



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA GEOLÓGICA Y
METALÚRGICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA METALÚRGICA



OPTIMIZACIÓN EN LA DIGESTIÓN DE MUESTRAS PARA EL
ANÁLISIS DE COBRE POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN
LABORATORIO GEOQUÍMICO COTABAMBAS - APURIMAC
2021

TESIS

PRESENTADA POR:

Bach. ARMANDO DIEGO PONCE MAMANCHURA

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO METALURGISTA

PUNO – PERÚ

2022



DEDICATORIA

A mis queridos padres, Ignacia Manuela Mamanchura Cutimbo, Juan Fabio Ponce Fuentes, no tengo palabras para expresarles mi cariño y aprecio a mi madre que luchó por ser buena conmigo y también con mis hermanos, que fue paciente y amorosa, Ella supo sacarnos adelante para ser personas de bien, sé que ahora estas muy feliz porque juntos luchamos para este momento, desafortunadamente, no estas. sé que me guiarás desde lo alto.

También le dedico a Dios por bendecirme en mi vida y ser la luz que me guía mi camino.

A mi novia. Dina Valencia Bautista por motivarme cada día a ser mejor que ayer por brindarme su confianza y amor.

Armando Ponce



AGRADECIMIENTO

agradezco a Dios por acompañarme todos los días y haberme dado fuerza y valor para culminar esta etapa de mi vida. Me siento bendecido por lo que e logrado hasta este momento.

Agradezco también el apoyo incondicional de mis hermanos y hermanas y demostrarme la gran fe que tienen en mí. Ya que sin sus palabras de motivación en los momentos difíciles no estaría culminando este trabajo.

Quiero agradecer a mi Universidad Nacional del Altiplano, a la Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica a los docentes que fueron parte de mi instrucción como profesional y también a mis jurados de tesis quienes me ayudaron a desarrollar activamente en la elaboración de este trabajo, a mis compañeros a todos los que estuvieron durante mi etapa de universitario.

Armando

Ponce



INDICE GENERAL

DEDICATORIA

AGRADECIMIENTO

INDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS

ÍNDICE DE TABLAS

ÍNDICE DE ANEXOS

ÍNDICE DE ACRONIMOS

RESUMEN 14

ABSTRACT..... 15

CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

1.1. Planteamiento del problema..... 17

1.2. Formulación del problema de investigación..... 18

1.2.1. Formulación del problema general 18

1.2.2. Formulación del problema específico..... 18

1.3. Hipótesis de la investigación 18

1.3.1. Hipótesis general..... 18

1.3.2. Hipótesis específico 18

1.4. Justificación del estudio 19

1.4.1. A nivel técnico 19

1.4.2. A nivel económico 19

1.4.3. A nivel Social..... 19

1.4.4. A nivel ambiental..... 19

1.5. Objetivos de la investigación..... 20



1.5.1. Objetivo general.....	20
1.5.2. Objetivos específicos	20

CAPITULO II

REVISION DE LITERATURA

2.1. Marco teórico.....	21
2.1.1. Minerales de Cobre	21
2.1.1.1. Cobre.....	21
2.1.2. Digestión Química	21
2.1.2.1. Reactivos utilizados para la digestión de muestras.....	22
2.1.2.2. Tipos de Digestión Química	24
2.1.3. Método analítico	26
2.1.3.1. Métodos gravimétricos	26
2.1.3.2. Método Volumétrico.....	27
2.1.3.3. Método instrumental.....	27
2.1.4 Espectro de Absorción Atómica	28
2.1.4.1 El proceso de la absorción atómica.....	29
2.1.4.2 Descripción de La Técnica de la Absorción Atómica de la flama..	30
2.1.4.3 Clasificación de los métodos espectrales atómicos	31
2.1.4.4 Elementos analizados por absorción atómica	31
2.1.4.5 Partes de un Espectrómetro.....	32
2.2. Antecedentes.....	37
2.2.1. A nivel Internacional	37
2.2.2. A nivel Nacional	38
2.2.3. A nivel Local	40



CAPITULO III

MATERIALES Y METODOS

3.1. Metodología.....	42
3.1.1. Tipo y diseño de estudio de investigación	42
3.1.2. Unidad de análisis	42
3.1.3. Población de estudio	42
3.1.4. Tamaño de la muestra	43
3.2. Técnicas estadísticas en laboratorio.....	43
3.2.1. Validación del método	43
3.2.1.1. Parámetros de validación.....	43
3.2.1.2. Precisión.....	44
3.2.1.3. Media.....	44
3.2.1.5. Desviación estándar.....	44
3.3. Metodología experimental según los objetivos específicos.....	45
3.3.1. Tipo de procedimiento	45
3.3.2. Equipos de laboratorio	45
3.3.3. Materiales y reactivos de laboratorio.....	45
3.3.4. Selección del método analítico	46
3.3.5. Digestión ácida	46
3.3.6. Procedimiento experimental de las mediciones.....	48
3.3.6.1. Situación de las propiedades de lectura de las muestras.....	48
3.3.6.2. De las pruebas experimentales para el Cobre en dilución.....	48
3.3.6.3. De la calibración.....	48



CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUCION

4.1. Muestras estándar	50
4.1.1. Análisis estadístico de resultados de los 4 estándares.	51
4.2. Muestras experimentales	51
4.2.1. Experimento 1	51
4.2.2. Análisis estadístico de resultados de las muestras del experimento 1 ..	52
4.2.3. Experimento 2.....	57
4.2.4. Análisis estadístico Experimento 2.....	59
V. CONCLUSIONES.....	65
VI. RECOMENDACIONES	67
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	68
ANEXOS.....	71

Área: INGENIERÍA METALURGICA

Tema: OPTIMIZACIÓN EN LA DIGESTION DE MUESTRAS

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 05 de mayo de 2022



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Digestión por microondas	26
Figura 2 Componentes de un espectro de absorción atómica.....	27
Figura 3 Componentes de un espectro de absorción atómica.....	28
Figura 4 Absorción vs concentración	30
Figura 5 Elementos analizados por espectroscopía de absorción atómica y posibles ...	32
Figura 6 Tipos de quemador.....	33
Figura 7 Nebulizador.....	35
Figura 8 Componentes de Lámpara de Cátodo Hueco.....	36
Figura 9 Diagrama de calibración	49
Figura 10 Dispersión de absorbancias de Cobre - Ensayo 1	53
Figura 11 Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 2.....	54
Figura 12 Dispersión de la absorbancia de Cobre - Ensayo 3.....	55
Figura 13 Dispersión de las absorbancias de Cobre – Ensayo 4.....	56
Figura 14 Dispersión de las absorbancias -Ensayo 1	59
Figura 15 Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 2.....	61
Figura 16 Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 3.....	62
Figura 17 Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 4.....	64



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Reactivos utilizados para digestión de muestras	22
Tabla 2 Disolución de muestras con ácidos y bases fuertes y débiles.....	23
Tabla 3 Disolución de muestras con ácidos fuertes.....	24
Tabla 4 Principales tipos de disolución	24
Tabla 5 Términos utilizados en espectrofotometría de absorción	30
Tabla 6 Clasificación de los métodos espectrales atómicos	31
Tabla 7 Tipos de llama	37
Tabla 8 Curva de calibración	49
Tabla 9 Lecturas de ppm de las muestras estándares (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) ensayo original	50
Tabla 10 Promedio de las lecturas de las absorbancias en unidad de ppm.....	51
Tabla 11 Promedio de las lecturas de las absorbancias en porcentajes	51
Tabla 12 Lecturas de las absorbancias de las muestras estándares	52
Tabla 13 Medición de dispersión de datos de la tabla 9 “Ensayo 1” de la muestra	52
Tabla 14 Medición de dispersión de datos de la tabla 6 “Ensayo original”	54
Tabla 15 Medida de dispersión del experimento 1- Ensayo 3.....	55
Tabla 16 Medida de dispersión del experimento 1- Ensayo 4.....	56
Tabla 17 Lecturas de absorbancias ppm.....	58
Tabla 18 Lecturas de absorbancias	59
Tabla 19 Lecturas de absorbancias	60
Tabla 20 Lecturas de absorbancias	62
Tabla 21 Lecturas de absorbancias	63
Tabla 22 Comparación final de resultados	64



ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1 Digestión química de muestras por el tesista	72
Anexo 2 Peso de las muestras antes de digerar	73
Anexo 3 Muestras en etapa de dilución	74
Anexo 4 Muestras estándares	75



ÍNDICE DE ACRONIMOS

AOAC	: Asociación Oficial de Químicos Analíticos
LIA	: Límite inferior admisible
BK	: Blanco
CV	: Coeficiente de variación
AAS	: Absorción atómica
g	: Gramo
LDI	: Límite de detección del instrumental
LDM	: Límite de detección del método
LIC	: Límite inferior crítico
LIS	: Límite superior admisible
LQM	: Límite de cuantificación del método
LSC	: Límite superior crítico
mL	: Mililitro
MRC	: Material de referencia certificado
O/H	: Horas/Hombre
Unid.	: Unidad
kg	: Kilogramo
min	: Minuto
g/L	: Gramo por litro
Abs	: Absorbancia
mL	: Mililitro
μ	: Micra
T°	: Temperatura
LMP	: Límites Máximos Permisible



mg/cm²	: Miligramo por centímetro cuadrado
Cu	: Cobre
%	: Porcentaje
HCIO₄	: ácido perclórico
HF	: ácido fluorhídrico
IEC	: International electrochemical comisión
ISO	: International Organizati3n for Standardization
HDS	: Hoja de datos de seguridad
NTP	: Normas T3cnicas Peruanas
PHVA	: Planifica, hacer, verificar y actuar
S.A.	: Sociedad an3nima
UTM	: Sistema de coordenadas universal transversal de Mercator
mL	: Mililitro
MRC	: Material de referencia certificado
\bar{X}	: Promedio
ppb	: Partes por bill3n
ppm	: Partes por mill3n
RSD	: Desviaci3n est3ndar relativa
V	: Volumen (mL)
W	: Peso de la muestra (g)
t	: Tiempo
Unid.	: Unidad
kg	: Kilogramo
min	: Minuto
g/L	: Gramo por litro



Abs	: Absorbancia
°C	: Grados centígrados
[H₂SO₄]	: Ácido sulfúrico concentrado
[HNO₃]	: Ácido nítrico concentrado
SO₄⁻	: Ion sulfato
NO₃⁻	: Ion nitrato
SUNARP	: Superintendencia Nacional de Registros Públicos
%	: Porcentaje
HCIO₄	: ácido perclórico
HF	: ácido fluorhídrico
IEC	: International electrochemical comisión
MINEM	: Ministerio de energía y minas
NTP	: Normas Técnicas Peruanas



RESUMEN

En el presente trabajo de investigación refiere a la optimización en la digestión de muestras para el análisis de cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021, cuyo objetivo general fue optimizar durante el proceso de análisis químico cuantitativo del Cobre del material de referencia (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10), sin la necesidad de alterar la calidad de los resultados, haciendo la comparación con el procedimiento original y los dos experimentos 1 y 2 en el laboratorio Geoquímico y evaluar la influencia de temperatura y volumen de ácidos y optimizar el tiempo de digestión de las muestras. La metodología aplicada es tipo experimental - cuantitativo debido a que hubo dosificación en menor tiempo de reacción del mineral de cobre, respecto a las variables independientes fueron la temperatura y el volumen del HClO_4 , se realizado con los estándares conocido que tiene la empresa. en cuanto a la variable dependiente fue el tiempo de reacción hacia el mineral de cobre durante la etapa de digestión, respecto a los reactivos en blanco y materiales de referencia cuentan con certificación y validación ante la INACAL, la exactitud está 95% Referente a la conclusión se tiene que el experimento 2 del material de referencia del mineral de cobre al cual se le digesto con un volumen de 0.8 mL de ácido perclórico (HClO_4) con una temperatura de digestión de 190°C , este dio como resultado un tiempo de 2.5 horas, comparando con la muestra estándar que se digesto por la adición de 1 ml de ácido perclórico a 185°C en 4.5 horas con su procedimiento estandarizado, por lo tanto se llega a la conclusión de que es la adecuada para trabajar en laboratorio debido a que es similar el tiempo óptimo de digestión de la muestra estándar.

Palabras claves: Ácidos, cobre, digestión, estándares, exactitud.



ABSTRACT

In the present research work, it refers to the optimization in the digestion of samples for the analysis of copper by atomic absorption in the geochemical laboratory Cotabambas -Apurímac 2021, whose general objective was to optimize during the process of quantitative chemical analysis of the Copper of the reference material (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10), without the need to alter the quality of the results, making the comparison with the original procedure and the two experiments 1 and 2 in the Geochemical laboratory and evaluating the influence of temperature and volume of acids and optimize the digestion time of the samples. The applied methodology is experimental - quantitative type due to the fact that there was dosage in a shorter reaction time of the copper ore, with respect to the independent variables were the temperature and the volume of the added HClO₄ carried out with the known standards that the company has in terms of the dependent variable was the reaction time towards the copper ore during the digestion stage, with respect to the blank reagents and reference materials, they have certification and validation before INACAL, the accuracy is 95%. Regarding the conclusion, experiment 2 of the copper ore reference material, which was digested with a volume of 0.8 mL of perchloric acid (HClO₄) with a digestion temperature of 190°C, resulted in a time of 2.5 hours, comparing with the standard sample that was digested by the addition of 1 ml of perchloric acid at 185 °C in 4.5 hours with its standardized procedure, therefore it is concluded that it is adequate to work in laboratory because the optimal digestion time of the standard sample is similar.

Keywords: Acids, copper, digestion, standards, accuracy.



CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

El proyecto de investigación presenta la relevancia de optimización en la digestión de muestras para el análisis de cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021, realizados en el laboratorio geoquímico así mismo cuenta, personal altamente calificado, también tiene su método estandarizado, la infraestructura adecuada, entre otros que le permite realizar servicios de análisis químico.

El mineral de cobre fue analizado según a los protocolos normativos, con la metodología indicada con respecto a los equipos utilizados estas son de última tecnología lo cual hace que los resultados sean reales, obtenidos con precisión y exactitud.

Según las normativas vigentes los laboratorios están sujetos a aplicar la norma ISO/IEC 17025:2006, y la otra es la ISO 9001:2008 esta última refiere al sistema de Gestión en la que es utilizada prioritariamente en el esquema de proceso, empezando de la responsabilidad de parte la Dirección, luego la gestión de los recursos, proceso de transformación, análisis y mejora.

Sin embargo, la ISO 9001:2015 es una norma de calidad que se aplican a procesos específicos debido a que garantiza los resultados confiables y precisos.



1.1. Planteamiento del problema

En la presente tesis se estudia sobre la optimización en la digestión de muestras, para el análisis de cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021, para ello se investiga un nuevo proceso de digestión utilizando diferentes volúmenes de ácidos en este estudio, así como a diferentes temperaturas en la zona de digestión de los minerales. Se ha encontrado el problema de querer obtener resultados en poco tiempo, es acertado contar con una nueva forma de optimización para cumplir con los requerimientos de la industria Minera.

Perú es un país grande con recursos económicos, y la minería en el Perú es uno de los sectores económicos más importantes; ya que este sector representa el 50% de la economía del país, y es principal productor mundial de varios minerales tales como por ejemplo cobre, zinc, estaño, plomo, se encuentra en tercer lugar (2015). Estos metales son parte clave de las exportaciones del país; es por ello que los análisis químicos de muestras minerales son muy importantes; porque los resultados son utilizados para la determinación de la concentración (ley) de cada elemento metálico y consecuentemente viabilizar su explotación.

