

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**“MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO Y PLATA EN
MUESTRAS CONCENTRADAS DE MINERALES”**

INFORME

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTADO POR

MENDOZA RAYME ULISES

ASESOR

ING° JUAN MEDINA COLLANA

CALLAO – AGOSTO – 2015

PERÚ

PRÓLOGO DEL JURADO

El presente Informe fue Expuesto por la señorita Bachiller **MENDOZA RAYME ULISES** ante el **JURADO DE EXPOSICIÓN DE INFORME** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios :

ING°	ÓSCAR JUAN RODRIGUEZ TARANCO	PRESIDENTE
ING°	BENIGNO HERÁCLIDES HILARIO ROMERO	SECRETARIO
ING°	RICARDO RODRIGUEZ VILCHEZ	VOCAL
ING°	JUAN TAUMATURGO MEDINA COLLANA	ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 2 de Exposición de Informes Folio N° 9 y Acta N° 203 de fecha **TRENTA DE JUNIO DE 2015**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Informe, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución N° 082-2011-CU de fecha 29 de abril de 2011 y N° 221-2012-CU de fecha 19 de setiembre de 2012

DEDICATORIA

Dedico el presente trabajo a mis Padres : Cecilio Mendoza Doma y Hipólita Rayme Raime que siempre me apoyaron incondicionalmente para poder llegar a ser un profesional.

A mi hermano José Mendoza Rayme
(Q.E.P.D.)

ÍNDICE

	Pag
I INTRODUCCIÓN	03
II RESEÑA DE LA EMPRESA	04
2.1 POLÍTICA DE LA EMPRESA	06
III OBJETIVOS	08
3.1 OBJETIVO GENERAL	08
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	08
IV RESUMEN	09
V FUNDAMENTOS TEÓRICOS	10
5.1 ANALISIS QUIMICO	10
5.2 FUNDAMENTOS DE ENSAYOS AL FUEGO	11
5.3 OBJETIVOS DEL MUESTREO	13
5.4 MÉTODOS Y DISPOSITIVOS DE MUESTREO EN LABORATORIO	13
5.5 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	18
5.6 ETAPAS EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS	20
5.7 CONTAMINACIÓN INTRODUCIDA POR EL EQUIPO DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS	30
5.8 DETECCIÓN DEL ERROR EN LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS	32
5.9 FUNDAMENTOS DE ENSAYOS AL FUEGO	36
5.10 ANÁLISIS AL FUEGO	36
5.11 PROCESO DE FUSIÓN	37
5.12 PROCESO DE COPELACIÓN	39
5.13 PARTICIÓN	39
5.14 PRINCIPIOS EN EL ANÁLISIS AL FUEGO PARA ORO Y PLATA	40
5.15 PROCEDIMIENTOS DE ANÁLISIS AL FUEGO	41
5.16 PROPIEDADES DEL ORO Y LA PLATA	43
5.17 CLASIFICACIÓN DE LAS MENAS	44
5.18 REACTIVOS USADOS EN ENSAYOS AL FUEGO	46
VI ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA	53
6.1 ACTIVIDADES COTIDIANAS	53
6.2 APORTES REALIZADOS EN BENEFICIO DE LA EMPRESA	85

	Pag	
VII	EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	100
VIII	CONCLUSIONES	102
IX	RECOMENDACIONES	103
X	BIBLIOGRAFÍA	104
	ANEXOS	105

I INTRODUCCION

El muestreo y la preparación de muestras y el subsiguiente análisis son una parte importante de la exploración mineral y el proceso minero, ya que muchas decisiones importantes están basadas en los resultados analíticos. Se dice que el análisis es tan bueno como la muestra que lo representa.

El análisis al fuego, no ha tenido muchos cambios en su metodología es más, el arte del refinado y copelación de metales nobles utilizando fuego se remonta a más de cuatro milenios en particular al Antiguo Egipto,

La etapa del secado, chancado y pulverizado es importante teniendo en cuenta los respectivos controles que es parte del control de calidad.

