

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**ANÁLISIS QUÍMICO DE ORO Y PLATA EN SUS DIFERENTES
PROCESOS EN LA EMPRESA MINERA ARUNTANI S.A.C.
OCUVIRI – LAMPA: LABORATORIO QUÍMICO**

TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

PRESENTADO POR:

RICHARD ADOLFO LIPA MALDONADO

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

PUNO – PERÚ

2019

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO - PUNO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

**ANÁLISIS QUÍMICO DE ORO Y PLATA EN SUS DIFERENTES
PROCESOS EN LA EMPRESA MINERA ARUNTANI S.A.C
OCUVIRI – LAMPA: LABORATORIO QUÍMICO**

TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

**PRESENTADO POR:
RICHARD ADOLFO LIPA MALDONADO
PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:
INGENIERO QUÍMICO**

APROBADO POR EL JURADO REVISOR CONFORMADO POR:



PRESIDENTE

Lidia Ensueño Romero
.....

D. Sc. LIDIA ENSUEÑO ROMERO IRURI

PRIMER MIEMBRO

Roger Huanqui Pérez
.....

M. Sc. ROGER HUANQUI PÉREZ

SEGUNDO MIEMBRO

Janette Rosario Ramos Pineda
.....

M. Sc. JANETTE ROSARIO RAMOS PINEDA

DIRECTOR DE TESIS

German Quille Calizaya
.....

M. Sc. GERMAN QUILLE CALIZAYA

ÁREA: Trabajo de Suficiencia Profesional

TEMA: Análisis Químico de Oro y Plata

LÍNEA: Procesos Industriales

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 24 de Mayo del 2019

DEDICATORIA

A Dios, por haberme dado las fuerzas y optimismo y permitirme haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional.

A mi madre María, por darme el apoyo más importante y demostrarme que se debe luchar sin perder la cordura y por ser una maravillosa madre.

A mis hermanos, Yenny y Felix por estar ahí en los momentos difíciles.

AGRADECIMIENTO

Agradezco a la Universidad Nacional del Altiplano, en especial a la Facultad de Ingeniería Química de manera muy particular a los docentes por haberme impartido sus conocimientos valiosos para el aprendizaje y logro de mi profesión.

A la empresa minera ARUNTANI S.A.C., por haberme permitido laborar en la unidad ARASI acumulación Andres – Jesica y a todo el personal por todo su desempeño y por aportar cada día a que esta empresa siga el rumbo correcto.

A mis compañeros, grandes amigos y amigas con quienes compartí mucho esfuerzo y tiempo durante nuestra formación profesional.

ÍNDICE

RESUMEN	10
INTRODUCCIÓN	11
CAPITULO I	12
1. ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA	12
1.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA	12
1.1.1. MARCO LEGAL	13
1.2. POLÍTICA INTEGRADA DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO, MEDIO AMBIENTE Y RELACIONES COMUNITARIAS	14
CAPITULO II	15
2.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	15
2.2. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA	15
2.3. OBJETIVOS FUNCIONALES DEL CENTRO DE TRABAJO	16
2.3.1. OBJETIVO GENERAL:	16
2.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:	16
CAPITULO III	17
3. MARCO TEÓRICO	17
3.1. ANÁLISIS QUÍMICO DE MINERALES	17
3.1.1. PROPIEDADES DEL ORO Y LA PLATA	19
3.2. CLASIFICACIÓN DE LOS MINERALES AURO - ARGENTÍFEROS	20
3.2.1. MINERALES GEOQUÍMICOS	20
3.2.1.1. Minerales Oxidados	20
3.2.1.2. Minerales Sulfurados	20
3.2.1.3. Minerales Neutrales	21
3.2.1.4. Minerales Concentrados	21
3.3. MUESTREO DEL MINERAL	22
3.4. OBJETIVOS DEL MUESTREO	23
3.5. MÉTODOS Y DISPOSITIVOS DE MUESTREO EN LABORATORIO	23
3.6. PREPARACIÓN DE MUESTRAS.	25
3.7. ETAPAS EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS.	26

3.8. DETECCIÓN DEL ERROR EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS	32
3.9. FUNDICIÓN DE MUESTRAS – ANÁLISIS FIRE ASSAY	34
3.9.1. DESCRIPCIÓN.....	35
3.9.2. PESADA Y PREPARACIÓN DE LA CARGA	35
3.9.3. ETAPAS DE LA FUNDICIÓN.	35
3.9.4. REACCIONES EN EL PROCESO DE FUNDICIÓN	36
3.9.5. ESCORIFICACIÓN DE MUESTRAS ESPECIALES	38
3.10. REACTIVOS USADOS EN ENSAYOS AL FUEGO.....	38
3.10.1. FUNDENTE.	38
3.11. COPELACIÓN	42
3.11.1. ADICIÓN DE PLATA PARA LA COPELACIÓN	42
3.12. SEPARACIÓN O PARTICIÓN.....	43
3.12.1. SEPARACIÓN DE LA PLATA CON ACIDO NÍTRICO Y MEDICIÓN DEL ORO POR ABSORCIÓN ATÓMICA	44
3.12.2. SEPARACIÓN DE LA PLATA CON ACIDO NÍTRICO Y MEDICIÓN DEL ORO POR GRAVIMETRÍA	44
3.12.3. CÁLCULOS DE LAS LEYES DEL ORO Y LA PLATA.....	44
3.12.3.1. Calculo de la Ley del Oro	44
3.12.3.2. Cálculo de Leyes de la Plata	45
3.13. ABSORCIÓN ATÓMICA	48
3.13.1. DESCRIPCIÓN DE LA FASE DE ANÁLISIS	48
3.13.2. PRINCIPIOS DE LAS TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN ABSORCIÓN ATÓMICA.	48
3.13.3. COMPONENTES BÁSICOS DE UN ESPECTROFOTOMETRO.	51
3.13.4. FUENTE DE LUZ	52
3.13.5. LÁMPARA DE CÁTODO HUECO	52
3.13.6. LÁMPARA DE DESCARGA SIN ELECTRODO	54
3.13.7. CONSIDERACIONES ÓPTICAS	55
3.13.8. ATOMIZADOR DE ABSORCIÓN ATÓMICA.	59
3.13.9. CONTROL DE LAS INTERFERENCIAS ANALÍTICAS	62
3.13.9.1. El Proceso de flama	62
3.13.10. INTERFERENCIAS EN ABSORCIÓN ATÓMICA.....	63
3.13.11. INTERFERENCIA DE MATRIZ	64
3.13.12. MÉTODO DE ADICIÓN DE PATRÓN.....	64

3.13.13. INTERFERENCIA QUÍMICA.....	66
3.13.14. INTERFERENCIA POR IONIZACIÓN.....	67
3.13.15. ABSORCIÓN DE FONDO	67
CAPITULO IV	68
4. PROCESO SISTEMÁTICO DE ANÁLISIS DE ORO Y PLATA	68
4.1. ANÁLISIS DE MUESTRAS MINERALOGICAS	68
4.1.1. RECEPCIÓN DE MUESTRAS	68
4.1.2. PREPARACIÓN DE MUESTRAS.....	69
4.1.2.1. Chancado Primario	69
4.1.2.2. Chancado Secundario	69
4.1.2.3. Cuarteo.....	70
4.1.2.4. Secado.....	71
4.1.2.5. Pulverizado	71
4.2. FUNDICIÓN DE MUESTRAS	72
4.2.1. FUSIÓN.....	72
4.2.2. COPELACIÓN.....	73
4.3. ATAQUE QUÍMICO DE MUESTRAS	74
4.4. LECTURA EN EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	75
4.5. ANÁLISIS DE SOLUCIONES	76
4.5.1. RECEPCIÓN Y FILTRADO	76
4.6. LECTURA EN EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	76
4.7. ANÁLISIS DE ORO Y PLATA EN CONCENTRADOS	77
4.8. REPORTE DE RESULTADOS.....	79
CAPITULO V.....	80
5. EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	80
5.1. CÁLCULOS Y REPORTE DE LEYES.....	80
5.1.1. CÁLCULOS, MÉTODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA	80
5.1.2. CÁLCULOS, MÉTODO DE PARTICIÓN COMBINADO	80
5.2. DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR ABSORCIÓN ATÓMICA PARA MUESTRAS DE GEOLOGÍA MINA, PAD Y EXPLORACIONES.....	81
5.2.1. PESADO DE MUESTRAS	81

5.2.2. LECTURA POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA PARA ORO LUEGO DE LA PARTICIÓN	81
5.2.2.1. Determinación de la Curva de Calibración para Oro:.....	81
5.2.2.2. Curva de Calibración para el Oro	82
5.2.2.3. Resultado de las Lecturas	82
5.2.3. CÁLCULOS:.....	82
5.2.4. RESULTADOS: DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.	84
5.3. DETERMINACIÓN DE PLATA POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO PARA CONCENTRADOS	84
5.3.2. PESO DE DORE OBTENIDO DE LA COPELACIÓN.....	85
5.3.3. PESO DE ORO FINO OBTENIDO POR PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA.....	85
5.3.4. PESO DE TITULO	85
5.3.5. CÁLCULOS	85
5.3.6. RESULTADO: DETERMINACIÓN DE PLATA POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO.....	87
5.4. DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO	87
5.4.1. PESADO DE MUESTRAS	87
5.4.2. PESO DE ORO FINO OBTENIDO LUEGO DE LA PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA.....	87
5.4.3. CÁLCULOS:.....	87
5.4.4. REPORTE DE RESULTADOS:.....	88
5.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	89
5.5.1. IMPORTANCIA DE LOS RESULTADOS REPORTADOS	89
CONCLUSIONES	90
RECOMENDACIONES.....	91
BIBLIOGRAFÍA.	95
ANEXOS	96

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Propiedades físicas y químicas del oro	19
Tabla 2: Propiedades físicas y químicas de la plata.....	19
Tabla 3: Fuerza oxidante de minerales	20
Tabla 4: Determinación de fuerza oxidante	20
Tabla 5: Fuerza reductora de minerales	21
Tabla 6: Determinación De Fuerza Reductora	21
Tabla 7. Composición de los anillos o placas de pulverización	32
Tabla 8: Peso de muestras.....	81
Tabla 9: Curva de calibración para oro.....	81
Tabla 10: Resultado lectura de oro	82
Tabla 11: Resultados leyes de Au por absorción atómica	84
Tabla 12: Pesado de muestras.....	84
Tabla 13: Peso de dore.....	85
Tabla 14: Peso De Oro Fino	85
Tabla 15: Peso del titulo	85
Tabla 16: Resultado ley de plata.....	87
Tabla 17: Pesado de muestras	87
Tabla 18: Pesado de oro fino	87
Tabla 19: Resultado de muestras analizadas:	88

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Ubicación Geográfica.....	13
Figura 2: Cono y cuarteo	24
Figura 3: Cuarteo	24
Figura 4: Cuarteador Rifles.....	25
Figura 5: Secado de muestras	28
Figura 6. Chancadora de quijadas.....	29
Figura 7: Absorbancia vs. Concentración de Oro.....	82

ÍNDICE DE DIAGRAMAS

Diagrama 1: Descripción del Proceso de Ensayo al Fuego	47
--	----

RESUMEN

El trabajo se desarrolló en las instalaciones de la Empresa minera ARUNTANI S.A.C., al recepcionar las muestras mineralógicas tienen un peso aproximado de 5 kg y están dentro de una bolsa debidamente codificadas, según hoja de ingreso verificamos su conformidad de las mismas. Luego se lleva a un horno de secado donde elimina toda la humedad a una temperatura de 150°C, en el chancado primario se redujo a un tamaño no mayor a 3/8', luego en el chancado secundario se reduce hasta un tamaño no mayor a malla 10, de inmediato pasamos al cuarteo donde obtenemos una cantidad de muestra representativa entre 200 a 300g y por último pasamos al pulverizado donde obtenemos una muestra al 100% bajo la malla 150. La determinación de oro y plata por ensayo al fuego, constituye un análisis químico cuantitativo, el cual se fundamenta en el uso de elevadas temperaturas y la presencia de óxido de plomo, donde este último por acción de agentes reductores en la etapa de fundición se oxida hasta plomo metálico el cual colecta los metales preciosos (oro y plata) y algunas impurezas, formando una aleación. La aleación es oxidada en otra etapa de fusión oxidante conocida como copelación a óxido de plomo, y de esa manera se obtiene un botón de metal precioso que es luego disgregado por un ataque ácido quedando el oro libre de la plata; dependiendo del tamaño del botón de oro se podrá seleccionar el método que cuantificara al botón de oro. Si el botón de oro es grande, este se pesa con una balanza ultramicroanalítica y si el botón de oro es pequeño se disgrega con ayuda de ácidos para luego ser cuantificados mediante el uso del espectrofotómetro de absorción atómica. Finalmente, se describe el trabajo del Laboratorio Químico ARUNTANI S.A.C.

PALABRAS CLAVES: Ensayos al fuego, Análisis de minerales, Absorción atómica, digestión de muestras.

INTRODUCCIÓN

El informe Profesional se basa en los conocimientos y experiencias, adquiridos en el Laboratorio Químico de análisis de Oro y Plata de la Empresa Minera ARUNTANI SAC.

A fin de presentar las actividades realizadas en la empresa ARUNTANI SAC., de una manera práctica, dinámica y con buen fundamento teórico; se describirán las técnicas usadas para el análisis de oro y plata de diferentes tipos de material geoquímico y concentrados de Au, también se detallarán técnicas de control de calidad para cada etapa de los análisis, basados específicamente en ensayos al fuego.

La minera ARUNTANI SAC. Se ubica en el distrito de Ocuwiri, provincia de Lampa departamento de Puno, con dos unidades, acumulación Andrés y Jessica aproximadamente a más de 4800 msnm, es una empresa peruana que se encarga de la explotación del yacimiento aurífero mediante una operación a tajo abierto, con sistema de lixiviación en Pad y recuperación por proceso Merrill Crowe, contando con un laboratorio químico que se encarga de análisis de muestras.

El control de calidad durante la operación de minado es fundamentalmente para proveer a la planta la cantidad y calidad (Au y Ag) mínima que requiere el proceso. En el minado de menas auríferas debido a la naturaleza del mineral y a su particularidad en las leyes variables, de ser posible se debe tener los resultados de leyes antes de iniciar una serie de perforaciones.

La calidad de la operación en los diferentes procesos también depende de la labor del laboratorio químico. La etapa inicial para la determinación de metales valiosos en nuestro caso empieza con la preparación de un mineral determinado, siguiendo un proceso continuo que detallaremos más adelante.

CAPITULO I

1. ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA

1.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA

La Unidad Minera Jesica – Aruntani S.A.C., se encuentra ubicado políticamente en los distritos de Ocuwiri y Santa Lucia, pertenecientes a la provincia de Lampa, Departamento de Puno; dentro de los terrenos superficiales de las comunidad campesina de Orduña

El Proyecto Jesica se encuentra dentro de la concesión minera Acumulación Andrés 1 (extensión de la concesión Acumulación Andrés 1 = 4900 ha) la cual se encuentra en la Zona 19 de las coordenadas UTM (Universal Transverse Mercator); asimismo, cabe mencionar que esta no se encuentra dentro de ninguna Área Natural Protegida (ANP) y/o Zona de Amortiguamiento.

Geográficamente está ubicada en la sierra sudeste del Perú, La coordenada geográfica del punto central de referencia es la siguiente:

Longitud Oeste : 70° 52' 54,9" W

Latitud Sur : 15° 22' 7,8" S

La coordenada UTM correspondiente es la siguiente:

Este : 298 000

Norte : 8 300 000

Zona : 19

Altitud Promedio : 4 850 msnm

Datum : P'SAD 56

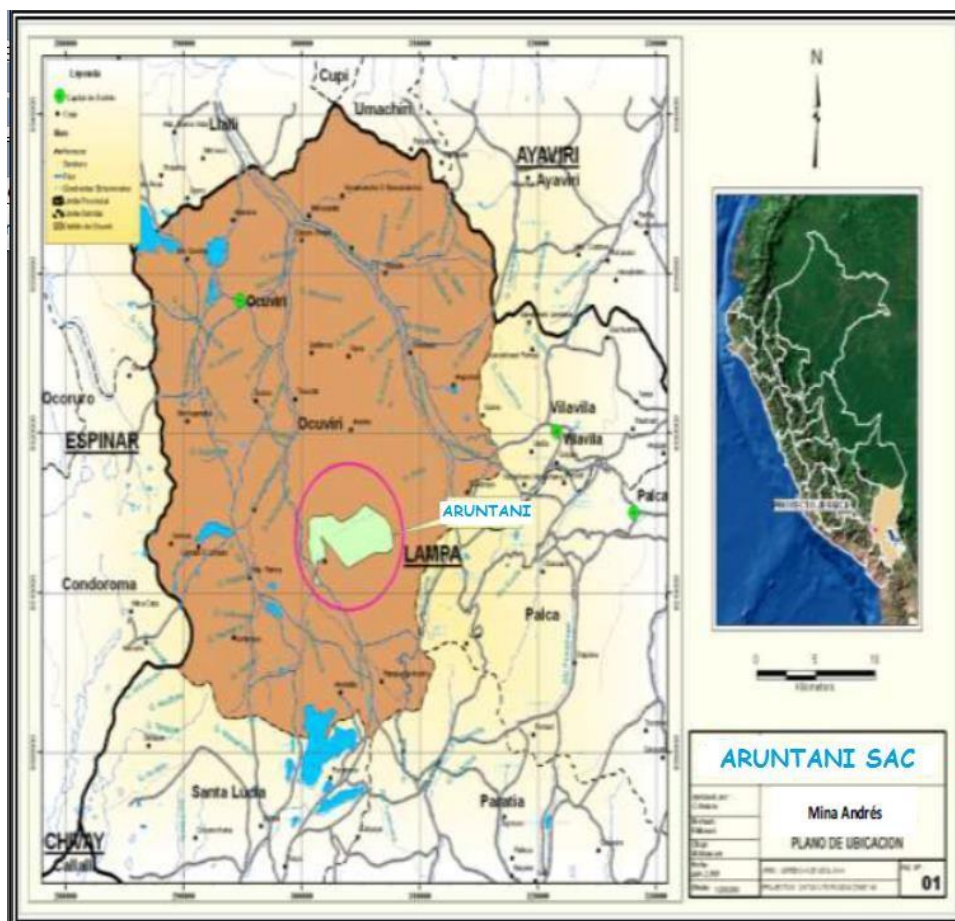


Figura 1: Ubicación Geográfica

FUENTE: Departamento de geología- revista geológica unidad minera Arasi SAC 2011

1.1.1. MARCO LEGAL

A continuación se presentan las principales normas de carácter general y específico aplicables al presente estudio, de acuerdo a la legislación vigente en materia de recursos hídricos, medio ambiente, minería y seguridad del Perú.

Ley General del Ambiente (Ley N° 28611);

Ley Marco del Sistema Nacional de Gestión Ambiental (Ley N° 28245);

Ley del Sistema Nacional de Evaluación del Impacto Ambiental (Ley N° 27446);

Reglamento de la Ley del Sistema Nacional de Evaluación de Impacto Ambiental (Decreto Supremo N° 019-2009-MINAM);

Lineamientos para la elaboración de planes de contingencia a emplearse en actividades minero metalúrgicas relacionadas con la manipulación de cianuro y otras sustancias tóxicas o peligrosas (Resolución Directoral N° 134-2000-EM/DGM).

1.2. POLÍTICA INTEGRADA DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO, MEDIO AMBIENTE Y RELACIONES COMUNITARIAS

ARUNTANI S.A.C., Es una Empresa dedicada a la exploración, explotación beneficio, actividades de cierre, actividades conexas y comercialización de oro y plata, con una Política de Gestión orientada al mejoramiento continuo de los procesos; con una clara visión del cuidado del Medio Ambiente, respeto y apoyo a las poblaciones del entorno en nuestra área de influencia y búsqueda de las mejores condiciones laborales para nuestro colaboradores.

1. Prevenir y controlar los riesgos laborales y la salud en el trabajo sobre la integridad de nuestros colaboradores y minimizar los impactos ambientales en nuestros procesos y poblaciones del entorno laboral.
2. Promover el mejoramiento del proceso de mejora continua del Sistema de Gestión Integrado implementando nuevas tecnologías en cumplimiento con la Legislación Peruana y otras exigencias en relación a los aspectos e impactos de Seguridad, salud en el Trabajo, Medio Ambiente y Relaciones Comunitarias.
3. Garantizar que nuestros Trabajadores sean entrenados y que participen activamente en todos los elementos del Sistema de Gestión de Seguridad y Salud en el trabajo.
4. Mantenernos en alerta permanente ante cualquier emergencia, a través de la aplicación de protocolos que nos permitan ofrecer respuestas inmediatas y eficientes; protegiendo la integridad de nuestros colaboradores, el medio ambiente y el entorno laboral.

CAPITULO II

2.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La Empresa Minera Aruntani SAC, Acumulación Andrés-Jessica dentro del proceso de obtención de oro por medio del Proceso de cianuración y la disolución de metales pesados no han sido suficientemente investigados de acuerdo a las modernas técnicas de experimentación debido a la complejidad heterogénea de los minerales tratados y los altos contenidos de distintos metales pesados que complican su tratamiento como es el caso del alto contenido de Cu en la solución cianurada.

El comportamiento de un mineral frente a procesos tales como la flotación, la lixiviación, la separación magnética u otros procesos, nuestro propósito es determinar las condiciones de operación que hacen factible un alto grado de extracción y una óptima recuperación del metal de interés en nuestro caso es el oro, que por la naturaleza del mineral contiene cobre, zinc, plata, u otros metales. En estos casos no cabe duda que se trata de un problema de mejorar el proceso de análisis químico, el cual es sumamente complejo en razón del tiempo, temperatura, reactivos y el número de muestras. El análisis de las muestras es variable, debido a que provienen de diferentes áreas con las que cuenta la Minera Aruntani, como son de geología, mina, cianuración, Merrill Crowe, planta DX, etc.; las muestras por origen y/o composición son sometidos a diferentes tratamientos con adición de cierta cantidad de reactivos dependiendo de la muestra y el número de variables que es necesario considerar para mejorar su análisis químico que nos indica la efectividad de cada uno de los procesos a evaluar.

2.2. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

Formulación del problema general

¿Qué técnicas se usará para describir el análisis de oro y plata para los distintos tipos de mineral geoquímico y concentrados en la unidad minera ARUNTANI SAC.?

Formulación de problemas específicos

¿Qué técnicas se aplicará para desarrollar el proceso sistemático de análisis de oro y plata como son: Preparación mecánica de muestras, pesado, fundición, copelación, partición y reporte de leyes?

¿Cuál será la cantidad de oro total en las diferentes muestras aplicando el proceso de ensayos al fuego?

¿Cuál será la técnica de ensayo para el proceso de análisis de oro y plata en concentrados?

2.3. OBJETIVOS FUNCIONALES DEL CENTRO DE TRABAJO

Dentro del proceso constructivo se realizaron trabajos de campo relacionados a pruebas, rediseño y controles de calidad que se detallan en el capítulo de descripción general.

2.3.1. OBJETIVO GENERAL:

- Describir el análisis de oro y plata para los distintos tipos de mineral geoquímico y concentrado en sus diferentes procesos en la unidad minera ARUNTANI SAC.

2.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Desarrollar el proceso sistemático de análisis de oro y plata como son: Preparación mecánica de muestras, pesado, fundición, copelación, partición y reporte de leyes.
- Determinar la cantidad de oro total en diferentes muestras aplicando el proceso de Ensayos al Fuego, pesado, fundición, copelación, partición y reporte de leyes.
- Desarrollar el proceso de análisis de oro y plata en concentrados por gravimetría.

CAPITULO III

3. MARCO TEÓRICO

3.1. ANÁLISIS QUÍMICO DE MINERALES

El análisis químico comprende todas las operaciones que se realizan para averiguar los componentes que forman un compuesto químico o mezclas de compuestos, el análisis químico se subdividen en “Cualitativo” y “Cuantitativo”. Para lo cual detallaremos el Análisis Cuantitativo, el cual a su vez se divide en:

a) Análisis Gravimétrico.- El análisis gravimétrico es una de las principales divisiones de la química analítica, en la cual la cantidad de analito se determina por medio de una pesada. Este se separa de los demás componentes de la mezcla así como del solvente.

El método más utilizado de separación es el de precipitación. El precipitado debe ser tan poco soluble de manera tal que el constituyente en cuestión precipite cuantitativamente y la cantidad del analito que no precipite no sea detectable analíticamente

Existe otros métodos tales como: electrolisis, extracción por solvente, cromatografía y volatilización.

b) Análisis Volumétrico.- La valoración o titulación es un método corriente de análisis químico cuantitativo en el laboratorio, que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, se le conoce también como análisis volumétrico.

Un reactivo llamado “valorante” o “titulador” de volumen y concentración conocida (una solución estándar o solución patrón) se utiliza para que reaccione con una solución del analito de concentración desconocida. Utilizando una bureta calibrada para añadir el valorante es posible determinar la cantidad exacta que se ha consumido cuando se alcanza el punto final.

