

IV. METODOLOGÍA

4.1 Muestreo

Se colectaron un total de 18 muestras distribuidas de la siguiente forma:

En las presas de jales: 13 muestras

En la presa de jales activa, 6 muestras de color gris que no presentan rasgos visibles de oxidación (Fig. 4.1).

En la presa de jales inactiva, 7 muestras de color café con diferentes grados de oxidación (Fig. 4.1).

En interior de la mina: 5 muestras de sedimentos o lodos (de aquí en adelante muestras mina) derivados de los procesos geoquímicos en las obras mineras (Fig. 4.2).

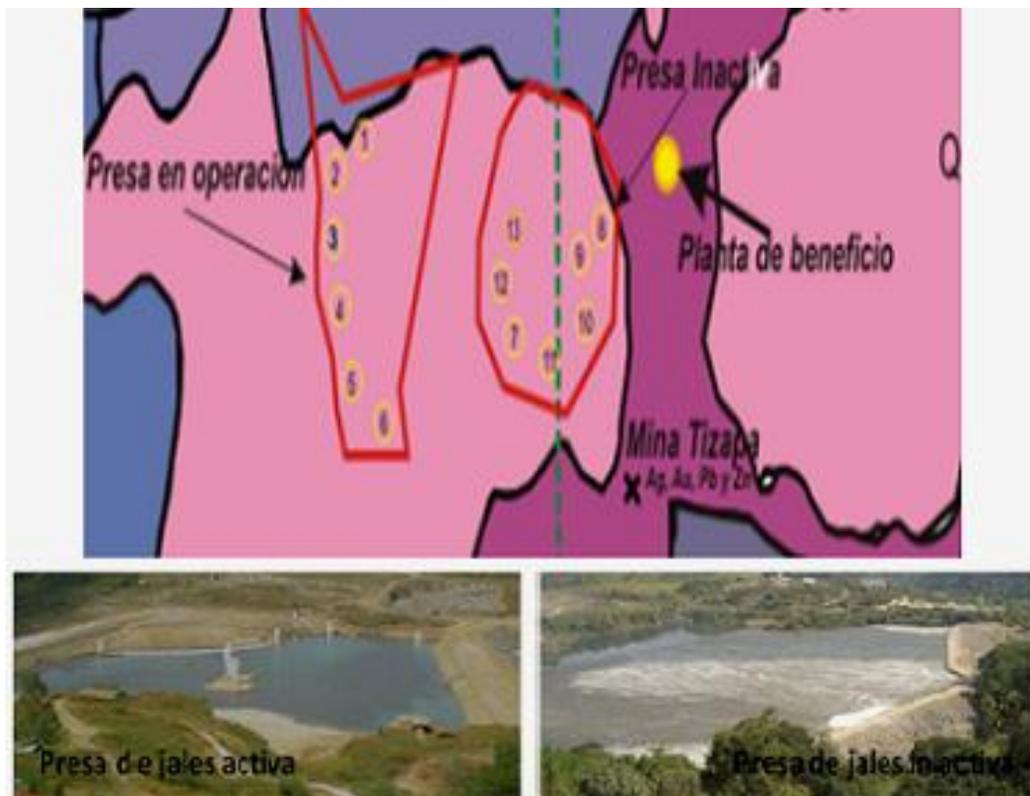


Figura 4.1.- Área de muestreo presas de jales.