En los ensayos al fuego que consiste en fundir una muestra sólida seca con mezcla fundente, concentrando el oro y la plata en un régulo de plomo, luego es copelado oxidando el plomo y quedando sólo el metal noble (Ag y Au), posteriormente se procede a realizar la técnica de partición adecuada de acuerdo al peso de dore para cuantificar el oro y por diferencia obtener el resultado de plata.

II RESEÑA DE LA EMPRESA

La Unidad Operativa Arcata pertenece a la Compañía minera Ares de Hoschsild Mining, es una Compañía de metales preciosos (Ag y Au) enfocada en operaciones subterráneas. El yacimiento de la Unidad Operativa Arcata está políticamente ubicado en el distrito de Cayarani, provincia de Condesuyos, en el departamento de Arequipa. Geográficamente se encuentra al NE del nevado Coropuna, a 175 Km al NE en línea recta de la ciudad de Arequipa, dentro del macizo occidental de la Cordillera de los Andes, flanco oeste. (Ver Figura N° 1)

FIGURA N° 1

MACIZO OCCIDENTAL DE LA CORDILLERA DE LOS ANDES



Fuente : http://www.perutoptours.com/jpg/04ar/mapa_provincia_condesuyos.jpg

El grupo Hochschild realizó los primeros reconocimientos geológicos de las estructuras de Arcata en 1954 a través de la Compañía de minas del Perú. Los muestreos efectuados revelaron altos valores de Plata. La ejecución del primer programa de exploraciones se inició en 1958 y concluyó en 1960, los resultados propiciaron la constitución de la actual sociedad Minas Arcata S.A. en el año de 1961

El desarrollo y las preparaciones mineras comenzaron a partir de año 1961 hasta enero de 1962, se estimó una reserva de 2 3400 TM, con 15,61 Onz/TM. De plata y 1,44 g/TM de oro que justificó la instalación de una planta concentradora de 50 TM/día de capacidad, que inició sus operaciones a fines de 1964

Al promediar el año 1965 las labores de exploración y desarrollo permitieron estimar reservas adicionales que alcanzaron 135 000 TM con 20,2 Oz/TM de plata y 1,3 g/TM de oro calculándose las reservas potenciales en un millón de toneladas. La capacidad de tratamiento de planta concentradora se incrementó en ese mismo año a 150TM/día.

Como resultado del éxito alcanzado con la explotación y desarrollo, la producción minera comenzó a incrementarse gradualmente en forma significativa la capacidad de tratamiento se elevó en 1971 á 250 TM/día y en el año 1975 á 500 TM/día; siendo a la fecha más de 2 000 TM/día.

2.1 Política de la empresa

La política de Seguridad, Salud, Medio Ambiente y Relaciones Comunitarias está basada en los siguientes compromisos :

- a)** Generar las condiciones necesarias para la existencia de un ambiente de trabajo seguro y saludable, con prevención de la contaminación y respeto a las comunidades , mediante la implementación adecuada de su Sistema de Gestión de Riesgos DNV evitando pérdidas a las personas, equipos, procesos y medio ambiente

- b)** Cumplir con la legislación u otras disposiciones aplicables de cada país donde Hochschild Mining opera y de la misma forma, con las exigencias que la corporación suscribe, referidas a la Seguridad, Salud, Medio Ambiente y Relaciones Comunitarias.

- c)** Promover la mejora continua en toda la actividad que realice la Corporación a través de su sistema de gestión, en concordancia con los requerimientos de las Normas internacionales ISO 14001 y OSHAS 18001, incorporando las mejores prácticas mundiales y los avances tecnológicos

- d)** Prevenir y controlar cualquier acción que pudiera afectar la Seguridad, Salud, Medio Ambiente y Relaciones Comunitarias. Asimismo, proponer soluciones para que no se repitan las acciones que las hubiesen afectado.

- e) Ejecutar programas de capacitación y comunicación en Seguridad, Salud, Medio Ambiente y Relaciones Comunitarias, a fin de concientizar, sensibilizar, mejorar y consolidar la Cultura de Responsabilidad Social en todos los colaboradores.

III OBJETIVOS

3.1 Objetivo general

Explicar el método para la determinación de oro y plata en muestras geoquímicas y muestras de planta concentradora por Fire Assay y su finalización por absorción atómica y gravimetría.