Asegurar la confiabilidad y calidad de los resultados proporcionados por los laboratorios para el sistema de prueba dado teniendo en cuenta la temperatura y el tiempo; de igual manera reducir el tiempo de espera de los resultados obtenidos, los cuales serán datos verídicos y confiables.

La espectroscopia de absorción atómica es un sistema de prueba cuantificable de aplicación química para medir la composición de un compuesto y detectar varios contaminantes., fue utilizada por primera vez como una técnica analítica, y los principios subyacentes fueron establecidos en la segunda mitad del siglo XIX por



Robert Wilhelm Bunsen y Gustav Robert Kirchhoff, ambos profesores de la Universidad de Heidelberg, Alemania.

1.2. Formulación del problema de investigación

1.2.1. Formulación del problema general

¿En qué medida se podrá optimizar el proceso de digestión de muestras para el análisis geoquímico de Cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021?

1.2.2. Formulación del problema específico

- ¿será posible determinar la temperatura y el volumen de ácidos en el tiempo de análisis en las muestras del proceso de digestión de Cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021?
- ¿será posible reducir el tiempo del proceso de digestión para el análisis geoquímico de Cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021?

1.3. Hipótesis de la investigación

1.3.1. Hipótesis general

Al optimizar el proceso de digestión de muestras para el análisis geoquímico de Cobre por absorción atómica se evidencia menor tiempo de análisis sin afectar los resultados.

1.3.2. Hipótesis específico

- Al Evaluar la influencia de temperatura y volumen en el ataque químico de Cobre se realizará en menor tiempo de análisis en el proceso de digestión.
- Al comparar los métodos relacionados al tiempo en los análisis Geoquímicos de cobre, permitirán determinar la minimización del tiempo de digestion.



1.4. Justificación del estudio

1.4.1. A nivel técnico

- En la actualidad el análisis de muestras se está sometiendo a constantes ajustes para obtener resultados en menor tiempo posibles. Por lo que se estudia diferentes métodos análisis para poder satisfacer a los clientes.
- También la tecnología se innova año a año, ya que se cuenta con equipos más sofisticados, precisos y fáciles de manejar
- El propósito de la optimización del sistema es reducir o eliminar tiempo y recursos, gastos innecesarios, obstáculos y errores, para lograr las metas del sistema en términos de eficiencia y eficacia.

1.4.2. A nivel económico

- Los impactos económicos que se van a dar son positivos, los cuales a la empresa le genera rentabilidad. Ya que menor tiempo de operación en el área de laboratorio tiene recursos que podría disponer en otras actividades.
- Poder analizar más lotes de nuestros clientes y esto en costos y utilidades para la empresa sería mejor ya que será más rentable.

1.4.3. A nivel Social

- Se usa los métodos de ensayo cumpliendo las necesidades del cliente o las autoridades reguladoras, estos métodos están basados en normas internacionales o nacionales vigentes, y estos análisis no afectaran al grupo de personas que laboraremos.

1.4.4. A nivel ambiental

- La empresa está comprometida con las actividades sustentables y reconoce la necesidad de planear, manejar y revisar estos aspectos que pueden tener un impacto en el medio ambiente en el que opera.



1.5. Objetivos de la investigación

1.5.1. Objetivo general

Optimizar el proceso de digestión de muestras para análisis de Cobre por absorción atómica en el laboratorio Geoquímico Cotabambas-Apurímac 2021.

1.5.2. Objetivos específicos

- Evaluar la influencia de temperatura y volumen de ácidos en el tiempo de análisis de las muestras en el proceso de digestión para el análisis geoquímico de Cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021.
- Optimizar el tiempo del proceso de digestión para el análisis geoquímico de Cobre por absorción atómica en laboratorio geoquímico Cotabambas -Apurímac 2021



CAPITULO II

REVISION DE LITERATURA

2.1. Marco teórico

2.1.1. Minerales de Cobre

Gran parte del cobre no se encuentra al estado puro, están en forma de mineral tales como la Calcocita, Covelita, Calcopirita, Bornita y enargita, todas ellas presentan al cobre en un porcentaje determinado, denominado como ley del cobre. Entre los minerales se tiene a la cuprita, tenorita, malaquita, azurita, crisocola, brocantita (MINEM, 2012).

2.1.1.1. Cobre.

El cobre y el oro son los metales más preciados a nivel del mundo y lideran desde el año 2011 la exploración en las minerías para luego ser exportados a otros países del mundo, se están registrando de montos de millones de dólares, que mueve el mercado en lo que refiere a su exportación. A nivel nacional la economía en el Perú se mueve gracias a la venta que realiza con las empresas mineras extranjeras, se estima que es aproximadamente el 59.1% del valor de todas las exportaciones tradicionales y no tradicionales) efectuadas, Gran parte del Cobre se encuentra en el Perú, entre las que podemos citar a la minera de las Bambas ubicado en la región de Apurímac, y se está explorando por una empresa extranjera (MINEM, 2012).

2.1.2. Digestión Química

“Cuando la muestra solida requiere poner en disolución se ha ce con la adición de ácidos fuertes y se le denomina digestión química” (Rubinson y Rubinson, 2001, p. 98).

Los reactivos químicos que usualmente se utilizan para el ataque de los minerales son por lo general los ácidos fuertes entre las que se puede citar: HNO_3 , HClO_4 , estos



ácidos no disuelven los silicatos o la sílice completamente, La utilización HF permite liberar completamente los elementos traza incluidos en la fase de los aluminosilicatos. “Para la práctica de muchos métodos de análisis resulta” (Camara & Pérez Conde, 2011, pág. 135).

2.1.2.1. Reactivos utilizados para la digestión de muestras

Tabla 1

Reactivos utilizados para digestión de muestras

Disolución, concentración	Propiedades	Uso
HCL	Reductor	Metales que se oxidan más fácilmente que el hidrogeno
HNO ₃	oxidante	Metales que no reaccionan con HCl, sustancias orgánicas oxidadas
H ₂ SO ₄ (98,3% p/p)	Alto punto de ebullición (≈340°C)	Metales, destruye materia orgánica
HClO ₄ (70% p/p)	Oxidante fuerte	Metales, no se pueden utilizar cuando existen agentes reductores
HF (49% p/p)	Forma fluoruros estables	Sílice y silicatos, utilizados con otros ácidos.
NAOH	Base fuerte: oxidante cuando es concentrada	Aluminio y óxidos anfóteros de Sn, Pb, Zn, Cr.

Fuente: “Análisis instrumental”- (Rubinson Kenneth A. & Rubinson, 2001, pág. 99).



Preparación de disoluciones

Tabla 2

Disolución de muestras con ácidos y bases fuertes y débiles

Disolución	Sustancias disgregadas	Crisol
	Silicatos, fosfatos, sulfatos, fluoruros, haluros de	
Na₂CO₃	plata, algunos óxidos metálicos calcinados: $Al_2(SiO_3)_3 + 4 Na_2CO_3 \rightarrow 3 Na_2SiO_3 + 2 NaAlO_2 + 4 CO_2$	Pt
NaOH	Óxidos de elementos de carácter anfótero:	
KOH	SnO ₂ , Al ₂ O ₃	Ni ó Ag
Na₂CO₃+ (Na₂O₂ KNO₃)	Sulfuros, cromita, sustancias con Mo, Mn: $Cr_2O_3 + Na_2CO_3 + 2 KNO_3 \rightarrow 2 K_2CrO_4 + 2 NO + CO_2$	Pt (KNO ₃) Ni ó Ag (Na ₂ O ₂)
KCN	Casiterita: $SnO_2 + 2 KCN \rightarrow 2 KCNO + Sn^0$	Porcelana, cuarzo.
Na₂CO₃ +S⁰	Sustancias que forman tío sales solubles: Mo, Sn, etc.	
(H₂SO₄- KHSO₄)	Óxidos insolubles: $TiO_2 + 2 K_2S_2O_7 \rightarrow Ti(SO_4)_2 + 2 K_2SO_4$	Pt
HF	H ₂ SO ₄ ó HClO ₄ : silicatos + HNO ₃ : Ti, W, Nb, Zr	Pt

Nota: (*) Para elevar la temperatura de 317°C se necesita adicionar el KHSO₄, dando como producto final K₂S₂O₇ (pirofosfato de potasio).



Tabla 3

Disolución de muestras con ácidos fuertes

Solvente	Usos
HCl	Sales de ácidos débiles. Muchos óxidos. Metales más reductores que el hidrógeno (potencial redox negativo).
H₂SO₄	Metales comunes (concentrado y caliente incluso Hg, Bi, Sb, Sn, que no se disuelven en el ácido diluido). Algunos minerales no atacables por el HCl, como CaF ₂ , monacita, etc. HNO ₃
HNO₃	Metales y óxidos, excepto Au, Pt, Al y Cr (se pasivan), Sn, Sb, W (forma ácidos insolubles), UO ₂ y U ₃ O ₈ . Sulfuros (excepto HgS).
AGUA REGIA	HgS, Au, Pt

Fuentes: (Rubinson Kenneth A. & Rubinson, 2001).

Tabla 4

Principales tipos de disolución

Alcalina	Ácida	Gaseosa
Simple: Na ₂ CO ₃ , KOH, NaOH	H ₂ SO ₄	Cl ₂ seco
Oxidante: Na ₂ CO ₃ +Na ₂ O ₂ (KNO ₃)	KH SO ₄	H
Reductora: KCN	HF	Naciente
Sulfurante: Na ₂ CO ₃ +S ^o	HClO ₄	

Fuente: (Robinson & Robinson, 2001)

2.1.2.2. Tipos de Digestión Química

Digestión húmeda

Consiste en mezclar ácidos concentrados en uno o más con una muestra que contenga metales donde se dan las reacciones de oxidación y tales como la digestión



con dosificaciones pequeñas de 5 ml de ácido sulfúrico concentrado y con mayor dosificación de 20 o 30 mL, de ácido nítrico concentrado, el ácido tiende a destruir a la materia orgánica mas no a los metales presentes en dicho mineral, durante la reacción o proceso de digestión hay desprendimiento de gases y densos tales como el SO₂ (Robinson & Robinson, 2001).

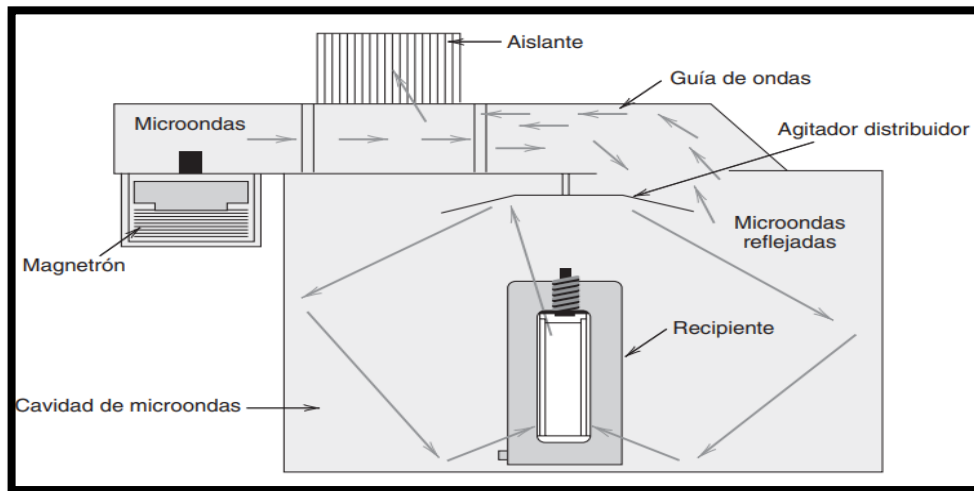
Según el autor Robinson (2001) indica que entre cuando se calienta las mezclas del ácidos nítricos, perclóricos y sulfúricos en las proporciones de 3:1 el ácido actúa como un agente oxidante, el proceso consiste en calentar hasta hervor al ácido perclórico luego se le añade el ácido nítrico quien disuelve al mineral destruyendo a las posibles materias orgánicas presentes.

Digestión en microondas

Consiste en someter las mezclas de los ácidos con el mineral ya descompuestas a un proceso de secado a un horno microondas doméstico. Entre las ventajas de este tipo están que incluyen la minimización de tiempos durante el proceso de digestión, pero la condición esa en que se debe utilizar proporciones muy pequeñas de las mezclas.

Figura 1

Digestión por microondas



Fuente: (Leblanc, 1999).

Digestiones ácidas

Consiste en utilizar recipientes cerrados de plástico tales como el policarbonato (aislantes) o teflón PFA (perfluoroalcoxi-etileno), este método evita vapores provenientes de los ácidos en el horno, es decir que la presión aumenta y se eleva el punto de ebullición del ácido (se sobre calienta el ácido), y el proceso de digestión es muy veloz. (Robinson & Robinson, 2001).

2.1.3. Método analítico

El método analítico se refiere al modo ordenado que conduce a un propósito determinado en síntesis que viene a ser el conducto que permite conllevar a un resultado por medio de un suceso en sus elementos constitutivos (Lopera, et. alt., 2010).

2.1.3.1. Métodos gravimétricos

Es la determinación de la masa de analito de un compuesto, separando el analito por precipitación una sustancia que contiene el analito (Skoog, James, & Crouch, 2008)

2.1.3.2. Método Volumétrico

Llamado también titulométrico donde mide el volumen o la masa un reactivo estándar necesario para reactivo por completo con el analito (Skoog, James, & Crouch, 2008).

2.1.3.3. Método instrumental

Sirve para determinar especies químicas conocida como instrumental y se tiene las siguientes:

Históricamente el análisis cuantitativo por absorción atómica (método instrumental), fue. A principios del siglo XX, a lo que refiere Skoog, James, & Crouch (2008), los científicos empezaron a explotar fenómenos distintos de los usados en los métodos clásicos para resolver problemas analíticos.

Propiedades químicas físicas utilizadas en métodos instrumentales

Figura 2

Componentes de un espectro de absorción atómica

Propiedades características	Métodos instrumentales
Emisión de radiación	Espectroscopia de emisión (rayos X, UV, luz visible, de electrones, de Auger); fluorescencia, fosforescencia y luminiscencia (rayos X, UV y luz visible)
Absorción de radiación	Espectrofotometría y fotometría (rayos X, UV, luz visible, IR); espectroscopia fotoacústica; resonancia magnética nuclear y espectroscopia de resonancia de espín electrónico
Dispersión de radiación	Turbidimetría; nefelometría; espectroscopia Raman
Refracción de radiación	Refractrometría; interferometría
Difracción de radiación	Métodos de rayos X y difracción electrónica
Rotación de radiación	Polarimetría; dispersión óptica rotatoria; dicroísmo circular
Potencial eléctrico	Potenciometría; cronopotenciometría
Carga eléctrica	Coulombimetría
Corriente eléctrica	Amperometría; polarografía
Resistencia eléctrica	Conductometría
Masa	Gravimetría (microbalanza de cristal de cuarzo)
Razón masa/carga	Espectrometría de masas
Velocidad de reacción	Métodos cinéticos
Características térmicas	Gravimetría térmica y titulometría; calorimetría de barrido diferencial; análisis térmicos diferenciales; métodos conductimétricos térmicos
Radiactividad	Métodos de activación y de dilución de isótopos

Fuente: (Skoog, James Holler, & Crouch, 2008, pág. 3)

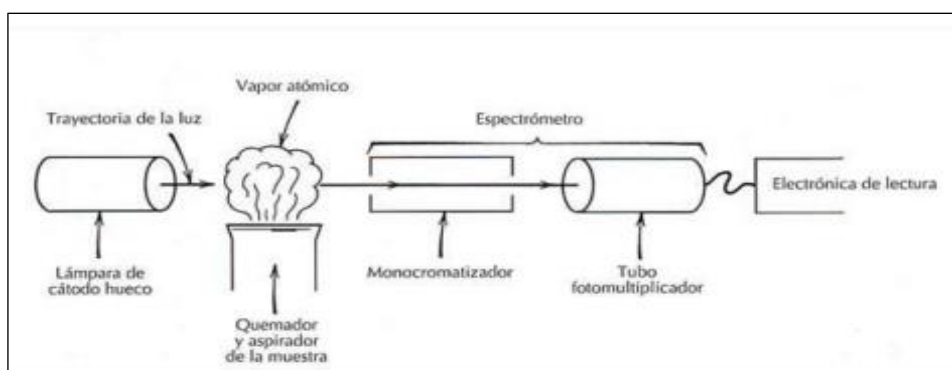
2.1.4 Espectro de Absorción Atómica

La absorción atómica es una técnica capaz de detectar y determinar cuantitativamente la mayoría de los elementos de la tabla periódica. El método consiste en la medición de las especies atómicas por su absorción a una longitud de onda particular. La fuente de energía de esta técnica es una fuente luminosa (una lámpara de cátodo hueco), con un espectro electromagnético que abarca desde la radiación visible hasta la ultravioleta.