El punto final es el punto en el que finaliza la valoración y se determina mediante el uso de un indicador. Idealmente es el mismo volumen que en el punto de equivalencia, el número de moles de valorante añadido es igual al número de moles de analito, algún múltiplo del mismo. En la valoración clásica ácido fuerte- base fuerte, el punto final de la valoración es el punto en el que el pH del reactante es exactamente 7, y a menudo la

solución cambia en este momento de color de forma permanente debido a un indicador; sin embargo, existen muchos tipos diferentes de valoraciones.

Pueden usarse muchos métodos para indicar el punto final de una reacción: a menudo se usan indicadores visuales los que cambian de color. En una titulación o valoración ácido-base simple, puede usarse un indicador de pH, como la fenolftaleína, que es normalmente incolora pero adquiere color rosa cuando el pH es igual o mayor que 8,2 o el naranja de metilo, de color rojo en medio ácido y amarillo en disoluciones básicas. No todas las titulaciones requieren un indicador. En algunos casos, o bien los reactivos o los productos son fuertemente coloreados y pueden servir como "indicador". Por ejemplo, una titulación o valoración redox que utiliza permanganato de potasio como disolución estándar (rosa/violeta) no requiere indicador porque sufre un cambio de color fácil de detectar pues queda incolora al reducirse el permanganato. Después del punto de equivalencia, hay un exceso de la disolución titulante (permanganato) y persiste un color rosado débil que no desaparece.

c) Análisis Instrumental.- Es el análisis químico llevado a cabo mediante equipos que miden alguna propiedad de los compuestos. Ejemplo: intensidad de radiación absorbida o emitida, número de iones, etc.; se clasifican en:

- 1. Métodos Ópticos.-** Son métodos que implican una interacción entre la materia y la radiación electromagnética. Se basa en fenómenos ópticos clásicos como son: absorción, emisión, difracción, dispersión. En el intervalo del espectro electromagnético desde los rayos X a las microondas, el espectro de fonometría UV-visible, espectroscopia IR, absorción atómica y de rayos X.
- 2. Métodos Electroquímicos.-** Se basan en las propiedades electroquímicas de las soluciones. Entre ellos tenemos potenciometría, polarografía, electrogravimetría, coulombimetría.
- 3. Métodos de Separación.-** Se basa en la separación de los compuestos de las sustancias en elementos más simples. Ejemplo: la cromatografía, la cual constituye uno de los grandes grupos de los métodos instrumentales por su aportación al estudio de mezclas complejas.
- 4. Métodos Térmicos.-** Estudian transiciones de fases por observaciones del calor absorbido o liberado. Registran las variaciones de peso mientras se calienta en un

horno, siguen el curso de una reacción por observación de calor liberado. Entre ellos tenemos: Termogravimetría, Análisis Térmico diferencial, Calorimetría de barrido.

3.1.1. PROPIEDADES DEL ORO Y LA PLATA.

Tabla 1: Propiedades físicas y químicas del oro

PROPIEDAD	DESCRIPCIÓN DE LA PROPIEDAD
Símbolo Químico	Au
Numero atómico	79
Peso atómico	196,97 g/mol
Estados de oxidación	+1 + 3
Densidad	19,32 g/cm ³ (a 20°C)
Punto de fusión	1064.33°C
Dureza	2,5 Mohs
Ductibilidad, maleabilidad	Excelente + 0,0000125 mm
Soldabilidad	Excelente con Ag, Sn
Trabajabilidad en caliente	Excelente a partir de 300°C

Fuente: Gilber H. Ayres "Análisis Químico Cuantitativo" Ediciones del Castillo S.A. 2001

Tabla 2: Propiedades físicas y químicas de la plata

PROPIEDAD	DESCRIPCIÓN DE LA PROPIEDAD
Símbolo	Ag
Numero atómico	47
Peso atómico	107,87 g/mol
Estados de oxidación	+1
Densidad	10,49 g/cm ³ (a 20°C)
Punto de fusión	962 °C
Dureza	2,5 Mohs
Ductibilidad, maleabilidad	Excelente < 0,0000125 mm
Soldabilidad	Excelente con Au, Sn.
Las sales de plata	Fotosensibles

Fuente: Gilber H. Ayres "Análisis Químico Cuantitativo" Ediciones del Castillo S.A. 2001

3.2. CLASIFICACIÓN DE LOS MINERALES AURO - ARGENTÍFEROS

Previo a la aplicación de cualquier proceso de concentración del mineral, es importante conocer el estado natural de las distintas especies mineralógicas que lo componen.

3.2.1. MINERALES GEOQUÍMICOS

Para fines de Ensayos at fuego, los minerales geoquímicos se clasifican como: minerales oxidados, minerales sulfurados, minerales neutrales.

3.2.1.1. Minerales Oxidados

Estos minerales tienen la capacidad de oxidar al plomo metálico a litargirio, debido a su fuerza oxidante (Ver Tabla N° 3) Su composición mineralógica es muy diversa.

Tabla 3: Fuerza oxidante de minerales

AGENTES OXIDANTES	FUERZA OXIDANTE
HEMATITA (Fe ₂ O)	1,3
MAGNETITA (Fe ₂ O ₄)	0,9
NITRATO DE POTASIO (KNO ₃)	4,2
PIROLUSITA (MnO ₂)	2,4

Fuente: *Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007*

Tabla 4: Determinación de fuerza oxidante

$$Fuerza\ Oxidante = \frac{12 * peso\ de\ harina\ (g) * peso\ de\ regulo\ (g)}{peso\ de\ muestra\ (g)}$$

$$Harina\ a\ aumentar = \frac{Peso\ de\ muestra\ (g) * Fuerza\ Oxidante}{12}$$

Fuente: *Método para determinar oro y plata JIS: M 8111*

3.2.1.2. Minerales Sulfurados

Estos minerales contienen sulfuro en diverso grado, (Ver Tabla N° 5); debido a su fuerza reductora, estos reducen el litargirio a plomo metálico. También se cuentan entre estos, a carbones en forma libre o como hidrocarburos, en forma de grafito, o hulla.

Tabla 5: Fuerza reductora de minerales

AGENTES REDUCTORES	FUERZA REDUCTORA
ARSENOPIRITA (FeAsS)	7
CARBON (C)	18 - 25
CHALCOSITA (Cu ₂ S)	5
CHALCOPIRITA (CuFeS ₂)	8
GALENA (PbS)	3,4
PIRITA (FeS)	11
ESFALERITA (ZnS)	8

Fuente: *Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007*

Tabla 6: Determinación De Fuerza Reductora

$$\text{Fuerza Reductora} = \frac{\text{peso de regulo. 12 (g)} * \text{peso de harina (g)}}{\text{peso de muestra (g)}}$$

En caso de no necesitar harina, solamente usar KNO₃.

$$\text{Fuerza Reductora} = \frac{\text{peso de regulo}}{\text{peso de muestra (g)}}$$

Fuente: *Método para determinar oro y plata JIS: M 8111*

3.2.1.3. Minerales Neutrales

A estos minerales se les conoce como aquellos que no son suficientemente capaces de reducir el litargirio a plomo metálico. Tenemos entre ellos al cuarzo, caliza, crisocola, malaquita, azurite, corundum, cromita, magnesita, siderita, rodocromita, wulfenita, etc.

3.2.1.4. Minerales Concentrados

Los minerales concentrados vienen a ser la pulpa espesa obtenida de la etapa de flotación en el proceso productivo, su composición depende de la mineralogía de la mina. En el caso del concentrado de cobre, este se encuentra como una mezcla de sulfuro de cobre, fierro y una serie de sales de otros metales; igualmente el concentrado de zinc viene a ser una mezcla de sulfuro de zinc, sílice y sales de otros metales, lo mismo podemos decir sobre el concentrado de plomo.

3.3. MUESTREO DEL MINERAL

Operación de remover una pequeña fracción o parte, que se denominara muestra, desde un conjunto de material de mucho mayor volumen, de tal manera que las características del conjunto pueden estimarse estudiando las características de la muestra. Si la materia muestreada es rigurosamente homogénea, es decir, si todas sus partes o elementos constitutivos son idénticos entre sí, no importara lo pequeña que sea la fracción que se considere o la forma en que se extraiga y siempre presentara las mismas características del total. Las menas de interés metalúrgico están constituidas por partículas de diversos tamaños y composiciones.

Estas partículas heterogéneas no constituyen un medio continuo, sino discreto. Esto permite que junto a una partícula pueda haber otras de composición o tamaño completamente distinto produciéndose un cambio brusco de composición al pasar de una partícula a otra. Este fenómeno se denomina heterogeneidad de constitución y no permite que los lotes de materia puedan ser muestreadas en forma exacta. La necesidad de determinar características físicas y químicas de grandes volúmenes o lotes de material sea en reposo o en movimiento, se presenta en casi todas las operaciones y procesos minero - metalúrgicos.

Por razones económicas y prácticas el conocimiento de los lotes se obtiene a través de determinaciones realizadas sobre una fracción o muestra del material:

- a) Para programar la producción de frentes de explotación de una Mina.
- b) Para evaluar la operación global.
- c) Para evaluar el control metalúrgico de una planta de procesamiento
- d) Para valorar los concentrados.

Por la importancia de cada una de las operaciones, es claro que una mala práctica de muestreo tendrá consecuencias nefastas. Por ejemplo, a menudo surgen diferencias entre leyes de mineral informadas por la mina y aquellas recibidas por la Concentradora.

También pueden existir diferencias inexplicables entre la alimentación y salida de material en la Concentradora, o entre los envíos de concentrados y recepción de ellos en Fundición, o lo que es más grave aún, entre los análisis del vendedor y el comprador de minerales o concentrados.

Sin lugar a dudas, podría haber muchas razones para explicar esas diferencias, pero la metodología de muestreo empleado es tal vez una de las más importantes.

3.4. OBJETIVOS DEL MUESTREO

El muestreo es una serie de operaciones que se ejecutan con el propósito de controlar y establecer las condiciones en que se desarrolla la operación global de un proceso extractivo. De tal forma el muestreo es importante por cuanto los errores derivados de una muestra real tomada repercuten en la representatividad de los análisis y estudios que se realicen con esta muestra.

Así, las operaciones de control pueden efectuarse en forma satisfactoria solo si el muestreo se hace en forma correcta y si la muestra, que es una pequeña fracción del lote, es realmente representativa de este.

3.5. MÉTODOS Y DISPOSITIVOS DE MUESTREO EN LABORATORIO

La obtención de una muestra de laboratorio, para realizar análisis granulométrico, análisis químico y/o mineralógico, se puede realizar mediante diversas técnicas. Un requisito previo muy importante es una buena mezcla del material.

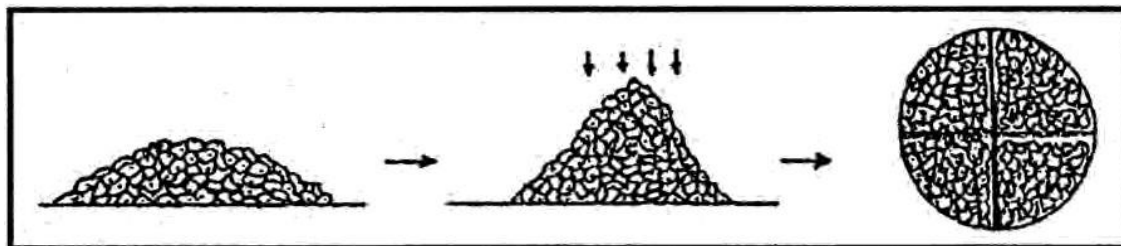
La mezcla se efectúa frecuentemente con paño roleador, este varía en tamaño de acuerdo a la cantidad de muestra. Para muestras de peso considerable, el roleo se efectúa con la participación de dos personas que sujetan el paño por sus extremos haciéndolo rodar el material de una esquina a la otra. Esta operación se realiza durante varios minutos. Para casos en que la muestra es de mucha mayor cantidad se utilizan mezcladores mecánicos. Cuando la muestra es pequeña aproximadamente a 3 Kg, la operación la realiza una sola persona con un paño roleador sobre una mesa de trabajo.

a) Cono y Cuarteo.- Uno de los métodos más antiguos de los demás, limitándose en la actualidad en su uso en lotes de menos de una tonelada con tamaño de partículas máximo de 50 mm

La homogenización ya sea por roleo en caso de muestras pequeñas y por medio de una pala en caso que la cantidad de material de muestreo es muy grande se apila en forma cónica, esta operación se repite de 2 a 3 veces con la finalidad de homogenizarlos, de ello se forma un cono y después una torta circular plana para luego dividirlos en cuatro partes a lo largo de las dos diagonales perpendiculares entre sí.

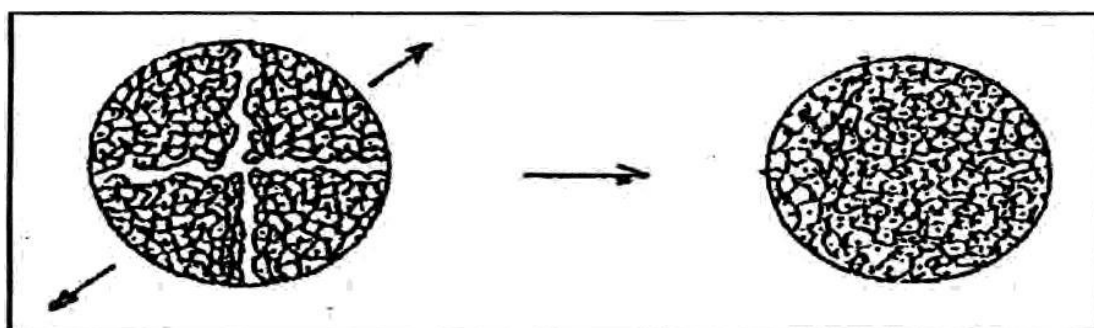
Los dos cuartos opuestos se separaran como muestras y el par restante representara el rechazo. Se vuelve a mezclar y el proceso se repite varias veces hasta obtener el tamaño apropiado de muestra.

Con la muestra de se forma un cono, el que se divide en cuatro partes, después de aplastarlo. (Ver Figura N° 2)

**Figura 2: Cono y cuarteo**

Fuente: *Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007*

De las cuatro partes, se descartan dos opuestas, y las otras dos pasan a constituir la base de la nueva muestra.

**Figura 3: Cuarteo**

Fuente: *Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007*

Con la nueva muestra, se forma otro cono, y se repite el procedimiento hasta obtener una muestra representativa.

b) Cortador de Rifles.- El partidor Rifle o también conocido como Jones, que consiste en un ensamble de un número par de chutes idénticos y adyacentes comúnmente entre 12 y 20. Los mismos que forman un ángulo de 45° o más con el plano horizontal y se colocan alternadamente opuestos para que dirijan el material a dos recipientes ubicados en la parte inferior. El material se alimenta por medio de una bandeja rectangular después de haberlo distribuido uniformemente.

- 1) Se distribuye la muestra (homogenizada) uniformemente a lo largo del cortador de los dos recipientes que reciben la muestra y se descarta uno de ellos.

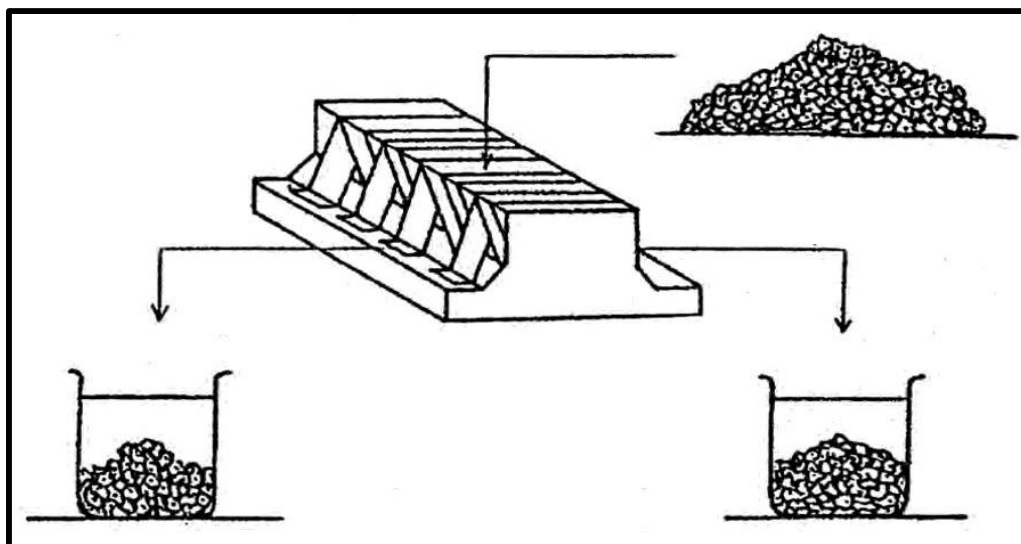


Figura 4: Cuarteador Rifles

Fuente: Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007

- 2) El contenido del recipiente que no ha sido descartado, se vuelve a verter sobre el cortador y se repite el proceso hasta obtener la muestra de tamaño deseado.

c) **Divisores Rotatorios.**- diseñado para reducir el tamaño de las muestras, manteniendo su representatividad, pero su función es obtener la muestra a través de la rotación de un dispositivo mecánico es utilizado para operaciones batch, la muestra es alimentada desde la tolva a los segmentos rotatorios, mediante un alimentador vibratorio. La muestra puede ser reducida a una fracción determinada, dependiendo de los requerimientos del usuario. El total de rechazo quedará en un recipiente bajo el equipo.

3.6. PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

La preparación de muestras es el proceso mediante el cual materiales geológicos son convertidas de grandes muestras recolectadas en el campo o la mina a un polvo seco, finamente dividido y homogéneo, adecuado para el análisis químico u otra clase de análisis. Los laboratorios reciben a diario muestras más grandes que las requeridas para el análisis.

El resultado final deseado de la preparación de muestras es un polvo de roca que contiene los elementos a ser analizados en la misma concentración y proporción que la muestra original recibida.

El propósito de la preparación de las muestras es producir una muestra más pequeña, seca y manejable, que sea adecuada para el análisis de laboratorio. Esto se logra mediante la reducción mecánica de los pedazos de roca a partículas de menor tamaño en una secuencia

paso a paso, alternando con la reducción del volumen o masa de la muestra mediante un proceso de división sin sesgos, y asegurando al mismo tiempo que la muestra preparada sea homogénea y totalmente representativa del material original de campo.

La reducción del tamaño de las partículas mediante la trituración, la división y la pulverización es necesaria para el material de roca y núcleos de perforación, mientras que para las muestras de suelo y sedimentos es generalmente suficiente el tamizado para obtener material apropiado para el análisis.

La reducción del tamaño de las partículas es afectada por varios factores, incluyendo las formas de las partículas, dureza, gravedad específica, lubricidad, maleabilidad, humedad residual y la cantidad de minerales de arcilla o materia orgánica presente.

Los objetivos son:

- a) Obtener una muestra representativa del material en grueso como fue recibido en el laboratorio.
- b) Asegurar que la manipulación de la muestra no altere las características o la concentración del analito de interés.
- c) Reducir el tamaño de las partículas y homogenizar la muestra.

El principio es la operación de preparación de muestras en un laboratorio de análisis químico, consiste en un conjunto de operaciones que tiene por finalidad la reducción del tamaño de las muestras para el análisis respectivo.

La recepción de muestras, el ordenamiento secuencial, el secado, la molienda, la división de muestras y la pulverización que son operaciones importantes y que siguen una secuencia en la manipulación de las muestras que provienen del interior de la mina o de muestreo de planta concentradora que son representativas para la obtención de un resultado que sirve para tomar decisiones de producción.

3.7. ETAPAS EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

Las principales preocupaciones durante la preparación de muestras estén relacionadas con la ruta de preparación de las muestras y la reducción del tamaño de las partículas durante la preparación, porque la etapa total de preparación es esencial si se desea obtener resultados analíticos significativos. Las consideraciones de tamaño y peso son de particular importancia durante la preparación para lograr una sub-muestra representativa.

a) Disposición y clasificación.- En los laboratorios donde se reciben más de una clase de muestras, el primer paso consiste en organizar las muestras en orden cronológico. Las muestras deben luego ser separadas de acuerdo a su clase, grado y/o el tipo de análisis requerido. Esta clasificación es necesaria para evitar la contaminación y para escoger el método de preparación adecuado para cada muestra.

Por ejemplo, un material altamente mineralizado no debe ser preparado en el mismo grupo que una muestra de astillas de roca obtenidas de una exploración de raíces de hierba (mejor aún, las muestras deben ser preparadas en su propio set de equipos dependiendo de su nivel de contenido mineral). Las muestras que requieren una prueba de screening metálico, deben tener un plan de preparación distinto que el establecido para un ensayo de cobre regular.

b) Secado de muestras.- Hornos eléctricos o a gas son usados para remover la humedad de las muestras antes de su trituración y pulverización. Dentro del horno se mantiene un flujo de aire para eliminar el vapor de agua liberado por las muestras. El secado es necesario para evitar que las muestras se peguen al molino durante la trituración y pulverización. También es útil porque permite que las medidas y ensayos subsecuentes puedan ser remitidos a una base de peso en seco.

En el caso de las muestras que son dispuestas en una bandeja para su secado, debe tenerse mucho cuidado en la selección de la bandeja, porque los metales pueden ser transferidos a las muestras en su estado líquido o húmedo. Por ejemplo, el uso de recipientes de metal galvanizado puede ocasionar una contaminación de zinc.

Algunos laboratorios analíticos con alto volumen de trabajo usan técnicas de secado de alto horno para mejorar su tiempo de respuesta. Sin embargo, existe un riesgo considerable a la integridad de las muestras, porque algunas muestras se oxidan de manera considerable a temperaturas muy altas (especialmente los sulfuros), y algunos elementos potencialmente volátiles (arsénico, antimonio, mercurio) se pueden perder en temperaturas de secado muy altas, incluso si estos elementos no son de un interés inmediato, la muestra quedara inútil para cualquier análisis futuro.

La temperatura recomendada para el secado de roca, astillas de roca, núcleos de perforación y otros materiales “gruesos” con un área superficial relativamente baja es entre los 110 °C y 120 °C. Estudios independientes en estas clases de muestras han probado que los elementos potencialmente volátiles no se pierdan a estas temperaturas.

Las muestras recepcionadas son ordenadas de acuerdo a la codificación de ingreso y luego son secados en los hornos, en la operación de secado la temperatura es controlada.

Estos equipos están diseñados para imprimir la fuerza necesaria para lograr la propagación de las grietas en el mineral y reducir el tamaño de las rocas del mineral, el objetivo es:

- 1) Liberar especies minerales comerciales desde una matriz formada por minerales de interés y ganga.
- 2) Promover reacciones químicas, a través de la exposición de una gran área superficial.
- 3) Producir un mineral con características de tamaño deseable para su posterior procesamiento, manejo y/o almacenamiento.

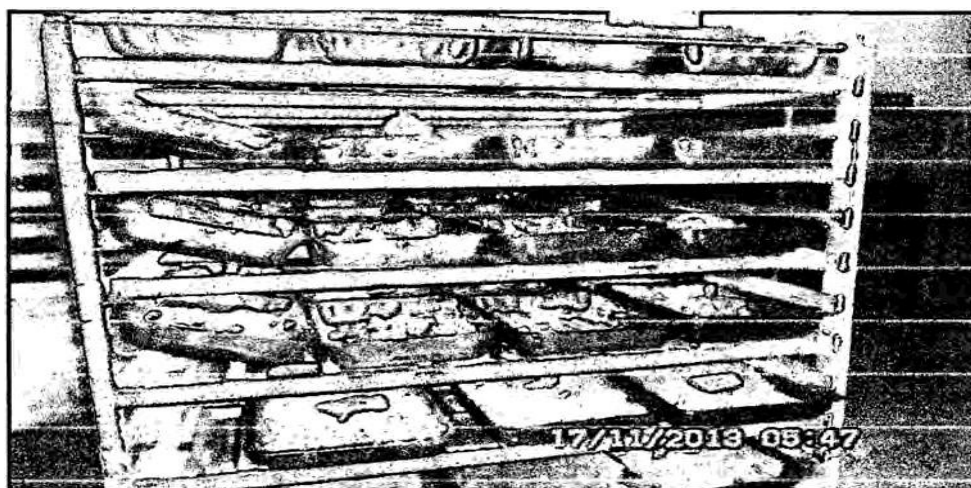


Figura 5: Secado de muestras

Fuente: Procesamiento de minerales — TECSUP 2007

c) **Chancadora de Muestras.**- Al introducirse el trozo de mineral entre las dos mandíbulas del equipo, el mineral se quiebra y con la separación de la mandíbula móvil de la fija, el mineral va descendiendo por la cavidad hacia la abertura de la descarga, en el siguiente acercamiento sufre una nueva fragmentación y así sucesivamente hasta alcanzar las dimensiones que permitan salir por la descarga.

