



**Aprovechamiento del residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo
de la industria metalúrgica como base de un proceso para la fabricación de catalizadores
soportados**

Calvopiña Herrera, Erik Alexander

Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica

Carrera de Petroquímica

Trabajo de Unidad de Integración Curricular, previo a la obtención del título de Petroquímico

Ing. Yagos Arias, Carlos Jeanpier, Mgtr.

01 de marzo del 2024

Latacunga – Ecuador

Reporte de verificación de contenido



CALVOPIÑA_HERRERA_ERIK_ALEXAND...

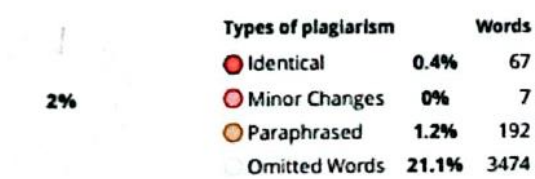
Scan details

Scan time:
April 23th, 2024 at 20:58 UTC

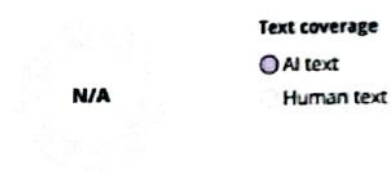
Total Pages:
66

Total Words:
16493

Plagiarism Detection



AI Content Detection



Mgr. Yagos Arias, Carlos Jeanpier

C.C.: 0502888134



Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica

Carrera de Petroquímica

Certificación

Certifico que el Trabajo de Unidad de Integración Curricular, **“Aprovechamiento del residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo de la industria metalúrgica como base de un proceso para la fabricación de catalizadores soportados”** fue realizado por el señor **Calvopiña Herrera, Erik Alexander**, el mismo que cumple con los requisitos legales, teóricos, científicos, técnicos y metodológicos establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, además fue revisado y analizada en su totalidad por la herramienta de prevención y/o verificación de similitud de contenidos; razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que se lo sustente públicamente.

Latacunga, 01 de marzo del 2024



Mgtr. Yagos Afias, Carlos Jeanpier

C.C.: 0502888134



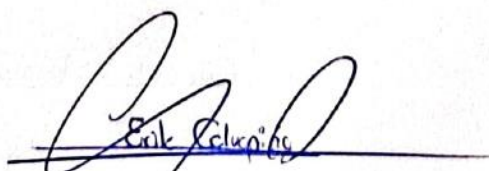
Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica

Carrera de Petroquímica

Responsabilidad de Autoría

Yo, **Calvopiña Herrera, Erik Alexander** con cédula de ciudadanía N. **0550562854**, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de Unidad de Integración Curricular: **“Aprovechamiento del residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo de la industria metalúrgica como base de un proceso para la fabricación de catalizadores soportados”** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos legales, teóricos, científicos, técnicos y metodológicos establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Latacunga, 01 de marzo del 2024



Calvopiña Herrera, Erik Alexander

C.C.: 0550562854



Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica

Carrera de Petroquímica

Autorización de publicación

Yo, **Calvopiña Herrera, Erik Alexander** con cédula de ciudadanía N. **0550562854**, autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de Unidad de Integración Curricular: **"Aprovechamiento del residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo de la industria metalúrgica como base de un proceso para la fabricación de catalizadores soportados"**, en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Latacunga, 01 de marzo del 2024



Calvopiña Herrera, Erik Alexander

C.C.: 0550562854

Dedicatoria

A Dios por protegerme, guiarme y estar siempre conmigo en cada paso que doy, por darme la vida, la salud y permitirme llegar hasta este momento tan importante de mi formación profesional.

A mis padres Wilson Calvopiña y Esther Herrera con mucha admiración y amor les dedico mi trabajo y esfuerzo, quienes con su amor, apoyo y comprensión me inculcaron valores, principios y carácter para seguir adelante y no darme por vencido, por recordarme siempre que los sueños son posibles si se lucha con fe y optimismo.

A mi hermana Dayana por su cariño, comprensión y apoyo incondicional en todo momento, y ser uno de los motivos por los cuales lucho.

A mi abuelita que, aunque ya no está con nosotros, siempre fue un ejemplo de perseverancia, por su constante apoyo en mi formación y por creer en mí.

Y por último me dedico a mí mismo este logro por todo el esfuerzo, ganas y amor que le puse a la carrera para no darme por vencido y culminar con éxito esta etapa de mi vida.

Agradecimiento

Le agradezco de todo corazón a Dios y a la virgen María por bendecirme con la mejor familia del mundo, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de experiencias, aprendizajes y felicidad. Sin ellos, nada de esto sería posible.

Le doy gracias a mis padres Wilson y Esther por su apoyo incondicional, por sus palabras de aliento, sus consejos, su amor, por haberme dado la oportunidad de tener una excelente educación, pero sobre todo por ser un excelente ejemplo de vida a seguir.

A mi hermana por ser parte de mi vida y compartir conmigo horas de estudio, tareas, películas, series, peleas, rizas, y sobre todo futbol.

Quiero expresar mi agradecimiento a mi tutor, Ing. Jeanpier Yagos, por confiar en mi para realizar este trabajo y por haberme guiado en este proyecto en base a su experiencia y sabiduría.

De igual forma, quiero expresar mi agradecimiento al Ing. Javier Sayavedra y a la Ing. Jessenia López por ser unos excelentes docentes y amigos quienes compartieron sus conocimientos y experiencias ayudándome a crecer tanto académica como personalmente.

A mi mejor amigo Jhossell Nuñez por estar ahí para escucharme, ayudarme y siempre hacerme reír en todo momento con sus historias y anécdotas de vida.

A Ruth, Yuli, Sebastián, Pablo y Ronald gracias por su amistad sincera por las experiencias vividas durante toda la carrera y por sus palabras de apoyo.

Finalmente, gracias a todos mis compañeros, junto a ustedes viví momentos inolvidables, gracias por hacer más fácil estos años de estudio.

ÍNDICE DE CONTENIDO

Carátula	1
Reporte de verificación de contenido.....	2
Certificación	3
Responsabilidad de Autoría	4
Autorización de publicación	5
Dedicatoria	6
Agradecimiento.....	7
Índice de contenido	8
Índice de tablas.....	14
Índice de figuras	16
Índice de ecuaciones.....	18
Resumen.....	19
Abstract	20
Capítulo I: Generalidades	21
Introducción.....	21
Antecedentes.....	21
Planteamiento del problema.....	22
Justificación e importancia	23
Alcance	24
Objetivos.....	24

<i>Objetivo general</i>	24
<i>Objetivos específicos</i>	24
Hipótesis	25
Variables	25
<i>Variables dependientes</i>	25
<i>Variables independientes</i>	25
Capítulo II Fundamentación teórica.....	26
El Plomo.....	26
Propiedades atómicas y físicas del plomo	27
Química del plomo	28
Toxicidad del plomo	30
Contaminación por plomo	31
Consecuencias de la exposición al plomo	32
Proceso de recuperación de plomo	32
Pirometalurgia	33
Hidrometalurgia.....	33
<i>Lixiviación</i>	36
Tipos de lixiviación	36
<i>Concentración y purificación del metal</i>	38
<i>Recuperación del metal</i>	38
Compuestos empleados para lixiviar plomo	39

Lixiviación con ácido acético	39
<i>Ácido acético</i>	39
<i>Acetato de plomo</i>	41
Copelación.....	41
Copela	42
<i>Copelas de ceniza de hueso</i>	42
<i>Copelas de magnesita</i>	42
Difracción de rayos X.....	43
Espectroscopía atómica	43
<i>Espectroscopía de absorción atómica</i>	43
Determinación de plomo por absorción atómica	44
Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier	44
Catalizador	45
<i>Tipos de catálisis</i>	45
<i>Catalizador soportado</i>	46
<i>Soporte del catalizador</i>	46
Capítulo III: Metodología.....	47
Equipos materia y reactivos	47
<i>Equipos</i>	47
<i>Materia prima</i>	47
<i>Materiales</i>	47

Reactivos.....	48
Recolección y preparación de la materia prima.....	48
Origen de la materia prima	48
Preparación del material.....	48
Trituración.....	49
<i>Procedimiento para la trituración</i>	49
Tamizado.....	50
<i>Procedimiento para el tamizado</i>	50
Caracterización de los residuos de copelas mediante DRX.....	51
<i>Procedimiento para el análisis DRX</i>	52
Diseño experimental	53
<i>Identificación de parámetros fijos para la lixiviación.....</i>	53
<i>Identificación de las variables para la lixiviación</i>	53
<i>Número de ensayos a realizar.....</i>	53
Diseño experimental para la lixiviación de plomo	55
Extracción de plomo de las copelas	55
Preparación de la solución de ácido acético.....	58
<i>Solución de ácido acético al 10%</i>	59
<i>Solución de ácido acético al 20%</i>	60
Lixiviación de las copelas.....	60
<i>Procedimiento de la lixiviación para una relación sólido-líquido de 1:5</i>	60

<i>Procedimiento de la lixiviación para una relación sólido-líquido de 1:6</i>	63
Lectura del plomo por AAS.....	64
<i>Procedimiento para leer plomo por AAS</i>	66
Espectroscopía infrarroja transformada de Fourier	66
<i>Procedimiento para FTIR de acetato de plomo</i>	67
Catalizador de plomo soportado en alúmina.....	67
<i>Procedimiento para la preparación del catalizador soportado</i>	68
Capítulo IV: Resultados y discusión.....	69
Caracterización de las copelas.....	69
<i>Periclasa</i>	70
<i>Óxidos de plomo</i>	71
<i>Litargirio</i>	71
<i>Masicotita</i>	71
<i>Minio</i>	72
<i>Coesita</i>	72
pH de la solución lixiviada.....	73
Resultados de la lectura de absorción atómica de Pb.....	74
Resultados del porcentaje de recuperación de plomo	75
Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier	85
Espectroscopía Raman del acetato de plomo.....	88
Acetato de plomo como catalizador.....	90

<i>Aplicaciones del acetato de plomo como catalizador</i>	91
Características del acetato de plomo.....	92
Caracterización del catalizador de plomo soportado en alúmina.....	92
Capítulo V: Conclusiones y Recomendaciones	96
Conclusiones.....	96
Recomendaciones.....	99
Bibliografía	100
Anexos.....	109

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 <i>Propiedades atómicas y físicas del Pb</i>	27
Tabla 2 <i>Tipos de lixiviación en minerales</i>	36
Tabla 3 <i>Propiedades fisicoquímicas del ácido acético.</i>	40
Tabla 4 <i>Tipos de catálisis</i>	45
Tabla 5 <i>Parámetros del análisis DRX aplicado a los residuos de copelas</i>	51
Tabla 6 <i>Factores y niveles del diseño experimental</i>	54
Tabla 7 <i>Diseño experimental para la lixiviación de plomo presente en las copelas</i>	55
Tabla 8 <i>Equipos necesarios para el proceso de lixiviación y caracterización final</i>	56
Tabla 9 <i>Materiales necesarios para el proceso de lixiviación</i>	56
Tabla 10 <i>Reactivos necesarios para el proceso de lixiviación</i>	57
Tabla 11 <i>Parámetros para realizar la lectura de plomo mediante AAS</i>	65
Tabla 12 <i>Parámetros de la llama para realizar la lectura de plomo mediante AAS</i>	65
Tabla 13 <i>Parámetros del equipo de AAS</i>	67
Tabla 14 <i>Minerales presentes en los residuos de copelas</i>	69
Tabla 15 <i>Condiciones de trabajo para la lixiviación</i>	73
Tabla 16 <i>Resultados obtenidos de las lecturas de Pb mediante AAS</i>	75
Tabla 17 <i>Porcentaje de recuperación de plomo</i>	76
Tabla 18 <i>Resultados ANOVA</i>	79
Tabla 19 <i>Picos característicos bibliográficos y medidos para FTIR de acetato de plomo</i>	88
Tabla 20 <i>Picos característicos para espectroscopía Raman de acetato de plomo</i>	90

Tabla 21 *Características del acetato de plomo***92**

Tabla 22 *Picos para la espectroscopia FTIR del catalizador de plomo soportado*.....**94**

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 <i>Diagrama de flujo de procesos para la recuperación de metales</i>	35
Figura 2 <i>Copelas usadas</i>	48
Figura 3 <i>Trituración de las copelas</i>	49
Figura 4 <i>Tamizado de las muestras de copelas</i>	50
Figura 5 <i>Difractómetro de Rayos-X</i>	51
Figura 6 <i>Diagrama de flujo general para lixiviar plomo</i>	58
Figura 7 <i>Soluciones de ácido acético</i>	59
Figura 8 <i>Soluciones de ácido acético</i>	60
Figura 9 <i>Muestras de copelas pesadas según la relación sólido-líquido</i>	61
Figura 10 <i>Reacción de la solución lixiviante con las copelas</i>	62
Figura 11 <i>Filtrado de las soluciones lixiviadas (acetato de plomo)</i>	62
Figura 12 <i>Almacenamiento de las soluciones filtradas</i>	63
Figura 13 <i>Espectrofotómetro de absorción atómica</i>	64
Figura 14 <i>Espectrofotómetro IR con transformada de Fourier</i>	66
Figura 15 <i>Catalizador de plomo soportado en alúmina</i>	68
Figura 16 <i>Estructura de los cristales de periclasa (MgO)</i>	70
Figura 17 <i>Estructura cristalina del minio (Pb₃O₄)</i>	72
Figura 18 <i>pH de la solución lixiviada</i>	74
Figura 19 <i>Gráfica de efectos normales para los parámetros de lixiviación</i>	77
Figura 20 <i>Diagrama de Pareto para la recuperación de plomo</i>	78

Figura 21 <i>Gráficas de residuos</i>	80
Figura 22 <i>Gráfica de superficie para la Concentración de Pb con agitación variable</i>	81
Figura 23 <i>Gráfica de superficie para el plomo con relación sólido-líquido variable</i>	82
Figura 24 <i>Gráfica de superficie para el plomo con la concentración del ácido variable</i>	83
Figura 25 <i>Gráficas de cubos para maximizar la recuperación de plomo</i>	84
Figura 26 <i>Gráficas de cubos para minimizar la recuperación de plomo</i>	85
Figura 27 <i>Espectroscopía FTIR de acetato de plomo</i>	86
Figura 28 <i>Espectros FTIR del acetato de plomo</i>	87
Figura 29 <i>Espectro Raman de acetato de plomo</i>	89
Figura 30 <i>Estructura del acetato de plomo</i>	91
Figura 31 <i>Espectro FTIR del catalizador de plomo</i>	93

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1 <i>Formación de óxido de plomo</i>	28
Ecuación 2 <i>Reducción del óxido de plomo con carbono</i>	28
Ecuación 3 <i>Reducción del óxido de plomo con monóxido de carbono</i>	29
Ecuación 4 <i>Reacción para el sulfato de plomo</i>	30
Ecuación 5 <i>Reacción para el nitrato de plomo</i>	30
Ecuación 6 <i>Reacción para el cloruro de plomo</i>	30
Ecuación 7 <i>Reacción para el acetato de plomo</i>	30
Ecuación 8 <i>Reacción del hidroxiplumbato de sodio</i>	30
Ecuación 9 <i>Óxido de plomo más ácido acético</i>	40
Ecuación 10 <i>Reacción durante el proceso de copelado</i>	42
Ecuación 11 <i>Diseño factorial</i>	53
Ecuación 12 <i>Número de ensayos totales</i>	54
Ecuación 13 <i>Dilución de soluciones</i>	59

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo el aprovechamiento de residuos provenientes del proceso de copelado de regulo de plomo como base de un proceso para la fabricación de catalizadores empleando un proceso fisicoquímico como la lixiviación de tal forma que permitió la recuperación de plomo en forma de acetato. La solución empleada para lixiviar plomo fue ácido acético, donde se estableció un tiempo de reacción de 3 horas a temperatura ambiente (20 °C) y presión atmosférica (1 atm). Se trabajo con un tamaño de partícula menor o igual a 0.42 mm. Se creo un diseño experimental en el que se consideró tres variables con sus respectivos parámetros máximos y mínimos que fueron la concentración de ácido acético de 10 % y 20 %, relación sólido-líquido de 1:5 y 1:6 y como ultima la agitación de 555 rpm y 1110 rpm, adicionalmente se trabajó con el pH de la solución igual a 10.5. Las muestras lixiviadas se caracterizaron con espectroscopía de absorción atómica (AAS) para cuantificar el porcentaje de recuperación de plomo. El mejor porcentaje de recuperación de plomo correspondiente al 91.80%, se obtuvo utilizando una concentración de ácido acético del 20 %, relación sólido-líquido de 1:5 y una agitación magnética de 555 rpm. Adicionalmente se realizó espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier, donde se observó picos característicos en 1542 cm^{-1} y 1365 cm^{-1} que corresponden al ion carboxilato, 2927 cm^{-1} correspondiente al radical metilo y un pico débil a 1022 cm^{-1} debido a los enlaces plomo oxígeno, corroborando la presencia de acetato de plomo en la solución final. El acetato de plomo se soportó en alúmina mediante el método de humedad insipiente, se secó por 12 horas en una estufa a 120 °C y se calcinó en una mufla a 750 °C por 4 horas para activar el catalizador obteniendo como resultado final un catalizador de plomo soportado en alúmina.

Palabras clave: copelas, lixiviación, ácido acético, plomo, acetato de plomo.

Abstract

The objective of this work was to use waste from the lead regulo cupping process as the basis of a process for the manufacture of catalysts using a physicochemical process such as leaching in such a way that it allowed the recovery of lead in the form of acetate. The solution used to leach lead was acetic acid, where a reaction time of 3 hours was established at room temperature (20 °C) and atmospheric pressure (1 atm). Work was done with a particle size less than or equal to 0.42 mm. An experimental design was created in which three variables were considered with their respective maximum and minimum parameters, which were the concentration of acetic acid of 10% and 20%, solid-liquid ratio of 1:5 and 1:6, and finally the agitation. of 555 rpm and 1110 rpm, additionally we worked with the pH of the solution equal to 10.5. The leached samples were characterized with atomic absorption spectroscopy (AAS) to quantify the percentage of lead recovery. The best extraction of lead was obtained with an acetic acid concentration of 20%, solid-liquid ratio of 1:5 and an agitation of 555 rpm, recovering 91.80% of the Pb initially contained in the cupels. Additionally, infrared spectroscopy with Fourier transform was performed, where characteristic peaks were observed at 1542 cm^{-1} and 1365 cm^{-1} corresponding to the carboxylate ion, 2927 cm^{-1} corresponding to the methyl radical and a weak peak at 1022 cm^{-1} due to lead-oxygen bonds, corroborating the presence of lead acetate in the final solution. The lead acetate was supported in alumina using the insipient humidity method, dried for 12 hours in an oven at 120 °C and calcined in a muffle at 750 °C for 4 hours to activate the catalyst, obtaining as a result a catalyst of lead supported on alumina.

Keywords: cupels, leaching, acetic acid, lead, lead acetate.

Capítulo I

Generalidades

Introducción

El plomo es considerado un residuo peligroso debido a los efectos dañinos que tiene sobre los seres vivos. Es por ello que cualquier proceso que se enfoque en la obtención o recuperación de este material y/o sus derivados debe contar con mecanismos que eviten su llegada a sitios donde puede lixiviarse o incorporarse a cuerpos de agua. El tratamiento de los residuos que contienen Pb residual se realiza de diferentes formas en base a la naturaleza en el que se encuentre, así como el estado final en el que se requiere recuperar el material de interés (Leyva Bazan & Navarro Tantaquispe, 2017).