3.2 Objetivos específicos

Explicar la forma de :

- 1) Preparación de las muestras geoquímicas para el análisis de oro y plata
- 2) Preparación de muestras de planta concentradora para el análisis de oro y plata
- 3) Análisis de oro y plata en muestras geoquímicas por Fire Assay y finalización por absorción atómica y gravimetría
- 4) Análisis de oro y plata en muestras de la planta concentradora por Fire Assay y finalización por absorción atómica y gravimetría. La descripción de los procedimientos mencionados se toma en cuenta los aspectos de calidad, seguridad y medio ambiente.

IV RESUMEN

El presente informe está basado en los conocimientos y experiencia adquiridos en la Compañía Minera Ares en el Laboratorio Químico de la Unidad Operativa Arcata.

Se describirán las actividades realizadas en el Área de Laboratorio Químico iniciados con el fundamento teórico; se describirán la técnica de Preparación de Muestras en lo que refiere a muestras Geológicas y muestras de Planta Concentradora y la técnica de Determinación de Oro y Plata por Fire Assay y su finalización por Absorción Atómica o por gravimetría. También se describirán los controles de calidad para cada operación y proceso.

Como parte de la política de la empresa en cuanto al sistema de gestión integrado de seguridad, salud ocupacional, medio ambiente y de calidad en todas las etapas de trabajo, en el laboratorio se practica estos compromisos referidos a ellos.

V FUNDAMENTOS TEÓRICOS

5.1 Análisis químico

El análisis químico comprende todas las operaciones que se realizan para averiguar los componentes que forman un compuesto o mezclas, el análisis químico se divide en Química Analítica Inorgánica y Química Analítica Orgánica, las cuales se subdividen en Química Analítica Cualitativa y Química Analítica Cuantitativa. Para nuestro interés detallaremos el Análisis Cuantitativo Inorgánico, el cual a su vez se divide en :

- a) Análisis Gravimétrico.**- El término gravimétrico se refiere a las mediciones de peso, un análisis gravimétrico comprende dos determinaciones de peso, la primera, el peso de la muestra inicial, y la segunda el peso final de una fase pura, separada del resto de los componentes de la muestra que contiene el constituyente que se desea determinar. Dicha fase pura puede ser el constituyente mismo o un compuesto de composición conocida y definida; a partir del peso de este último se halla el peso del constituyente buscado. La separación del constituyente a determinar del resto de los constituyentes de la muestra puede efectuarse de varias formas.
- b) Análisis Volumétrico.**- La valoración o titulación es un método de análisis químico , que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, se le conoce también como análisis volumétrico.

c) **Análisis Instrumental.**- Constituye un conjunto de procedimientos basados en la medición instrumental de alguna propiedad físico química del sistema estudiado, dentro los tipos de análisis podemos indicarlos ópticos, espectroscópicos de absorción, espectroscópicos de emisión.

5.2 Muestreo

Operación de remover una pequeña fracción o parte, que se denominara muestra, desde un conjunto de material de mucho mayor volumen, de tal manera que las características del conjunto pueden estimarse estudiando las características de la muestra.

Si la materia muestreada es rigurosamente homogénea, es decir, si todas sus partes o elementos constitutivos son idénticos entre sí, no importara lo pequeña que sea la fracción que se considere o la forma en que se extraiga y siempre presentara las mismas características del total. Las menas de interés metalúrgico están constituidas por partículas de diversos tamaños y composiciones.

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

sea en reposo o en movimiento, se presenta en casi todas las operaciones y procesos minero – metalúrgicos.

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

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

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

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

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

5.3 Objetivos del muestreo

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

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

5.4 Métodos y dispositivos de muestreo en laboratorio

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

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

Cuando la muestra es pequeña aproximadamente a 3 Kg, la operación la realiza una sola persona con un paño roleador sobre una mesa de trabajo.