La nube representa idealmente los átomos libres de cualquier fuerza de enlace molecular. Cuando la energía luminosa es equivalente a la necesaria para que el átomo pase de sus niveles energéticos más bajos a los más altos, es absorbida y causa la excitación del átomo. El haz luminoso atraviesa la nube muestra y su absorción es detectada por un espectrómetro. Para determinar las concentraciones de los elementos mediante esta técnica analítica, los átomos deben estar completamente libres de todo enlace que exista en el estado sólido o líquido, pues los electrones no absorberán del haz las longitudes de onda específicas si se encuentran de algún modo ligados con los átomos que les rodean. La solución de ensayo es aspirada como una fina niebla dentro de una llama, donde se convierte en vapor químico.

Figura 3

Componentes de un espectro de absorción atómica



Fuente: (Klein, 2001).



2.1.4.1 El proceso de la absorción atómica

El proceso consiste en un haz de luz de longitud de onda de resonancia con una intensidad inicial de I_0 , es enfocada sobre la llama, que contiene átomos al estado elemental. La intensidad inicial de la luz es disminuida en una cantidad determinada por la concentración de los átomos en la llama. Luego la luz es dirigida sobre el detector donde se mide la intensidad disminuida I . la cantidad de la luz absorbida se determina por comparación entre I a I_0 .

La expresión matemática para determinar la absorbancia es:

$$A = \text{Log } I_0 / I$$

Absorbancia es el término más conveniente para caracterizar la absorción de luz en la espectrofotometría de absorción, pues esta cantidad guarda una relación lineal con la concentración. La Ley de Beer define esta relación:

$$A = abc$$

Dónde:

A = Es la absorbancia

a = Coeficiente de la absorción constante que es característica de las especies que absorben

b = es la longitud de paso de luz ocupado por la celda de absorción

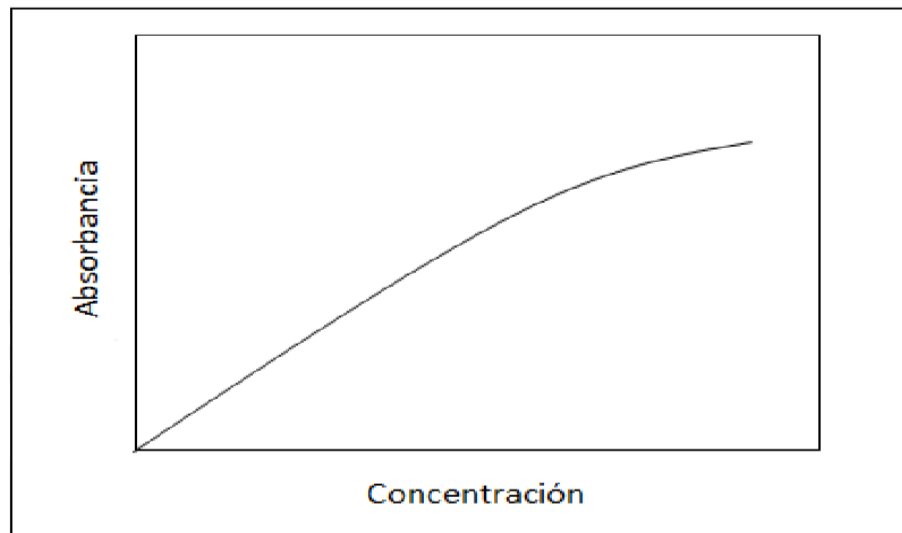
c = Es la concentración de las especies absorbentes en la celda de absorción

Cuando la absorbancia de soluciones patrón contiene concentraciones conocidas del analito se miden y se grafican los resultados de las absorbancias con respecto a la concentración, se establece una relación de calibración en la cual se observa la relación de la ley de Beer, la calibración produce una línea recta. Conforme se incrementan la concentración y la absorbancia, comportamientos no

ideales de los procesos de absorción producen una desviación en el desarrollo de la línea recta, como se muestra.

Figura 4

Absorción vs concentración



Fuente: Beaty (1979)

Tabla 5

Términos utilizados en espectrofotometría de absorción

Nombre de la unidad	símbolo	definición
Energía del fotón	E	$E = h\nu$
Potencia radiante	Φ o P	Cantidad de flujo de energía radiante por segundo (en vatios)
Irradiancia	I	Flujo de energía por unidad de área por unidad de tiempo.
Transmitancia	T	P/P_0 relación de la potencia radiante que pasa a través de una muestra P, con la potencia incidente en ella, P_0 .
Porcentaje de transmitancia	%T	$100 \times T$
Absorbancia	A	$-\log T = \log(P/P_0) = \log(P_0/P) = \log(I_0/I)$

* También denominada intensidad (no muy recomendada)
Fuente: (Rubinson Kenneth A. & Rubinson, 2001, pág. 301)

2.1.4.2 Descripción de La Técnica de la Absorción Atómica de la flama

La muestra en forma líquida es aspirada a través de un tubo capilar y conducido al nebulizador y esta se desintegra y formando gotas de líquido y estas

gotas son conducidas a una flama y donde sucede la serie de eventos que originan la formación de átomos, estos átomos absorben cualitativamente radiación emitida por la lámpara y la cantidad de radiación absorbida está en función a la concentración. La señal de la lámpara pasa por la flama llega a un monocromador, esta señal de radiación electromagnética llega a un detector o transductor y pasa a un amplificador y por último a un sistema de lectura. (Alvarez, Gordillo, & Burgos, 2008)

2.1.4.3 Clasificación de los métodos espectrales atómicos

Tabla 6

Clasificación de los métodos espectrales atómicos

Método de Atomización	Temperatura de atomización (°C)	Base del método	Nombre común y abreviado del método
Llama	1700 -3150	Absorción	Espectroscopia de absorción atómica, AAS
		Emisión	Espectroscopia de emisión, AES
		Fluorescencia	Espectroscopia de fluorescencia atómica, AFS
Electrotérmico	1200 – 3000	Absorción	Espectroscopia de absorción atómica electrotérmico.
		Fluorescencia	Espectroscopia de fluorescencia atómica electrotérmico.
Plasma de argón acoplado por inducción	6000 – 8000	Emisión	Espectroscopia de plasma acoplado por inducción, ICP

Fuente: (Pekin, 2010).

2.1.4.4 Elementos analizados por absorción atómica

Desde un punto de vista técnico, es posible crear cualquier tipo de lámpara. Cada uno de los elementos incluidos en la serie temporal, Sin embargo, hay un número que solo la herramienta puede evitar espectroscopia de absorción atómica completa para la determinación de elementos. Los detectores tienen una sensibilidad aceptada en un un intervalo de longitud de onda larga

Por otra parte, el sistema de obtención de estado fundamental, es decir, la llama, presenta una fuerte absorción a longitud de ondas inferiores a los 200 nm, lo que hace prácticamente imposible trabajar por debajo de esta. Los equipos de absorción atómica, son únicamente capaces de trabajar en rango de longitudes de onda comprendidos entre 190 nm y 855 nm (resolución) (Gary, 2009, pág. 460)

Figura 5

Elementos analizados por espectroscopía de absorción atómica y posibles

H																	He																												
Li 670.8	Be 234.9											B 249.7	C	N	O	F	Ne																												
Na 589.6	Mg 285.2											Al 309.3	Si 251.6	P	S	Cl	Ar																												
K 766.5	Ca 422.7	Sc 391.2	Ti 364.3	V 318.4	Cr 357.9	Mn 279.5	Fe 248.3	Co 240.7	Ni 230	Cu 324.8	Zn 213.9	Ga 287.4	Ge 265.5	As 193.7	Se 196.0	Br	Kr																												
Rb 780.0	Sr 460.7	Y 407.7	Zr 360.1	Nb 405.9	Mo 313.3	Tc	Ru 349.9	Rh 343.5	Pd 244.8	Ag 328.1	Cd 228.8	In 303.9	Sn 286.3	Sb 217.3	Te 214.3	I	Xe																												
Cs 852.1	Ba 553.6	La 392.8	Hf 307.2	Ta 271.5	W 400.8	Re 316.0	Os	Ir 264.0	Pt 265.9	Au 248.2	Hg 185.0	Tl 377.6	Pb 217.0	Bi 223.1	Po	At	Rn																												
Fr	Ra	Ac																																											
<table border="1"> <tr> <td>Ce</td> <td>Pr 495.1</td> <td>Nd 463.4</td> <td>Pm</td> <td>Sm 429.4</td> <td>Eu 459.4</td> <td>Gd 368.4</td> <td>Tb 432.6</td> <td>Dy 421.2</td> <td>Ho 410.3</td> <td>Er 400.8</td> <td>Tm 410.6</td> <td>Yb 398.8</td> <td>Lu 331.2</td> </tr> <tr> <td>Th</td> <td>Pa</td> <td>U 351.4</td> <td>Np</td> <td>Pu</td> <td>Am</td> <td>Cm</td> <td>Bk</td> <td>Cf</td> <td>Es</td> <td>Fm</td> <td>Md</td> <td>No</td> <td>Lr</td> </tr> </table>																		Ce	Pr 495.1	Nd 463.4	Pm	Sm 429.4	Eu 459.4	Gd 368.4	Tb 432.6	Dy 421.2	Ho 410.3	Er 400.8	Tm 410.6	Yb 398.8	Lu 331.2	Th	Pa	U 351.4	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
Ce	Pr 495.1	Nd 463.4	Pm	Sm 429.4	Eu 459.4	Gd 368.4	Tb 432.6	Dy 421.2	Ho 410.3	Er 400.8	Tm 410.6	Yb 398.8	Lu 331.2																																
Th	Pa	U 351.4	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																

Fuente: (Pekin, 2010).

En la siguiente anterior se observan los elementos que se pueden analizar por espectroscopía de absorción atómica y las posibles longitudes de onda a usar.

2.1.4.5 Partes de un Espectrómetro

Partes de un Espectrómetro de absorción atómica son los siguientes:

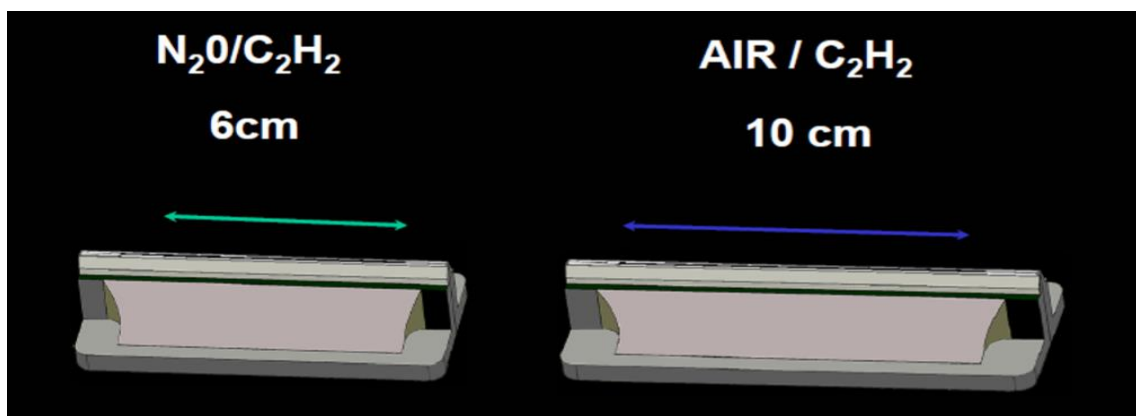
Quemador

Con las gotas de solución que alcanzan a llegar al quemador y ocurren los siguientes eventos:

- El solvente es vaporizado y se forman los cristales de las sales metálicas que originalmente se encontraban en solución como iones positivos y negativos. La naturaleza de las sales formadas depende principalmente de la constante de producto de solubilidad del compuesto que cristaliza.
- Una vez formadas las sales, estas son descompuestas por efecto de la temperatura. Y el elemento es reducido al estado metálico sólido.
- luego el metal pasa del estado líquido al estado gaseoso y finalmente se obtiene un vapor atómico que es capaz de absorber radiación de longitudes de onda bien definidas.
- Si la temperatura es alta y/o el analito metálico es de bajo potencial de ionización, parte de los átomos del elemento pierden uno o más de sus electrones y se ioniza parcialmente. Esto no es conveniente ya que la ionización es una interferencia en el análisis por EEA. (SKOOG & HOLLER, 2001, pág. 654).

Figura 6

Tipos de quemador



Fuente: Recuperado del Manual del VARIAN, 2009.

