación con otros autores como Tapia<sup>236</sup> quien obtuvo eficiencias de hasta el 26% se puede determinar que las eficiencias obtenidas son ligeramente inferiores a las obtenidas por este autor.

<sup>235</sup> JUANG. Op.,cit. p.230

<sup>236</sup> TAPIA, Op.,cit. p.73

Los porcentajes de recuperación obtenidos en ambos ensayos son inferiores en comparación con Yang<sup>237</sup>, cuyo proyecto para la recuperación de estaño obtuvo recuperaciones del 74.2% y 99.8%, valores que resultan ser significativamente altos considerando los obtenidos por autores como Tapia<sup>238</sup>, en su investigación para la recuperación de oro y Gil<sup>239</sup>, en su proyecto para la obtención de cromo y plata, donde los porcentajes de recuperación se encuentran entre 7.37% y 36%; en contraste a lo anterior, Juang<sup>240</sup>, en sus ensayos obtiene recuperaciones de cobre cercanas al 90%.

Si bien, las recuperaciones de Estaño obtenidas en la presente investigación son bajas en comparación con las obtenidas por Yang<sup>241</sup>, se encuentran dentro del rango obtenido por los demás autores consultados, adicionalmente, se debe considerar que no se elaboró un diseño de experimentos complejo donde se pudiera evaluar la modificación de más variables como la intensidad de la corriente, el pH, el tiempo de retención e incluso las dimensiones de la celda.

---

<sup>237</sup> YANG, Op.,cit.,p.4

<sup>238</sup> TAPIA, Op.,cit. p.73

<sup>239</sup> GIL, Op.,cit. p.90

<sup>240</sup> JUANG. Op.,cit. p.230

<sup>241</sup> YANG, Op.,cit.,p.4

## 5. CONCLUSIONES

- Se identificó por medio de Fluorescencia de rayos X (FRX), el lodo residual del sector galvánico, donde se encontró como componente metálico mayoritario al estaño (Sn), con un porcentaje en base húmeda del 19.3% y en menor medida el azufre con un porcentaje del 6.3%, de acuerdo a estos resultados se estableció que el metal a tratar sería el Estaño (Sn).
- Las variables determinantes en el proceso de obtención de sales de metal por medio de lixiviación son: el agente lixivante, la agitación y la temperatura.
- La mayor recuperación del ion metálico en el proceso de lixiviación en una sola etapa se obtuvo a 80 °C y 750 rpm, con el agente lixivante ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) en concentración 1 M, el proceso se llevó a cabo durante 240 min y se recuperó 47.9% de Estaño.
- Se evaluó el uso de un agente oxidante, en este caso el Peróxido de Hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) para la lixiviación con ácido sulfúrico, sin embargo, las recuperaciones obtenidas fueron inferiores en comparación con las obtenidas sin el uso de agentes oxidantes, se pudo observar en los resultados de fluorescencia de rayos X (FRX) que la adición del mismo favorece considerablemente la formación de Hierro y otras impurezas mientras impide la del Estaño debido a la reacción de éste con el Peróxido de Hidrógeno formando parcialmente ácido metasténico (SnO<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O<sub>(s)</sub>) de baja solubilidad.
- Las variables determinantes en el proceso de obtención de sales de metal por medio de electrólisis son: la concentración de la solución electrolítica, la intensidad de corriente y la configuración de los electrodos.
- Se obtuvo una mayor deposición del metal y mayor eficiencia del proceso en el ensayo realizado con intensidad de corriente de 1.47 A y agitación magnética de 300 rpm usando ánodo de grafito y cátodo de acero inoxidable, la pureza del metal depositado fue de 92.4% y se recuperó 33.0% del metal contenido inicialmente en el electrolito con una eficiencia del proceso del 12.4%.
- A partir de los resultados obtenidos por la caracterización del lodo residual y conociendo que la empresa genera aproximadamente 250 000 g de lodos de Estaño al mes, se puede concluir que la empresa podría recuperar potencialmente cerca de 48 250 g de Estaño al mes.

## 6. RECOMENDACIONES

- Realizar un análisis de DRX al lodo residual para determinar las fases cristalinas que se encuentran inicialmente en el residuo y de esta manera reportar más acertadamente las reacciones que se pueden presentar durante los procesos de recuperación.
- Teniendo en cuenta que se obtuvieron porcentajes de recuperación superiores al 40% usando ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) en el proceso de lixiviación a temperatura ambiente en una etapa, se recomienda realizar un proceso de lixiviación a múltiples etapas, puesto que mejoraría el proceso de extracción del metal de interés, dicho proceso no requeriría de una temperatura elevada y adicional a esto, evaluar el efecto de la agitación intermitente, lo anterior con el fin de disminuir el gasto energético del proceso
- Considerando que la recuperación de estaño con el agente lixiviante ácido cítrico obtuvo mejores resultados en comparación con el agente ácido clorhídrico (HCl), se recomienda evaluar el uso del ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y otros ácidos débiles en lixivaciones en múltiples etapas, considerando que este tipo de ácidos son menos agresivos con el medio ambiente
- Ajustar el pH desde el proceso de lixiviación, analizando las posibles reacciones que se puedan presentar y de esta manera evaluar el efecto del pH en el proceso de electrodeposición.
- Aumentar la cantidad de lodo ingresado al proceso de lixiviación para de esta manera obtener una mayor cantidad de electrolito y simultáneamente, aumentar el volumen usado en el proceso de electrólisis para con esto, incrementar el área de contacto y mejorar el rendimiento de las reacciones de este proceso.
- Evaluar la influencia de variables como: el pH, la densidad de corriente, la velocidad de agitación, y la posible separación de la zona anódica y catódica por medio de una membrana, con el fin de obtener una mayor deposición del metal de interés.
- Evaluar métodos de separación del estaño depositado en los cátodos, si se desea recuperar el metal puro.

## BIBLIOGRAFÍA

ACOSTA, Gema., et al. Identificación del manejo de metales en vertimientos de la industria galvánica. Universidad Militar Nueva Granada. 2008.

ALI, Nour Mohammad-Sadik; AMANIAMPONG, Prince Nana; KARAM, Ayman. Determination of optimal conditions for electrodeposition of Tin (II) in the presence of Alizarin Red S. Heliyon, 2016, vol. 2, no 12, p. 1-26.

AMAZON. Determinación de sólidos, Introducción. [En línea]. [Revisado 22 de Julio del 2018]. Disponible en internet: [ecaths1.s3.amazonaws.com/.../1017119782.determinacion-de-solidos.pdf](https://ecaths1.s3.amazonaws.com/.../1017119782.determinacion-de-solidos.pdf)

ASTM D2216-10. Determinación del contenido de agua en suelos y rocas. [En línea]. [Revisado 16 de Julio 2018]. Disponible en internet: <http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:oZ3iSpppxtkJ:148.243.51.170:8007/intranet/sistema-de-gestion-de-la-calidad-sgc/category/54-procedimientos-de-prueba.html%3Fdownload%3D245:it-003-determinacion-del-contenido-de-agua-en-suelos-y-rocas+&cd=1&hl=es&ct=clnk&gl=co>

AVILA, OSORIO. Propuesta de tratamiento para los residuos sólidos generados durante el proceso de cincado de la empresa recubrimientos galvánicos de Colombia. Colombia, Bogotá, 2016.

BANCO DE LA REPÚBLICA- COLOMBIA. Precios del día para el gramo de oro, plata y platino [en línea], [revisado 15 noviembre 2017]. Disponible en internet: <http://www.banrep.gov.co/es/precios-oro-pla> BLUM, W., & HOGABOOM, G. B. Galvanotecnia y galvanoplastia: dorado-plateado-niquelado-cromado. En: México, 1985., p 123.ta-platino

BLUM, W., & HOGABOOM, G. B. Galvanotecnia y galvanoplastia: dorado-plateado-niquelado-cromado. En: México, 1985. p 123.

BOLETINAGRARIO. Lixiviación. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://boletinagrario.com/ap-6,lixiviacion,565.html>

BROUWER, Peter. Theory of XRF. Almelo, Netherlands: PANalytical BV, 2006

BROWN, Theodore; LEMAY, Eugene, et al. Química: La Ciencia central. Onceava Edición. México: Pearson Educación, 2004. p. 987

CÁCERES ARENAS. Hidrometalurgia y electrometalurgia. Universidad de Atacama. En: Chile, 2007.

CASTAÑEDA Bocanegra, J. J. Evaluación de los métodos de hidrometalurgia, pirometalurgia y estabilización solidificación en el tratamiento de lodos procedentes de plantas de aguas residuales de procesos de cromado. En: Universidad Nacional de Colombia-Sede Bogotá.2015.

CEPIS-LIMA, PERÚ. Curso internacional de rellenos sanitarios y de seguridad. Lima -Perú. 1995

DEFINICIÓN.DE. Definición de cobre [en línea], [Revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://definicion.de/cobre/>

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA. Capítulo14.Hidrometalurgia. [en línea], [Revisado el 26 febrero 2018]. Disponible en internet: <http://metalurgia.usach.cl/sites/metalurgica/files/paginas/capitulo14.pdf>

DÍAZ CORTÉS, Gregorio Gabriel; Sánchez Nieto, José Luis Federico. Tesis, proceso de recuperación de cobre de los lodos anódicos provenientes de la electrólisis del cobre, en una refinería electrolítica. En: México D.C,1993.,

DIFRACCIÓN DE BRAGG. Teoría de los rayos. [en línea], [Revisado el 30 enero 2018]. Disponible en internet: [Xhttp://servicios.fis.puc.cl/rayosx/teoria.html](http://servicios.fis.puc.cl/rayosx/teoria.html)

DOMIC, Esteban. Hidrometalurgia: Fundamentos, procesos y aplicaciones. En: Andros Impresos, Chile, 2001.,

DU, Tianbao; VIJAYAKUMAR, Arun; DESAI, Vimal. Effect of hydrogen peroxide on oxidation of copper in CMP slurries containing glycine and Cu ions. Electrochimica Acta, 2004, vol. 49,

ECURED. Ácido nítrico. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: [https://www.ecured.cu/%C3%81cido\\_n%C3%ADtrico](https://www.ecured.cu/%C3%81cido_n%C3%ADtrico).

EHU. Difracción de rayos X en muestra policristalina [DRXP]. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/DRXP.htm>

EL TIEMPO. Sube chatarra para industria del cobre [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <http://www.eltiempo.com/archivo/documento/MAM-320798>.

ELECTROTECNIA. Intensidad de corriente eléctrica. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.etitudela.com/Electrotecnia/principiosdelaelectricidad/tema1.2/contenidos/01d569940f0a8ba01.html>

ENRIC MARTINEZ. Jornada de recubrimientos y tratamientos de superficies. Aplicaciones del recubrimiento de estaño en el sector ferroviario. BCN RAIL. [En línea], 1 de diciembre de 2009, [revisado 3 de septiembre de 2017]. Disponible en Internet:

[http://www.aias.es/pdf/Bcn%20Rail%20ponencias/Aplicaciones%20del%20recub.%20de%20esta%F1o%20en%20el%20sector%20ferroviario\\_NIQUELMART.pdf](http://www.aias.es/pdf/Bcn%20Rail%20ponencias/Aplicaciones%20del%20recub.%20de%20esta%F1o%20en%20el%20sector%20ferroviario_NIQUELMART.pdf)

ERMIRICH, Martin; OPPER, Detlef. XRD for the analyst. Getting acquainted with the principles. Second. PANalytical, 2013.

ESACADEMIC. Celda voltaica. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.esacademic.com/dic.nsf/eswiki/198286>

ESCUELA POLITECNICA DEL EJÉRCITO. Determinación del contenido de materia orgánica. . [En línea]. [Revisado 16 de Julio 2018]. Disponible en internet: <https://es.slideshare.net/tato762/determinacin-de-materia-orgnica-mtodo-por-calcinacin>.

EXPLORABLE. Muestreo no probabilístico. [En línea], [revisado 16 Julio 2018]. Disponible en internet: <https://explorable.com/es/muestreo-no-probabilistico>

FERNANDEZ CELIS, Jaime. Determinación experimental de la velocidad de sedimentación. España, 2014. p. 6

FERNÁNDEZ, Sósimo. Optimización del proceso de lixiviación clorurante en medio ácido oxidante de concentrados sulfurados de cobre. Tesis de maestría Lima, Perú: Universidad nacional mayor de San Marcos. Facultad de ingeniería geológica, minera, metalúrgica y geográfica. 2007.,

FOX, Marye Anne. Organic heterogeneous photocatalysis: chemical conversions sensitized by irradiated semiconductors. Accounts of Chemical Research, 1983, vol. 16, no 9, p. 314-321.

FRITSCH. Preparación de muestras. [en línea]. [Revisado el 23 enero 2018]. Disponible en internet: <http://www.fritsch.es/preparacion-de-muestras/molienda/molinos-planetarios/details/product/pulverisette-52-classic-line/>

GARZON, Gillermo. Fundamentos de química general. En: McGraw-Hill, segunda edición. 1989. p. 166

GEANKOPLIS, Christie J. Procesos de transporte y operaciones unitarias. Compañía Editorial Continental, 1998., p. 813.

GIL SOLANO, Julio. Tratamiento electroquímico para la remoción de metales pesados en residuos líquidos peligrosos generados en los laboratorios de docencia de la universidad del cauca. En: Colombia, 2012.p.3

GILAYMAN, J., & FARKAS, G. Galvanotecnia. Técnicas y procedimientos. En: Barcelona Eta, 1969. p 366

GUEVARA, Mejía Dilmer. Electrometalurgia. Universidad Alas Peruanas. Perú, 2013. p.2

HIGGINS, R. Engineering metallurgy Applied Physical Metallurgy. Vol I. Sexta edición. En: Londres, Gran Bretaña, 1993

HUANG, Ju-Sheng. Recovery of heavy metal fro scrap metal pickling wastewater by electrolysis. Pergamon, 1993

IDEAM. Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales, Identidad de la sustancia química ácido clorhídrico. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: <http://documentacion.ideam.gov.co/openbiblio/bvirtual/018903/Links/Guia2.pdf>

\_\_\_\_\_. Resolución No. 0062 [en línea], [revisado 16 noviembre 2017]. Disponible en internet: [http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Parte\\_1\\_Resolucion\\_0062\\_de\\_2007.pdf/6cd3555a-2bfc-403a-83ae-5f4fde24e5dc](http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Parte_1_Resolucion_0062_de_2007.pdf/6cd3555a-2bfc-403a-83ae-5f4fde24e5dc)

IMAZ, Molina. Aplicación de técnicas de electrodeposición mediante pulsos de corriente para la obtención de recubrimiento metálicos. Universidad de Barcelona. En: España, 2013.

INDEX MUNDI. Indicadores compilados por el Banco Mundial. Estaño precio mensual – Peso colombiano por Tonelada [en línea], [revisado 5 Septiembre 2017]. Disponible en Internet: <http://www.indexmundi.com/es/precios-de-mercado/?mercancia=estano&moneda=cop>

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Bogotá D.C., Colombia. 23 de julio de 2008.

\_\_\_\_\_. Referencias bibliográficas. Contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá D.C., Colombia. 23 de julio de 2008.

\_\_\_\_\_. Referencias documentales para fuentes de información electrónicas. NTC 4490. Bogotá D.C., Colombia. 28 de octubre de 1998.

\_\_\_\_\_. Guía para el muestro de lodos de aguas residuales y plantas de tratamiento de aguas. NTC-ISO5667-13 Bogotá D.C., Colombia. 22 de julio de 1998.

INSTITUTO TECNOLÓGICO GEOMINERO DE ESPAÑA. Minería química. [en línea]. [Revisado 27 de febrero 2018]. Disponible en internet: <https://books.google.com.co/books?id=29xW6aOhcXgC&pg=RA2-PR3&lpg=RA2-PR3&dq=agentes+lixiviantes+basicos&source=bl&ots=-uTgSWoLTa&sig=fgVHn3c3uiokjDutKE95xPyBKqM&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwiIs8n9ssXZAhVLnlkKHeHoDCIQ6AEIWDAF#v=onepage&q=agentes%20lixiviantes%20basicos&f=false>

INVESTIGANDO EL TRATAMIENTO DEL AGUA. Sedimentación. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: [http://cidta.usal.es/cursos/agua/modulos/Conceptos/uni\\_04/u5c3s1.htm](http://cidta.usal.es/cursos/agua/modulos/Conceptos/uni_04/u5c3s1.htm)

JESUS ARIZA, Maria. Comportamiento reológico de fluidos complejos. España, 2012.

JHA, Manis Kumar. Leaching studies for tin recovery from waste e-scrap. India, 2011

JUANG, Ruey-Shin; WANG, Shioh-Wen. Electrolytic recovery of binary metals and EDTA from strong complexed solutions. Water Research, 2000, vol. 34, no 12

KIM, Soo-kyung. Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride. Wuhan, China, 2016

LABORATORIO DE TÉCNICAS INSTRUMENTALES UVA. Espectrometría de Fluorescencia de rayos X. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://laboratoriotecnicasinstrumentales.es/analisis-quimicos/espectrometra-de-fluorescencia-de-rayos-x>

LAGUÍAQUÍMICA. Electroodos. En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/electroodos-quimica>

LENNTECH. Propiedades químicas de la plata-Efectos de la plata sobre la salud-Efectos ambientales de la plata [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/ag.htm>.

\_\_\_\_\_. Propiedades química del cobre- Efectos del cobre sobre la salud- efectos ambientales del cobre [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/cu.htm>

\_\_\_\_\_. Propiedades química del Estaño - Efectos del Estaño sobre la salud- efectos ambientales del Estaño [en línea], [revisado 15 Noviembre 2017]. Disponible en internet: <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/sn.htm>

LEVENSPIEL, O. Flujo de fluidos e intercambio de calor, edición en español, Ed. Reverté, España, 1993, pag. 17

LOIÁCONO, Rosa., et al. Eliminación de metales pesados de efluentes industriales por método electroquímico. Universidad Nacional de San Juan, 2005.

LÓPEZ, L. F. Ley de Faraday-Lenz. Instituto Senderos Azules. Buenos Aires, 2005. [En línea]. [Revisado 6 de junio 2018]. Disponible en internet: <http://www.ib.edu.ar/becaib/bib2007/LopezL.PDF>

LÓPEZ, Santiago.,; AYALA CARCEDO, F., Contaminación y depuración de suelos. Instituto Tecnológico geominero de España, 1995

LUZ, C. A., et al. Valorization of galvanic sludge in sulfoaluminate cement. En: Construction and Building Materials, 2009, vol. 23, no 2, p. 595-601.

MARCHANT LEON. Capacitación Incap. Área de procesos industriales. Santiago-Chile. 2003. P11

MARTÍNEZ CODINA, Gabriel. Nueva propuesta de dimensionamiento de perfiles de acero inoxidable conformados en frío mediante un coeficiente de reducción función de la esbeltez de la sección. 2014. Tesis de Licenciatura. Universidad Politécnica de Catalunya.

MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Decreto 4741 (30, Diciembre, 2005) por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.

MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y FUNDES COLOMBIA. Guía De Buenas Prácticas para el sector Galvanotecnia. Bogotá, DC, 2001

MINISTERIO DE MINERIA. Chancado. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <http://www.minmineria.gob.cl/glosario-minero-c/chancado/>

MUÑOZ SEBASTIAN. Conceptos de lixiviación de minerales. Procesos de lixiviación de minerales de cobre: LX. [en línea]. [Revisado 4 de marzo 2018]. Disponible en internet: [http://www.academia.edu/6896709/Conceptos\\_de\\_lixiviaci%C3%B3n\\_de\\_minerales](http://www.academia.edu/6896709/Conceptos_de_lixiviaci%C3%B3n_de_minerales)

MURILLO, Rivera. Diseño y construcción de un prototipo para evaluar y caracterizar la electroremediación de suelos contaminados con hidrocarburos. Universidad Autónoma Metropolitana. En: México, 2006

NIÑO, G. E. A., Barrera, C. A. C. La electrocoagulación como un tratamiento eficiente para la remoción de metales pesados presentes en aguas residuales. Revista Facultad de Ciencias Básicas [En línea], [Revisado 7 de junio 2018], Disponible en internet: <http://revistas.unimilitar.edu.co/index.php/rfcb/article/view/389>

OLAF A, HOUGEN, KENNETH M. Principios de los procesos químicos. Editorial Reverte S.A. España Barcelona. 1982.

ORDUÑO, Oralía. Adsorción del complejo Tiourea-Plata en la Resina de Intercambio Iónico Diphonix. Tesis de maestría Hermosillo, Sonora: Universidad de Sonora. Departamento de ingeniería química y metalurgia. 1999

OSTRAKHOVITCH, Elena A. Chapter 56–Tin. Handbook on the toxicology of metals, 2015, vol. 2, p. 1241-1285

PASATUSRAMOS. Potencial eléctrico. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet: <https://pasatusramos.net/ciencias/fisica/potencial-electrico/>

PEREZ, Eduardo. Estudio de la lixiviación ácida a escala laboratorio del mineral cupro-uranífero luz del cobre. 1970 [En línea]. [Revisado 18 de mayo 2018]. Disponible en internet: <http://www.bidi.uson.mx/TesisIndice.aspx?tesis=3191>

PÉREZ MACIAS, Jhon Henry. Obtención de polvos de cinc por vía electrolítica. Universidad del valle. En: Colombia, 2011

PEREZ-VILLAREJO. L., et al. Valorization and inertization of galvanic sludge waste in clay bricks. En: Applied Clay Science. España, 2015. vol. 105, p. 89-99.

PEREZ ZUÑIGA, María Helena. Tratamiento de lodos residuales procedentes de plantas de tratamiento de aguas residuales mediante procesos electroquímicos para la disminución de metales pesados (PB). Universidad politécnica salesiana. En: Ecuador, 2016.

PIZARRO, C. O. M., & Dávila, A. A. C. Espectrometría de fluorescencia de rayos x. En: Universidad Autónoma de Chihuahua, 2009. p 2

QUIMINET. Qué es la reología. [En línea], [Revisado el 17 de mayo 2018]. Disponible en internet: <https://www.quiminet.com/articulos/que-es-la-reologia-33383.htm>

RAMIREZ, MARTINEZ. Lixiviación de minerales por agitación y percolación. Bucaramanga. 2014.

RANITOVIC, M. Hydrometallurgical recovery of tin and lead from waste printed circuit boards (WPCBs): Limitations and opportunities. Scientific paper, 2012.

REDULA. Reología: Conceptos básicos. [en línea], [Revisado el 20 de mayo 2018]. Disponible en internet:  
<http://www.webdelprofesor.ula.ve/ingenieria/mabel/materias/sistemdispersos/Reologia.pdf>

REVISTA SEMANA. Colombia está inundada de residuos peligrosos. [en línea], 7 de Marzo de 2017, [revisado 17 de Noviembre de 2017]. Disponible en Internet:  
<http://sostenibilidad.semana.com/medio-ambiente/articulo/residuos-peligrosos-en-colombia-un-grave-problema/37263>

REYES J. & QUIROA W. Ley de Beer-Lambert. Curvas de calibración y método estadístico de mínimos cuadrados. 2012.

ROMERO ROJAS, Jairo Alberto. Tratamiento de aguas residuales, teoría y principios de diseño. En: Escuela Colombiana de ingeniería, Colombia, 2008., p. 17-23.

ROSSINI, BERNARDES. Galvanic sludge metals recovery by pyrometallurgical and hydrometallurgical treatment. Brasil, 2005

RODRIGUEZ, Jaime. Curso de capacitación. Fundamentos generales de la lixiviación y variables que influyen en la operación. 2003.

SABELOTODO. Galvanotecnia. [En línea], [Revisado 25 Junio del 2018]. Disponible en internet:  
<http://www.sabelotodo.org/electrotecnia/galvanotecnia/galvanotecnia.html>

SEPULVEDA GUTIERREZ. Agentes Lixiviantes. [en línea]. [Revisado 26 de febrero 2018]. Disponible en internet:  
<https://es.scribd.com/doc/266464406/Agentes-Lixiviantes>

SERVICIOS CENTRALES DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN. Unidad Difracción de Rx. [en línea], [revisado 14 Septiembre 2017]. Disponible en internet:  
<http://www.scai.uma.es/servicios/aqcm/drx/drx.html>

SLIDESHARE. Definición de materiales aglomerantes. [en línea]. [Revisado el 23 enero 2018]. Disponible en internet: <https://es.slideshare.net/JuanLeon14/1-definicin-de-materiales-aglomerantes>

SU, Zijian, et al. Extraction and Separation of Tin from Tin-Bearing Secondary Resources: A Review. JOM, 2017, vol. 69, no 11, p. 2364-2372.

SUAREZ, Inés & GÓMEZ, William. Residuos peligrosos en Colombia. Seminario internacional gestión integral de residuos sólidos y peligrosos, siglo XXI. p., 2. [en línea], [revisado 17 de Noviembre de 2017]. Disponible en Internet: <http://www.bvsde.paho.org/bvsacd/acodal/xvi.pdf>

STEFANOWICZ, Tadeusz. Tin recovery from an electroplating sludge. Elsevier Science Publishers B.V. En: Polonia, 1991.

STEPANOV, Sergei, et al. Efficiency of Use of Galvanic Sludge in Cement Systems. En: Procedia Engineering, 2016, vol. 165, p. 1112-1117.

TAPIA, Julieta. Tesis, diseño e implementación de sistemas para la recuperación de oro en solución por cementación y electrólisis, a escala de laboratorio. En: Escuela Politécnica Nacional, Quito. 2013.

TREYBAL, Robert E., et al. Operaciones de transferencia de masa. En: McGraw Hill, México, 1988., p. 265.

UDLAP. Teoría de diseño de experimentos. [En línea]. [Revisado 22 Julio del 2018]. Disponible en internet: [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lem/salvador\\_s\\_g/capitulo4.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lem/salvador_s_g/capitulo4.pdf)

UNIVERSIDAD DE ALICANTE. Espectroscopia de fluorescencia de rayos X. [en línea]. [Revisado 23 enero 2018]. Disponible en internet: <https://sstti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/espectroscopia-de-fluorescencia-de-rayos-x.html>

UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA. Electroquímica y medio ambiente. [en línea]. [revisado 20 Agosto 2017]. Disponible en Internet: Disponible en Internet: [http://docencia.udea.edu.co/cen/electroquimicall/tratamiento/tratamiento\\_contaminantes.pdf](http://docencia.udea.edu.co/cen/electroquimicall/tratamiento/tratamiento_contaminantes.pdf)

UNIVERSIDAD DE SEVILLA. Equipos de fluorescencia de rayos X (AXIOS, EAGLEIII, FISCHER SCOPE y S2PICOFOX). [en línea]. [Revisado el 23 enero 2018]. Disponible en internet: <https://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx/servicios>

VÁZQUEZ CAMPOS. Lixiviación microbiana. Universidad de Vigo. España. 2005.

VÁZQUEZ, Blanca Rosa. Lixiviación a presión en hidrometalurgia. Universidad de Sonora. 1985. [en línea]. [Revisado 2 de marzo 2018]. Disponible en internet: <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/6716/Capitulo2.pdf>

VÁZQUEZ, Mario.; HERNÁNDEZ Luis, F. Electroremediación: Una técnica electroquímica de interés ambiental. En: Innovación, 2003, vol. 15, no 1, p. 45-51.

WANG, Zhike; GUO, Su; YE, Cunling. Leaching of copper from metal powders mechanically separated from waste printed circuit boards in chloride media using hydrogen peroxide as oxidant. Procedia Environmental Sciences, 2016, vol. 31, p. 917-924.