FIGURA N° 2

PAÑO ROLEADOR PARA HOMOGENEIZAR LA MUESTRA



Divisores (reducidores de muestra)

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

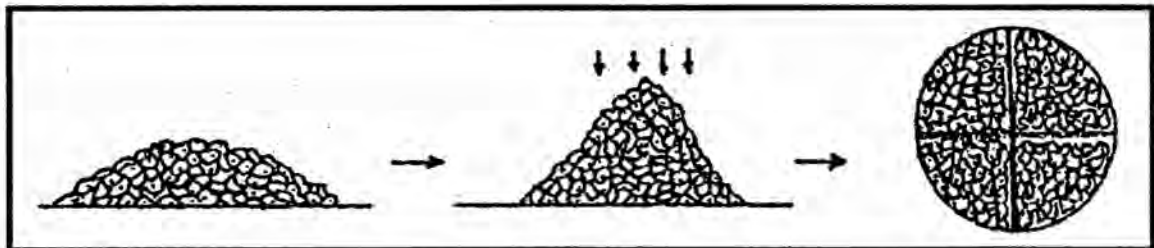
La homogenización ya sea por roleo en caso de muestras pequeñas y por medio de una pala en caso que la cantidad de material de muestreo es muy grande se apila en forma cónica, esta operación se repite de 2 á 3 veces con la finalidad de homogeneizarlos, de ello se forma un cono y después una torta circular plana para

luego dividirlos en cuatro partes a lo largo de las dos diagonales perpendiculares entre sí.

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

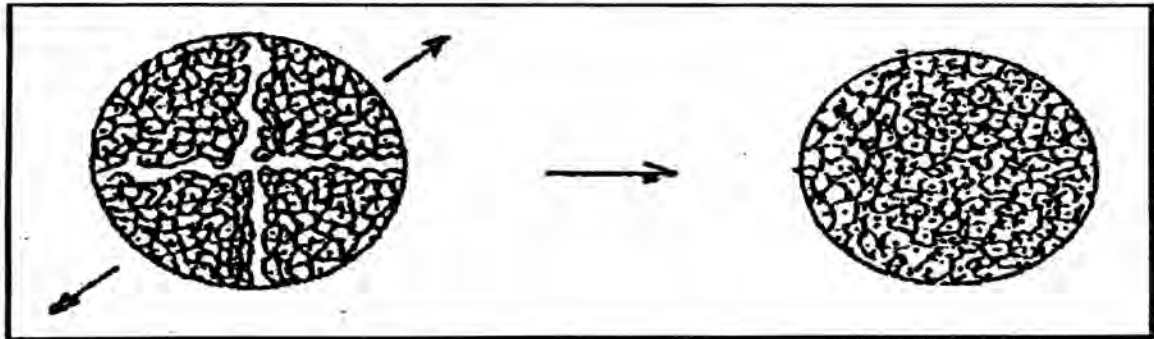
Con la muestra de se forma un cono, el que se divide en cuatro partes, después de aplastarlo. (Ver Figura N° 3)