Las copelas empleadas en el proceso de copelado de regulo de plomo tienen un gran potencial contaminante, afectando los suelos, el aire, el agua y principalmente la salud de los seres vivos. Muchas empresas mineras actualmente no brindan ningún tipo de tratamiento a estos residuos antes de desecharlos, los cuales, en los mejores casos son usados como relleno de túneles o son procesados liberando el plomo al medio ambiente (Solano Toledo & Cebreira Marin, 2020).

Varios reactivos como ácido sulfúrico, clorhídrico, fluorhídrico, nítrico, cítrico, acético, entre otros, son empleados para disolver metales de residuos sólidos. La lixiviación con ácidos orgánicos actualmente tiene mayor atención, debido a su bajo impacto ambiental y formación de residuos menos peligrosos respecto a rutas clásicas que producen gran cantidad de contaminantes (García, 2016).

Antecedentes

Solano Toledo & Cebreira Marin, 2020); estudiaron un método para recuperar plomo a partir de residuos provenientes de minería mediante el uso de ácido acético como agente

lixivante, las condiciones más favorables para la recuperación de Pb fueron un tiempo de reacción de 3 horas, en presencia de peróxido de hidrógeno y una relación 1:5 sólido-líquido, obteniendo un 94,5 % de plomo en forma de acetato.

(Janeth & Medina, 2014), demostraron que es posible lixiviar el plomo de las copelas utilizadas en el proceso de análisis de oro mediante Fire Assay, empleando ácido cítrico como agente lixivante con una concentración de soluto de 60 gramos, tiempo de lixiviación de 3 horas y pH de 4, recuperando aproximadamente el 85% del plomo contenido en las copelas.

(RIVERA BLAS & YBAÑEZ ORDONIO CRISTINA JANET, 2016), evaluaron la influencia de la concentración del ácido cítrico en la recuperación de plomo presente en las copelas, concluyendo que al emplear una concentración de ácido cítrico 1M, pH de 5, agitación de 220 rpm y un tiempo de lixiviación de 2 horas y 30 minutos permitió recuperar el 99.76% del plomo, adicionalmente se menciona que a mayor concentración de ácido cítrico se logra un mayor porcentaje de recuperación de Pb.

(Rojas et al., 2018), estudiaron un método para recuperar plomo contenido en las baterías usando ácido cítrico y EDTA, donde se logró una extracción del 77% de plomo empleando una solución 1M de ácido cítrico con un tiempo de reacción de 60 minutos a un pH de 7 y temperatura ambiente, igualmente con una solución de EDTA al 1M se extrajo aproximadamente el 99% del metal (Pb), con un tiempo de reacción de 30 minutos, pH de 12 y temperatura ambiente.

Planteamiento del problema

El proceso de copelado de regulo de plomo es una técnica metalúrgica utilizada para obtener metales de alta demanda como el oro y la plata.

En este método, el régulo de plomo se deposita sobre una copela donde es sometido al fuego para liberar el regulo (oro y plata), de todo contenido plúmbeo. Parte del plomo en el proceso pasa al aire en forma de óxido y el resto es absorbido hasta el fondo de la copela (Izquierdo de Montes, 1997).

En la copelación, las copelas absorben el plomo hasta un 98%, las cuales son desechadas directamente al medio ambiente sin darles un tratamiento previo, generando un gran impacto ambiental negativo, es posible recuperar el plomo de las copelas contribuyendo con la disminución de la contaminación ambiental y se puede reutilizar este en la industria petroquímica. Una manera de recuperar el plomo presente en las copelas es en forma de acetato de plomo que se utiliza como catalizador en varios procesos químicos y petroquímicos (Ruiz & Lima, 2018).

Justificación e importancia

El sector metalúrgico afecta negativamente al medio ambiente debido a las emisiones de partículas finas y polvos, emisión de gases tóxicos, generación de residuos sólidos con metales pesados entre otros (Delgado Jaimes, 2017).

El plomo tiene múltiples aplicaciones industriales, por ejemplo, en la fabricación de productos como baterías de automóviles, pinturas, aleaciones e incluso en el proceso de copelación; donde el plomo es separado del oro y la plata, la reacción dentro de esta etapa se focaliza en la oxidación del plomo a óxido de plomo (PbO), que es absorbido por la copela, por lo tanto, el presente trabajo presenta una alternativa para recuperar el plomo de las copelas en forma de acetato para su posterior uso y/o comercialización (Lopez, 2022).

Una vez finalizado el proceso de copelación, generalmente las copelas son almacenadas en un determinado lugar, quedando expuestas al ambiente y siendo una fuente de contaminación. En este escenario y debido a la crisis ambiental que enfrenta el planeta en la

actualidad, este trabajo se concentrará en minimizar dicho impacto ambiental y determinar una manera viable para recuperar el plomo contenido en los desechos mineros (copelas de plomo).

Se usará ácido acético como agente lixivante por ser económico, no contaminante, biodegradable y su venta no está restringida a comparación con otros agentes usados para el mismo propósito.

Alcance

El presente trabajo se realizará a escala de laboratorio; tiene como objetivo principal aprovechar los residuos generados en el proceso de copelado de regulo de plomo de la industria metalúrgica, como materia base para la elaboración de catalizadores. El objetivo es emplear ácidos orgánicos para lixiviar el plomo y al mismo tiempo promover su posible aplicación en la misma industria.

Además, se contribuirá en la reducción de la contaminación ambiental a través del uso de copelas residuales, lo que permitirá la reutilización de estos residuos, evitando su disposición inadecuada y la contaminación del medio ambiente.

Objetivos

Objetivo general

Aprovechar el residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo de la industria metalúrgica como base de un proceso para la fabricación de catalizadores soportados.

Objetivos específicos

- Realizar una revisión bibliográfica acerca del uso, manejo y aplicaciones de los desechos resultantes del proceso de copelado de regulo de plomo.
- Caracterizar las copelas residuales mediante difracción de rayos X teniendo en cuenta aspectos físicos, químicos y estructurales.

- Desarrollar un método de extracción fisicoquímico eficiente para la recuperación del plomo presente en las copelas.
- Caracterizar la mejor muestra lixiviada utilizando técnicas de espectroscopía para confirmar la formación de acetato de plomo.
- Elaborar un prototipo de utilizando el producto obtenido como punto de partida para la posterior síntesis de un catalizador.

Hipótesis

Se puede recuperar el plomo contenido en las copelas provenientes de la industria metalúrgica mediante un proceso de lixiviación con ácido acético para la obtención de una solución de plomo que sirva como base de un proceso para la fabricación de catalizadores.

Variables

Variables dependientes

Porcentaje de recuperación de plomo

Rendimiento del proceso

Variables independientes

Concentración del ácido acético (v/v): 10% y 15%

Relación sólido-líquido (masa-volumen): 1:5 y 1:6

Velocidad de agitación: 555 rpm y 1110 rpm

Capítulo II

Fundamentación teórica

El Plomo

El plomo es un metal pesado, gris plateado, estable y resistente a la corrosión que se encuentra de forma natural en el medio ambiente y la corteza terrestre. Desde la antigüedad ha sido utilizado en múltiples aplicaciones como: la fabricación de baterías, soldaduras, cañerías, pinturas, vidrios, protección contra rayos X etc. (Aceituno et al., 2007), mencionan que un derivado del plomo, el tetraetilo de plomo fue empleado en años recientes como aditivo (antidetonaante) en las gasolinas provocando un aumento en la contaminación ambiental. Los efectos tóxicos de este metal fueron descritos hace más de 2000 años por Nicander, poeta que escribió acerca de una enfermedad causada por la intoxicación por plomo denominada plumbismo (Rubio et al., 2004).

Los minerales de Pb más importantes son:

- Galena (PbS),
- Anglesita ($PbSO_4$)
- Cerusita ($PbCO_3$)
- Mimetesita ($Pb_5(AsO_4)_3Cl$)
- Piromorfita ($Pb_5(PO_4)_3Cl$)

Propiedades atómicas y físicas del plomo

Tabla 1

Propiedades atómicas y físicas del Pb

Propiedades físicas del plomo	
Número atómico	82
Peso atómico (g/mol)	207.2
Configuración electrónica	$[Xe]4f^{14}5d^{10}6s^26p^2$
Número de isótopos naturales	4
Energía de ionización (KJ/mol)	
I	715.4
II	1450.0
III	3080.7
IV	4082.3
r^{II} (Radio iónico, 6 coordenadas) (pm)	119
r^{IV} (Radio covalente) (pm)	146
r^{IV} (Radio iónico, 6 coordenadas) (pm)	78
Electronegatividad de Pauling	1.9

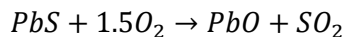
Propiedades físicas del plomo

Punto de fusión (°C)	327
Punto de ebullición (°C)	1757
Densidad (20 °C) (g/cm^3)	11.342
Resistividad eléctrica (20 °C) (Ωcm)	2×10^{-5}

Nota. Tomado de *Chemistry, electrochemistry, and electrochemical applications | Lead*, (p. 762), por Maksymiuk et al., 2009

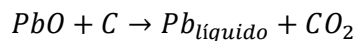
Química del plomo

El Pb comúnmente se obtiene de la galena (mineral de plomo, PbS). Al ser sometida al proceso de concentración por flotación se oxida en presencia de aire dando lugar a la formación de óxido de plomo (PbO).

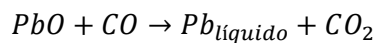


Ecuación 1 Formación de óxido de plomo

El PbO , se reduce en un alto horno junto con una mezcla de coque y caliza descrita por las siguientes reacciones:



Ecuación 2 Reducción del óxido de plomo con carbono



Ecuación 3 Reducción del óxido de plomo con monóxido de carbono

El plomo conseguido aun contiene varias impurezas como: cobre, plata, oro, zinc, estaño, arsénico y antimonio. Por lo que es necesaria una etapa de purificación que se lleva a cabo mediante refinación electrolítica donde se obtiene Pb con un 99.99% de pureza, sin embargo, aún se puede purificar más electroquímicamente hasta obtener una cantidad menor a 1 ppm de impurezas (Maksymiuk et al., 2009).

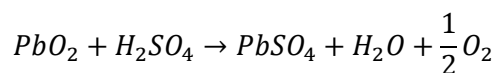
El plomo en presencia de flúor forma fluoruro de plomo (PbF), con cloro gaseoso cloruro de plomo ($PbCl_2$). En presencia de ácido clorhídrico reacciona lentamente formando cloruro de plomo; mientras que con ácido nítrico reacciona rápidamente formando nitrato de plomo ($Pb(NO_3)_2$). El ácido acético también reacciona en condiciones normales dando lugar a la formación de acetato de plomo ($Pb(CH_3COO)_2$), que posee una alta actividad electroquímica (Maksymiuk et al., 2009).

Dependiendo de la forma de manufactura el óxido de plomo existe en dos formas:

- Óxido de plomo de forma tetragonal de color rojo ($\alpha - PbO$), conocido como litargirio, estable a temperatura ambiente.
- Óxido de plomo de forma ortorrómbica de color amarillo ($\beta - PbO$), conocido como masicotita estable a temperaturas superiores a 488 °C.

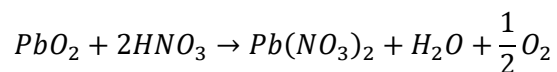
El dióxido de plomo (PbO_2), es un agente oxidante, puede reaccionar de forma lenta con varios ácidos según las siguientes reacciones:

- Con ácido sulfúrico

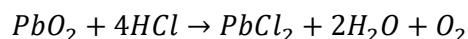


Ecuación 4 Reacción para el sulfato de plomo

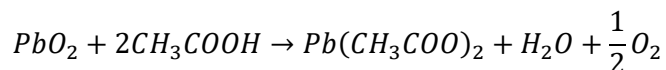
- Con ácido nítrico

**Ecuación 5 Reacción para el nitrato de plomo**

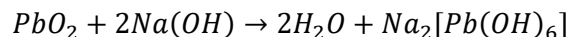
- Con ácido clorhídrico

**Ecuación 6 Reacción para el cloruro de plomo**

- Con ácido acético

**Ecuación 7 Reacción para el acetato de plomo**

- El dióxido de plomo (PbO_2) también reacciona con hidróxido de sodio ($Na(OH)$)

**Ecuación 8 Reacción del hidroxiplumbato de sodio****Toxicidad del plomo**

El plomo a nivel mundial es una sustancia bastante peligrosa, sus propiedades como suavidad, maleabilidad, ductilidad, conductividad baja y resistencia a la corrosión hace casi imposible el desuso de este metal pesado. La exposición al plomo y sus derivados principalmente ocurre en ocupaciones relacionadas con diversas fuentes como gasolinas con

plomo, pinturas a base de plomo, tuberías, impresión de libros y alfarería etc. (Wani et al., 2015).

En la antigüedad se descubrió que el envenenamiento por plomo era causado por las sales de plomo empleadas en la fabricación de cerámicas lixiviadas por jugos de frutos ácidos. Se cree que la causa inicial de la caída del imperio romano era debido al envenenamiento por plomo puesto que utilizaban acetato de plomo como edulcorante del vino. En estudios recientes se analizó la toxicidad del nitrato de plomo en ratas, siendo más dañino en ratas diabéticas (Wani et al., 2015).

Contaminación por plomo

La contaminación provocada por el plomo es un problema de carácter global, generado principalmente por la industria minera y sus derivados. A pesar de la implementación de normativas regulatorias sobre el uso y manejo de este metal, la exposición y el peligro para los seres vivos es bastante alto sobre todo para las poblaciones que viven cerca de las zonas industriales (Ruíz et al., 2017).

El plomo inorgánico se encuentra mayormente en los polvos, tierra, ciertas pinturas y entre otros productos, mientras que el plomo en forma de compuestos orgánicos, como el tetraetilo de plomo está presente en las gasolinas de algunos países subdesarrollados, ambas presentaciones de Pb son bastante tóxicas. Según (Kumar et al., 2019); el plomo es el segundo metal más tóxico después del arsénico, por lo que las sales u óxidos de este metal que se encuentran presentes en el polvo atmosférico, pinturas, gases de escape de los automóviles, alimentos contaminados y agua son las principales vías de exposición humana.

En la actualidad los seres humanos se ven afectados por el plomo principalmente a través de la ingesta debido a las partículas presentes en el suelo que son transmitidas hacia los

hogares y/o al agua potable. El cuerpo humano absorbe entre el 20% y el 70% del plomo ingerido (la capacidad de absorción es mayor en niños) (Kumar et al., 2019).

Consecuencias de la exposición al plomo

En la actualidad una intoxicación por plomo es bastante raro, sin embargo, sí puede producirse en ciertos ámbitos laborales, es decir cuando no se cumplen con las normativas vigentes de seguridad, manejo de materiales y calidad adecuadas. El Pb ingresa al organismo por vía respiratoria o digestiva, posteriormente pasa al torrente sanguíneo llegando así a la mayoría de los órganos. Este metal tiene una afinidad bastante alta por el tejido óseo generando grandes depósitos en los huesos donde permanece por varios años. El Pb puede afectar a casi todos los órganos del cuerpo humano, pero especialmente afecta al sistema nervioso, las exposiciones prolongadas pueden provocar anemia y un ligero aumento en la presión arterial (Aceituno et al., 2007).

El aumento de la concentración de plomo en la sangre afecta el comportamiento de las personas, el rendimiento cognitivo, el crecimiento postnatal, puede retrasar la pubertad y reduce la capacidad auditiva en niños. En los adultos causa problemas cardiovasculares, afecta el sistema nervioso, renal y de fertilidad. Durante el embarazo el plomo puede obstaculizar el desarrollo del feto (Kumar et al., 2019).

La toxicidad del plomo es un peligro importante para la salud debido a los efectos devastadores que provoca en el cuerpo humano. Según (Emsley, 2011); se estima que una persona que pesa aproximadamente 70 Kg tiene un promedio de 120 mg de Pb con 0.2 mg/L en la sangre, de 5 a 50 mg/kg en los huesos y de 0.2 a 3 mg/kg en los tejidos.

Proceso de recuperación de plomo

El plomo es uno de los metales con un mayor porcentaje de recuperación respecto a otros metales no férricos. Actualmente más del 80% del Pb presente en las baterías es

recuperado de fuentes secundarias, por tal motivo la mayoría de los países poseen infraestructuras adecuadas para la recuperación y reciclado de este metal. El reciclado conlleva muchas ventajas como la reducción del consumo energético, protección y conservación de recursos, adicionalmente los residuos plúmbicos pueden ser sometidos a procesos metalúrgicos (pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos) varias veces (Sotomayor, 2018).

Pirometalurgia

La pirometalurgia emplea temperaturas elevadas con la finalidad de recuperar metales de interés y posteriormente purificarlos mediante procesos físicos y/o químicos. A temperaturas bajas se presentan cambios estructurales y las reacciones presentes implican transiciones de fases, mientras que a temperaturas altas las reacciones químicas están presentes en mayor medida. Las técnicas pirometalúrgicas son dependientes de varios factores como: la temperatura, el tiempo de procesamiento y la adición de fundentes (Makuza et al., 2021).

Entre las ventajas de los procesos pirometalúrgicos está; el uso mínimo de agua, la ausencia de subproductos líquidos, la posibilidad de obtener metales de tierras raras y el menor número de etapas en el proceso de recuperación respecto a procesos hidrometalúrgicos, mientras que las desventajas más comunes son: el elevado consumo energético, la formación de desechos sólidos indeseables en algunos casos, la duración del proceso y que solo es aplicable a una gama limitada de desechos (Polyakov & Sibilev, 2015).

Hidrometalurgia

La hidrometalurgia es un proceso de recuperación, empleado en la obtención de metales presentes en minerales y desechos, dicho proceso tiene lugar en un medio acuoso donde se combina agua, oxígeno y diferentes reactivos químicos de interés con o sin la presencia de un medio presurizado (Gunarathne et al., 2022).