La primera etapa de la trituración es normalmente realizada es una trituradora de mandíbula de tamaño de laboratorio. Las trituradoras de mandíbula tienen una productividad y una ratio de reducción relativamente altos y son generalmente fáciles de limpiar entre muestra y muestra. Mediante la trituración, los grandes pedazos de roca son separados en fragmentos pequeños que son apropiados para la pulverización. Por lo tanto,

será mucho más fácil obtener una separación representativa del material una vez que se encuentra triturado. La porción restante, no usada, será guardada como material reservado o “rechazado”.

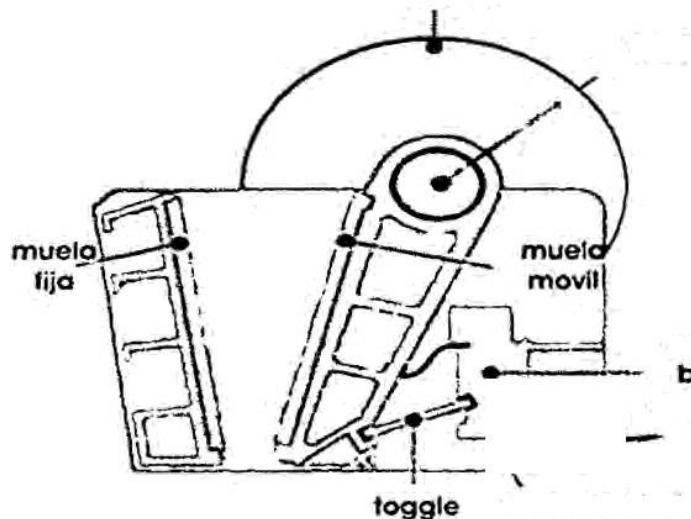


Figura 6. Chancadora de quijadas

Fuente: Procesamiento de Minerales — TECSUP 2007

Cuando se trata de pedazos de material muy grandes o de materiales muy duros a veces es necesario llevar a cabo un proceso de trituración en dos etapas. En la segunda etapa se usan trituradoras de cono o de rodillo porque las trituradoras de cono generan un producto de tamaño uniforme con un menor porcentaje de finos, lo que se considera mejor para el análisis metalúrgico, y la mayoría puede triturar hasta 2 mm.

Las trituradoras de cono no son efectivas en arcilla y trabajan mejor en materiales silicios duros. Tienen una productividad relativamente baja y son difíciles de limpiar, especialmente después de muestras de arcilla. Para triturar arcilla, piedra caliza, carbón y otros materiales similarmente “blandos” se usan frecuentemente molinos de martillo. Sin embargo, estos son extremadamente ruidosos, producen mucho polvo, son difíciles de limpiar y sufren un desgaste excesivo cuando son usados en materiales silicios duros.

Una alternativa a las trituradoras de cono para la segunda etapa de trituración son las trituradoras de rodillo, las cuales tienen una productividad más alta y pueden generar un producto de -2 mm Sin embargo, generan un producto pobremente ordenado y con un porcentaje más alto de finos, son ruidosos, generan polvo y son difíciles de limpiar.

Tener en cuenta las posibles causas de error durante el chancado incluye pérdida de elementos volátiles, oxidación de fierro a férrico, pérdida de muestra debido a retención de mineral en equipo, pérdida de polvo y contaminación cruzada debido a una inadecuada limpieza del equipo entré muestras.

d) División de muestras. - En algún momento del proceso de separación de la muestra se vuelve necesario reducir el volumen de la muestra a la mitad o menos, para que una cantidad apropiada de la muestra sea pulverizada y homogenizada para la etapa analítica. Esto supone la división sistemática de la muestra para producir una sub – muestra representativa mediante el uso de instrumentos mecánicos, como el separador tipo rifle de Jones y el separador rotativo, que se muestran a continuación, u otros métodos manuales como el de “conicidad” y el de “cuarteo”. Muchas veces es necesario repetir el proceso de división un número de veces para lograr una reducción.

Este proceso debe considerarse como un muestreo dentro de una muestra. Por lo tanto, la técnica de división debe ser ejecutada cuidadosamente para asegurar que se tomen divisiones estadísticamente válidas y que la muestra final represente a la muestra sometida inicialmente para el análisis. Es importante que la muestra se encuentre bien mezclada antes de la división y que se seleccione un procedimiento adecuado basado en el material.

El separador tipo rifle o el separador Jones es un instrumento muy difundido, usado comúnmente para la reducción del tamaño de las muestras. Consiste en ranuras rectangulares que alternan, dividiendo la muestra y depositándola en dos bandejas. El separador debe tener un número par de conductos de igual grosor. Los conductos descargan a cada lado del separador de forma alternativa. Los conductos del separador deben tener un grosor de al menos tres veces el diámetro de la partícula más grande de la muestra. La bandeja de entrega no debe ser más larga que la distancia a través de todos los conductos. Una bandeja rectangular del tamaño apropiado es colocada a ambos lados del separador para recibir las divisiones.

Además, la muestra debe ser distribuida de manera equitativa a través del largo de la bandeja de entrega y vertida de forma equitativa a través del separador. La velocidad de introducción al separador debe ser tal que el material fluya libremente por los conductos hacia las bandejas, La introducción acelerada de muestras debe ser evitada para evitar asfixiar los conductos. Si es necesaria una reducción mayor, la porción de muestra de una

de las bandejas puede ser re-introducida al separador cuantas veces sea necesario hasta obtener el tamaño específico requerido. Es recomendable marcar una de las bandejas como “muestra” para evitar confusiones al dividir lotes de muestras. El separador debe ser limpiado entre muestra y muestra.

e) **Pulverizado de muestras.** - Una vez que el material triturado es reducido a un peso apropiado (típicamente entre 100 y 500 g), éste es luego pulverizado entre 150 y 75 μm para que las muestras preparadas sean apropiadas para los análisis físicos y químicos. La reducción del tamaño de las partículas es conseguida moliendo en morteros o en molinos de bolas, pero más frecuentemente mediante molinos de anillos o un pulverizador de placas, los cuales estén diseñados para pulverizar muestras minerales y dejarlas aptas para el análisis químico.

El tiempo recomendado en la pulverización es entre los 2 – 3 minutos. Deben evitarse los tiempos más largos para prevenir un posible calentamiento excesivo. Las pulverizadoras de anillos son también conocidas como pulverizadoras de discos, pulverizadoras vibratorias o pulverizadoras de anillos o de discos o son referidos por sus tres nombres comerciales.

Este equipo usa un sistema cerrado, en el cual la olla o contenedor de la muestra esté totalmente sellado durante la operación de pulverizado y por lo tanto minimiza cualquier probabilidad de contaminación de la muestra con polvo de otras muestras en el aire.

Potencial causa de error es la contaminación por el material de los discos y los anillos y la inadecuada limpieza. En adición otro problema único a este diseño incluye el “enchape” de metales maleables, como por ejemplo de oro, pérdida de volátiles e ignición de sulfuros si es que la olla esté también caliente. Por último, pérdida de muestra debido a un mal sellado, no hermético entre la olla y su tapa.

Tabla 7. Composición de los anillos o placas de pulverización

Elemento	Acero al Manganeso (ppm)	Acero al cromo (ppm)	Acero al Carbón (ppm)	Circonio (ppm)	Carburo de Tungsteno
Cromo	2 – 10	20 – 500	5 – 25	< 1	
Hierro	0.2 % - 1.5 %	0.1% - 0.5%	0.2% - 1.5 %	< 10	
Manganes	10 – 100	5 – 20	10 – 125	< 1	
Molibdeno	< 1	1	1	< 1	
Níquel	1 – 2	1 -5	6	< 1	
Plomo		2	3	< 2	
Vanadio		1	< 1	< 1	
Tungsteno					30 – 300
Cobalto					10 – 100
Circonio				30 – 300	
Hafnio				1 – 5	

Fuente: British Columbia Institute of Technology.

3.8. DETECCIÓN DEL ERROR EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

En la preparación de muestras se debe cuidar de que no se genere errores de ningún tipo mencionamos alguno de ellos:

a) **Por contaminación.** - Se trata de la adición de partículas en una muestra. Tales errores toman lugar tan rápido como los materiales extraños contaminen el lote o una de las muestras. Esto puede suceder por ejemplo en las siguientes circunstancias.

1) Contaminación con polvo. - Cuando se manipulan materiales conteniendo partículas finas y secas, es prácticamente imposible prevenir la formación de nubes de polvo que tienden a volar por todas partes. Este polvo es probablemente el que contaminará alguna muestra que no esté adecuadamente protegida. Se debe solucionar esto de la siguiente manera:

- Prevenir la formación de polvo por reducción de caída libre tanto como sea posible.
- Encerrar el inevitable origen del polvo en cajas herméticas usando un sistema de colección de polvos.
- Proteger el circuito de preparación y los respectivos equipos.

2) Contaminación por materiales presentes en el circuito de preparación y en los equipos. - Los circuitos de preparación y equipos que trabajan intermitentemente en una planta o en el laboratorio, deberían ser cuidadosamente limpiados por medio de boquillas aspiradoras, de acuerdo a la naturaleza del material a ser muestreado, antes de una nueva operación de muestreo. En un sistema de muestreo manual con el mismo material en un sentido rutinario, no necesita de diaria limpieza. Una inspección semanal es usualmente suficiente. Estas cosas no suceder obviamente en laboratorios que reciben muestras de muy diferentes grados tal como concentrados y aquellas que vienen del procesamiento de plantas.

En tal caso debe ser usado un distinto equipo (splitters, chancadoras, pulverizadoras, etc.) y siempre que sea posible un distinto cuarto debería ser utilizado para cada grado de producto. La pulverización de un concentrado después de un reject no resulta necesariamente en un apreciable error; pero la pulverización de la siguiente muestra después del concentrado siempre resultará en un positivo error de contaminación.

3) Contaminación por abrasión. - El chancado, la molienda, la pulverización y toda operación manual llevada a cabo con materiales abrasivos probablemente introducen en el lote o las muestras, diminutas partículas de material desgastado del equipo. Este problema viene a ser muy serio cuando se van analizar muestras de Fe, Cr, Mn, etc.

4) Contaminación por corrosión. - La reducción de equipos de muestreo y de preparación de muestras toma lugar probablemente cuando se manipulan los siguientes materiales:

- Materiales húmedos desarrollando reacciones ácidas, tales como ciertos minerales conteniendo sulfuros (especialmente pirrotina, pirita, etc.)
- Pulpas provenientes de flotación ácida.
- Pulpas provenientes de la flotación en agua de mar.
- Pulpas hidrometalúrgicas.
- Minerales muy corrosivos tales como potasio.

En cada particular caso la solución debería ser cuidadosamente estudiada con la ayuda de un especialista en metales anticorrosivos y aleaciones. Cuando se trabaja

con materiales “normales”, se recomienda el acero inoxidable para todas las partes de la maquinaria en contacto con el material a ser preparado o muestreado.

b) Por pérdidas de material. - Es la sustracción de partículas a una muestra. Tales errores toman lugar tan pronto como las partículas son retiradas del lote a ser muestreados. Esto puede suceder en el instante en las siguientes circunstancias.

1) Por pérdida de finos como polvo. - Si al manipular materiales finos se produce caída libre de estos y si el polvo generado pertenece a la muestra, se introducirá un error por pérdida.

Una solución para evitar la contaminación consiste en encerrar los equipos de preparación en una caja firme conectados a un sistema de colección de polvos, lo cual es indudablemente satisfactorio desde el punto de vista medioambiental, pero no solucionara el error introducido.

2) Pérdida de materiales remanentes en la preparación.- Después de la operación, los equipos de preparación deben a menudo ser limpiados y el material que queda adicionarlo a la muestra.

c) Involuntarios. - Estos errores son generados por los operadores quienes son responsables debido a veces a descuido o falta de experiencia. Entre estos errores tenemos:

- 1) Dejar caer las muestras.
- 2) Pérdida de fracciones.
- 3) Mezcla de sub – muestras pertenecientes a diferentes muestras.
- 4) Error de etiquetado, etc.

d) Por fraude o sabotaje. - El fraude o sabotaje no puede ser ignorado en un trabajo tal como este. Afortunadamente la fuente de este tipo de error puede ser prácticamente eliminada suprimiendo la operación manual sistemáticamente.

3.9. FUNDICIÓN DE MUESTRAS – ANÁLISIS FIRE ASSAY

Las muestras recibidas del área de preparación en un tamaño de malla 140 y una cantidad aproximada de 200 g. están listas para los procesos de fundición; en los cuales a través de fundentes y sometidos a altas temperaturas se logran recuperar los contenidos

de oro y plata que pudiesen haber en las muestras para su posterior determinación cuantitativa de estos contenidos de metales preciosos.

3.9.1. DESCRIPCIÓN.

El término “FIRE ASSAYING” es aplicado a la determinación cuantitativa de la cantidad de metal en un mineral, separado de impurezas por el proceso de fusión. FIRE ASSAY está especialmente adaptado a la determinación de metales nobles: Oro, Plata y del grupo del platino.

El método para análisis de oro y plata en muestras de mina (geoquímica), está basado en la extracción líquido – líquido a alta temperatura donde la muestra es fundida con una mezcla de óxido de plomo y agentes reductores, para formar un botón de plomo (regulo) que colecte los metales preciosos. En la etapa de copelación la copela absorbe parte del plomo y otra es oxidada, liberando la perla Doré (Ag – Au); luego según la ley aproximada del mineral podemos derivar a dos métodos alternativos para el fin del análisis:

- Absorción Atómica; leyes bajas.
- Gravimetría; leyes altas.

3.9.2. PESADA Y PREPARACIÓN DE LA CARGA

Para preparar la carga, debemos previamente conocer el tipo de mineral que trataremos; si fuera el caso de un mineral concentrado, para el tratamiento se debe contar con un agente oxidante (KNO_2) el cual nos ayudará a obtener una buena carga de fusión por el grado de sulfuración de la muestra. Si fuera el caso de un mineral geoquímico oxidado, necesitaríamos de un agente reductor (harina) si fuera una muestra geoquímica sulfurada el tratamiento sería igual al de un mineral concentrado.

Una vez reconocido el tipo de mineral, pesamos la muestra en una bolsa y luego colocados en unos crisolas de arcilla, el peso de cada muestra va a depender del tipo de mineral que estamos analizando.

Agregamos el agente reductor u oxidante según sea el caso, la cantidad depende del peso del mineral; pesar luego el fundente respectivo y homogenizar la carga, para finalmente ingresar los crisoles al horno de fundición.

3.9.3. ETAPAS DE LA FUNDICIÓN.

Detallaremos a continuación las etapas que suceden en la fundición;

- a. El paso preliminar es el calentamiento de la carga, que provocara el inicio de la reducción de litargirio a plomo, así como la descomposición del nitrato, ver las reacciones del N° 1 al N° 4. Empieza así los primeros cambios de estado de algunos componentes.
- b. En esta segunda etapa se llevarán a cabo la mayoría de las reacciones y la fundición presentara un aspecto de agitación violenta.
El plomo reducido desde el litargirio debido al carbón o al azufre colecta las partículas de metales preciosos a través de toda la escoria debido a su peso específico. El carbonato de sodio y bórax reaccionan con los constituyentes ácidos básicos de la fundición y produce más escoria, ver reacciones del N° 5 al N° 14. En esta etapa se desarrolla gran cantidad de gases.
- c. La tercera etapa es conocida como un periodo de fundición quieta por solo tratarse de la formación mayoritaria de escoria con una buena fluidez, ver reacciones del N° 15 al N° 21 y de la formación del regulo (aleación de plomo más metales preciosos) que colectó todas las trazas de metales preciosos presentes en la muestra tratada.
Los crisoles son luego retirados del homo y movidos suavemente con un giro circular para coleccionar todo el regulo para posteriormente ser vaciado a la lingotera (moldes de fierro). El regulo frio debe sacarse de la lingotera y posteriormente llevarlo a la etapa de copelación.

3.9.4. REACCIONES EN EL PROCESO DE FUNDICIÓN

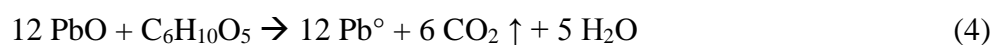
Definiremos las distintas reacciones que ocurren en esta etapa a las diferentes temperaturas de trabajo propias de la fundición:

a) Reacciones a 500° C:

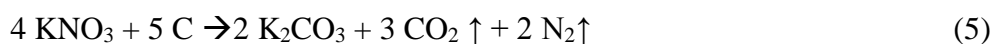
- Para muestras sulfuradas:

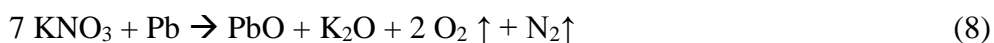
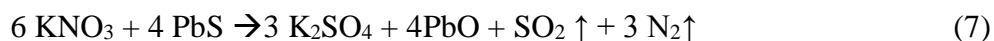
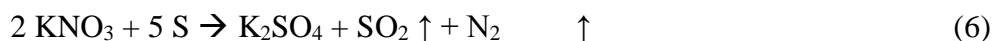


- Para muestras neutras y oxidantes agregamos harina:



- Para minerales con contenido de sulfuro agregamos nitrato de potasio:





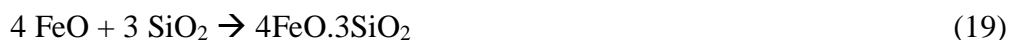
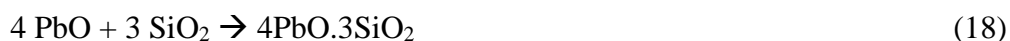
b) Reacciones a 550 °C:



c) Reacciones a 700° C para distintos minerales ensayados:



d) Reacciones a 852° C. aquí se podrá observar totalmente el comportamiento de cada uno de los fundentes:



e) Reacciones de 900 °C a 1000 °C, se dan formaciones de sesquisilicatos de excelente fluidez y de baja gravedad específica por lo que sobrenadarán en el crisol, y el botón de regulo por su alta gravedad específica decantará en el fondo del crisol de arcilla.

3.9.5. ESCORIFICACIÓN DE MUESTRAS ESPECIALES

Este análisis se realiza cuando el regulo presenta una dureza o una situación difícil o de quebrantamiento al amoldamiento cubico. La escorificación es un proceso de fusión oxidante que se efectúa en forma general en algunos de los siguientes casos.

- a) Disminución del tamaño del regulo.
- b) Reducción de más régulos en un único regulo producto de fusiones separadas.
- c) Eliminar impurezas del regulo como el fierro y el cobre muy comunes en concentrados y cementos de cobres.

La escorificación comienza agregando el regulo sucio al escorificador al cual envolvemos con una capa de bórax y un poco de sílice. Posteriormente colocamos el escorificador en el horno por un tiempo determinado, el punto final de la escorificación será cuando se note la desaparición del círculo brillante en el centro de la carga.

Retiramos el escorificador del horno, vertiendo el contenido en una lingotera en frio con la ayuda de una pinza y una comba formamos un cubo metálico.

3.10. REACTIVOS USADOS EN ENSAYOS AL FUEGO

3.10.1. FUNDENTE.

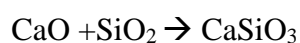
Para efectuar un buen análisis es necesario adicionar a la muestra una serie de reactivos en proporciones adecuadas y establecidas de modo tal que permita obtener tanto una escoria adecuada como un peso de régulo de plomo especifico. El fundente usado bajo especificaciones de ACTLABS, está compuesto por los siguientes reactivos:

- a) **Sílice.**- Sílice, SiO₂, reactivo ácido.

Peso molecular = 60 g/mol

Punto de fusión = 1750°C

La sílice es un reactivo ácido y el más fuerte de los utilizados en los análisis al fuego. Se combina con los óxidos de metales para formar silicatos, los cuales son la base de casi todas las escorias.



Debido a su propiedad ácida, también es útil para proteger los crisoles de la acción corrosiva del litargirio.

b) Bórax.- Bórax vidrioso, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, o expresado como $\text{Na}_2\text{O} : 2\text{B}_2\text{O}_3$, tetraborato de sodio anhidro fundido.

Peso molecular = 202 g/mol

Punto de fusión = 742 °C

El bórax vidrioso es un fundente ácido rápidamente fundible que se obtiene al fundir el bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) para que desprenda sus moléculas de agua de cristalización, posteriormente enfriándolo y aplastando el residuo vidrioso solidificado.

El bórax se utiliza mucho en casi en todos los análisis con crisoles por dos razones principales:

1. El bórax se funde a una temperatura relativamente baja y, por ello, reduce de forma apreciable la temperatura para la formación de escoria. Además, ayuda a facilitar la formación de escoria de la muestra de mena.
2. El bórax disuelve excelentemente los óxidos metálicos durante el proceso de fundición. Al rojo vivo, se vuelve un ácido fuerte y disuelve casi todos los óxidos metálicos (tales como el Al_2O_3 , FeO y Cr_2O_3), así como la tierra alcalina (tales como CaCO_3 , MgCO_3 y SrCO_3). Es considerado uno de los mejores fundentes de la alúmina.

Con frecuencia, el bórax se agrega como una capa de protección para minimizar la pérdida mecánica debido a la expectoración por el escape rápido de los gases generados.

c) Carbonato de Sodio.- Carbonato de sodio, anhidro, Na_2CO_3 , también conocido como ceniza de sodio.

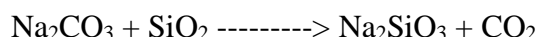
Peso molecular = 106 g/mol

Punto de fusión = 852 °C

Es un fundente básico potente y el reactivo más económico que se utiliza para los análisis con crisoles. Es muy líquido en su estado fundido, por ello, puede mantener en suspensión una gran cantidad de material finamente molido; es preferible almacenar la ceniza de sodio en envases herméticos pues tiende a absorber la humedad del aire.

Se funde sin descomposición considerable a 852 °C - 950 °C sufre una ligera disociación formando una pequeña cantidad de dióxido de carbono. La parte esencial del reactivo carbonato de sodio en el proceso de fundición es la base Na_2O , la cual

reacciona con la sílice disponible para formar silicatos de sodio (escoria) y desprender gas CO₂ en el proceso. A continuación se muestra una reacción típica como ejemplo:



Estos silicatos se funden muy bien y disuelven otros óxidos para formar silicatos complejos. La adición de bórax reducirá aún más la temperatura de fusión de la mezcla. Al tener facilidad para formar sulfatos y sulfuros alcalinos, también ácida, hasta cierto punto, como un agente oxidante y desulfurante.

d) Litargirio.- Litargirio, PbO, óxido de plomo

Peso molecular = 223 g/mol

Punto de fusión = 883 °C

El litargirio es un fundente básico que se funde rápidamente. También actúa como un agente oxidante y desulfurante. Incluso el litargirio libre de plata podría contener aun trazas de este elemento. En el caso de trabajos críticos, debe analizar cada nuevo lote de litargirio para determinar la cantidad de plata antes de su aprobación para utilización en el laboratorio.

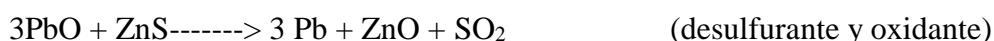
En una fundición en crisoles, se utiliza el litargirio con dos propósitos:

- 1) Para proporcionar los glóbulos de plomo metálico a través del proceso de reducción por un agente reductor, el cual se alea con y colecta los metales preciosos de una muestra de mena.
- 2) Para formar escoria con los fundentes ácidos. Las temperaturas de fusión de diversos silicatos de plomo son menores que las de los silicatos de sodio, es por ello que se agrega el litargirio a casi todos los análisis con crisoles.

Ejemplo del litargirio cuando actúa como fundente básico:



Ejemplo del litargirio cuando actúa como agente desulfurante:



Ejemplo del litargirio cuando actúa como agente oxidante, el cual oxidará los sulfuros metálicos, carbono, azufre y hierro:



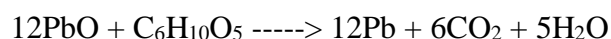
El litargirio tiene una gran afinidad por la sílice. Si no hay suficiente sílice en la carga para fundición en el crisol, el litargirio atacará el material ácido del crisol, y si se consume una cantidad suficiente de material ácido del crisol, se podría formar un agujero en él crisol.

e) Reactivo Reductor.

Harina.- Harina, $C_6H_{10}O_5$

$$\text{Peso Molecular} = 162 \text{ g/mol}$$

La harina es un agente reductor debido al carbono que contiene. Se utiliza con frecuencia en los análisis con crisoles debido a su bajo costo y fácil obtención. Su uso más común es para la reducción del litargirio para formar el régulo (Temperatura de inicio desde 500 °C a 550 °C) La ecuación para esta reacción es la siguiente:



f) Reactivo Oxidante.