YANG, Tianzu. Reoveery of tin metal powders of waste printed circuit boards. ElSevier. En: China, 2017

ZARATE ROMANO, Victoria. Estudios de sedimentación de lodos secundarios de plantas de tratamientos de aguas residuales municipales del estado de nuevo león. México, 1995. p. 28

## **ANEXOS**

## ANEXO 1.

### LISTA DE RESIDUOS O DESECHOS PELIGROSOS POR PROCESOS O ACTIVIDADES

- Y1 Desechos clínicos resultantes de la atención médica prestada en hospitales, centros médicos y clínicas.
- Y2 Desechos resultantes de la producción y preparación de productos farmacéuticos.
- Y3 Desechos de medicamentos y productos farmacéuticos.
- Y4 Desechos resultantes de la producción, la preparación y la utilización de biocidas y productos Fito farmacéuticos.
- Y5 Desechos resultantes de la fabricación, preparación y utilización de productos químicos para la preservación de la madera.
- Y6 Desechos resultantes de la producción, la preparación y la utilización de disolventes orgánicos.
- Y7 Desechos que contengan cianuros, resultantes del tratamiento térmico y las operaciones de temple.
- Y8 Desechos de aceites minerales no aptos para el uso a que estaban destinados.
- Y9 Mezclas y emulsiones de desechos de aceite y agua o de hidrocarburos y agua.
- Y10 Sustancias y artículos de desecho que contengan, o estén contaminados por, bifenilos policlorados (PCB), terfenilos policlorados (PCT) o bifenilos polibromados (PBB).
- Y11 Residuos alquitranados resultantes de la refinación, destilación o cualquier otro tratamiento pirolítico.
- Y12 Desechos resultantes de la producción, preparación y utilización de tintas, colorantes, pigmentos, pinturas, lacas o barnices.
- Y13 Desechos resultantes de la producción, preparación y utilización de resinas, látex, plastificantes o colas y adhesivos.
- Y14 Sustancias químicas de desecho, no identificadas o nuevas, resultantes de la investigación y el desarrollo o de las actividades de enseñanza y cuyos efectos en el ser humano o el medio ambiente no se conozcan.
- Y15 Desechos de carácter explosivo que no estén sometidos a una legislación diferente.
- Y16 Desechos resultantes de la producción; preparación y utilización de productos químicos y materiales para fines fotográficos.
- Y17 Desechos resultantes del tratamiento de superficie de metales y plásticos.
- Y18 Residuos resultantes de las operaciones de eliminación de desechos industriales.
- Desechos que tengan como constituyentes:
- Y19 Metales carbonilos.
- Y20 Berilio, compuestos de berilio
- Y21 Compuestos de cromo hexavalente.
- Y22 Compuestos de cobre.

Y23 Compuestos de zinc.  
Y24 Arsénico, compuestos de arsénico.  
Y25 Selenio, compuestos de selenio.  
Y26 Cadmio, compuestos de cadmio.  
Y27 Antimonio, compuestos de antimonio.  
Y28 Telurio, compuestos de telurio.  
Y29 Mercurio, compuestos de mercurio.  
Y30 Talio, compuestos de talio.  
Y31 Plomo, compuestos de plomo.  
Y32 Compuestos inorgánicos de flúor, con exclusión del fluoruro cálcico  
Y33 Cianuros inorgánicos.  
Y34 Soluciones ácidas o ácidos en forma sólida.  
Y35 Soluciones básicas o bases en forma sólida.  
Y36 Asbesto (polvo y fibras).  
Y37 Compuestos orgánicos de fósforo.  
Y38 Cianuros orgánicos.  
Y39 Fenoles, compuestos fenólicos, con inclusión de clorofenoles.  
Y40 Eteres.  
Y41 Solvent  
Es orgánicos halogenados.  
Y42 Disolventes orgánicos, con exclusión de disolventes halogenados.  
Y43 Cualquier sustancia del grupo de los dibenzofuranos policlorados.  
Y44 Cualquier sustancia del grupo de las dibenzoparadioxinas policloradas.  
Y45 Compuestos organohalogenados, que no sean las sustancias mencionadas en el presente anexo (por ejemplo, Y39, Y41, Y42, Y43, Y44).

## ANEXO 2.

### RESIDUOS O DESECHOS PELIGROSOS POR CORRIENTES DE RESIDUOS

Los residuos o desechos enumerados en este anexo están caracterizados como peligrosos y su inclusión en este anexo no obsta para que se use el Anexo III para demostrar que un residuo o desecho no es peligroso.

Cuando en el siguiente listado se haga alusión a la Lista B, los usuarios deberán remitirse al Anexo IX o Lista B de la Ley 253 de 1996.

A1 Desechos metálicos o que contengan metales

A1010 Desechos metálicos y desechos que contengan aleaciones de cualquiera de las sustancias siguientes:

- Antimonio.
- Arsénico.
- Berilio.
- Cadmio.
- Plomo.
- Mercurio.
- Selenio.
- Telurio.
- Talio.

Pero excluidos los desechos que figuran específicamente en la lista B.

A1020 Desechos que tengan como constituyentes o contaminantes, excluidos los desechos de metal en forma masiva, cualquiera de las sustancias siguientes:

- Antimonio; compuestos de antimonio.
- Berilio; compuestos de berilio.
- Cadmio; compuestos de cadmio.
- Plomo; compuestos de plomo.
- Selenio; compuestos de selenio.
- Telurio; compuestos de telurio

A1030 Desechos que tengan como constituyentes o contaminantes cualquiera de las sustancias siguientes:

- Arsénico; compuestos de arsénico.
- Mercurio; compuestos de mercurio.
- Talio; compuestos de talio.

A1040 Desechos que tengan como constituyentes:

Carbonilos de metal Compuestos de cromo hexavalente.

A1050 Lodos galvánicos.

A1060 Líquidos de desecho del decapaje de metales.

A1070 Residuos de lixiviación del tratamiento del zinc, polvos y lodos como jarosita, hematites, etc.

A1080 Residuos de desechos de zinc no incluidos en la lista B, que contengan plomo y cadmio en concentraciones tales que presenten características del Anexo III.

A1090 Cenizas de la incineración de cables de cobre recubiertos.< /o:p>

A1100 Polvos y residuos de los sistemas de depuración de gases de las fundiciones de cobre.

A1110 Soluciones electrolíticas usadas de las operaciones de refinación y extracción electrolítica del cobre.

A1120 Lodos residuales, excluidos los fangos anódicos, de los sistemas de depuración electrolítica de las operaciones de refinación y extracción electrolítica del cobre.

A1130 Soluciones de ácidos para grabar usadas que contengan cobre disuelto.

A1140 Desechos de catalizadores de cloruro cúprico y cianuro de cobre.

A1150 Cenizas de metales preciosos procedentes de la incineración de circuitos impresos no incluidos en la lista B3.

A1160 Acumuladores de plomo de desecho, enteros o triturados.

A1170 Acumuladores de desecho sin seleccionar excluidas mezclas de acumuladores sólo de la lista B. Los acumuladores de desecho no incluidos en la lista B que contengan constituyentes del Anexo I en tal grado que los conviertan en peligrosos.

A1180 Montajes eléctricos y electrónicos de desecho o restos de estos<sup>4</sup> que contengan componentes como acumuladores y otras baterías incluidos en la lista A, interruptores de mercurio, vidrios de tubos de rayos catódicos y otros vidrios activados y capacitadores de PCB, o contaminados con constituyentes del Anexo I (por ejemplo, cadmio, mercurio, plomo, bifenilo policlorado) en tal grado que posean alguna de las características del Anexo III (véase la entrada correspondiente en la lista B B1110)<sup>5</sup>.

A2 Desechos que contengan principalmente constituyentes inorgánicos, que puedan contener metales o materia orgánica

A2010 Desechos de vidrio de tubos de rayos catódicos y otros vidrios activados.

A2020 Desechos de compuestos inorgánicos de flúor en forma de líquidos o lodos, pero excluidos los desechos de ese tipo especificados en la lista B.

A2030 Desechos de catalizadores, pero excluidos los desechos de este tipo especificados en la lista B.

A2040 Yeso de desecho procedente de procesos de la industria química, si contiene constituyentes del Anexo I en tal grado que presenten una característica peligrosa del Anexo III (véase la entrada correspondiente en la lista B B2080).

A2050 Desechos de amianto (polvo y fibras).

A2060 Cenizas volantes de centrales eléctricas de carbón que contengan sustancias del Anexo I en concentraciones tales que presenten características del Anexo III (véase la entrada correspondiente en la lista B B2050).

A3 Desechos que contengan principalmente constituyentes orgánicos, que puedan contener metales y materia inorgánica

A3010 Desechos resultantes de la producción o el tratamiento de coque de petróleo y asfalto.

A3020 Aceites minerales de desecho no aptos para el uso al que estaban destinados.

A3030 Desechos que contengan, estén integrados o estén contaminados por lodos de compuestos antidetonantes con plomo.

A3040 Desechos de líquidos térmicos (transferencia de calor).

A3050 Desechos resultantes de la producción, preparación y utilización de resinas, látex, plastificantes o colas/adhesivos excepto los desechos especificados en la lista B (véase el apartado correspondiente en la lista B B4020).

A3060 Nitrocelulosa de desecho.

A3070 Desechos de fenoles, compuestos fenólicos, incluido el clorofenol en forma de líquido o de lodo.

A3080 Desechos de éteres excepto los especificados en la lista B.

A3090 Desechos de cuero en forma de polvo, cenizas, lodos y harinas que contengan compuestos de plomo hexavalente o biocidas (véase el apartado correspondiente en la lista B B3100).

A3100 Raeduras y otros desechos del cuero o de cuero regenerado que no sirvan para la fabricación de artículos de cuero, que contengan compuestos de cromo hexavalente o biocidas (véase el apartado correspondiente en la lista B B3090).

A3110 Desechos del curtido de pieles que contengan compuestos de cromo hexavalente o biocidas o sustancias infecciosas (véase el apartado correspondiente en la lista B B3110).

A3120 Pelusas - fragmentos ligeros resultantes del desmenuzamiento.

A3130 Desechos de compuestos de fósforo orgánicos.

A3140 Desechos de disolventes orgánicos no halogenados pero con exclusión de los desechos especificados en la lista B.

A3150 Desechos de disolventes orgánicos halogenados.

A3160 Desechos resultantes de residuos no acuosos de destilación halogenados o no halogenados derivados de operaciones de recuperación de disolventes orgánicos.

A3170 Desechos resultantes de la producción de hidrocarburos halogenados alifáticos (tales como clorometano, dicloroetano, cloruro de vinilo, cloruro de alilo y epicloridrina).

A3180 Desechos, sustancias y artículos que contienen, consisten o están contaminados con bifenilo policlorado (PCB), terfenilo policlorado (PCT), naftaleno policlorado (PCN) o bifenilo polibromado (PBB), o cualquier otro compuesto polibromado análogo, con una concentración igual o superior a 50 mg/kg.

A3190 Desechos de residuos alquitranados (con exclusión de los cementos asfálticos) resultantes de la refinación, destilación o cualquier otro tratamiento pirolítico de materiales orgánicos.

A3200 Material bituminoso (desechos de asfalto) con contenido de alquitrán resultantes de la construcción y el mantenimiento de carreteras (obsérvese el artículo correspondiente B2130 de la lista B).

A4 Desechos que pueden contener constituyentes inorgánicos u orgánicos

A4010 Desechos resultantes de la producción, preparación y utilización de productos farmacéuticos, pero con exclusión de los desechos especificados en la lista B.

A4020 Desechos clínicos y afines; es decir, desechos resultantes de prácticas médicas, de enfermería, dentales, veterinarias o actividades similares, y desechos

generados en hospitales u otras instalaciones durante actividades de investigación o el tratamiento de pacientes, o de proyectos de investigación.

A4030 Desechos resultantes de la producción, la preparación y la utilización de biocidas y productos fitofarmacéuticos, con inclusión de desechos de plaguicidas y herbicidas que no respondan a las especificaciones, caducados<sup>7</sup>, en desuso<sup>8</sup> o no aptos para el uso previsto originalmente.

A4040 Desechos resultantes de la fabricación, preparación y utilización de productos químicos para la preservación de la madera<sup>9</sup>.

A4050 Desechos que contienen, consisten o están contaminados con algunos de los productos siguientes:

¿Cianuros inorgánicos, con excepción de residuos que contienen metales preciosos, en forma sólida, con trazas de cianuros inorgánicos?

¿Cianuros orgánicos?

A4060 Desechos de mezclas y emulsiones de aceite y agua o de hidrocarburos y agua.

A4070 Desechos resultantes de la producción, preparación y utilización de tintas, colorantes, pigmentos, pinturas, lacas o barnices, con exclusión de los desechos especificados en la lista B (véase el apartado correspondiente de la lista B B4010).

A4080 Desechos de carácter explosivo (pero con exclusión de los desechos especificados en la lista B).

A4090 Desechos de soluciones ácidas o básicas, distintas de las especificadas en el apartado correspondiente de la lista B (véase el apartado correspondiente de la lista B B2120).

A4100 Desechos resultantes de la utilización de dispositivos de control de la contaminación industrial para la depuración de los gases industriales, pero con exclusión de los desechos especificados en la lista B.

A4110 Desechos que contienen, consisten o están contaminados con algunos de los productos siguientes:

¿Cualquier sustancia del grupo de los dibenzofuranos policlorados?

¿Cualquier sustancia del grupo de las dibenzodioxinas policloradas?

A4120 Desechos que contienen, consisten o están contaminados con peróxidos

A4130 Envases y contenedores de desechos que contienen sustancias incluidas en el Anexo I, en concentraciones suficientes como para mostrar las características peligrosas del Anexo III.

A4140 Desechos consistentes o que contienen productos químicos que no responden a las especificaciones o caducados<sup>10</sup> correspondientes a las categorías del anexo I, y que muestran las características peligrosas del Anexo III.

A4150 Sustancias químicas de desecho, no identificadas o nuevas, resultantes de la investigación y el desarrollo o de las actividades de enseñanza y cuyos efectos en el ser humano o el medio ambiente no se conozcan.

A4160 Carbono activado consumido no incluido en la lista B (véase el correspondiente apartado de la lista B B2060).

## **ANEXO 3.**

### **PROTOCOLO DE MUESTREO**

#### **OBJETIVO**

Obtener una muestra representativa del lodo residual generado en los baños de estaño de una empresa galvánica del sector de Fontibón.

#### **PASO A PASO**

##### **1. Determinar ubicación del muestreo**

La empresa seleccionada para realizar el muestreo de los lodos posee tanques donde se encuentran almacenados los residuos, en estos se puede observar que residuo es principalmente un combinación de lodos provenientes de cada parte del proceso de recubrimiento de piezas metálicas (para el caso del estaño, los lodos provienen directamente de los baños de estaño), en este tanque son mezclados y llegan a permanecer aproximadamente un año a temperatura ambiente.

A partir de la resolución 0062 de 2007, se determina que el almacenamiento en tanques es apropiado pues estos usualmente se usan para contener líquidos (de una o diferentes fases), fangos o lodos, estos últimos representan el caso de los residuos generados en esta empresa, la resolución, adicionalmente indica que cuando el muestreo proviene de un tanque, se debe considerar adquirir una cantidad suficiente de muestras de diferentes sitios teniendo en cuenta la profundidad para representar adecuadamente el contenido total del tanque.

##### **2. Elaboración de etiquetas y formatos**

Todas las muestras deben ser perfectamente identificadas en el momento de ser recolectadas, por esta razón, cada una debe contener una ficha o etiqueta donde se debe tener en consideración la siguiente información:

- Nombre de la planta
- Sitio de muestreo (esta descripción debe ser lo suficientemente completa para permitir que otra persona encuentre el sitio exacto sin orientación adicional)
- Fecha y hora de recolección de las muestras.
- Nombre del recolector de muestras
- Condiciones meteorológicas en el momento del muestreo.
- Apariencia de la muestra.
- Información sobre cualquier técnica de conservación usada
- Información sobre cualquier requisito específico de almacenamiento de la muestra (por ejemplo mantenerse refrigerada)

Además de esta información, es necesario considerar algunos parámetros que se pueden tomar in situ, para esto se realiza un formato de registro donde se evidencien toda la información obtenida en el lugar del muestreo, las etiquetas y dicho formato, se pueden encontrar en los Anexos A y B respectivamente.

### **3. Identificación del tipo de desecho o medio a ser muestreado**

Las características físicas del residuo afectan directamente varios aspectos del muestreo, por esta razón es importante identificar el tipo de desecho antes de realizar la compra de cualquier material para el muestreo, estas características influyen en aspectos como:

- Volumen de material requerido
- Dispositivos apropiados para el muestreo
- Tipos de contenedores para almacenar las muestras.

### **4. Selección del tipo de contenedor adecuado para preservar la muestra**

Para la selección del contenedor más adecuado se tiene en cuenta la Norma NTC-ISO 5667-13, el cual reglamenta que los contenedores plásticos como polietileno, polipropileno, policarbonato son los más adecuados para residuos sólidos o pastosos (lodos), ya que son los más compatibles con el estado físico, y sus características como resistencia, volumen y volumen; estos deben tener tapa de seguridad y sellos de seguridad para prevenir la pérdida o contaminación de la muestra.

### **5. Preparación de utensilios y equipo de muestreo**

Es importante antes de la realización del muestreo tener a la mano todos los utensilios y equipos de muestreo, para llevar a cabo el proceso lo más eficiente, los utensilios y equipos utilizados durante este proceso se muestran en el Anexo C.

### **6. Preparación de los contenedores para el muestreo**

Para realizar cada muestreo todo contenedor debe estar perfectamente limpio, esta limpieza se debe realizar haciendo uso de alcohol o agua desionizada con el fin de eliminar impurezas que puedan contaminar la muestra, además, es necesario determinar las dimensiones del contenedor para evaluar la cantidad de muestra a recolectar.

### **7. Realizar muestreo de lodos**

En el contexto de muestreo de desechos existen dos categorías de diseño de muestreo:

- Muestreo probabilístico.
- Muestreo autoritativo (no probabilístico)

Como se ha mencionado anteriormente, el muestreo probabilístico se refiere a diseños de muestreo en los cuales todas las partes del desecho tienen una probabilidad de estar incluidas en la muestra final; es por esta razón que se ha determinado apropiado el uso de este tipo de muestreo, además, este se divide en a su vez en varios tipos de diseño probabilístico, en este podemos destacar el Muestreo Aleatorio estratificado pues tiene en cuenta la profundidad a la cual se realizará el muestreo permitiendo obtener una muestra que sea representativa para el total del residuo.

#### **8. Sellar el contenedor**

Es necesario que todo contenedor debe estar debidamente sellado, para prevenir pérdida del material o contaminación del mismo. Se recomienda usar bandas de seguridad.

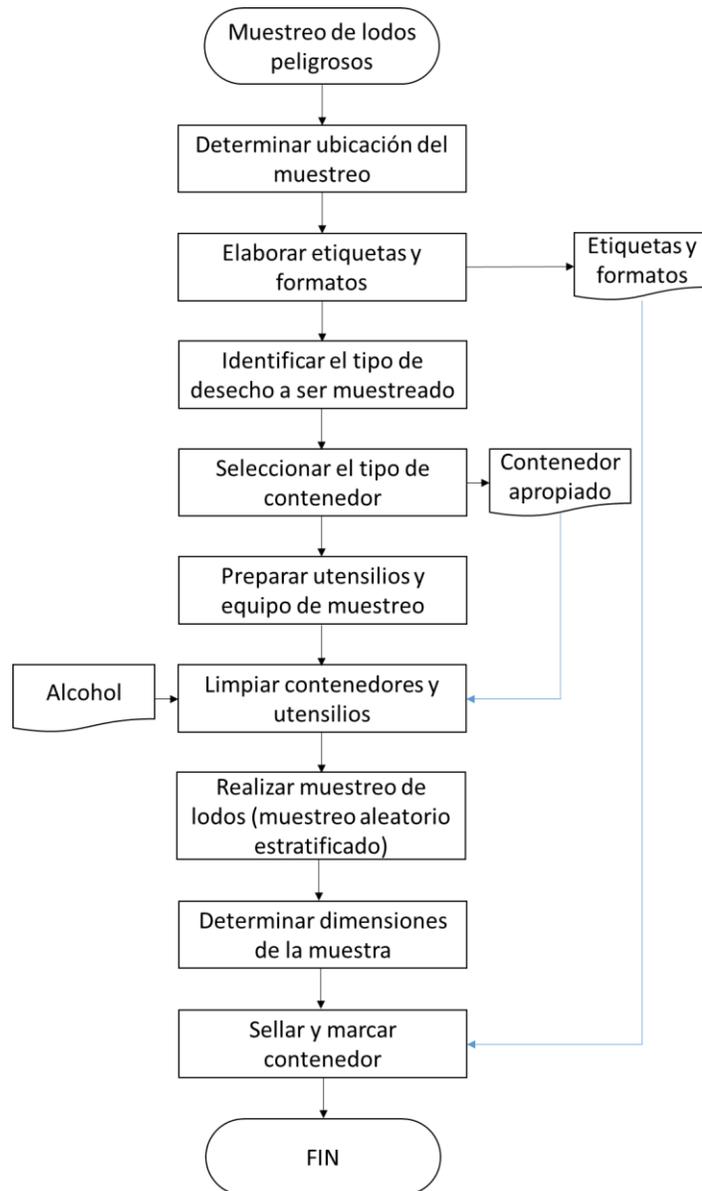
#### **9. Determinar las dimensiones de la muestra**

Una vez realizado el muestreo es importante determinar algunas características de la muestra obtenida, en el contenedor podemos observar una parte líquida en la zona superior y el lodo en la parte inferior, para determinar la cantidad de cada una de las fases se deben tomar medidas de la profundidad del residuo y calcular el volumen del desecho.

#### **10. Anotar la información necesaria y marcar el contenedor.**

Al finalizar el muestreo es necesario tener los registros de información del mismo según las normas establecidas anteriormente. Además, es importante que cada muestra obtenida sea debidamente identificada y rotulada para prevenir confusiones.

## DIAGRAMA DE FLUJO



## FORMATO DE ETIQUETAS

Nombre de la planta			Fecha:	
			Hora:	
Numero de muestra		Nombre de la persona encargada del muestreo		
Sitio del muestreo				
Condiciones Meteorológicas				
Apariencia			Requisito de almacenamiento	
Técnica de Conservación				

## LISTA DE CHEQUEO DE MATERIALES

<b>IMPLEMENTOS</b>	
<b>Equipo personal</b>	
Botas	
Equipos de protección (bata)	
Máscaras o tapa bocas	
Guantes	
<b>Equipos de medición en campo</b>	
Medidores de pH	
<b>Equipos de almacenamientos</b>	
Tapas	
Contenedores	
<b>Equipos de muestreo</b>	
Espátula plástica	
Implementos de descontaminación	
<b>Implementos de oficina</b>	
Etiquetas de muestra	
Formato de toma de datos	
Cuadernos de apuntes	
Esferos	

## ANEXO 4.

### PROTOCOLO CARACTERIZACIÓN DEL LODO RESIDUAL

#### OBJETIVO

Conocer la composición del lodo residual por medio de la técnica de Fluorescencia de rayos X siguiendo las instrucciones dadas por la empresa Alpha1 S.A.S para cada uno de los procesos empleados

#### PASO A PASO

##### 1. Preparación de utensilios y equipos

Para la caracterización del residuo es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

<b>IMPLEMENTOS</b>	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	
Equipos de protección (bata)	
Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
Cofias o gorro	
<b>Equipos de medición</b>	
pH-metro	
Estufa	
Molino	
Prensa Hidráulica	
Mufla	
<b>Material de laboratorio</b>	
Crisoles	
Capsulas de porcelana	
Bolsa plástica	
Espátula	
Molinos de bolas planetario (Wolframio)	
Tamiz malla 200	
<b>Reactivos</b>	
Agua desionizada	
Lodo galvánico	
Aglomerante (C <sub>38</sub> H <sub>76</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	

Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	
Cuaderno de apuntes	
Esferos	
Cámara fotográfica	

## 2. Identificación de la muestra

Se registra la muestra al sistema para ser identificada, de igual modo se determina el estado físico en el que se encuentra

## 3. Determinación del pH

Para la determinación del pH se realiza in-situ, en un beaker de 100 mL adicionar 30 g del lodo residual previamente homogenizado, sumergir el pH-metro y esperar 2 min, repetir el procedimiento y tomar el pH.

## 4. Secado de la muestra

Encender la estufa y configurar la temperatura a 110°C, simultáneamente pesar dos capsulas de porcelana vacías, adicionar 100 g del lodo residual en cada una y tomar el peso de las capsulas más muestra, una vez alcanzada la temperatura introducir las capsulas y cada 30 min tomar sus pesos, cuando se halla obtenido una variación menor a 1 g en los pesos de la muestra apagar la estufa y dejar enfriar.

## 5. Proceso de cuarteo

Se procede a realizar el cuarteo, con el fin de obtener una muestra representativa, para ello se lleva a cabo la técnica establecida por la empresa, sin embargo, se encuentra que tiene similitud con la norma NTC-ISO 5667-13 “Guía para el muestreo de lodos de aguas residuales y plantas de tratamiento de aguas” y la Resolución N° 0062 del Instituto de Hidrología, Metrología y Estudios Ambientales –IDEAM- “Por la cual se adoptan los protocolos de muestreo y análisis de laboratorio para la caracterización fisicoquímica de los residuos o desechos peligrosos en el país” ; el proceso realizado se detalla a continuación:

- Descargar la muestra sobre el plástico en una superficie amplia.  
Mezclar con ayuda de una cuchara o espátula, desde los bordes hasta el entro formando un cono (repetir 3 veces)
- Extender el cono y formar un círculo con una altura no mayor a 1cm usando una espátula.

- Trazar una cuadrícula sobre la muestra distribuida en partes iguales. De las partes formadas, se debe remover dos que estén diagonalmente opuestas.
- Extraer de cada una de las partes resultantes una cantidad igual de material con una cuchara, se debe tener en cuenta que las partes contenidas en el fondo deben estar incluidas.

#### 6. Reducción de tamaño

Una vez obtenida la muestra representativa, con ayuda de un molino marca Fritsch, modelo PULVERISETTE 5/2, se procede a reducir el tamaño de partícula; este equipo cuenta con molinos de bolas planetario, hechas de diferentes materiales para evitar la contaminación de las muestras debido al desgaste que se puede presentar con el paso del tiempo, para el caso se utilizaron molinos de carburo de tungsteno o también conocidos como Wolframio, a partir de estos se obtienen tamaños de partículas  $<1\mu\text{m}$ .

En una balanza analítica pesar 50 g del lodo residual previamente seco y adicionar al molino de bolas planetario, configurar el molino a 400 rpm y con un tiempo de 3 min, dar inicio a la molienda, una vez finalizado la moliendo pasar la muestra por un tamiz malla 200 para separar las partículas que no cumplen con el rango establecido.

#### 7. Elaboración de pastilla

Para fabricar la pastilla, el cual será leído por el equipo de fluorescencia de rayos X, se hace uso de un aglomerante, en este caso cera de formula molecular  $\text{C}_{38}\text{H}_{76}\text{N}_2\text{O}_2$ , con el fin de que las partículas de la muestra se adhieran fácilmente y a su vez se pueda moldear con facilidad, dicho lo anterior, en un recipiente adicionar 0.8 gramos de cera y 8 gramos de muestra, mezclar durante 1 minuto hasta obtener una muestra totalmente homogénea, finalmente, llevar la muestra a una prensadora hidráulica marca Herzog, modelo TP-20P y someter la muestra a una presión de 100 kN durante 20 segundos.