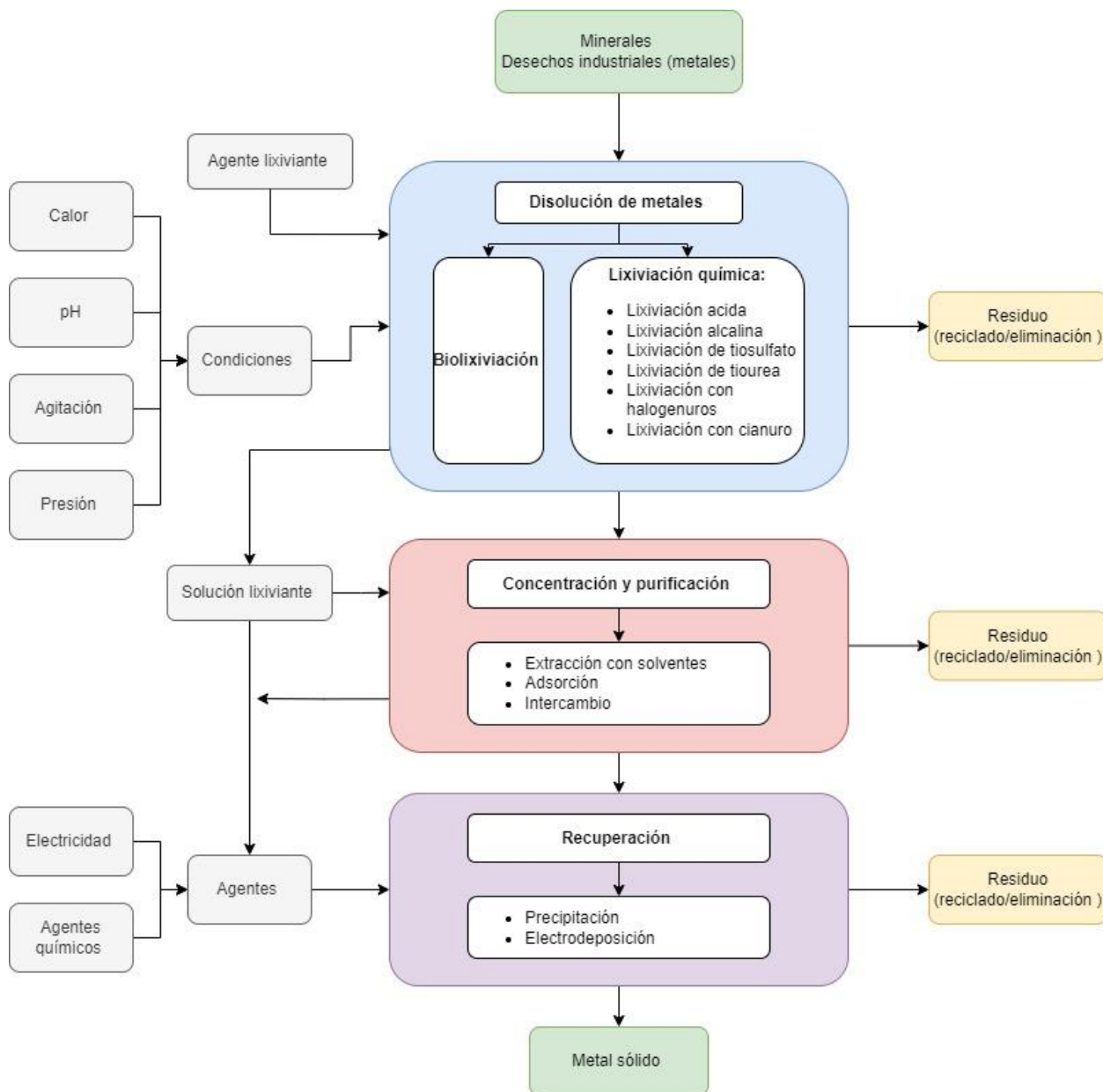
Los métodos hidrometalúrgicos para recuperar metales tienen grandes ventajas respecto a los pirometalúrgicos como: el uso de temperaturas bajas, la capacidad de ser aplicado a pequeña y gran escala, los efluentes líquidos son más fáciles de manejar, es una tecnología limpia y los metales recuperados tienen purezas altas. Entre las desventajas de este proceso está una baja velocidad de reacción debido al uso de temperaturas bajas (Saguru et al., 2018).

La hidrometalurgia generalmente consta de tres etapas:

- Lixiviación
- Concentración y purificación del metal
- Recuperación del metal.

Figura 1

Diagrama de flujo de procesos para la recuperación de metales



Nota. Tomado de *Hydrometallurgical processes for heavy metals recovery from industrial sludges* (p. 13) por Gunarathne et al., 2022.

Lixiviación

Las reacciones sólido-líquido como la lixiviación son uno de los fenómenos más importantes dentro de las industrias química, minera y metalúrgica, es el primer paso y a menudo el más importante de varios procesos hidrometalúrgicos (Faraji et al., 2022).

La lixiviación es el mecanismo mediante el cual se puede separar uno o varios solutos de una mezcla sólida (generalmente minerales), mediante el uso de soluciones líquidas. Al estar en contacto las dos fases se promueve la separación del sólido gracias al fenómeno de difusión (Solano Toledo & Cebrera Marin, 2020).

Según (Pantaleón Tolentino et al., 2023); la lixiviación es un método de disolución acuosa donde es necesario el control de varios parámetros como la concentración del agente lixivante (reactivo químico), la temperatura, la agitación y el pH, con la finalidad de llevar a cabo una disolución selectiva de ciertos elementos de interés.

Tipos de lixiviación

Tabla 2

Tipos de lixiviación en minerales

Tipo de lixiviación	Características
Lixiviación in situ	Es la aplicación directa (en el mineral) de la solución lixivante Tiene un bajo costo de inversión. Puede ser superficial o subterránea. Tipo 1: se aplica a minas en desuso.

Tipo de lixiviación	Características
Lixiviación in situ	<p>Tipo 2: aplicable a yacimientos ubicados a menos de 500 m de profundidad (la solución se inyecta y se recupera por bombeo).</p> <p>Tipo 3: aplicable a yacimientos superiores a los 500 m de profundidad.</p>
Lixiviación en pilas	<p>Consiste en apilar el mineral en una planta de aglomeración, donde se riega la solución lixivante, mientras desciende va diluyendo y cayendo la solución rica en el metal de interés.</p> <p>Después de la lixiviación es necesario un proceso de purificación.</p> <p>Las variables del proceso son: la granulometría, la tasa de riego, altura de la pila, concentración de la solución lixivante y tiempo de reacción.</p>
Lixiviación por percolación	<p>Aplicable a minerales con un contenido metálico bastante alto.</p> <p>El proceso dura entre 3 y 14 días.</p> <p>Recomendado para minerales porosos y arenosos.</p>
Lixiviación en botaderos	<p>Aplicable en lastres, desmontes o minas de tajo abierto.</p> <p>La solución lixivante se añade mediante un sistema de riego por aspersión.</p>
Lixiviación por agitación	<p>Aplicable en menas de alta ley (cuando contiene materiales de alto valor comercial).</p>

Tipo de lixiviación	Características
Lixiviación por agitación	<p>Tiene grandes costos de inversión.</p> <p>Consiste en agitar una pulpa constituida por partículas finas y la solución lixivante.</p> <p>La solución lixivante tiene mayor superficie de contacto.</p> <p>El rendimiento es mayor a la lixiviación en pilas.</p> <p>Aplicable a minerales molidos finamente.</p>

Nota. Tomado de “Evaluación de la recuperación de plomo metálico por el método de lixiviación a partir de las copelas usadas en el análisis de oro y plata por el método gravimétrico fire assay (p. 28-32) por (Ruiz & Lima, 2018)

Concentración y purificación del metal

La etapa de purificación tiene como objetivo principal obtener una solución con una alta concentración y pureza del producto deseado. Actualmente los principales métodos de purificación incluyen la reducción térmica de metales, destilación al vacío, fusión por zonas y por arco y la electrólisis de sales fundidas (Liu et al., 2020).

Recuperación del metal

En la actualidad la precipitación que emplea sulfuros e hidróxidos es uno de los métodos más utilizados para recuperar metales presentes en soluciones acuosas, sin embargo, durante la precipitación con hidróxido el compuesto metálico formado es anfótero lo que causa su disolución, por el contrario al usar sulfuros, el producto formado es menos soluble y se puede lograr una mayor recuperación (Pohl, 2020).

Compuestos empleados para lixiviar plomo

La lixiviación de metales está fuertemente influenciada por el tipo de agente lixiviante, por ejemplo, se sabe que el ácido clorhídrico, es bastante factible para la eliminación de cromo, cobre, plomo y zinc presentes en cenizas en comparación con el ácido nítrico. El ácido sulfúrico, aunque es común en los procesos de recuperación de Pb residual, no es la mejor opción debido a que el sulfato de plomo formado puede precipitar como subproducto de la reacción (Tang & Steenari, 2016).

En el trabajo de (Karlfeldt Fedje et al., 2010), se demostró que los ácidos orgánicos como el ácido acético, fórmico, láctico, oxálico y cítrico no fueron tan efectivos como algunos ácidos inorgánicos al momento de lixiviar metales a pesar de que estos cuentan con la ventaja de formar complejos metálicos solubles y relativamente menos tóxicos.

(Cerceanu et al., 2016), mencionan en su investigación que las propiedades quelantes de algunos ácidos orgánicos posiblemente es el factor más importante al momento de lixiviar plomo respecto a la fuerza acida, además demostraron que el ácido cítrico, acético, ascórbico y EDTA permiten porcentajes altos de recuperación al momento de lixiviar plomo.

Lixiviación con ácido acético

Ácido acético

El ácido acético es un ácido carboxílico también conocido como ácido metilcarboxílico de gran importancia para la producción de otros compuestos químicos orgánicos. En concentraciones bajas se usa como vinagre para alimentos, mientras que en altas concentraciones (Ácido acético glacial al 99%) tiene usos industriales (Preciado Correal & Olaya Acosta, 2020).

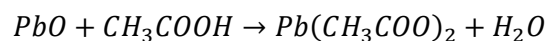
Tabla 3

Propiedades fisicoquímicas del ácido acético.

Propiedades fisicoquímicas del ácido acético	
Fórmula	CH_3COOH
Color	Incoloro
Olor	Acre
Peso molecular (g/mol)	60.1
Temperatura de fusión (°C)	16.7
Temperatura de ebullición (°C)	118
Solubilidad a 20 °C	Soluble en agua
Densidad a 20 °C (g/ml)	1.05

Nota. Tomado de *Evaluación del proceso de recuperación de sales de plomo de copelas usadas en la industria minera* (p. 30) por (Solano Toledo & Cebreira Marin, 2020)

El ácido acético en contacto con el plomo forma acetato de plomo como se muestra en la siguiente reacción:



Ecuación 9 Óxido de plomo más ácido acético

Los polvos residuales (copela), generalmente de color amarillo rojizo contienen óxidos de plomo que al estar en contacto con una solución de ácido acético da lugar a la formación de acetato de plomo más agua, debido a ello el uso de ácido acético como agente lixivante

respecto a otros ácidos tiene ventajas como la disminución de los costos en la técnica. (Li et al., 2020).

Acetato de plomo

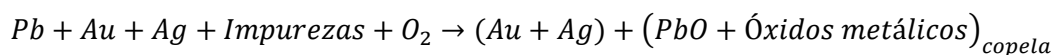
El acetato de plomo es una sal cristalina de color blanco, obtenida al tratar litargirio (óxido de plomo), con ácido acético. Posee aplicaciones importantes dentro de la industria minera, por ejemplo, acelera el proceso de extracción de oro y plata. (Erazo, 2017).

Copelación

La copelación es un proceso fisicoquímico que utiliza copelas para separar el plomo del oro y la plata. Inicialmente la copela ingresa a la mufla a una temperatura constante de 850 °C durante 15 a 20 minutos, seguido se agregan los botones (aleación de oro, plata y plomo obtenido después del proceso de fundición) en las copelas durante 3 minutos con la finalidad que el plomo empiece su proceso oxidativo, cumplido el tiempo se abre la mufla dando paso al ingreso de aire y posterior formación del litargirio (óxido de plomo cristalino) (Linares Quesada, 2017).

Durante el proceso de copelado es necesario mantener la temperatura de la mufla entre 820 °C y 850 °C, debido a que si esta es mayor puede existir pérdidas del metal precioso y si es menor el plomo presente no se vaporizará por completo (Linares Quesada, 2017).

Reacción durante el proceso de copelado:



Ecuación 10 Reacción durante el proceso de copelado

Copela

Es un recipiente poroso poco profundo con forma de cono truncado invertido, fabricado con materiales refractarios como; ceniza de hueso, magnesia y otros elementos similares no corrosivos (Solis Palomino, 2021).

Las copelas son empleadas en los procesos de copelado de regulo de plomo gracias a su capacidad de absorber el Pb presente y sostener en la superficie los metales de interés (Au y Ag) (RIVERA BLAS & YBAÑEZ ORDONIO CRISTINA JANET, 2016).

Copelas de ceniza de hueso

Actualmente las copelas son fabricadas con ceniza de hueso seleccionado, se consideran inertes debido a que no reaccionan con el litargirio, sin embargo, en la antigüedad, si bien se prefería ceniza de hueso como materia prima existían otras recetas para su fabricación que podían involucrar ceniza de madera e incluso arcilla con un revestimiento no silíceo (L'Héritier et al., 2015).

Copelas de magnesita

Están fabricadas con carbonato de magnesio de alta pureza (99.8%) en un rango de temperatura de 1400 °C a 1800 °C, poseen una capacidad de absorción aproximada del 98% (Solano Toledo & Cebreira Marin,, 2020).

Difracción de rayos X

La difracción de rayos X (DRX), es una técnica ampliamente utilizada en el análisis y caracterización de materiales cristalinos, es decir proporciona información sobre la fase, orientación, estructura cristalina, tamaño de grano, deformación, cristalinidad, y defectos de una muestra analizada. Los picos resultantes del análisis DRX se obtienen por la interferencia constructiva de un haz de luz (rayos X) monocromático en ángulos específicos sobre la muestra. La intensidad de cada pico está en función de la distribución atómica en el interior de la red. Por lo tanto, se puede decir que el patrón formado es la huella dactilar de un determinado material (Bunaciu et al., 2015).

Espectroscopía atómica

La espectroscopía atómica incluye un conjunto de técnicas utilizadas para determinar la composición elemental de una muestra gaseosa, líquida o sólida mediante la observación de su espectro electromagnético. Los resultados en términos de concentración se reportan en partes por millón (ppm) o partes por billón (ppb) (Sahin, 2020).

La espectroscopía atómica incluye técnicas como:

- Espectroscopía de absorción atómica (AAS)
- Espectroscopía de emisión atómica (AES)
- Espectroscopía de fluorescencia atómica (AFS)
- Fluorescencia de rayos X (XRF)
- Espectrometría de masas inorgánicas (MS)

Espectroscopía de absorción atómica

La espectroscopía de absorción atómica es una técnica sumamente sensible gracias a que las energías de transición son únicas para cada elemento, adicionalmente las líneas de

absorción atómica están en un rango de 0.002 a 0.005 nm de estrechez. El equipo está constituido por una fuente de radiación monocromática o policromática, un atomizador encargado de proporcionar los átomos excitados del analito de interés, un monocromador donde se selecciona la longitud de onda característica para cada elemento, un detector sensible a la radiación y un procesador de la señal y lectura de salida (Gallegos et al., 2012).

De forma general el equipo de AAS opera de la siguiente forma: El haz de luz emitido pasa a través del atomizador que contiene la muestra que llega al monocromador que elimina la radiación irrelevante, posteriormente la radiación absorbida pasa por el detector donde es procesada, amplificada y finalmente arroja un valor de salida (Gallegos et al., 2012).

Determinación de plomo por absorción atómica

Para la cuantificación de plomo se emplea el espectrofotómetro de absorción atómica. (Gallegos et al., 2012), en su investigación para determinar plomo en diversos productos inicialmente fijaron la longitud de onda para el equipo en 217.0 nm específica para el Pb, usaron una lámpara de deuterio para la corrección de la radiación de fondo y adicionalmente emplearon EDTA para eliminar interferencias negativas. Posteriormente realizaron una curva de calibración mediante el uso de diluciones de un estándar. El tipo de llama más común para análisis de AAS para plomo es una mezcla de acetileno-aire que posee una temperatura entre 2100 °C y 2400 °C.

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es utilizada para caracterizar muestras líquidas, soluciones, polvos, películas, pastas, fibras y gases. Es bastante rápida, precisa y relativamente sensible. En el proceso implica exponer las muestras a radiación infrarroja (IR), que tiene impacto sobre las vibraciones atómicas de una molécula, provocando una absorción y/o transmisión específica de energía (Nandiyanto et al., 2019).

Un espectrograma de IR muestra la absorbancia (700 nm a 400000 nm) frente a las longitudes de onda (14000 cm^{-1} a 25 cm^{-1}). El patrón del espectro de absorción es como una huella digital de cada molécula (Guerrero-Pérez & Patience, 2020).

La frecuencia de absorción IR depende de los modos de vibración mientras que la intensidad depende de:

- La eficiencia con la que se transfiere la energía molecular
- Cuanto se transmite o se refleja.
- El detector.

Catalizador

Un catalizador es una sustancia que modifica la velocidad de una reacción química sin ser modificado o consumido durante el proceso. Los catalizadores disminuyen la energía del estado de transición, reduciendo la energía de activación o alterando el mecanismo de reacción para aumentar la velocidad de la reacción química. La catálisis puede ser homogénea, heterogénea o enzimática (Smith & Cristol, 1983).

Tipos de catálisis

Tabla 4

Tipos de catálisis

Tipo	Características
Catálisis homogénea	<ul style="list-style-type: none"> • El catalizador y los reactivos están en la misma fase, generalmente líquida o gaseosa.
Catálisis heterogénea	<ul style="list-style-type: none"> • El catalizador está en una fase distinta (generalmente sólida), a la de los reactivos (líquida o gaseosa).

Tipo	Características
Catálisis heterogénea	<ul style="list-style-type: none"> Los catalizadores heterogéneos se degradan mucho más lentos que los homogéneos.
Catálisis ácida y básica	<ul style="list-style-type: none"> En la catálisis ácida, el catalizador dona protones a los reactivos. En la catálisis básica, el catalizador acepta los protones de los reactivos.
Catálisis enzimática	<ul style="list-style-type: none"> Involucra el uso de enzimas para facilitar las reacciones químicas.

Nota. Tomado de *Química orgánica* (p. 262 - 266) por (Smith & Cristol, 1983)

Catalizador soportado

De forma general los catalizadores soportados son catalizadores heterogéneos, están conformados por dos partes, es decir de pequeñas cantidades de material catalítico activo (generalmente metales como el platino, paladio, rodio, rutenio, níquel, cobalto, entre otros), depositados en la superficie de otro material sólido inerte poroso denominado soporte (Song et al., 2020).

Soporte del catalizador

El soporte de un catalizador generalmente es un material inerte poroso que sirve como base sobre la cual se depositan el material activo. Tiene la función principal de proporcionar una estructura sólida y estable para el catalizador. Los soportes pueden ser amorfos como la sílice (SiO_2) y el carbón, o cristalinos como las zeolitas o la alúmina ($Al(OH)_3$).

Capítulo III

Metodología

Equipos materia y reactivos

Equipos

- Trituradora
- Plancha de agitación magnética
- Balanza analítica
- Difractómetro de rayos X
- Espectrofotómetro de absorción atómica
- Espectrómetro de infrarrojo por transformada de Fourier

Materia prima

- Residuos de copelas

Materiales

- Vasos de precipitación
- Espátula metálica
- Matraz Erlenmeyer
- Agitador magnético
- Matraz aforado
- Pipeta
- Pera de succión
- Embudo de vidrio
- Filtros
- Malla No. 40

Reactivos

- Ácido acético glacial
- Agua destilada

Recolección y preparación de la materia prima**Origen de la materia prima**

Las muestras (residuos) de copelas provenientes del proceso de copelado de regulo de plomo fueron proporcionadas por una empresa minera ubicada en el Ecuador, que tiene como problemática la gestión adecuada de estos residuos peligrosos buscando su reutilización.

Figura 2

Copelas usadas



Nota. Copelas usadas después del proceso de copelado de regulo de plomo.

Preparación del material

La preparación de la materia prima se realizó con la finalidad de obtener una muestra con una granulometría homogénea y deseada, para ello se requiere de las siguientes etapas:

Trituración

La trituración es una operación unitaria utilizada principalmente para cambiar y reducir el tamaño de algunos materiales rocosos (minerales). Sin embargo, debido a su eficacia y sencillez actualmente es utilizada en diversas industrias como la alimentaria, minera, industria del cemento entre otras (Kallel et al., 2017).