FIGURA N° 3
CONO Y CUARTEO



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

FIGURA N° 4



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

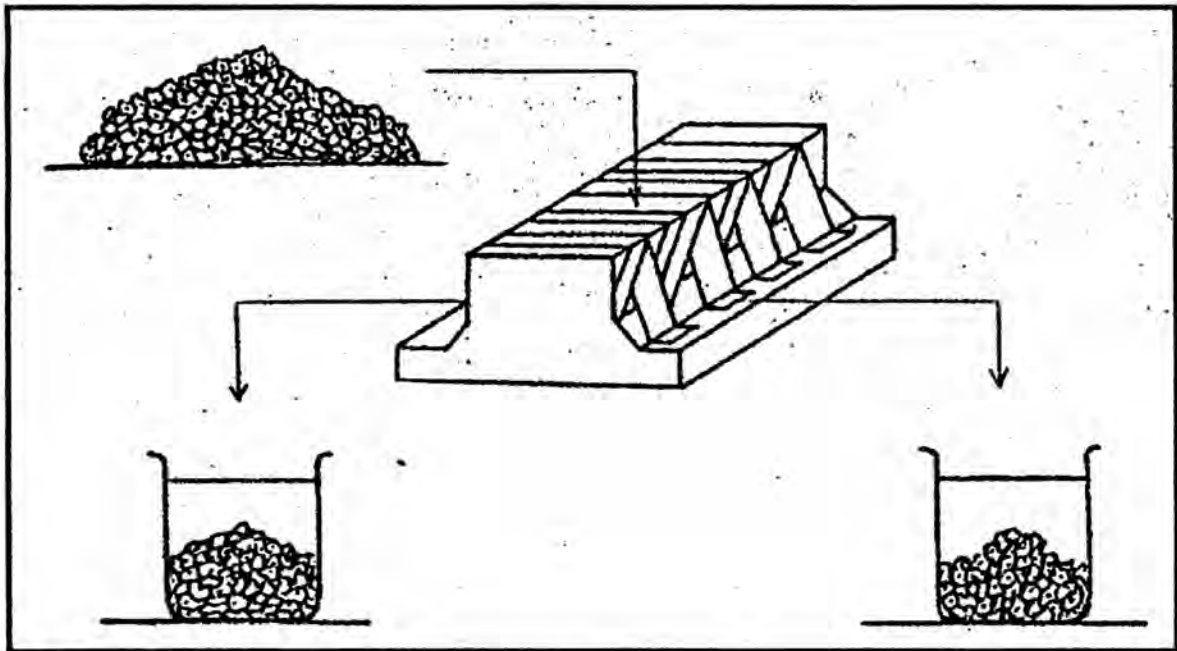
FIGURA N° 5



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

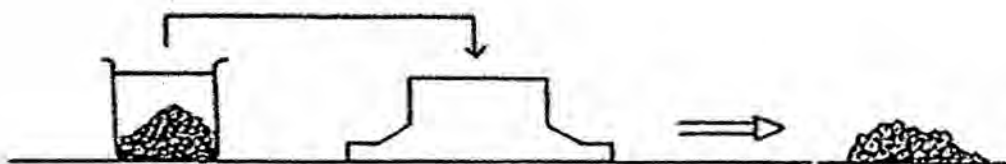
- 1) Se distribuye la muestra (homogenizada) uniformemente a lo largo del cortador; de los dos recipientes que reciben la muestra se descarta uno de ellos.

FIGURA N° 6



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

FIGURA N° 7



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

5.5 Preparación de muestras

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

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

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

de la muestra mediante un proceso de división sin sesgos, y asegurando al mismo tiempo que la muestra preparada sea homogénea y totalmente representativa del material original de campo.

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

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

Los objetivos son :

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

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

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

5.6 Etapas en la preparación de muestras

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

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

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

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

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

Algunos laboratorios analíticos con alto volumen de trabajo usan técnicas de secado de alto horno para mejorar su tiempo de respuesta. Sin embargo, existe un riesgo considerable a la integridad de las muestras, porque algunas muestras se oxidan de manera considerable a temperaturas muy altas (especialmente los sulfuros), y algunos elementos potencialmente volátiles (arsénico, antimonio, mercurio) se

pueden perder en temperaturas de secado muy altas. Incluso si estos elementos no son de un interés inmediato, la muestra quedará inútil para cualquier análisis futuro.

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

Las muestras recepcionadas son ordenadas de acuerdo a la codificación de ingreso y luego son secados en los hornos, en la operación de secado la temperatura es controlada. **(Ver Figura N° 7)**