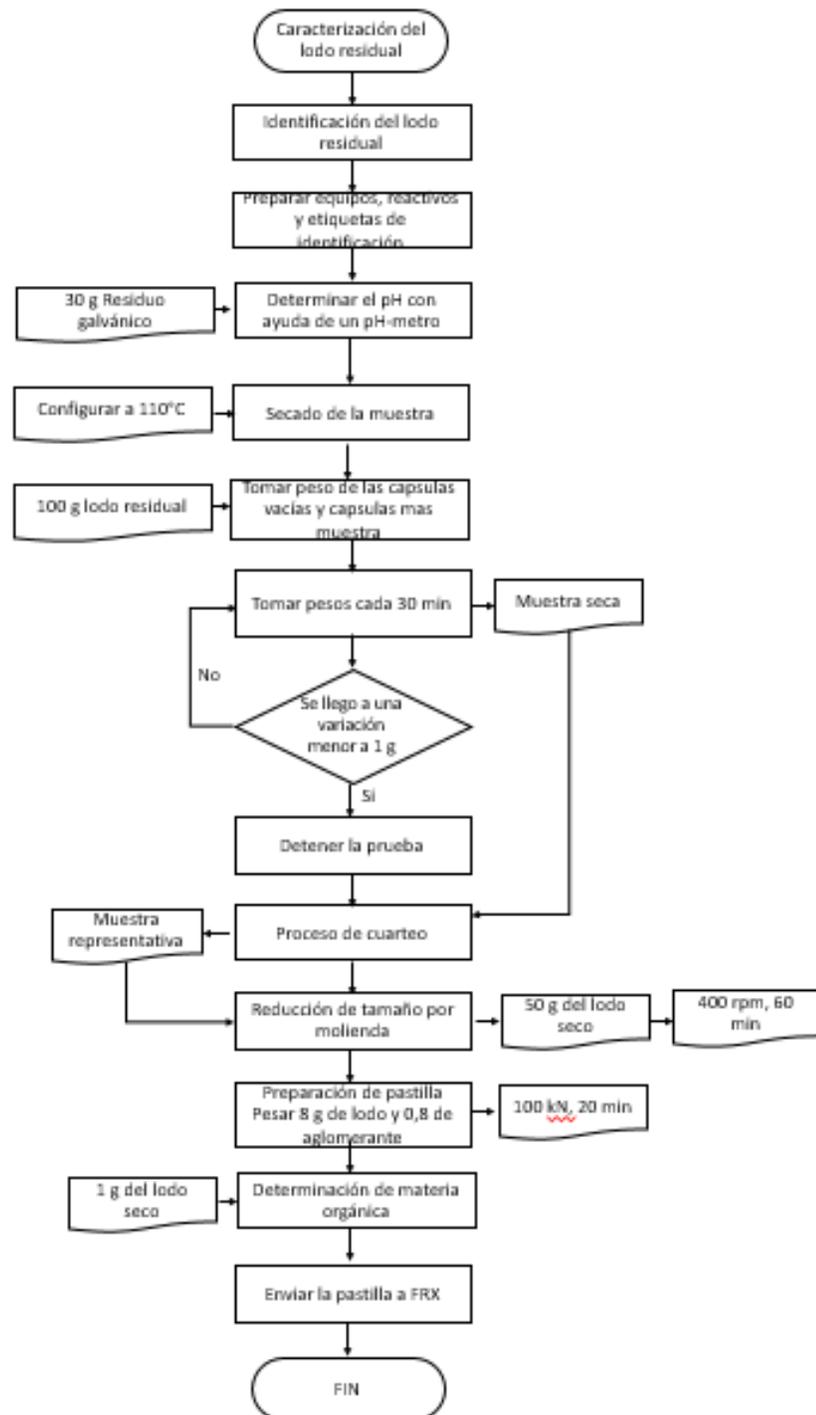
#### 8. Determinación de materia orgánica.

Se realiza el análisis de materia orgánica, el cual consiste en someter la muestra a altas temperaturas para eliminar cualquier materia orgánica presente. Para determinar este análisis se pesa dos crisoles vacíos en una balanza analítica, agregar 1 g de muestra en cada crisol y tomar los pesos, llevar los crisoles más muestra a una mufla marca B&M modelo MBT7.500, programar la mufla 1 hora con una temperatura de  $1000^\circ\text{C}$ . Una vez finalizado el tiempo sacar los crisoles, dejar enfriar durante 10 min y tomar sus pesos.

#### 9. Análisis de Fluorescencia de rayos X

Una vez realizada la pastilla será llevada a la empresa Alpha1 S.A.S para hacer la caracterización del lodo residual.

## DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO



## FORMATO TOMA DE DATOS

- Tabla de datos para determinación de pH

Muestra	pH	Promedio	Desviación estándar

- Tabla de datos para la determinación de humedad

Identificación	Peso de crisol vacío (g)	Peso de crisol más muestra (g)

Muestra	% Humedad inicial	Promedio	Desviación estándar

- Tabla de datos para la determinación de materia orgánica

N° Muestra	P1 g	P2 g	P3 g	%Perdida por ignición	Valor promedio	Desviación estándar

## ANEXO 5.

### REPORTE FLUORESCENCIA DE RAXOS X LODO APH22256



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación :</b> LODO GALVANICO 1 <b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO <b>Procedencia :</b> GALVANOTECNIA  <b>Ciente:</b> ALPHA 1 S.A.S <b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ <b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80 <b>Ciudad:</b> BOGOTA <b>Teléfonos:</b> 2313518 <b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Consecutivo muestra:</b> <b>APH22256</b> <b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE <b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA <b>Fecha Ingreso:</b> NO APLICA <b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018 <b>Fecha Informe:</b>  <b>Solicitud Análisis:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Consecutivo Informe:</b> <b>NO APLICA</b> <b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017
---	--

FT-GI-35 Versión 3

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Sodio	Na	1,1
Aluminio	Al	2,2
Silicio	Si	0,5
Azúfre	S	16,9
Potasio	K	0,8
Cromo	Cr	0,1
Hierro	Fe	1,6
Niquel	Ni	0,1
Cobre	Cu	1,5
Zinc	Zn	0,1
Estaño	Sn	51,9
Cloro	Cl	0,1
Loss of Ignition	LOI	23,1

<b>Observaciones.</b>		
N.D. : NO detectable    LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.		
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
<b>Humedad de la muestra</b>	NO PRESENTA	%
<b>Dosis Radiación (Beta/Gamma)</b>	NO PRESENTA	µSv/h
<b>Cantidad de muestra recibida</b>	80	gramos
<b>Carácter magnético</b>	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

**Notas:**

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es físico para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de contramuestras y sobrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 6.

### MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN DE LOS RESULTADOS DEL LODO GALVANICO APH22256 A BASE HÚMEDA

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

Fracción másica del agua en base húmeda = 62.83%

Nombre	Compuesto	Composición en base seca	% base húmeda
Aluminio	Al	2.2%	0.8%
Silicio	Si	0.5%	0.2%
Azúfre	S	16.9%	6.3%
Potasio	K	0.8%	0.3%
Cromo	Cr	0.1%	0.0%
Hierro	Fe	1.6%	0.6%
Niquel	Ni	0.1%	0.0%
Cobre	Cu	1.5%	0.6%
Zinc	Zn	0.1%	0.0%
Estaño	Sn	51.9%	19.3%
Cloro	Cl	0.1%	0.0%
Perdidas por ignición	LOI	23.1%	8.6%

## ANEXO 7.

### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - VARIABLES PARA EL PROCESO DE LIXIVIACIÓN

Nombre Autor	Metal a recuperar	Método de lixiviación	Agentes Lixiviantes	Variables					Resultados					
				Concentración del agente	Residuo		Velocidad de agitación (rpm)	Temperatura	Tiempo	% Recuperación	Eficiencia	Concentración metal en el lixiviado		
					Densidad de pulpa	Porcentaje de sólidos								
Jha. T., et al (2012)	Estaño	Agitación	Acido clorhídrico (HCl)	3.5 M	50 g/L	-	constante	90°C	165 min	5.38%	-	-		
				4.5 M	50 g/L					54.84%				
				5.5 M	50 g/L					9.46%				
										73.20%				
										95.97%				
				5.5 M	50 g/L					74.84%				
										47.78%				
										insignificante				
5.5 M	50 g/L	insignificante												
Yang. T., et al (2017)	Estaño	Agitación	Hidroxido de sodio (NaOH)	1 M	12.5 g/L	-	1100 rpm	200°C	3 horas	50.80%	-	-		
				2.5 M			100°C	90.00%						
							200 rpm	150°C		71.30%				
				2.5 M			1100 rpm	150°C		1 hora			91.20%	
							1100 rpm	200°C		3 horas			98.20%	
				1100 rpm			200°C	3 horas		82.60%				
Yang. J., et al (2014)	Estaño	Agitación	Ácido clorhídrico (HCl)	150 g/L	-	1%	250 rpm	35°C	2 horas	73.94%				
Ranitovic. M., et al (2018)	Estaño	Agitación	Hidroxido de sodio (NaOH)	0.5 M	1%	-	300 rpm	90 °C	3 horas	-	21.3%	-	-	
								60 °C	3 horas		31.2%			
								70 °C	3 horas		33.4%			
								80 °C	3 horas		39.1%			
								80 °C	1 hora		57.0%			
				1 M				90 °C	2 horas		62.4%			
								90 °C	4 horas		49.4%			
								90 °C	6 horas		34.7%			
								90 °C	3 horas		47.7%			
								90 °C	3 horas		41.4%			
			2 M	60 °C				3 horas	24.4%					
				70 °C				3 horas	48.6%					
				80 °C				1 hora	51.8%					
				80 °C				3 horas	83.4%					
				80 °C				6 horas	91.8%					
			Ácido clorhídrico (HCl)	4 M				80°C	3 horas		83.4%			
				6 M				80°C	3 horas		85.6%			
				1 M				70 °C	1 hora		16.10%			
				2 M				80°C	1 hora		14.30%			
				2 M				90 °C	1 hora		14.10%			
Ácido nítrico (HNO3)	1 M	80°C	1 hora	12.60%										
		80°C	3 horas	10.40%										
		80°C	6 horas	4.80%										
		80°C	1 hora	10.10%										
		80°C	1 hora	10.10%										
Cheurasia. A. et al (2013)	Estaño	Agitación	Ácido clorhídrico (HCl)	5%	-	Constante	Ambiente	> 60 min	27.5%	-	-	-		
								> 60 min	40.0%					
								> 60 min	73.5%					
								60 min	99.0%					
								120 min	99.0%					
			Ácido nítrico (HNO3)					5%	105 min				99.0%	
									90 min				99.0%	
									60 min				99.0%	
									60 min				99.0%	
									60 min				99.0%	
Kim. S., et al (2015)	Estaño	Agitación	Ácido clorhídrico (HCl)	0.5 M	10 g/L	1%	400 rpm	50 °C	90 min	-	-	0.008 g/L		
							200 rpm					0.0081 g/L		
							300 rpm					0.0089 g/L		
							30 °C					0.0063 g/L		
							40 °C					0.007 g/L		
				1 M			50 °C	0.0089 g/L						
							70 °C	0.0092 g/L						
							1.5%	0.0089 g/L						
							2%	0.0138 g/L						
							2%	0.0089 g/L						
				2 M			10 g/L	1%				600 rpm	50 °C	0.0089 g/L
												400 rpm	50 °C	0.0089 g/L
												400 rpm	50 °C	0.0089 g/L
												400 rpm	50 °C	0.0089 g/L
												400 rpm	50 °C	0.0089 g/L

## ANEXO 7.

### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - VARIABLES PARA EL PROCESO DE LIXIVIACIÓN (Continuación)

Havik, T., et al (2010)	Estaño	Agitación	Ácido clorhídrico (HCl)	1 M	-	4% 5,94%	constante	80 °C	180 min	74,00% 82,00%	-	-		
Hocheng, H., et al (2014)	Sn-Cu	Biotxivación	<i>Aspergillus niger</i> <i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i>	0,1 L	5 g/L	-	200 rpm	30°C	96 horas	99,8%	-	-		
									0,05 L	2,0%				
	Sn-Cu-Ag			0,1 L	5 g/L			30 °C	97,8%					
								40 °C	98,6%					
				0,15 L	10 g/L			200 rpm	60 horas	69,8%				
									30 g/L	90,4%				
				0,1 L	5 g/L			200 rpm	30 °C	45,3%				
									96 horas	93,0%				
	Sn-Pb			<i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i> <i>Aspergillus niger</i> <i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i>	96 horas			97,4%						
					144 horas			99,4%						
Vargas Valero (2011)	Cobre	Agitación	Ácido sulfurico (H2SO4)	2 g/L	-	1,20%	150 rpm	22°C	14 días	44%	-	-		
				3 g/L						63%				
				5 g/L						52%				
				10 g/L						63%				
				15 g/L						75%				
				20 g/L						85%				
Álvarez Órdenes	Cobre	Agitación	Ácido sulfurico (H2SO4)	15 g/L	0,01 g/mL	-	100 rpm	70°C	15 días	26%	-	-		
				50 g/L						32%				
				100 g/L						29%				
				-						-				
Alguacil, F. J., et al (1998)	Cobre	Pilas	Ácido Sulfurico (H2SO4)	No reportan	-	-	/	Ambiente	150 días	80%	85%	35 g/L		
Castañeda Bocanegra (2015)	Cobre	Agitación	Ácido sulfurico (H2SO4)	50 mL	10,1116g	-	Constata	Ambiente	18 horas	83,42%	-	-		
										97,70%				
										98,95%				
Tao, H. C., et al (2014)	Cobre	Agitación	Ácido acético (C2H4O2)	5 g A.ac / g Sólido	-	120 rpm	30°C	-	18 horas	60,0%	-	0,075 g/L		
									8 horas	-		0,041 g/L		
									10 horas	-		0,049 g/L		
									18 horas	72,5%		0,040 g/L		
									20 horas	-		0,022 g/L		
									18 horas	76,0%		0,033 g/L		
	Zinc			8 horas					-	0,150 g/L				
				10 horas					-	0,140 g/L				
				18 horas					51,0%	0,129 g/L				
				20 horas					-	0,100 g/L				
				18 horas					51,0%	0,092 g/L				
				18 horas					51,0%	0,170 g/L				
	Plomo			8 horas					-	0,060 g/L				
				10 horas					-	0,089 g/L				
				18 horas					79,0%	0,080 g/L				
				20 horas					-	0,079 g/L				
				18 horas					79,0%	0,058 g/L				
				20 g A.ac / g Sólido					20 g/L					
Yang C.C (2002)	Niquel	Agitación	Ácido clorhidrico (HCl), Ácido sulfurico (H2SO4), Ácido Nítrico (HNO3)	4 M	-	-	Constante	Se controla la temperatura entre 25 y 90°C, mejores resultados a 60°C	2 horas	-	-	-	20 g/L	
				8 M									25 g/L	
				2 M									No reportan	
				4 M									25 g/L	
				4 M									29g/L	
	Cadmio			Ácido clorhidrico (HCl), Ácido sulfurico (H2SO4), Ácido Nítrico (HNO3)									8 M	No reportan
													2 M	25 g/L
													4 M	29g/L
													4 M	No reportan
													4 M	No reportan
			Ácido sulfurico (H2SO4)	50 g/L	-	-	-	-	24 horas	85,0%	-	-		
				100 g/L						82,0%				
				1%						87,0%				
				10%						80,0%				
				150 g/L						1 hora			57,0%	
										2 horas			59,0%	
										8 horas			63,0%	
										21 horas			63,0%	
										30%			-	

### ANEXO 7.

#### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - VARIABLES PARA EL PROCESO DE LIXIVIACIÓN (Continuación)

De la torre E.	Zinc	Agitación	Ácido clorhídrico (HCl)	50 g/L	-	1%	750 rpm	Ambiente	24 horas	81,0%	-	-
				100 g/L					87,0%			
				150 g/L					90,0%			
				50 g/L					95,0%			
				100 g/L					83,0%			
				150 g/L					88,0%			
			Ácido nítrico (HNO <sub>3</sub> )	50 g/L					83,0%			
				100 g/L					80,0%			
				150 g/L					89,0%			
			Ácido acético (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub> )	50 g/L					81,0%			
				100 g/L					48,0%			
			Ácido tartárico	150 g/L					48,0%			
				50 g/L					82,0%			
				100 g/L					77,0%			
			Cianuro de sodio (NaCN)	150 g/L					80,0%			
				5 g/L					70,0%			
				10 g/L					73,0%			
20 g/L	84,0%											
Iglesias, N., et al. (1998)	Oro	Biobixiviación	Thiobacillus ferrooxidans	10 g/L	-	1%	Constante	70°C	9 días	98%	-	-

## ANEXO 8.

### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - VARIABLES PARA EL PROCESO DE ELECTRÓLISIS

Nombre Autor	Metal a recuperar	Electrodos		Tipo de sal o electrolito	Concentración de la solución electrolítica	Volumen celda	Voltaje	Intensidad corriente	pH.	Velocidad de agitación (rpm)	Temperatura	Tiempo	Otros	Resultados					
		Ánodo	Cátodo																
Tapia Jácome(2013)	Oro	Acero inoxidable	Hierro	Solución cianurada	< 10 mg/L	1L	3 V	350 A/m <sup>2</sup>	>11	-	18 °C	150 min	Se reguló el pH con hidróxido de sodio	Recuperación	14,77%				
					100 mg/L			500 A/m <sup>2</sup>							18,34%				
					< 10 mg/L			350 A/m <sup>2</sup>							88,86%				
								500 A/m <sup>2</sup>							13,25%				
								350 A/m <sup>2</sup>							7,37%				
Perez Zuñiga (2016)	Plomo	Grafito	Grafito	Lodo proveniente de PTAR	87.60 mg/kg	1728 cm <sup>3</sup>	15 V	4A	-	-	Ambiente	90 min	Adición de 72 g de NaCl para mejorar la conductividad	Recuperación	80%				
			120 min									59%							
		Hierro	Hierro									90 min			71%				
			120 min									72%							
Gil Solano (2012)	Cromo	Zinc	Cobre	Dicromato de potasio	50 mg/L	4L	1 V	-	0.5	300	21 °C	30 min	-	Recuperación	29%				
					150 mg/L				2.0						27%				
					50 mg/L										13%				
					150 mg/L										20%				
					50 mg/L										85%				
					150 mg/L										95%				
					50 mg/L										63%				
					150 mg/L										77%				
	Plata	Cobre	Nitrito de plata	50 mg/L	4L	1 V	-	2.0	150	21 °C	10 min	-	30 min	-	Recuperación	12%			
				150 mg/L				5.0								18%			
				50 mg/L												10%			
				150 mg/L												21%			
				50 mg/L												25%			
				150 mg/L												36%			
				50 mg/L												22%			
				150 mg/L												43%			
Yang, T., et al (2017)	Estaño	Acero inoxidable	Acero inoxidable	Lixiviado de circuitos electrónicos	24% Sn 47% Sn	250 mL	-	100 A/m <sup>2</sup>	-	-	65 °C	240 min	Flujo 5 L/min	Recuperación	74.2% 99.8%				
Stefanowics, T., et al (1991)	Estaño	Grafito	Acero	Solución de lixiviación	54 g/L	20 L	5 V	3 A/dm <sup>2</sup> 4.5 A/dm <sup>2</sup>	7	-	< 40 °C	190 min 410 min	Adición de NaOH para mantener el pH.	Peso del material depositado	65 g 210 g				
Juang, R y Wang, S. (1999)	Cobre	Ti / IrO <sub>2</sub>	Acero inoxidable	Catalito: Solución equimolar de EDTA, agua desionizada y metales. Anolito: NaNO <sub>3</sub>	Catalito: 0.01 M Anolito: 0.1 M	500 cm <sup>3</sup>	-	185 A/m <sup>2</sup>	700	25 °C	50 min	-	-	Recuperación	77%				
															1.47	98%			
								18.5 A/m <sup>2</sup>								99%			
								46.3 A/m <sup>2</sup>								58%			
								139 A/m <sup>2</sup>								86.5%			
															2.08	88%			
																95.2%			
																96%			
																97%			
															5.0	53%			
		80%																	
		97%																	
Loiácono, R., et al (2005)	Cobre	Acero AISI 316	Coque	Efluente de una industria local	1,5 gCu/L + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1.5 M + Etanol 1 M	-	2.9 - 3.57	0.04 A	1.80	-	-	167 min	-	Concentración del material depositado	11.35 ppm				
							1.14					1.87			210 min	683.95 ppm			
					Grafito		Efluente de una industria local					1,5 gCu/L + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1.5 M + Etanol 1 M			1.2 - 1.28	0.08 A	1.80	271 min	1.55 ppm
					Lana de Acero		Solución sintética					1,5 gCu/L + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.28 M + Etanol 1 M			1.77 - 2.41		1.99		2.60 ppm

## ANEXO 8.

### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA - VARIABLES PARA EL PROCESO DE ELECTRÓLISIS (Continuación)

		Platino	Coque	Solución sintética	1,25 gCu/L + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.58 M + Etanol 1 M		1.79	0.04 A	1.90		210 min			8.39 ppm	
			Vitura acero 304	Solución sintética	1,25 gCu/L + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.58 M + Etanol 1 M		2.33		1.90		216 min			13.54 ppm	
Janin, A., et al (2009)	Cobre	Acero inoxidable	Acero inoxidable	Solución de lixiviación	303 mg/L	-	-	1A	1.3	-	25 °C	90 min	-	Recuperación	58.75%
								2A							75.25%
								4A							91.75%
								10A							99.57%
Huang, S., et al (1993)	Cobre	Hierro	Cobre	Agua residual de una planta de decapado de metal	13900 mg/L	-	6.50 V	3.9 A/dm <sup>3</sup>	1.48	-	20 °C	60min	Ánodo y cátodo son separados por medio de membrana	Pureza del material depositado	99.0%
					9070 mg/L		4.25 V	2.6 A/dm <sup>3</sup>	1.62						98.4%
					5090 mg/L		2.80 V	1.3 A/dm <sup>3</sup>	1.82						97.2%
					3210 mg/L		3.30 V		2.29						93.7%
Tao, H., et al (2014)	Zinc	Grafito	Grafito	Solución de lixiviación	180 mg/L	150mL	6 V	128 A/m <sup>2</sup>	2	-	30 °C	600 min	-	Recuperación	95.44%
	Plomo				100 mg/L										98.10%

## ANEXO 9.

### PROTOCOLO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICAS REOLÓGICAS DEL FLUIDO

#### OBJETIVO

Determinar la relación sólido/líquido adecuada para la realización del proceso de lixiviación a partir del comportamiento reológico del lodo residual evaluado con el uso de un viscosímetro rotacional.

#### PASO A PASO

1. Preparación de utensilios y equipos

Para la determinación de las características reológicas del residuo es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

<b>IMPLEMENTOS</b>	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	
Equipos de protección (bata)	
Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
Cofias o gorro	
<b>Equipos de medición</b>	
Viscosímetro rotacional	
Juego de husillos	
Balanza analítica	
<b>Material de laboratorio</b>	
Beaker 300 MI	
Beaker 500 MI	
Probeta 250 MI	
Probeta 1000 mL	
Varilla de vidrio	
Espátula plástica	
<b>Reactivos</b>	
Agua desionizada	
Lodo galvánico	
Ácido clorhídrico (HCl)	
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	
Ácido cítrico (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	

Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	
Cuaderno de apuntes	
Esferos	
Cámara fotográfica	

## 2. Selección del husillo

Para la selección del husillo se tendrá en cuenta la investigación “Reología y mecánica de barros y lodos” realizada por Aguirre<sup>242</sup>, esta proporciona el fundamento teórico para la selección del husillo con el cual se realizara la determinación de viscosidad, sin embargo, es aconsejable realizar ensayos con otro husillo para determinar cuál se ajusta más a la realidad de la muestra.

## 3. Adecuación del viscosímetro

Una vez seleccionado el husillo con el cual se realizarán las mediciones, este debe ser atornillado a la cabeza del viscosímetro, de igual manera, es necesario el uso del protector del husillo para evitar que este golpee las paredes del recipiente y así afecte la medición; finalmente, se sumerge en el fluido hasta su marca.

## 4. Medida de la viscosidad a distintas velocidades de rotación

Encender el equipo y configurar el tipo de husillo y la velocidad inicial (se recomienda iniciar a bajas velocidades), esperar al menos dos minutos hasta que se establezca la medida y anotar como mínimo seis datos dentro de este valor estable para calcular la media.

Aumentar la velocidad de rotación del husillo y realizar nuevamente el proceso anterior hasta evaluar todo el rango de velocidades posibles.

## 5. Preparación del fluido al 37.15% sólidos

Medir 200 mL de residuo en una probeta de 250 mL, pesar beaker de 300 mL en una balanza analítica y verter el contenido de la probeta en él, pesar nuevamente el beaker, con ayuda de una varilla de vidrio, agitar manualmente hasta lograr la homogeneidad del residuo evitando la aparición de burbujas de aire.

---

<sup>242</sup> AGUIRRE-PE, Julian. Reología y mecánica de barros y lodos. Venezuela, 2004. p. 5

## 6. Preparación del fluido a diferentes porcentajes de sólidos

A partir del balance de materia, calcular la cantidad de agua destilada a adicionar al fluido proveniente del ensayo anterior, se deben realizar diluciones con porcentajes de 32, 27, 22, 16 y 10 % de sólidos

## 7. Preparación de los agentes lixiviantes

Se evaluarán 3 agentes lixiviantes para la remoción del metal, siendo estos: Ácido clorhídrico (HCl), Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y Ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), cada uno de ellos se trabajará a una concentración 1 M; es importante tener en cuenta el estado físico y la concentración en la que se encuentran, a continuación, se describe el paso a paso para preparar 1 L de solución con una concentración de 1 M para cada uno de los agentes.

Ácido clorhídrico (HCl):

- Pureza: 37%
- Densidad: 1190 g/L
- PM: 36.46 g/mol

En un balón aforado de 1 L adicionar 500 mL de agua destilada, en una pipeta de 25 mL medir 82.8 mL de ácido clorhídrico y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

- Pureza: 96.5%
- Densidad: 1840 g/L
- PM: 98.08 g/mol

En un balón aforado de 1 L adicionar 500 mL de agua destilada, en una pipeta de 25 mL medir 55.24 mL de ácido sulfúrico y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

Ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)

- PM: 210.10 g/mol

En un vidrio de reloj pesar 130 g de ácido cítrico, llevarlo a una estufa precalentada a 105°C en una capsula de porcelana previamente pesada y tomar su peso cada 30 min hasta que su peso permanezca constante, en un vidrio de reloj pesar 105.05 g de ácido cítrico seco y llevarlo junto con agua destilada a un beaker de 500 mL y agitar hasta obtener una solución homogénea, en un balón aforado con 150 mL de agua destilada adicionar la solución, manteniendo agitación constante, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la probeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

#### 8. Evaluación de la viscosidad con la adición de diferentes agentes lixiviantes

A partir del balance de materia que se calculó la cantidad de agente lixiviante a adicionar al fluido inicial hasta alcanzar una dilución del 27% de sólidos.