Monocromador

Hay diferentes combinaciones y series de los componentes ópticos dentro de un monocromador, para optimizar la calidad del espectro generado. Los referentes son las denominadas, prisma de Nicoll o el de Litrow y Zerny-Turner para sistemas



convencionales con redes de difracción holográficas. También se están comenzando a utilizar monocromadores con redes Echelle (Skoog, James & Crouch, 2008)

Detector

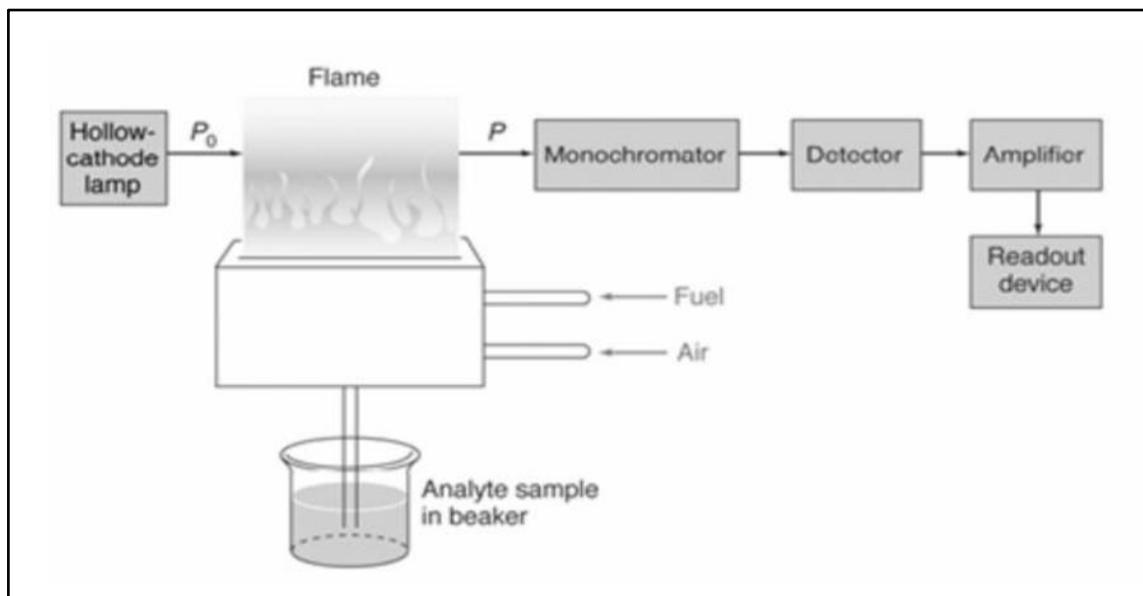
El detector es el dispositivo encargado de captar la señal óptica proveniente del monocromador y transformarlo en una señal electrónica capaz de ser convertida en un valor legible. El más usual es el fotomultiplicador, tubo de vacío provisto de placas fotosensibles que recibe los fotones, los convierte en impulsos electrónicos y multiplica hasta obtener la suficiente intensidad eléctrica. En años recientes se están utilizando también los detectores de estado sólido CCD, de alta sensibilidad asociados a los monocromadores Echelle. (Skoog, James, & Crouch, 2008)

Nebulizador

Cuando se vierte una solución de sal inorgánica en esta llama, Pequeñas fracciones ligeras de iones de metal se reducen a su estado elemental y se forman algunos iones monoatómicos que son relativamente pequeños. Consiste en un nebulizador neumático que transforma la muestra en solución en un aerosol. El tipo de nebulizador más usual es el de tubo concéntrico, donde la muestra solución se aspira a través de un tubo capilar mediante un flujo de gas a alta presión capilar (efecto Venturi). Los caudales del oxidante y del combustible constituyen variables importantes. El combustible y oxidante, por lo general se asocian con el tamaño estequiométrico. Los metales que forman óxidos estables emplean flamas con exceso de combustible. (Alvarez, Gordillo & Burgos, 2008).

Figura 7

Nebulizador



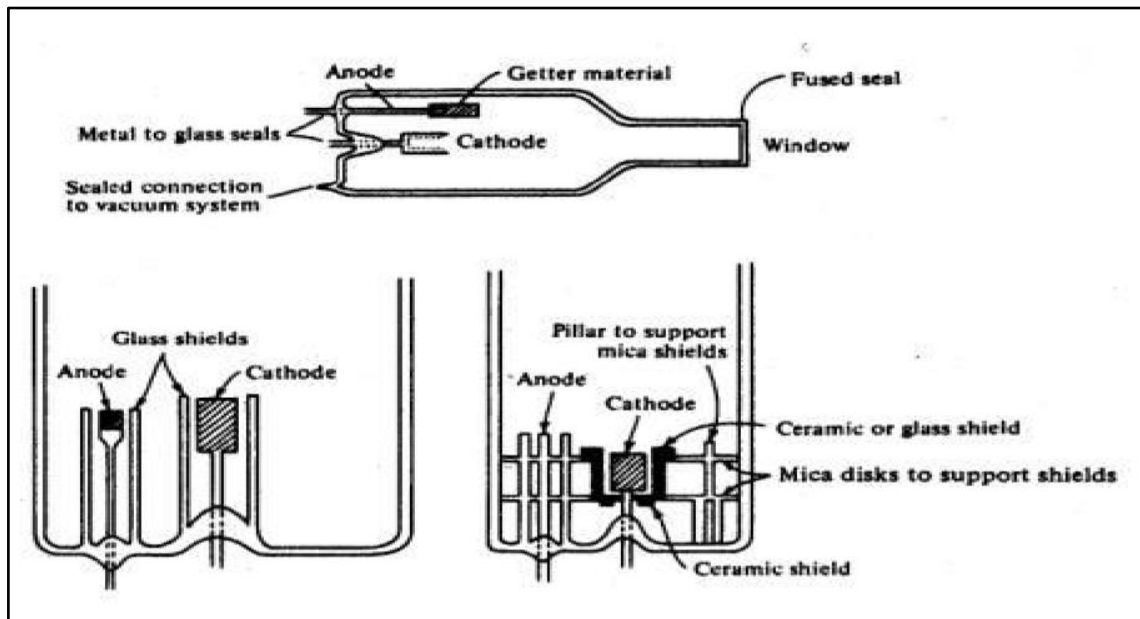
Fuente: Atomic spectroscopy in analytical chemistry, 2014.

Lámpara de cátodo hueco

Este tipo de lámpara tiene un ánodo de wolframio y un cátodo cilíndrico sellado herméticamente en un tubo de vidrio de neón/argón con una presión de 1 a 5 torr. El cátodo consiste en un metal de varias formas a obtener, o sirve de soporte a la capa de dicho metal. Las partes de estos átomos son excitadas por la luz que pasa a través de ellas y de esta manera, volviendo a la tierra, producen su radiación característica, los átomos metálicos se convierten, extendiéndose nuevamente hacia la parte superior del cátodo o hacia la superficie de la pared del vidrio. La configuración cilíndrica del cátodo tiende a concentrar la radiación en una región limitada del tubo metálico, este diseño aumenta la probabilidad de que la redistribución sea en el cátodo y no sobre la pared del vidrio. (Skoog, James Holler, & Crouch, 2008)

Figura 8

Componentes de Lámpara de Cátodo Hueco



Fuente. - Atomic spectroscopy in analytical chemistry, 2014.

Atomización con llama

En un atomizador de llama, la disolución de la muestra es nebulizada mediante un flujo de gas oxidante mezclado con el gas combustible y se transforma en una llama donde se produce la atomización. El primer método es la de solvatación en el que se evapora el disolvente hasta producir un aerosol molecular sólido finamente dividido.

Luego, la disociación de la mayoría de estas moléculas produce un gas atómico.

(Alvarez, Gordillo & Burgos, 2008).

Tabla 7*Tipos de llama*

Combustible	Oxidante	Temperatura °C	Vol. De Combustión
Gas LP	Aire	1700 - 1900	39 – 43
Gas LP	Oxígeno	2700 - 2800	370 – 390
Hidrógeno	Aire	2000 – 2100	300 – 440
Hidrógeno	Oxígeno	2550 – 2700	900 – 1400
Acetileno	Aire	2100 – 2400	158 – 266
Acetileno	Oxígeno	3050 – 3150	1100 – 2480
Acetileno	Óxido nitroso	2600 - 2800	285

Fuente: Beaty, (1979).

2.2. Antecedentes

2.2.1. A nivel Internacional

Mendoza et al., (2014) mencionan que los métodos de digestión por vía seca (DVD) más la adición del ácido por medio de las microondas (DAAM) ha sido analizado donde se tuvo como objeto de estudio a la caña de azúcar (*Saccharum officinarum L.*), así como también se analizó el impacto de las técnicas de detección utilizadas en el laboratorio de espectrometría de absorción molecular visible (UV-VIS) ; K: Espectrometría de emisión atómica (AES); Ca, Mg, Cu, Zn: espectrofotometría de absorción atómica (FAAS)], también utilizó el método por fluorescencia de rayos X de reflexión total (TXRF). La presente investigación tiene como resultado la exactitud y precisión de los métodos de digestión. La exactitud y precisión de los métodos de digestión se determinó con 2 muestras certificadas, Tejido vegetal. La determinación de P vía TXRF dio resultados respecto a UV-VIS en muestras foliares de caña de azúcar. El resultado por el método de digestión mostró valores exactos y precisos en Calcio, cuando se utiliza FAAS o TXRF. En Zn



y Cu se presentan desviaciones y varianzas asociadas a las concentraciones bajas en las muestras y su relación con el blanco de reactivos. En general, la precisión y exactitud están relacionadas principalmente con el rango de concentración de cada elemento en las muestras y el límite de cuantificación. No se encontró diferencias apreciables en cuanto al desempeño analítico de ambos métodos de digestión. La detección por TXRF presenta baja eficiencia analítica de su exactitud y precisión en algunos elementos y en costos bajos.

Bazán, Sarqui y Brandaleze (2011) mencionan que el país de Argentina, cuenta con recursos naturales tales como el mineral, se han dado proyectos que han sido ejecutados la exploración del mineral de Cu teniendo al cobre con ley entre 0,5% y 0,8% y con un porcentaje de pureza al Sb, As, Pb, Bi y Hg. [1, 2, 3, 4], por lo que se convierte en un potencial y dar el desarrollo en la pirometalurgia del cobre, dado que hasta el momento no existen avances en este sentido. En este trabajo se presentan resultados de un estudio realizado sobre un mineral de baja ley de Cu, en el cual se identifican sus fases mediante microscopía óptica, ensayos de flotación contemplando diferentes condiciones, con el objetivo de obtener concentrados de distintas calidades.

2.2.2. A nivel Nacional

Villanueva y Estupiñan (2020) realizaron 20 muestras, cuyo objetivo fue verificar la exactitud del ensayo con las sistematizaciones y operacionalizaciones de las variables, con los modelos pirometalúrgicos desarrollados en el laboratorio, para lograr resultados reproducibles con tolerancias dentro de los laboratorios de empresas que reportan análisis de oro 25.50% Carbonato, 15% Sílice y 5% Bórax, finalmente dando como resultado 3.556 g/ton y la mayor 9000g/ton al cual lo sometieron a la optimización de fusión del mineral por medio del análisis



cuantitativo de oro por el método gravimétrico. que realiza minerales con azufre, realizadas las pruebas en laboratorio por composición de flux donde determinaron la composición química de todo el mineral dando los siguientes resultados: 54.5% del mineral litargirio; 25.50% Carbonato; 15% Sílice y 5% Bórax. dichas pruebas fueron respaldadas do con el patrón interno de trabajo en otro laboratorio de Lima.

Rojas (2019) presenta como objetivo reducir el tiempo de análisis y mejorar el sistema de digestión de muestras de cobre, Plomo, Zinc y garantizar su representatividad, en la metodología el investigador fue el cuantitativo, referente a las conclusiones se tiene que optimizó el tiempo de gestión de muestras geoquímica por hora, logran digerir 60 muestras y con otro método logra digerir 60 muestras y con el otro método logra digerir 220 muestras en una hora.

De la Cruz y Yanayaco (2016) mencionan que cuando las muestras son geoquímicas reciben un tratamiento especial que contienen Hierro y son difíciles de digerirse en su totalidad , por lo que el objetivo de este problema es estudiar los diferentes métodos de digestión de muestras geoquímicas, determinando los parámetros de preparación de muestras y la formulación más óptima mediante la evaluación de cada corrida experimental, cuya metodología es aplicada , tipo experimental y diseño cuantitativo, dando los siguientes resultados que la muestra 17 de la digestión 3 y haciendo uso de la digestión multiácida: 3:HNO₃, 2:HClO₄, 1:HF se consigue la mayor cantidad de mineral digerido obteniéndose 46,35 % de hierro. Comparando con otros trabajos no se llegan a estos porcentajes por que la liberación del fierro de sus componentes asociados cristalográficamente con materiales refractarios como el silicio se logra obtener el hierro en solución, demostrado en los resultados donde se obtiene las más altas leyes de hierro, analizados por métodos volumétricos.



Rosa (2015) presenta como objetivo es los parámetros de validación del análisis por espectrofotometría de absorción de atómica, comparar el método de los parámetros con el método de espectrofotómetro de absorción atómica actual. Respecto a la metodología el trabajo de investigación es de tipo cuantitativo. Referente a los resultados se tiene que el ataque químico debe culminar con un ataque químico hasta que quede pastoso, finalmente se tiene las conclusiones donde indica que el método de espectrometría de absorción atómica para la determinación de la plata en diferentes ensayos realizados en el laboratorio es válido teniendo como alcance desde 0.05% g/TM.

2.2.3. A nivel Local

Zapana (2019) tiene como objetivo principal el aseguramiento de calidad de resultados en los análisis de muestras geoquímicas bajo un sistema de Gestión de Calidad basado en la NTP-ISO/IEC 17025:2006 en el laboratorio ALS PERÚ S.A. es por ello que las muestras analizadas están basadas en estándares internos de la empresa para la cuales cuenta con Blancos de proceso, Material de Referencia Certificado, Material de Referencia, Estándares y Cartas de Control en el laboratorio ALS PERÚ S.A., el laboratorio de la empresa efectúa ensayos de análisis de muestras geoquímicas y brinda servicios a la empresa minera Las Bambas, el cual ha visto necesario emitir resultados confiables de los análisis para la competencia del laboratorio con fines de mejora y posterior acreditación en base a la NTP-ISO/IEC 17025:2006 por lo que cumple con las expectativas de sus clientes internos y externos en el mercado globalizado del sector. Finalmente se describe el trabajo que se realiza en el Laboratorio ALS PERÚ S.A. aplicando el sistema de Gestión de Calidad en muestras geoquímicas y siguiendo los manuales de procedimientos ya que de esto depende la fluidez de la producción de la empresa.



Chávez (2019) indica que considera como valor agregado al mineral de la Malaquita el cual ha sido atacado con ácido sulfúrico de forma convencional pero indica que si están en otras formas o métodos con otros reactivos químicos que no ocasionen contaminación ambiental. El presente tiene como objetivo analizar el efecto de la solución de tartrato en la recuperación de cobre proveniente de la malaquita en comparación al ácido sulfúrico, respecto a la metodología es trabajo de investigación experimental de tipo cuantitativo, en el procedimiento se consideró 1170 g de mineral -3/8" en columnas de PVC de 4" de diámetro para cada prueba y como variables independientes está la tasa de riego, tiempo y concentración de tartrato según el diseño experimental; así mismo las muestras se analizaron por espectrometría ultravioleta visible (UV) aplicando la ecuación de la ley de Lambert Beer (A) y absorción atómica. Finalmente todo el trabajo de investigación dio como resultado la recuperación de 1.039 g de cobre por litro de solución durante 5 días de proceso, seguidamente el 26.3% del total recuperado, y 2.909 g/l en 32 días, 73.7% del total recuperado, alcanzando 3.948 g/l en 37 días de proceso, respecto al proceso con ácido sulfúrico demostró ser favorable en los primeros días llegando el 4.2 g/l por 5 días de proceso, 65.6% del total recuperado, minimizándose la velocidad de extracción con el tiempo a 2.2 g/l en 32 días, 34.4% del total recuperado, lo que concuerda con lo mencionado por (Bingöl y Canbazoğlu, 2004) y (Nicol, 2018), alcanzando 6.4 g/l de Cu_2^+ en 37 días; la conclusión a la que se llegó fue de que la solución de tartrato se presenta como una nueva alternativa tecnológica para el procesamiento de cobre con lixiviación selectiva.



CAPITULO III

MATERIALES Y METODOS

3.1. Metodología

3.1.1. Tipo y diseño de estudio de investigación

La presente tesis es cuantitativa, porque se manipulará las variables, temperatura, volumen de ácidos en menor tiempo basados en 4 ensayos del laboratorio, así como también el pesado y la digestión de muestras luego se someterá a la variación del volumen y temperatura para posteriormente relacionar con los tiempos de optimización del análisis químico (Fernández Collado & Baptista Lucio, 2014).

La optimización de procesos se aplica para solucionar y poder tomar decisiones en menos tiempo.

El tipo de diseño experimental-Cuantitativo, debido a que hay manipulación de variables como temperatura y dosificación de ácidos, para tener resultados óptimos sin alterar la calidad y la fiabilidad en el análisis del Cobre.

3.1.2. Unidad de análisis

La unidad de análisis es el mineral de Cobre que procede del material certificado. (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) provincia de Cotabambas, región Apurímac.