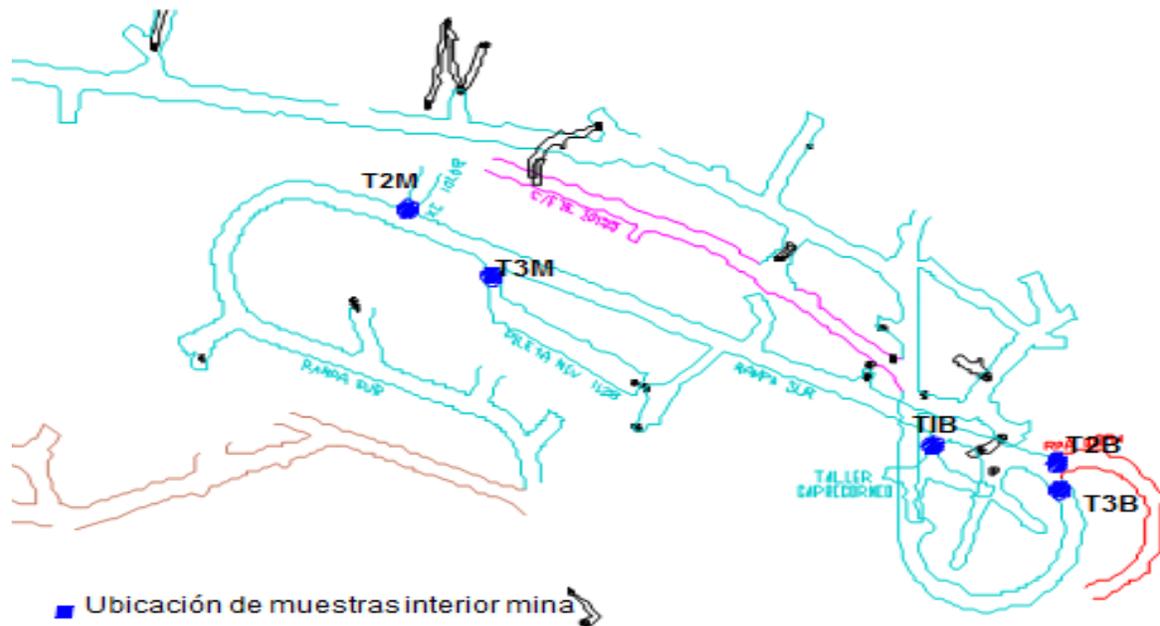


Figura 4.2.- Toma de muestras interior mina

4.2 Análisis de laboratorio

Las pruebas y análisis de laboratorio se realizaron en los siguientes laboratorios de la Universidad Nacional Autónoma de México: Laboratorio de Geoquímica Ambiental y Laboratorio de Difracción de Rayos X, del Instituto de Geología. También se realizaron análisis en un laboratorio comercial de Canadá (Actlabs).

4.2.1 Preparación de muestras

Las muestras de jales y las muestras de mina fueron secadas a 40°C en los hornos Felisa y Craft. Una vez secas, se disgregaron, tamizaron con malla del número 10 y se cuartearon y homogeneizaron.

4.2.2 pH y Conductividad Eléctrica

Para la obtención del pH y la conductividad (CE) se prepararon suspensiones de las muestras homogeneizadas en relación 1:5 sólido agua destilada. En el caso del pH las suspensiones se agitaron durante una hora a una velocidad de 220 rpm de acuerdo al

método de la EPA 9045C y se leyeron con un potenciómetro HI98185 PH/ORP/ISE Meter. En esta misma suspensión, una vez que ésta se centrifugó se determinó la conductividad eléctrica con un conductivímetro Equipo Hanna HI99301 EC de acuerdo al método de la SSSA Book Series No.5 parte III (1996).

4.2.3 Capacidad de Generación de drenaje ácido

La capacidad de generación de acidez se valoró mediante la medición del pH en las muestras de jales y las muestras de mina, mientras que para las muestras de jales, visiblemente inalteradas, con valores de pH cercanos al neutro la peligrosidad se valoró a través de la realización de la prueba de balance ácido – base, utilizando el método propuesto por Lawrence, denominado “Prueba Modificada de Balance Ácido-Base (PM – ABA)”, que es el señalado en la NOM-141-SEMARNAT-2004.

Esta prueba PM-ABA consiste en determinar en la muestras de jales:

El Potencial de neutralización (PN), que está dado por la presencia de minerales que contienen carbonatos, principalmente calcita,

El Potencial de acidez (PA), que está dado por la presencia de minerales que contienen azufre, principalmente pirita.