Procedimiento para la trituración

1. Se encendió el equipo.
2. Se colocó el material (copelas), en la parte de alimentación.
3. Se esperó que se triture toda la muestra colocada.
4. Se recolectó la muestra triturada.
5. Finalmente se llevó el material a la siguiente etapa de pulverización.

Figura 3

Trituración de las copelas



Nota. Trituración de las copelas mediante el uso de una trituradora

Tamizado

El tamizado es una operación unitaria usada para separar partículas de distintos tamaños en dos o más muestras. Para el proceso se sitúan las muestras sólidas sobre la superficie del tamiz, las partículas más finas pasan a través del mismo mientras que las de mayor tamaño no. Un solo tamiz solo puede separar el material en dos fracciones las cuales no están dimensionadas correctamente debido a la existencia de partículas más pequeñas, por lo que es común hacer la muestra por una serie de tamices (más de dos), teniendo como ventaja el conocimiento de los tamaños máximos y mínimos de cada partícula (Herrera, 2016).

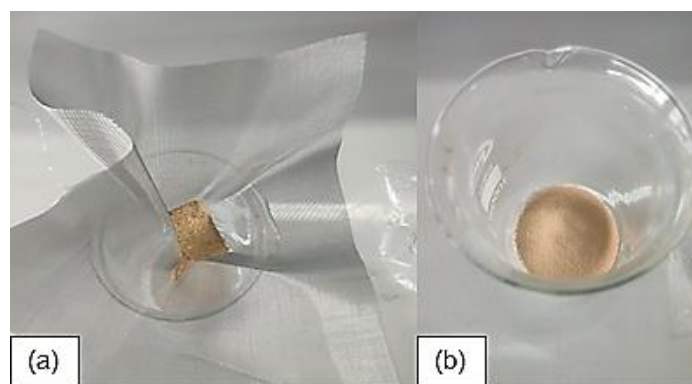
Para el tamizado de los residuos de copelas se empleó una malla de acero número 40.

Procedimiento para el tamizado

1. Se colocó la muestra previamente triturada en la superficie de la malla.
2. Posteriormente, se tamizó las copelas trituradas con una malla No. 40 para obtener un tamaño de partícula menor o igual a 0.42 mm.
3. La muestra tamizada se llevó a caracterizar.

Figura 4

Tamizado de las muestras de copelas



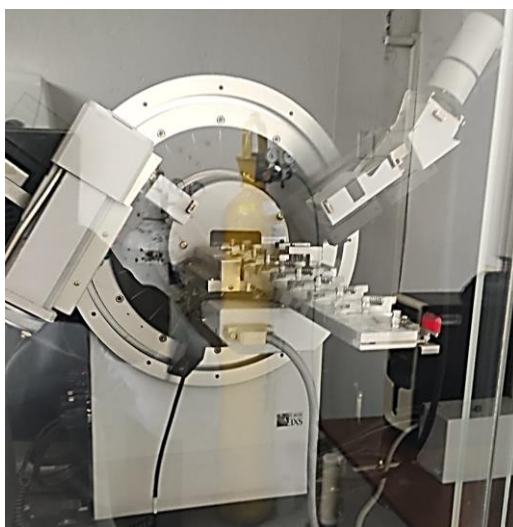
Nota. Tamizado de las copelas a) Tamizado con una malla # 40, b) Resultado del tamizado.

Caracterización de los residuos de copelas mediante DRX

El análisis de los residuos de copelas provenientes del proceso de copelado de regulo de plomo se realizó mediante difracción de rayos X (DRX). Los parámetros empleados para el análisis se muestran en la Tabla 3.

Figura 5

Difractómetro de Rayos-X



Nota. Difractómetro de Rayos-X D8 ADVANCE

Tabla 5

Parámetros del análisis DRX aplicado a los residuos de copelas.

Parámetros del análisis DRX	
Radiación	Radiación X de cobre (Cu K α) filtrada con Ni
Voltaje (kV)	40
Corriente (mA)	40

Parámetros del análisis DRX	
Rango de 2θ	5.01° y 79.97°
Paso de 2θ	0.026°
Tiempo de conteo por paso (seg)	6.498

Nota. La tabla muestra los parámetros usados en el equipo de difracción de rayos X para caracterizar las muestras de copelas.

En la tabla 5 se muestran los parámetros como: radiación, voltaje, corriente, rango de 2θ , paso de 2θ y tiempo de conteo por paso utilizados en la difracción de rayos X para residuos del proceso de copelado de regulo de plomo.

Procedimiento para el análisis DRX

1. Se pesó 100 gramos de la muestra de copelas.
2. Se secó las copelas en un horno a 40°C .
3. Se trituro las muestras en un mortero.
4. Se homogeneizó las muestras con una malla No. 200 equivalente a un tamaño de partícula igual a 0.074 mm.
5. Se colocó las muestras en el anillo del portamuestras del DRX.
6. Se compactó las muestras en el interior del anillo.
7. Se cerró herméticamente el portamuestras con la tapa del anillo.
8. Se colocó el portamuestras en el difractor de rayos X.
9. Finalmente se inició el análisis.

Diseño experimental

Identificación de parámetros fijos para la lixiviación

- Tiempo de reacción: 3 horas
- Temperatura: ambiente
- Presión: atmosférica

Identificación de las variables para la lixiviación

- Concentración del ácido acético: 10 %; 20%
- Relación sólido-líquido: 1:5; 1:6
- Agitación: 555 rpm; 1110 rpm

Número de ensayos a realizar

Para esta investigación se usa un diseño factorial 2^k con duplicado en cada análisis

$$N = 2^k$$

Ecuación 11 Diseño factorial

$$N = 2^3 = 8$$

Donde

N : número de ensayos.

k : número de variables.

Como el análisis es por duplicado el número de ensayos totales es:

$$N_T = (N_{replicas})(N)$$

Ecuación 12 Número de ensayos totales

$$N_T = (2)(8) = 16$$

Donde

N_T : número de ensayos totales.

$N_{replicas}$: número de veces que se repite los ensayos.

Tabla 6

Factores y niveles del diseño experimental

Factores	Mínimo	Máximo
Concentración del ácido (%)	10	20
Relación sólido-líquido	1:5	1:6
Agitación (rpm)	555	1110

Nota. La tabla muestra los diferentes factores de estudio con sus respectivos niveles máximos y mínimos para el diseño experimental.

Diseño experimental para la lixiviación de plomo

Tabla 7

Diseño experimental para la lixiviación de plomo presente en las copelas

Ensayos	Concentración del ácido (%)	Relación sólido-líquido	Agitación (rpm)	Resultados- M1	Resultados- R1
1	10	1:5	555	Muestra 1	Réplica 1
2			1110	Muestra 2	Réplica 2
3		1:6	555	Muestra 3	Réplica 3
4			1110	Muestra 4	Réplica 4
5	20	1:5	555	Muestra 5	Réplica 5
6			1110	Muestra 6	Réplica 6
7		1:6	555	Muestra 7	Réplica 7
8			1110	Muestra 8	Réplica 8

Nota. La tabla muestra el diseño experimental empleado para la recuperación de plomo de las copelas provenientes del proceso de copelado de regulo de plomo.

Extracción de plomo de las copelas

En esta atapa se puso en contacto la solución lixivante (ácido acético), con las muestras de copelas previamente trituradas, tamizadas y caracterizadas mediante DRX, con el objetivo de recuperar el plomo en forma de sal (acetato de plomo), correspondiente de acuerdo con el lixivante empleado.

Para finalizar el proceso se cuantificó el plomo extraído mediante la técnica de espectroscopía de absorción atómica.

A continuación, se muestran los equipos empleados en la etapa de lixiviación y caracterización de las muestras.

Tabla 8

Equipos necesarios para el proceso de lixiviación y caracterización final

Equipos	Cantidad
Balanza analítica	1
Plancha de agitación magnética	1
Espectrofotómetro de absorción atómica	1

Nota. La tabla muestra los equipos usados para la lixiviación y caracterización de las muestras resultantes.

A continuación, se muestran los materiales usados para la lixiviación de plomo presente en las copelas.

Tabla 9

Materiales necesarios para el proceso de lixiviación

Materiales	Cantidad
Vasos de precipitación de 250 ml	8
Agitador magnético	1

Materiales	Cantidad
Espátula metálica	1
Matraz aforado de 250 ml	4
Pipeta de 10 ml	1
Pipeta de 5 ml	1
Pera de succión	1
Matraz Erlenmeyer de 500 ml	8
Embudos de vidrio	8
Filtros de papel	32

Nota. La tabla muestra los materiales y la cantidad empleada para la lixiviación de las copelas.

A continuación, se muestran los reactivos necesarios para la recuperación de Pb.

Tabla 10

Reactivos necesarios para el proceso de lixiviación

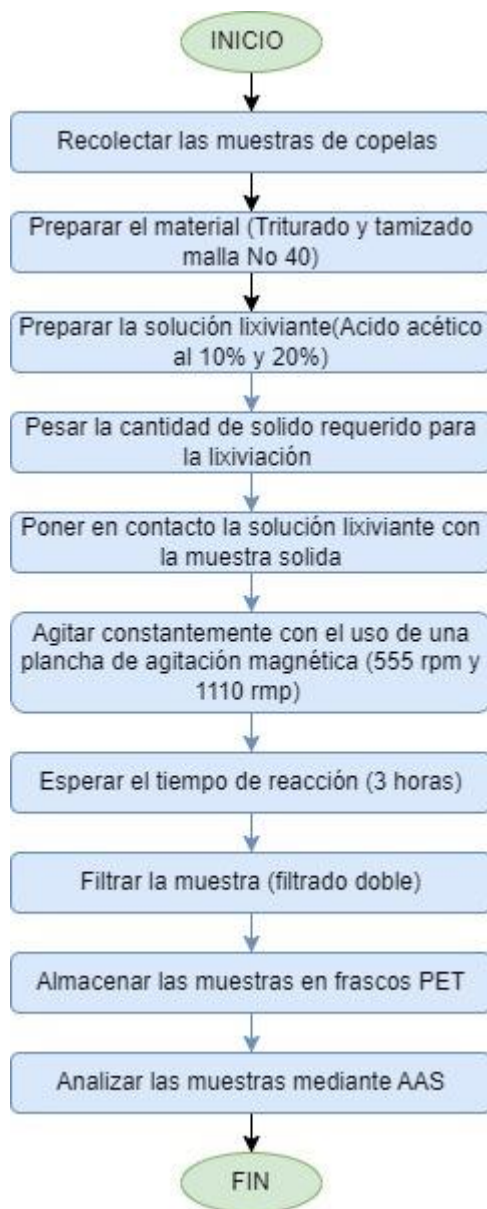
Reactivo	Cantidad
Agua destilada (ml)	2000
Ácido acético glacial (ml)	300

Nota. La tabla muestra los reactivos y su cantidad usada en el proceso de lixiviación.

A continuación, se presenta un diagrama de flujo general para el proceso de lixiviación de Pb presente en las copelas provenientes del proceso de copelado de regulo de plomo.

Figura 6

Diagrama de flujo general para lixiviar plomo



Nota. La figura presenta el proceso a seguir para lixiviar el plomo presente en las copelas.

Preparación de la solución de ácido acético

Se utilizó ácido acético glacial al 100% junto con agua destilada para preparar una solución diluida del ácido. Los cálculos necesarios se realizaron con la ecuación siguiente:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Ecuación 13 Dilución de soluciones

Donde

C_1 : concentración inicial de la solución que se tiene.

V_1 : volumen que se debe utilizar para la dilución.

C_2 : concentración que deseamos.

V_2 : volumen final de la dilución.

Solución de ácido acético al 10%

Para ello, se tomó 25 ml de ácido acético glacial y se afora en un matraz de 250 ml con agua destilada para obtener una solución al 10%. Se repite el proceso para obtener un total de 500 ml de solución necesarios para cumplir con el diseño experimental propuesto.

Figura 7

Soluciones de ácido acético



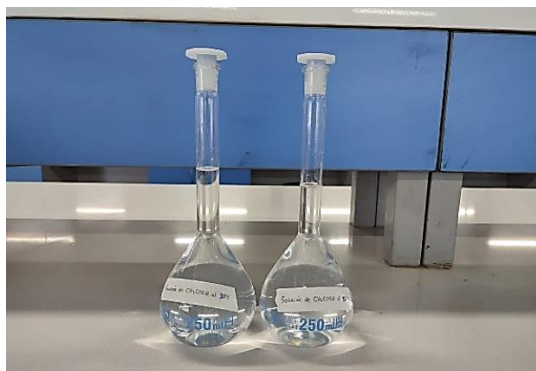
Nota. La figura presenta las soluciones de ácido acético al 10 %.

Solución de ácido acético al 20%

Para preparar la solución al 20% se tomó 50 ml de ácido acético glacial y se aforó en un matraz de 250 ml con agua destilada. Se repite el proceso para tener un total de 500 ml de solución necesaria para el diseño experimental.

Figura 8

Soluciones de ácido acético



Nota. La figura muestra las soluciones de ácido acético al 20 %.

Lixiviación de las copelas

Para la reacción de lixiviación se realiza en vasos de precipitación de 250 ml tapados con papel film.

Procedimiento de la lixiviación para una relación sólido-líquido de 1:5

1. Inicialmente se pesó 20 g de copelas trituradas y tamizadas en un vaso de precipitación de 250 ml empleando una balanza analítica y una espátula metálica.
2. Seguido se colocó el vaso sobre la plancha con agitación magnética.
3. Se introdujo el agitador magnético en el interior del vaso de precipitación.
4. Luego se añadió 100 ml de ácido acético al 10% o 20% según el diseño experimental para cada muestra.

5. Se encendió la agitación a 555 rpm o 1110 rpm según el diseño experimental para cada muestra
6. Se tapó con papel film el vaso de precipitación durante 3 horas que es el tiempo de reacción.
7. Al finalizar se filtró la solución dos veces mediante el uso de papel filtro, matraz Erlenmeyer y embudos de vidrio para obtener una solución pura sin turbidez debido a los residuos de las copelas que no reaccionaron.
8. Finalmente se almacenó la solución filtrada en frascos de plástico de tereftalato de polietileno (PET).

Figura 9

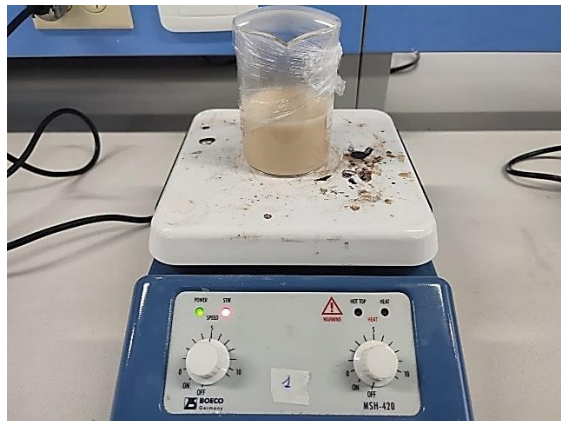
Muestras de copelas pesadas según la relación sólido-líquido



Nota. La figura muestra los 20 gramos utilizados en cada ensayo para la lixiviación.

Figura 10

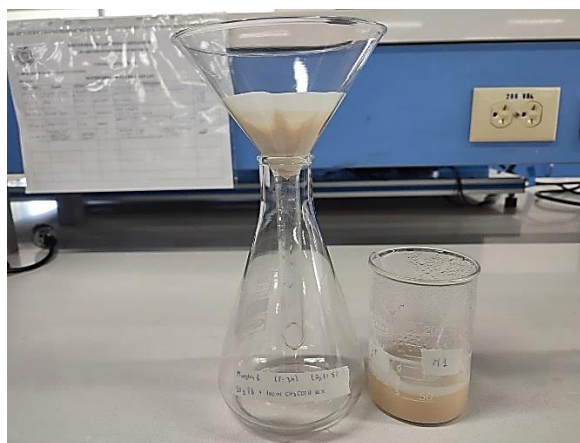
Reacción de la solución lixiviante con las copelas



Nota. La figura muestra el proceso de lixiviación tras poner en contacto la solución de ácido acético con los 20 gramos de copelas.

Figura 11

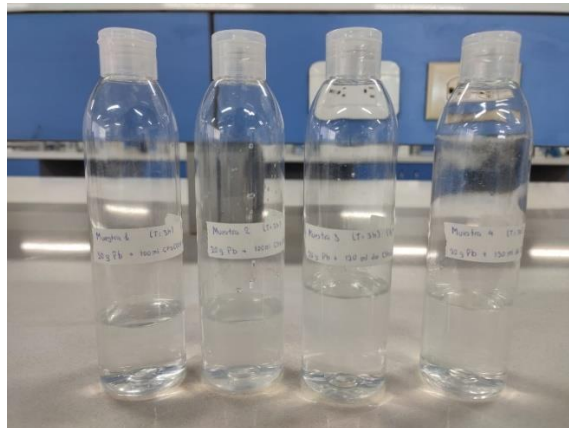
Filtrado de las soluciones lixiviadas (acetato de plomo)



Nota. La figura muestra el proceso de filtrado de las soluciones tras finalizar el proceso de lixiviación.

Figura 12

Almacenamiento de las soluciones filtradas



Nota. La figura ilustra las Muestras 1, 2, 3 y 4 respectivamente

Procedimiento de la lixiviación para una relación sólido-líquido de 1:6

1. Primero se pesó 20 g de la muestra de copelas en un vaso de precipitación de 250 ml con la ayuda de una balanza analítica y una espátula metálica.
2. Seguido se colocó el vaso sobre la plancha con agitación magnética.
3. Luego se introdujo el agitador magnético en el interior del vaso de precipitación.
4. Se añadió 120 ml de la solución de ácido acético al 10% o 20% según el diseño experimental para cada muestra.
5. Se encendió la agitación a 555 rpm o 1110 rpm según el diseño experimental para cada muestra
6. Seguido se tapó con papel film el vaso de precipitación durante el tiempo de reacción (3 horas).
7. Se filtró la solución dos veces mediante el uso de papel filtro, matraz Erlenmeyer y embudos de vidrio para obtener una solución pura sin turbidez debido a los residuos de las copelas que no reaccionaron.

- Finalmente se almacenó la solución filtrada en frascos de plástico de tereftalato de polietileno (PET).

Lectura del plomo por AAS

La lectura de plomo presente en las soluciones lixiviadas se realiza mediante el equipo de absorción atómica. A continuación, se presentan los parámetros usados para realizar la detección de Pb mediante la tabla 9 y 10.

Figura 13

Espectrofotómetro de absorción atómica



Nota. Espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo AAnalyst 300.

Tabla 11*Parámetros para realizar la lectura de plomo mediante AAS*

Parámetro	Condición
Longitud de onda (nm)	217 o 283
Corriente de la lámpara (mA)	10
Energía de la lámpara (mV)	86
Tiempo de lectura (seg)	5 a 10
Repeticiones	3

Nota. La tabla muestra los parámetros usados por el equipo de absorción atómica para la cuantificación de plomo.

Tabla 12*Parámetros de la llama para realizar la lectura de plomo mediante AAS*

Parámetro	Condición
Acetileno (L/min)	1.9
Aire (L/min)	16.9
Altura (mm)	10 a 15

Nota. La tabla muestra los parámetros de la llama del equipo de absorción atómica para la cuantificación de plomo.