#### 9. Medida de la velocidad de sedimentación de los lodos.

Para determinar la velocidad de sedimentación se utiliza el método de Coe y Clevenger, el cual consiste en estimar, a partir de los datos experimentales obtenidos, graficar las diferentes alturas en función del tiempo y así obtener las pendientes  $-(dh/dt)$  que coinciden con las velocidades de sedimentación, esto se realiza para cada una de las diferentes concentraciones de sólidos y con los agentes lixiviantes.

#### 10. Determinación de sólidos Totales

Para la determinación de los sólidos totales se toman dos alícuotas, primero con ayuda de una pipeta de 25 mL tomar una alícuota del sobrenadante y adicionarla en un crisol previamente pesado, el cual será llevado a una estufa a 105°C para determinar la humedad, tomando cada 30 min el peso hasta que este sea constante.

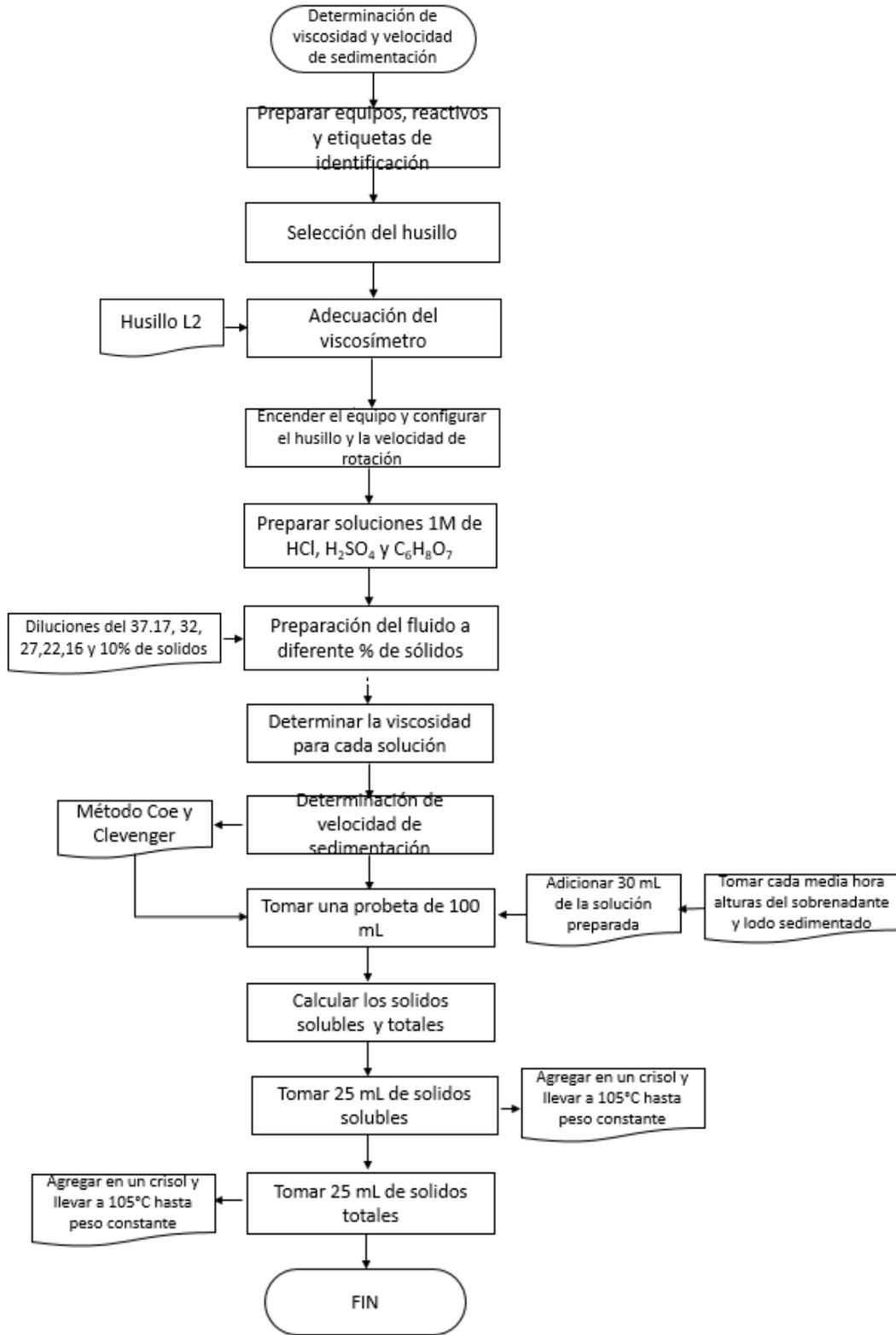
La segunda alícuota será tomada del sólido sedimentado, se agrega 10 g de sólido en un crisol previamente pesado y este se llevará a una estufa a 105°C para determinar la humedad, tomando cada 30 min el peso hasta que este sea constante.

#### 11. Determinación de sólidos solubles

Para la determinación de los sólidos solubles se llevará a cabo los siguientes pasos: Con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 10 mL del sobrenadante de la solución ya sedimentada y adicionarla en un tubo falcon, introducir el tubo en una centrifuga programada a 6000 rpm a temperatura ambiente con una duración de 15 min.

Luego de centrifugar con ayuda de un papel filtro, un erlenmeyer de 100 mL y un embudo, filtrar la solución, una vez filtrada adicionar la solución obtenida en un crisol previamente pesado, llevar a una mufla a 105°C pesar cada 30 min hasta obtener un peso constante, luego se calcina la muestra en una mufla a 1000°C.

## DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO



### TABLA DE SELECCIÓN DEL HUSILLO

RPM / SP	L1	L2	L3	L4
0,3	20K	100K	400K	2000K
0,5	12K	60K	240K	1200K
0,6	10K	50K	200K	1000K
1	6K	30K	120K	600K
1,5	4K	20K	80K	400K
2	3K	15K	60K	300K
2,5	2,4K	12K	48K	240K
3	2K	10K	40K	200K
4	1,5K	7,5K	30K	150K
5	1,2K	6K	24K	120K
6	1K	5K	20K	100K
10	600	3K	12K	60K
12	500	2,5K	10K	50K
20	300	1,5K	6K	30K
30	200	1K	4K	20K
50	120	600	2,4K	12K
60	100	500	2K	10K
100	60	300	1,2K	6K

### FORMATO TOMA DE DATOS DE VISCOSIDAD

37.15% de sólidos							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

32% de sólido							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

27% de sólido							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

16% de sólido							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

10% de sólido							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

**TOMA DE DATOS DE SEDIMENTACIÓN**

t (h)	37.15% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	32% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			

t (h)	27% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	22% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	16% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	10% Sólidos		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

**TOMA DE DATOS DE VISCOSIDAD CON LOS AGENTES LIXIVIANTES**

27% de sólido HCl							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
2							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

27% de sólido H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>							
Velocidad (rpm)	$\mu_1$ (mPa.s)	$\mu_2$ (mPa.s)	$\mu_3$ (mPa.s)	$\mu_4$ (mPa.s)	$\mu_5$ (mPa.s)	$\mu_6$ (mPa.s)	$\mu$ promedio (mPa.s)
1							
2							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

27% de sólido C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>							
Velocidad (rpm)	μ1 (mPa.s)	μ2 (mPa.s)	μ3 (mPa.s)	μ4 (mPa.s)	μ5 (mPa.s)	μ6 (mPa.s)	μ promedio (mPa.s)
1							
2							
5							
10							
20							
30							
50							
60							
100							

**TOMA DE DATOS DE SEDIMENTACION CON LOS AGENTES LIXIVIANTES**

t (h)	27% Sólidos + HCl		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	27% Sólidos + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

t (h)	27% Sólidos + C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>		
	Clarificado	Lodo fluido	Lodo sedimentado
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

## ANEXO 10.

### MUESTRAS DE CÁLCULO DEL BALANCE DE MATERIA PARA LA DISMINUCIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS

Se realiza el balance de materia por medio de la siguiente ecuación:

$$M_{H_2O} = \left( M_S * \frac{\%H_f}{\%S_f} \right) - (M_i * \%H_i)$$

Donde:

$M_{H_2O}$  = Masa de agua adicionar (g)

$M_S$  = Masa sólido (g)

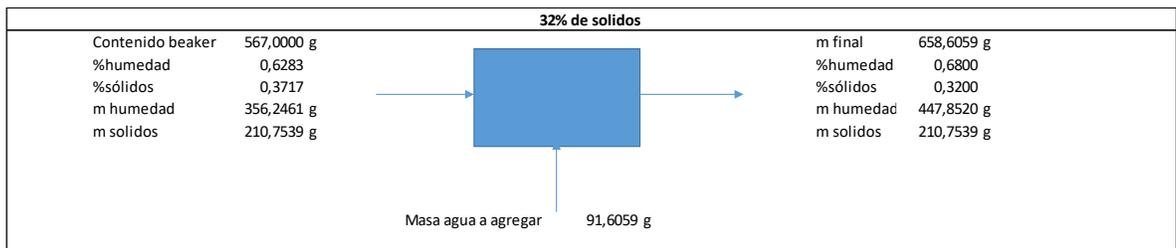
$\%H_f$  = Porcentaje de humedad final

$\%S_f$  = Porcentaje de sólido final

$M_i$  = Masa del lodo inicial (g)

$\%H_i$  = Porcentaje de humedad inicia

A continuación se ilustra el balance de materia para la disminución al 32% de sólidos.



%Sólidos	Masa del sólido (g)	%Humedad inicial	%Humedad final	Masa de H <sub>2</sub> O adicionar (g)
37,15	210.754	62.830	62.830	0
32	210.754	62.830	68.000	91.606
27	210.754	62.830	73.000	121.964
22	210.754	62.830	78.000	177.402



## ANEXO 12.

### PROTOCOLO SELECCIÓN DEL AGENTE LIXIVIANTE

#### OBJETIVO

Seleccionar el agente lixivante que proporcione la mejor recuperación de Estaño (Sn) mediante lixiviación agitada a temperatura ambiente, evaluando tres lixiviantes ácidos: HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> con concentraciones de 1M para cada uno.

#### PASO A PASO

##### 1. Selección de las condiciones de operación

Mediante la revisión bibliográfica se determinan las condiciones de operación con las cuales se realizará el presente análisis, como criterios de selección se elegirá el dato comúnmente más usado para cada variable, teniendo en cuenta el porcentaje de recuperación del metal o la cantidad de metal obtenido en la solución.

##### 2. Preparación de etiquetas

Todas las muestras deben ser perfectamente identificadas en el momento de obtener las sales de metal con los tres agentes lixiviantes, por esta razón, cada una debe contener una ficha o etiqueta como se puede observar a continuación:

Fecha:		
Hora inicio: Hora toma de la muestra:		
Nombre del proyecto:		
Agente lixivante:		
Temperatura:		

##### 3. Preparación de utensilios y equipos

Para la selección del agente lixivante es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

IMPLEMENTOS	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	
Equipos de protección (bata)	

Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
<b>Equipos</b>	
Plancha de agitación	
Agitador magnético	
Plancha de calentamiento	
Balanza analítica	
Mufla	
Centrífuga	
Cabina de extracción	
<b>Material de laboratorio</b>	
Beaker 250 mL (4)	
Balón aforado 1 L (4)	
Varilla de vidrio	
Vidrio de reloj	
Espátula plástica	
Tubos falcon 50 mL (24)	
Capsulas de porcelana	
Picnómetro 5mL	
Pipeta 25 mL (2)	
Pipeteador	
Erlenmeyer	
Embudo	
Filtro	
Papel filtro	
<b>Reactivos</b>	
Agua destilada	
Lodo galvánico	
Ácido clorhídrico (HCl)	
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	
Ácido cítrico (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	
Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	

#### 4. Preparación de soluciones

Se evaluarán 3 agentes lixiviantes para la remoción del metal siendo éstos: Ácido clorhídrico (HCl), Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y Ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), cada uno de ellos

se trabajará a una concentración 1 M; es importante tener en cuenta el estado físico y la concentración en la que se encuentran, a continuación, se describe el paso a paso para preparar 1 L de solución con una concentración de 1 M para cada uno de los agentes.

#### Ácido clorhídrico (HCl):

- Pureza: 37%
- Densidad: 1190 g/L
- PM: 36.46 g/mol

En un balón aforado de 1 L adicionar 500 mL de agua destilada, en una pipeta de 25 mL medir 82.8 mL de ácido clorhídrico y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

#### Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

- Pureza: 96.5%
- Densidad: 1840 g/L
- PM: 98.08 g/mol

En un balón aforado de 1 L adicionar 500 mL de agua destilada, en una pipeta de 25 mL medir 55.24 mL de ácido sulfúrico y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

#### Ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)

- PM: 210.10 g/mol

En un vidrio de reloj pesar 130 g de ácido cítrico, llevarlo a una estufa precalentada a 105°C en una cápsula de porcelana previamente pesada y tomar su peso cada 30 min hasta que su peso permanezca constante, en un vidrio de reloj pesar 105.05 g de ácido cítrico seco y llevarlo junto con agua destilada a un beaker de 500 mL y agitar hasta obtener una solución homogénea, en un balón aforado con 150 mL de agua destilada adicionar la solución, manteniendo agitación constante, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la probeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

### **5. Preparación montaje de lixiviación**

En un beaker de 250 mL que contenga el lodo residual, el agente lixivante y el peróxido de

Hidrogeno, sumergir un agitador magnético; debido a que el proceso se realizará a temperatura ambiente no es necesario una plancha de agitación y calentamiento, por lo tanto, se hace uso de una plancha de agitación marca Dathan Scientific, se debe ubicar el beaker anteriormente mencionado justo en el centro de la plancha para evitar que el agitador magnético golpee las paredes de este.

## 6. Ejecución del diseño pre-experimental

En el diseño pre-experimental para el proceso de lixiviación por agitación magnética, se evaluarán 3 diferentes agentes lixiviantes (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, y C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), las condiciones de operación a las que se evaluarán son:

- Velocidad de agitación: 750 rpm
- Temperatura: Ambiente
- Concentración del agente lixiviante: 1 M
- Concentración del mineral: 27% de sólidos

### Lixiviación con HCl

En un beaker de 300 mL se adicionan 100 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 38 g de HCl 1 M y adicionar el ácido en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado, colocar el beaker con la solución y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, por último, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 420 min y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 10 mL una vez transcurridos 10 min y posteriormente cada 60 min.

En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 10 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, una vez tomados los pesos de cada una se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizadas las centrifugas se procede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

### Lixiviación con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

En un beaker de 300 mL se adicionan 100 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 38 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 M y adicionar el ácido en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con la solución y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, por último, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 420 min y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 10 mL luego de 10 min y posteriormente cada 60 min.

En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 10 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, una vez tomados los pesos de cada una se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizadas las centrifugas se procede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

### Lixiviación con $C_6H_8O_7$

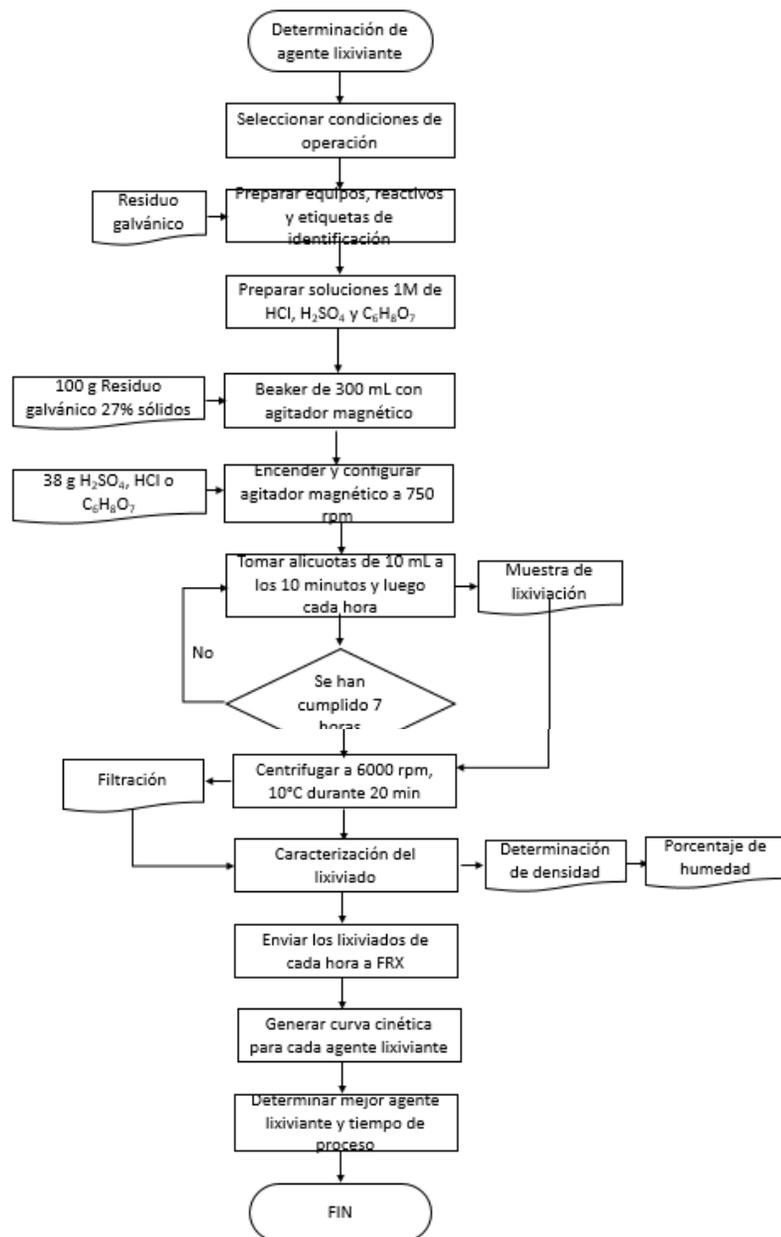
En un beaker de 300 mL se adicionan 100 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 38 g del  $C_6H_8O_7$  1 M y adicionar el ácido en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con la solución y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente y por ultimo configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 420 min y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 10 mL luego de 10 min y posteriormente cada 60 min.

En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 10 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, una vez tomados los pesos de cada una se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a  $10^{\circ}C$ , una vez finalizadas las centrifugas se procede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

## **7. Caracterización del lixiviado**

Una vez finalizado el diseño pre-experimental y haber obtenido los lixiviados de cada uno de los ácidos, estos se llevarán analizar por Fluorescencia de rayos X, al laboratorio Alpha1 S.A.S., donde se obtendrán los diferentes valores de concentraciones de sales, con el fin de seleccionar el mejor agente lixivante donde se haya obtenido mayor extracción del ion metal.

## DIAGRAMA DE FLUJO



## TABLA DE TOMA DE DATOS

Sobrenadante			
t (min)	% Humedad		
	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>
0			
30			
60			
90			
120			
150			
180			
210			
240			
270			
300			
330			
360			
390			
420			

Tiempo	% Recuperación de Sn		
	HCL	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>
10			
60			
120			
180			
240			
300			
360			
420			

### ANEXO 13.

#### MUESTRAS DE CÁLCULO DEL BALANCE DE MATERIA PARA LA DISMINUCIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS EN LA SELECCIÓN DEL AGENTE LIXIVIANTE

Se realiza el balance de materia por medio de la siguiente ecuación:

$$M_{Ag.Lix} = \left( M_S * \frac{\%H_f}{\%S_f} \right) - (M_i * \%H_i)$$

Donde:

$M_{Ag.Lix}$  = Masa de agente lixivianante adicionar (g)

$M_S$  = Masa sólido (g)

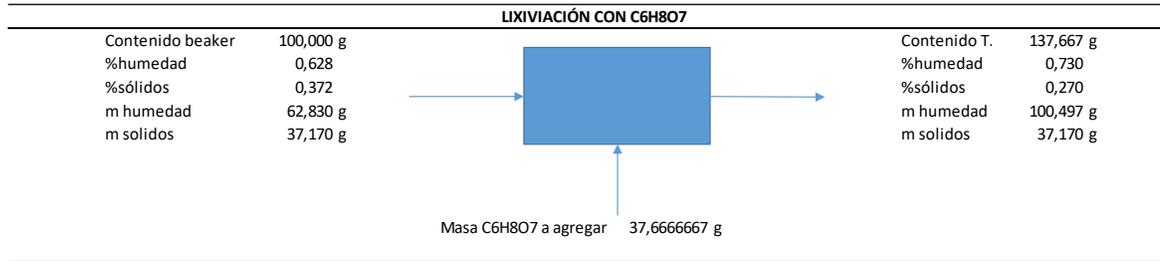
$\%H_f$  = Porcentaje de humedad final

$\%S_f$  = Porcentaje de sólido final

$M_i$  = Masa del lodo inicial (g)

$\%H_i$  = Porcentaje de humedad inicia

A continuación se ilustra el balance de materia para la disminución al 27% de sólidos con tres agentes ácidos, (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)



Agente lixivianante	Masa del sólido (g)	%Humedad inicial	%Humedad final	Masa de H <sub>2</sub> O adicionar (g)
HCl	37.356	62.830	73.000	37.667
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	37.356	62.830	73.000	37.855
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	37.170	62.830	73.000	37.667

## ANEXO 14.

### REPORTES FLUORESCENCIA DE RAXOS X PARA HCI

- HCI t = 10 min



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HQ t=10 Tipo de muestra: LODO GALVANICO Procedencia : GALVANOTECNIA  Cliente: ALPHA 1 S.A.S Contacto: DANIELA Jimenez Dirección: CRA 60 # 67A-80 Ciudad: BOGOTA Teléfono: 2313518 Método de análisis: PRT-GT-01 WDRF-COMMAN PASTILLA	Consecutivo muestra: Responsable del muestreo: Plan/Procedimiento muestreo: Fecha Ingreso: Fecha Análisis: Fecha Informe:  Solicitud Análisis: Consecutivo Informe: Aplicación:	<b>CORTESIA</b> CLIENTE NO PRESENTA NO APLICA 17/05/2018  <b>CORTESIA</b> NO APLICA 1,11 AQ 2017
--	--	--

11-01-20 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,576
Calcio	Ca	2,239
Manganeso	Mn	1,067
Azúfre	S	1,630
Potasio	K	8,466
Cromo	Cr	1,455
Hierro	Fe	37,333
Niquel	Ni	2,465
Fosforo	P	0,285
Zinc	Zn	9,550
Estañio	Sn	34,116
Cloro	Cl	0,818

<b>Observaciones:</b>		
N.B. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 102°C.		
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad, integridad de la muestra y las condiciones físicas y/o procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	mililitros
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

**Notas:**

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados es un papel independiente con costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los primeros 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contrastar muestras y calibrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 60 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HCl-60	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Cliete: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA IMENEZ	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-COMPAÑIA PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

PI-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,915
Silicio	Si	0,135
Azúfre	S	2,020
Potasio	K	7,015
Cromo	Cr	1,495
Hierro	Fe	37,146
Niquel	Ni	2,917
Cobre	Cu	2,708
Zinc	Zn	7,444
Estaño	Sn	37,464
Cloro	Cl	0,740

<b>Observaciones:</b>		
N.B.: NO detectable: LOD = (LOSS OF IGTION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.		
Cortésia para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas de País y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Análisis

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confiere la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra cantidad de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de consumos y software se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 120 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HCl t=120	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CUENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA Jimenez	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ET-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

11-01-20 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,222
Calcio	Ca	1,327
Azúfre	S	0,760
Potasio	K	6,298
Hierro	Fe	37,095
Níquel	Ni	4,844
Zinc	Zn	6,157
Estaño	Sn	42,824
Cloro	Cl	0,482

#### Observaciones:

N.B.: NO detectable (LOI: 0,005 OF 10704) Perdida por ignición a 1000°C detectada 0,00%

El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanico.

Esta ficha de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 0,00 ppm.

Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio lleva su responsabilidad por la representatividad/muestreo de la muestra y la validez al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contrastar y validar los análisis de acuerdo con la aprobación por el cliente es la solicitud.

AK 60 Mo. 67° 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 180 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HC 1-180	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA IPIÑEZ	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WOXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

21-01-08 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,344
Azúfre	S	1,105
Potasio	K	5,165
Calcio	Ca	0,788
Hierro	Fe	36,078
Níquel	Ni	3,848
Zinc	Zn	7,694
Estaño	Sn	44,604
Cloro	Cl	0,463

#### Observaciones:

N.B. : NO detectable - LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.

El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortésia para proyecto de investigación sobre todo galvanico.

Toda muestra de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.

Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las refiere al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de concentraciones y estándares se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCI t = 240 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HC 1-240	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

17-02-18 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,462
Azúfre	S	1,165
Potasio	K	5,014
Cromo	Cr	2,122
Hierro	Fe	33,633
Niquel	Ni	1,684
Cobre	Cu	1,511
Zinc	Zn	6,699
Estaño	Sn	46,986
Cloro	Cl	0,723

<b>Observaciones:</b>		
N.B. : NO detectado. LOD : (LOSS OF IONIZATION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.		
Cada vez para proyecto de investigación sobre todo galvanizado.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez a la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y se remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Normalización Beta/Gamma	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de Confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se podrá realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de concentraciones y valores se realiza de acuerdo con el aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 300 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HC 1=300	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis:	17/05/2018
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Informe:	
Dirección: CRA 60 # 67A-80		
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

17-02-05 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,369
Silicio	Si	0,097
Azúfre	S	0,976
Potasio	K	5,544
Cromo	Cr	0,835
Hierro	Fe	27,793
Níquel	Ni	1,572
Zinc	Zn	6,129
Estaño	Sn	56,064
Cloro	Cl	0,674

<b>Observaciones:</b>	
N.B. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 100°C.	
Contexto para proyecto de investigación sobre todo galvanos.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las result al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Anabela

- Notas:
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
  3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disponibilidad de antecedentes y salidas se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 360 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RATOS X

Identificación : HO 1-360	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Ciente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

PT-01-20 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,466
Silicio	Si	0,123
Azufre	S	0,835
Potasio	K	4,023
Hierro	Fe	23,513
Niquel	Ni	0,943
Cobre	Cu	0,899
Zinc	Zn	3,675
Estaño	Sn	65,134
Cloro	Cl	0,390

<b>Observaciones:</b>	
N.B. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) perdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 100°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad, trazabilidad de la muestra y las condiciones al P&I y los procedimientos de muestreo involucrados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Ramona)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 milibos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Niquel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este reporte de análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se deberá realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de instrumentos y software se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Número 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- HCl t = 420 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : HO 1=420	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA IPIÑEZ	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

71-02-06 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,248
Azúfre	S	0,724
Potasio	K	3,037
Hierro	Fe	22,762
Níquel	Ni	0,942
Zinc	Zn	4,915
Estañio	Sn	67,024
Cloro	Cl	0,348

<b>Observaciones:</b>	
R.B. : NO detectable. LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a <u>1000°C durante una hora</u>	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a <u>100°C</u> .	
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Tita técnica de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad, trazabilidad de la muestra y las reglas de Plán y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Activ. Radiación Beta/Gamma	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

ENDECO

Análisis

- Nota:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la veracidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se deberá realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 15.