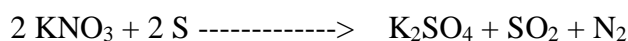
Nitrato de potasio.- Nitrato de potasio, KNO_3 comúnmente conocido como Nitro.

$$\text{Peso molecular} = 101 \text{ g/mol}$$

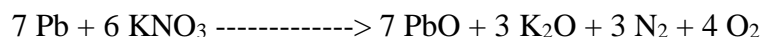
$$\text{Punto de fusión} = 339 \text{ °C}$$

El nitrato de potasio es un agente oxidante potente que se utiliza en los análisis en crisoles para oxidar el azufre y muchos metales (plomo, cobre, etc.) Se utiliza especialmente para oxidar sulfuros, arseniuros y antimoniuros.

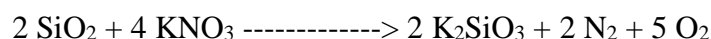
Veamos un ejemplo del nitro como un agente oxidante que reacciona con el azufre:



Veamos un ejemplo del nitro como un agente oxidante que reacciona con un metal:



Cuando el nitro se funde solo, es estable hasta que se alcanza una temperatura de 400 °C luego comienza a descomponerse, desprendiendo oxígeno y nitrógeno. El K_2O formado actúa como un fundente básico tal como se muestra en la siguiente reacción:



Se debe tener en cuenta que, cuando se utiliza el nitro, éste tiene un efecto oxidante sobre la plata, Además se debe tener cuidado cuando se utilicen grandes cantidades de nitro

pues el desarrollo de gases a partir de la reacción podría producir ebullición en la carga del crisol.

3.11. COPELACIÓN

La etapa de copelación tiene por objeto la oxidación del regulo (aleación de plomo y metales preciosos) en un horno de copelación a una temperatura elevada; obteniéndose un botón que es una aleación llamada doré (metales preciosos), de acuerdo a:

- a. Para comenzar la etapa previamente calentamos las copelas limpias y enumeradas a temperatura de 950 °C por 20 minutos.
- b. Colocamos los régulos en las copelas calientes y se cierra la puerta del horno a una temperatura de copelación (950 °C)
- c. La temperatura elevada va a evitar que el plomo ya fundido se enfríe y con ello forma una capa de óxido infusible o comúnmente conocido como “congelado”.
- d. Una vez que el regulo está fundido se entreabre la puerta para dar ingreso al oxígeno.



- e. El litargirio obtenido es adsorbido por la copela por atracción capilar, y los otros metales bases con infusibles a esta temperatura y no adsorbidas por la copela.
- f. Para finalizar la copelación el relampagueo es la señal final, retiramos y dejamos enfriar para posteriormente pesar.

3.11.1. ADICIÓN DE PLATA PARA LA COPELACIÓN

Esta operación consiste en agregarle plata químicamente pura a los análisis de oro (muestras de exploración), porque las aleaciones de oro y plata no llegan a una relación adecuada de separación ácida (nítrica o sulfúrica) la cual debe estar dada por una relación mayor a 1:3 respectivamente. Una relación menor evitaría una separación de los metales preciosos, el agregar el exceso de plata se puede dar tanto en el fundente como en el regulo al empezar la copelación.

3.12. SEPARACIÓN O PARTICIÓN.

El oro obtenido de las muestras fundidas es separado de la plata y finalmente digerado con la finalidad de ser analizado en los equipos de absorción y poder tener un valor cuantificado del oro presente en cada una de las muestras analizadas.

En esta parte, dependiendo de la ley del mineral, podemos terminar el análisis, según los siguientes métodos:

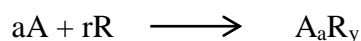
- Gravimetría; leyes altas.
- Absorción Atómica; leyes bajas.

a) Gravimetría.

El término gravimétrico se refiere a una medida de pesada, y un método gravimétrico es un método en el análisis se determina pesando.

Se puede distinguir dos tipos de análisis gravimétricos. En el primero de ellos la sustancia a determinar es separada de los demás constituyentes de la muestra al formarse un precipitado insoluble; el análisis se completa determinando el peso de este precipitado, o el de alguna sustancia formada a partir de él, debidamente tratado. El segundo utiliza la propiedad de la volatilidad, aquí la sustancia a determinar se separa por destilación; el producto puede ser recogido y pesado, o puede medirse la pérdida de peso de la muestra como resultado de la destilación. De los dos métodos el de precipitación es el más utilizado.

Un método de análisis gravimétrico por lo general se basa en una reacción química como esta.



Donde a son las moléculas de analita A, que reacciona con y moléculas de reactivo R.

El producto, A_aR_y es por regla general una sustancia débilmente soluble que se puede pesar después de secarla, o que se puede calcinar para formar otro compuesto de composición conocida y después pesarlo.

b) Absorción Atómica.

El equipo de absorción atómica trabaja en base a la espectrofotometría, que se refiere al uso de la luz para medir las concentraciones de sustancias químicas.

3.12.1. SEPARACIÓN DE LA PLATA CON ACIDO NÍTRICO Y MEDICIÓN DEL ORO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

Para este caso la separación de la plata se realiza, agregando ácido nítrico diluido y calentarlo a baja temperatura durante un corto tiempo hasta que la plata se disuelva completamente, (Ver Reacción N° 24), el oro quedará libre.

Para cuantificar el oro procedemos a realizar la disgregación del mismo en tubos aforados agregando ácido clorhídrico concentrado (Ver Reacción N° 23). Luego de disgregar el oro, aforamos y homogenizamos la solución, finalmente se cuantifica en el equipo de absorción atómica.

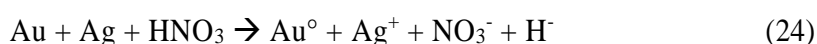
Reacción involucrada:



3.12.2. SEPARACIÓN DE LA PLATA CON ACIDO NÍTRICO Y MEDICIÓN DEL ORO POR GRAVIMETRÍA

Después de colocar el botón de dore (oro + plata) laminado en un crisol de porcelana. Agregamos un volumen adecuado de ácido nítrico diluido, calentamos a baja temperatura durante un tiempo. La operación continua con la decantación del oro con ayuda de una bagueta inclinamos el crisol y retiramos la solución nitrato de plata.

Agregamos luego una solución de ácido nítrico concentrado calentamos a una mayor temperatura, ocurre la siguiente reacción:



Terminado un tiempo procedemos a eliminar la solución de plata, al botón de oro lavamos con agua y con hidróxido de amonio. El crisol con el botón de oro se seca y calcina. Se deja enfriar para finalmente pesarlo.

3.12.3. CÁLCULOS DE LAS LEYES DEL ORO Y LA PLATA

3.12.3.1. Calculo de la Ley del Oro

a) Calculo para el Oro por pesada

$$Au_1 = \frac{P_1 * 1000}{P} \quad (\alpha)$$

$$Au_2 = \frac{P_1 * 29,1667}{P} \quad (\beta)$$

Donde:

Au1 : Contenido de oro en gramos por tonelada métrica (ppm)

Au2 : Contenido de oro en onzas por toneladas cortas (Oz/tc)

P1 : Peso del botón de oro en miligramos.

P : Peso de la muestra utilizada en gramos

b) Cálculo para el Oro por Absorción Atómica

$$Au_3 = \frac{V * (Lect - Lect\ bk) * 1000 * Fd}{P} \quad (\gamma)$$

Donde:

Au3 : Contenido de oro en ppm

V : Volumen de fiola leída en mililitros

Lect : Lectura de la solución por absorción atómica en ppm

Lect bk : Lectura de la solución en blanco por absorción atómica en ppm

P : Peso de la muestra en gramos

Fd : Factor de dilución, el cual depende del volumen finalmente leído.

3.12.3.2. Cálculo de Leyes de la Plata

a) Cálculo para la Plata por pesada

$$Ag_1 = \frac{(P_3 - P_2 - P_1) * 1000 * Fa}{P} \quad (\delta)$$

$$Ag_2 = \frac{(P_3 - P_2 - P_1) * 29,1667 * Fa}{P} \quad (\epsilon)$$

Donde:

Ag1 : Contenido de plata en gramos por tonelada métrica (ppm)

Ag2 : Contenido de plata en onzas por toneladas cortas (Oz/tc)

P1 : Peso del botón de oro en miligramos

- P2 : Peso del blanco fundente en miligramos
- P3 : Peso del botón de dore en miligramos
- P : Peso de la muestra utilizada en gramos
- Fa : Factor de ajuste, es obtenido a partir del peso de la plata pesada para el título

b) Cálculo para la Plata por Absorción Atómica

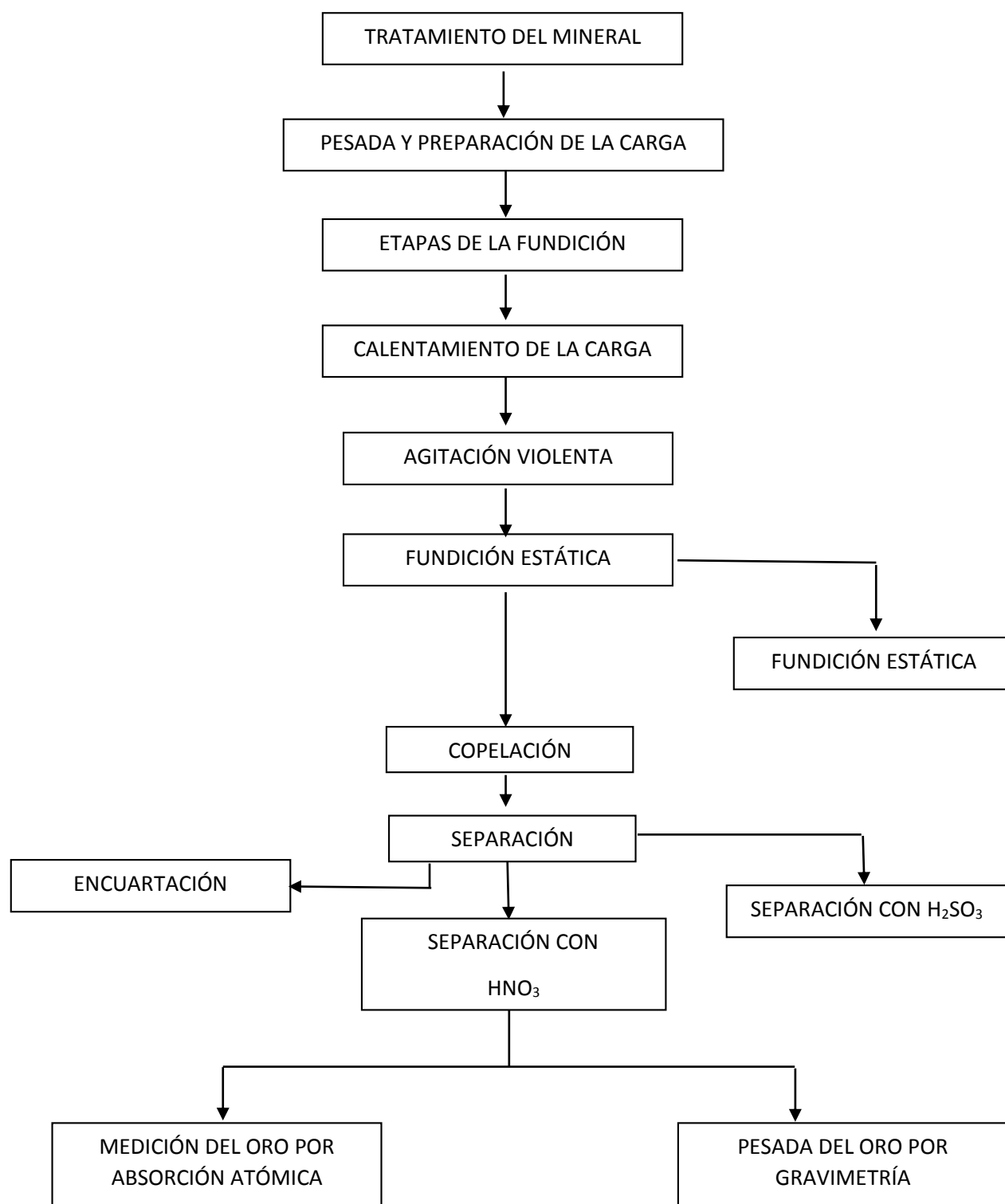
$$Ag_3 = \frac{V*(Lect-Lect bk)*0,001*F}{P} \quad (\theta)$$

Donde:

- Ag₃ : Contenido de plata en ppm
- V : Volumen de fiola leída en mililitros
- Lect : Lectura de la solución por absorción atómica en ppm
- Lect bk : Lectura de la solución en blanco por absorción atómica en ppm
- P : Peso de la muestra en gramos
- F : Factor de dilución

El factor de dilución es obtenido de la relación a partir de la dilución de la solución y viene dado por el volumen final de la fiola aforada para la nueva lectura y la alícuota tomada del volumen anteriormente leído.

Diagrama 1: Descripción del Proceso de Ensayo al Fuego



Fuente: Manual de Procedimientos 2000 Minlab – Lima

3.13. ABSORCIÓN ATÓMICA

3.13.1. DESCRIPCIÓN DE LA FASE DE ANÁLISIS

El equipo de absorción atómica trabaja en base a la espectrofotometría, que se refiere al uso de la luz para medir las concentraciones de sustancia química. Las ondas de la luz están constituidas por campos eléctricos y magnéticos oscilante, perpendiculares entre sí.

La característica de interés en las medidas por Absorción Atómica es la cantidad de luz a la longitud de onda resonante la cual es absorbida cuando la luz pasa a través de una nube atómica. Conforme el número de átomos se incrementa en el paso de luz, la cantidad de luz absorbida se incrementará en una forma predecible. Midiendo la cantidad de luz absorbida, una determinación cuantitativa de la cantidad del elemento analizado presente puede ser realizada. El uso de fuentes especiales de luz y la cuidadosa selección de la longitud de Onda permiten la determinación cuantitativa específica de elementos individuales en presencia de otros.

La absorción de luz por medio de átomos brinda una herramienta analítica poderosa para los análisis cuantitativos y cualitativos. La espectroscopia de absorción atómica se basa en el principio que los átomos libres en estado fundamental pueden absorber la luz a una cierta longitud de onda, la absorción es específica, por lo que cada elemento absorbe a longitudes de onda únicas. La espectroscopia de la absorción atómica es una técnica analítica aplicable al análisis de trazas de elementos metálicos en minerales, muestras biológicas, metalúrgicas, farmacéuticas, aguas alimentos y medio ambiente.

Las unidades de longitud de onda en la porción visible del espectro son nanómetros ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$).

3.13.2. PRINCIPIOS DE LAS TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN ABSORCIÓN ATÓMICA.

a) Análisis cuantitativo por absorción atómica.

La luz a la longitud de onda de resonancia de intensidad inicial, I_0 , es enfocada sobre la llama que contiene átomos en estado fundamental. La intensidad de inicial de luz es disminuida en una cantidad determinada por la concentración de los átomos en la llama. La luz luego es dirigida sobre el detector, donde la intensidad disminuida, I , es medida. La cantidad de luz absorbida es determinada comparando I con I_0

La transmitancia se define como la razón de la intensidad final y la intensidad inicial.

Distintos términos afines son empleados para definir la cantidad de luz absorbida que ha tenido lugar. La Transmitancia es definida como la razón de la intensidad final a la intensidad inicial.

$$T= I/I_0$$

La Transmitancia es una indicación de la fracción de la luz inicial que pasa a través de la llama para incidir en el detector. El porcentaje de transmisión es simplemente la transmitancia expresada en términos porcentuales.

$$\%T=100 \times I/I_0$$

El Porcentaje de absorción es el complemento del porcentaje de transmisión y define el porcentaje de la luz inicial la cual es absorbida en la llama

$$\%A=100-\%T$$

Estos términos son fáciles de visualizar sobre una base física. El cuarto término, absorbancia, es una expresión puramente matemática.

$$A=\log(I_0/I)$$

La absorbancia es el término más conveniente para caracterizar la absorción de luz en espectrofotometría de absorción, ya que esta cantidad muestra una relación lineal con la concentración. La Ley de Beer define esta relación:

$$A=abc$$

Donde A es la absorbancia; a es el coeficiente de absortividad constante que es característica de las especies absorbidas a una longitud de onda específica; b es la longitud del paso de luz ocupado por la celda de absorción. Y c es la concentración de las especies absorbantes en la celda de absorción. Esta simple ecuación establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de especies absorbidas para un grupo de condiciones instrumentales dadas.

Esta conducta de proporcionalidad directa entre la absorbancia y la concentración es observada en absorción atómica. Cuando la absorbancia de las soluciones patrón que contienen concentraciones conocidas del analito se miden y se grafican los resultados de las absorbancias. En la región en la cual la relación con la ley de Beer es observada, la calibración produce una línea recta. Conforme se incrementan la concentración y la absorbancia, comportamientos no ideales de los procesos de absorción puede causar una desviación en el desarrollo de la línea recta, como se muestra.

Luego de que se ha establecido tal curva de calibración, se puede medir la absorbancia de soluciones de concentraciones desconocidas y su concentración directamente de la curva de calibración. En instrumentación moderna, la calibración puede ser hecha en el instrumento para dar una lectura directa de la concentración desconocida. Desde el advenimiento de las microcomputadoras, la calibración precisa, incluso en una región no lineal, es simple.

b) Concentración característica y límites de detección.

La concentración característica y el límite de detección son términos que describen características de funcionamiento del instrumento para un elemento analito. Mientras ambos parámetros dependen en la absorbancia observada para el elemento, cada uno define una especificación diferente de funcionamiento, y la información a ser obtenida de cada término es diferente.

c) Concentración característica

La “Concentración Característica” (algunas veces llamada “sensibilidad”) es una convención para definir la magnitud de la señal de absorbancia la cual será producida por una concentración dada del analito. Para absorción atómica de flama, este término es expresado como la concentración de un elemento en miligramos por litro (mg/L) requerido para producir una señal de absorción de 1% (absorbancia 0.0044).

$$\text{Concentración Característica (mg/L)} = \frac{\text{Concentración del Estándar (mg/L)} \times 0.0044}{\text{Absorbancia medida}}$$

Mientras que las mediciones son realizadas en la región lineal de trabajo, la concentración característica de un elemento puede ser determinada por la lectura de la absorbancia producida por una concentración conocida del elemento y utilizando la ecuación anterior. Existen muchas razones prácticas para querer saber el valor de la concentración característica para un elemento. Conocer la concentración característica permite al operador determinar si todas las condiciones instrumentales están optimizadas y si el instrumento está funcionando como lo requieren las especificaciones simplemente midiendo la absorbancia de una concentración conocida y comparando los resultados con el valor esperado. Un valor conocido de la concentración característica también permite predecir el rango de absorbancia que será observado desde un rango de concentración conocida o para determinar el rango de concentración que podrá producir óptimos niveles de absorbancia.

d) Límites de Detección

Debe notarse que, mientras la magnitud de la señal de absorbancia puede ser predicha del valor dado de la concentración característica, no se ha notificado ninguna información acerca de cómo pueden ser medidas las señales de absorbancia pequeñas. Por lo tanto, no es posible predecir la concentración mínima medible desde un valor de concentración característica conocido. Para determinar esta cantidad, se debe considerar más información acerca de la naturaleza de la señal de absorbancia a ser medida.

La medición de la cantidad de concentración más pequeña de un elemento será determinada por la magnitud de la absorbancia observada para el elemento (concentración característica) y la estabilidad de la señal de absorbancia. Una señal inestable o ruidosa hace más difícil distinguir pequeños cambios en la absorbancia observada la cual se debe a diferencias en pequeñas concentraciones, desde aquellas variaciones al azar debidas a una línea base ruidosa.

3.13.3. COMPONENTES BÁSICOS DE UN ESPECTROFOTÓMETRO.

Para comprender como trabaja el espectrofotómetro de absorción atómica, déjenos construir uno pieza por pieza. Todo espectrofotómetro de absorción atómica debe tener componentes que cumplan íntegramente los requerimientos básicos los cuales son:

- Una fuente de luz
- Una celda de muestreo
- Medio de medición de luz específico.

Se necesita una fuente de luz que emita las líneas atómicas características del elemento a ser determinado. La fuente más ampliamente utilizada es la lámpara de cátodo hueco. Estas lámparas están diseñadas para emitir el espectro atómico de un elemento en particular, y se seleccionan lámpara específica para el uso dependiendo del elemento a ser determinado.

También se requiere que la radiación de la fuente sea modulada (Encendida y apagada rápidamente) para suministrar una forma de amplificar selectivamente la luz de la lámpara de la fuente e ignorando la emisión la llama de la celda. Esto puede lograrse con un modulador rotatorio localizado entre la fuente y la llama, o pulsando el voltaje de la fuente.

Las consideraciones especiales son también requeridas por la celda de muestreo de absorción atómica. El vapor atómico debe ser generado en el paso del rayo de luz de la

fuente. Esto se obtiene generalmente introduciendo la muestra en un sistema quemador o en un horno eléctricamente calentado que se encuentre alineado en el paso de la óptica del espectrofotómetro.

Algunos componentes son requeridos para mediciones de luz específica. Se utiliza un monocromador para dispersar las distintas longitudes de onda de la luz que es emitida de la fuente y separa la línea particular que se emplea para este fin. La selección de una fuente específica y una longitud de onda particular de aquella fuente es lo que permite la determinación de un elemento seleccionado en presencia de otros.

La longitud de onda aislada por el monocromador incide directamente sobre el detector, el cual sirve de ojo al instrumento. Este es normalmente un tubo fotomultiplicador, el cual produce una corriente eléctrica dependiendo de la intensidad de la luz incidente. La corriente eléctrica del fotomultiplicador es luego amplificada y procesada por la electrónica del instrumento para producir una señal la cual es una medida de la atenuación de la luz que ocurre en la celda de muestreo. Esta señal puede ser posteriormente procesada para producir una lectura en el instrumento dada directamente en unidades de concentración.

3.13.4. FUENTE DE LUZ

Un átomo absorbe luz de longitudes de onda muy discretas. Para poder medir esta absorción de bandas tan angostas con el máximo de sensibilidad es necesario utilizar una fuente de línea, la cual emita longitudes de onda muy específicas que puedan ser absorbidas por el átomo. Las fuentes de línea muy estrechas no solo producen alta sensibilidad, sino que también hacen de la absorción atómica sea una técnica analítica muy específica con pocas interferencias espectrales. Las dos fuentes de línea más comunes utilizadas en absorción atómica son la “lámpara de cátodo hueco” y la “lámpara de descarga sin electrodo”.

3.13.5. LÁMPARA DE CÁTODO HUECO

La lámpara de cátodo hueco es una excelente y brillante línea de energía discreta para la mayoría de los elementos determinables por absorción atómica. El cátodo de la lámpara es un cilindro hueco del metal catodizado cuyo espectro será producido. El Cátodo y el ánodo están en un cilindro de vidrio sellado y lleno de neón o argón a baja presión. Al extremo del cilindro se ha fundido una ventana transparente a la radiación emitida.

Las lámparas de cátodo hueco tienen un tiempo de vida perecible. Cuando la presión de gas decrece, la eficiencia del desalojo y de la excitación de los átomos de metal también decrece, reduciendo la intensidad de emisión de la lámpara. Para prolongar el tiempo de vida de la lámpara de cátodo, algunos fabricantes producen lámparas con volúmenes internos mayores de modo que una mayor provisión de gas a presión óptima sea disponible.

El proceso de desalojo puede remover algunos de los átomos de metal desde la vecindad del cátodo y puede ser depositado en cualquier parte. Las lámparas para metales volátiles como el arsénico, selenio y cadmio son más propensas a la vaporización del cátodo durante su uso. Mientras la pérdida de metal desde el cátodo a corrientes de operación normal (usualmente de 5-25 miliamperios) normalmente no afecta el funcionamiento de la lámpara, los átomos de gas pueden ser atrapados durante el proceso de deposición de metal que afecta el tiempo de vida de la lámpara. Las lámparas que son operadas a corrientes muy elevadas pueden sufrir la reducción del tiempo de vida debido al agotamiento del elemento analizado desde el cátodo.

Algunos materiales del cátodo pueden envolver lentamente al hidrógeno cuando se calientan. Como la concentración de hidrógeno en el gas se incrementa, una emisión continua de fondo contamina la pureza de la línea del espectro del elemento, resultando una reducción de la sensibilidad de la absorción atómica y una linealidad de calibración pobre. Para eliminar estos problemas, muchas lámparas de cátodo hueco modernas tienen un getter de Tantalio sobre el ánodo que absorbe irreversiblemente el hidrógeno involucrado cuando la lámpara opera.

El cátodo de la lámpara de cátodo hueco es usualmente construido de un metal altamente puro lo que resulta en un espectro de emisión muy puro del material del cátodo. Es posible, algunas veces, sin embargo, construir un cátodo de la aleación de varios metales. La lámpara multielemento de cátodo hueco resultante dará un mejor funcionamiento para un solo elemento o con algunas combinaciones, puede ser utilizada como una fuente para todos los elementos contenidos en la aleación del cátodo. Sin embargo, no todos los metales pueden ser utilizados en combinación con otros debido a las limitaciones metalúrgicas o espectrales.