Procedimiento para leer plomo por AAS

1. Se preparó las muestras para AAS.
2. Seguido se calibró el equipo.
3. Se eligió la longitud de onda adecuada para Pb (217 nm).
4. Posteriormente se colocó las condiciones de la llama que para este caso específico es una mezcla de acetileno-aire.
5. Luego se realizó la curva de calibración mediante el uso de disoluciones preparadas a partir de un estándar de plomo.
6. Se colocó las muestras lixiviadas en el equipo.
7. Se determinó la concentración de plomo en las muestras.
8. Finalmente se analizó e interpreto los resultados.

Espectroscopía infrarroja transformada de Fourier

A continuación, se muestran los parámetros empleados en el análisis FTIR de las muestras lixiviadas.

Figura 14

Espectrofotómetro IR con transformada de Fourier



Nota. Espectrómetro infrarrojo por transformada de Fourier FTIR PerkinElmer.

Tabla 13*Parámetros del equipo de AAS*

Parámetro	Condición
Longitud de onda inicial (cm^{-1})	4000
Longitud de onda final (cm^{-1})	650
Acumulaciones (barridos)	4

Nota. La tabla muestra los parámetros usados por el equipo FTIR

Procedimiento para FTIR de acetato de plomo

1. Primero se preparó las muestras para la lectura FTIR.
2. Seguido se limpió el cristal ATR con metanol.
3. Se colocó las muestras sobre el cristal ATR.
4. Se calibró el equipo.
5. Se inició la lectura.

Catalizador de plomo soportado en alúmina

(Mancilla, 2021) menciona que los catalizadores son sustancias, compuesto o elementos capaces de acelerar o retardar una reacción química. Además, que se emplea en cantidades subestequiométricas y no se consume durante el proceso.

(Park & Chang, 1992); en su investigación mencionan un método para la preparación de un catalizador de plomo soportado en alúmina empleando el método de humedad insipiente empleando soluciones acuosas de plomo, la mezcla resultante se seca por 12 horas a 120 °C y se activa calcinando por 4 horas a 750 °C. Adicionalmente para preparar un catalizador mixto

sólido se mezcla en un mortero 60% de óxido de plomo junto con 40% de alúmina, se tritura y se calcina por 4 horas a 750 °C para su activación.

Procedimiento para la preparación del catalizador soportado

Para la preparación de un catalizador de plomo soportado en alúmina a partir de la solución de acetato de plomo obtenida tras la lixiviación de las copelas se empleó el método de humedad insipiente.

1. Inicialmente se pesó 5 gramos alúmina (pellets).
2. Posteriormente se secó la alúmina en el horno a 120 °C.
3. Seguido se colocó la alúmina en un vaso de precipitación y se agregó la solución de acetato de plomo gota a gota hasta alcanzar la humedad insipiente de la alúmina.
4. Se agitó constantemente la mezcla de acetato de plomo y alúmina durante 4 horas.
5. Finalizado la agitación se secó el catalizador impregnado en el horno a 120 °C por 12 horas.
6. Seguido se activó el catalizador, al calcinarlo en la mufla a 750 °C por 4 horas para que el precursor se transforme en óxido de plomo.
7. Finalmente se caracterizó el catalizador mediante técnicas de espectroscopía.

Figura 15

Catalizador de plomo soportado en alúmina



Capítulo IV

Resultados y discusión

Caracterización de las copelas

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de la difracción de rayos X de los residuos de copelas:

Tabla 14

Minerales presentes en los residuos de copelas

Mineral	Fórmula	Contenido (%)
Periclasa	MgO	67
Masicotita	PbO	15
Litargirio	PbO	10
Coesita	SiO_2	5
Minio	Pb_3O_4	3

Nota. La tabla muestra los resultados del análisis DRX de los residuos (copelas) del proceso de copelado de regulo de plomo.

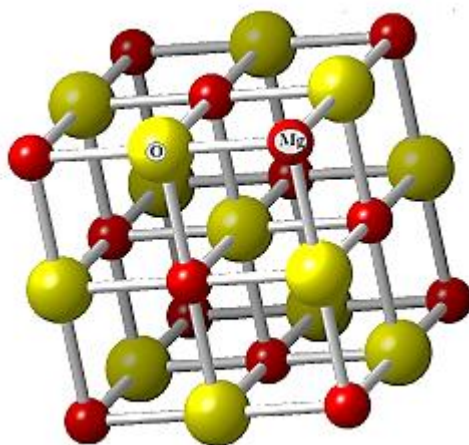
Como se puede observar en la tabla 14 en los residuos de copelas existe la presencia de cinco minerales principales Periclasa, masicotita, litargirio, coesita y minio con un porcentaje de 67%, 15%, 10%, 5% y 3% respectivamente.

Periclasa

La periclasa es un mineral de óxido de magnesio (MgO), posee una forma cubica con una escisión perfecta. Se encuentra presente principalmente en calizas y dolomitas. Deriva principalmente de la dolomita al calentarla y es bastante útil como material refractario en los altos hornos. Tiene una estructura similar al cloruro de sodio ($NaCl$), con iones de magnesio y oxígeno ocupando los lugares del sodio y el cloro como se muestra en la figura 16 (Bowles, 2020).

Figura 16

Estructura de los cristales de periclasa (MgO)



Nota. Tomado de Oxides (p. 3), por Bowles, 2021

El óxido de magnesio (periclasa), es bastante atractivo gracias a sus propiedades térmicas, ópticas y eléctricas que incluyen:

- Bajo peso.
- Buena resistencia química.
- No tóxico.
- Alto punto de fusión.

- Estabilidad a temperaturas altas.
- Emisión alta de electrones secundarios.
- Aislamiento eléctrico con una banda prohibida es decir 7.8 eV.
- Resistente a la corrosión.
- Transparente.
- Propiedades refractarias.

El MgO tiene múltiples aplicaciones en catálisis, tratamiento de desechos tóxicos, biomedicina, industria automotriz, fabricación de aceros, etc. Es usado como retardante de llama en ceras electroquímicas, aditivo en pinturas, superconductores, productos refractarios, adsorbentes, bactericidas, entre otros (Altiner & Yildirim, 2017).

Óxidos de plomo

Los óxidos de plomo tienen aplicaciones bastante conocidas la más común es en baterías de plomo ácidas. El PbO también se utiliza en detectores de imágenes de rayos X, en películas conductoras, en conversión de energía solar y al ser fotosensible se emplea en sensores ópticos (Freitas et al., 2016).

Litargirio

El litargirio es la forma Alpha del óxido de plomo ($\alpha - PbO$), es de color rojo y tiene una forma tetragonal.

Masicotita

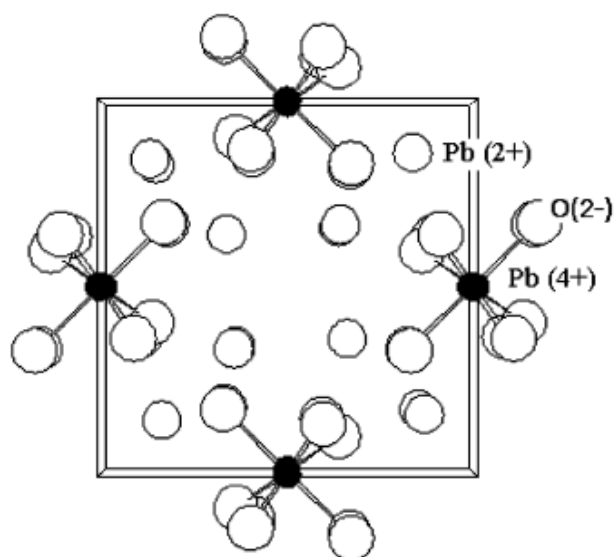
La masicotita es la forma beta del óxido de plomo ($\beta - PbO$), es de color amarillo y tiene forma ortorrómbica.

Minio

El minio es un mineral de óxido de plomo (Pb_3O_4), es de color rojo brillante a menudo confundido con el litargirio. El Pb_3O_4 de valencia mixta ($= 2PbO \cdot PbO_2$) tiene una estructura tetragonal en condiciones normales como se muestra en la figura 17 (Gabuda et al., 2005).

Figura 17

Estructura cristalina del minio (Pb_3O_4)



Nota. Tomado de *XANES Pb LIII spectra of mixed-valence compound: minium, Pb_3O_4* (p. 185), por Gabuda et al., 2005

Coesita

La coesita (SiO_2) es un polimorfo del cuarzo que se forma a una presión entre 3 GPa y 9 GPa a partir de diferentes disposiciones de tetraedros de SiO_4 . La presencia de este mineral en la naturaleza en los suelos indica la existencia de terrenos metamórficos de presión ultra alta (Hunt et al., 2019).

pH de la solución lixiviada

Para el desarrollo de la parte experimental se trabajó con los siguientes parámetros:

Tabla 15

Condiciones de trabajo para la lixiviación

Parámetros	Valor
Tiempo de reacción (h)	3
Temperatura (°C)	18
Presión (atm)	1.006
pH	10.5

Nota. La tabla muestra los parámetros fijos para el proceso de lixiviación de las copelas.

Para el desarrollo experimental no se realizaron correcciones de pH a las soluciones, es decir se trabajó con el pH propio del acetato de plomo 10.5 debido a que Solano Toledo & Cebrera Marin, (2020), mencionan en su investigación que para alcanzar un buen rendimiento en la recuperación de plomo empleando ácido acético como lixivante es recomendable trabajar en un rango de pH de entre 10 y 11, es decir un pH alcalino.

Figura 18

pH de la solución lixiviada



Nota. La figura muestra el pH aproximado de las soluciones lixiviadas medido mediante el uso de tiras de pH.

Resultados de la lectura de absorción atómica de Pb

Para la lixiviación se trabajó con los siguientes parámetros: concentración del ácido acético 10% y 20%, relación sólido-líquido 1:5 y 1:6 y agitación de 555 rpm y 1110 rpm.

Tabla 16

Resultados obtenidos de las lecturas de Pb mediante AAS

Concentración del ácido (%)	Relación sólido-líquido	Agitación (rpm)	Resultados- M1 (g/L)	Resultados- R1 (g/L)	Promedio (g/L)
10	1:5	555	37.9	38.2	38,05
10	1:5	1110	37.8	38.8	38,30
10	1:6	555	31.3	30.9	31,10
10	1:6	1110	31.8	34.1	32,95
20	1:5	555	48.7	46.4	47,55
20	1:5	1110	43.8	46.2	45,00
20	1:6	555	47.8	43.0	45,40
20	1:6	1110	42.1	46.6	44,35

Nota. La tabla muestra los resultados obtenidos tras la cuantificación de plomo mediante espectroscopía de absorción atómica.

En la tabla 16 se presentan los resultados obtenidos después del análisis de absorción atómica realizada a cada muestra lixiviada. Para asegurar la confiabilidad de los datos los análisis se realizaron por duplicado para cada muestra, mostrándose en la última columna el promedio de estos para la elaboración de los análisis posteriores.

Resultados del porcentaje de recuperación de plomo

A continuación, se muestran los porcentajes de recuperación de Pb para cada muestra:

Tabla 17*Porcentaje de recuperación de plomo*

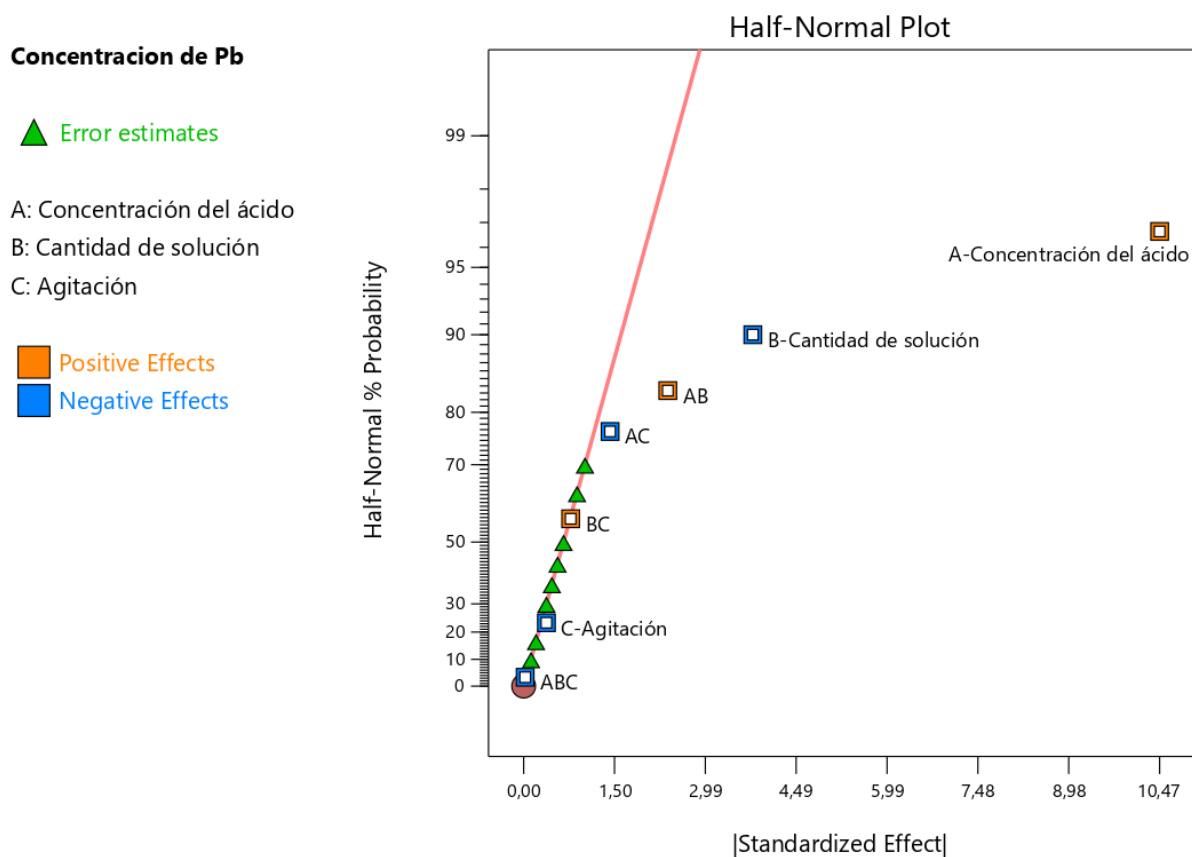
Concentración del ácido (%)	Relación sólido-líquido	Agitación (rpm)	Resultados- M1 (%)	Resultados- R1 (%)	Promedio (%)
10	1:5	555	73.17	73.75	73.46
10	1:5	1110	72.97	74.90	73.94
10	1:6	555	60.42	59.65	60.04
10	1:6	1110	61.39	65.83	63.61
20	1:5	555	94.02	89.58	91.80
20	1:5	1110	84.56	89.19	86.87
20	1:6	555	92.28	83.01	87.64
20	1:6	1110	81.27	89.96	85.62

Nota. La tabla muestra los resultados obtenidos en porcentaje tras la cuantificación de plomo mediante espectroscopía de absorción atómica.

En la tabla 17 se presentan los resultados (% de recuperación) obtenidos en la lixiviación utilizando ácido acético, las condiciones en las que se dio la mayor recuperación de Pb correspondiente a un 91.80 % fueron con una concentración de ácido acético del 20 %, relación sólido-líquido de 1:5 y una agitación de 555 rpm, por el contrario el menor porcentaje de recuperación se dio al trabajar con una concentración de ácido del 10 %, relación sólido-líquido de 1:5 y 555 rpm dando un valor de 73.46 %.

Figura 19

Gráfica de efectos normales para los parámetros de lixiviación

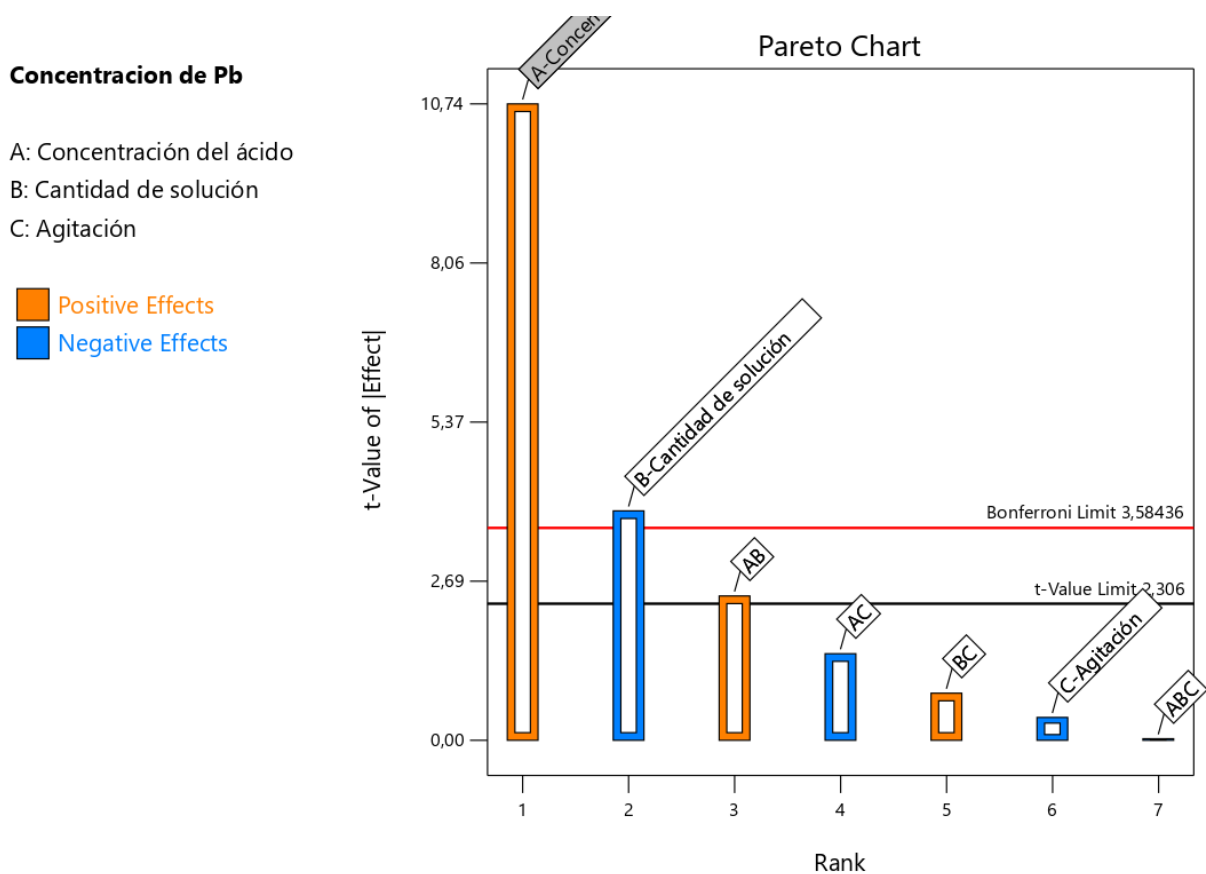


Nota. Representación gráfica de la influencia de los parámetros estudiados en la lixiviación.

En la figura 19, se observa que las variables más influyentes en el proceso de recuperación de plomo son la concentración del ácido y la cantidad de solución o relación sólido-líquido. A continuación, las combinaciones AB Y AC tienen una influencia moderada en el proceso y finalmente las combinaciones BC, ABC y la agitación no muestran una influencia significativa para el proceso.