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

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

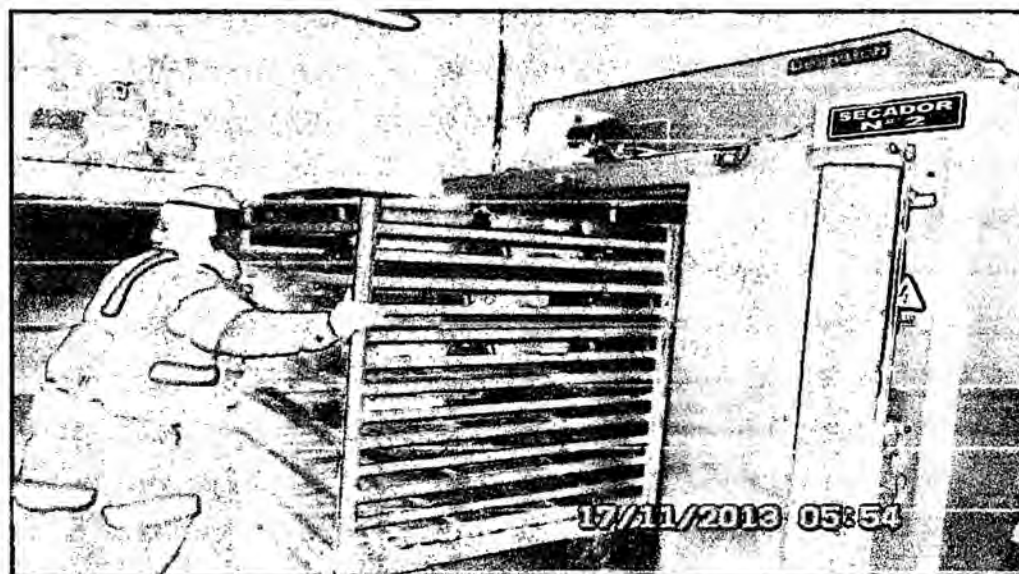
FIGURA N° 7

MUESTRAS EN LOS CARROS CON PARRILLAS



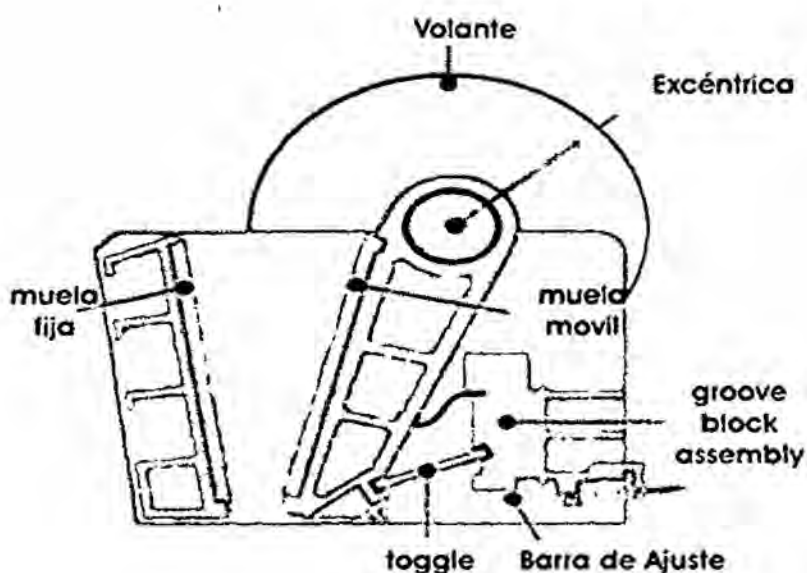
FIGURA N° 8

INGRESO DE CARROS A LOS HORNOS DESECADO



Chancadora

FIGURA N° 9
CHANCADORA DE QUIJADA



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

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

representativa del material una vez que se encuentra triturado. La porción restante, no usada, será guardada como material reservado o "rechazado"

Cuando se trata de pedazos de material muy grandes o de materiales muy duros a veces es necesario llevar a cabo un proceso de trituración en dos etapas. En la segunda etapa se usan trituradoras de cono o de rodillo porque las trituradoras de cono generan un producto de tamaño uniforme con un menor porcentaje de finos, lo que se considera mejor para el análisis metalúrgico, y la mayoría pueden triturar hasta -10 mesh (2 mm)

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

Una alternativa a las trituradoras de cono para la segunda etapa de trituración son las trituradoras de rodillo, las cuales tienen una productividad más alta y pueden generar un producto de -10 mesh (2mm) Sin embargo, generan un producto pobremente ordenado y con un porcentaje más alto de finos, son ruidosos, generan polvo y son difíciles de limpiar.