Se debe tener especial consideración antes de utilizar una lámpara multielemento debido a que pueden presentarse complicaciones analíticas. A menudo, la intensidad de emisión para un elemento en una lámpara multielemento no es tan alta como la que se observa

para el mismo elemento en una lámpara de un solo elemento. Esta pérdida de intensidad podría ser una desventaja muy seria en aplicaciones donde se requiere alta precisión y bajos límites de detección. El incremento en la complejidad espectral de las lámparas multielemento puede requerir longitudes de onda alternas o aperturas espectrales más estrechas, que también pueden afectar adversamente la sensibilidad o el ruido de la línea base.

Cada lámpara de cátodo hueco tendrá una corriente particular para funcionamiento óptimo. En general, la corriente continua alta producirá una emisión más brillante y menor ruido en la línea base. La corriente continua incrementada, sin embargo, puede acortar el tiempo de vida de la lámpara y puede ocurrir un ensanchamiento en la línea espectral, resultando una reducción en sensibilidad y rango de trabajo lineal. La corriente específica recomendada para cada lámpara usualmente será provista de la mejor combinación, tiempo de vida de la lámpara y funcionamiento. Para análisis exigentes que requieran las características mejores posibles de señal a ruido, pueden utilizarse corrientes mayores para la lámpara, hasta el valor máximo posible. Las corrientes más bajas de la lámpara pueden ser utilizadas con los análisis menos exigentes para prolongar la vida de la lámpara.

3.13.6. LÁMPARA DE DESCARGA SIN ELECTRODO

Para muchos elementos, la lámpara de cátodo hueco es una fuente completamente satisfactoria para absorción atómica. En pocos casos, sin embargo, la calidad del análisis se deteriora por las limitaciones de la lámpara de cátodo hueco. Los casos principales involucran los elementos más volátiles donde la baja intensidad y el corto periodo de tiempo de la lámpara son un problema. La determinación de estos elementos de absorción atómica en estos casos puede casi siempre ser mejorada dramáticamente con el uso de un iluminador y fuentes más estables como la lámpara de descarga sin electrodo.

a) Ventajas

- Mayor intensidad
- Incremento de la linealidad
- Mejor sensibilidad
- Tiempo de vida largo

b) Desventajas

- Requiere calentamiento
- Puede requerir una fuente de poder separada
- Requiere un sistema óptico compatible con el tamaño de la imagen EDL para proveer un incremento total de la intensidad.

3.13.7. CONSIDERACIONES ÓPTICAS**a) Fotómetros**

La porción del sistema óptico de un espectrofotómetro de absorción atómica que conduce la luz desde la fuente al monocromador es conocida como fotómetro. En instrumentos de absorción atómica se utilizan usualmente tres tipos de fotómetros: de un sólo haz, de doble haz y lo que puede llamarse un solo haz compensado o pseudo doble haz.

b) Fotómetros de un sólo haz

Un instrumento típico de un solo haz para el análisis de varios elementos, consiste en variar fuentes de cátodo hueco, un divisor periódico, un atomizador y un espectrofotómetro de rejilla de difracción que utiliza un fotomultiplicador como transductor.

La ventaja principal de la configuración de un solo haz es que tiene menos componentes y es menos complicado que los diseños alternativos. Por lo tanto es más fácil de construir y menos caro que los otros modelos de espectrofotómetros. Con un sólo paso de luz y un número mínimo de componentes ópticos, los sistemas de un sólo haz usualmente dan mucha luminosidad. La principal limitación del fotómetro de un sólo haz es que no provee medios para compensar las variaciones del instrumento durante un análisis, como los cambios en la intensidad de la fuente. La variedad en la señal resultante puede limitar el desarrollo de capacidades de un sistema de un sólo haz.

Ventajas

- Más económico.
- Alto paso de luz.

Limitaciones

- Deriva.
- Necesidad de pre – calentamiento.

c) Fotómetros de doble haz

La configuración alterna de un fotómetro, conocido como doble haz utiliza ópticas adicionales para dividir la luz de desde la lámpara a un haz de muestra (dirigido a través de una celda de muestra) y un haz de referencia (dirigido alrededor de la celda de muestra). En el sistema de doble haz, el haz de referencia sirve como un monitor de la intensidad de la lámpara y la respuesta característica del circuito electrónico común. Por lo tanto, la absorbancia observada, determinada desde un cociente de haz de muestra y lecturas de haz de referencia, se encuentra más libre de efectos debido a corrientes de intensidad llevadas y otras anomalías electrónicas que afectan similarmente a ambos haces de muestra y de referencia.

Los modernos espectrómetros de absorción atómica son con frecuencia altamente automáticos. Ellos pueden cambiar lámparas automáticamente, resetear parámetros del instrumento, e introducir muestras para un análisis de multielemento. La tecnología de doble haz, que compensa automáticamente a la fuente y la electricidad, permite a estos instrumentos cambiar lámparas y empezar un análisis inmediatamente con poco o nulo precalentamiento de lámpara para varios elementos. Esto no solo reduce el tiempo de análisis si no que prolonga el tiempo de vida de la lámpara, debido a que el tiempo para calentamiento ha sido eliminado. Incluso con los análisis manuales, la habilidad de instalar una lámpara o encender el instrumento y empezar un análisis casi inmediatamente es una ventaja decidida para sistemas de doble haz.

Los fotómetros de doble haz, desvían algunas fuentes de energía del haz de muestra para crear el haz de referencia. Ya que es la razón de la señal de ruido del haz de muestra la que determina el desarrollo del análisis, los instrumentos de doble haz usualmente dedican un porcentaje más alto de la fuente de emisión al haz de muestra que al haz de referencia. Por ejemplo, un sistema moderno de doble haz que utiliza un divisor de haz para generar haz de muestra y de referencia puede utilizar 75% de la emisión de la fuente para la medición de la muestra y solo 25% para la medición de referencia. Utilizando estas técnicas, los instrumentos modernos de doble haz ofrecen virtualmente la misma señal - ruido que un sistema de doble haz mientras se goza de los beneficios de la velocidad y automatización y operatividad simple.

Ventajas

- Corrección automática de las fluctuaciones de la intensidad de la fuente
- Mayor estabilidad de la línea base
- No es necesario pre-calentar la lámpara

Desventajas

- Más caro
- Menor paso de luz

d) Sistema óptico y monocromador.

Como se dijo previamente, un factor importante para determinar el ruido de la línea base en instrumentos de absorción atómica es la cantidad de energía de luz que alcanza el fotomultiplicador (PMT). La intensidad de la lámpara es optimizada para ser tan brillante como sea posible mientras se evite los problemas de ensanchamiento de línea. El impacto de los fotómetros con sistemas de haz simple y doble haz han sido discutidos anteriormente. Pero el impacto de los otros componentes también debe ser considerado para determinar las capacidades del sistema óptico completo.

La luz de la fuente debe ser enfocada en la celda de muestra y dirigida al monocromador, donde las longitudes de onda de luz son dispersadas y la línea analítica de interés está enfocada en el detector. Alguna energía se pierde en la superficie de la óptica en el camino. Los espejos al frente, altamente reflectivos, pueden ser utilizados para controlar el enfoque en la fuente y el campo de vista del detector de luz precisamente y con mínima pérdida de luz. Alternativamente, el enfoque puede cumplirse mediante la refracción en vez de la reflexión utilizando un sistema de lentes. Ya que el largo focal de un lente varía con la longitud de onda, ópticas adicionales (que pueden además reducir la energía) puede utilizarse o ajustes ópticos complejos para obtener el enfoque apropiado sobre el rango completo de espectros para absorción atómica.

Debe tenerse especial cuidado en el monocromador para evitar la pérdida de luz excesiva. La dispersión de la longitud de onda se logra con un grating, una superficie reflexiva dirigida con muchas líneas paralelas muy cerca una de la otra. La reflexión de esta superficie genera un fenómeno de interferencia conocido como difracción, en el cual longitudes de onda de luz diferentes divergen del grating a diferentes ángulos. La luz de la fuente ingresa al monocromador por la entrada del slit y es dirigida al Grating donde

toma lugar la dispersión. Las longitudes de onda de luz divergentes son dirigidas hacia el slit. Ajustando el grating se puede permitir el paso de una línea de emisión seleccionada de la fuente a través del slit y caer sobre el detector. Todas las otras líneas están bloqueadas desde la salida.

El ángulo de dispersión hacia el grating puede controlarse por la densidad de las líneas en el grating. La dispersión más alta dará líneas de densidad mayor, más líneas/mm. La Dispersión alta es importante para mejorar la eficiencia en la energía del monocromador.

La imagen de la fuente concentrada en la entrada del slit y con las líneas de dispersión a la salida del slit se muestra para ambos, grating de baja dispersión y alta dispersión. Para aislar una línea de las demás, es necesario utilizar una salida de slit más estrecha, en el ejemplo de dispersión baja, que es la requerida en el caso de la alta dispersión. La práctica de un buen diseño de óptica dicta que la entrada y salida de los slits son de tamaño similar. El uso de entradas de slit más amplias sobrellenara el grating con la imagen de la fuente, mientras el uso de entradas de slit más pequeñas restringe la cantidad de luz entrante al monocromador. Ambos reducen la cantidad de energía disponible en la salida del slit. Para un grating de baja dispersión, esto significa que el tamaño de la entrada del slit del monocromador es limitada al tamaño angosto requerido por la salida del slit para excluir las líneas cercanas. Así, mucha de la energía disponible se evita desde cualquier entrada al monocromador. En contraste, la mayor separación de longitud de onda a condición del grating de alta dispersión permite el uso de slits más amplios, que utilizan más de la luz disponible sin sacrificios en la resolución.

Para una primera aproximación, la energía del monocromador es proporcional al área iluminada del grating e inversamente proporcional a la dispersión lineal recíproca. Para obtener los beneficios completos de la energía de alta dispersión, es necesario utilizar un grating con una superficie lo suficientemente amplia para capturar toda la luz de la imagen magnificada del slit. Los gratings amplios de calidad de la alta dispersión son difíciles y caros de hacer. Por lo tanto, el incentivo es mayor para aceptar gratings más pequeños con menos densidades de línea y dispersión más pobre para instrumentación de absorción atómica. Sin embargo, los mejores instrumentos toman ventaja de una salida superior de energía proporcionada por gratings más grandes.

3.13.8. ATOMIZADOR DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

La característica esencial que diferencia la espectroscopia atómica de la espectroscopia ordinaria es que la muestra, debe atomizarse. Esto se hace normalmente con una flama, con un horno calentado eléctricamente con un plasma de radio frecuencia. La sensibilidad y los efectos de interferencia que se observa en la espectroscopia atómica dependen de los detalles del método de calentamiento.

a) Sistema de pre mezcla y quemador

La celda de muestra, o atomizador, del espectrómetro debe generar los átomos en estado fundamental necesarios para que ocurra la absorción atómica. Esto involucra la aplicación de energía térmica para romper los lazos que mantienen los átomos unidos como moléculas. Mientras existen muchas alternativas, el atomizador más rutinario y ampliamente aplicado es la flama.

La Figura muestra una vista interna de un sistema quemador para absorción atómica. En este sistema de pre mezcla, la solución de muestra es aspirada a través de un nebulizador que genera un aerosol fino dentro de la cámara de mezcla del quemador. Aquí el aerosol de la muestra se mezcla con los gases combustibles y oxidantes y luego es llevado al cabezal del quemador, donde ocurre la combustión y atomización de la muestra.

El gas combustible es introducido a la cámara de mezcla a través de la entrada correspondiente y el oxidante entra a través del brazo lateral nebulizador. La mezcla de combustible y oxidante en la cámara del quemador elimina la necesidad de tener combustible/oxidante en las líneas de gas, un peligro potencial. En adición a la separación del combustible de las líneas de oxidante, es ventajoso tener una entrada auxiliar de oxidante directamente dentro de la cámara del quemador. Esto permite realizar el ajuste del flujo de oxidante a través de la línea auxiliar, la tasa de muestra tomada independientemente de la condición de la flama, y la necesidad de reajustar el nebulizador luego de cada ajuste de flujo oxidante es eliminada.

Sólo una porción de la muestra de solución introducida dentro de la cámara de quemador por el nebulizador es utilizada para análisis. Las finas gotas de la muestra, o aerosol, son llevadas con los gases de combustión al cabezal de quemador, donde toma lugar la atomización. El exceso de muestra es removido de la cámara de pre mezcla a través de un drenaje. El drenaje utiliza una trampa líquida para prevenir el escape de los gases de

combustión a través de la línea de drenaje. El interior de la cámara de combustión está cubierto con material plástico inerte y húmedo para librar al drenaje del exceso de muestra y prevenir el efecto memoria en la cámara de quemador. Un quemador de drenaje libre alcanza rápidamente el equilibrio, usualmente requiere menos de dos segundos para que la absorbancia responda totalmente a los cambios de la muestra.

b) Dispositivos de Impacto

La muestra en aerosol está compuesta de gotas de varios tamaños debido a que se rocían dentro de la cámara de mezcla. Tras ingresar la flama, el agua de estas gotas se vaporiza. El material sólido remanente debe ser vaporizado, y las uniones químicas rotas para crear átomos en estado basal. Donde el tamaño inicial de las gotas es mayor, el proceso de vaporización y atomización de la muestra es más difícil de completar en el corto tiempo en que la muestra está expuesta a la flama. La vaporización incompleta de la muestra y la atomización llevarán al incremento de la susceptibilidad a las interferencias analíticas.

Los dispositivos de impacto son utilizados para reducir el tamaño de las gotas y ocasionar la desviación de las gotas mayores del flujo de gas y removerlas del quemador a través del drenaje. Existen dos tipos de dispositivo de impacto utilizados usualmente, los impactbeads y los flow spoilers.

Los sistemas de Impactbead o bolas de impacto son normalmente utilizados para mejorar la eficiencia de la nebulización, el porcentaje de solución de muestra convertido en pequeñas gotas. El impactbead es normalmente un bead esférico de material de vidrio, sílica o cerámica. Los impactbead de vidrio o cuarzo pueden ser menos resistentes a la corrosión y pueden ocasionar mayores problemas de contaminación que los beads de cerámica químicamente inerte.

El impactbead se posiciona directamente en la salida del spray del nebulizador. El rocío de la muestra hace contacto con el impactbead a alta velocidad, ocasionando que algunas de las gotas mayores se rompan en pequeñas gotas. El diseño y la posición del impactbead son críticos para determinar que tan bien trabajará. Los sistemas de impactbead apropiadamente diseñados mejorarán la eficiencia de la nebulización y removerán muchas de las gotas mayores del rocío. Sin embargo, los impactbeads pobremente diseñados o posicionados, tendrán poco o ningún efecto en la eficiencia de la nebulización y pueden ser muy ineficientes removiendo gotas mayores de rocío. El incremento en la

población de gotas mayores en el rocío creará efectos indeseables, incluyendo precisión pobre e incremento de interferencias. Adicionalmente, los sistemas de quemador que utilizan impactbeads pueden tener problemas de memoria con altas concentraciones de solución o soluciones con alto contenido de sólidos disueltos.

La calidad de un sistema de impactbead puede frecuentemente ser determinado por el incremento en la sensibilidad que suministra a los elementos seleccionados. Un sistema pobremente diseñado suministrará sensibilidad mejorada para elementos fáciles de atomizar simplemente debido a que se transporta mayor cantidad de muestra a la flama y menos al drenaje. Sin embargo, normalmente habrá poca o ninguna mejora en la sensibilidad para elementos menos fáciles de atomizar. Un sistema de impactbead apropiadamente diseñado suministrará eficiencia mejorada en la nebulización y sensibilidad mejorada para todos los elementos.

Los Flow Spoilers normalmente no mejoran la eficiencia en la nebulización. El uso principal de un flow spoiler es para remover el remanente de gotas mayores del aerosol de la muestra. Los flow spoilers utilizados en los sistemas quemadores de absorción atómica normalmente están situados entre el nebulizador y el cabezal de quemador. Usualmente tienen tres o más aspas construidas o cubiertas de material resistente a la corrosión. Las gotas más pequeñas son transportadas a través de áreas abiertas entre las paletas mientras las más grandes contactan las paletas y son removidas del aerosol.

Para análisis de rutina de absorción atómica donde la sensibilidad máxima no es requerida, el uso de solo un flow spoiler eficiente suministrará la estabilidad requerida para el análisis y libertad de interferencia. Un sistema quemador optimizado para sensibilidad máxima y rendimiento debe incluir ambos un impactbead de nebulización altamente eficiente y un flow spoiler eficiente.

c) Nebulizadores, Cabezales de Quemador y Sistemas de Ensamblaje.

Algunos factores importantes se deben considerar en la porción del nebulizador del sistema quemador. Para suministrar nebulización eficiente para todos los tipos de solución de muestra, el nebulizador debe ser regulable. El material más comúnmente utilizado para un nebulizador es el acero inoxidable. El acero inoxidable tiene ventaja en la durabilidad y bajo costo pero desventaja de ser susceptible a la corrosión con muestras con alto contenido de ácido u otros agentes corrosivos. Para estos casos, los

nebulizadores hechos de material resistente a la corrosión, como el plástico inerte, Platino Rhodio o Tantalio pueden ser utilizados.

Los cabezales de quemador usualmente están hechos de acero inoxidable o Titanio. Los cabezales de Titanio son preferibles ya que suministran resistencia extrema al calor y corrosión.

Se requieren cabezales de quemador de diferentes geometrías para variadas condiciones de muestra o llama. Un cabezal de quemador de 10 cm. es recomendado para llamas de aire acetileno. Un cabezal de quemador especial de 5cm se requiere cuando se utiliza flama de óxido nitroso acetileno. Los cabezales de quemador también están disponibles para propósitos especiales, como el uso con soluciones que tienen contenido excepcional de sólidos altamente disueltos.

Además de la llama, existen varias opciones para los atomizadores de absorción atómica. Muchas de estas opciones requieren la remoción del sistema de pre mezcla de quemador y reemplazarlo por un atomizador alternativo en el compartimento de muestra del espectrofotómetro. Debido a que estos atomizadores alternativos ofrecen capacidades complementarias y extendidas para análisis, es común que el analista prefiera un atomizador alternativo entre el uso de flama y uno o más de los otros sistemas. Un montaje de cambio rápido de atomizador es un item importante para facilitar cambios convenientes de un dispositivo a otro sin el uso de herramientas, además de la conveniencia, un montaje de cambio rápido reducirá o eliminará enteramente la necesidad de realineación del atomizador cuando se reemplaza en el compartimiento de muestra.

3.13.9. CONTROL DE LAS INTERFERENCIAS ANALÍTICAS

3.13.9.1. El Proceso de flama

La Absorción Atómica es conocida como una técnica muy específica con pocas interferencias. Un método analítico que sea absolutamente libre de cualquier interferencia por parte de la naturaleza de la muestra probablemente nunca exista. Lo mejor que puede suceder luego de no tener interferencias es saber que interferencias existen y como eliminarlas o compensarlas. Las interferencias en absorción atómica están bien definidas, como lo está el significado de lidiar con ellas. En orden de entender bien estas interferencias, examinaremos lo que será el proceso de atomización de flama en absorción atómica.

Para que ocurra el proceso de absorción atómica, debemos producir átomos libres de nuestra muestra que se inicia como una solución de iones. Este proceso es diagramado. Primero, por el proceso de nebulización, aspiramos la muestra hacia la cámara del quemador, donde se mezcla con los gases combustible y oxidante en la forma de un fino aerosol. En este punto, los metales siguen en solución en las finas gotas del aerosol. Cuando estas pequeñas gotas pasan al calor de la llama, el proceso de evaporación o de solvatación remueve el solvente y deja pequeñas partículas sólidas de material de muestra. Mientras más calor se aplique, tomará lugar la licuefacción, y el calor adicional vaporizará la muestra. En este punto el metal de interés, llamado el analito, aún está enlazado con algún anión formando una molécula que no sufrirá el fenómeno de absorción atómica que deseamos medir. Aplicando más energía calórica, esta molécula se disocia en átomos individuales, que es lo que deseamos.

Debido a que la energía térmica de la llama es responsable de producir las especies de absorción, la temperatura de la llama es un parámetro importante que gobierna el proceso de llama. Las temperaturas para algunas flamas que han sido utilizadas en absorción atómica están listadas en la Tabla. Las flamas frías están sujetas a mayores problemas de interferencia provenientes de la energía insuficiente para completar la atomización. Las dos flamas premezcladas ahora utilizadas casi exclusivamente para absorción atómica son el aire-acetileno y óxido nitroso-acetileno.

Mientras la llama de aire acetileno es satisfactoria para la mayoría de elementos determinados por absorción atómica, la más caliente, la llama de óxido nitroso-acetileno es también efectiva en el control de algunos tipos de interferencia.

3.13.10. INTERFERENCIAS EN ABSORCIÓN ATÓMICA

Por interferencia se entiende cualquier causa que perturbe la señal aun cuando las concentraciones de analito no cambien. En la mención de las señales de absorción o de emisión atómicas, las interferencias son muy frecuentes y es fácil pasarlas por alto. Si se es suficientemente hábil para descubrir que existe una interferencia, esta puede corregirse neutralizando la fuente de interferencia o preparando patrones que presenten la misma interferencia.

Las interferencias en absorción atómica pueden causar un aumento o una disminución en el resultado analítico anticipado. Las más comunes son las que causan una disminución de la señal analítica. (Químicas, ionización, y de matrices). Menos comunes son las que

causan un aumento de la señal analítica (Absorción no específica o de fondo y de matrices).

3.13.11. INTERFERENCIA DE MATRIZ

El primer lugar en el proceso de llama sujeto a interferencia es la nebulización. Si la muestra es más viscosa o tiene características considerablemente diferentes en la tensión de la superficie que los patrones, la velocidad de la muestra tomada o la eficiencia de la nebulización puede ser diferente entre muestra y estándar. Si las muestras y los estándares no están introducidos en el proceso a la misma velocidad, es obvio que el número de átomos en el haz de luz, y, por consiguiente, la absorbancia, no será correlativa entre los dos. Entonces, existirá la Interferencia de Matriz.

Un ejemplo de este tipo de interferencia es el efecto de concentraciones de ácido sobre la absorbancia. En la Figura se puede ver como la concentración de ácido fosfórico se incrementa (y la viscosidad de la muestra también), la razón de introducción de la muestra y la absorbancia de la muestra disminuye. El incremento de concentraciones de ácido o solventes orgánicos en una muestra producirán un crecimiento en la eficiencia de la nebulización, resultando un incremento en la absorción. Una manera de compensar este tipo de interferencia es alcanzar lo más cerca que se pueda la mayor cantidad de componentes de matriz del estándar de aquella muestra. Cualquier ácido u otro reactivo añadido a la muestra durante la preparación deben también ser añadido a los estándares y al blanco en concentraciones similares.

3.13.12. MÉTODO DE ADICIÓN DE PATRÓN

Existe una técnica muy utilizada que puede hacer posible trabajar en presencia de una interferencia de matriz sin eliminarla, y seguir realizando una determinación de la concentración del analito precisa. La técnica es llamada el método de adiciones estándar. Las determinaciones exactas se hacen sin eliminar las interferencias haciendo la calibración de la concentración en presencia de la interferencia de matriz. Las alícuotas del estándar son adicionadas a porciones de las muestras, de tal modo que permita que cualquier interferente presente en la muestra afecte al estándar de modo similar.

La técnica de adición de estándar se ilustra en la figura. La línea sólida que pasa a través del origen representa una línea de calibración típica para un grupo de estándares acuosos. La absorbancia cero se define con un blanco de agua y cuando la concentración del analito se incrementa, se observa un incremento lineal en absorbancia.

Tomaremos ahora porciones iguales de la muestra. Nada se le añade a la primera porción; una cantidad medida de estándar se adiciona a la segunda; y una cantidad mayor medida se añade a la tercera. El primer volumen de estándar añadido usualmente es seleccionado para aproximar la concentración del analito en la muestra, y el segundo volumen es normalmente el doble del primero. Sin embargo, para utilizar con exactitud el método de adición de estándar, las absorbancias para todas las soluciones deben caer sin la porción lineal de la curva trabajada. Finalmente, todas las porciones son diluidas al mismo volumen de modo que las concentraciones finales de la constitución de la muestra original son las mismas en cada caso. Solo la cantidad de los analito añadidos difieren, por una cantidad conocida.

Si no hubiera interferencia en esta muestra, el ploteo de la absorbancia medida versus la concentración del estándar añadido podría ser paralelo a la calibración del estándar acuoso, y compensada por un valor de absorbancia resultante del analito presente en la muestra unspiked. Si algún material está presente en la muestra que causa la interferencia de matriz, el número de átomos en estado basal que producen la absorción atómica será afectado, como lo será la absorbancia del analito en la muestra unspiked. Sin embargo, la absorbancia incrementada del estándar añadido también será cambiada por la misma cantidad proporcional debida a que la concentración del interferente es la misma en cada solución. Por lo tanto, el resultado seguirá siendo una línea recta, pero debido a la interferencia, su grado de inclinación será diferente de aquellas observadas para los estándares acuosos.