Figura 20

Diagrama de Pareto para la recuperación de plomo



Nota. Representación gráfica de la influencia de los parámetros estudiados en la lixiviación.

En la figura 20, se observa que los parámetros importantes en el proceso de lixiviación de plomo que son la concentración del ácido acético, cantidad de solución (Relación sólido-líquido), agitación. La variable que más influye en la extracción es la concentración del ácido acético, seguido de la cantidad de la solución lixivante y la combinación AB (Concentración del ácido y relación sólido-líquido), recalcando lo mencionado en la descripción de la figura 19.

Tabla 18*Resultados ANOVA*

Fuente	Suma de cuadrados	df	Cuadrados medios	Valor F	Valor p
Modelo	529.56	7	75.65	19.88	0.0002
A-Concentración del ácido	438.90	1	438.90	115.35	<0.0001
B-Relación sólido-líquido	57.00	1	57.00	14.98	0.0047
C-Agitación	0.5625	1	0.5625	0.1478	0.7106
AB	22.56	1	22.56	5.93	0.0409
AC	8.12	1	8.12	2.13	0.1821
BC	2.40	1	2.40	0.6314	0.4498
ABC	0.0025	1	0.0025	0.0007	0.9802
Error	30.44	8	3.81		
Total	560.00	15			

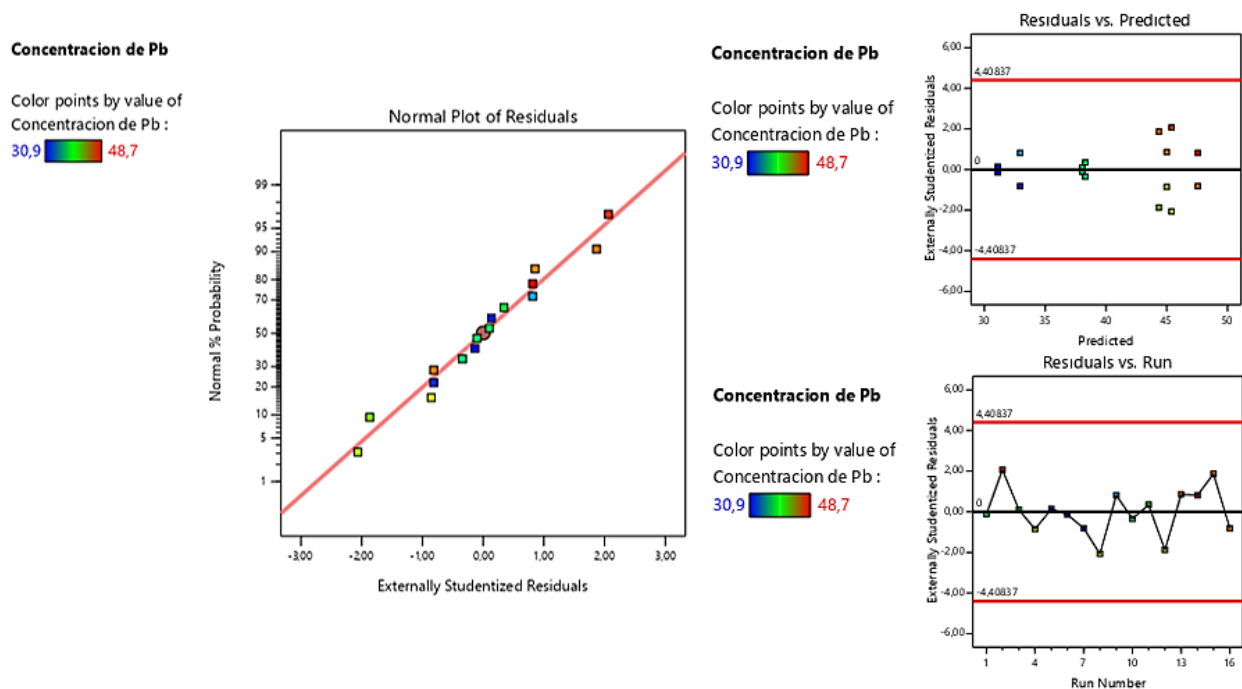
Nota. Descripción del ANOVA en el diseño para la lixiviación de plomo.

En la tabla 18 se observan los resultados del análisis ANOVA donde el valor F del modelo de 18.88 indica que los términos del modelo son significativos, además la posibilidad de que se produzca un valor F demasiado grande debido al ruido es del 0.02 %. Adicionalmente, los valores de P inferiores a 0.05 (nivel de significancia), correspondientes a la concentración del ácido, relación sólido-líquido y la combinación AB son parámetros significativos en el

proceso de recuperación de Pb. Los valores superiores a 0.10 sugieren que los términos del modelo no son significativos en la lixiviación

Figura 21

Gráficas de residuos

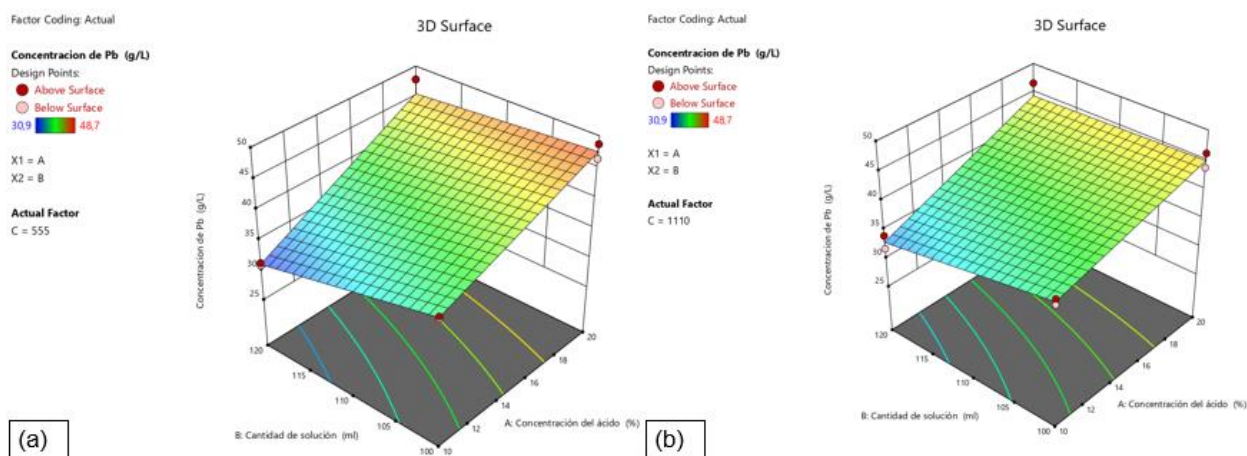


Nota. Representación gráfica de los residuos del diseño para la lixiviación de las copelas.

En la figura 21, se observa mediante la gráfica de probabilidad normal (Normal Plot of Residuals) que se está cumpliendo la suposición de normalidad debido a que los puntos (residuos) se distribuyen alrededor de la recta normal. La gráfica de residuos vs valores ajustados (Residuals vs Predicted) muestra que se cumple el supuesto de varianza constante, gracias a que los puntos se distribuyen de manera homogénea, finalmente en la gráfica de residuos vs orden (Residuals vs Run) se aprecia que los errores no presentan un patrón, es decir están distribuidos de forma aleatoria lo que implica que son independientes.

Figura 22

Gráfica de superficie para la Concentración de Pb con agitación variable.

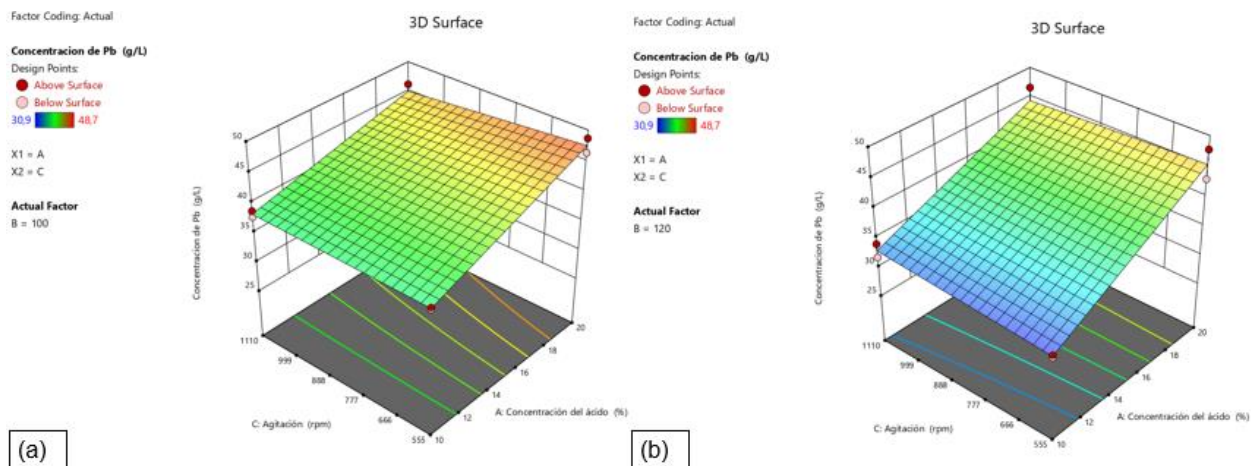


Nota. Representación gráfica de la interacción de la concentración de Pb, relación sólido-líquido, concentración del ácido y agitación variable.

En la figura 22, se observa que al variar la agitación de 555 rpm a 1110 rpm mientras se mantienen los demás parámetros de estudio fijos los resultados de recuperación de plomo sufren cambios insignificantes, por lo tanto, la agitación no es un parámetro significativo en el proceso de lixiviación.

Figura 23

Gráfica de superficie para el plomo con relación sólido-líquido variable

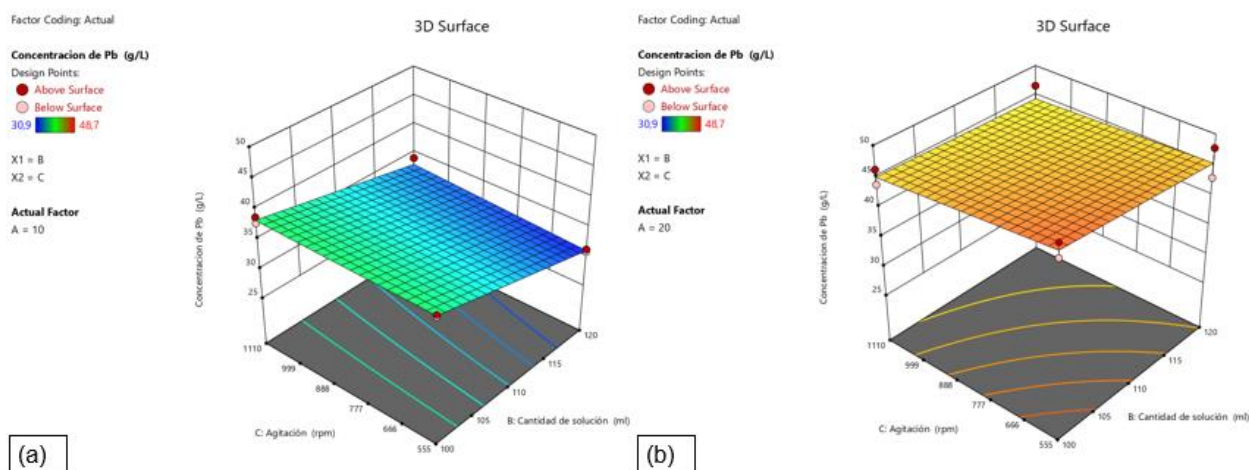


Nota. Representación gráfica de la interacción de la concentración de Pb, concentración del ácido, agitación y relación sólido-líquido variable.

En la figura 23, se observa que al variar la relación sólido-líquido de 1:5 a 1:6 y mantener fijo los demás parámetros se tiene una influencia medianamente significativa en el proceso de lixiviación de plomo.

Figura 24

Gráfica de superficie para el plomo con la concentración del ácido variable



Nota. Representación gráfica de la interacción de la concentración de Pb, agitación, relación sólido-líquido y concentración del ácido variable.

En la figura 24, se observa que al trabajar con diferentes concentraciones de ácido acético de 10 % y 20 % manteniendo fijo la agitación y la relación sólido-líquido, la recuperación de plomo de las copelas se ve significativamente influenciada ya que al aumentar la concentración también aumenta la recuperación de Pb.

Adicionalmente en las figuras 22, 23 y 24 se ilustran en todos los casos analizados superficies planas evidenciando la no existencia de interacciones entre las variables, es decir que no existe una conexión entre estas, cada una es independiente de la otra.

Figura 25

Gráficas de cubos para maximizar la recuperación de plomo

Factor Coding: Actual

Concentración de Pb (g/L)

Concentración de Pb (g/L) = 47,8

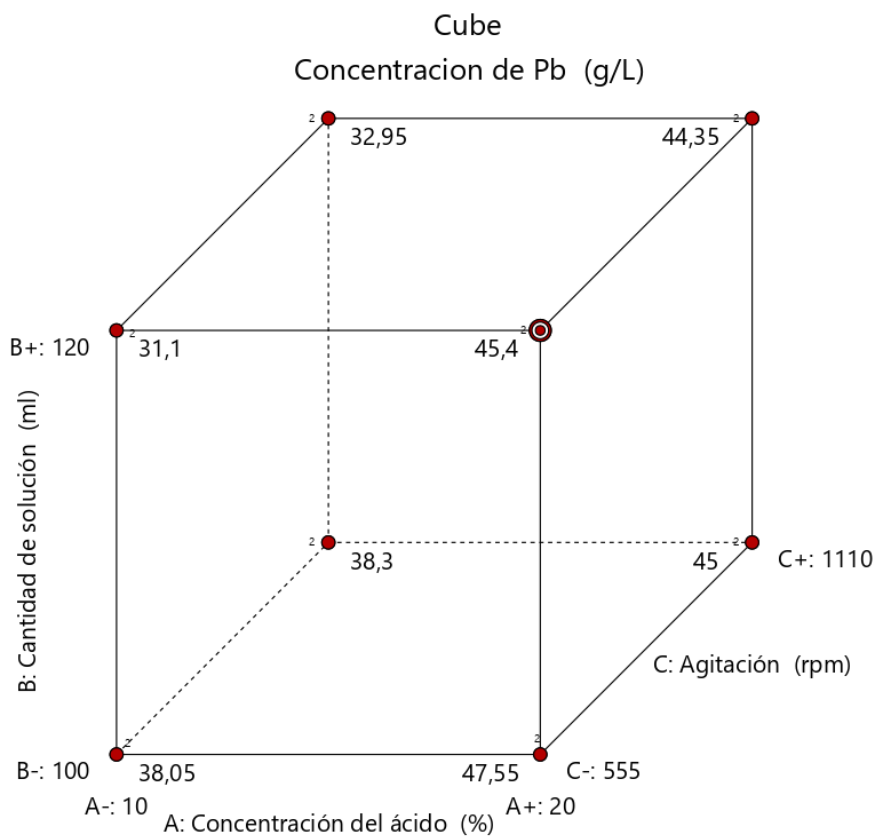
Std # 7 Run # 2

X1 = A = 20

X2 = B = 120

X3 = C = 555

Predicted values shown



Nota. Representación gráfica de la interacción de concentración del ácido, relación sólido-líquido y agitación para maximizar la recuperación de plomo de las copelas.

En la figura 25, se observa que la máxima recuperación de plomo que se alcanza es de 47.8 g/L, que corresponde a la combinación de la concentración del ácido en 20 %, una relación sólido-líquido de 1:6 y una agitación de 555 rpm.

Figura 26

Gráficas de cubos para minimizar la recuperación de plomo

Factor Coding: Actual

Concentración de Pb (g/L)

Concentración de Pb (g/L) = 30,9

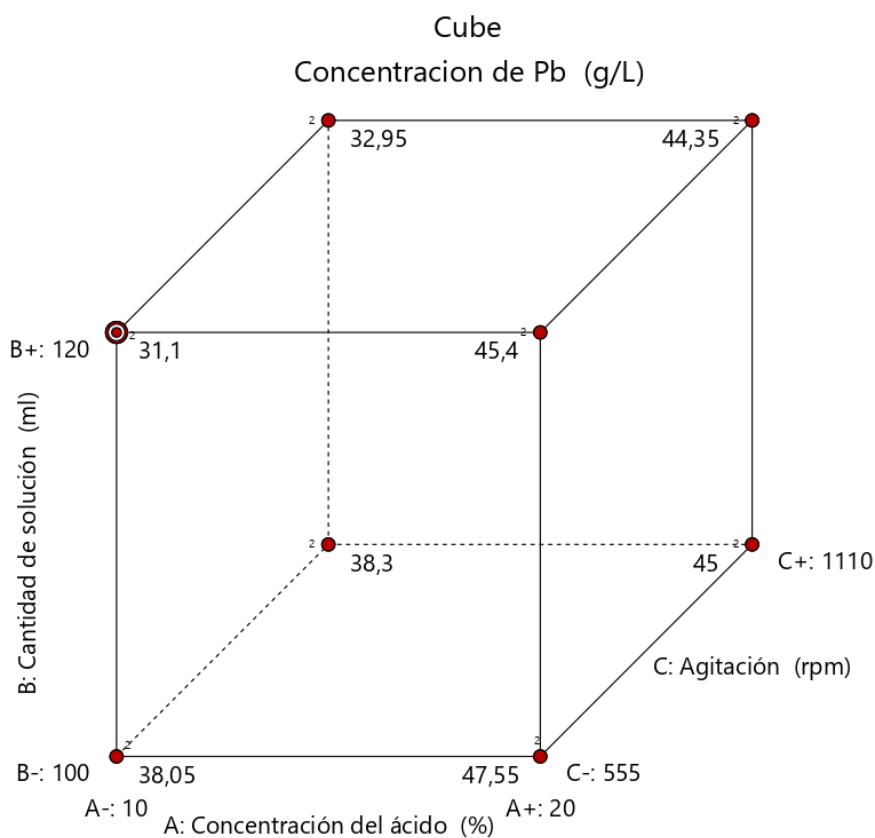
Std # 5 Run # 6

X1 = A = 10

X2 = B = 120

X3 = C = 555

Predicted values shown



Nota. Representación gráfica de la interacción de concentración del ácido, relación sólido-líquido y agitación para minimizar la recuperación de plomo de las copelas.