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

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

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

El separador tipo riffle o el separador Jones es un instrumento muy difundido, usado comúnmente para la reducción del tamaño de las muestras. Consiste en ranuras

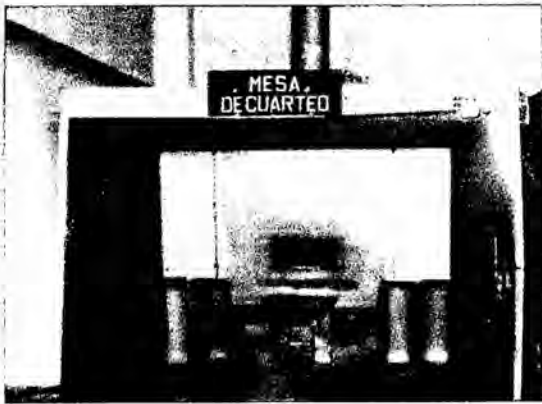
rectangulares que alternan, dividiendo la muestra y depositándola en dos bandejas. El separador debe tener un número par de conductos de igual grosor. Los conductos descargan a cada lado del separador de forma alternativa. Los conductos del separador deben tener un grosor de al menos tres veces el diámetro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

Además, la muestra debe ser distribuida de manera equitativa a través del largo de la bandeja de entrega y vertida de forma equitativa a través del separador. La velocidad de introducción al separador debe ser tal que el material fluya libremente por los conductos hacia las bandejas. La introducción acelerada de muestras debe ser evitada para evitar asfixiar los conductos. Si es necesaria una reducción mayor, la porción de muestra de una de las bandejas puede ser re-introducida al separador cuantas veces sea necesario hasta obtener el tamaño específico requerido. Es recomendable marcar una de las bandejas como "muestra" para evitar confusiones al dividir lotes de muestras. El separador debe ser limpiado entre muestra y muestra.

Un método alternativo de muestreo incluye la "conicidad" y el "cuarteo". Este método consiste de tres pasos, como se muestra a continuación en la **Figura N° 11**

El primer paso consiste en apilar la muestra en un montículo cónico. En el siguiente paso, el cono es aplanado hasta formar un círculo, asegurando al mismo tiempo que el diámetro de la pila sea de 4 á 8 veces la altura de la pila

FIGURA N° 10

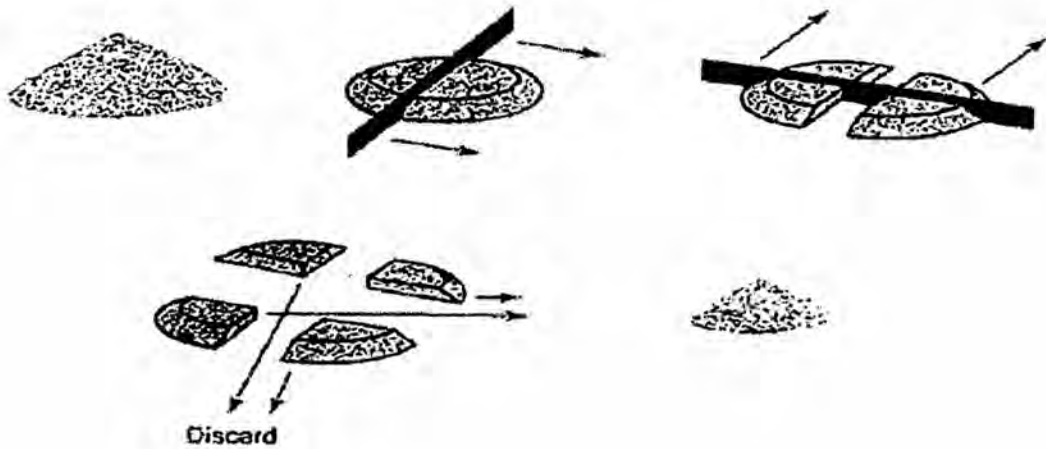


CUARTEADORA RIFLE



DIVISOR ROTATORIO

FIGURA N° 11



En el tercer paso, se divide la pila circular en cuatro cuartos cónicos, mediante dos diámetros perpendiculares. Se guardan dos cuartos en posiciones opuestas, mientras que los otros dos son descartados. Este método es laborioso y no es preferido sobre

los instrumentos mecánicos, ni usado para material con grandes variaciones en el tamaño de las partículas.