### REPORTES FLUORESCENCIA DE RAXOS X PARA H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t = 10 min



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2SO4 t= 10 Tipo de muestra: LODO GALVANICO Procedencia : GALVANOTECHIA  Cliente: ALPHA 1 S.A.S. Contacto: DANIELA JIMENEZ Dirección: CRA 60 # 67A-80 Ciudad: BOGOTÁ Teléfonos: 2313518 Método de análisis: FRT-ST-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b> Responsable del muestreo: <b>CLIENTE</b> Plan/Procedimiento muestreo: <b>NO PRESENTA</b> Fecha Ingreso: <b>NO APLICA</b> Fecha Análisis: 17/05/2018 Fecha Informe: <b>NO APLICA</b>  Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b> Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b> Aplicación: 1,11 AQ 2017
---	---

17-05-18 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,359
Silicio	Si	0,242
Azúfre	S	3,165
Potasio	K	2,753
Cromo	Cr	1,847
Calcio	Ca	0,043
Hierro	Fe	32,105
Níquel	Ni	1,476
Cobre	Cu	2,012
Zinc	Zn	4,639
Estaño	Sn	51,358

Observaciones: N.B. : NO detectable (LOI : 0,005 OF IGITOR) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora. El análisis corresponde a un programa analítico estándar. El resultado se reporta en base seca a 105° C. Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico. Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm. Para la validez a la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las recibe al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Cantidad de la muestra Dosis Radiación (Beta/Gamma) Cantidad de muestra recibida Caracter magnético	NO PRESENTA % NO PRESENTA µSv/h 15 mililitros NO PRESENTA	Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres  Ingeniero de materiales  Elaboró Analista

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Hallido bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se podrá realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y arbitrajes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 60 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2SO4-1-80	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

17-05-18 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,252
Silicio	Si	0,071
Azúfre	S	1,075
Potasio	K	4,753
Hierro	Fe	19,830
Níquel	Ni	1,700
Zinc	Zn	2,702
Estaño	Sn	69,616

<b>Observaciones:</b>		
N.B.: NO detectable (ND); (LOSS OF WEIGHT) Pérdida por ignición a 1000°C, después una hora.		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca <u>±10%</u> .		
Cartela para proyecto de investigación sobre todo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio lleva su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y la rigidez al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Índice Padación (beta/alpha)	NO PRESENTA	µg/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

CRABORO

Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de comentarios y solicitudes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 120 min



### REPORTE DE FLORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2504 t= 120	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA Jimenez	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

17-05-2018 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,404
Silicio	Si	0,165
Azúfre	S	1,293
Potasio	K	2,838
Hierro	Fe	20,067
Níquel	Ni	0,993
Zinc	Zn	4,273
Estaño	Sn	69,967

<b>Observaciones:</b>	
N.D. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanico.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/tipicidad de la muestra y las recibe a Plan y/o procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Acid. Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

CIÉRCULO

Analista

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de continuar la autoridad de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden (EXCLUSIVAMENTE) a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados es papel membretado con costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 180 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2SO4 t=180	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis:	17/05/2018
Contacto: DANIELA IMENEZ	Fecha Informe:	
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Ciudad: BOGOTÁ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Teléfono: 2313518	Aplicación:	1,11 AQ 2017
Método de análisis: PRT-BT-01 WDXRF-CINNAN PASTILLA		

PT-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,045
Calcio	Ca	0,916
Azúfre	S	0,759
Potasio	K	3,231
Cromo	Cr	1,231
Hierro	Fe	18,051
Níquel	Ni	0,873
Zinc	Zn	3,031
Estaño	Sn	71,863

#### Observaciones:

N.B. : NO detectado LOI (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante 1 hora.

El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.

Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.

Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de conservar la autenticidad de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel contiene como del 10% de este análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contramuestras y estándares se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 240 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2SO4 t=240	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
	Fecha Análisis:	17/05/2018
	Fecha Informe:	
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Contacto: DANIELA LIMENEZ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Aplicación:	1.11 AQ 2017
Ciudad: BOGOTÁ		
Teléfono: 2313518		
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA		

71-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,382
Silicio	Si	0,230
Azúfre	S	1,488
Potasio	K	3,793
Hierro	Fe	15,612
Níquel	Ni	0,746
Cobre	Cu	1,308
Zinc	Zn	3,356
Estaño	Sn	73,086

#### Observaciones:

N.B.: NO detectable LOI (LOSS OF IGNITION) perdida por ignición a 2000°C durante una hora

El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanico.

Este método de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.

Para la validez y la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las condiciones al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Humedad de la muestra: NO PRESENTA %

Dosis Radiación (beta/Gamma): NO PRESENTA µSv/h

Cantidad de muestra recibida: 15 gramos

Carácter magnético: NO PRESENTA

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de Confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden (EXCLUSIVAMENTE) a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrán un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de contramuestras y calibrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 300 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2S04-1= 300	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis:	17/05/2018
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Informe:	
Dirección: CRA 60 # 67A-80		
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	L11 AQ 2017

71-01-00 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,430
Silicio	Si	0,101
Azúfre	S	0,393
Cromo	Cr	1,143
Hierro	Fe	15,668
Niquel	Ni	0,957
Cobre	Cu	1,493
Zinc	Zn	1,763
Estaño	Sn	77,052

<b>Observaciones:</b>	
N.B.: NO detectado: LOI: (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C. <a href="#">Ver más info.</a>	
El análisis corresponde a un programa analítico. El resultado se reporta en base seca a 105° C.	
Contexto para proyecto de investigación sobre todo galvanico.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 milibos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Análisis

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de esta muestra y cualquier otro detalle de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67° 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134548361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 360 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2SO4 t=360	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA IMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

11-07-08 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,310
Silicio	Si	0,080
Azúfre	S	3,715
Potasio	K	0,914
Calcio	Ca	0,795
Hierro	Fe	17,774
Niquel	Ni	1,142
Zinc	Zn	1,663
Estaño	Sn	73,607

#### Observaciones:

N.B. : NO detectable - LOI : (LOSS OF IGNITION) perdida por ignición a 1000°C durante una hora.

El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanicos.

Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.

Para la validez a la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y la nombre al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Pureza de la muestra	NO PRESENTA	%
----------------------	-------------	---

Dosis Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
------------------------------	-------------	-------

Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
------------------------------	----	------------

Carácter magnético	NO PRESENTA
--------------------	-------------

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con la aprobado por el cliente en la solicitud.

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
El resultado

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $H_2SO_4$  t = 420 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H2504 1=420	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
	Fecha Análisis:	17/05/2018
	Fecha Informe:	
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Aplicación:	1, 11 A.Q. 2017
Ciudad: BOGOTA		
Teléfonos: 2313518		
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA		

17-05-2018 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,184
Silicio	Si	0,125
Azufre	S	0,958
Potasio	K	2,433
Hierro	Fe	13,279
Níquel	Ni	1,375
Cobre	Cu	1,403
Estaño	Sn	80,242

<b>Observaciones:</b>	
N.B. : NO detectable LOD : (LOSS OF IONIC) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y los métodos al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Nivel Radiación beta/gamma	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

ENBEGO

Análisis

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la veracidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden ÚNICAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los primeros 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contrastar y calibrar los resultados de acuerdo con lo aprobado por el cliente es la obligación.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 16.

### REPORTES FLUORESCENCIA DE RAXOS X PARA C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>

- C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=10 min



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : C6H8O7 t=10 Tipo de muestra: LODO GALVANICO Procedencia : GALVANOTECNIA  Cliente: ALPHA 1 S.A.S Contacto: DANIELA Jimenez Dirección: CRA 60 # 67A-80 Ciudad: BOGOTA Teléfonos: 2313518 Método de análisis: PRE-GT-01 MDRP-OMNIAV PASTILLA	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b> Responsable del muestreo: CLIENTE Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA Fecha Ingreso: NO APLICA Fecha Análisis: 17/05/2018 Fecha Informe:  Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b> Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b> Aplicación: 1,11 AQ 2017
---	---

SI-01-05 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,297
Calcio	Ca	1,670
Azúfre	S	1,585
Potasio	K	4,287
Cromo	Cr	2,074
Hierro	Fe	44,615
Niquel	Ni	5,073
Zinc	Zn	12,661
Estaño	Sn	27,739

<b>Observaciones:</b>		
N.B.: NO descalcificar (QI) (JODD OF IONTOH) Medida por ignición a 1300°C durante una hora.		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 100°C.		
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		
Esta Monición de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores al 0.01 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/inexactitud de la muestra y las condiciones de muestreo referenciadas.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Análisis

**Notas:**

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden (ECONOMAMENTE) a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamo sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contramuestras y submuestras se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la actividad.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=60 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CEH807 1=60	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA IMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIMAN PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

01-01-01 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,287
Calcio	Ca	1,670
Azúfre	S	1,335
Potasio	K	5,849
Fosforo	P	0,150
Cromo	Cr	0,804
Hierro	Fe	34,969
Niquel	Ni	2,949
Zinc	Zn	8,524
Estaño	Sn	43,464

Observaciones:		
N.B. : NO detectable - LOD : (0,002 OF 10TON) (Pasta por ignición a 1000°C durante una hora)		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.		
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanico.		
Esta técnica de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las refiere al Plan y/o procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

#### Notas:

1. ALPMA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos provistos corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra cantidad de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contra-muestras y subsamples se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=120 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CGH807 t=120	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis:	17/05/2018
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Informe:	
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Ciudad: BOGOTA	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Teléfonos: 2313518	Aplicación:	1,11 AQ 2017
Método de análisis: FRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA		

17-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,428
Azúfre	S	1,192
Potasio	K	3,815
Calcio	Ca	0,514
Cromo	Cr	2,387
Hierro	Fe	27,438
Niquel	Ni	1,178
Zinc	Zn	7,382
Estaño	Sn	55,667

#### Observaciones:

N.B. : NO detectado. LDI (LOSS OF IGTION) Pérdida por ignición a 500°C durante una hora.

El análisis correspondió a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.

Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.

Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.

Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las reglas al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Análisis

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confiabilidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra cantidad de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de controversias y arbitrajes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=180 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CGH807 1=180	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
	Fecha Análisis:	17/05/2018
	Fecha Informe:	
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Contacto: DANIELA PINOZ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Aplicación:	1,11 AQ 2017
Ciudad: BOGOTÁ		
Teléfono: 2313518		
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OPINIAN PASTILLA		

PT-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Silicio	Si	0,296
Azúfre	S	2,968
Potasio	K	5,457
Cromo	Cr	0,997
Hierro	Fe	24,876
Níquel	Ni	1,486
Cobre	Cu	1,741
Zinc	Zn	3,859
Estaño	Sn	58,319

Observaciones:	
N.B. : NO detectable - LOD : (0,005 OF 0,0070%) Perdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.	Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanos.	Ingeniero de materiales
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las refiere al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA
Nota:	Elaboró Analista

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y salamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67° 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=240 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CEH807 I=240	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA IIMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1.11 AQ 2017

PT-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,681
Silicio	Si	0,101
Azúfre	S	1,097
Potasio	K	4,002
Calcio	Ca	1,145
Cromo	Cr	0,791
Hierro	Fe	27,186
Níquel	Ni	1,635
Zinc	Zn	4,845
Estaño	Sn	58,517

<b>Observaciones.</b>	
N.D. (NO detectable) LOI (LOSS OF IGNITION) medida por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa analítico. El resultado se reporta en base seca a 100°C.	
Cortésia para proyecto de investigación sobre todo galvanos.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validación y aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y los resultados al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Nivel Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

- Nota:
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=300 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CEH807 1=300	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : SALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

17-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,207
Silicio	Si	0,061
Azúfre	S	0,730
Potasio	K	2,675
Calcio	Ca	1,287
Cromo	Cr	0,664
Hierro	Fe	24,107
Níquel	Ni	1,756
Zinc	Zn	5,147
Estano	Sn	63,267

<b>Observaciones:</b>	
N.B. : NO detectable - LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 100°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanizado.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y se remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de conservar la autenticidad de este Reporte de Hallazgos bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de controversias y saludos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=360 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CGH807 1=360	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA
Cliete: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso: NO APLICA
Contacto: DANIELA IMENEZ	Fecha Análisis: 17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:
Ciudad: BOGOTÁ	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-ZIMMIAN PASTILLA	Aplicación: 1,11 AQ 2017

11-01-08 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,433
Silicio	Si	0,234
Azúfre	S	1,000
Potasio	K	3,994
Cromo	Cr	1,212
Hierro	Fe	22,372
Níquel	Ni	1,255
Cobre	Cu	1,359
Zinc	Zn	4,061
Estaño	Sn	64,080

<b>Observaciones:</b>		
N.D. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 100°C.		
Corteza para proyecto de investigación sobre todo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines contractuales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y la validez al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Humedad de la muestra	NO PRESENTA	%
Nivel Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres  
Ingeniero de materiales  
Elaboró  
Analista

Nota:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este reporte de análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de consumos y software se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la solicitud.

AX 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- $C_6H_8O_7$  t=420 min



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : CSH807 1=420	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S.	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA Jimenez	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

01-01-2018 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,302
Silicio	Si	0,103
Azúfre	S	0,847
Potasio	K	2,562
Cromo	Cr	0,888
Hierro	Fe	22,288
Niquel	Ni	1,843
Cobre	Cu	1,065
Zinc	Zn	4,771
Estañ	Sn	65,331

Observaciones:	
N.B. : NO detectable - LOI : (LOSS OF IGNITION) perdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanitos.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez a la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio lleva su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra:	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida:	15 miligramos
Carácter magnético:	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Isabella

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de Confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 17.

### MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN A BASE HUMEDA DE LOS RESULTADOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X PARA LA SELECCIÓN DE AGENTE LIXIVIANTE

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

#### 1. ÁCIDO CLORHÍDRICO (HCL)

Tabla de conversión del HCl t=10 min:

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		93.305%
Calcio	Ca	2.239%	0.150%
Aluminio	Al	0.576%	0.039%
Manganeso	Mn	1.067%	0.071%
Azúfre	S	1.630%	0.109%
Potasio	K	8.466%	0.567%
Cromo	Cr	1.455%	0.097%
Hierro	Fe	37.333%	2.499%
Niquel	Ni	2.465%	0.165%
Fosforo	P	0.285%	0.019%
Zinc	Zn	9.550%	0.639%
Estaño	Sn	34.116%	2.284%
Cloro	Cl	0.818%	0.055%

Tabla de conversión del HCl t=60 min

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		92.362%
Aluminio	Al	0.915%	0.070%
Silicio	Si	0.135%	0.010%
Azúfre	S	2.020%	0.154%
Potasio	K	7.015%	0.536%

Cromo	Cr	1.495%	0.114%
Hierro	Fe	37.146%	2.837%
Niquel	Ni	2.917%	0.223%
Cobre	Cu	2.708%	0.207%
Zinc	Zn	7.444%	0.569%
Estaño	Sn	37.464%	2.862%
Cloro	Cl	0.740%	0.057%

**Tabla de conversión de HCl t=120 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		92.069%
Calcio	Ca	1.327%	0.105%
Aluminio	Al	0.222%	0.018%
Azúfre	S	0.760%	0.060%
Potasio	K	6.298%	0.499%
Hierro	Fe	37.095%	2.942%
Niquel	Ni	4.844%	0.384%
Zinc	Zn	6.157%	0.488%
Estaño	Sn	42.824%	3.396%
Cloro	Cl	0.482%	0.038%

**Tabla de conversión de HCl t=180 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		91.978%
Calcio	Ca	0.788%	0.063%
Aluminio	Al	0.344%	0.028%
Azúfre	S	1.015%	0.081%
Potasio	K	5.165%	0.414%
Hierro	Fe	36.078%	2.894%
Niquel	Ni	3.848%	0.309%
Zinc	Zn	7.694%	0.617%
Estaño	Sn	44.604%	3.578%
Cloro	Cl	0.463%	0.037%

**Tabla de conversión de HCl t=240 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
--------	-----------	-----------------------	---------------

Humedad	H <sub>2</sub> O		91.954%
Aluminio	Al	0.462%	0.037%
Azúfre	S	1.165%	0.094%
Potasio	K	5.014%	0.403%
Cromo	Cr	2.122%	0.171%
Hierro	Fe	33.633%	2.706%
Niquel	Ni	1.684%	0.135%
Cobre	Cu	1.511%	0.122%
Zinc	Zn	6.699%	0.539%
Estaño	Sn	46.986%	3.780%
Cloro	Cl	0.723%	0.058%

**Tabla de conversión de HCl t=300 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		91.827%
Aluminio	Al	0.369%	0.030%
Silicio	Si	0.097%	0.008%
Azúfre	S	0.976%	0.080%
Potasio	K	5.544%	0.453%
Cromo	Cr	0.835%	0.068%
Hierro	Fe	27.793%	2.272%
Niquel	Ni	1.572%	0.128%
Zinc	Zn	6.129%	0.501%
Estaño	Sn	56.064%	4.582%
Cloro	Cl	0.674%	0.055%

**Tabla de conversión de HCl t=360 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		91.675%
Aluminio	Al	0.466%	0.039%
Silicio	Si	0.123%	0.010%
Azúfre	S	0.835%	0.070%
Potasio	K	4.023%	0.335%
Hierro	Fe	23.513%	1.957%
Niquel	Ni	0.943%	0.079%
Cobre	Cu	0.899%	0.075%
Zinc	Zn	3.675%	0.306%
Estaño	Sn	65.134%	5.422%

Cloro	Cl	0.390%	0.032%
-------	----	--------	--------

**Tabla de conversión del HCl t=420 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		91.538%
Aluminio	Al	0.248%	0.021%
Azúfre	S	0.724%	0.061%
Potasio	K	3.037%	0.257%
Hierro	Fe	22.762%	1.926%
Niquel	Ni	0.942%	0.080%
Zinc	Zn	4.915%	0.416%
Estaño	Sn	67.024%	5.672%
Cloro	Cl	0.348%	0.029%

## 2. ÁCIDO SULFÚRICO (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

**Tabla de conversión del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=10 min:**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		88.974%
Calcio	Ca	0.043%	0.005%
Aluminio	Al	0.359%	0.040%
Silicio	Si	0.242%	0.027%
Azúfre	S	3.165%	0.349%
Potasio	K	2.753%	0.304%
Cromo	Cr	1.847%	0.204%
Hierro	Fe	32.105%	3.540%
Niquel	Ni	1.476%	0.163%
Cobre	Cu	2.012%	0.222%
Zinc	Zn	4.639%	0.511%
Estaño	Sn	51.358%	5.663%

**Tabla de conversión del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=60 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		87.813%
Aluminio	Al	0.252%	0.031%
Silicio	Si	0.071%	0.009%
Azúfre	S	1.075%	0.131%
Potasio	K	4.753%	0.579%

Hierro	Fe	19.830%	2.417%
Niquel	Ni	1.700%	0.207%
Zinc	Zn	2.702%	0.329%
Estaño	Sn	69.616%	8.484%

**Tabla de conversión de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=120 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		87.066%
Aluminio	Al	0.404%	0.052%
Silicio	Si	0.165%	0.021%
Azúfre	S	1.293%	0.167%
Potasio	K	2.838%	0.367%
Hierro	Fe	20.067%	2.595%
Niquel	Ni	0.993%	0.128%
Zinc	Zn	4.273%	0.553%
Estaño	Sn	69.967%	9.049%

**Tabla de conversión de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=180 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		86.851%
Calcio	Ca	0.916%	0.120%
Aluminio	Al	0.045%	0.006%
Azúfre	S	0.759%	0.100%
Potasio	K	3.231%	0.425%
Cromo	Cr	1.231%	0.162%
Hierro	Fe	18.051%	2.374%
Niquel	Ni	0.873%	0.115%
Zinc	Zn	3.031%	0.399%
Estaño	Sn	71.863%	9.449%

**Tabla de conversión de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=240 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		86.269%
Aluminio	Al	0.382%	0.052%
Silicio	Si	0.230%	0.032%
Azúfre	S	1.488%	0.204%
Potasio	K	3.793%	0.521%
Hierro	Fe	15.612%	2.144%

Niquel	Ni	0.746%	0.102%
Cobre	Cu	1.308%	0.180%
Zinc	Zn	3.356%	0.461%
Estaño	Sn	73.086%	10.036%

**Tabla de conversión de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=300 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.831%
Aluminio	Al	0.430%	0.061%
Silicio	Si	0.101%	0.014%
Azúfre	S	0.393%	0.056%
Cromo	Cr	1.143%	0.162%
Hierro	Fe	15.668%	2.220%
Niquel	Ni	0.957%	0.136%
Cobre	Cu	1.493%	0.212%
Zinc	Zn	1.763%	0.250%
Estaño	Sn	77.052%	10.917%

**Tabla de conversión de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=360 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.695%
Calcio	Ca	0.795%	0.114%
Aluminio	Al	0.310%	0.044%
Silicio	Si	0.080%	0.011%
Azúfre	S	3.715%	0.531%
Potasio	K	0.914%	0.131%
Hierro	Fe	17.774%	2.543%
Niquel	Ni	1.142%	0.163%
Zinc	Zn	1.663%	0.238%
Estaño	Sn	73.607%	10.530%

**Tabla de conversión del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> t=420 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.153%
Aluminio	Al	0.184%	0.027%

Silicio	Si	0.125%	0.019%
Azúfre	S	0.958%	0.142%
Potasio	K	2.433%	0.361%
Hierro	Fe	13.279%	1.971%
Niquel	Ni	1.375%	0.204%
Cobre	Cu	1.403%	0.208%
Estaño	Sn	80.242%	11.913%

### 3. PARA ÁCIDO CÍTRICO C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>

**Tabla de conversión del C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=10 min:**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		88.390%
Calcio	Ca	1.670%	0.194%
Aluminio	Al	0.297%	0.034%
Azúfre	S	1.585%	0.184%
Potasio	K	4.287%	0.498%
Cromo	Cr	2.074%	0.241%
Hierro	Fe	44.615%	5.180%
Niquel	Ni	5.073%	0.589%
Zinc	Zn	12.661%	1.470%
Estaño	Sn	27.739%	3.220%

**Tabla de conversión del C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=60 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		87.626%
Calcio	Ca	1.670%	0.207%
Aluminio	Al	0.287%	0.036%
Azúfre	S	1.335%	0.165%
Potasio	K	5.849%	0.724%
Cromo	Cr	0.804%	0.099%
Hierro	Fe	34.969%	4.327%
Niquel	Ni	2.949%	0.365%
Fosforo	P	0.150%	0.019%
Zinc	Zn	8.524%	1.055%
Estaño	Sn	43.464%	5.378%

**Tabla de conversión de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=120 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		87.602%
Calcio	Ca	0.514%	0.064%
Aluminio	Al	0.428%	0.053%
Azúfre	S	1.192%	0.148%
Potasio	K	3.815%	0.473%
Cromo	Cr	2.387%	0.296%
Hierro	Fe	27.438%	3.402%
Níquel	Ni	1.178%	0.146%
Zinc	Zn	7.382%	0.915%
Estaño	Sn	55.667%	6.901%

**Tabla de conversión de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=180 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		86.830%
Silicio	Si	0.296%	0.039%
Azufre	S	2.968%	0.391%
Potasio	K	5.457%	0.719%
Cromo	Cr	0.997%	0.131%
Hierro	Fe	24.876%	3.276%
Níquel	Ni	1.486%	0.196%
Cobre	Cu	1.741%	0.229%
Zinc	Zn	3.859%	0.508%
Estaño	Sn	58.319%	7.680%

**Tabla de conversión de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=240 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		86.422%
Calcio	Ca	1.145%	0.155%
Aluminio	Al	0.681%	0.092%
Silicio	Si	0.101%	0.014%
Azufre	S	1.097%	0.149%
Potasio	K	4.002%	0.543%
Cromo	Cr	0.791%	0.107%
Hierro	Fe	27.186%	3.691%
Níquel	Ni	1.635%	0.222%
Zinc	Zn	4.845%	0.658%
Estaño	Sn	58.517%	7.946%

**Tabla de conversión de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=300 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.892%
Calcio	Ca	1.287%	0.182%
Aluminio	Al	0.207%	0.029%
Silicio	Si	0.061%	0.009%
Azufre	S	0.730%	0.103%
Potasio	K	2.675%	0.377%
Cromo	Cr	0.664%	0.094%
Hierro	Fe	24.107%	3.401%
Níquel	Ni	1.756%	0.248%
Zinc	Zn	5.147%	0.726%
Estaño	Sn	63.267%	8.926%

**Tabla de conversión de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=360 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.111%
Aluminio	Al	0.433%	0.064%
Silicio	Si	0.234%	0.035%
Azufre	S	1.000%	0.149%
Potasio	K	3.994%	0.595%
Cromo	Cr	1.212%	0.180%
Hierro	Fe	22.372%	3.331%
Níquel	Ni	1.255%	0.187%
Cobre	Cu	1.359%	0.202%
Zinc	Zn	4.061%	0.605%
Estaño	Sn	64.080%	9.541%

**Tabla de conversión del C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> t=420 min**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.035%
Aluminio	Al	0.302%	0.045%
Silicio	Si	0.103%	0.015%
Azufre	S	0.847%	0.127%
Potasio	K	2.562%	0.383%
Cromo	Cr	0.888%	0.133%
Hierro	Fe	22.288%	3.335%

Niquel	Ni	1.843%	0.276%
Cobre	Cu	1.065%	0.159%
Zinc	Zn	4.771%	0.714%
Estaño	Sn	65.331%	9.777%

## ANEXO 18.

### MUESTRAS DE CALCULO PARA DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN EN EL PROCESO DE LA SELECCIÓN DEL AGENTE LIXIVIANTE

Se determina el porcentaje de recuperación de estaño por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100\%$$

Donde:

$M_i$  = Masa inicial

$M_f$  = Masa final

El cálculo de la masa se realiza a partir la masa total del sólido y la fracción de estaño contenida en este

#### 1. Para HCl

Agente lixivante HCl	
Tiempo (min)	%Recuperación
10	7.433
60	10.479
120	10.914
180	11.887
240	13.692
300	14.601
360	18.157
420	19.025

#### 2. Para H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Agente lixivante H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
Tiempo (min)	%Recuperación
10	16.599
60	25.669
120	29.132
180	31.295
240	38.471
300	39.847

360	40.176
420	41.572

### 3. Para $C_6H_8O_7$

Agente lixiviante $C_6H_8O_7$	
Tiempo (min)	%Recuperación
10	9.742
60	15.863
120	21.721
180	24.948
240	26.082
300	27.564
360	29.697
420	30.989

## ANEXO 19.

### PROTOCOLO EVALUACIÓN DEL AGENTE OXIDANTE

#### OBJETIVO

Evaluar el peróxido de hidrogeno ( $H_2O_2$ ) como agente oxidante a tres concentraciones diferentes (2%, 3% y 5% P/V) para la obtención de estaño (Sn) mediante lixiviación agitada en una sola etapa a temperatura ambiente.

#### PASO A PASO

##### 1. Selección de las condiciones de operación

Mediante la revisión bibliográfica se determinan las condiciones de operación con las cuales se pondrá en marcha el presente análisis, como criterios de selección se elegirá el dato comúnmente más usado para cada variable, teniendo en cuenta el porcentaje de recuperación del metal o la cantidad de metal obtenido en la solución.