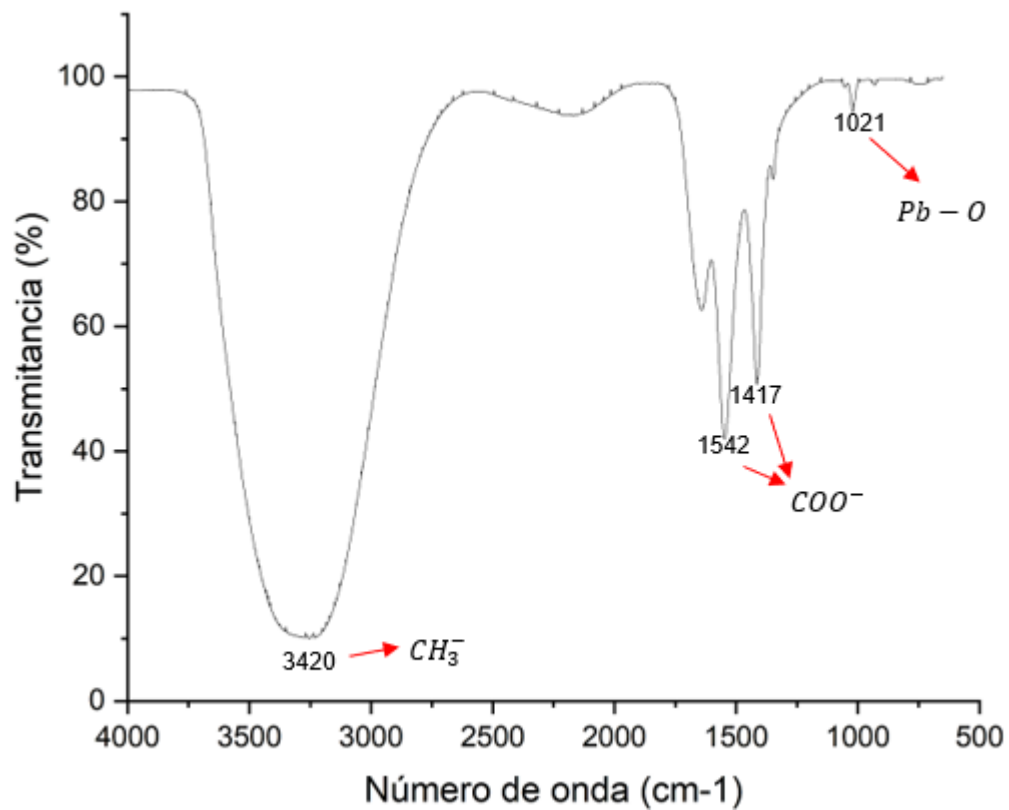
En la figura 26, se muestra que la menor cantidad de Pb recuperado es de 30.9 g/L. Logrado con una concentración de ácido del 10 %, una relación sólido-líquido de 1:6 y una agitación de 555 rpm.

Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier

A continuación, se presenta el espectro obtenido después de analizar las muestras lixiviadas mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier.

Figura 27

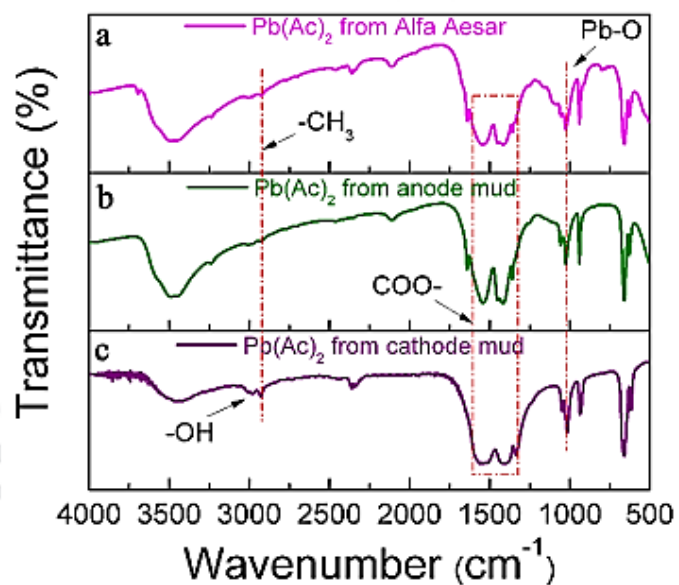
Espectroscopía FTIR de acetato de plomo



Nota. Identificación de grupos funcionales según FTIR para acetato de plomo extraído de las copelas.

Figura 28

Espectros FTIR del acetato de plomo



Nota. a) Acetato de plomo comercial de Alfa Aesar; b) Acetato de plomo sintetizado a partir de lodo anódico y c) Acetato de plomo sintetizado a partir de lodo catódico. Recuperado de *Lead acetate produced from lead-acid battery for efficient perovskite solar cells* (p. 9), por (Li et al., 2020)

Se empleó espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier para investigar los enlaces químicos del acetato de plomo ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$). En la figura 27, se observa el espectro FTIR obtenido para el acetato de plomo, mientras que en la figura 28, se muestran los espectros obtenidos por Li et al., (2020).

Tabla 19

Picos característicos bibliográficos y medidos para FTIR de acetato de plomo

Grupo funcional	Longitud de onda bibliográfica (cm^{-1})	Longitud de onda medida (cm^{-1})
$-CH_3$	2975 - 2950	2927
$COO -$	1420 - 1210	1417
	1650 - 1540	1542
$Pb - O$	1022	1021

Nota. Tomado de *Ir and Raman Spectroscopy Principles and Spectral Interpretation* (p. 58 - 127) por (Peter J. Lanrkin, 2013)

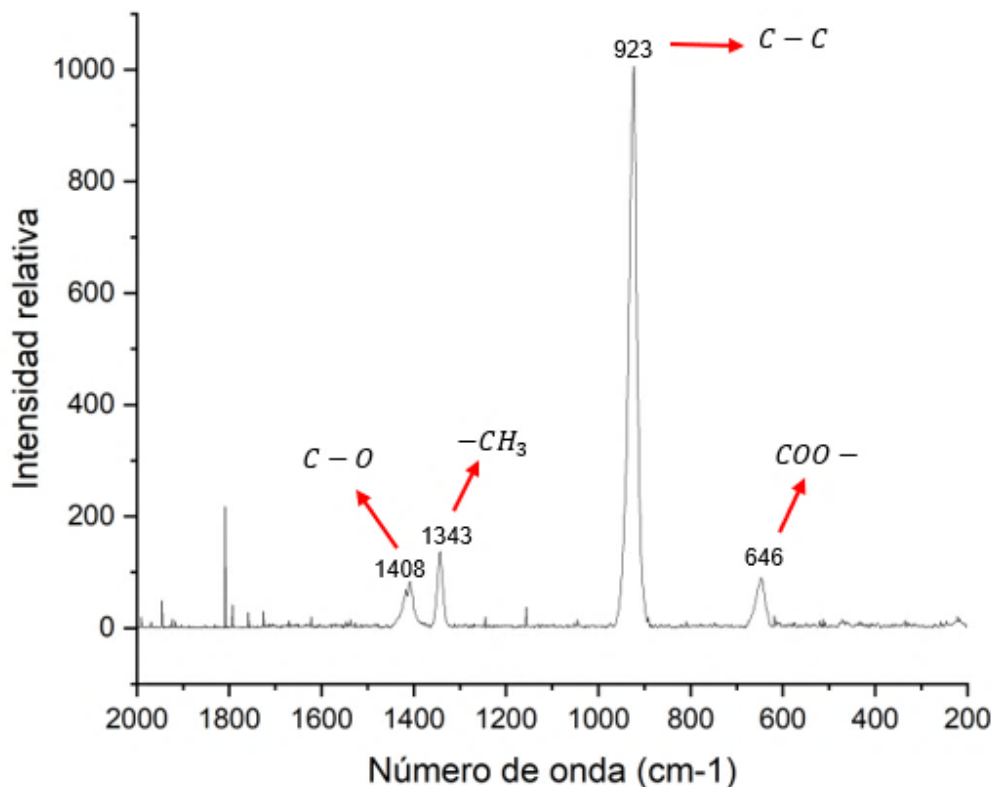
Según lo reportado por Li et al., (2020) en su investigación los fuertes picos de absorción presentes a 1542 cm^{-1} y 1365 cm^{-1} corresponden a la absorción característica del ion carboxilato ($COO -$). El pico a 2927 cm^{-1} representa la absorción del ion metilo $-CH_3$ y a 1022 cm^{-1} el pico de vibración del óxido de plomo $Pb - O$, por lo tanto, se concluye que la medición FTIR confirmó la obtención exitosa de acetato de plomo después de lixiviar las copelas residuales empleando ácido acético como agente lixivante.

Espectroscopía Raman del acetato de plomo

A continuación, se muestra el espectro obtenido tras analizar la mejor muestra lixiviada mediante espectroscopía Raman.

Figura 29

Espectro Raman de acetato de plomo



Nota. Identificación de grupos funcionales según espectroscopía Raman para acetato de plomo extraído de las copelas.

En el espectro Raman de la figura 29 se puede observar varios picos característicos: a 646 cm^{-1} corresponde al ion carbonato ($O - C - O$), a 923 cm^{-1} se atribuye a la región de estiramiento del enlace carbono-carbono ($C - C$), a 1343 cm^{-1} representa al ion metilo ($-CH_3$) y en 1408 se presenta el enlace carbono-oxígeno ($C - O$), adicionalmente en la investigación realizada por Ali et al., (2023) se menciona que los picos característicos del acetato de plomo en el espectro Raman aparecen a 370 , 642 , 923 , 1345 y 1429 cm^{-1} , coincidiendo con los resultados obtenidos, por lo tanto se corrobora la existencia de acetato de plomo en las soluciones lixiviadas.

Tabla 20*Picos característicos para espectroscopía Raman de acetato de plomo*

Grupo funcional	Longitud de onda bibliográfica (cm^{-1})	Longitud de onda medida (cm^{-1})
$O - C - O$	652 – 667	646
$C - C$	930 – 910	923
$-CH_3$	1346 – 1350	1343
$C - O$	1414 – 1407	1408

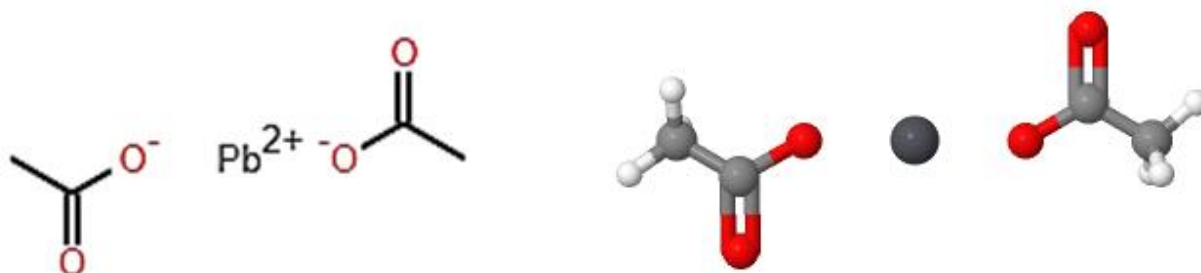
Nota. Tomado de *Assessing indoor lead corrosion using raman spectroscopy during electrochemical reduction* (p. 103) por (Bernard et al., 2009)

Acetato de plomo como catalizador

El acetato de plomo es un sólido cristalino de color blanco, soluble en agua. En presencia de agua forma acetato de plomo trihidratado ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$), que puede ser utilizado como catalizador en reacciones orgánicas.

Otras aplicaciones del trihidrato de acetato de plomo son como:

- Recubrimiento de plomo para metales.
- Secador de pinturas.
- Mordiente en la impresión.
- Insecticida y en el proceso de cianuración de oro.

Figura 30*Estructura del acetato de plomo*

Nota. La figura muestra la estructura química del acetato de plomo.

Aplicaciones del acetato de plomo como catalizador

En la investigación realizada por (Morales Laurente, 2016), se menciona que la adición de acetato de plomo en el proceso de lixiviación puede mejorar la velocidad de extracción de oro y plata. Debido a que la adición de acetato de plomo junto con peróxido de hidrógeno ayuda a mejorar la oxigenación del proceso y por lo tanto aumenta la velocidad de la reacción.

Adicionalmente Pei et al., (2011), estudiaron la síntesis de dicarbomato de metilendifenilo (MDC) mediante metoxicarbonilación de metilendianilina (MDA) con carbomato de dimetilo (DMC) en presencia de catalizadores de acetato de plomo trihidratado y acetato de plomo (II), mostrando una actividad catalítica alta en ambos casos.

La actividad catalítica del acetato de plomo trihidratado y del acetato de plomo (II), fue probada en las siguientes condiciones de reacción: 0.6 moles de carbomato de dimetilo, 0.03 moles de metilendianilina y 0.8 moles de catalizador para cada caso, la reacción se efectuó por 2 horas a 445 Kelvin. Los resultados finales mostraron una excelente actividad catalítica en la obtención de MDC. El rendimiento de MDC para el trihidrato de acetato de plomo fue del 95.95 % y para el acetato de plomo (II) de 94.51 % (Pei et al., 2011).

Características del acetato de plomo

A continuación, se presentan las propiedades del acetato de plomo.

Tabla 21

Características del acetato de plomo

Características	Valor
Densidad (20 °C) (g/cm^3)	2.5
Masa (g/mol)	379.34
pH	5.5 – 6.5
Solubilidad en agua (20 °C) (g/L)	443

Nota. Tomado de *Preparación de extractos vegetales: determinación de eficiencia de metódica* (p. 37) por (Carrión & García, 2010)

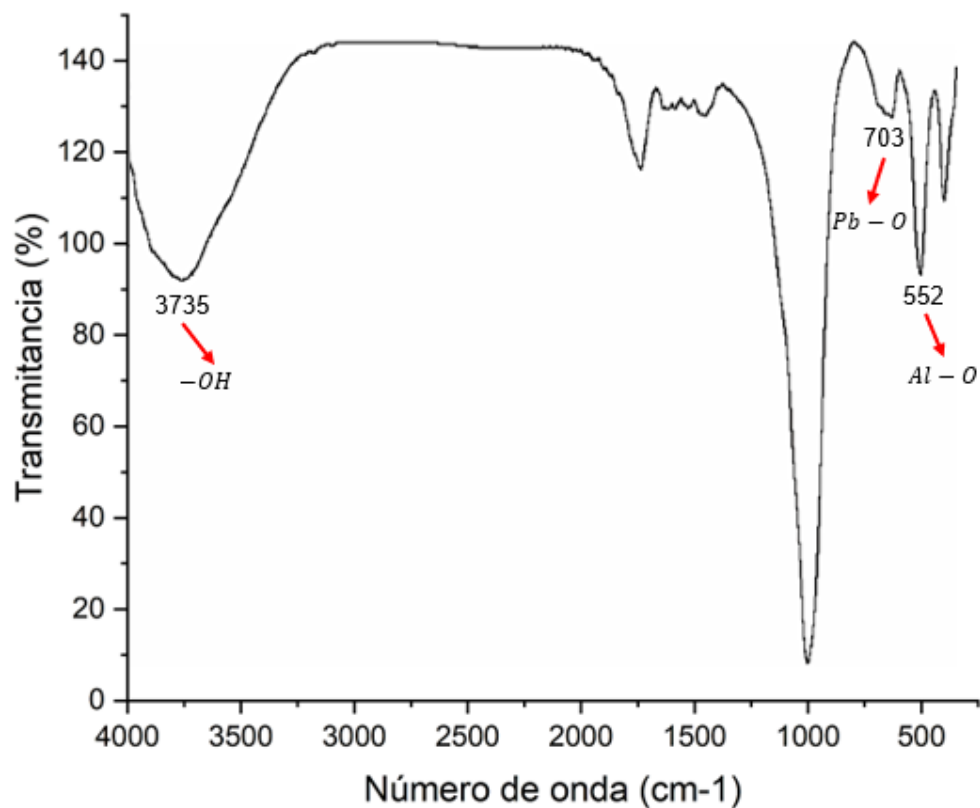
Caracterización del catalizador de plomo soportado en alúmina

(Senvaitiene et al., 2007); menciona en su investigación que sustancias definidas pueden identificarse mediante su espectro FTIR, también conocido como huellas dactilares.

Por lo tanto a continuación se muestra el espectro obtenido al analizar el catalizador de plomo soportado en alúmina.

Figura 31

Espectro FTIR del catalizador de plomo



La figura 31, muestra el espectro FTIR del catalizador de plomo soportado en alúmina, donde se observa varios picos característicos a 552 cm^{-1} que corresponden a las vibraciones metal-oxígeno, posiblemente de la interacción aluminio-oxígeno, al igual que el pico a 703 cm^{-1} atribuido a la interacción plomo-oxígeno, bandas anchas entre 3700 y 3000 cm^{-1} correspondiente al agua adsorbida y un pico a 3735 cm^{-1} , que están asociadas al estiramiento del OH de una especie de tipo $Al(OH)_3$.

Tabla 22*Picos para la espectroscopia FTIR del catalizador de plomo soportado*

Grupo funcional	Longitud de onda bibliográfica (cm^{-1})	Longitud de onda medida (cm^{-1})
<i>Al – O</i>	500	552
<i>Pb – O</i>	800 – 555	703
	3656	
$\alpha - Al(OH)_3$	3546 – 3550	3735
	3465 – 3477	
	3624 – 3620	
$\gamma - Al(OH)_3$	3527	3735
	3460	

Nota. Tomado de *XRD and FTIR Characterisation of Lead Oxide-Based Pigments and Glazes* (p. 190) por (Senvaitiene et al., 2007), y de *An FTIR spectral investigation of the structural species found on alumina surfaces* (p. 242) por (Lee & Condrate, 1995)

La tabla 22, muestra los picos característicos medidos y bibliográficos de un catalizador de plomo soportado en alúmina, donde se presentan picos bibliográficos a 500 cm^{-1} correspondiente a la interacción aluminio-oxígeno, picos en el rango de 800 a 550 cm^{-1} que corresponden a las vibraciones de metal-oxígeno, posiblemente de la interacción plomo-oxígeno, bandas anchas entre 3700 y 3000 cm^{-1} correspondiente al agua adsorbida (Senvaitiene et al., 2007). Las bandas infrarrojas a 3656, 3546-3550, y 3465-3477 cm^{-1} , están

asociadas al estiramiento del OH de una especie de tipo $\alpha - Al(OH)_3$ y los picos en 3624-3620, 3527 y 3460 cm^{-1} , están asociados con la presencia de $\gamma - Al(OH)_3$ (Lee & Condrate, 1995).

Capítulo V

Conclusiones y Recomendaciones

Conclusiones

Se utilizó el residuo proveniente del proceso de copelado de regulo de plomo como materia prima para la obtención de acetato de plomo como un componente activo, que sirve como punto de partida para la fabricación de catalizadores soportados. El acetato de plomo como solución acuosa se utiliza como catalizador para la lixiviación de oro y plata, sin embargo, al soportarse en alúmina mediante el método de humedad insipiente da como resultado un excelente catalizador para el acoplamiento selectivo de metano. Por lo tanto, el acetato de plomo es un compuesto clave de una nueva fase de investigación relacionada con el desarrollo de catalizadores.

Se revisó bibliografía relacionada con el uso manejo y aplicaciones de los residuos provenientes del proceso de copelado de plomo, técnica empleada para obtener metales de alta demanda como oro y plata. Los residuos generados durante el proceso denominados copelas son usados como rellenos de túneles o procesados liberando el plomo al medio ambiente, sin embargo, poseen un gran potencial al momento de fabricar catalizadores, debido a su abundancia, costos reducidos y a su composición gracias a que están formados en su gran mayoría de compuestos metálicos de interés catalítico como hierro, cobre, níquel y cobalto que ofrecen una gran fuente de materia prima aprovechable de bajo costo.

Las copelas residuales se caracterizaron mediante difracción de rayos X, donde se identificó la presencia de minerales como la periclase: mineral de óxido de magnesio (MgO) que posee una forma cúbica con una escisión perfecta, masicotita: mineral de color amarillo, es la forma Beta del óxido de plomo (β -PbO), posee una estructura ortorrómbica, litargirio: mineral de color rojo, es la forma Alpha del óxido de plomo (PbO), posee forma tetragonal, coesita

polimorfo de cuarzo (SiO_2) y minio: mineral de tetraóxido de plomo (Pb_3O_4), de color rojo brillante con una estructura tetragonal.