En esta situación, si la absorbancia de una muestra unspike tuviera que ser comparada directamente con la calibración acuosa, podría resultar un error. Si, sin embargo, el grado de inclinación determinado por la adición estándar a nuestra muestra se utiliza como grado de inclinación de la calibración, aún puede hacerse una determinación exacta de la concentración de la muestra. Continuando con la calibración de la concentración en la abscisa anterior desde cero y extrapolando la línea de calibración anterior hasta que intercepte el eje de concentración, es indicada la concentración responsable para la absorbancia de la muestra unspiked. Una determinación exacta ha sido hecha calibrando en presencia de la interferencia.

Utilizado apropiadamente, el método de adición de estándares, es una herramienta valiosa en absorción atómica. La presencia de una interferencia puede confirmarse observando

el grado de inclinación de la calibración de la muestra spiked y determinando cuando o no es paralela a la línea de estándar acuoso. Si no lo es, se presenta una interferencia. Si una interferencia está presente, el método de adición de estándares puede permitir una determinación exacta de una concentración desconocida utilizando las adiciones del grado de inclinación para la calibración. Sin embargo se debe utilizar esta técnica con precaución ya que puede fallar al dar respuestas correctas con otros tipos de interferencia. El método de adición de estándares no compensará para absorción de fondo u otros tipos de interferencia espectral, y normalmente no compensará para interferencias de tipo químico o ionización.

3.13.13. INTERFERENCIA QUÍMICA

En un segundo lugar donde una interferencia puede ingresar dentro de un proceso de llama es en el paso número 5 del proceso de atomización. En este paso, la energía suficiente debe estar disponible para disociar la forma molecular del analito para crear átomos libres. Si la muestra contiene un componente que forma un componente térmicamente estable con el analito que no está completamente descompuesto por la energía disponible en la llama, existirá una interferencia química.

El efecto de fosfato en Calcio, es un ejemplo de una interferencia química. El Calcio Fosfato no es disociado totalmente en la llama de aire acetileno. Por lo tanto, como la concentración de Fosfato se incrementa, la absorbancia disminuye debido a los átomos de calcio.

Existen dos formas de lidiar con este problema. Una es eliminar la interferencia añadiendo un exceso de otro elemento o componente que también formará con la interferencia, un componente térmicamente estable. En el caso del calcio, se añade Lantano para unir el fosfato y permitir al calcio ser atomizado, haciendo que la absorbancia del calcio sea independiente de la cantidad de fosfato.

Existe una segunda vía de acceso para resolver el problema de la interferencia química. Ya que el problema se presenta debido a la energía insuficiente para descomponer un componente del analito térmicamente estable, el problema puede ser eliminado incrementando la cantidad de energía; esto es, utilizando una llama más caliente. La llama de óxido nitroso-acetileno es considerablemente más caliente que la de aire acetileno y puede ser utilizada para minimizar las interferencias químicas para elementos generalmente determinados por aire-acetileno. La interferencia de fosfato en Calcio, por

ejemplo, no se observa con una flama de óxido nitroso-acetileno, eliminando la necesidad de añadir Lantano.

3.13.14. INTERFERENCIA POR IONIZACIÓN

Existe una tercera interferencia mayor, que es usualmente encontrada en llamas calientes. El proceso de disociación no se detiene necesariamente cuando el átomo se encuentra en estado fundamental. Si se aplica energía adicional, el átomo en estado fundamental puede ser térmicamente elevado al estado excitado o puede removerse totalmente el electrón del átomo, creando un ión si la energía termal es suficiente. Como estos arreglos electrónicos disminuyen el número de átomos disponibles en estado fundamental para absorción de luz, se reducirá la absorción atómica a la longitud de onda de resonancia. Cuando un exceso de energía destruye el átomo en estado fundamental, existe una interferencia por Ionización.

Las interferencias por Ionización son más comunes con la llama de óxido nitroso-acetileno. En la llama de aire-acetileno, las interferencias de ionización son normalmente encontradas con los elementos más fácilmente ionizados, notablemente los metales alcali y tierras alcalinas.

La interferencia por Ionización puede ser eliminada añadiendo un exceso de un elemento que sea fácilmente ionizable, originando un gran número de electrones libres en la llama y eliminando la ionización del analito. Las sales de Potasio, Rubidio y Cesio son comúnmente utilizadas como supresoras de la ionización.

3.13.15. ABSORCIÓN DE FONDO

La absorción de Fondo proviene del factor de que no todos los materiales de la matriz en una muestra están necesariamente 100% atomizados. Desde que los átomos tienen líneas de absorción extremadamente angostas, existen pocos problemas que involucran las interferencias donde un elemento se absorbe a la longitud de onda de otro. Incluso cuando una longitud de onda absorbida de otro elemento cae sin el ancho de banda utilizado, no puede ocurrir ninguna absorción a menos que la fuente de luz produzca luz a esa longitud de onda, ese elemento está presente también en la fuente de luz. Sin embargo, materiales de formas moleculares no disociadas de la matriz pueden tener un espectro de absorción muy ensanchada, y las pequeñas partículas sólidas en la llama pueden dispersar la luz en una amplia región de la longitud de onda.

CAPITULO IV

4. PROCESO SISTEMÁTICO DE ANÁLISIS DE ORO Y PLATA

4.1. ANÁLISIS DE MUESTRAS MINERALOGICAS

Las muestras mineralógicas llegadas al Laboratorio Químico – ARUNTANI provienen del Dpto. de Geología. Pudiendo ser muestras de exploración o minado.

4.1.1. RECEPCIÓN DE MUESTRAS

a) **Objetivos**

- Recepcionar las muestras debidamente codificadas, según hoja de ingreso verificando su conformidad de las mismas.

b) **Responsabilidad**

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) **Materiales y/o equipos**

- Muestras embolsadas
- Etiquetas codificadas
- Hojas de Ingreso de muestras

d) **Procedimiento**

- El Dpto. de Geología dejará las muestras de mina en el área de Laboratorio Químico; estas tendrán un peso aproximado de 5 kg y deberán estar dentro de una bolsa plástica debidamente codificadas y selladas.
- El preparador de muestras decepcionará dichas muestras y verificará que estas estén selladas y codificadas, a la vez verificará que los códigos (etiquetas) correspondan a los escritos en la hoja de ingreso de muestras entregadas por geología.
- En las hojas de ingreso de muestras (original y copia) se especificará el tipo de ensaye, código del lote fecha de muestreo, códigos de muestras, total de muestras y deberán estar firmadas por el Ing. de geología y escritas con letra legible.
- Una vez constatado lo anterior, el preparador de muestras firmará la hoja de entrega de muestras poniendo la fecha y hora de recepción, quedándose con el original y la copia será devuelta a geología.

4.1.2. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Una vez recepcionadas las muestras estas deben seguir los siguientes pasos:

4.1.2.1. Chancado Primario

a) Objetivos

- Reducir el tamaño original de muestras recepcionadas a un tamaño no mayor a 3/8 pulg.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo Extractor de polvos
- Chancadora de quijadas marca Funvesa de 5" x 6"
- Aire comprimido para limpieza
- Bandejas metálicas
- Material estéril de limpieza
- Brochas

d) Procedimiento

- Prender el extractor de polvos.
- Prender el equipo de chancado.
- Colocar la bandeja en el equipo para recepcionar la muestra chancada.
- Vaciar lentamente la muestra en la tolva de la chancadora.
- Vaciar la muestra triturada de la bandeja de recepción en su misma bolsa codificada.
- Limpiar con brocha y aire comprimido la tolva y quijadas.
- Continuar de igual forma con las demás muestras.
- Apagar la Chancadora y proceder a su limpieza completa así como el área de chancado.

4.1.2.2. Chancado Secundario

a) Objetivos

- Reducir el tamaño de la muestra previamente triturada por la chancadora primaria hasta un tamaño no mayor a malla 10.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo Extractor de polvos
- Chancadora secundaria de rodillos de 6"x10"
- Aire comprimido
- Brochas y espátulas
- Bandejas metálicas
- Material estéril de limpieza

d) Procedimiento

- Prender el extractor de polvos
- Prender el equipo de chancado.
- Colocar la bandeja dentro del equipo para recepcionar la muestra chancada.
- Vaciar lentamente la muestra en la tolva de la chancadora.
- Vaciar la muestra triturada de la bandeja de recepción en su misma bolsa codificada o mantener en la misma bandeja.
- Limpiar con espátula, brocha y aire comprimido la tolva y la superficie de los rodillos.
- Continuar de igual manera las demás muestras.
- Apagar la Chancadora y proceder a su limpieza completa así como el área de chancado.

4.1.2.3. Cuarteo**a) Objetivos**

- Obtener una cantidad de muestra representativa entre 200 a 300 gr.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo Extractor de polvos
- Cuarteador de rifles de 14 canales de 1/4" de abertura.
- Aire comprimido.
- Bandejas metálicas.

d) Procedimiento

- Prender el extractor de polvos.
- Vaciar lentamente la muestra sobre la tolva del cuarteador de rifles.
- Guardar una de las partes obtenidas y con la otra parte proceder a cuarteos sucesivos hasta obtener una cantidad representativa en bandejas conteniendo el código de muestras.
- Limpiar el cuarteador de rifles con aire comprimido.
- Continuar de igual manera las demás muestras.
- Limpiar con el aire comprimido el cuarteador así como sus bandejas, la mesa de trabajo y toda el área de cuarteo.

4.1.2.4. Secado**a) Objetivos**

- Eliminar en su totalidad el agua contenida en la muestra, empleando un horno de secado a 150 °C.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Horno de secado marca Grieve modelo TA-500.
- Bandejas metálicas.

d) Procedimiento

- Colocar las bandejas conteniendo las muestras debidamente codificadas y ordenadas dentro del horno de secado.
- Retirar las muestras cuando estén totalmente secas.
- Dejar enfriar las muestras.

4.1.2.5. Pulverizado**a) Objetivos**

- Obtener una muestra al 100% bajo malla 150.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el preparador de muestras bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo Extractor de polvos
- Pulverizador de anillos marca Bico.
- Aire comprimido
- Bandejas metálicas
- Sobres de papel.
- Material estéril de limpieza

d) Procedimiento

- Verificar que las cajas de pulverizado se encuentren completamente limpias.
- Prender el extractor de polvos.
- Vaciar la muestra dentro de la olla de anillos y ponerlo en el pulverizador.
- Programar el tiempo de pulverizado, dependiendo de la cantidad y dureza de la muestra.
- Apagado el pulverizador, retirar la olla conteniendo la muestra pulverizada.
- Vaciar la muestra pulverizada sobre un manta, homogenizarla y luego colocarla en un sobre con su código correspondiente.
- Limpiar la olla con aire comprimido y con material estéril.
- Continuar de igual manera las demás muestras.
- Apagar el pulverizador y proceder a su limpieza interna y externa.

4.2. FUNDICIÓN DE MUESTRAS**4.2.1. FUSIÓN****a) Objetivos**

- Colectar los valores de oro y plata presentes en la muestra mediante el uso de un fundente preparado.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el técnico fundidor bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Balanza analítica marca METTLER TOLEDO modelo XS-1003S (pesado Inicial).
- Horno de fusión eléctrico marca DFC.
- Sistema de extracción de gases.

- Crisoles de arcilla de 40 y 50 grs.
- Fundente pre-mezclado.
- Bolsas plásticas.
- Pinza porta crisol.
- Lingotera.

d) Procedimiento

- La balanza analítica debe ser calibrada con las pesas patrón.
- Colocar el crisol debidamente numerado conteniendo el fundente sobre la balanza.
- Destarar el crisol con el fundente.
- Pesar 12.5 grs de muestra, cuyo peso y código serán anotados en un registro o cuaderno por fecha y orden de fundición.
- Mezclar con la ayuda de las bolsas cada muestra y el fundente contenidos en el crisol.
- Prender el extractor de gases.
- Colocar los crisoles conteniendo las muestras en forma ordenada dentro del horno de fundición a una temperatura inicial de 800 °C, alcanzado luego los 1050 °C, mantener por un tiempo de 15 minutos.
- Sacar los crisoles del horno y vaciar sobre lingoteras manteniendo un mismo orden.
- Dejar enfriar.
- Separar la escoria del regulo (plomo + oro + plata).
- Encuadrar dichos régulos para eliminar trazas de escorias.

4.2.2. COPELACIÓN

a) Objetivos

- Eliminar el plomo del regulo liberando el oro y la plata mediante el uso de copelas entre 900 a 950°C.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el técnico fundidor bajo la supervisión del ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Horno de Copelación eléctrico marca DFC.

- Sistema de extracción de gases.
- Copelas de magnesita N^o 8.
- Pinza porta copela.
- Porta copelas.

d) Procedimiento

- Poner a precalentar las copelas (30 minutos entre 800°C y 900°C) previamente numeradas con la ayuda de la pinza manteniendo el mismo orden de fundición.
- Con la ayuda de una pinza colocar los regulos en las copelas precalentadas en forma ordenada, mantener la temperatura a 950°C.
- Prender el equipo de extracción de gases.
- Terminada la copelación dejar enfriar aprox. 5 minutos abriendo la puerta y proceder a retirar las copelas conteniendo las muestras en forma ordenada en el porta copelas.
- Dejar enfriar las muestras para continuar con el análisis respectivo.

4.3. ATAQUE QUÍMICO DE MUESTRAS

a) Objetivos

- Disolver la plata para la liberación del oro.

b) Responsabilidad

- El personal responsable es el ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Plancha de calentamiento marca GERHARDT de 0 -200 °C.
- Equipo Extractor de Gases.
- Crisoles de Porcelana.
- Tubos de ensaye.
- Ácido Nítrico.
- Acido Clorhidrico.
- H₂O destilada.
- Embudo.
- Porta embudo.
- Pesetas.
- Fiolas con tapa.

d) Procedimiento

- Prender extractor de gases.
- Colocar cada Dore (limpio y laminado) en su respectivo crisol de porcelana previamente numerado y ordenado.
- Colocar los crisoles de porcelana conteniendo la muestra en la plancha de calentamiento (entre 80°C a 100°C), adicionar aproximadamente 5ml. de Ácido Nítrico 1:5.
- Una vez terminada la reacción (disolución de la plata), eliminar la solución de Nitrato de Plata.
- Lavar la muestra de oro con agua destilada por 2 etapas, evitando perdidas de dicha muestra.
- Adicionar aproximadamente 3 ml. de Agua Regia y dejar reaccionar hasta la disolución de la muestra y la desaparición de los gases nitrosos.
- Adicionar a cada crisol una porción de agua destilada, evitando salpicadura o pérdida de muestra.
- Vaciar la solución contenida en el crisol a fioles previamente numeradas y ordenas, con la ayuda de un embudo y aforar con agua destilada.
- Homogenizar las muestras, las cuales quedaran listas para su respectiva lectura.
- Apagar el equipo de extracción de gases verificando que todo quede absolutamente limpio.

4.4. LECTURA EN EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA**a) Objetivos**

- Determinar cuantitativamente el oro en cada muestra analizada.

b) Responsabilidad

- Jefe de laboratorio e ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo de absorción atómica Analyst-200
- Fioles.
- H₂O destilada.
- Blanco ácido (HCl al 10%).
- Estándares de 2 ppm.

d) Procedimiento

- Prender el equipo y dejar precalentar por un tiempo de aproximadamente de 30 minutos.
- Prender el respectivo extractor de gases del equipo.
- Encender la llama del equipo.
- Calibrar el equipo mediante usos de estándares.
- Una vez calibrado el equipo proceder a realizar las lecturas de las muestras.
- Anotar el valor de las lecturas en su respectivo código de muestra.
- Terminadas las lecturas apagar el equipo y el extractor de gases.

4.5. ANÁLISIS DE SOLUCIONES**4.5.1. RECEPCIÓN Y FILTRADO****a) Objetivos**

- Constatar la llegada de las muestras para evitar reclamos posteriores.
- Filtrar las muestras para eliminar partículas sólidas.

b) Responsabilidad

- Jefe de laboratorio e ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Papel filtro rápido 48 x 48 o Whattman # 40
- Embudos.
- Porta embudos.
- Vasos de precipitación.

d) Procedimiento

- Las muestras de planta beneficio son recibidas en frascos debidamente etiquetados.
- Las soluciones son pasadas por papel filtro para eliminar los sólidos que puedan tener.
- Las soluciones deben tener una temperatura de 10.5 a 11.5 °C. antes de ser leídas por el equipo de absorción atómica.

4.6. LECTURA EN EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA**a) Objetivos**

- Determinar en forma cuantitativa el oro presente en las soluciones.

b) Responsabilidad

- Jefe de laboratorio e ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Equipo de absorción atómica Analyst-200
- Vasos de precipitación.
- H₂O destilada.
- Blanco cianurado.
- Estándares de 2 y 4 ppm.

d) Procedimiento

- Prender y precalentar el equipo de absorción aproximadamente 15 minutos.
- Prender el extractor de gases.
- Encender la llama del equipo.
- Calibrar el equipo mediante usos de estándares.
- Una vez calibrado el equipo proceder a realizar las lecturas de las muestras.
- Anotar el valor de las lecturas en su respectivo código de muestra.
- Terminadas las lecturas apagar el equipo y el extractor de gases.

4.7. ANÁLISIS DE ORO Y PLATA EN CONCENTRADOS**a) Objetivos**

- Cuantificar el % de Au y Ag de un muestras de Precipitado por el método gravimétrico (Fire Assay)

b) Responsabilidad

- Jefe de laboratorio e ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Plancha de calentamiento de 0 – 200 °C
- Sistema de extracción de gases
- Espátula de acero inoxidable
- Platos de aluminio
- HNO₃ 25%
- HNO₃ 75%
- Ag destilada
- Pb laminado
- Pb granallado
- H₂O destilada

- Pizetas
- Balanza analítica de precisión Ohaus
- Horno de fundición de 0 a 1500 °C
- Horno de Copelación de 0 a 1200 °C
- Crisoles de arcilla de 40 g
- Copelas N^o 8
- Crisoles de porcelana
- Fundente
- Bolsas plásticas
- Pinza porta crisol
- Pinza porta copela
- Lingotera
- Porta copelas
- Porta crisoles
- Martillo
- Yunque
- Pesas patrón
- Vasos de precipitación de 100 ml

d) Procedimiento

- Las balanzas deben ser calibradas con las pesas patrón antes de pesar las muestras de precipitado
- Se pesa 0.5 g de muestra, por duplicado, estas muestras son agitadas por medio de una bolsa plástica colocadas dentro de los crisoles los cuales contienen el fundente (150 g) y se cubren con Borax.
- Luego se ponen a fundir a una temperatura inicial de 800°C, pasado 15 minutos se eleva la temperatura a 1050°C por espacio de 1 hora. Pasado este tiempo se saca los crisoles y se vacía el fundente sobre las lingoteras en las cuales se separa el régulo de la escoria
- Se chanca el régulo dándole forma cúbica para eliminar trazas de escoria y no se derrame sobre las copelas
- Se pone a calentar las copelas por 20 min. Luego se colocan los régulos sobre las copelas calientes hasta que todo el plomo sea absorbido por estas, el

operador verá un haz de luz sobre los dorés el cual indicará la culminación de la copelación.

- Se colocan 2 títulos de plata para determinar el % de pérdida en la copelación, el cual se adicionará en el cálculo de la plata.
- Se sacan las copelas y se ponen a enfriar dentro de la campana de gases.
- Los dorés son limpiados y pesados para luego encuartarlos con Ag pura con una relación 4.5 Ag : 1 Au
- Estos últimos dorés son laminados con un martillo sobre un yunque y luego son colocados en los vasos de precipitación para ser atacados sobre la plancha de calentamiento a 120 °C con 20 ml de HNO₃ 1:4 por 2 hora y (hasta que desaparezcan los gases nitrosos)
- Luego son atacados con 20 ml de ácido HNO₃ al 75% por hora y media.
- Con estos ataques se forman el AgNO₃ (solución) y el Au sólido, los cuales son separados y el Au es lavado varias veces con agua destilada para luego ponerlos en los crisoles de porcelana donde serán secados y calcinados para pesarlas y determinar los % de Au y Ag según sus cálculos correspondiente

4.8. REPORTE DE RESULTADOS

a) Objetivo

- Hacer de conocimiento los resultados obtenidos a la Subgerencia y área interesada.

b) Responsabilidad

- Jefe de laboratorio e ingeniero de turno.

c) Materiales y equipos

- Formatos de reporte de Merrill Crowe.

d) Procedimiento

- Una vez obtenido las lecturas de las soluciones estas son reportadas inmediatamente al personal de planta beneficio en reportes provisionales.
- Al término del turno se reporta en los formatos de reporte de Merrill Crowe los resultados del turno.

CAPITULO V

5. EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1. CÁLCULOS Y REPORTE DE LEYES

5.1.1. CÁLCULOS, MÉTODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA

$$Au (\%) = \frac{W_{Au} * 100}{W_m}$$

$$Ag (\%) = \frac{((W_{dore} - W_{Au} - W_{Bk}) * FA) * 100}{W_m}$$

$$FA = \frac{W_{inicial Ag}}{W_{final Ag} - W_{Bk}}$$

Donde:

W_{au}	: Peso de oro (mg)
W_{dore}	: Peso de Dore (mg)
W_m	: Peso de muestra (mg)
W_{Bk}	: Peso de blanco (mg)
FA	: Factor de Titulo de plata (mg)

5.1.2. CÁLCULOS, MÉTODO DE PARTICIÓN COMBINADO

$$Au (mg/L) = Au AAs (mg/L) - Bk AAs (mg/L)$$

$$Au (g/ton) = \frac{C * V}{W_m}$$

Donde:

C	: Concentración de Au (mg/L)
V	: Volumen de aforo
Au AAs (mg/L)	: Ley de oro en lectura por Absorción Atómica (mg/L)

Bk AAs (mg/L) : Ley del Bk en lectura de oro por Absorción Atómica
(mg/L)

5.2. DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR ABSORCIÓN ATÓMICA PARA MUESTRAS DE GEOLOGÍA MINA, PAD Y EXPLORACIONES

5.2.1. PESADO DE MUESTRAS

Tabla 8: Peso de muestras

N°	CÓDIGO	PESO (g.)
1	JEN B4952 PY4 - 610	12.5000
2	DUP JEN B4952 PY4 - 610	12.5000
3	JEN B4952 PY4 - 611	12.5000
4	STD (0.621)	12.5000
5	BK	12.5000

Fuente: Elaboración propia

5.2.2. LECTURA POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA PARA ORO LUEGO DE LA PARTICIÓN

5.2.2.1. Determinación de la Curva de Calibración para Oro:

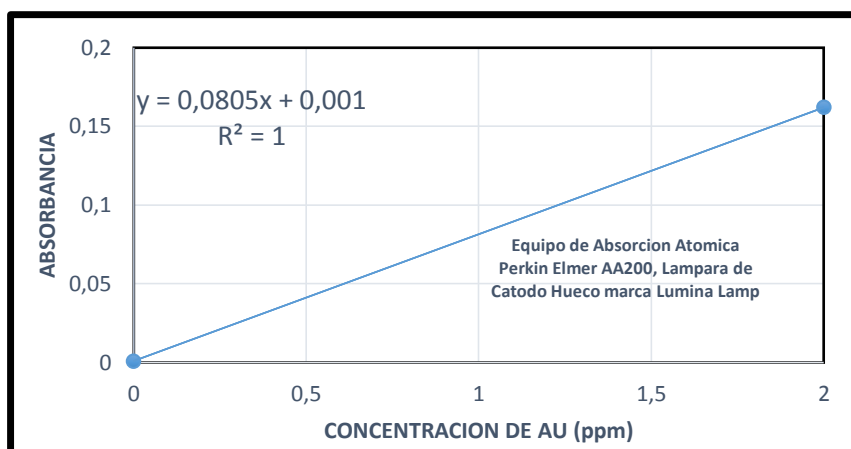
Tabla 9: Curva de calibración para oro

CONCENTRACIÓN DE Au (ppm)	ABSORBANCIA
0.0	0.003
2.0	0.160

Fuente: Elaboración propia

5.2.2.2. Curva de Calibración para el Oro

Figura 7: Absorbancia vs. Concentración de Oro



Fuente: Elaboración propia

5.2.2.3. Resultado de las Lecturas

Tabla 10: Resultado lectura de oro

Nº	CÓDIGO	PESO (g.)	VOLUMEN (ml.)	LECTURA (ppm.)
1	JEN B4952 PY4 - 610	12.5000	25.0	0.328
2	DUP JEN B4952 PY4 - 610	12.5000	25.0	0.332
3	JEN B4952 PY4 - 611	12.5000	25.0	0.326
4	STD (0.621)	12.5000	25.0	0.316
5	BK	12.5000	25.0	0.006

Fuente: Elaboración propia

5.2.3. CÁLCULOS:

Se utilizara las siguientes formulas:

$$Au (mg/L) = Au AAs (mg/L) - Bk AAs (mg/L)$$

$$Au (g/ton) = \frac{C * V}{W_m}$$

Donde:

C : Concentración de Au (mg/L)

- V : Volumen de aforo
- Au AAs (mg/L) : Ley de oro en lectura por Absorción Atómica (mg/L)
- Bk AAs (mg/L) : Ley del Bk en lectura de oro por Absorción Atómica (mg/L)

Reemplazando:

- Muestra JEN B4952 PY4 – 610:

$$Au \text{ (mg/L)} = 0.328 - 0.006$$

$$Au = 0.322 \text{ mg/L}$$

$$Au \text{ (g/ton)} = \frac{(0.322 * 25)}{12.5000}$$

$$Au = 0.644 \text{ g/ton}$$

- Muestra DUP JEN B4952 PY4 - 610

$$Au \text{ (mg/L)} = 0.332 - 0.006$$

$$Au = 0.326 \text{ mg/L}$$

$$Au \text{ (g/ton)} = \frac{(0.326 * 25)}{12.5000}$$

$$Au = 0.652 \text{ g/ton}$$

- Muestra JEN B4952 PY4 - 611

$$Au \text{ (mg/L)} = 0.326 - 0.006$$

$$Au = 0.320 \text{ mg/L}$$

$$Au \text{ (g/ton)} = \frac{(0.320 * 25)}{12.5000}$$

$$Au = 0.640 \text{ g/ton}$$

- Muestra STD (0.621)

$$Au \text{ (mg/L)} = 0.316 - 0.006$$

$$Au = 0.310 \text{ mg/L}$$

$$Au \text{ (g/ton)} = \frac{(0.310 * 25)}{12.5000}$$

$$Au = 0.620 \text{ g/ton}$$

5.2.4. RESULTADOS: DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

Tabla 11: Resultados leyes de Au por absorción atómica

N°	CÓDIGO	PESO (g.)	VOLUMEN (ml.)	LECTURA (ppm)	LEY DE ORO (g/ton.)
1	JEN B4952 PY4 - 610	12.5000	25.0	0.328	0.644
2	DUP JEN B4952 PY4 - 610	12.5000	25.0	0.332	0.652
3	JEN B4952 PY4 - 611	12.5000	25.0	0.326	0.640
4	STD (0.621)	12.5000	25.0	0.316	0.620
5	BK	12.5000	25.0	0.006	0.004

Fuente: Elaboración propia

INTERPRETACIÓN: Se realizó el cálculo de leyes para 5 muestras, de los cuales las 3 primeras son muestras mina dando una ley promedio de 0.645 y los 2 últimos son muestras patrón, con un STD (Estándar) de ley 0.621 g/ton y un BK (Blanco)

5.3. DETERMINACIÓN DE PLATA POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO PARA CONCENTRADOS

5.3.1. PESADO DE MUESTRAS

Tabla 12: Pesado de muestras

CÓDIGO DE MUESTRA	PESO (mg)
D - 4636	200.280
D - 4637	200.223

Fuente: Elaboración propia

5.3.2. PESO DE DORE OBTENIDO DE LA COPELACIÓN

Tabla 13: Peso de dore

CÓDIGO DE MUESTRA	PESO DE MUESTRA (mg.)	PESO DE DORE (mg.)
D – 4636	200.280	8.862
D – 4637	200.223	8.825

Fuente: Elaboración propia

5.3.3. PESO DE ORO FINO OBTENIDO POR PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA

Tabla 14: Peso De Oro Fino

CÓDIGO DE MUESTRA	PESO DE MUESTRA (mg.)	PESO DE DORE (mg.)	PESO DE ORO FINO (mg.)
D – 4636	200.280	8.862	7.273
D – 4637	200.223	8.825	7.226

Fuente: Elaboración propia

5.3.4. PESO DE TITULO

Tabla 15: Peso del titulo

N°	CÓDIGO	PESO INICIAL (mg.)	PESO FINAL (mg.)
1	TITULO 1	8.511	8.410

Fuente: Elaboración propia

5.3.5. CÁLCULOS

Para obtener la concentración de Ag en %, a partir del peso de oro fino y peso de dore, se aplica la siguiente formula.

$$Ag (\%) = \frac{((W_{dore} - W_{Au} - W_{Bk}) * FA) * 100}{W_m}$$

$$FA = \frac{W_{inicial Ag}}{W_{final Ag} - W_{Bk}}$$

Donde:

W_m	: Peso de muestra (mg.)
W_{Au}	: Peso de oro (mg.)
W_{dore}	: Peso de dore (mg.)
W_{Bk}	: Peso de blanco (mg.)
FA	: Factor de Titulo de plata (mg.)
$W_{inicial\ Ag}$: Peso inicial de plata
$W_{final\ Ag}$: Peso final de plata

Reemplazando

- Muestra D – 4636:

Hallando el Factor (FA):

$$FA = \frac{8.511}{8.410 - 0.010}$$

$$FA = 1.013$$

Hallando la ley de Ag:

$$Ag (\%) = \frac{((8.862 - 7.273 - 0.010) * 1.013) * 100}{200.280}$$

$$Ley\ de\ Ag = 0.799 \%$$

- Muestra D – 4637

Hallando el Factor (FA):

$$FA = \frac{8.511}{8.410 - 0.010}$$

$$FA = 1.013$$

Hallando la ley de Ag:

$$Ag (\%) = \frac{((8.825 - 7.226 - 0.010) * 1.013) * 100}{200.223}$$

$Ley\ de\ Ag = 0.804\ \%$

5.3.6. RESULTADO: DETERMINACIÓN DE PLATA POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Tabla 16: Resultado ley de plata

CÓDIGO	LEY DE Ag (%)
D – 4636	0.799
D – 4637	0.804

Fuente: Elaboración propia

5.4. DETERMINACIÓN DE ORO POR FIRE ASSAY Y FINALIZACIÓN POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO

5.4.1. PESADO DE MUESTRAS

Tabla 17: Pesado de muestras

N°	CÓDIGO	PESO (mg.)
1	D – 4636	200.280
2	D – 4637	200.223

Fuente: Elaboración propia

5.4.2. PESO DE ORO FINO OBTENIDO LUEGO DE LA PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA

Tabla 18: Pesado de oro fino

N°	CÓDIGO	PESO DE MUESTRA (mg.)	PESO DE ORO FINO (mg.)
1	D – 4636	200.280	7.273
2	D – 4637	200.223	7.226

Fuente: Elaboración propia

5.4.3. CÁLCULOS:

Para obtener la concentración de Au en %, a partir del peso de oro fino, se aplica la siguiente formula:

$$Au (\%) = \frac{W_{Au} * 100}{W_m}$$

Donde:

Wau : Peso de oro fino (mg.)

Wm : Peso de muestra (g)

Reemplazando

- Muestra D – 4636:

$$Au (\%) = \frac{7.273 * 100}{200.280}$$

$$Au = 3.631 \%$$

- Muestra D – 4637:

$$Au (\%) = \frac{7.226 * 100}{200.223}$$

$$Au = 3.609 \%$$

5.4.4. REPORTE DE RESULTADOS:

Tabla 19: Resultado de muestras analizadas:

N°	CÓDIGO	LEY DE ORO (%)	LEY DE PLATA (%)
1	D – 4636	3.631	0.799
2	D – 4637	3.609	0.804

Fuente: Elaboración propia

INTERPRETACIÓN: Se realizó el cálculo de leyes para 2 muestras de una barra metálica proveniente del área de Refinería con códigos D – 4636 y D – 4637, Se obtuvo que de un peso de 200.280mg contiene 7.273mg de oro, que representa un % de 3.631% de oro fino, y en el caso de la plata que de un peso de 200.280 contiene 1.600mg de plata el cual representa el 0.799% de plata, lo restante son impurezas tales como cobre, fierro y otros metales de los cuales no se realiza el análisis en el Laboratorio.

5.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.5.1. IMPORTANCIA DE LOS RESULTADOS REPORTADOS

Los métodos de análisis realizados en este trabajo: son los utilizados en el Laboratorio Químico Aruntani SAC., para la determinación de Oro y Plata en las muestras de mineral provenientes de las diferentes etapas de la actividad minera (Exploración, Explotación y Procesamiento).

Las leyes del mineral reportado serán de mucha importancia para lo siguiente:

- Con las muestras provenientes de la Exploración se permitirá conocer con cuánta reserva de mineral y de qué ley se dispone, así como los lugares donde están ubicados. Estos resultados son tal vez los más importantes, ya que permitirá saber a la empresa si existen o no zonas mineralizadas y si es rentable su explotación de acuerdo a las leyes obtenidas.
- Con las leyes provenientes de las muestras de Explotación, se sabrá la ley del mineral que está siendo extraída de la corteza terrestre y así poder llevar un control del método de extracción en Mina (Si el método de extracción es efectivo o no).
- Con las muestras provenientes del Proceso de Lixiviación en Planta se podrá llevar un control del proceso así como la información de si el proceso está funcionando correctamente de acuerdo al objetivo principal establecido por la empresa para esta etapa: El Porcentaje de Recuperación de Oro en el Proceso de Lixiviación. Este valor indica el porcentaje de oro que se pierde durante el proceso. Para esto se determinan las leyes de las muestras de Pregnant y Barren con estos valores se realizará el balance metalúrgico de dónde se obtendrá el Porcentaje de recuperación de los metales de interés así como las pérdidas en el proceso.
- De lo mencionado anteriormente se puede notar que los resultados de los análisis que se realizan en el Laboratorio Químico Aruntani SAC., son de suma importancia para la empresa ya que le proporciona información de todo el ciclo productivo y a su vez, esto le permite calcular su rentabilidad económica.

CONCLUSIONES

- Se describió el proceso sistemático de análisis de oro y plata según los PETS y Estándares que se realiza en la Empresa minera Aruntani SAC.
- La determinación de la cantidad de oro en muestras de mineral (Geología, exploraciones, mina y PAD) se reportan en g/ton, según el cálculo de leyes para 5 muestras, de los cuales las 3 primeras son muestras mina dando una ley promedio de 0.645 g/ton y los 2 últimos son muestras patrón, con un STD (Estándar) de ley 0.621 g/ton y un BK (Blanco)
- La determinación de la cantidad de oro y plata en muestras concentradas se reportan en % para lo cual se realizó el cálculo de leyes para 2 muestras de una barra metálica con códigos D – 4636 y D – 4637, el cual nos dio como ley un promedio de 3.62% de oro y un promedio de 0.801% de plata y lo restante son impurezas tales como cobre, hierro y otros metales de los cuales no se realiza el análisis en el Laboratorio.
- Se describió las técnicas de Ensayo al Fuego (Fire Assay) y Análisis Instrumental por Espectrometría de Absorción Atómica como técnicas usadas en el Laboratorio Químico Aruntani SAC., para la determinación de Oro y Plata.

RECOMENDACIONES

RECOMENDACIONES GENERALES.

Siempre:

- Usar equipos de protección personal como lentes de seguridad, no usar lentes de contacto ya que en salpicaduras de productos químicos o sus vapores pueden pasar detrás de los lentes y provocar lesiones en los ojos. Ropa y zapato de seguridad, guantes adecuados según el trabajo que esté realizando. Trabajar sin prisa, pensando cada momento en lo que estás haciendo. Conozca las normas y procedimientos de seguridad para cada acción a realizar. Asegúrese que el equipo a utilizar siempre este en buen estado. Recuerda que el orden y limpieza es fundamental para evitar accidentes. Si tienes alguna duda consultar con su supervisor.
- Antes de usar reactivos que no conozca, consulte con el supervisor sobre como manipularlos y descartarlos. Este atento a cualquier eventualidad. Al ser designados a trabajar en un área determinada, es muy importante conocer la localización de los accesorios de seguridad. No utilice ningún instrumento por el cual no haya sido entrenado o autorizado a utilizar.
- Verificar el voltaje de trabajo del instrumento antes de enchufarlo, cuando los instrumentos no estén siendo usados deben permanecer desenchufados.
- Lávese las manos antes de abandonar el laboratorio. Deje limpio y en orden tu área de trabajo antes de retirarse.

Nunca:

- Nunca sumas o des por sobreentendido la secuencia de un trabajo que no hayas comprendido. No fumes, comas o bebas en el laboratorio, no pipetees líquidos con la boca, no inhales, degustes o huelas imprudentemente reactivos.
- Nunca realices trabajos no autorizados. No distraiga a sus compañeros de trabajo.

Recomendaciones del almacenamiento.

- Evita almacenar reactivos en lugares altos y de difícil acceso. No guardes líquidos volátiles en lugares donde pueda recibir luz. Los éteres, parafinas y olefinas forman peróxidos cuando son expuesto al aire, no los guarde por largos periodos de tiempo y manipúlalos con cuidado.

- Al utilizar los cilindros de gases, transportarlos en carritos adecuados. Durante su uso o almacenamiento fíjalos bien en la mesa de trabajo o a la pared. Los cilindros con válvulas defectuosas deben ser devueltos al proveedor.
- Consulta al supervisor para obtener información sobre almacenamiento de productos químicos, asegurándote que los reactivos incompatibles (reactivos que no pueden ser guardados juntos ya que pueden reaccionar entre ellos y formar gases mortales, causar incendios, etc.) sean guardados separadamente.

Recomendaciones del manejo de materiales de vidrio y conexiones.

- Al usar material de vidrio, verifica su condición, recuerda que el vidrio caliente puede tener la misma apariencia que la del vidrio frío. Cualquier material de vidrio que este astillado debe ser rechazado. Los vidrios rotos deben ser descartados en un recipiente apropiado.
- Nunca use mangueras de látex viejas. Hasta las conexiones necesarias utilizando mangueras nuevas y pinzas adecuadas. Ten un cuidado especial al trabajar con sistema al vacío a presión. Los desecadores al vacío deben ser protegidos con cintas adhesivas y colocados en rejillas de protección adecuada. Antes de iniciar algún trabajo verificar que todas las conexiones y uniones estén seguras.

Recomendaciones durante el desarrollo del trabajo.

- Nunca adicionar agua sobre ácido, lo correcto es adicionar ácido sobre agua, para evitar la reacción exotérmica elevada que se produce y que puede causar accidentes. Cuando este manipulando frascos o tubos de ensayo, nunca dirija la abertura en tu dirección o en dirección de otra persona. Preste atención cuando tenga que realizar procesos de calentamiento.
- La destilación de solventes manipulación de ácidos y compuestos tóxicos, las reacciones que generen gases tóxicos son operaciones que deben ser realizadas en campanas con buen arrastre. Las válvulas de los cilindros deben ser abiertas lentamente con las manos o usando llaves apropiadas. Nunca fuerces las válvulas ni las dejes con presión cuando el cilindro no ese siendo usado.

- Al dejar reacciones en marcha deje un aviso, colócalo en un lugar visible y cercano al trabajo. Indicando la reacción en marcha y tú nombre. La última persona en salir del laboratorio, debe apagar todo y desenchufar los instrumentos.

Recomendación en la manipulación de productos químicos.

- Los productos químicos pueden ser peligrosos por sus propiedades tóxicas, corrosivas, inflamables o explosivas. Muchos reactivos, particularmente los disolventes orgánicos, arden en presencia de una llama. Otros pueden descomponerse explosivamente con el calor. Si usas un mechero bunsen, u otra fuente intensa de calor, aleja el mechero de los botes de reactivos químicos. No calientes nunca líquidos inflamables con un mechero. Cierre la llave del mechero y la de paso del gas cuando no lo use.
- No inhales los vapores de productos químicos. Trabaja en una campana extractora siempre que utilices sustancias volátiles. Si aun así se produjera una concentración excesiva de vapores en el laboratorio abra inmediatamente las ventanas. Si en alguna ocasión se tiene que oler una sustancia, la forma apropiada de hacerlo es dirigir un poco del vapor hacia la nariz. No hacer que la nariz para inhalar directamente del tubo de ensayo.
- Esta terminablemente prohibido pipetear reactivos directamente con la boca. Usa siempre la bombilla para cargar y descargar reactivos.
- Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es a través de la piel. Evita el contacto de productos químicos con la piel, especialmente de los que sean tóxicos o corrosivos, usando guantes de látex o de nitrilo. Lávate la mano a menudo. Como norma general, lee siempre determinadamente la etiqueta de seguridad de los reactivos que vayas a usar.
- No transporte innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Las botellas se transportan siempre cogiéndolas por el fondo nunca del tapón.

Recomendación como manipular equipos electrónicos.

- Para evitar descargas eléctricas accidentales, siga exactamente las instrucciones de funcionamiento y manipulación de los equipos. No enchufe nunca un equipo sin toma

a tierra o con los cables o conexiones en mal estado. Al manipular en el interior de un aparato, compruebe siempre que se encuentra desconectado de la fuente de energía.

Sustitución del plomo por el hidróxido de cobre en polvo como agente colector.

- Como material colector de los metales preciosos se ha utilizado plomo, debido a su bajo punto de fusión, a su maleabilidad, y a la facilidad con la que este puede oxidarse para separarlo de los metales preciosos. El plomo es un agente altamente contaminante, por lo que la sustitución de éste por otros agentes colectores de metales preciosos como es el hidróxido de cobre en polvo es de gran interés en el área del análisis químico.

BIBLIOGRAFÍA.

- Ayres Gilber H. (2001), Análisis Químico Cuantitativo, Ediciones del Castillo S. A.
- British Columbia Institute: Noviembre (2010), Muestreo y Preparación de Muestras”
versión 2.2
- Dpto de Geología Arasi SAC (2011), Revista Geológica Unidad Minera
- JIS M 811: (1963), Norma Internacional – Método para la Determinación del Oro y la
Plata
- Juan H. Rivera Zevallos Octubre (2003), “Conytec– Compendio de Conminución”
- Juergenson and Gilbert (2002), “Introduction to Applied Fire Assay Theory Short Course
Notes” Tercera Edición
- Kelly – Spottiswood (1990), “Introducción al Procesamiento de Minerales” Primera
Edición
- MINLAB (2000), Manual de Procedimiento de Análisis de Minerales
- N.T.P. 122.014: (1974), Minerales no Ferrosos. Método para Determinar Plata y Oro.
- Minera Aruntani SAC (2018). PETS y ESTANDARES ARA LAB.
- Richard D. Beaty and Jack D. Kerber (2001), “Conceptos, Instrumentación y Técnicas en
Espectrometría por Absorción Atómica”
- S.G.S. del Perú (2004), Manual de Procedimientos Generales
- Sigmund Smith (1999), Fire Assaying Gold and Silver Distributed by Jacobs Assay
Office.
- TECSUP (2007), Procesamiento de Minerales.

ANEXOS

ANEXO A.1. ETAPAS DE LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

ANEXO A.2. ETAPA DE RECEPCIÓN.

ANEXO A.3. CHANCADO PRIMARIO.

ANEXO A.4. CUARTEADO.

ANEXO A.5. PULVERIZADO

ANEXO A.6. LAVADO DE OLLAS

ANEXO A.7. FUNDICIÓN DE MUESTRAS

ANEXO A.8. PESADO.

ANEXO A.9. FUSIÓN.

ANEXO A.10. COLADO.

ANEXO A.11. COPELACIÓN.

ANEXO A.12. PRIMER ATAQUE

ANEXO A.13. LAVADO DE MUESTRA

ANEXO A.14. SEGUNDO ATAQUE.

ANEXO B. MATRIX MAIN RECEPCIÓN DE MUESTRAS

ANEXO B.1 MATRIX MAIN MODIFICACIÓN DE MUESTRAS

ANEXO B.1 MATRIX MAIN BUSCADOR DE MUESTRAS

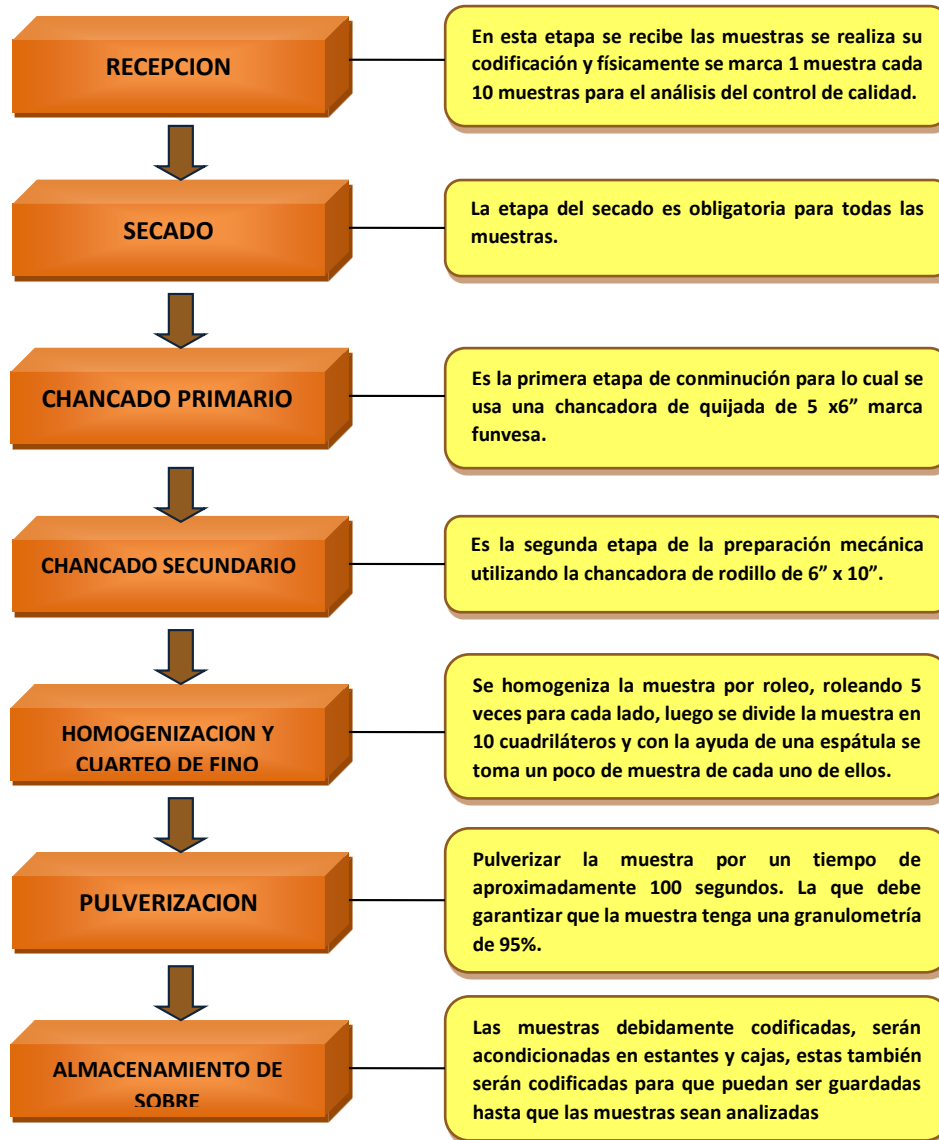
ANEXO C. REPORTE DE LEYES MINA

ANEXO D. REPORTE DE LEYES PAD

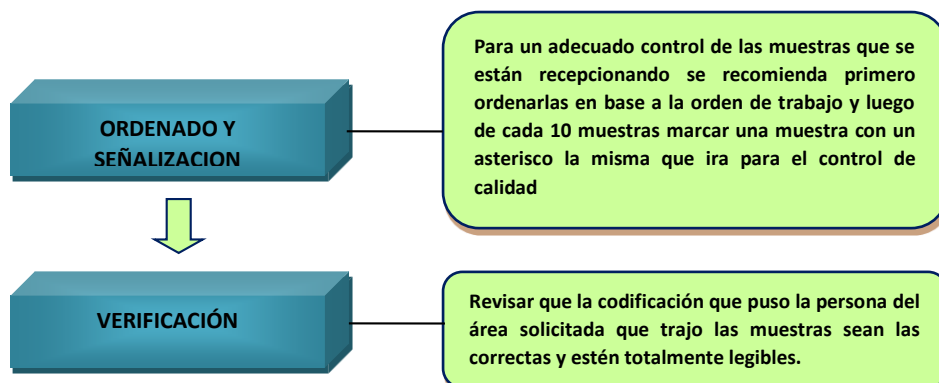
ANEXO E. REPORTE DE SOLUCIONES MERRIL CROWE 2

ANEXO F. CERTIFICADO DE ENSAYE

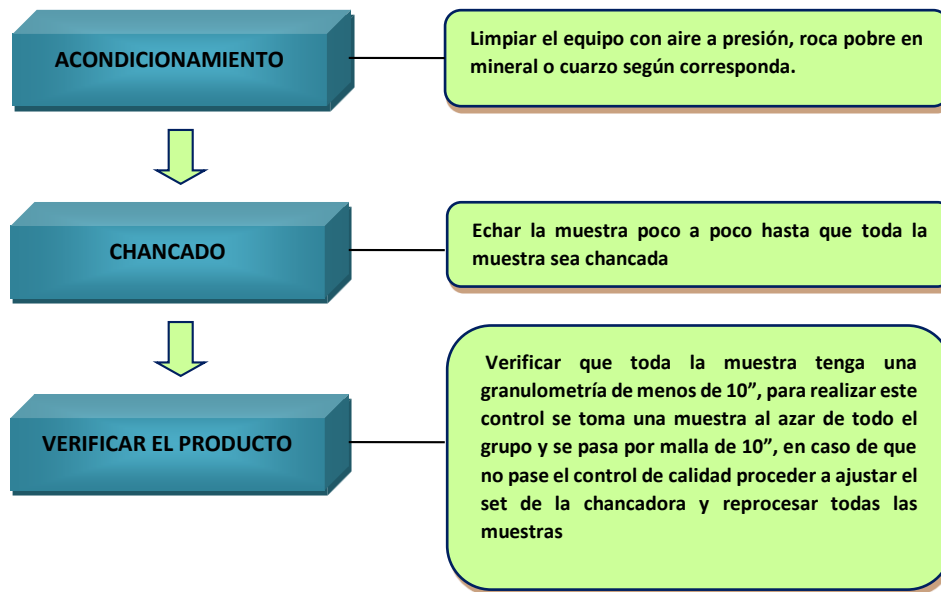
ANEXO A.1. ETAPAS DE LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS.