##### 2. Preparación de etiquetas

Todas las muestras deben ser perfectamente identificadas en el momento de obtener las sales de metal con cada concentración de agente oxidante, por esta razón, cada una debe contener una ficha o etiqueta como se puede observar a continuación:

Fecha:		
Hora inicio:		
Hora toma de la muestra:		
Nombre del proyecto:		
Concentración del agente Oxidante:		
Temperatura:		

##### 3. Preparación de utensilios y equipos

Para la evaluación del agente oxidante es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

IMPLEMENTOS	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	

Equipos de protección (bata)	
Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
Cofias o gorro	
Gafas de seguridad	
Protector facial	
<b>Equipos</b>	
Plancha de agitación	
Agitador magnético	
Plancha de calentamiento	
Balanza analítica	
Mufla	
Centrífuga	
Cabina de extracción	
<b>Material de laboratorio</b>	
Beaker 250 mL (4)	
Balón aforado 250 mL (3)	
Varilla de vidrio	
Espátula plástica	
Tubos falcon 50 mL	
Capsulas de porcelana	
Pipeta 10 mL	
Pipeteador	
Erlenmeyer	
Embudo	
Picnómetro 5 mL	
Papel filtro	
<b>Reactivos</b>	
Agua destilada	
Lodo galvánico	
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	
Peróxido de hidrógeno (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	
Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	
Cuaderno de apuntes	
Esferos	
Cámara fotográfica	

#### **4. Preparación de soluciones**

Se evaluarán 3 concentraciones de peróxido de hidrogeno como agente oxidante; es importante tener en cuenta que este se encuentra en estado líquido con una pureza del 30% P/V, a continuación, se describe el paso a paso para preparar 250 mL de solución de cada una de las concentraciones de agente oxidante a evaluar.

##### 2% p/v:

En un balón aforado de 250 mL adicionar 5 mL de agua destilada, con ayuda de una pipeta de 10 mL medir 16.7 mL de peróxido de hidrógeno y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

##### 3% p/v:

En un balón aforado de 250 mL adicionar 5 mL de agua destilada, con ayuda de una pipeta de 10 mL medir 25 mL de peróxido de hidrógeno y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

##### 5% p/v:

En un balón aforado de 250 mL adicionar 5 mL de agua destilada, con ayuda de una pipeta de 10 mL medir 41.7 mL de peróxido de hidrógeno y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

#### **5. Preparación montaje de lixiviación**

En un beaker de 250 mL que contenga el lodo residual, el agente lixivante y el peróxido de Hidrogeno, sumergir un agitador magnético; debido a que el proceso se realizará a temperatura ambiente no es necesario una plancha de agitación y calentamiento, por lo tanto, se hace uso de una plancha de agitación marca Dathan Scientific, se debe ubicar el beaker anteriormente mencionado justo en el centro de la plancha como se muestra en la figura # para evitar que el agitador magnético golpee las paredes de este.

#### **6. Ejecución del diseño pre-experimental**

En el diseño pre-experimental para el proceso de lixiviación por agitación magnética, se evaluarán 3 diferentes concentraciones de agente oxidante (2%, 3% y 5% P/V), las condiciones de operación a las que se evaluarán son:

- Velocidad de agitación: 750 rpm
- Temperatura: Ambiente
- Agente lixivante: Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ )
- Concentración del agente lixivante: 1M
- Concentración del mineral: 27% de sólidos

#### Lixiviación con $H_2O_2$ 2% P/V:

En un beaker de 300 mL se adicionan 107.5 g del lodo residual previamente hidratado, simultáneamente pesar 40.5 g de  $H_2SO_4$  1 M y 15 mL de  $H_2O_2$ , adicionar el ácido y el agente oxidante en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con la solución y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, por último, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 240 min y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL y tomar en la cuarta hora una alícuota de 10 mL.

En una balanza analítica pesar un tubo falcon de 50 mL vacío, adicionar los 10 mL de la alícuota anteriormente tomada en el proceso de lixiviación y pesar el tubo falcon mas la muestra, llevar a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizada la centrifuga se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente, se procede a determinar la densidad y el porcentaje de humedad para cada lixiviado.

#### Lixiviación con $H_2O_2$ 3% P/V:

En un beaker de 300 mL se adicionan 105.5 g del lodo residual previamente hidratado, simultáneamente pesar 39.7 g de  $H_2SO_4$  1 M y 15 mL de  $H_2O_2$ , adicionar el ácido y el agente oxidante en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con la solución y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, por último, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 240 min y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar en la cuarta hora una alícuota de 10 mL.

En una balanza analítica pesar un tubo falcon de 50 mL vacío, adicionar los 10 mL de la alícuota anteriormente tomada en el proceso de lixiviación y pesar el tubo falcon mas la muestra, llevar a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizada la centrifuga se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente, se procede a determinar la densidad y el porcentaje de humedad para cada lixiviado.

#### Lixiviación con $H_2O_2$ 5% P/V:

En un beaker de 300 mL se adicionan 94 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 35.4 g de  $H_2SO_4$  1M y 15 mL de  $H_2O_2$ , adicionar el ácido y el agente oxidante en el lodo residual, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con la solución y en

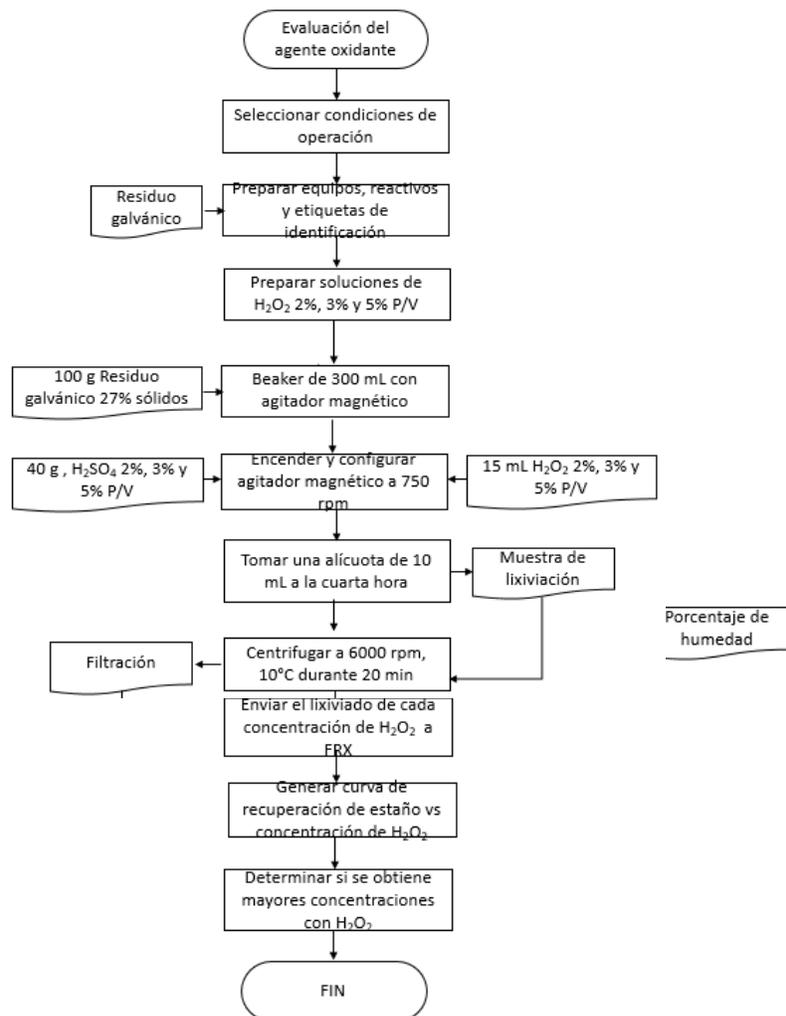
este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, por último, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm. Realizar la lixiviación durante 4 horas y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar en la cuarta hora una alícuota de 10 mL.

En una balanza analítica pesar un tubo falcon de 50 mL vacío, adicionar los 10 mL de la alícuota anteriormente tomada en el proceso de lixiviación y pesar el tubo falcon mas la muestra, llevar a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizada la centrifuga se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente, se procede a determinar la densidad y el porcentaje de humedad para cada lixiviado.

### **7. Caracterización del lixiviado**

Una vez finalizado el diseño pre-experimental y haber obtenido los lixiviados de cada concentración del peróxido de hidrogeno ( $H_2O_2$ ), estos se llevarán analizar por Fluorescencia de rayos X, al laboratorio Alpha1 S.A.S., donde se obtendrán los diferentes valores de concentraciones de sales, con el fin de determinar si el uso de agente oxidante mejora el proceso de recuperación de estaño o no.

## DIAGRAMA DE FLUJO



### TABLA DE TOMA DE DATOS

[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ]	W picnómetro vacío	W picnómetro lleno	W muestra	Densidad
2%				
3%				
5%				

Sobrenadante			
t (min)	% Humedad		
	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2% P/V	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 3% P/V	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 5% P/V
0			
30			
60			
90			
120			
150			
180			
210			
240			
270			
300			
330			
360			
390			
420			

Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	% Recuperación de Sn
0	
2	
3	
5	

## ANEXO 20.

### MUESTRAS DE CÁLCULO DEL BALANCE DE MATERIA PARA LA DISMINUCIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS CON AGENTE OXIDANTE

Se realiza el balance de materia por medio de la siguiente ecuación:

$$M_{Ag.Lix} = \left( M_S * \frac{\%H_f}{\%S_f} \right) - (M_i * \%H_i)$$

Donde:

$M_{Ag.Lix}$  = Masa de agente lixiviante adicionar (g)

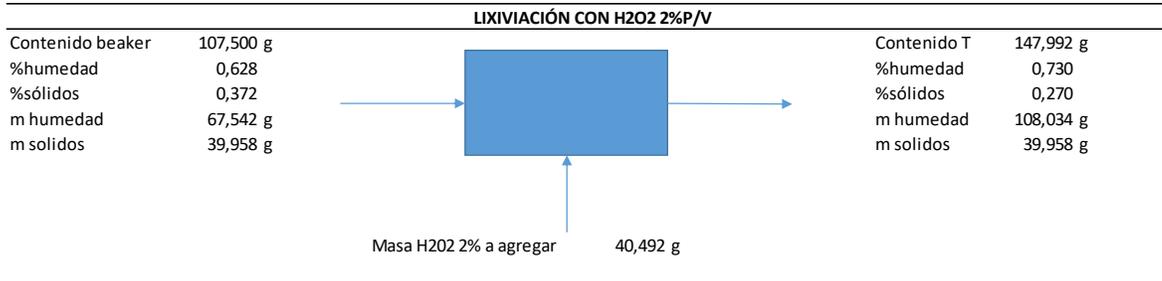
$M_S$  = Masa sólido (g)

$\%H_f$  = Porcentaje de humedad final

$\%S_f$  = Porcentaje de sólido final

$M_i$  = Masa del lodo inicial (g)

$\%H_i$  = Porcentaje de humedad inicia



[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ]	Masa del sólido (g)	%Humedad inicial	%Humedad final	Masa de H <sub>2</sub> O adicionar (g)
2%	39.958	62.83	73.00	40.492
3%	39.214	62.83	73.00	39.738
4%	34.939	62.83	73.00	35.407

## ANEXO 21.

### REPORTES FLUORESCENCIA DE RAXOS X PARA EVALUACIÓN DE AGENTE OXIDANTE

- 2% de [H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H202 295	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo: <b>CLIENTE</b>
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo: <b>NO PRESENTA</b>
	Fecha Ingreso: <b>NO APLICA</b>
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis: <b>17/05/2017</b>
Contacto: DANIELA IIMENEZ	Fecha Informe: <b></b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	
Ciudad: BOGOTÁ	
Teléfonos: 2313518	Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b>
Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b>
	Aplicación: <b>1,11 AQ 2017</b>

21-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,766
Silicio	Si	0,718
Azúfre	S	3,371
Potasio	K	5,233
Calcio	Ca	2,006
Cromo	Cr	1,626
Hierro	Fe	36,919
Niquel	Ni	1,571
Cobre	Cu	0,959
Zinc	Zn	8,148
Estaño	Sn	38,682

<b>Observaciones:</b>	
N.B.: NO detectable (LO) : (0,001 OF IGWTON) Porción por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa analítico estándar. El resultado se reporta en base seca a 105° C.	
Cortésia para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las referencias al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este reporte de hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá validez como del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de antecedentes y calibración se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- 3% de [H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H202 3%	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
	Fecha Análisis:	17/05/2018
	Fecha Informe:	
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Aplicación:	1, 11 AQ 2017
Ciudad: BOGOTA		
Teléfonos: 2313518		
Método de análisis: PRT-01-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA		

11-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,738
Silicio	Si	0,642
Azúfre	S	1,967
Potasio	K	5,231
Calcio	Ca	1,490
Cromo	Cr	1,029
Hierro	Fe	31,088
Níquel	Ni	2,694
Zinc	Zn	7,010
Estaño	Sn	48,091

<b>Observaciones:</b>	
N.B. : NO detectable LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa anticorrosión. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo galvanizado.	
Esta técnica de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez y la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las condiciones al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Índice Radiación (beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la veracidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden ÚNICAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contrastar muestras y obtener un resultado de acuerdo con lo aprobado por el cliente es la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte

Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- 5% de [H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : H202 516	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
	Fecha Análisis:	17/05/2018
	Fecha Informe:	
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Contacto: DANIELA IMENEZ	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Aplicación:	1,11 AQ 2017
Ciudad: BOGOTÁ		
Teléfono: 2313518		
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA		

PI-02-05 Versión 1

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,738
Fósforo	P	0,410
Azúfre	S	4,956
Potasio	K	5,390
Calcio	Ca	2,139
Cromo	Cr	0,931
Hierro	Fe	33,227
Níquel	Ni	3,358
Cobre	Cu	8,937
Zinc	Zn	9,037
Estaño	Sn	30,847

<b>Observaciones:</b>		
N.B. : NO detectable (DL : (LOD OF INSTR) Perdida por ignición a 1000°C. <u>consultar en hoja</u>		
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 135° C.		
Carteas para proyecto de investigación sobre todo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en composiciones. Siempre a 100 ppm.		
Para la validación o aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
Pureza de la muestra	NO PRESENTA	%
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA	µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15	miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y séculos se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

**ANEXO 22. MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN A BASE HUMEDA DE  
LOS RESULTADOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X PARA LA  
EVALUACIÓN DE AGENTE OXIDANTE**

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

**1. 2% DE H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		86.037%
Calcio	Ca	2.006%	0.280%
Aluminio	Al	0.766%	0.107%
Silicio	Si	0.718%	0.100%
Azufre	S	3.371%	0.471%
Potasio	K	5.233%	0.731%
Cromo	Cr	1.626%	0.227%
Hierro	Fe	36.919%	5.155%
Níquel	Ni	1.571%	0.219%
Cobre	Cu	0.959%	0.134%
Zinc	Zn	8.148%	1.138%
Estaño	Sn	38.682%	5.401%

**2. 3% DE H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.550%
Calcio	Ca	1.490%	0.215%
Aluminio	Al	0.738%	0.107%
Silicio	Si	0.642%	0.093%
Azufre	S	1.987%	0.287%
Potasio	K	5.231%	0.756%
Cromo	Cr	1.029%	0.149%

Hierro	Fe	31.088%	4.492%
Níquel	Ni	2.694%	0.389%
Zinc	Zn	7.010%	1.013%
Estaño	Sn	48.091%	6.949%

### 3. 5% DE H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		84.195%
Calcio	Ca	2.139%	0.338%
Aluminio	Al	0.738%	0.117%
Fosforo	P	0.410%	0.065%
Azufre	S	4.986%	0.788%
Potasio	K	5.390%	0.852%
Cromo	Cr	0.931%	0.147%
Hierro	Fe	33.227%	5.251%
Níquel	Ni	3.358%	0.531%
Cobre	Cu	8.937%	1.412%
Zinc	Zn	9.037%	1.428%
Estaño	Sn	30.847%	4.875%

### ANEXO 23.

#### MUESTRAS DE CALCULO PARA DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN EN EL PROCESO DE EVALUACIÓN DEL AGENTE OXIDANTE

Se determina el porcentaje de recuperación de estaño por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100\%$$

Donde:

$M_i$  = Masa inicial

$M_f$  = Masa final

El cálculo de la masa se realiza a partir la masa total del sólido y la fracción de estaño contenida en este

Concentración del H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	% Recuperación
2%	17.6866
3%	23.6653
5%	16.5813

## ANEXO 24.

### PROTOCOLO EVALUACIÓN EFECTO DE LA TEMPERATURA

#### OBJETIVO

Encontrar la temperatura que proporcione la mejor recuperación de Estaño (Sn) mediante lixiviación agitada evaluando tres diferentes temperaturas: 40°C, 60°C y 80°C

#### PASO A PASO

##### 1. Selección de las condiciones de operación

Mediante la revisión bibliográfica se determinan las condiciones de operación con las cuales se pondrá en marcha el presente análisis, como criterios de selección se elegirá el dato más comúnmente usado para cada variable teniendo en cuenta el porcentaje de recuperación del metal o la cantidad de metal obtenido en la solución.

##### 2. Preparación de etiquetas

Todas las muestras deben ser perfectamente identificadas en el momento de obtener las sales de metal con las tres temperaturas, por esta razón, cada una debe contener una ficha o etiqueta como se puede observar a continuación:

Fecha:		
Hora inicio:		
Hora toma de la muestra:		
Nombre del proyecto:		
Temperatura:		

##### 3. Preparación de utensilios y equipos

Para la selección de la temperatura es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

IMPLEMENTOS	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	
Equipos de protección (bata)	
Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
Cofias o gorro	

Gafas de seguridad	
Protector facial	
<b>Equipos</b>	
Plancha de agitación	
Agitador magnético	
Plancha de calentamiento	
Balanza analítica	
Mufla	
Centrifuga	
Cabina de extracción	
<b>Material de laboratorio</b>	
Beaker 250 ml (4)	
Balón aforado 1L (4)	
Varilla de vidrio	
Vidrio de reloj	
Espátula plástica	
Tubos falcon 50 mL	
Capsulas de porcelana	
Pipeta 25 mL (2)	
Pipeteador	
Erlenmeyer	
Embudo	
Picnómetro	
Filtro	
Papel filtro	
<b>Reactivos</b>	
Agua destilada	
Lodo galvánico	
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	
Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	
Cuaderno de apuntes	
Esferos	

#### 4. Preparación de solución

Se evaluará como agente lixivante para la remoción del metal el Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), donde se trabajará a una concentración 1M; es importante tener en cuenta el estado físico y la concentración en la que se encuentran, a continuación, se describe el paso a paso para preparar 1L de solución.

- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
  - Pureza: 96.5%
  - Densidad: 1840 g/L
  - PM: 98.08 g/mol

En un balón aforado de 1L adicionar 500mL de agua destilada, en una pipeta de 25 mL medir 55.24mL de ácido sulfúrico y adicionar al balón aforado, manteniendo agitada la solución, con ayuda de un frasco lavador que contenga agua destilada lavar las paredes de la pipeta y adicionar esta solución en el balón, repetir 3 veces hasta llegar al aforo.

#### 5. Preparación montaje de lixiviación

Considerando que se requiere mantener la temperatura y agitación constante, se hace uso de una plancha de agitación y calentamiento, con una temperatura necesaria para que la solución se mantenga a la temperatura deseada y una agitación de 750 rpm.

En caso de que no se tenga disponible de una plancha de calentamiento y agitación y solo se tenga de una plancha de agitación magnética, se recomienda realizar el montaje de la siguiente manera:

En un beaker de 300 mL adicionar el lodo residual, sumergir este dentro de un beaker de tamaño superior que contenga agua caliente, con el fin de que el lodo y posteriormente la solución se mantengan a la temperatura deseada como se muestra en la figura #, cuando se observe una disminución de la temperatura adicionar más agua caliente en el beaker de tamaño superior, evitando la disminución de la temperatura en el contenido del beaker de 300 mL. Se debe tener precaución de que la solución no entre en contacto con el agua.

#### 6. Ejecución del diseño pre-experimental

En el diseño pre-experimental para el proceso de lixiviación a una sola etapa y por agitación magnética, se evaluarán 3 diferentes temperaturas (40°C, 60°C y 80°C), las condiciones de operación a las que se evaluarán son:

- Velocidad de agitación: 750 rpm
- Agente lixivante: Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Concentración del agente lixivante: 1M
- Concentración del mineral: 27% de sólidos

### Lixiviación de 40°C

En un beaker de 300 mL se adicionan 121.5 g del lodo residual previamente hidratado, simultáneamente pesar 76 g de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1M, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con el lodo residual en la plancha de agitación y calentamiento y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, configurar la plancha de agitación y calentamiento a una velocidad de agitación a 750 rpm y a 80°C, con ayuda de un termómetro verificar que la solución se encuentra a la temperatura deseada, una vez alcanzada adicionar el ácido en el lodo residual. Realizar la lixiviación durante 4 horas y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 20 mL a la cuarta hora.

En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 20 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, tomar los pesos finales de los tubos falcon mas la muestra, una vez tomado los pesos estos se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizado las centrifugas se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

Nota: En caso de evaporación de la solución durante el tiempo de lixiviación, adicionar agua para mantener la relación del porcentaje de sólido.

### Lixiviación de 60°C

En un beaker de 300 mL se adicionan 121.5 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 76 g de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1M, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con el lodo residual y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm y esperar que este alcance la temperatura de 60°C, con ayuda de un termómetro verificar que la solución se encuentra a la temperatura deseada, una vez alcanzada adicionar el ácido en el lodo residual. Realizar la lixiviación durante 4 horas y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 20 mL a la cuarta hora.

En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 20 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, tomar los pesos finales de los tubos falcon mas la muestra, una vez tomado los pesos estos se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizado las centrifugas se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

Nota: En caso de evaporación de la solución durante el tiempo de lixiviación, adicionar agua para mantener la relación del porcentaje de sólido.

### Lixiviación de 80°C

En un beaker de 300 mL se adicionan 121.5 g del lodo residual previamente hidratado, poner en una plancha de agitación, simultáneamente pesar 76 g de

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M, en el montaje de lixiviación previamente elaborado colocar el beaker con el lodo residual y en este sumergir el agitador magnético cuidadosamente, configurar la velocidad de agitación a 750 rpm y esperar que este alcance la temperatura de 80°C, con ayuda de un termómetro verificar que la solución se encuentra a la temperatura deseada, una vez alcanzada adicionar el ácido en el lodo residual. Realizar la lixiviación durante 4 horas y con ayuda de una pipeta graduada de 25 mL tomar una alícuota de 20 mL a la cuarta hora.

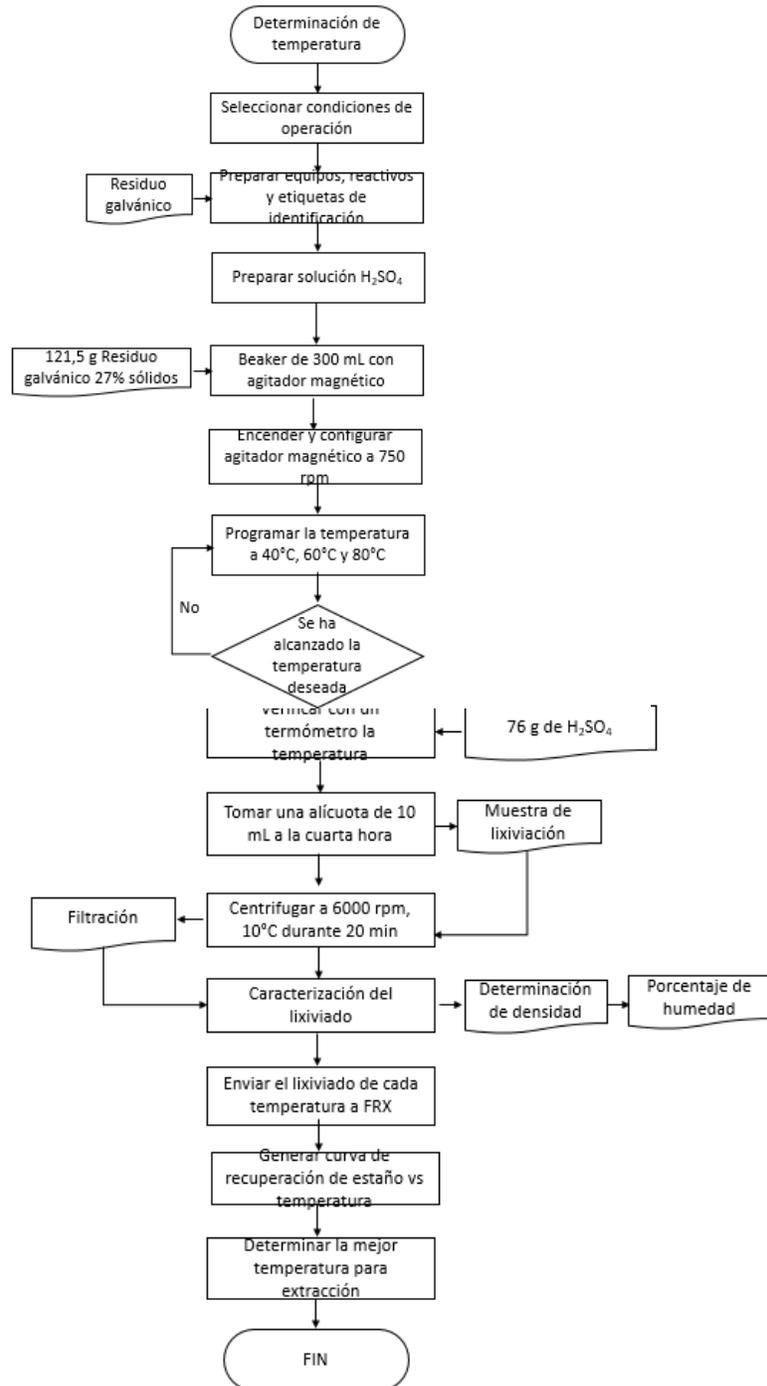
En una balanza analítica pesar los tubos falcon de 50 mL vacíos previamente identificados, adicionar 20 mL de cada una de las alícuotas anteriormente tomadas en el proceso de lixiviación, tomar los pesos finales de los tubos falcon mas la muestra, una vez tomado los pesos estos se llevan a una centrifuga durante 20 min, con una velocidad de 6000 rpm y a 10°C, una vez finalizado las centrifugas se precede a separar el lixiviado del sólido por medio de filtración, tomar el peso final del sólido y del lixiviado, finalmente se procede a determinar la densidad y porcentaje de humedad para cada lixiviado.

Nota: En caso de evaporación de la solución durante el tiempo de lixiviación, adicionar agua para mantener la relación del porcentaje de sólido.

## **7. Caracterización del lixiviado**

Una vez finalizado el diseño pre-experimental y haber obtenido los lixiviados de cada una de las temperaturas, estas se llevarán analizar por Fluorescencia de rayos X, al laboratorio Alpha1 S.A.S, donde se obtendrán los diferentes valores de concentraciones de sales, con el fin de determinar la temperatura en el cual se obtiene una mayor recuperación de estaño.