Los residuos plúmbicos pueden ser sometidos a procesos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos para su recuperación, por lo tanto, se desarrolló experimentalmente un proceso fisicoquímico de lixiviación ácida para la recuperación del plomo contenido en las copelas. Se creó un diseño experimental en el que se consideró tres variables con sus respectivos parámetros máximos y mínimos: concentración de ácido acético de 10% y 20%, relación sólido-líquido de 1:5 y 1:6 y agitación de 555 rpm y 1110 rpm. Las muestras lixiviadas se caracterizaron con espectroscopía de absorción atómica (AAS) para cuantificar el porcentaje de recuperación de plomo en forma de acetato, se recuperó el 91.80% empleando una solución de ácido acético al 20 %, con una relación sólido-líquido de 1:5 y una agitación de 555 rpm.

Se caracterizó la mejor muestra lixiviada mediante espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier, en el espectro se evidencian los picos característicos de la vibración del óxido de plomo a 1022 cm^{-1} la absorción del ion carboxilato a 1542 cm^{-1} y 1365 cm^{-1} y a 2927 cm^{-1} el pico del ion metilo. Adicionalmente se realizó espectroscopía Raman, los resultados mostraron picos a 646 cm^{-1} que corresponde al ion carbonato, a 923 cm^{-1} atribuido al enlace carbono-carbono, a 1343 cm^{-1} que representa al ion metilo y en 1408 cm^{-1} se presenta el enlace carbono-oxígeno, por lo tanto, se confirmó la formación exitosa de acetato de plomo tras el proceso de lixiviación.

El acetato de plomo obtenido al lixiviar las copelas se soportó en alúmina mediante el método de humedad insipiente, se secó a $120\text{ }^\circ\text{C}$ en la estufa por 12 horas y se calcinó en la mufla a $750\text{ }^\circ\text{C}$ por 4 horas obteniendo como resultado un catalizador de plomo soportado en alúmina el cual se caracterizó mediante FTIR obtenido picos característicos a 552 cm^{-1} , 703 cm^{-1} , bandas anchas entre 3700 y 3000 cm^{-1} y a 3735 cm^{-1} , atribuidos a la presencia de

aluminio-oxígeno, plomo-oxígeno, agua y OH , confirmado la obtención exitosa de un catalizador de plomo soportado en alúmina.

Recomendaciones

- Usar el equipo de protección personal adecuado: mascarilla con filtros, gafas, guantes de nitrilo y mandil para evitar la contaminación y/o intoxicación provocada por los metales pesados contenidos en las copelas especialmente plomo.
- Para obtener un mayor porcentaje de recuperación de plomo se recomienda estudiar la influencia de parámetros como la temperatura de reacción, la presión y el pH.
- Continuar con la investigación y optimizar el proceso de lixiviación.
- Recuperar los demás metales contenidos en las copelas.

Bibliografía

- Ali, F. M., Elhadidi, N. M. N., Moussa, A. M., & Abdel-Malik, W. B. (2023). *Experimental study to assess alternative supports for extensively deteriorated wooden icons*. *Shedet*, 10(10), 261–278. <https://doi.org/10.21608/shedet.2023.291533>
- Altiner, M., & Yildirim, M. (2017). Preparation of periclase (MgO) nanoparticles from dolomite by pyrohydrolysis–calcination processes. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, 12(6), 842–857. <https://doi.org/10.1002/apj.2123>
- Bernard, M.-C., Costa, V., & Joiret, S. (2009). *Assessing indoor lead corrosion using raman spectroscopy*. 101–106. www.Morana-rtd.com
- Bowles, J. F. W. (2020). Oxides. En *Encyclopedia of Geology: Volume 1-6, Second Edition* (Vol. 1, pp. 428–441). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102908-4.00185-5>
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. En *Critical Reviews in Analytical Chemistry* (Vol. 45, Número 4, pp. 289–299). <https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>
- Carrión, A., & García, C. (2010). “Preparación De Extractos Vegetales: Determinación De Eficiencia De Metódica. *UNIVERSIDAD DE CUENCA*, *Tesis previa a la obtención del título de Bioquímica y Farmecéutica*, 27–31. <http://dspace.ucuenca.edu.ec/bitstream/123456789/2483/1/tq1005.pdf>
- Cerceau, C. I., Carvalho, C. de F., Rabelo, A. C. S., dos Santos, C. G., Gonçalves, S. M. D., & Varejão, E. V. V. (2016). Recovering lead from cupel waste generated in gold analysis by Pb-Fire assay. *Journal of Environmental Management*, 183, 771–776. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.08.052>

Delgado Jaimes, J. T. (2017). Análisis ambiental y energético del Proceso de copelación en la Industria joyera de Bucaramanga utilizando el Software SIMAPRO para el análisis de ciclo de vida (ACV) [Tesis, Universidad Autónoma de Bucaramagua]. En *Repositorio de la Universidad Autónoma de Bucaramanga*.

https://repository.unab.edu.co/bitstream/handle/20.500.12749/1467/2017_Tesis_Delgado_Jaimes_Jessica_atiana.pdf?sequence=1

Emsley, J. (2011). *Nature's Building Blocks* (Oxford University Press, Ed.; Primera). Oxford.

Erazo, T. (2017). *Citotoxicidad inducida in vitro por concentraciones equivalentes a niveles de exposición ocupacional por acetato de plomo en células mononucleares de sangre periférica humana* [Tesis para optar el título profesional de licenciada tecnólogo médico]. Universidad Alas Peruanas.

Faraji, F., Alizadeh, A., Rashchi, F., & Mostoufi, N. (2022). Kinetics of leaching: A review. En *Reviews in Chemical Engineering* (Vol. 38, Número 2, pp. 113–148).

<https://doi.org/10.1515/revce-2019-0073>

Freitas, R. P., Ribeiro, I. M., Calza, C., Oliveira, A. L., Felix, V. S., Ferreira, D. S., Pimenta, A. R., Pereira, R. V., Pereira, M. O., & Lopes, R. T. (2016). Analysis of a Brazilian baroque sculpture using Raman spectroscopy and FT-IR. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 154, 67–71. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2015.10.013>

Gabuda, S. P., Kozlova, S. G., Panov, V. V., Erenburg, S. B., & Bausk, N. V. (2005). XANES Pb LIII spectra of mixed-valence compound: Minium, Pb 3O4. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 543(1), 184–187. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.168>

- Gallegos, W., Vega, M., & Noriega, P. (2012). Espectroscopía de absorción atómica con llama y su aplicación para la determinación de plomo y control de productos cosméticos. *La Granja*, 15(1), 19. <https://doi.org/10.17163/lgr.n15.2012.02>
- García, M. (2016). *Lixiviación de concentrado de plomo tostado en medio de ácido orgánico* [Tesis]. Universidad Autónoma de México.
- Gené Badia, J. (2009). Libro de la Salud del Hospital Clínico de Barcelona y la Fundación BBVA. *Gaceta Sanitaria*, 23(5), 486. <https://doi.org/10.1016/j.gaceta.2009.07.001>
- Guerrero-Pérez, M. O., & Patience, G. S. (2020). Experimental methods in chemical engineering: Fourier transform infrared spectroscopy—FTIR. En *Canadian Journal of Chemical Engineering* (Vol. 98, Número 1, pp. 25–33). <https://doi.org/10.1002/cjce.23664>
- Gunarathne, V., Rajapaksha, A. U., Vithanage, M., Alessi, D. S., Selvasembian, R., Naushad, Mu., You, S., Oleszczuk, P., & Ok, Y. S. (2022). Hydrometallurgical processes for heavy metals recovery from industrial sludges. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 52(6), 1022–1062. <https://doi.org/10.1080/10643389.2020.1847949>
- Herrera, L. (2016). Aprovechamiento de los finos obtenidos en un sistema de cribado de maíz desgerminado para utilizarlos en un proceso de extrusión de cereales [Trabajo de graduación previo a la obtención del título de ingeniero químico, Universidad de San Carlos de Guatemala]. En *Universidad de San Carlos de Guatemala* (Vol. 4). <http://emecanica.ingenieria.usac.edu.gt/sitio/wp-content/subidas/6ARTÍCULO-III-INDESA-SIE.pdf>
- Hunt, S. A., Whitaker, M. L., Bailey, E., Mariani, E., Stan, C. V., & Dobson, D. P. (2019). An Experimental Investigation of the Relative Strength of the Silica Polymorphs Quartz,

Coesite, and Stishovite. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 20(4), 1975–1989.

<https://doi.org/10.1029/2018GC007842>

Izquierdo de Montes, R. (1997). Sobre la copelación de la plata en el mundo tartésico. *SPAL*.

Revista de Prehistoria y Arqueología de la Universidad de Sevilla, 6, 87–101.

<https://doi.org/10.12795/spal.1997.i6.06>

Janeth, E., & Medina, L. (2014). *Recuperación de plomo, a partir de copelas empleadas en el proceso de análisis de oro por el método fire assay, en la empresa century mining Perú s.a.c y escalamiento del proceso “Aminoácidos Y Proteínas”* [Tesis, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa].

<http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/4176/IAcosacm022.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Kallel, M., Zouch, F., Antar, Z., Bahri, A., & Elleuch, K. (2017). Hammer premature wear in mineral crushing process. *Tribology International*, 115, 493–505.

<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2017.06.025>

Karlfeldt Fedje, K., Ekberg, C., Skarnemark, G., & Steenari, B. M. (2010). Removal of hazardous metals from MSW fly ash-An evaluation of ash leaching methods. *Journal of Hazardous Materials*, 173(1–3), 310–317. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.08.094>

Kumar, A., Kumar, A., Cabral-Pinto, M. M. S., Chaturvedi, A. K., Shabnam, A. A., Subrahmanyam, G., Mondal, R., Gupta, D. K., Malyan, S. K., Kumar, S. S., Khan, S. A., & Yadav, K. K. (2020). Lead toxicity: Health hazards, influence on food Chain, and sustainable remediation approaches. En *International Journal of Environmental Research and Public Health* (Vol. 17, Número 7, p. 2179). <https://doi.org/10.3390/ijerph17072179>

- Lee, D. H., & Condrate, R. A. (1995). An FTIR spectral investigation of the structural species found on alumina surfaces. *Materials Letters*, 23(4–6), 241–246.
[https://doi.org/10.1016/0167-577X\(95\)00039-9](https://doi.org/10.1016/0167-577X(95)00039-9)
- Leyva Bazan, G. dick, & Navarro Tantaquispe, L. H. (2017). *Influencia del tiempo y la granulometría en la recuperación de plomo mediante lixiviación por agitación usando ácido cítrico, en copelas usadas* [Tesis, Universidad Nacional de Trujillo].
<http://dspace.unitru.edu.pe/handle/UNITRU/8968>
- L'Héritier, M., Baron, S., Cassayre, L., & Téreygeol, F. (2015). Bismuth behaviour during ancient processes of silver-lead production. *Journal of Archaeological Science*, 57, 56–68.
<https://doi.org/10.1016/j.jas.2015.02.002>
- Li, C., Zhu, Z., Wang, Y., Guo, Q., Wang, C., Zhong, P., Tan, Z., & Yang, R. (2020). Lead acetate produced from lead-acid battery for efficient perovskite solar cells. *Nano Energy*, 69, 104380. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2019.104380>
- Linares Quesada, L. E. (2017). *Elaboración de un procedimiento para reducir la concentración de plomo en los desechos producidos por la prueba de ensayo al fuego, para el análisis de oro y plata* [Trabajo de grado para obtener el título de ingeniero químico, Universidad de San Carlos de Guatemala]. En *Emecanica.Ingenieria.Usac.Edu.Gt*.
<http://emecanica.ingenieria.usac.edu.gt/sitio/wp-content/subidas/6ARTÍCULO-III-INDESA-SIE.pdf>
- Liu, H., Zhang, Y., Luan, Y., Yu, H., & Li, D. (2020). Research progress in preparation and purification of rare earth metals. En *Metals* (Vol. 10, Número 10, pp. 1–13).
<https://doi.org/10.3390/met10101376>

- Lopez, S. (2022). *Apoyo en implementación de un sistema de gestión de calidad para el laboratorio químico de la empresa Gran Colombia Gold* [Tesis]. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia.
- Maksymiuk, K., Stroka, J., & Galus, Z. (2009). Chemistry, Electrochemistry, and Electrochemical Applications | Lead. En *Encyclopedia of Electrochemical Power Sources* (pp. 762–771). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-044452745-5.00898-4>
- Makuza, B., Tian, Q., Guo, X., Chattopadhyay, K., & Yu, D. (2021). Pyrometallurgical options for recycling spent lithium-ion batteries: A comprehensive review. En *Journal of Power Sources* (Vol. 491, p. 229622). <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.229622>
- Mancilla, W. (2021). *Recent studies on controlling nanoscale structure of catalysts are described. Researchers at the University of Leuven and Utrecht University have created a way to place platinum nanoparticles in so-called hydrocracking catalysts to improve them. The catalysts consist of acidic microporous zeolite and a new metal mixed with a binder such as alumina. These can convert long-chain petroleum hydrocarbons to shorter ones. Scientists at Tianjin University have developed a way to generate hollow ti* [Componente práctico del Examen de Grado de carácter Complexivo, presentado al H. Consejo Directivo de la Facultad, como requisito previo para obtener el título de ingeniero agropecuario]. Universidad técnica de babahoyo .
- Morales Laurente, E. L. (2016). Extracción de plata y oro del relave sulfurado de la Minera Santa Fe por lixiviación con adición de peróxido de hidrógeno y acetato de plomo. *Universidad Nacional Mayor de San Marcos*, 117.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>

- Park, S. E., & Chang, J. S. (1992). Oxidative coupling of methane over a γ -alumina-supported lead oxide catalyst. *Applied Catalysis A, General*, 85(2), 117–128.
[https://doi.org/10.1016/0926-860X\(92\)80145-3](https://doi.org/10.1016/0926-860X(92)80145-3)
- Pei, Y., Li, H., Liu, H., & Zhang, Y. (2011). Kinetic study of methoxycarbonylation of methylene dianiline with dimethyl carbonate using lead acetate catalyst. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 50(4), 1955–1961. <https://doi.org/10.1021/ie1017095>
- Peter J. Lanrkin. (2013). IR and Raman Spectroscopy Principles and Spectral Interpretation. En *Journal of Chemical Information and Modeling* (Primera, Vol. 53, Número 9). Elsevier.
- Pohl, A. (2020). Removal of Heavy Metal Ions from Water and Wastewaters by Sulfur-Containing Precipitation Agents. En *Water, Air, and Soil Pollution* (Vol. 231, Número 10, p. 503). <https://doi.org/10.1007/s11270-020-04863-w>
- Polyakov, E. G., & Sibilev, A. S. (2015). Recycling Rare-Earth-Metal Wastes by Pyrometallurgical Methods. *Metallurgist*, 59(5–6), 368–373. <https://doi.org/10.1007/s11015-015-0111-8>
- Preciado Correal, G. M., & Olaya Acosta, H. A. (2020). Intoxicación accidental por ácido acético glacial en niños. *Revista Repertorio de Medicina y Cirugía*, 1–3.
<https://doi.org/10.31260/repertmedcir.01217372.222>
- RIVERA BLAS, I. R., & YBAÑEZ ORDONIO CRISTINA JANET. (2016). *Influencia de la concentración del ácido cítrico y ph en la lixiviación de copelas usadas, la densidad de corriente y distancia de electrodos en la electrodeposición del plomo* [Tesis, Universidad Nacional de Trujillo]. <http://dspace.unitru.edu.pe/handle/UNITRU/9005>
- Rojas Reyes, N. R., Echeverry Vargas, L., & Sierra Pérez, S. (2018). Termo-cinética de la lixiviación de plomo a partir de baterías recicladas. *ingeniería y desarrollo*, 36(1), 155–171.

https://www.researchgate.net/publication/321194742_Termo-cinetica_de_la_lixiviacion_de_plomo_a_partir_de_baterias_recicladas_Thermokinetics_of_lead_leaching_from_recycled_batteries

Rubio, C., Gutiérrez, A. J., Martín-Izquierdo, R. E., Revert, C., Lozano, G., & Hardisson, A. (2004). El plomo como contaminante alimentario. En *Revista de Toxicología* (Vol. 21, Números 2–3, pp. 72–80).

Ruíz, D., Alcaraz, Y., & Martínez, M. (2017). Estudio de la toxicidad por plomo y la función de algunas proteínas. *Verano de la Investigación Científica*, 3(2), 252–256.

Ruiz, L., & Lima, E. (2018). “evaluación de la recuperación de plomo metálico por el método de lixiviación a partir de las copelas usadas en el análisis de oro y plata por el método gravimétrico fire assay” TESIS [Tesis]. En *Universidad San Agustín de Arequipa*. Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa.

Saguru, C., Ndlovu, S., & Moropeng, D. (2018). A review of recent studies into hydrometallurgical methods for recovering PGMs from used catalytic converters. *Hydrometallurgy*, 182, 44–56. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2018.10.012>

Sahin, D. (2020). Atomic Spectroscopy. En *Modern Spectroscopic Techniques and Applications*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.89269>

Senvaitiene, J., Smirnova, J., Beganskiene, A., & Kareiva, A. (2007). XRD and FTIR Characterisation of Lead Oxide-Based Pigments and Glazes. *Acta Chimica Slovenica*, 54(1), 185–193.

Smith, O., & Cristol, S. (1983). *Química organica: Vol. I* (X. Domínguez, Ed.; Primera). REVERTE S. A. .

- SOLANO TOLEDO, S. A., & CEBRERA MARIN, C. (2020). *Evaluación del procesode recuperación de sales de plomo de copelas usadas en la industria minera* [Tesis, Universidad de Cuenca]. <http://dspace.ucuenca.edu.ec/handle/123456789/33781>
- Solis Palomino, B. L. (2021). *Influencia De La Disminución De Riesgos Ergonómicos En La Eficiencia Operativa De La Fabricación De Copelas Del Laboratorio Químico -Cmpsa Químico-Cmpsa*. 1–117. <http://hdl.handle.net/20.500.12894/6564>
- Song, S., Zhang, S., Zhang, X., Verma, P., & Wen, M. (2020). Advances in Catalytic Oxidation of Volatile Organic Compounds over Pd-Supported Catalysts: Recent Trends and Challenges. *Frontiers in Materials*, 7. <https://doi.org/10.3389/fmats.2020.595667>
- Sotomayor, A. (2018). Tecnologías limpias: Medio ambiente y comercialización de minerales. *Jueves Minero*, 1, 71–75.
- Tang, J., & Steenari, B. M. (2016). Leaching optimization of municipal solid waste incineration ash for resource recovery: A case study of Cu, Zn, Pb and Cd. *Waste Management*, 48, 315–322. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2015.10.003>
- Tolentino, D., Calla, D., & Santos, J. (2023). Lixiviación de plomo con citrato a partir de un mineral de galena, efecto del pH. *EPISTEMUS*, 17(34), 107–114. <https://doi.org/10.36790/epistemus.v17i34.273>
- Wani, A. L., Ara, A., & Usmani, J. A. (2015). Lead toxicity: A review. En *Interdisciplinary Toxicology* (Vol. 8, Número 2, pp. 55–64). <https://doi.org/10.1515/intox-2015-0009>

Anexos