3.1.3. Población de estudio

La población de estudio que se utilizó para la recolección de los datos son las muestras tomadas en el laboratorio geoquímico donde se realizara el ensaye a las muestras certificadas (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) en Cotabambas apurimac-2021.



3.1.4. Tamaño de la muestra

La elección de muestra apropiado es uno de los aspectos más importantes del diseño experimental, el tamaño de muestra de las dos poblaciones (a comparar) son iguales Para la presente tesis el tamaño de muestra que se utilizó para realizar los análisis es de 4 ensayos. 10 repeticiones

3.2. Técnicas estadísticas en laboratorio

Durante muchos años, en la investigación de laboratorio, como en el campo de las relaciones públicas y otras tecnologías, se consideró necesario asegurar que los resultados de la investigación se obtuvieran con la calidad necesaria para lograr la aprobación de la normativa, tanto en estudios científicos como experimentales.

3.2.1. Validación del método

Apoyar el proceso de revisión incluye respaldar y documentar su respaldo, es decir, sus modificaciones y algunos de los requisitos iniciales. Especificación proporcionada por la norma ISO 17025 “Confirmación a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto” (Sagrado et al., 2005).

La validación puede definirse como:

3.2.1.1. *Parámetros de validación.*

Exactitud

Cercanía del resultado al valor verdadero, es una combinación de error sistemático y aleatorio se habla pues de dos componentes; veracidad y precisión” (Sagrado et al., 2005).

$$\text{Exactitud} = 100 - \% \text{ER} \dots\dots\dots \text{Ecuación (1)}$$

$$\% \text{ER} = \left[\frac{V_r - V_p}{43} \right] \times 100 \dots \text{Ecuación (2)}$$



Vr

Dónde:

Vr = Valor real

Vp = Valor practico

ER = Error Relativo

3.2.1.2. *Precisión*

El propósito del breve estudio de la precisión es identificar cambios o adiciones o sustracciones del procedimiento de prueba. Este cambio se debe a errores sistemáticos en cualquier procedimiento de prueba.:

$$\% CV = \frac{S}{\bar{X}} \dots\dots\dots \text{Ecuación (3)}$$

Dónde:

X = media del grupo muestral y \bar{S} = desviación estándar.

3.2.1.3. *Media.*

Son los valores cuantitativos obtenidos de lectura del Espectrómetro por absorción atómica, del análisis geoquímico provenientes de la digestión de las muestras.

$$X = \frac{\sum x_i}{n} \dots\dots\dots \text{ecuación (4)}$$

Donde:

X= Promedio muestral

$\sum x_i$ = sumatoria de las lecturas en el Espectrómetro por adsorción atómica.

n = número de muestras digestadas.

3.2.1.5. *Desviación estándar.*

Es la medida de dispersión más común, que indica que tan dispersos están los datos con respecto a la media.



$$S = \frac{\sqrt{\sum(xi-X)^2}}{(n-1)} \dots\dots\text{ecuación (5)}$$

3.3. Metodología experimental según los objetivos específicos

3.3.1. Tipo de procedimiento

- Digestión de muestras
- Por absorción atómica

3.3.2. Equipos de laboratorio

- HOTBLOCK (0 – 185°C) (es una base para el secado)
- El Equipo de absorción atómica marca VARIAN AA240.
- Filtros de aire.
- Extractor de gases.
- Balanza analítica Sartorius precisión 0.1 g

3.3.3. Materiales y reactivos de laboratorio

- Propipeta (bombilla de goma).
- Piseta.
- Dispensadores de ácido.
- Gradillas para tubos de ensayo.
- Lámparas de cátodo hueco de cobre.
- Tubos de teflón de volumen de 250 mL.
- Material de vidrio:
- Fiola de volúmenes 100 mL.
- Tubos de ensayo de volúmenes 25, 50 y 100 mL.
- pipeta volumétrica de 2, 5 10 y 15 mL.
- Soluciones estándar certificadas de 1000 ppm de los elementos Cu.
- Ácido nítrico [HNO₃]



- Ácido clorhídrico [HCl]
- Ácido perclórico [HClO₄]
- Acetileno de grado instrumental [C₂H₂].
- Agua desionizada.

3.3.4. Selección del método analítico

El proceso utiliza tubos de teflón de 100 mL de capacidad; empleando hasta tres veces la cantidad de ácido en la digestión por los materiales con los que se cuenta fiolas de 100 mL.

3.3.5. Digestión ácida

Para la digestión acida se utiliza el ácido de concentraciones variables, uno de los más usados para la determinación de cobre es el ácido nítrico (Valdéz & Molina, 2016).

Primer procedimiento experimental

- Se Agregó 3 ml de [HNO₃] y 1 ml de [HClO₄] a cada tubo de teflón para mezclar y durante 1 hora a temperatura ambiente
- Se transfirió los tubos al bloque caliente de 115 ° C y digiera las muestras durante 10 minutos.
- Se retiró los tubos del bloque caliente a 115 ° C y agregue 3 ml de HF a cada tubo. digerir durante 30 minutos adicionales a 115 ° C
- Se transfirió los tubos al bloque de digestión de 185 ° C y digerir durante 2,5 horas
- Se retiró los tubos del bloque de digestión y agregue 15 ml de [HCl].
- volver al bloque de digestión de 115 ° C durante 15 minutos
- Se retiró el tubo del bloque de digestión, en el momento oportuno. transferir cuantitativamente la solución al matraz aforado de tamaño apropiado



- Se enfrió y rellenó hasta el volumen con agua desionizada. tapar y homogeneizar con un burbujeador o agitando manualmente
- Se dispensó la solución en un tubo de ensayo desechable (desechar la solución restante)
- Luego se envió las muestras para su respectivo análisis

Segundo procedimiento

- Se agregó 3 ml de $[\text{HNO}_3]$ y 0.8 ml de $[\text{HClO}_4]$ a cada tubo de teflón para mezclar
- Transfiere los tubos al bloque caliente de 115°C y digiera las muestras durante 10 minutos.
- Se retiró los tubos del bloque caliente a 115°C y agregue 3 ml de HF a cada tubo.
- Se retiró y se transfirió en los tubos al bloque de digestión de 185°C y digerir hasta sequedad.
- Se retiró los tubos del bloque de digestión y agregue inmediatamente 15 ml de HCl concentrado.
- Se le volvió al bloque de digestión de 115°C durante 15 minutos
- Se retiró el tubo del bloque de digestión, en el momento oportuno. transferir cuantitativamente la solución al matraz aforado de tamaño apropiado
- Luego se enfrió y se rellenó hasta el volumen con agua desionizada. tapar y homogeneizar con un burbujeador o agitando manualmente
- Se dispensó la solución en un tubo de ensayo desechable (desechar la solución restante)
- Luego se envió las muestras para su respectivo análisis



3.3.6. Procedimiento experimental de las mediciones

Se efectuaron el procedimiento de las corridas de las muestras, es decir que la lectura se hizo de manera secuente, debido a que el espectrómetro tiene la particularidad de realizar secuente. las lecturas de muestras.

3.3.6.1. Situación de las propiedades de lectura de las muestras.

- Las muestras preparadas por dilución ya no han requerido de cálculo estadístico del número de muestras “*n*” a tomar, debido a que se trata de valores a nivel de micro y por lo tanto se consideró como muestreo por experiencia estadística con *n=10*.
- Que las mediciones tomadas son garantizables debido a que se tiene una foto de los datos reportados las cuales están adjuntos en el anexo.
- Las muestras agrupadas a correr por cada ensayo son las siguientes:
- Ensayos de la muestra en blanco con lectura = 0.00000 ppm
- Que las muestras se tomaron, la primera se ha tomado en el mes de marzo, la segunda fue en el mes de abril, la tercera en el mes mayo.

3.3.6.2. De las pruebas experimentales para el Cobre en dilución.

Las pruebas experimentales realizadas están registradas en el siguiente capítulo en donde se hicieron 4 ensayos (Ensayo original, Experimento 1, Experimento 2), y para cada uno son 10 repeticiones.

3.3.6.3. De la calibración.

Curva de calibración La mayor parte de los métodos analíticos son relativos, es decir, el contenido del analito en la muestra se obtiene a través de un patrón o estándar de referencia certificado. A partir de éste, es posible preparar una disolución de concentración exactamente conocida denominada solución madre.

Luego, utilizando la solución madre, se preparan un conjunto de soluciones a distinta concentración para la obtención de una curva de calibración.

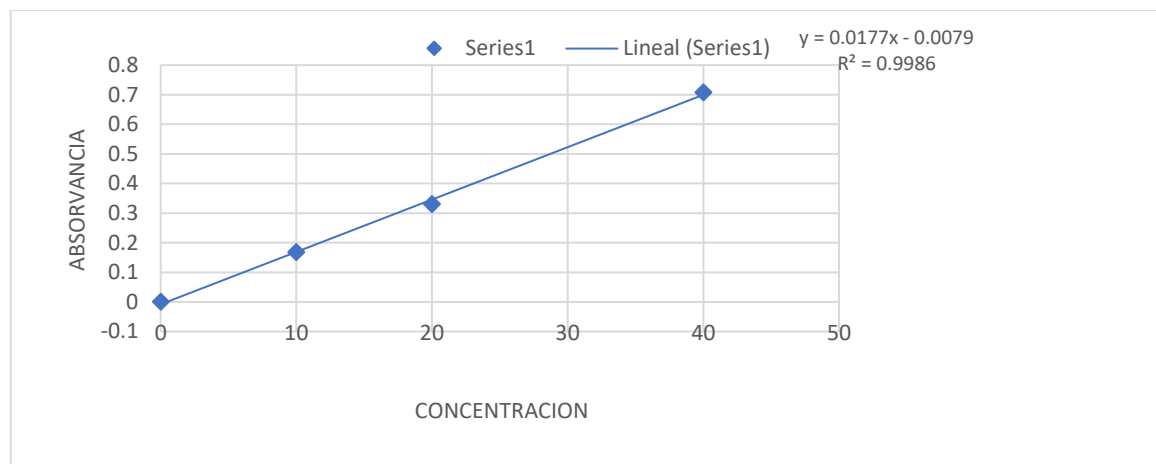
Tabla 8

Curva de calibración

Calibración de la curva		
	concentración	Absorbancia
cal Zero	0	0.0004
std 1	5	0.2155
std 2	10	0.4132
std 3	20	0.7209
std 4	15	0.5734

Figura 9

Diagrama de calibración





CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUCION

4.1. Muestras estándar

Para el desarrollo de la presente tesis donde utilizó 4 estándares (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) a los cuales se les midió las absorbancias en ppm, para lo cual se respetó el procedimiento estandarizado del laboratorio les añadió: 1 mL. de HClO_4 (c); 3 mL HF; 1.5 mL de HNO_3 a cada una de las 10 muestras estándares, sometiendo a una temperatura de 185°C y el tiempo en el que se digesto fue de 4.5 horas.

Tabla 9

Lecturas de ppm de las muestras estándares (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) ensayo original

ESTÁNDAR 1: GMB 908										
N° muestras	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3599.14	3660.09	3599.73	3631.56	3610.68	3605.16	3599.95	3645.89	3671.47	3632.07
ESTÁNDAR 1: Oreas 621										
N° de muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3650.82	3633.37	3648.26	3638.24	3620.15	3609.54	3620.74	3640.39	3639	3618.85
ESTANDAR 3: EMOG 17										
N° de muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	8299.43	8301.43	8302.58	8300.61	8301.14	8299.35	8299.91	8300.35	8299.41	8300.87
ESTANDAR 4: GMB 306-12										
N° de muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	14900.2	14899.25	14900.6	14900.54	14898.27	14901	14901.23	14900.54	14901.13	14900.74



4.1.1. Análisis estadístico de resultados de los 4 estándares.

Medidas de dispersión y sus promedios correspondientes de las muestras estándares, según Norma Técnica Peruana ISO/IEC17025 de “Calidad en laboratorios”

Tabla 10

Promedio de las lecturas de las absorbancias en unidad de ppm

N°	Estándar	Medición del Cobre (ppm)		
		Valor min.	Valor Max.	Promedio
1	GMB 908 -10	3599.14	3632.07	3615.605
2	OREAS 621	3618.85	3650.82	3634.835
3	EMOG 17	8299.43	8300.87	8300.15
4	GMB 306-12	14900.2	14900.74	14900.47

Tabla 11

Promedio de las lecturas de las absorbancias en porcentajes

N°	Estándar	Medición del Cobre (%)		
		Valor min.	Valor Max.	Promedio
1	GMB 908 -10	0.359914	0.363207	0.3615605
2	OREAS 621	0.361885	0.365082	0.3634835
3	EMOG 17	0.829943	0.830087	0.830015
4	GMB 306-12	1.49002	1.490074	1.490047

4.2. Muestras experimentales

4.2.1. Experimento 1

Para el desarrollo de la presente tesis se usó los estándares (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) a los cuales se les midió las absorbancias en ppm, para lo cual se les añadió: 0.9 mL. de HClO₄ (c); 3 mL HF; 1.5 mL de

HNO₃ a cada una de las 10 muestras problema, sometiendo a manipulación a una temperatura de 200 ° C y el tiempo en el que se digesto fue de 2.2 horas.

Tabla 12

Lecturas de las absorbancias de las muestras estándares

ENSAYO 1										
N° muestras	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3641.1	3639.4	3629.3	3699.5	3649.7	3659.5	3699.1	3649.2	3662.7	3630.2
	2		4	5	2	7	8	9	3	8
ENSAYO 2										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3659.9	3622.1	3650.8	3679.1	3655.2	3654.1	3657.2	3657.1	3655.1	3648.9
		6	9		1	1		1	1	9
ENSAYO 3										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	8299.8	8300.0	8303.1	8301.0	8299.6	8301.9	8300.6	8300.9	8301.3	8299.8
	4	2	1	4	7	2	5	8	1	3
ENSAYO 4										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	14901.01	14899.35	14900.48	14898.31	14899.81	14898.44	14902.25	14901.41	14900.11	14898.45

4.2.2. Análisis estadístico de resultados de las muestras del experimento 1

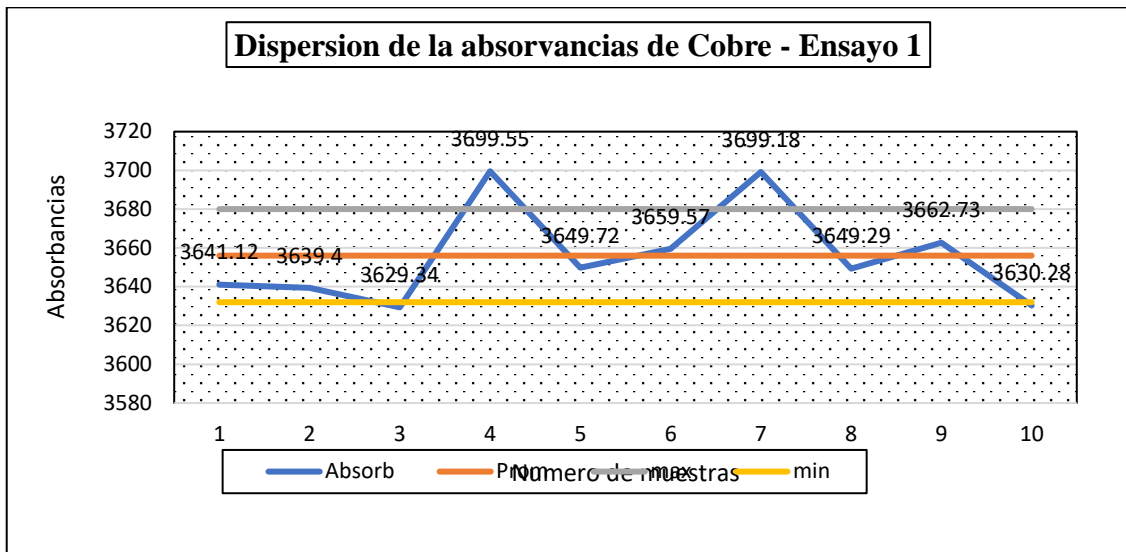
Tabla 13

Medición de dispersión de datos de la tabla 13 “Ensayo 1” de la muestra

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	3641.12
2	3639.4
3	3629.34
4	3699.55
5	3649.72
6	3659.57
7	3699.18
8	3649.29
9	3662.73
10	3630.28
X	3656.02
S	24.03
Lmax	3680.04
Lmin	3631.99

Figura 10

Dispersión de absorbancias de Cobre - Ensayo 1



Interpretación de resultados:

En la tabla 13 y figura 10 la dispersión de valores de absorbancias ppm de muestra 4 es 3699.55 ppm y el valor de la absorbancia de la muestra 7 (3699.18 ppm) estos dos resultados están con tendencia alta del valor del promedio (3656.02 ppm). La muestra 3 cuya absorbancia es 3629.34 ppm se encuentra con una tendencia baja al promedio de los resultados. Sin embargo, las muestras N° 1,2,5,6,8,9,10 su dispersión es mínima y más cercanos al valor del promedio, encontrándose dentro del rango permisible.