## DIAGRAMA DE FLUJO



## TABLA DE TOMA DE DATOS

Sobrenadante			
t (min)	% Humedad		
	40°C	60°C	80°C
0			
30			
60			
90			
120			
150			
180			
210			
240			
270			
300			
330			
360			
390			
420			

% Recuperación		
40°C	60°C	80°C

## ANEXO 25.

### MUESTRAS DE CÁLCULO DEL BALANCE DE MATERIA PARA LA DISMINUCIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS EN LA EVALUACIÓN DE TEMPERATURA

Se realiza el balance de materia por medio de la siguiente ecuación:

$$M_{Ag.Lix} = \left( M_S * \frac{\%H_f}{\%S_f} \right) - (M_i * \%H_i)$$

Donde:

$M_{Ag.Lix}$  = Masa de agente lixiviante adicionar (g)

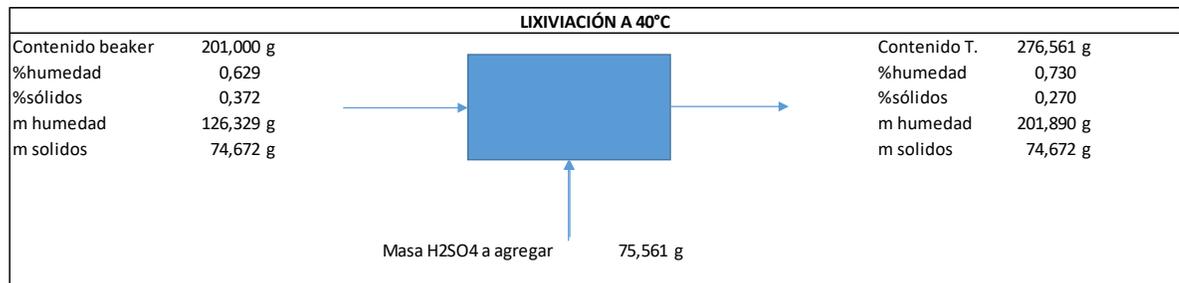
$M_S$  = Masa sólido (g)

$\%H_f$  = Porcentaje de humedad final

$\%S_f$  = Porcentaje de sólido final

$M_i$  = Masa del lodo inicial (g)

$\%H_i$  = Porcentaje de humedad inicia



Temperatura (°C)	Masa del sólido (g)	%Humedad inicial	%Humedad final	Masa de H <sub>2</sub> O adicionar (g)
40	74.672	62.83	73.00	75.561
60	74.671	62.83	73.00	75.561
80	74.671	62.83	73.00	76.561

## ANEXO 26.

### REPORTES FLUORESCENCIA DE RAXOS X PARA EVALUACIÓN DE TEMPERATURA

- Temperatura 40°C



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : 40 °C Tipo de muestra: LODO GALVANICO Procedencia : GALVANOTECNIA  Cliente: ALPHA 1 S.A.S Contacto: DANIELA LIMENEZ Dirección: CRA 60 # 67A-80 Ciudad: BOGOTA Teléfonos: 2313518 Método de análisis: PRT-GT-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Consecutivo muestra: <b>CORTESIA</b> Responsable del muestreo: CLIENTE Plan/Procedimiento muestreo: NO PRESENTA Fecha Ingreso: NO APLICA Fecha Análisis: 17/05/2018 Fecha Informe: Solicitud Análisis: <b>CORTESIA</b> Consecutivo Informe: <b>NO APLICA</b> Aplicación: 1.1.1 AQ 2017
---	--

11-01-05 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Silicio	Si	0,083
Azúfre	S	6,387
Potasio	K	3,056
Hierro	Fe	7,811
Estaño	Sn	82,662

<b>Observaciones:</b>	
N.º. 190 detectable - LOI : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora. El análisis corresponde a un programa semiquantitativo. El resultado se reporta en base seca a 102°C. Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico. Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm. Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas de Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTE %
Dosis Radiación Beta/Gamma	NO PRESENTE µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTE

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

- Notas:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de continuar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
  3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% del valor del análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se deberá realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B, Modelo Norte  
 Bogotá D.C.  
 Tel. (57-1) 2313518  
 Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

- Temperatura 60°C



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : 60 °C	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECNIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Análisis:	17/05/2018
Dirección: CRA 60 # 67A-80	Fecha Informe:	
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfonos: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-ST-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1.11 AQ 2017

71-01-01 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,068
Silicio	Si	0,126
Azúfre	S	6,166
Potasio	K	4,180
Hierro	Fe	4,509
Estaño	Sn	84,951

<b>Observaciones:</b>	
N.B.: NO detectable LOI: (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Esta técnica de análisis no detecta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validación y aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las reglas al final y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra:	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Caracter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Hallazgo bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otra muestra de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y séculos se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[atencionadministrativa@alpha1.com.co](mailto:atencionadministrativa@alpha1.com.co)

- Temperatura 80°C



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Identificación : 80 °C	Consecutivo muestra:	<b>CORTESIA</b>
Tipo de muestra: LODO GALVANICO	Responsable del muestreo:	CLIENTE
Procedencia : GALVANOTECHIA	Plan/Procedimiento muestreo:	NO PRESENTA
	Fecha Ingreso:	NO APLICA
Cliente: ALPHA 1 S.A.S	Fecha Análisis:	17/05/2018
Contacto: DANIELA JIMENEZ	Fecha Informe:	
Dirección: CRA 60 # 67A-80		
Ciudad: BOGOTA	Solicitud Análisis:	<b>CORTESIA</b>
Teléfono: 2313518	Consecutivo Informe:	<b>NO APLICA</b>
Método de análisis: PRT-6T-01 WDXRF-OMNIA PASTILLA	Aplicación:	1,11 AQ 2017

PT-01-01 Versión 1

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,034
Silicio	Si	0,051
Fósforo	P	0,034
Azúfre	S	5,605
Potasio	K	1,871
Hierro	Fe	4,290
Niquel	Ni	0,327
Cobre	Cu	0,310
Estaño	Sn	87,425
Cloro	Cl	0,052

<b>Observaciones:</b>	
N.B.: NO detectado: LOI: (LOSS OF IGNITION) Pastilla por ignición a 1000°C durante una hora	
El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 102°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre todo ganancias.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm	
Para la validación y la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las recibe al Paso y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Densidad Radiación (beta/gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	15 miligramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Análisis

- Notas:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la veracidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es válido para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disposición de controversias y reclamos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Nóv 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 27.

### MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN A BASE HUMEDA DE LOS RESULTADOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X PARA LA EVALUACIÓN DE TEMPERATURA

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

#### 1. Temperatura 40°C

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.798%
Silicio	Si	0.083%	0.012%
Azufre	S	6.387%	0.907%
Potasio	K	3.056%	0.434%
Hierro	Fe	7.811%	1.109%
Estaño	Sn	82.662%	11.740%

#### 2. Temperatura a 60°C

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85.443%
Aluminio	Al	0.068%	0.010%
Silicio	Si	0.126%	0.018%
Azufre	S	6.166%	0.898%
Potasio	K	4.180%	0.608%
Hierro	Fe	4.509%	0.656%
Estaño	Sn	84.951%	12.366%

#### 3. Temperatura a 80°C

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		85,218%
Aluminio	Al	0,034%	0,005%
Silicio	Si	0,051%	0,008%
Azufre	S	5,605%	0,829%
Potasio	K	1,871%	0,277%
Fosforo	P	0,034%	0,005%
Hierro	Fe	4,290%	0,634%
Níquel	Ni	0,327%	0,048%
Cobre	Cu	0,310%	0,046%
Estaño	Sn	87,425%	12,923%
Cloro	Cl	0,052%	0,008%

## ANEXO 28.

### MUESTRAS DE CALCULO PARA DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN EN EL PROCESO DE EVALUACIÓN DE TEMPERATURA

Se determina el porcentaje de recuperación de estaño por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100\%$$

Donde:

$M_i$  = Masa inicial

$M_f$  = Masa final

El cálculo de la masa se realiza a partir la masa total del sólido y la fracción de estaño contenida en este

Temperatura (°C)	%Recuperación
40	41.0199
60	43.8407
80	47.8622

## ANEXO 29.

### REPORTE DE FLOURESCENCIA DE RAYOS X PARA LOS RESIDUOS DE 80°C



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación:</b> REFINADO 80°C <b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO <b>Procedencia:</b> GALVANOTECNIA  <b>Cliente:</b> ALPHA 1 S.A.S <b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ <b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80 <b>Ciudad:</b> BOGOTA <b>Teléfonos:</b> 2313518 <b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Consecutivo muestra:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE <b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA <b>Fecha ingreso:</b> NO APLICA <b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018 <b>Fecha Informe:</b>  <b>Solicitud Análisis:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Consecutivo informe:</b> <b>NO APLICA</b> <b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017
---	--

FT-GT-35 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Silicio	Si	0,386
Fósforo	P	0,026
Azúfre	S	4,284
Hierro	Fe	1,507
Niquel	Ni	0,086
Cobre	Cu	6,216
Estaño	Sn	65,955
Loss of Ignition	LOI	21,539

<b>Observaciones.</b>		
M.D. : NO detectable <b>LOI</b> : (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.		
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad y trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
<b>Humedad de la muestra</b>	NO PRESENTA	%
<b>Dosis Radiación β-eta/Gamma</b>	NO PRESENTA	µSv/h
<b>Cantidad de muestra recibida</b>	30	gramos
<b>Carácter magnético</b>	NO PRESENTA	

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

**Notas:**

1. ALPHA 1 SA, se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es físico para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de controversias y arbitrajes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

### ANEXO 30.

#### MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN DE LOS RESULTADOS DEL REFINADO OBTENIDO A PARTIR DE LIXIVIACIÓN A 80°C A BASE HÚMEDA

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

Fracción másica del agua en base húmeda =50.88%

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		50.880%
Silicio	Si	0.386	0.190%
Azufre	S	4.284	2.104%
Fosforo	P	0.026	0.013%
Hierro	Fe	1.507	0.740%
Níquel	Ni	0.086	0.042%
Cobre	Cu	6.216	3.053%
Estaño	Sn	65.955	32.397%
Perdidas por ignición	LOI	21.539	10.580%

## ANEXO 31.

### MATRIZ DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA – DIMENSIONES DE LA CELDA ELECTROLÍTICA

Nombre Autor	Metal a recuperar	Electrodos						Distancia entre electrodos	Dimensiones celda			Material de la celda	Volumen de la celda
		Ánodo			Cátodo				Largo	Ancho	Alto		
		Material	Dimensiones	Área	Material	Dimensiones	Área						
Tapia Jácome(2013)	Oro	Acero inoxidable	l= 10.50 cm h= 6.00 cm e= 2.00 mm	0.0091 m <sup>2</sup>	Hierro	l= 10.50 cm h= 6.00 cm e= 2.00 mm	0.0091 m <sup>2</sup>	3.7 cm	18.00 cm	18.00 cm	12.00 cm	Polietileno de alta densidad (HDPE)	1 L
Perez Zuñiga (2016)	Plomo	Grafito	l= 7.50 cm h= 7.00 cm e= 0.40 mm	-	Grafito	l= 7.50 cm h= 7.00 cm e= 0.40 mm	-	5 cm	12.00 cm	12.00 cm	12.00 cm	Vidrio	1728 cm <sup>3</sup>
								6 cm					
		Hierro	l= 10.00 mm h= 9.00 cm e= 0.20 mm	-	Hierro	l= 10.00 mm h= 9.00 cm e= 0.20 mm	-	5 cm					
								6 cm					
Gil Solano (2012)	Cromo	Zinc	l= 10.00 mm h= 10.00 cm	200 cm <sup>2</sup>	Cobre	l= 10.00 mm h= 10.00 cm	100 cm <sup>2</sup>	15 cm	12.00 cm	24.00 cm	14.50 cm	Acrílico	4 L
	Plata												
Yang, T., et al (2017)	Estaño	Acero inoxidable	-	25 cm <sup>2</sup>	Acero inoxidable	-	25 cm <sup>2</sup>	-	-	-	-	-	250 mL.
Stefanowics, T., et al (1991)	Estaño	Grafito	l= 18.00 cm h= 24.00 cm e= 30.00 mm	-	Acero	l= 19.50 mm h= 24.00 cm e= 1.00 mm	9.63 dm <sup>2</sup>	-	39.00 cm	28.00 cm	23.00 cm	Plexiglás	20 L
Juang, R y Wang, S. (1999)	Cobre	Ti / IrO <sub>2</sub>	l= 5.20 cm h= 5.20 cm e= 1.50 mm	-	Acero inoxidable	l= 5.20 cm h= 5.20 cm e= 1.50 mm	-	13 cm	5.00 cm	20.00 cm	6.50 cm	Plexiglás	500 cm <sup>3</sup>
Loiácono, R., et al (2005)	Cobre	Acero AISI 316	l= 5.00 cm h= 5.00 cm e= 2.00 mm	10.41 cm <sup>2</sup>	Coque	l= 5.00 cm h= 5.00 cm e= 2.00 mm	10.41 cm <sup>2</sup>	2 cm	5.70 cm	5.70 cm	6.8 cm	Acrílico	-
					Grafito								
		Lana de Acero											
		Coque											
		Platino			Vitura acero 304								
Huang, S., et al (1993)	Cobre	Hierro	l= 19.00 cm h= 21.00 cm e= 1.00 mm	-	Cobre	l= 19.00 cm h= 21.00 cm e= 1.00 mm	-	-	36.00 cm	36.00 cm	30.00 cm	Plexiglás	-
Tao, H., et al (2014)	Cobre	Grafito	l= 5.00 cm h= 5.50 cm e= 5.00 mm	-	Grafito	l= 4.50 cm h= 5.50 cm e= 5.00 mm	50 cm <sup>2</sup>	-	8.00 cm	5.50 cm	5.00 cm	-	150 mL.

\* l=longitud, h= altura. e=espesor

## ANEXO 32.

### PROTOCOLO ELECTRODEPOSICIÓN

#### OBJETIVO

Obtener el metal sólido por medio de electrolisis depositando las sales de metal contenidas en la solución obtenida por medio de lixiviación sobre una placa del mismo.

#### PASO A PASO

##### 1. Selección de las condiciones de operación

Mediante la revisión bibliográfica se determinan las condiciones de operación con las cuales se pondrá en marcha el presente proceso, como criterios de selección se eligió el dato comúnmente más usado para cada variable, teniendo en cuenta el porcentaje de recuperación del metal, la cantidad o la pureza del metal depositado, estos fueron los siguientes:

- Distancia entre electrodos; 1.5 cm
- Volumen del electrolito: 0.17 L
- Densidad de corriente: 0.73 A
- Agitación: 300 rpm

##### 2. Preparación de utensilios y equipos

Para la electrodeposición del metal es necesario tener a la mano todos los utensilios y equipos necesarios, a continuación se muestra la lista de chequeo de los implementos a utilizar.

IMPLEMENTOS	
<b>Equipo personal</b>	
Botas de seguridad	
Equipos de protección (bata)	
Mascaras o tapa bocas	
Guantes de nitrilo	
Cofias o gorro	
<b>Equipos</b>	
Plancha de agitación	
Agitador magnético	
Fuente de potencia	
Balanza analítica	

pH-metro	
<b>Material de laboratorio</b>	
Pipeta Pasteur	
Pipeteador	
Pipeta de 25 mL	
Agitador de vidrio	
Electrodos	
Celda electrolítica	
<b>Reactivos</b>	
Agua destilada	
Hidróxido de sodio (NaOH)	
Acetona	
Electrolito	
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	
<b>Implementos de aseo</b>	
Toallas absorbentes	
Alcohol	
<b>Implementos de oficina</b>	
Formato toma de datos	
Cuaderno de apuntes	
Esferos	
Cámara fotográfica	

### 3. Limpieza de Electrodo

Para llevar a cabo la limpieza de los electrodos, principalmente se procede a lijar la parte del electrodo que va estar en contacto con el baño electrolítico, posteriormente se lava con abundante agua, luego con ayuda de un frasco lavador lavar con agua destilada y finalmente con ayuda de una pipeta pasteur agrega gota de acetona, hasta que estos queden totalmente secos.

### 4. Determinación del peso inicial del cátodo

Luego de realizar la limpieza de los cátodos, se procede a tomar el peso inicial de cada uno con ayuda de una balanza analítica y por último, al finalizar el proceso de electrodeposición se podrá conocer el peso del metal depositado en el mismo.

### 5. Acondicionamiento de la celda

Medir 0.17 L del electrolito proveniente del proceso de lixiviación en una pipeta graduada, depositar la solución en la celda e introducir el ánodo y el cátodo en las ranuras dispuestas para cada electrodo con el fin de garantizar que no se muevan

durante la operación, sumergir el agitador magnético en medio de la celda cuidando que no toque las paredes de los electrodos o la celda.

### **6. Conexión a la fuente de potencia**

Se procede a conectar los electrodos al polo correspondiente de la fuente de energía, el ánodo al polo positivo y el cátodo al polo negativo, para evitar la corrosión de las conexiones de la fuente se debe evitar que estos entren en contacto con el electrolito, se deben ajustar los valores establecidos de intensidad de corriente y agitación.

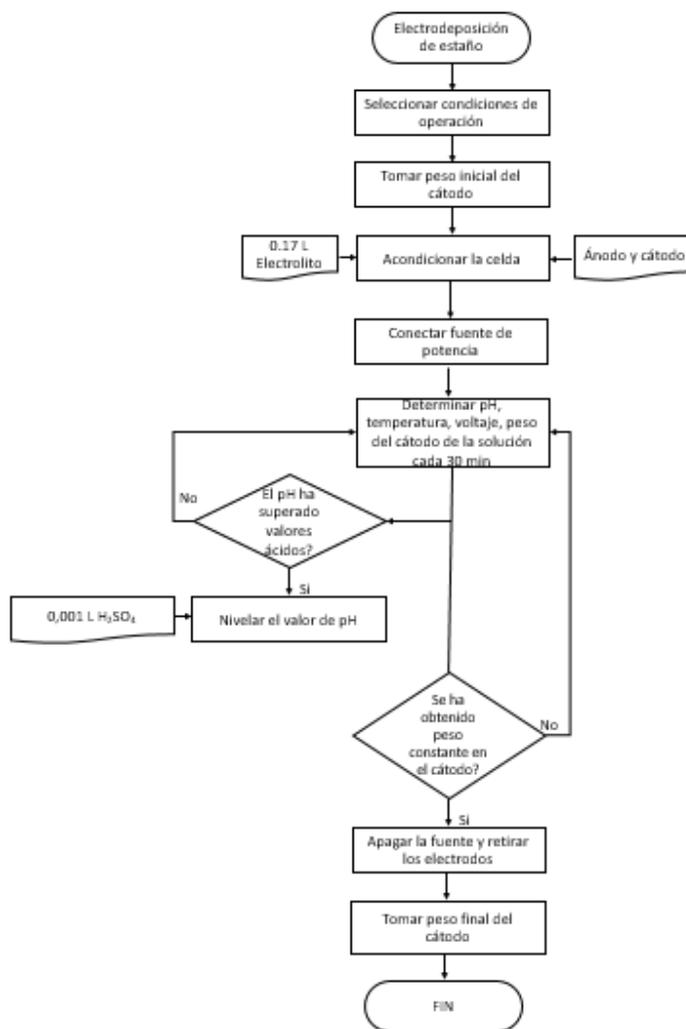
### **7. Medida de variables dependientes de la solución**

A partir del inicio de la electrodeposición se debe medir: pH, temperatura, voltaje y peso del cátodo, cada media hora, teniendo en cuenta que el primero valor del pH no supere valores ácidos.

### **8. Determinación del peso final del cátodo**

Luego de obtener un peso constante del cátodo, con ayuda de la balanza analítica tomar el peso del cátodo final, y calcular el peso del metal depositado.

## DIAGRAMA DE FLUJO



**TABLA DE TOMA DE DATOS**

t (min)	Ensayo 1				Ensayo 2			
	pH	T (°C)	Peso (g)	Voltaje (V)	pH	T (°C)	Peso (g)	Voltaje (V)
0								
30								
60								
90								
120								
150								
180								
210								
240								

## ANEXO 33.

### REPORTE DE FLORESCENCIA DE LOS ELECTRODOS



#### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación:</b> ENSAYO #1 AC.INOX-Sn <b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO <b>Procedencia:</b> GALVANOTECNIA  <b>Ciente:</b> ALPHA 1 S.A.S <b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ <b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80 <b>Ciudad:</b> BOGOTA <b>Teléfonos:</b> 2313518 <b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-QMNIAN PASTILLA	<b>Consecutivo muestra:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE <b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA <b>Fecha Ingreso:</b> NO APLICA <b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018 <b>Fecha Informe:</b>  <b>Solicitud Análisis:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Consecutivo Informe:</b> <b>NO APLICA</b> <b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017
---	--

PI-01-35 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Oxígeno	O	14,380
Magnesio	Mg	0,042
Aluminio	Al	0,101
Azúfre	S	0,018
Hierro	Fe	0,102
Cobre	Cu	2,095
Estaño	Sn	83,243
Cloro	Cl	0,018

<b>Observaciones.</b> N.D. : NO detectable <b>LOI :</b> (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora. El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C. Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico. Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm. Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados. <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;"><b>Humedad de la muestra</b></td> <td style="width: 30%;">NO PRESENTA</td> <td style="width: 40%;">%</td> </tr> <tr> <td><b>Doble Radiación Beta/Gamma</b></td> <td>NO PRESENTA</td> <td>µSv/h</td> </tr> <tr> <td><b>Cantidad de muestra recibida</b></td> <td>MUESTRA SÓLIDA</td> <td></td> </tr> <tr> <td><b>Carácter magnético</b></td> <td>NO PRESENTA</td> <td></td> </tr> </table>	<b>Humedad de la muestra</b>	NO PRESENTA	%	<b>Doble Radiación Beta/Gamma</b>	NO PRESENTA	µSv/h	<b>Cantidad de muestra recibida</b>	MUESTRA SÓLIDA		<b>Carácter magnético</b>	NO PRESENTA		Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres   Ingeniero de materiales   Elaboró Analista
<b>Humedad de la muestra</b>	NO PRESENTA	%											
<b>Doble Radiación Beta/Gamma</b>	NO PRESENTA	µSv/h											
<b>Cantidad de muestra recibida</b>	MUESTRA SÓLIDA												
<b>Carácter magnético</b>	NO PRESENTA												

- Nota:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados no puede realizarse durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este Informe.
  6. La disponibilidad de contramuestras y aditivos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
 Bogotá D.C.  
 Tel. (57-1) 2313518  
 Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación:</b> ENSAYO #2 GRAFITO-AC.INOX	<b>Consecutivo muestra:</b>	<b>CORTESIA</b>
<b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO	<b>Responsable del muestreo:</b>	CLIENTE
<b>Procedencia:</b> GALVANOTECNIA	<b>Plan/Procedimiento muestreo:</b>	NO PRESENTA
<b>Cliente:</b> ALPHA 1 S.A.S	<b>Fecha ingreso:</b>	NO APLICA
<b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ	<b>Fecha Análisis:</b>	17/05/2018
<b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80	<b>Fecha Informe:</b>	
<b>Ciudad:</b> BOGOTÁ	<b>Solicitud Análisis:</b>	<b>CORTESIA</b>
<b>Teléfonos:</b> 2313518	<b>Consecutivo Informe:</b>	<b>NO APLICA</b>
<b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Aplicación:</b>	1,11 AQ 2017

FT-GT-35 Versión 3

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Oxígeno	O	14,186
Azúfre	S	0,010
Cromo	Cr	2,332
Hierro	Fe	6,257
Níquel	Ni	0,594
Cobre	Cu	0,421
Estaño	Sn	76,199

<b>Observaciones.</b>		
N.D. ; NO detectable <b>LOI</b> ; (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora		
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.		Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.		Ingeniero de materiales
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.		
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.		
<b>Humedad de la muestra</b>	NO PRESENTA %	
<b>Dosis Radiación Beta/Gamma</b>	NO PRESENTA µSv/h	Elaboró
<b>Cantidad de muestra recibida</b>	MUESTRA SÓLIDA	Analista
<b>Carácter magnético</b>	NO PRESENTA	

**Notas:**

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es físico para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los envíos.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de contramuestras y submuestras se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.  
Tel. (57-1) 2313518  
Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 34.

# REPORTE DE FLUORESCENCIA PARA EL ELECTRODO DE ESTAÑO PURO



### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación :</b> Sn PURO <b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO <b>Procedencia :</b> GALVANOTECNIA  <b>Cliente:</b> ALPHA 1 S.A.S <b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ <b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80 <b>Ciudad:</b> BOGOTA <b>Teléfonos:</b> 2313518 <b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Consecutivo muestra:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE <b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA <b>Fecha Ingreso:</b> NO APLICA <b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018  <b>Solicitud Análisis:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Consecutivo Informe:</b> <b>NO APLICA</b> <b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017
---	---

PT-GT-35 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Oxígeno	O	15,817
Sodio	Na	0,182
Magnesio	Mg	0,056
Aluminio	Al	0,141
Silicio	Si	0,567
Hierro	Fe	0,176
Cobre	Cu	0,545
Estafío	Sn	82,509
Cloro	Cl	0,007

<b>Observaciones.</b> <b>L.I. :</b> NO detectable <b>L.OI :</b> (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora <b>El análisis corresponde a un programa semi-cuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105° C.</b> <b>Contiene para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.</b> Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm. Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados. <b>Humedad de la muestra</b> NO PRESENTA % <b>Dosis Radiación (Dose/Rate)</b> NO PRESENTA µSv/h <b>Cantidad de muestra recibida</b> MUESTRA SÓLIDA <b>Carácter magnético</b> NO PRESENTA	Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres  Ingeniero de materiales  Elaboró Analista
--	--

- Notas:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es físico para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 10% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados no puede realizarse durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este Informe.
  6. La disposición de contramuestras y sobresitos se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
 Bogotá D.C.  
 Tel. (57-1) 2313518  
 Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

## ANEXO 35.

### REPORTE DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X PARA LOS ELECTRODOS OBTENIDOS A PARTIR DE LOS ENSAYOS #1 Y #2



**ALPHA 1 S.A.**  
Avenida Carrera 60 N. 67A-80  
Bogotá D.C. Colombia  
Teléfonos: 231 3518  
Móvil: (57) 313 454 9361

<b>Identificación:</b>	Ensayo # 1 Ace In-Sn	<b>Consecutiva muestra:</b>	<b>Cortesía</b>
<b>Tipo de muestra:</b>	Lamina de Sn	<b>Plan/Procedimiento de muestreo:</b>	No reportado
<b>Procedencia:</b>	No reporta	<b>Fecha de Ingreso:</b>	13/06/2018
<b>Ciiente:</b>	Alpha 1 S.A.S	<b>Fecha Análisis:</b>	20/06/2018
<b>Contacto:</b>	Daniela Jiménez	<b>Fecha Reporte:</b>	21/06/2016
<b>Dirección:</b>	CRA 60# 67ª-80		
<b>Ciudad:</b>	Bogotá	<b>Solicitud Análisis:</b>	<b>Cortesía</b>
<b>Teléfono:</b>	2313518	<b>Consecutivo reportes:</b>	<b>No aplica</b>
<b>Análisis requerido:</b>	Análisis de fases cristalinas	<b>Páginas reporte:</b>	6

#### INTRODUCCIÓN

El siguiente resultado fue obtenido en un difractor de rayos X marca PANalytical, modelo EMPYREAN. La muestra fue medida en una configuración óptica Bragg-Brentano con un detector de estado sólido de alta velocidad para la adquisición de datos, denominado PIXCEL 3D 1x1. Las condiciones instrumentales exactas utilizadas se encuentran en CONDICIONES DE MEDIDA. Para la preparación de muestra se utilizó portamuestras circulares de 27mm hechos de Aluminio (Al). Para la preparación de muestra se utilizó la técnica de carga posterior utilizando presión manual.

La cuantificación por Rietveld se obtiene por métodos matemáticos derivados de muestras de referencias puras o teóricas existentes en nuestra base de datos PDF-2 2012, PAN ICSD 2012 y COD 2014; no se utilizó ningún tipo de estándar para obtener el resultado cuantitativo. Las fases cuantificadas por el método de Rietveld son normalizadas al 100% y dentro de la normalización no se tuvo en cuenta el porcentaje de la fase amorfa de la muestra.