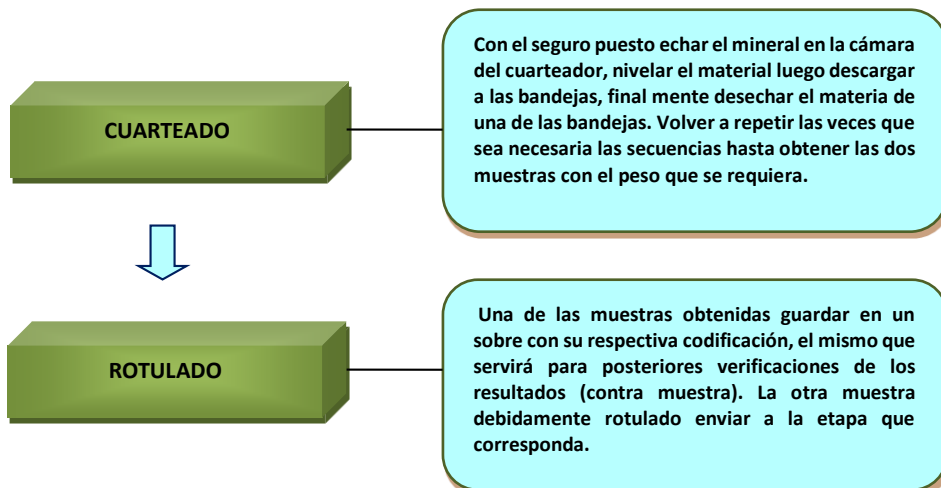
ANEXO A.2. ETAPA DE RECEPCIÓN.



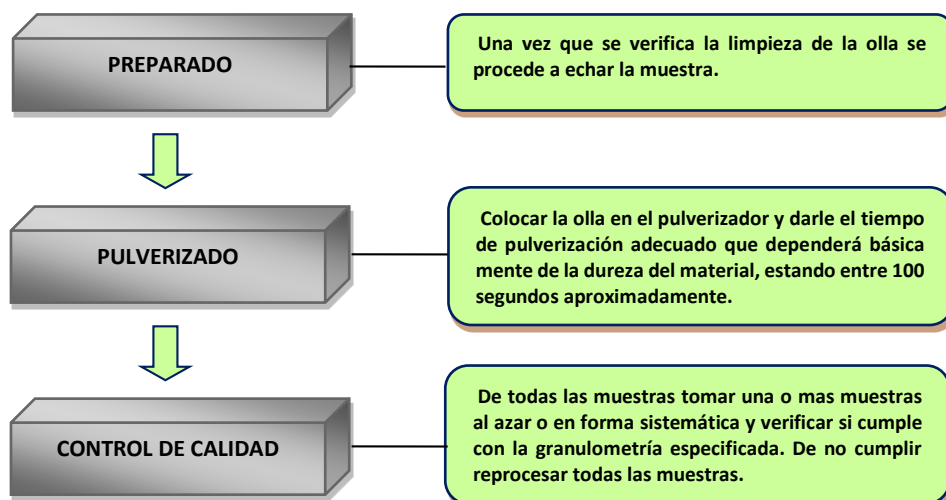
ANEXO A.3. CHANCADO PRIMARIO.



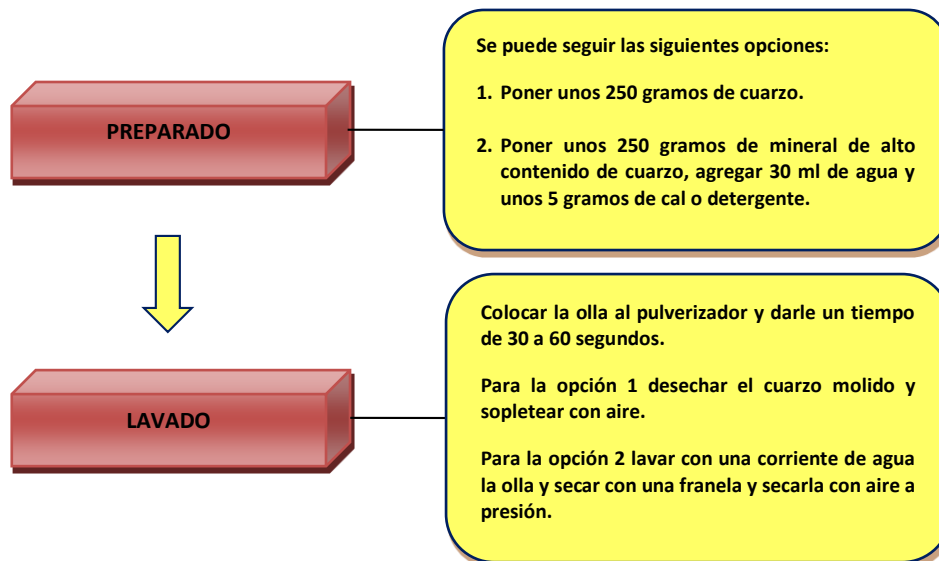
ANEXO A.4. CUARTEADO.



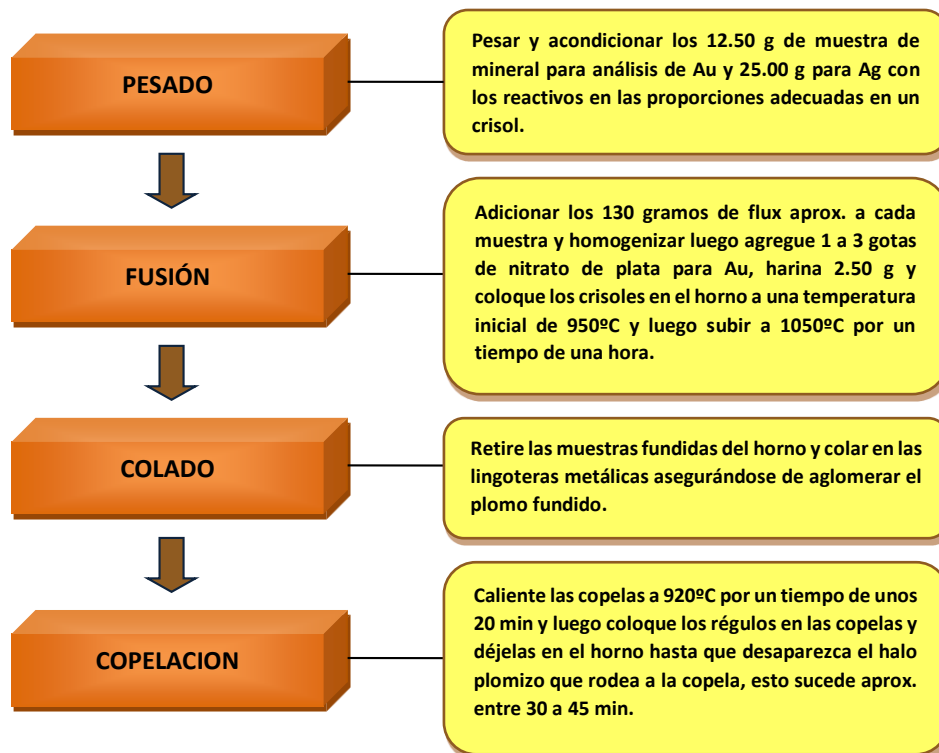
ANEXO A.5. PULVERIZADO



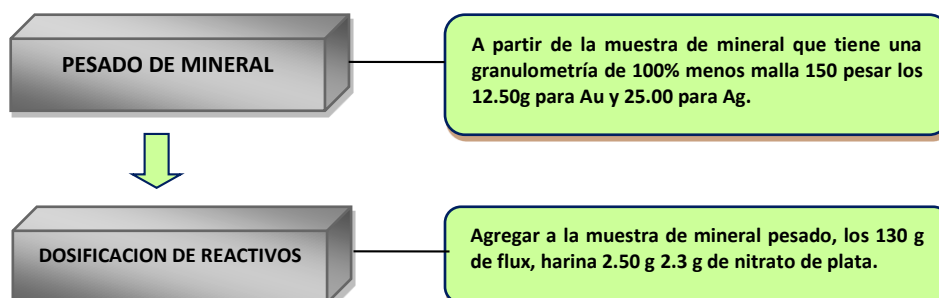
ANEXO A.6. LAVADO DE OLLAS



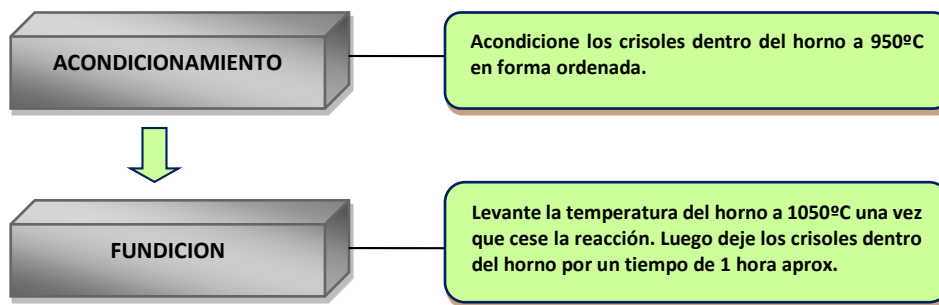
ANEXO A.7. FUNDICIÓN DE MUESTRAS



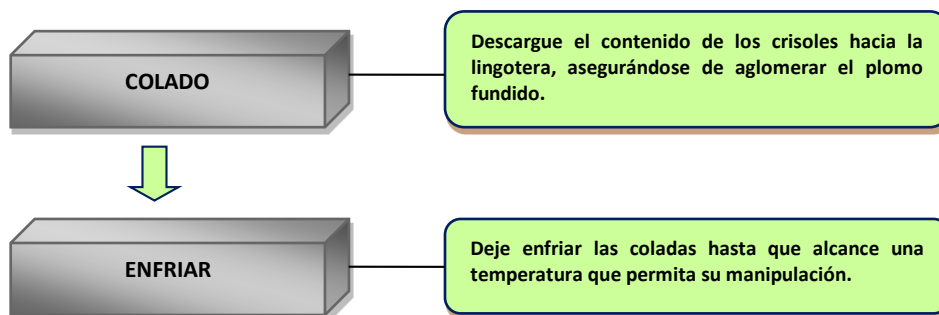
ANEXO A.8. PESADO.



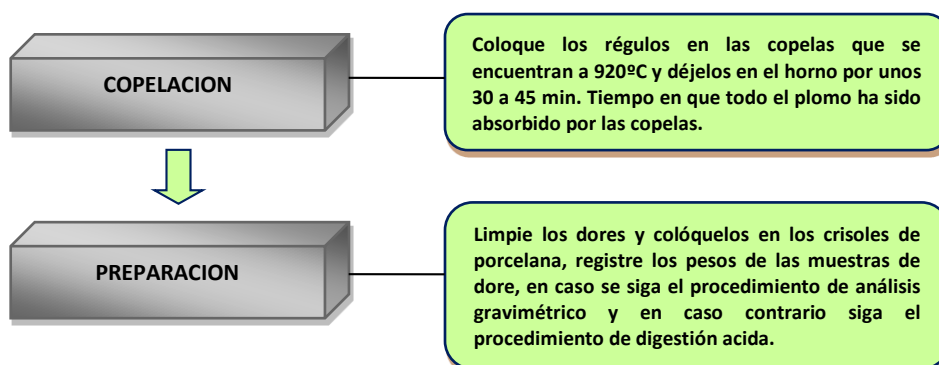
ANEXO A.9. FUSIÓN.



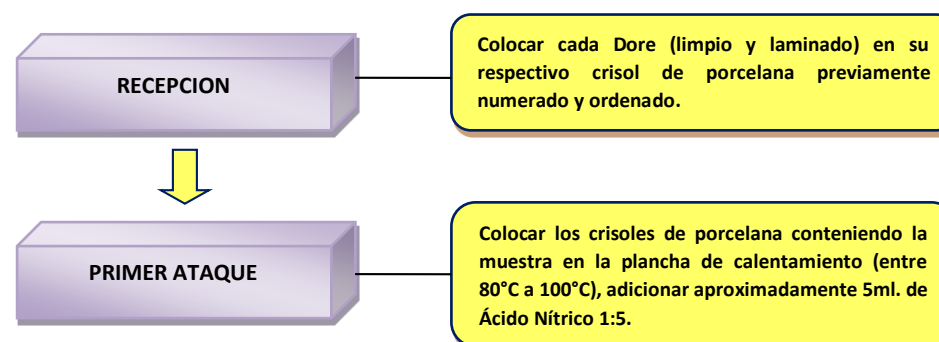
ANEXO A.10. COLADO.

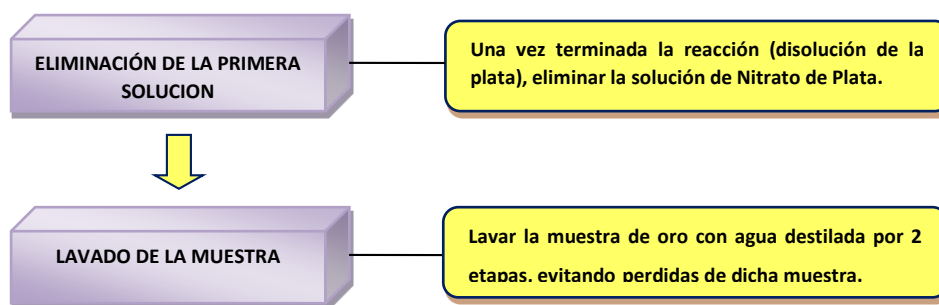
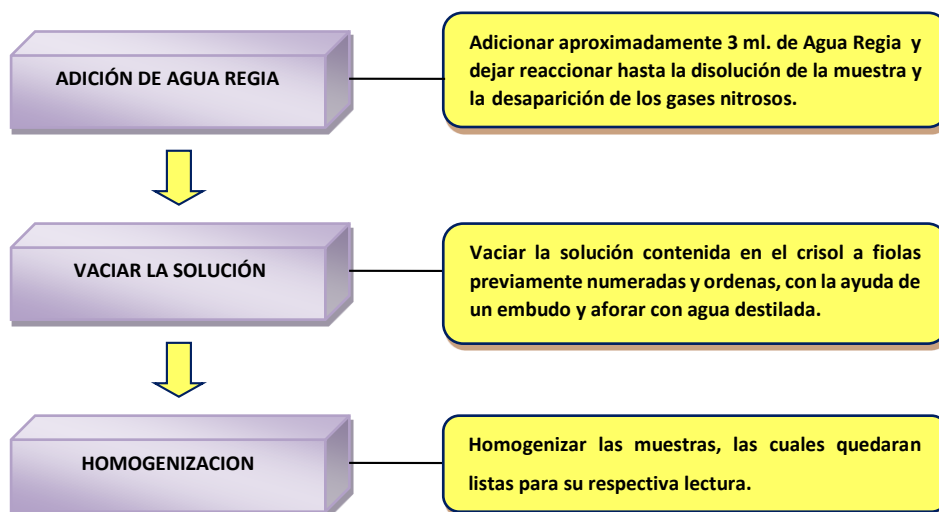


ANEXO A.11. COPELACIÓN.



ANEXO A.12. PRIMER ATAQUE.



ANEXO A.13. LAVADO DE MUESTRA.**ANEXO A.14. SEGUNDO ATAQUE.**

ANEXO B. MATRIX MAIN RECEPCIÓN DE MUESTRAS

ID Documento	Turno	Estado	Observación	Usuario	Generado	Enviado
2613	Dia	Cerrado		ripa: Lipa Maldonado Richard	30/09/2017	30/09/2017
2612	Dia	Cerrado		rhuanca: Huanca Rosas	30/09/2017	30/09/2017
2611	Dia	Cerrado		dcanales: Canales Malaga Derly	30/09/2017	29/09/2017
2610	Dia	Cerrado		dcanales: Canales Malaga Derly	28/09/2017	28/09/2017
2609	Dia	Cerrado		dcanales: Canales Malaga Derly	28/09/2017	27/09/2017
2608	Dia	Cerrado		ripa: Lipa Maldonado Richard	27/09/2017	27/09/2017
2607	Dia	Cerrado		fflores: Flores Fred	27/09/2017	27/09/2017
2606	Dia	Cerrado		ripa: Lipa Maldonado Richard	26/09/2017	26/09/2017
2605	Dia	Cerrado		fflores: Flores Fred	26/09/2017	25/09/2017
2604	Dia	Cerrado		fflores: Flores Fred	26/09/2017	25/09/2017
2603	Dia	Cerrado		jvaldivia: Valdivia Jorge	25/09/2017	25/09/2017
2602	Noche	Cerrado		jvaldivia: Valdivia Jorge	25/09/2017	24/09/2017
2601	Dia	Cerrado		fflores: Flores Fred	23/09/2017	22/09/2017
2600	Dia	Cerrado		ripa: Lipa Maldonado Richard	23/09/2017	23/09/2017
2599	Dia	Cerrado		fflores: Flores Fred	21/09/2017	20/09/2017
2598	Dia	Cerrado		jvaldivia: Valdivia Jorge	20/09/2017	20/09/2017
2593						

ANEXO B.1 MATRIX MAIN MODIFICACIÓN DE MUESTRAS

Muestra	Banco	Poligono	LIF	Celda	Cod. Composito	Análisis Au	Análisis Ag
135817	5040	23		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
11466	5040	23		12	6	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135826	4848	293		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
11469	4848	293		12	6	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135821	4848	294		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135823	4848	294		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135824	4848	294		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135825	4848	294		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
11468	4848	294		12	6	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135818	4760	9001		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
135819	4760	9001		12	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

ANEXO B.1 MATRIX MAIN BUSCADOR DE MUESTRAS

Enviar 30/09/2017 Turno Dia Buscar Reimpresión Orden de Impresión 1

Imprimir Todo Imprimir Todo

Muestras Tajo						Muestras PAD								
Muestra	Banco	Proyecto	Análisis Au	Análisis Ag	Reimprimir	Muestra	LIF	Celda	Banco	Poligono	Análisis Au	Análisis Ag	Análisis Humedad	Reimprimir
428	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135804	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
429	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135805	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
430	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135806	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
431	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135807	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
432	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135808	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
433	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135809	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
434	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135810	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
435	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135811	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
436	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135812	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
437	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135813	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
438	5032	6	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	135814	12	5	48-48	294	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
60						15								

ANEXO C. REPORTE DE LEYES MINA

REPORTE DE LEYES

Laboratorio: Proyecto Arasi
 Muestras: Proyecto Arasi
 Fecha: 17/09/2017
 Turno: Dia

MINA



ID	Código	Au(g/t)	Check
1	JES 4856 PY 40 - 8590	0.136	
2	JES 4856 PY 40 - 8591	0.120	
3	JES 4856 PY 40 - 8592	0.356	
4	JES 4856 PY 40 - 8593	0.170	
5	JES 4856 PY 40 - 8594	0.102	
6	JES 4856 PY 40 - 8595	0.172	
7	JES 4856 PY 40 - 8596	0.884	
8	JES 4856 PY 40 - 8606	0.212	
9	JES 4856 PY 40 - 8607	0.200	
10	JES 4856 PY 40 - 8612	0.316	
11	JES 4856 PY 40 - 8613	0.632	
12	JES 4856 PY 40 - 8614	0.728	
13	JES 4856 PY 40 - 8615	0.790	
14	JES 4856 PY 40 - 8616	0.896	
15	JES 4856 PY 40 - 8617	0.640	
16	JES 4856 PY 40 - 8618	0.212	
17	JES 4856 PY 40 - 8619	1.610	
18	JES 4856 PY 40 - 8620	0.290	
19	JES 4856 PY 40 - 8621	0.308	
20	JES 4856 PY 40 - 8622	0.206	
21	JES 4856 PY 40 - 8626	0.448	
22	JES 4856 PY 40 - 8627	0.962	
23	JES 4856 PY 40 - 8628	0.654	
24	JES 4856 PY 40 - 8629	1.100	
25	JES 4856 PY 40 - 8630	0.422	
26	JES 4856 PY 40 - 8631	0.728	
27	JES 4856 PY 40 - 8633	0.600	
28	JES 4856 PY 40 - 8634	0.730	
29	JES 4856 PY 40 - 8635	1.460	
30	JES 4856 PY 40 - 8636	1.260	
31	JES 4856 PY 40 - 8637	1.900	
32	JES 4856 PY 40 - 8638	1.790	

ANEXO D. REPORTE DE LEYES PAD

REPORTE DE LEYES

ARU

Laboratorio: Proyecto Arasi

Muestras: Proyecto Arasi

Fecha: 17/09/2017

Turno: Dia

PAD

ID	Código	Au(g/t)	Check
1	4864 338 L11 C17 -M135460	0.194	
2	4864 338 L11 C17 -M135461	0.262	
3	4864 338 L11 C17 -M135462	0.372	
4	4864 338 L11 C17 -M135463	0.382	
5	4864 338 L11 C17 -M135464	0.450	
6	4864 338 L11 C17 -M135465	0.390	
7	4864 338 L11 C17 -M135466	0.388	
8	4864 338 L11 C17 -M135467	0.582	
9	4864 338 L11 C17 -M135468	0.530	
10	4864 338 L11 C17 -M135469	0.492	
11	4864 338 L11 C17 -M135470	0.762	
12	4864 337 L11 C17 -M135471	0.450	
13	4864 337 L11 C17 -M135472	0.402	
14	4864 337 L11 C17 -M135473	0.408	
15	4864 337 L11 C17 -M135474	0.440	
16	Composito 16/09/2017 Noche	0.530	

ANEXO E. REPORTE DE SOLUCIONES MERRIL CROWE 2

ARUNTANI
UNIDAD MINERA JESICA
LABORATORIO QUIMICO

002 - N° 0022001

REPORTE DE SOLUCIONES MERRIL CROWE 2

FECH 01/10/17

TURNO:

1° T

ITEM	MUE STRA	HORA	NaCN %	CN libre PPM	pH	Cu g/M ³	Zn g/M ³	Ag g/M ³	Au g/M ³
1	PREGNANT	07:00am							0.218
2	BARREN	07:00am							0.022
3	COMPOSITO	07:00am							0.020
4	CELDA 1	07:30am	0.010		9.42				0.150
5	CELDA 2	07:30am	0.009		9.99				0.203
6	CELDA 3	07:30am	0.010		10.02				0.258
7	CELDA 4	07:30am	0.011		9.53				0.098
8	CELDA 5	07:30am	0.008		9.47				0.280
9	CELDA 6	07:30am	0.007		9.73				0.148
10	CELDA 7	07:30am	0.009		9.10				0.315
11	CELDA 8	07:30am	0.013		9.88				0.088
12	CELDA 9	07:30am	0.011		9.36				0.159

LIMITE DE DETECCION = 0.010 PPM

LABORATORIO QUIMICO

ANEXO F. CERTIFICADO DE ENSAYE

ARUNTANI
UNIDAD MINERA JESICA
LABORATORIO QUIMICO

CERTIFICADO DE ENSAYE

Fecha: 24/02/19

Certificado No. 014- 2019

Muestra de los señores: UM JESICA - ARUNTANI SAC

Referencia: N° 042-2019 REFINERIA-JESICA

Material: Metálico

Muestras recibidas: 16 Condición: Bolsa plástica engrapada

CODIGO MUESTRA	% Au	% Ag C/A
D-3539	11.929	1.875
D-3540	11.950	1.887
D-3541	12.118	1.906
D-3542	11.987	1.905
D-3543	12.249	1.951
D-3544	11.861	1.891
D-3545	11.756	1.895
D-3546	11.894	1.907
D-3547	11.759	1.951
D-3548	11.769	1.902
D-3549	12.047	1.954
D-3550	12.204	1.966
D-3551	11.598	1.885
D-3552	11.690	1.993
D-3553	11.829	1.966
D-3554	11.745	1.970



LABORATORIO QUIMICO ARASI

JORGE A. VALDIVIA PLASENCIA
Ing. Químico
CIP 100334