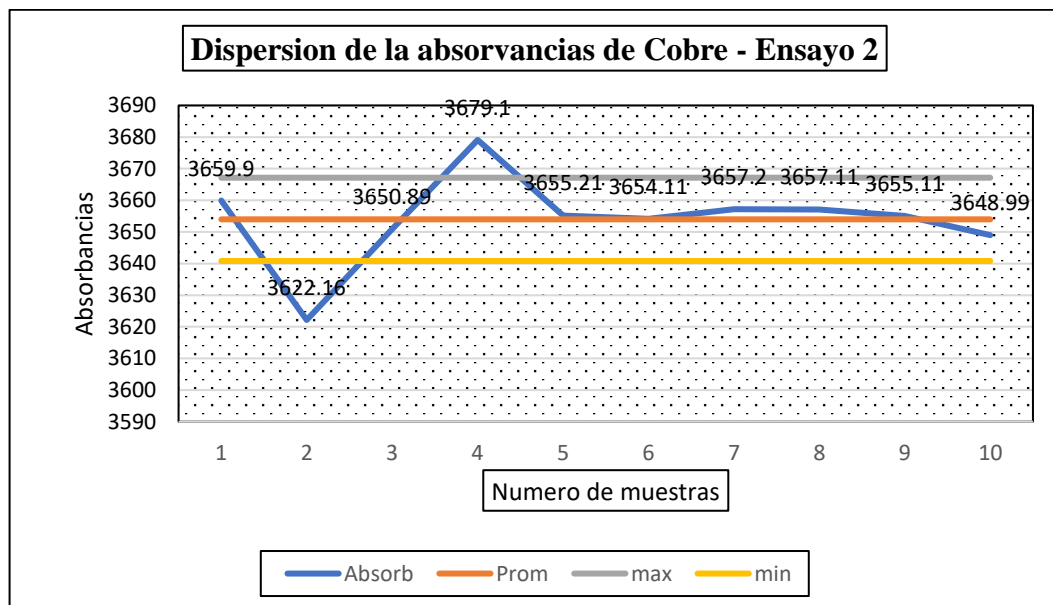
Tabla 14

Medición de dispersión de datos de la tabla 14 “Ensayo original”

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	3659.9
2	3622.16
3	3650.89
4	3679.10
5	3655.21
6	3654.11
7	3657.2
8	3657.11
9	3655.11
10	3648.99
X	3653.98
S	13.08
Lmax	3667.15
Lmin	3640.80

Figura 11

Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 2



Interpretación de resultados:

En la tabla 14 y figura 11 la dispersión de los valores de las absorbancias de la muestra 4 cuyo valor es 3679.1 ppm está con tendencia alta al valor del promedio (3653.98 ppm). La muestra 2 cuya absorbancia es 3622.16 ppm está más dispersa y se encuentra con tendencia baja. Así mismo las muestras N° 1, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 10

están menos dispersos y cercanos al valor del promedio, encontrándose dentro del rango permisible.

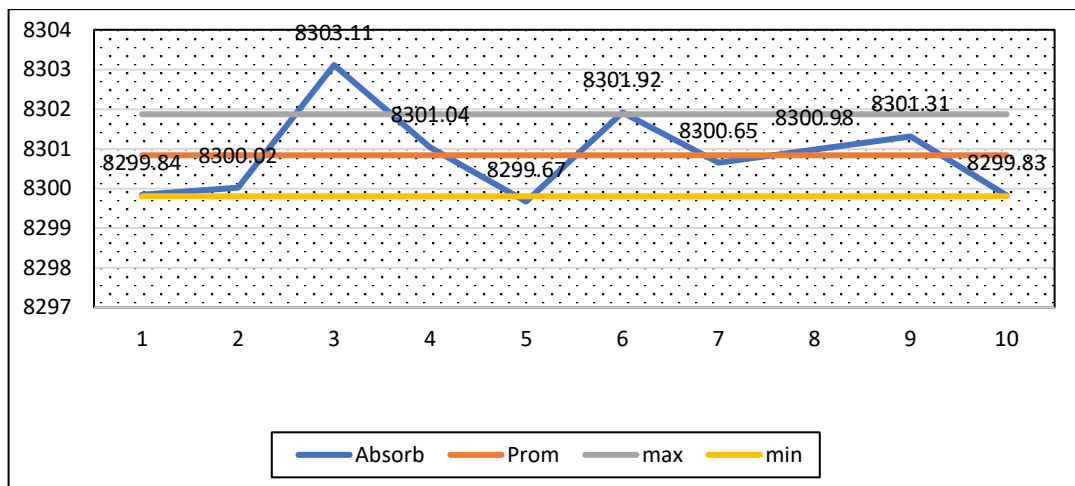
Tabla 15

Medida de dispersión del experimento 1- Ensayo 3

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	8299.84
2	8300.02
3	8303.11
4	8301.04
5	8299.67
6	8301.92
7	8300.65
8	8300.98
9	8301.31
10	8299.83
X	8300.84
S	1.03427
Lmax	8301.871
Lmin	8299.802

Figura 12

Dispersión de la absorbancia de Cobre - Ensayo 3



Interpretación de resultados:

En la tabla 15 y figura 12 la dispersión de los valores de las absorbancias de la muestra 3 cuyo valor es 8303.11 ppm y la muestra 6 cuyo valor de 8301.92 ppm,

ambos datos están más dispersos al encontrarse con una tendencia alta, la muestra 5 cuya absorbancia es 8299.67 ppm esta dispersa y se encuentra con tendencia baja Sin embargo, los demás datos de las muestras tales como las muestras N° 1,2,4,,7,8,9,10, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (8300.84 ppm), encontrándose dentro del rango permisible.

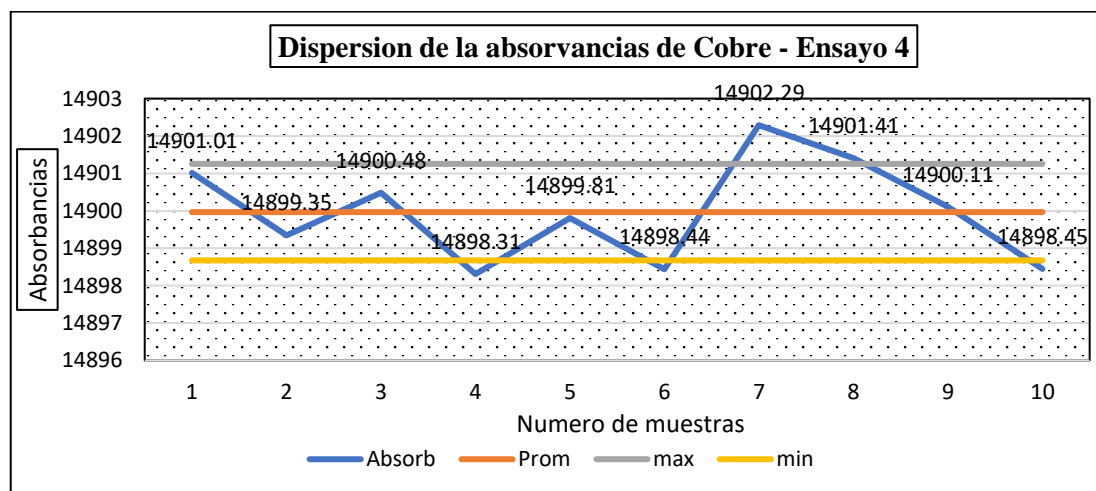
Tabla 16

Medida de dispersión del experimento 1- Ensayo 4

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	14901.01
2	14899.35
3	14900.48
4	14898.31
5	14899.81
6	14898.44
7	14902.29
8	14901.41
9	14900.11
10	14898.45
X	14899.9
S	1.28973
Lmax	14901.26
Lmin	14898.67

Figura 13

Dispersión de las absorbancias de Cobre – Ensayo 4





Interpretación de resultados:

En la tabla 16 y figura 13 los valores de las absorbancias de la muestra 7 cuyo valor es 14902.29 ppm y la muestra 8 con valor de 14901.41 ppm, ambos datos están dispersos al encontrarse con tendencia alta, sin embargo, las muestras 4 con un valor de 14898.3 ppm, muestra 6 con valor de 14898.44 y la muestra 10 con valor de 14898.45 ppm están con tendencia baja. Sin embargo, los demás datos de las muestras tales como 1,2,3,5,9, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (14899.9 ppm), encontrándose dentro del rango permisible.

4.2.3. Experimento 2

Para el desarrollo de la presente tesis como estándares (OREAS 621, EMOG 17, GBM 306-12, GMB 908-10) a los cuales se les midió las absorbancias en ppm, para lo cual se les añadió: 0.8 mL de HClO_4 (c); 3 mL HF; 1.5 mL de HNO_3 cada una de las 10 muestras problema, sometiendo a manipulación a una temperatura de 190°C y el tiempo en el que se digesto fue de 2.5 horas.



Tabla 17

Lecturas de absorbancias ppm

ENSAYO 1										
N° muestras	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3599.5	3601.1 9	3650.1 5	3628.0 6	3622.3 2	3599.7 3	3600.5 2	3599.8 9	3670.5 3	3600.6 3

ENSAYO 2										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	3638.1 7	3613.1 8	3601.0 2	3612.1 2	3600.5 3	3620.5 3	3612.1 1	3631.5 1	3599.2 5	3598.7 2

ENSAYO 3										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	8303.0 1	8301.8 8	8301.2 2	8301.5 1	8302.8 1	8300.5 7	8301.9 9	8302.9 3	8301.2 7	8300.8 1

ENSAYO 4										
N° muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbancia (ppm)	14900 .94	14899 .86	14897 .92	14901 .07	14899 .95	14900 .28	14899 .54	14897 .44	14898 .38	14900 .42

4.2.4. Análisis estadístico Experimento 2

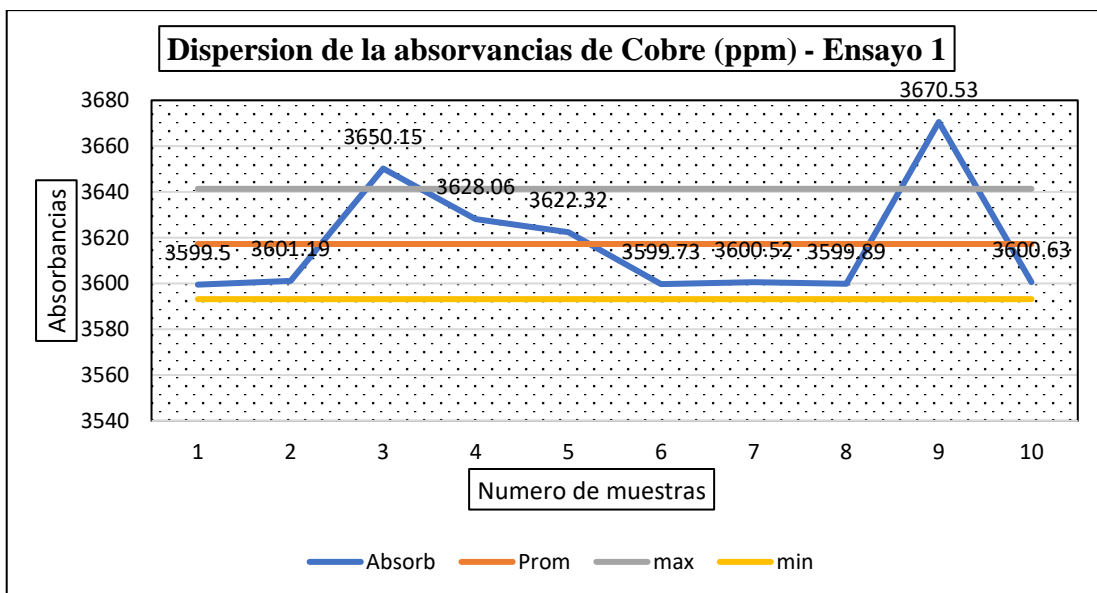
Tabla 18

Lecturas de absorbancias

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	3599.5
2	3601.19
3	3650.15
4	3628.06
5	3622.32
6	3599.73
7	3600.52
8	3599.89
9	3670.53
10	3600.63
X	3617.25
S	24.09
Lmax	3641.34
Lmin	3593.16

Figura 14

Dispersión de las absorbancias -Ensayo 1





Interpretación de resultados:

En la tabla 18 y figura 14 los valores de las absorbancias de la muestra 3 cuyo valor es 3650.15 ppm y la muestra 9 con valor de 3670.53 ppm, ambos datos están dispersos al encontrarse con tendencia alta, sin embargo, los demás datos de las muestras tales como 1, 2, 4, 5, 7, 8, 9, 10, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (3617.25 ppm), encontrándose dentro del rango.