#### PREPARACION DE MUESTRA:

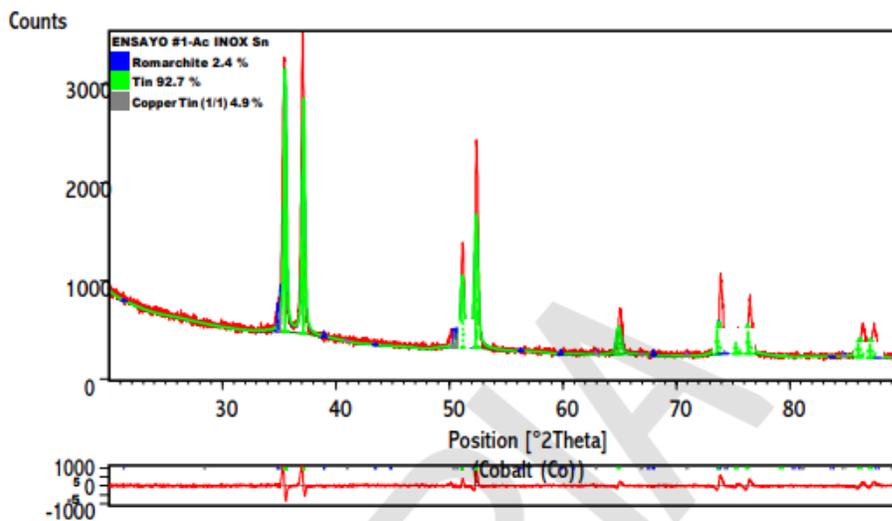
La muestra fue cuarteada para tomar 100 g como muestra de trabajo, se prepara una superficie plana de análisis en un portamuestras circular con presión manual hasta lograr la compactación adecuada.

El siguiente informe contiene las condiciones instrumentales utilizadas para hacer el análisis de fases cristalinas y los resultados de esta medición, detallando: Difractogramas de la medida, Fases aceptadas, Lista de picos con su respectiva identificación de compuesto, Lista de fases aceptadas y Cuantificación por el método de RIR (Reference Internal Ratio) cuando es aplicable.

**CONDICIONES DE MEDIDA:** (Bookmark 1)

Dataset Name	ENSAYO #1-Ac INOX Sn
File name	E:\DRX\ENSAYO #1-Ac INOX Sn.xrdml
Comment	Configuration=PIXCEL PLANA, Owner=User-1, Creation date=21/09/2016 04:32:47 p.m.
	Goniometer=Theta/Theta; Minimum step size 2Theta:0.0001;
Minimum step size Omega:0.0001	
	Sample stage=Stage for flat samples/holders
	Diffractometer system=EMPYREAN Measurement program=C:\PANalytical\Data
Collector\Programs\ARCILLAS_PLANA1.xrdmp, Identifier={CA58575C-5714-4A8B-97E7-C323E0524977}	
Measurement Date / Time	20/06/2018 10:37:53
a.m. Operator	DRX_2
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0061
End Position [°2Th.]	89.9851
Step Size [°2Th.]	0.0130
Scan Step Time [s]	23.9700
Scan Type	Continuous
PSD Mode	Scanning
PSD Length [°2Th.]	3.35
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.5000
Specimen Length [mm]	10.00
Measurement Temperature [°C]	25.00
Anode Material	Co
K-Alpha1 [Å]	1.78901
K-Alpha2 [Å]	1.79290
K-Beta [Å]	1.62083
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	40 mA, 40 kV
Diffractometer Type	0000000011138245
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	100.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**GRAFICAS :**



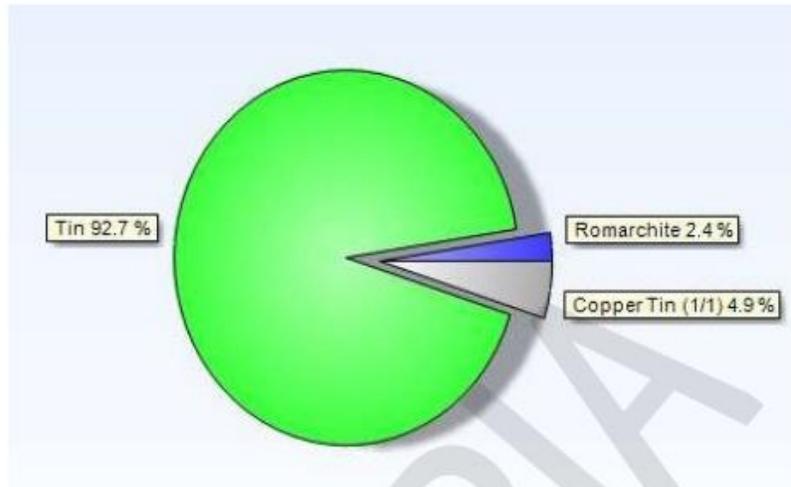
**LISTA DE FASES ACEPTADAS:**

Ref. Code	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}$ 2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula	Chemical Name
98-002-6597	Romarchite	0.000	0.094	O1 Sn1	
98-004-3613	Tin	0.000	0.167	Sn1	
98-062-9278	Copper Tin (1/1)	0.000	0.154	Cu1 Sn1	

**LISTA DE PICOS:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Area [cps*°2Th.]	h k l
21.2878	11(163)	0.1000	4.84290	0.56	0.48	0 0 1
21.3348	5(102)	0.1000	4.84286	0.28	0.23	0 0 1
28.3880	1(137)	0.1000	3.64797	0.07	0.12	0 1 0
28.4513	1(97)	0.1000	3.64795	0.04	0.05	0 1 0
34.8561	204(62)	0.1000	2.98658	10.70	1.37	0 1 1
34.9345	101(31)	0.1000	2.98657	5.32	0.73	0 1 1
35.0767	300(56)	0.1000	2.96839	15.76	1.83	0 1 1
35.1557	149(31)	0.1000	2.96837	7.84	1.25	0 1 1
35.4869	1903(254)	0.2601	2.93516	100.00	31.74	0 2 0
35.5669	945(119)	0.2604	2.93514	49.67	12.38	0 2 0
37.1091	1707(276)	0.2673	2.81107	89.68	32.59	0 1 1
37.1930	848(144)	0.2677	2.81106	44.55	12.78	0 1 1
38.9218	56(121)	0.1000	2.68488	2.94	0.17	1 1 0
39.0101	28(95)	0.1000	2.68486	1.46	0.10	1 1 0
40.9757	10(117)	0.1000	2.55566	0.51	0.40	0 0 2
41.0691	5(91)	0.1000	2.55565	0.26	0.20	0 0 2
43.4681	20(112)	0.1000	2.41563	1.04	0.57	0 0 2
43.5677	10(91)	0.1000	2.41561	0.52	0.34	0 0 2
44.8240	0(110)	0.1000	2.34616	0.01	0.46	1 1 1
44.9271	0(91)	0.1000	2.34614	0.01	0.38	1 1 1
50.3498	165(68)	0.1000	2.10282	8.67	1.22	1 1 0
50.4672	82(39)	0.1000	2.10281	4.31	0.58	1 1 0
50.6462	146(48)	0.1000	2.09132	7.69	0.72	0 1 2
50.7644	73(23)	0.1000	2.09131	3.82	0.29	0 1 2
51.1103	522(170)	0.3382	2.07359	27.43	11.69	2 2 0
51.2298	259(86)	0.3389	2.07358	13.61	5.97	2 2 0
52.0930	2.1(3)	0.1000	2.03713	0.11	0.01	0 1 2
52.2151	1.0(1)	0.1000	2.03712	0.05	0.00	0 1 2
52.3350	983(219)	0.3452	2.02837	51.65	20.82	1 2 1
52.4577	488(143)	0.3459	2.02836	25.63	11.65	1 2 1
56.2718	32(102)	0.1000	1.89689	1.70	0.16	0 2 0
56.4054	16(90)	0.1000	1.89688	0.84	0.09	0 2 0
58.8582	0(101)	0.1000	1.82052	0.01	0.44	0 2 0
58.9991	0(87)	0.1000	1.82051	0.00	0.24	0 2 0
59.8043	52(98)	0.1000	1.79432	2.71	0.42	1 1 2
59.9479	26(90)	0.1000	1.79431	1.35	0.38	1 1 2
60.8919	2(97)	0.1000	1.76527	0.09	0.30	0 2 1
61.0387	1(89)	0.1000	1.76526	0.05	0.20	0 2 1
62.8918	54(99)	0.1000	1.71462	2.82	0.73	0 2 1
63.0446	27(65)	0.1000	1.71461	1.40	0.28	0 2 1
64.8836	207(200)	0.4235	1.66748	10.88	5.97	0 3 1
65.0423	103(118)	0.4245	1.66747	5.40	4.08	0 3 1
66.9099	15(74)	0.1000	1.62259	0.78	0.20	1 1 2
67.0749	7(77)	0.1000	1.62259	0.39	0.19	1 1 2
67.5526	0(48)	0.1000	1.60896	0.01	0.03	0 0 3
67.7196	0(8)	0.1000	1.60896	0.00	0.00	0 0 3
67.9761	56(94)	0.1000	1.60013	2.97	0.25	1 2 1
68.1445	28(92)	0.1000	1.60012	1.48	0.39	1 2 1
70.9327	37(96)	0.1000	1.54165	1.95	0.43	0 1 3
71.1106	19(93)	0.1000	1.54165	0.97	0.37	0 1 3

#### CUANTIFICACIÓN POR MÉTODO DE RIETVELD:



Phase Romarchite:  
Weight fraction/ % 2.4(3)

Phase Tin: Weight  
fraction/ % 93(3)

Phase Copper Tin (1/1):  
Weight fraction/ % 4.9(4)

**Revisó y Aprobó Ing. Jairo Torres .  
Gerente de laboratorio Alpha1**

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentes corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de contramuestras y sobrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.



**ALPHA 1 S.A.**  
Avenida Carrera 60 N. 67A-80  
Bogotá D.C. Colombia  
Teléfonos: 231 3518  
Móvil: (57) 313 454 9361

<b>Identificación:</b>	Ensayo # 2 Grafito -Acero Inox	<b>Consecutiva muestra:</b>	<b>Cortesía</b>
<b>Tipo de muestra:</b>	Lamina de Acero Inox	<b>Plan/Procedimiento: de muestreo</b>	No reportado
<b>Procedencia:</b>	No reporta	<b>Fecha de Ingreso:</b>	13/06/2018
<b>Cliente:</b>	Alpha 1 S.A.S	<b>Fecha Análisis</b>	20/06/2018
<b>Contacto:</b>	Daniela Jiménez	<b>Fecha Reporte:</b>	21/06/2016
<b>Dirección:</b>	Cra 60# 67ª-80	<b>Solicitud Análisis:</b>	<b>Cortesía</b>
<b>Ciudad:</b>	Bogotá	<b>Consecutivo reportes:</b>	<b>No aplica</b>
<b>Teléfono:</b>	231 3518	<b>Páginas reporte:</b>	6
<b>Análisis requerido:</b>	Análisis de fases cristalinas		

### INTRODUCCIÓN

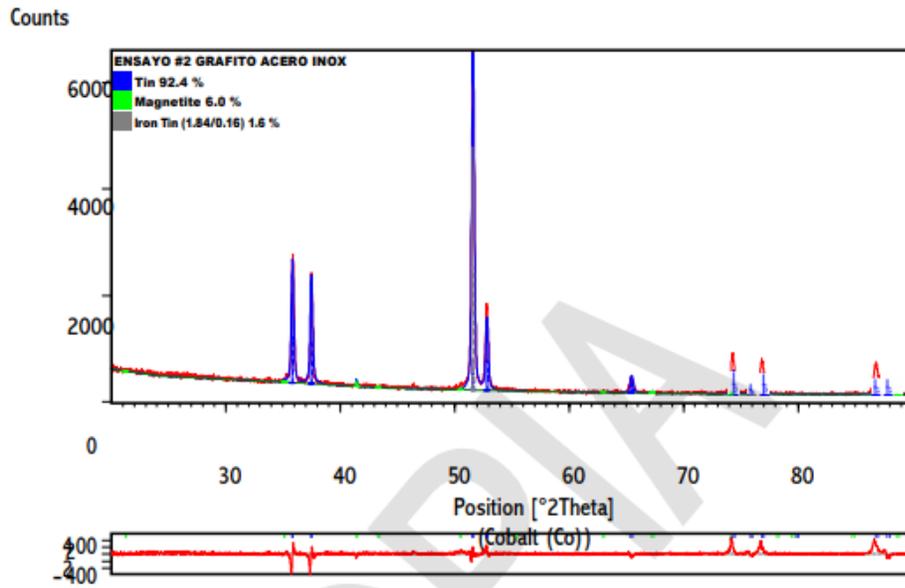
El siguiente resultado fue obtenido en un difractor de rayos X marca PANalytical, modelo EMPYREAN. La muestra fue medida en una configuración óptica Bragg-Brentano con un detector de estado sólido de alta velocidad para la adquisición de datos, denominado PIXCEL 3D 1x1. Las condiciones instrumentales exactas utilizadas se encuentran en CONDICIONES DE MEDIDA. Para la preparación de muestra se utilizó portamuestras circulares de 27mm hechos de Aluminio (Al). Para la preparación de muestra se utilizó la técnica de carga posterior utilizando presión manual.

La cuantificación por Rietveld se obtiene por métodos matemáticos derivados de muestras de referencias puras o teóricas existentes en nuestra base de datos PDF-2 2012, PAN ICSD 2012 y COD 2014; no se utilizó ningún tipo de estándar para obtener el resultado cuantitativo. Las fases cuantificadas por el método de Rietveld son normalizadas al 100% y dentro de la normalización no se tuvo en cuenta el porcentaje de la fase amorfa de la muestra.

### PREPARACION DE MUESTRA:

La muestra fue cuarteada para tomar 100 g como muestra de trabajo, se prepara una superficie plana de análisis en un portamuestras circular con presión manual hasta lograr la compactación adecuada.

**GRAFICAS :**



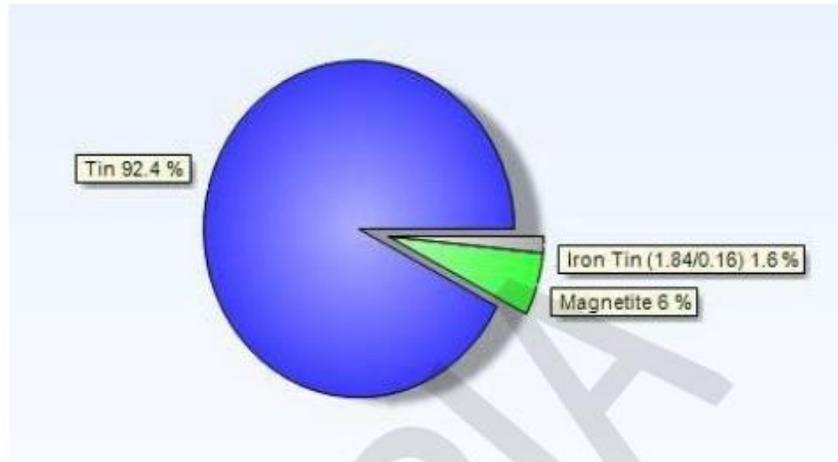
**LISTA DE FASES ACEPTADAS:**

Ref. Code	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}2\theta$ ]	Scale Factor	Chemical Formula	Chemical Name
98-065-4522	Tin	0.000	0.405	Sn1	
98-015-9969	Magnetite	0.000	0.229	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
98-063-3751	Iron Tin (1.84/0.16)	0.000	0.102	Fe <sub>1.84</sub> Sn <sub>0.16</sub>	

**LISTA DE PICOS:**

Pos. [°2 $\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [°2 $\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Area [cps*°2 $\theta$ .]	h k l
21.2782	12(141)	0.1000	4.84506	0.27	0.35	1 1 1
21.3250	6(86)	0.1000	4.84506	0.13	0.20	1 1 1
35.0938	36(73)	0.1000	2.96698	0.78	0.26	0 2 2
35.1726	18(19)	0.1000	2.96698	0.39	0.11	0 2 2
35.8101	1684(220)	0.2374	2.90952	36.75	20.28	0 2 0
35.8906	838(121)	0.2374	2.90952	18.29	11.23	0 2 0
37.4560	1489(207)	0.2374	2.78596	32.50	16.34	0 1 1
37.5405	741(127)	0.2374	2.78596	16.17	9.03	0 1 1
41.4060	122(106)	0.1000	2.53025	2.67	0.42	1 1 3
41.5002	61(78)	0.1000	2.53025	1.33	0.26	1 1 3
43.3380	10(102)	0.1000	2.42253	0.21	0.49	2 2 2
43.4370	5(77)	0.1000	2.42253	0.10	0.37	2 2 2
50.4743	26(98)	0.1000	2.09797	0.57	1.22	0 0 4
50.5918	13(41)	0.1000	2.09797	0.28	0.56	0 0 4
51.5435	589(52)	0.2374	2.05734	12.86	8.05	2 2 0
51.5698	4583(273)	0.2052	2.05636	100.00	52.46	0 1 1
51.6638	293(21)	0.2374	2.05734	6.40	3.87	2 2 0
51.6902	2279(153)	0.2052	2.05636	49.74	25.84	0 1 1
52.7869	1096(178)	0.2374	2.01224	23.92	16.36	1 2 1
52.9106	545(113)	0.2374	2.01224	11.89	7.73	1 2 1
55.3715	1(92)	0.1000	1.92523	0.01	0.45	1 3 3
55.5023	0(75)	0.1000	1.92523	0.01	0.28	1 3 3
62.9585	11(84)	0.1000	1.71299	0.24	0.12	2 2 4
63.1111	6(74)	0.1000	1.71299	0.12	0.24	2 2 4
65.4340	281(139)	0.2374	1.65499	6.14	3.65	0 3 1
65.5941	140(89)	0.2374	1.65499	3.06	1.64	0 3 1
67.2653	7(15)	0.1000	1.61502	0.15	0.05	3 3 3
67.2653	32(68)	0.1000	1.61502	0.69	0.23	1 1 5
67.4311	3(13)	0.1000	1.61502	0.07	0.04	3 3 3
67.4311	16(60)	0.1000	1.61502	0.34	0.19	1 1 5
74.1662	51(23)	0.1000	1.48349	1.12	0.89	0 4 4
74.3475	383(158)	0.2374	1.48040	8.37	10.15	1 1 2
74.3546	26(4)	0.1000	1.48349	0.56	0.24	0 4 4
74.5365	191(83)	0.2374	1.48040	4.16	3.60	1 1 2
75.8866	181(104)	0.2374	1.45476	3.95	3.22	0 4 0
75.9292	1(1)	0.2052	1.45407	0.03	0.02	0 0 2
76.0810	90(56)	0.2374	1.45476	1.96	1.39	0 4 0
76.1237	0.6(4)	0.2052	1.45407	0.01	0.01	0 0 2
76.8970	348(145)	0.2374	1.43855	7.60	9.44	2 3 1
77.0950	173(101)	0.2374	1.43855	3.79	3.77	2 3 1
78.1894	1(57)	0.1000	1.41849	0.03	0.27	1 3 5
78.3920	1(73)	0.1000	1.41849	0.02	0.30	1 3 5
79.5164	0(77)	0.1000	1.39865	0.00	0.40	2 4 4
79.7239	0(74)	0.1000	1.39865	0.00	0.39	2 4 4
79.9049	0(54)	0.2374	1.39298	0.00	0.23	0 2 2
80.1137	0(89)	0.2374	1.39298	0.00	0.51	0 2 2
84.7754	4(81)	0.1000	1.32688	0.09	0.42	0 2 6
85.0030	2(76)	0.1000	1.32688	0.05	0.36	0 2 6
86.8585	257(167)	0.2374	1.30118	5.61	10.65	2 4 0
87.0946	128(78)	0.2374	1.30118	2.80	3.75	2 4 0

## CUANTIFICACIÓN POR MÉTODO DE RIELVELD



Phase Tin: Weight fraction/ % 92(3)

Phase Magnetite: Weight fraction/ % 6(1)

Phase Iron Tin (1.84/0.16): Weight fraction/ % 1.6

**Revisó y Aprobó Ing. Jairo Torres .  
Gerente de laboratorio Alpha1**

### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes
2. Los resultados analíticos presentes corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disposición de contramuestras y sobrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

## ANEXO 36.

# REPORTE DE FLOURESCENCIA PARA LOS RESIDUOS FINALES DE LOS ENSAYOS #1 Y #2



### REPORTE DE FLOURESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación :</b> RESIDUO ENSAYO #1 <b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO <b>Procedencia :</b> GALVANOTECNIA  <b>Cliete:</b> ALPHA 1 S.A.S <b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ <b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80 <b>Ciudad:</b> BOGOTA <b>Teléfonos:</b> 2313518 <b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Consecutivo muestra:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE <b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA <b>Fecha Ingreso:</b> NO APLICA <b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018 <b>Fecha Informe:</b>  <b>Solicitud Análisis:</b> <b>CORTESIA</b> <b>Consecutivo Informe:</b> <b>NO APLICA</b> <b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017
--	--

FT-GT-35 Versión 3

Página 1 de 1

#### VER OBSERVACIONES

Nombre	Elemento	Composición (%)
Aluminio	Al	0,063
Silicio	Si	0,074
Azufre	S	5,186
Potasio	K	2,210
Cromo	Cr	2,979
Manganeso	Mn	0,432
Hierro	Fe	17,835
Niquel	Ni	1,703
Zinc	Zn	0,751
Estaño	Sn	68,766

<b>Observaciones.</b>	
N.D. : NO detectable <b>LOI :</b> (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora.	
El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.	
Cortesía para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.	
Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm.	
Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y los remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.	
Humedad de la muestra	NO PRESENTA %
Dosis Radiación (Beta/Gamma)	NO PRESENTA µSv/h
Cantidad de muestra recibida	gramos
Carácter magnético	NO PRESENTA

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró

Analista

- Notas:**
1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la autenticidad de este Reporte de Análisis bajo la Política de confidencialidad y derechos de propiedad de sus clientes.
  2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
  3. Este reporte es físico para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 15% de los análisis.
  4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
  5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
  6. La disposición de contramuestras y sobrantes se realiza de acuerdo con lo aprobado por el cliente en la solicitud.

AK 60 No. 67ª 80 B. Modelo Norte  
 Bogotá D.C.  
 Tel. (57-1) 2313518  
 Móvil 3134549361  
[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)  
[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

### REPORTE DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

<b>Identificación:</b> RESIDUO ENSAYO #2	<b>Consecutivo muestra:</b> CORTESIA
<b>Tipo de muestra:</b> LODO GALVANICO	<b>Responsable del muestreo:</b> CLIENTE
<b>Procedencia:</b> GALVANOTECNIA	<b>Plan/Procedimiento muestreo:</b> NO PRESENTA
<b>Cliente:</b> ALPHA 1 S.A.S	<b>Fecha Ingreso:</b> NO APLICA
<b>Contacto:</b> DANIELA JIMENEZ	<b>Fecha Análisis:</b> 17/05/2018
<b>Dirección:</b> CRA 60 # 67A-80	<b>Fecha Informe:</b>
<b>Ciudad:</b> BOGOTA	<b>Solicitud Análisis:</b> CORTESIA
<b>Teléfonos:</b> 2313518	<b>Consecutivo Informe:</b> NO APLICA
<b>Método de análisis:</b> PRT-GT-01 WDXRF-OMNIAN PASTILLA	<b>Aplicación:</b> 1,11 AQ 2017

P1-02-05 Versión 3

Página 1 de 1

VER OBSERVACIONES		
Nombre	Elemento	Composición (%)
Silicio	Si	0,123
Azufre	S	13,547
Potasio	K	6,237
Hierro	Fe	13,158
Zinc	Zn	1,356
Estaño	Sn	65,579

#### Observaciones:

**N.D.** = NO detectable - **LOI** = (LOSS OF IGNITION) Pérdida por ignición a 1000°C durante una hora

El análisis corresponde a un programa semicuantitativo. El resultado se reporta en base seca a 105°C.

Cortésia para proyecto de investigación sobre lodo galvanico.

Esta técnica de análisis no descarta presencia de elementos NO reportados en concentraciones menores a 100 ppm. Para la validez o la aplicación de resultados con fines comerciales, el laboratorio libera su responsabilidad por la representatividad/trazabilidad de la muestra y las remite al Plan y los procedimientos de muestreo referenciados.

**Homogeneidad de la muestra:** NO PRESENTA %

**Densidad Reducción (Pala/Gama):** NO PRESENTA g/cm<sup>3</sup>

**Cantidad de muestra recibida:** gramos

**Carácter magnético:** NO PRESENTA

#### Notas:

1. ALPHA 1 S.A. se reserva el derecho de confirmar la exactitud de este Reporte de Análisis bajo la Política de confiabilidad y derechos de propiedad de sus clientes.
2. Los resultados analíticos presentados corresponden EXCLUSIVAMENTE a la muestra recibida y no a otro material de la misma procedencia.
3. Este reporte es único para esta muestra. Cada copia de los resultados en papel tendrá un costo del 17% de los análisis.
4. Se prohíbe la reproducción parcial del presente Reporte, sin la aprobación escrita del laboratorio.
5. Cualquier reclamación sobre los resultados se puede realizar durante los próximos 3 meses posteriores a la entrega de este informe.
6. La disponibilidad de contrastantes y aditivos se realiza de acuerdo con la aprobación por el cliente en la solicitud.

Revisó y aprobó Ing. Miguel Torres

Ingeniero de materiales

Elaboró  
Analista

AK 60 No. 67\* 80 B. Modelo Norte  
Bogotá D.C.

Tel. (57-1) 2313518

Móvil 3134549361

[www.alpha1.com.co](http://www.alpha1.com.co)

[gerenciaadministrativa@alpha1.com.co](mailto:gerenciaadministrativa@alpha1.com.co)

### ANEXO 37.

#### MUESTRAS DE CALCULO DE CONVERSIÓN DE LOS RESULTADOS DE LOS RESIDUOS OBTENIDOS A PARTIR DE ELECTRÓLISIS A BASE HÚMEDA

Se determina el porcentaje de humedad en base húmeda por medio de la norma ASTM D2216-10 “para la determinación del contenido de agua en suelos y rocas” y se realiza la conversión de las fracciones en base seca por medio de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Base Humedad} = W_c - (1 - W_{H_2O})$$

Donde:

$W_c$  = Fracción másica del compuesto en base seca

$W_{H_2O}$  = Fracción másica del agua en base húmeda

- Ensayo #1  
Fracción másica del agua en base húmeda = 96.633%

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O		96.633%
Manganeso	Mn	0.432%	0.015%
Aluminio	Al	0.063%	0.002%
Silicio	Si	0.074%	0.002%
Azufre	S	5.186%	0.175%
Potasio	K	2.210%	0.074%
Cromo	Cr	2.979%	0.100%
Hierro	Fe	17.835%	0.601%
Níquel	Ni	1.703%	0.057%
Zinc	Zn	0.751%	0.025%
Estaño	Sn	68.766%	2.316%

- Ensayo #2  
Fracción másica del agua en base húmeda =97.344%

Nombre	Compuesto	Composición base seca	% base húmeda
Humedad	H <sub>2</sub> O	97.344%	97.344%
Silicio	Si	0.123%	0.003%
Azufre	S	4.648%	0.123%
Potasio	K	6.237%	0.166%
Hierro	Fe	13.158%	0.349%
Zinc	Zn	1.356%	0.036%
Estaño	Sn	74.478%	1.978%