Para determinar el Potencial de Neutralización (PN), en esta PM-ABA se determinan los carbonatos por titulación. La muestra se agita durante 24 horas y después de que se haya completado la acidificación, se titula el ácido que no ha sido consumido con una base estandarizada (NaOH) a un pH = 8.3, luego se calcula el equivalente de carbonato de calcio a través de la ecuación:

$$PN = [(N_{NaOH} \times Vol_{NaOH} (ml)) - (N_{HCl} \times Vol_{HCl} (ml)) \times 50] / [peso (g)]$$

Para determinar el Potencial de Acidez (PA), la PM-ABA solamente toma en cuenta la cantidad de azufre que se encuentra en forma de “sulfuro” y se calcula aplicando la siguiente ecuación:

$$PA = \% \text{ de azufre como sulfuro } [\%S^{2-}] \times 31.25^1$$

$$\% \text{ de azufre como sulfuro } (S^{2-}) = \% \text{ azufre total} - \% \text{ azufre como sulfato } (S^{6+})$$

En la Norma Oficial Mexicana en materia de jales NOM -141 se señala que si la relación PN:PA < 1.2, los jales se consideran generadores potenciales de drenaje ácido.

4.2.4 Composición química

A) Concentraciones totales de elementos mayores (EM)

Se determinó la concentración total de los siguientes EM: silicio (SiO₂), titanio (TiO), aluminio (Al₂O₃), calcio (CaO), potasio (K₂O), manganeso (MnO), sodio (Na₂O), potasio (K₂O) y azufre (S). Las muestras homogeneizadas se secaron durante 24 horas a 100°C y se pulverizaron en molino de bolas hasta obtener una granulometría menor a 65 µm (malla 230). Con las muestras pulverizadas se prepararon pastillas fundidas. Las concentraciones totales de los EM se determinaron por Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X (FRX) con un sistema secuencial de FRX Siemens SRS 3000.

B) Concentración total de elementos potencialmente tóxicos

Los análisis para determinar las concentraciones totales de EPT se realizaron con un equipo portátil de Fluorescencia de Rayos X de tercera generación, NITTON XLt3 de Thermo Scientific, de acuerdo al método estandarizado US-EPA 6200². Se determinaron las concentraciones totales de As, Ba, Cd, Cr, Hg, Ag, Pb, Se, Cu, Zn, Ni, Co y V. Cada muestra homogeneizada y finamente molida se separó en bolsas de plástico aproximadamente en una cantidad de 60g.

¹ El factor 31.25 se basa en la acidez generada, según se derivó por estequiometría química, para la oxidación completa de la pirita y la subsiguiente hidrólisis del Fe³⁺ generado. Por tanto, este factor relaciona la acidez total producida con la alcalinidad equivalente como CaCO₃ requerida para la neutralización.

² Method 6200 "Field portable X-ray Fluorescence Spectrometry for the determination of elemental concentrations in soil and sediment". Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods <http://www.epa.gov/osw/hazard/testmethods/sw846/pdfs/6200.pdf>

La calidad de los resultados de los análisis se controló a través de análisis de muestras de jales de referencia RTS-3, RTS-4 Y Till-4 (exactitud del método). Las muestras se analizaron por triplicado para valorar la precisión del método.

4.2.5 Generación de lixiviados sintéticos de jales y muestras de mina

Los lixiviados sintéticos se generaron utilizando el método descrito en la Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003.

De acuerdo a la metodología referida en esta NOM-141 la prueba de extracción consiste en:

- Preparar suspensiones de los jales con agua en equilibrio con CO₂ (pH = 5.5 ± 0.2) en una relación 1:20
- Agitar durante 18.0 horas ± 0.25
- Separar la fase sólida del extracto mediante la centrifugación y filtración con membrana de 0.45 µm

Los análisis químicos de los extractos se realizaron utilizando Cromatografía iónica para el caso de los iones mayores en el Laboratorio de Geoquímica Ambiental del Instituto de Geología, UNAM y las de los elementos potencialmente tóxicos regulados por la normatividad ambiental mexicana, se determinó por ICP-MS e ICP-OES en ACTLABS, Canadá.

4.2.6 Análisis mineralógicos

Las muestras se molieron y se homogeneizaron mediante un mortero de ágata y se analizaron utilizando un portamuestras de aluminio en el intervalo angular 2θ de 4° a 70° y velocidades de 2°/minuto. Se utilizó un **Difractómetro Shimadzu XRD-6000** equipado con filtro de Ni, tubo de cobre y monocromador.