Ensayo 2

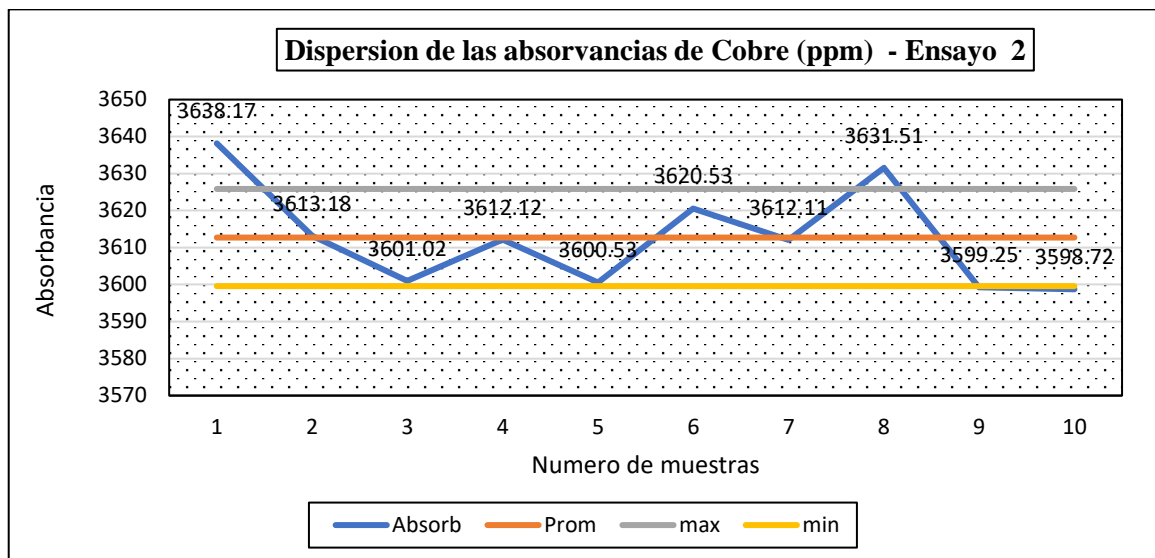
Tabla 19

Lecturas de absorbancias

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	3638.17
2	3613.18
3	3601.02
4	3612.12
5	3600.53
6	3620.53
7	3612.11
8	3631.51
9	3599.25
10	3598.72
X	3612.71
S	13.14
Lmax	3625.85
Lmin	3599.58

Figura 15

Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 2



Interpretación de resultados:

En la tabla 19 y figura 15 los valores de las absorbancias de la muestra 1 cuyo valor es 3638.17 ppm y la muestra 8 con valor de 3631.51 ppm, ambos datos están dispersos al encontrarse con tendencia alta, sin embargo, los demás datos de las muestras tales como 2, 3, 4, 5, 6, 7, 9, 10, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (3612.71 ppm), encontrándose dentro del rango permisible.

Ensayo 3

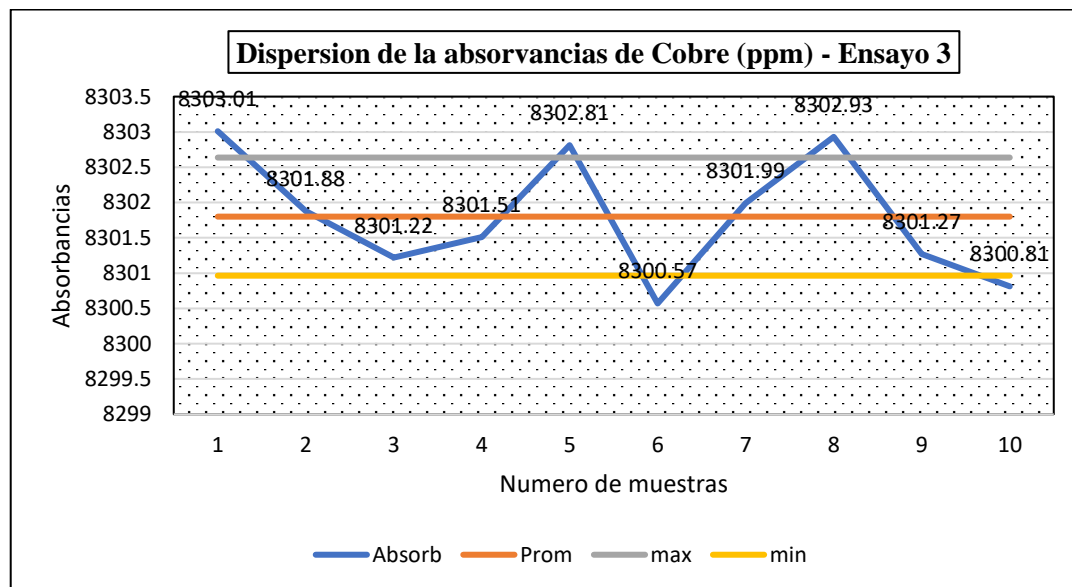
Tabla 20

Lecturas de absorbancias

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	8303.01
2	8301.88
3	8301.22
4	8301.51
5	8302.81
6	8300.57
7	8301.99
8	8302.93
9	8301.27
10	8300.81
X	8301.80
S	0.84
Lmax	8302.64
Lmin	8300.96

Figura 16

Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 3





Interpretación de resultados:

En la tabla 20 y figura 16 los valores de las absorbancias de la muestra 1 cuyo valor es 8303.01 ppm, la muestra 5 con valor de 8302.81 ppm, la muestra 8 con el valor de 8302.93 ppm, todos ellos están dispersos por encontrarse con tendencia alta, sin embargo, los demás datos de las muestras tales como 2,3,4,5,6,7,9,10, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (8301.80 ppm), encontrándose dentro del rango permisible.

Ensayo 4

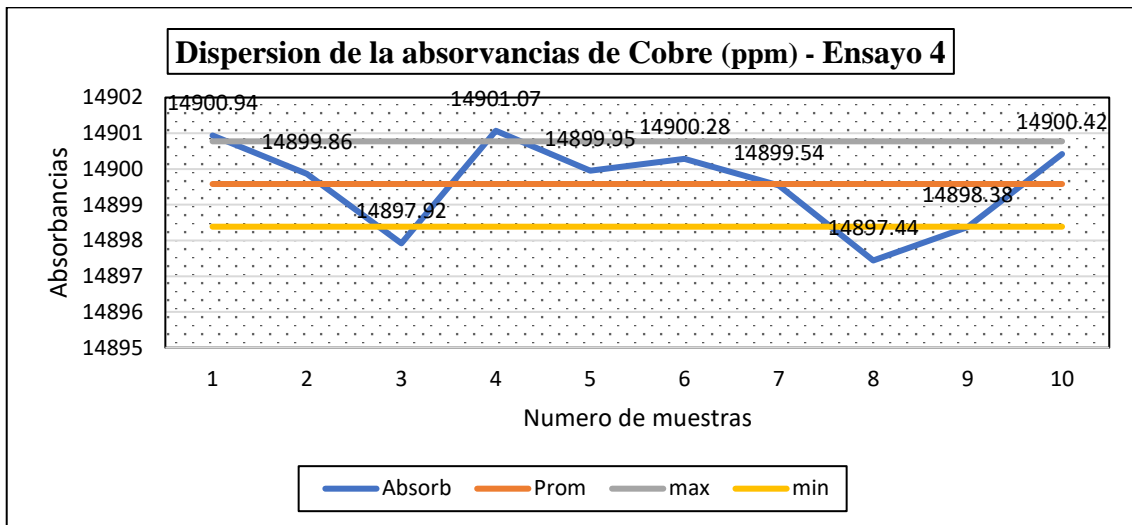
Tabla 21

Lecturas de absorbancias

N° muestra	Absorbancia (ppm)
1	14900.94
2	14899.86
3	14897.92
4	14901.07
5	14899.95
6	14900.28
7	14899.54
8	14897.44
9	14898.38
10	14900.42
X	14899.58
S	1.19
Lmax	14900.77
Lmin	14898.39

Figura 17

Dispersión de las absorbancias de Cobre - Ensayo 4



Interpretación de resultados:

En la tabla 21 y figura 17 los valores de las absorbancias de la muestra 1 cuyo valor es 14900.94 ppm y la muestra 4 con valor de 14901.07 ppm ambos están dispersos por encontrarse con tendencia alta, sin embargo, los demás datos de las muestras tales como 2,3,4,5,6,7,9,10, se encuentran menos dispersos y cercanos al promedio (8301.80 ppm), encontrándose dentro del rango permisible.

Tabla 22

Comparación final de resultados

Descripción	PROCESO DE DIGESTION		
	Adición del Ácido perclórico		
	(mL)	Temperatura (°C)	Tiempo (h)
Muestras Estándar	1	185	4.5
experimento 1 de mineral de Cobre	0.9	200	2.2
experimento 2 de mineral de Cobre	0.8	190	2.5



V. CONCLUSIONES

PRIMERA: Se realizó la optimización del proceso de digestión de muestras para análisis de Cobre por absorción atómica en el laboratorio Geoquímico Cotabambas-Apurímac 2021. Se han obtenido resultados en función a los valores cuantitativos obtenidos de la lectura del por absorción atómica del análisis geoquímico provenientes de la digestión de las muestras, la medida de comparación está en base a la media, comparando los resultados del procedimiento de laboratorio y los experimentos 1 y 2.

SEGUNDA: luego de evaluar la digestión de muestras en el LABORATORIO GEOQUIMICO de Cotabambas-Apurímac 2021 se determinó que la digestión se puede optimizar de 4.5 a 2.5 horas, lo cual demuestra que, a mayor temperatura, la velocidad de reacción es más rápida. la sequedad de muestras hasta llegar a una forma “pastosa” también se demuestra que en menor volumen de ácido perclórico ayuda a minimizar el tiempo de digestión, teniendo este nuevo método con las siguientes variables de HF, cantidad de 3mL y para el HNO₃ la cantidad de 1.5 mL, en la digestión y el volumen de 0.8 ml de ácido perclórico a una temperatura de 190°C; es decir que a mayor temperatura la velocidad de reacción es más rápida. en comparación la tabla 22 se evidencia que si existe efecto con relación al tiempo. El cobre al ser digerido por un ácido a altas temperatura hace que primeramente la velocidad de reacción aumente para producir un nuevo método de análisis de digestión de muestras y en menos tiempo.

TERCERA: En la optimización de tiempo se concluye que existe una relación directa entre temperatura y digestión de muestra, es decir que, a mayor temperatura, la velocidad de reacción es más rápida. La muestra de mineral con cobre al ser digerida por un ácido a temperaturas superiores a las establecidas en los métodos actuales se ve favorecida con



un incremento la cinética de reacción por lo que se presenta como una nueva alternativa de digestión de muestras en menos tiempo con la misma exactitud.



VI. RECOMENDACIONES

PRIMERA: La optimización de cualquier proceso químico - metalúrgico se debe optimizar y evaluar de acuerdo a los parámetros que ya están establecido en las empresas, sin afectar su operación y su imagen que se basa en la calidad de sus métodos.

SEGUNDA: Considerar prioritariamente talleres de fortalecimiento de capacidades en lo que concierne a las buenas prácticas de laboratorio principalmente en el manejo de los materiales, reactivos y preparaciones de soluciones químicas.

TERCERA: El propósito de la optimización del método de análisis es reducir el tiempo y recursos, gastos innecesarios, obstáculos y errores, para lograr las metas del sistema en términos de eficiencia y calidad



VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alvarez, M., Gordillo Guambaña, J. M., & Burgos, G. (2008). *Validación del metodo para lla determinacion de Pb y Cd por espectrofotometria de absorcion atómica para el centro de servicio de análisis de minereles "CESEMIN"*. Universidad de Cuenca.
- Basilio Villanueva, J. C., & Romero Estupiñan, S. (2020). *Optimización de la fusión de mineral, en el análisis*. Lima. Obtenido de Universidad Nacional Mayor de San Marcos .
- Bazán , V., Sarquis, P., & Brandaleze, E. (4 de mayo de 2011). caracterizacion de un mineral de cobre en Argentina. *redalyc*, 78(167), 220-228.
- Camara, C., & Pérez Conde, C. (2011). *Analisis quimicos de trazas*. Madrid: SINTESIS.
- Chávez Gutierrez, E. R. (2019). *Recuperacion de cobre a partir de la Malaquita utilizando soluciones de tartrato mediante proceso de lixiviacion, Puno 2017*. UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO, Puno.
- Cornelis, K., & Cornelius S., H. J. (1996). *manual de minerologia*. españa: reverté.
- De Beaty, R. (1979). *conceptos de instrumentacion y tecnicas en espectrofotometria por absorcion atomica*. perkin-Elmer Corporation.
- De la Cruz Yarasca, D. P., & Trinidad Yanayaco, L. (2016). *Estudio de métodos de digestión de muestras*. Huancayo.
- Fernández Collado, C., & Baptista Lucio, P. (2014). *Metodología de la investigacion* (Vol. Sexta). (S. INTERAMERICANA EDITORES, Ed.) México, México: Mc. Graw Hill.



- GARY, D. (2009). *quimica analitica*. mexico: McGrawhill/interamericana editores S:A.
- Klein, C. (2001). *Manual de Mineralogia*.
- Leblanc, G. (1999).
- Lopera Echevarria , J. D., Ramírez Gómez, C. A., Zuluaga Aristizábal, M. U., & Ortíz Venegas, J. (2010). El método analítico con método natural. *Redalyc.org/pdf/181/18112179017.pdf*, 17. Recuperado el 2022 de 01 de 21, de <https://www.redalyc.org/pdf/181/18112179017.pdf>
- Martinez Rojas, M. (2019). *Reduccion del tiempo de analisis y la mejora del sistema de Dgestión de muestraas cobre, Plomo y Zinc*. Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga, Ayacucho, Huamanga.
- Mendoza, B., Marcó Parra, L. M., Almao, L., & Rodríguez, V. (26 de junio de 2014). Evaluación de dos métodos de digestion ácida en el análisis de tejido foliar de caña (*Saccharum officinarum L.*). (I. 1390-4051, Ed.) *Ciencia y Tecnologia*.
- MINEM. (24 de FEBRERO de 2012). Cobre y Oro lideraron exportaciones: el Perú se consolido como país polimetálico. *Ministerio de energia y minas*, pág. 12. Obtenido de <https://www.minem.gob.pe/descripcion.php?idSector=1&idTitular=4583>
- Pekin, E. (2010). *Espectroscopia de Absorción Atómica*.
- Robinson, K. A., & Robinson, J. F. (2001). *Analisis Instrumental*. Madrid: PEARSON EDUCACION S. A.
- Romero la Rosa, I. A. (2015). *Analisis Químico de minerales en el laboratorio de la Compañía minera Huaron S.A.C*. Universidad Nacional San Cristobal de Huamanga, Ayacucho.



- Rubinson Kenneth A., K., & Rubinson, J. (2001). *Análisis instrumental*. Madrid, España, España: PEARSON EDUCACION S.A.
- Sagrado, S., Martin, Y., Bonnet, E., & Medina, M. J. (2005). *Manual practico de calidad en los laboratorios enfoque ISO 17025*. ESPAÑA: AENOR.
- Skoog West, D. A., & Holler, F. J. (2008). *Principio de analisis instrumental*. Santa cruz.
- Skoog, D. A., James Holler, F., & Crouch, S. R. (2008). *Principios de análisis instrumental*. (S. C. Gonzales, Ed.) México, México: 6TA.
- SKOOG, W., & HOLLER, C. (2001). *Quimica analitica*. MC Graw Hill .
- Valdéz Huerta, C. V., & Molina Tapia, C. I. (2016). *validacion del metodo de digestion ácida, para la determinacion de cobre en muestras de minerales mediante espectrofotometria de absorcion atómica*. Universidad tecnica Federico Santa Maria sede viña del mar - JOSÉ MIGUEL CARRERA. Obtenido de <https://repositorio.usm.cl/bitstream/handle/11673/40804/3560901063660UTFSM.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Vértice. (2010). *Manual de la Gestion de la calidad (ISO: 9001/2008)*. Málaga, España, España: Vértice.
- Zapana Roque, E. R. (2019). *Aseguramiento de la calidad en los resultados*. Puno.



ANEXOS



ANEXO 1 *digestión química de muestras por el tesista*





ANEXO 2 *Peso de las muestras antes de digerar*





ANEXO 3 Muestras en etapa de dilución






ANEXO 4 Muestras estándares

GEOSTATS PTY LTD
Mining Industry Consultants
Reference Material Manufacture and Sales

Certified Geochem Base Metal Reference Material Product Code

GBM908-10

Certified Control Values



Element	Grade	Standard Deviation	Num of Analyses	Confidence Interval
Nickel (ppm)	2241	102	141	±17
Copper (ppm)	3601	144	181	±21.2
Zinc (ppm)	4000	51	196	±7.8
Lead (ppm)	2049	139	171	±21
Arsenic (ppm)	55	6	128	±1
Cobalt (ppm)	29	7	152	±1.1
Silver (ppm)	2.9	0.4	159	±0.06

CRM Details

<p>Control Statistic Details Control statistics were produced from results accumulated in the October-2006 & October-2012 round robin. The number of results used to certify each analyte is shown in the table above.</p> <p>Material Description This material is described as a Low Cu Oxide.</p> <p>Colour Designation (ISCC-NRS, SP449) This material is pale red in colour.</p> <p>Usage This product is for use in the mining industry as a reference material for monitoring and testing the accuracy of laboratory assaying.</p> <p>Preparation and Packaging All CRMs are dried in an oven for a minimum of 12 hours at 110°C. The dry material is then pulverised to better than 75 micron (nominal mean of 45 micron) using an air classifier. The material is then homogenised and stored in a sealed, stable container ready for final packaging.</p> <p>Materials are statistically sampled from stores, then packaged into either heat sealed, air tight, plastic pulp packets or screw top sealed plastic containers ready for distribution. All packaging has been chosen to ensure minimal contamination from outside sources during shipment, use and storage.</p> <p>Assay Testwork All standards are tested thoroughly in the Geostats bi-annual laboratory survey. This involves assaying by multiple laboratories from around the world. Results are compiled into a comprehensive report detailing statistics for each standard. Assay distributions are checked and processed statistically, producing monitoring statistics for these standards. Materials are tested regularly to ensure stability and homogeneity.</p> <p>Stability This product remains stable in its original packaging, away from direct sunlight.</p> <p>Material Safety This product is not hazardous and non-toxic.</p>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2">Neutron Activation Analysis Results (ppm, unless otherwise noted)</th> <th colspan="2">Major Elements by Fusion / XRF (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Antimony</td><td>1.8</td><td>Fe</td><td>5.8</td></tr> <tr><td>Arsenic</td><td>58.5</td><td>SiO₂</td><td>59.12</td></tr> <tr><td>Barium</td><td>1100</td><td>Al₂O₃</td><td>13.9</td></tr> <tr><td>Bromine</td><td><0.5</td><td>TiO₂</td><td>1.131</td></tr> <tr><td>Cadmium</td><td><5</td><td>MnO</td><td>0.11</td></tr> <tr><td>Caesium</td><td>3.8</td><td>CaO</td><td>5.46</td></tr> <tr><td>Calcium (%)</td><td>nr</td><td>P</td><td>0.100</td></tr> <tr><td>Cerium</td><td>112</td><td>S</td><td>0.57</td></tr> <tr><td>Chromium</td><td>193</td><td>MgO</td><td>3.24</td></tr> <tr><td>Cobalt</td><td>29.5</td><td>K₂O</td><td>2.03</td></tr> <tr><td>Europium</td><td>1.9</td><td>Na₂O</td><td>2.981</td></tr> <tr><td>Gold (ppb)</td><td>473</td><td>LOI1000</td><td>1.26</td></tr> <tr><td>Helium</td><td>7.15</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Iridium (ppb)</td><td><10</td><td>Neutron Activation</td><td></td></tr> <tr><td>Iron (%)</td><td>5.8</td><td>Analysis and Fusion /</td><td></td></tr> <tr><td>Lanthanum</td><td>55.5</td><td>XRF Analysis are</td><td></td></tr> <tr><td>Lutetium</td><td>0.5</td><td>single results and are</td><td></td></tr> <tr><td>Mercury</td><td>nr</td><td>indicative only. These</td><td></td></tr> <tr><td>Molybdenum</td><td>68.5</td><td>are provided for matrix</td><td></td></tr> <tr><td>Neodymium</td><td>nr</td><td>identification</td><td></td></tr> <tr><td>Nickel</td><td>2256</td><td>purposes.</td><td></td></tr> <tr><td>Potassium (%)</td><td>nr</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Rubidium</td><td>173.5</td><td>Tr. Not Reported</td><td></td></tr> <tr><td>Samarium</td><td>6.7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Scandium</td><td>19</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Selenium</td><td><2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Silver</td><td>3</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Sodium (%)</td><td>2.21</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Strontium</td><td>nr</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tantalum</td><td>1</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tellurium</td><td><10</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Terbium</td><td>1.05</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Thorium</td><td>18.25</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tin</td><td><100</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tungsten</td><td>5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Uranium</td><td>2.25</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Ytterbium</td><td>3.8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Zinc</td><td>1077.5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Zirconium</td><td><200</td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table>	Neutron Activation Analysis Results (ppm, unless otherwise noted)		Major Elements by Fusion / XRF (%)		Antimony	1.8	Fe	5.8	Arsenic	58.5	SiO ₂	59.12	Barium	1100	Al ₂ O ₃	13.9	Bromine	<0.5	TiO ₂	1.131	Cadmium	<5	MnO	0.11	Caesium	3.8	CaO	5.46	Calcium (%)	nr	P	0.100	Cerium	112	S	0.57	Chromium	193	MgO	3.24	Cobalt	29.5	K ₂ O	2.03	Europium	1.9	Na ₂ O	2.981	Gold (ppb)	473	LOI1000	1.26	Helium	7.15			Iridium (ppb)	<10	Neutron Activation		Iron (%)	5.8	Analysis and Fusion /		Lanthanum	55.5	XRF Analysis are		Lutetium	0.5	single results and are		Mercury	nr	indicative only. These		Molybdenum	68.5	are provided for matrix		Neodymium	nr	identification		Nickel	2256	purposes.		Potassium (%)	nr			Rubidium	173.5	Tr. Not Reported		Samarium	6.7			Scandium	19			Selenium	<2			Silver	3			Sodium (%)	2.21			Strontium	nr			Tantalum	1			Tellurium	<10			Terbium	1.05			Thorium	18.25			Tin	<100			Tungsten	5			Uranium	2.25			Ytterbium	3.8			Zinc	1077.5			Zirconium	<200		
Neutron Activation Analysis Results (ppm, unless otherwise noted)		Major Elements by Fusion / XRF (%)																																																																																																																																																															
Antimony	1.8	Fe	5.8																																																																																																																																																														
Arsenic	58.5	SiO ₂	59.12																																																																																																																																																														
Barium	1100	Al ₂ O ₃	13.9																																																																																																																																																														
Bromine	<0.5	TiO ₂	1.131																																																																																																																																																														
Cadmium	<5	MnO	0.11																																																																																																																																																														
Caesium	3.8	CaO	5.46																																																																																																																																																														
Calcium (%)	nr	P	0.100																																																																																																																																																														
Cerium	112	S	0.57																																																																																																																																																														
Chromium	193	MgO	3.24																																																																																																																																																														
Cobalt	29.5	K ₂ O	2.03																																																																																																																																																														
Europium	1.9	Na ₂ O	2.981																																																																																																																																																														
Gold (ppb)	473	LOI1000	1.26																																																																																																																																																														
Helium	7.15																																																																																																																																																																
Iridium (ppb)	<10	Neutron Activation																																																																																																																																																															
Iron (%)	5.8	Analysis and Fusion /																																																																																																																																																															
Lanthanum	55.5	XRF Analysis are																																																																																																																																																															
Lutetium	0.5	single results and are																																																																																																																																																															
Mercury	nr	indicative only. These																																																																																																																																																															
Molybdenum	68.5	are provided for matrix																																																																																																																																																															
Neodymium	nr	identification																																																																																																																																																															
Nickel	2256	purposes.																																																																																																																																																															
Potassium (%)	nr																																																																																																																																																																
Rubidium	173.5	Tr. Not Reported																																																																																																																																																															
Samarium	6.7																																																																																																																																																																
Scandium	19																																																																																																																																																																
Selenium	<2																																																																																																																																																																
Silver	3																																																																																																																																																																
Sodium (%)	2.21																																																																																																																																																																
Strontium	nr																																																																																																																																																																
Tantalum	1																																																																																																																																																																
Tellurium	<10																																																																																																																																																																
Terbium	1.05																																																																																																																																																																
Thorium	18.25																																																																																																																																																																
Tin	<100																																																																																																																																																																
Tungsten	5																																																																																																																																																																
Uranium	2.25																																																																																																																																																																
Ytterbium	3.8																																																																																																																																																																
Zinc	1077.5																																																																																																																																																																
Zirconium	<200																																																																																																																																																																

20 Hines Road, O'Connor, Western Australia 6103
Phone : +61 8 9314 2586, Fax : +61 8 9314 3899
e-mail : pjh@geostats.com.au, srr@geostats.com.au
Website http://www.geostats.com.au

Geostats Pty Ltd, Certified Geochem Base Metal Reference Material, Product Code: **GBM908-10**



GEOSTATS PTY LTD

Mining Industry Consultants
Reference Material Manufacture and Sales

Certified Ore Grade Base Metal Reference Material Product Code

GBM306-12

Certified Control Values



Element	Grade	Standard Deviation	Num of Analyses	Confidence Interval
Nickel (ppm)	9513	424	97	+/- 86
Copper (ppm)	14902	418	176	+/- 62
Zinc (ppm)	20634	689	151	+/- 111
Lead (ppm)	27095	949	149	+/- 154
Cobalt (ppm)	nr	nr	nr	nr
Silver (ppm)	5.3	0.7	107	+/- 0.14
Sulphur (%)	2.92	0.13	97	+/- 0.026

CRM Details

Control Statistic Details	Neutron Activation Analysis Results (ppm, unless otherwise noted)		Major Elements by Fusion / XRF (%)	
	Control statistics were produced from results accumulated in the April-2006 & October-2016 round robins. The number of results used to certify each analyte is shown in the table above.	Antimony	5.765	Fe
Material Description This material is described as a Cu/Pb/Zn cap rock .	Arsenic	4.615	SiO ₂	56.02
	Barium	<50	Al ₂ O ₃	6.51
Colour Designation (ISCC-NBS, SP440) This material is pale reddish brown in colour.	Bromine	<0.5	TiO ₂	0.24
	Cadmium	<10	MnO	2.44
Usage This product is for use in the mining industry as a reference material for monitoring and testing the accuracy of laboratory assaying.	Caesium	23.5	CaO	1.16
	Calcium (%)	nr	P	0.044
Preparation and Packaging All CRMs are dried in an oven for a minimum of 12 hours at 110°C. The dry material is then pulverised to better than 75 micron (nominal mean of 45 micron) using an air classifier. The material is then homogenised and stored in a sealed, stable container ready for final packaging. Materials are statistically sampled from stores, then packaged into either heat sealed, air tight, plastic pulp packets or screw top sealed plastic containers ready for distribution. All packaging has been chosen to ensure minimal contamination from outside sources during shipment, use and storage.	Cerium	4	S	2.92
	Chromium	4970	MgO	0.6
Assay Testwork All standards are tested thoroughly in the Geostats bi-annual laboratory survey. This involves assaying by multiple laboratories from around the world. Results are compiled into a comprehensive report detailing statistics for each standard. Assay distributions are checked and processed statistically, producing monitoring statistics for these standards. Materials are tested regularly to ensure stability and homogeneity.	Cobalt	22.5	K ₂ O	3.66
	Europium	<0.2	Na ₂ O	1.76
Stability This product remains stable in its original packaging, away from direct sunlight.	Gold (ppb)	175	LOI1000	6.61
	Hafnium	5.5	Neutron Activation Analyses and Fusion / XRF Analyses are single results and are indicative only. These are provided for matrix identification purposes.	
Material Safety This product is not hazardous and non-toxic.	Iridium (ppb)	<5	"nr": Not Reported	
	Iron (%)	3.595		
	Lanthanum	2.295		
	Luftium	0.065		
	Mercury	nr		
	Molybdenum	2		
	Neodymium	nr		
	Nickel	9500		
	Potassium (%)	nr		
	Rubidium	720		
	Samarium	0.75		
	Scandium	3.9		
	Selenium	<3		
	Silver	5		
	Sodium (%)	1.345		
	Strontium	nr		
	Tantalum	1.1		
	Tellurium	<20		
	Terbium	<0.5		
	Thorium	0.7		
	Tin	<100		
	Tungsten	1		
	Uranium	0.6		
	Ytterbium	0.6		
	Zinc	20150		
	Zirconium	<500		

Geostats Pty Ltd, Certified Ore Grade Base Metal Reference Material, Product Code: GBM306-12



ORE RESEARCH & EXPLORATION P/L ABN 28 006 859 856
37A Hosie Street · Bayswater North · VIC 3153 · AUSTRALIA
☎ 61 3 9729 0333 📠 61 3 9729 8338
📧 info@ore.com.au 🌐 www.ore.com.au

CERTIFICATE OF ANALYSIS FOR

ORE GRADE MULTI-ELEMENT
CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

EMOG-17

Table 1. Certified Values, SDs, 95% Confidence and Tolerance Limits for EMOG-17.

Constituent	Certified Value	1SD	95% Confidence Limits		95% Tolerance Limits	
			Low	High	Low	High
<i>Peroxide Fusion ICP</i>						
Al, Aluminium (wt.%)	4.71	0.076	4.68	4.73	4.61	4.80
As, Arsenic (ppm)	583	40	567	600	548	619
Ca, Calcium (wt.%)	1.91	0.087	1.85	1.97	1.86	1.96
Co, Cobalt (ppm)	750	21	737	763	730	770
Cu, Copper (ppm)	8402	260	8236	8567	8280	8523
Fe, Iron (wt.%)	4.99	0.078	4.96	5.03	4.93	5.05
K, Potassium (wt.%)	1.71	0.075	1.67	1.75	1.65	1.77
Mg, Magnesium (wt.%)	0.988	0.032	0.967	1.009	0.968	1.008
Mn, Manganese (wt.%)	0.077	0.003	0.075	0.078	0.075	0.078
Ni, Nickel (ppm)	7613	227	7467	7759	7467	7759
Pb, Lead (ppm)	7232	207	7104	7380	7134	7329
S, Sulphur (wt.%)	3.22	0.126	3.13	3.31	3.13	3.32
Si, Silicon (wt.%)	31.54	0.835	30.99	32.09	30.94	32.14
Ti, Titanium (wt.%)	0.326	0.010	0.320	0.332	0.316	0.335
Zn, Zinc (ppm)	7592	249	7421	7764	7481	7704

Note: intervals may appear asymmetric due to rounding.



Project: CDA-1186-EMOG-17

8-February 2018



ORE RESEARCH & EXPLORATION P/L ABN 28 006 859 856
37A Hosie Street · Bayswater North · VIC 3153 · AUSTRALIA
☎ 61 3 9729 0333 📠 61 3 9729 8338
📧 info@ore.com.au 🌐 www.ore.com.au

CERTIFICATE OF ANALYSIS FOR
VOLCANIC HOSTED MASSIVE SULPHIDE Zn-Pb-Cu-Ag-Au ORE
CERTIFIED REFERENCE MATERIAL
OREAS 621

Summary Statistics for Key Analytes (additional certified values below).

Constituent	Certified Value	1SD	95% Confidence Limits		95% Tolerance Limits	
			Low	High	Low	High
Fire Assay						
Au, Gold (ppm)	1.25	0.042	1.23	1.27	1.23*	1.27*
Infrared Combustion						
S, Sulphur (wt.%)	4.54	0.086	4.50	4.57	4.47	4.60
4-Acid Digestion						
Ag, Silver (ppm)	69	2.7	68	70	67	71
Cu, Copper (wt.%)	0.363	0.008	0.360	0.366	0.357	0.369
Pb, Lead (wt.%)	1.36	0.039	1.34	1.37	1.33	1.38
Zn, Zinc (wt.%)	5.22	0.139	5.17	5.27	5.13	5.31