- d) Pulverizado de muestras.**- Una vez que el material triturado es reducido a un peso apropiado (típicamente entre 100 y 500 g), éste es luego pulverizado entre 100 y 200 mesh (entre 150 y 75 μm) para que las muestras preparadas sean apropiadas para los análisis físicos y químicos. La reducción del tamaño de las partículas es conseguida moliendo en morteros o en molinos de bolas, pero más frecuentemente mediante molinos de anillos o un pulverizador de placas, los cuales están diseñados para pulverizar muestras minerales y dejarlas aptas para el análisis químico.

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

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

Potencial causa de error es la contaminación por el material de los discos y los anillos y la inadecuada limpieza. En adición otro problema único a este diseño incluye

el “enchape” de metales maleables, como por ejemplo de oro, pérdida de volátiles e ignición de sulfuros si es que la olla está también caliente. Por último pérdida de muestra debido a un mal sellado, no hermético entre la olla y su tapa.

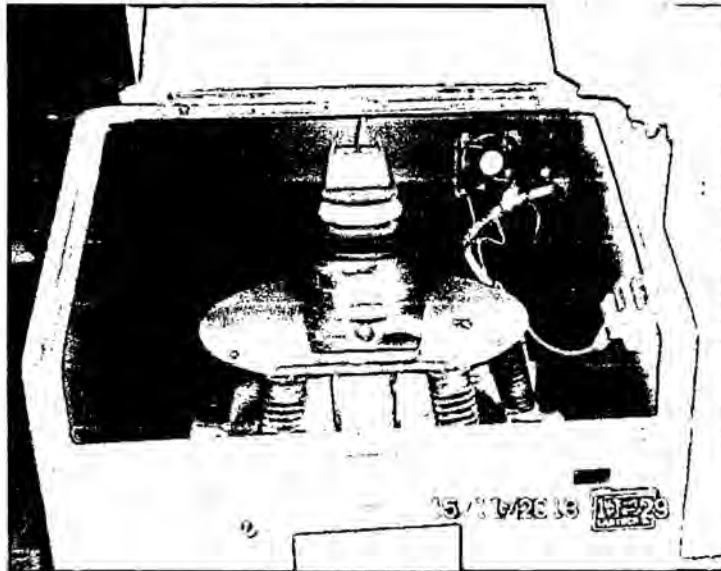
5.7 Contaminación introducida por el equipo de preparación de muestras

Durante las diversas etapas de la preparación de muestras, una muestra entra en contacto con diversos equipos o aparatos. Elementos tales como las bandejas usadas para el secado, las placas de la trituradora, las placas de la pulverizadora, el anillo y el disco, y la malla usadas para el tamizado, deben mantenerse limpios, de forma tal que no existan partículas sueltas que puedan introducirse en las muestras. En esta sección nos ocuparemos de las posibles fuentes de contaminación que pueden ser introducidas por los aparatos de molienda en la trituración y la pulverización.

a) Trituración.- Las trituradoras cuyas mandíbulas son revestidas en acero pueden contaminar las muestras con hierro, manganeso, cobalto, cromo, u otros elementos presentes en este revestimiento de acero por el desgaste en las mandíbulas. En consecuencia, cuando sean de interés elementos de hierro y acero, se recomienda el uso de trituradoras con revestimiento de cerámico.

FIGURA N° 12

PULVERIZADOR DE MUESTRAS



b) **Pulverización.**- La acción de molienda producida en la pulverizadora provoca la introducción de metales desgastados en las muestras al ser molidas. Los elementos que se introducen dependen de la composición de la superficie de molienda. En general, el nivel de contaminación introducido por los aparatos de molienda depende de la dureza o fragilidad de la muestra y de la duración del contacto con el aparato. Relativamente hablando, la cantidad de contaminantes introducidos durante la trituración es menor que la cantidad introducida durante la pulverización.

El siguiente cuadro describe los niveles típicos de elementos contaminantes que pueden ser introducidos por cada medio de molienda.

TABLA N° 1

COMPOSICIÓN DE LOS ANILLOS O PLACAS DE PULVERIZACIÓN

Elemento	Acero al Manganeso (ppm)	Acero al Cromo (ppm)	Acero al Carbón (ppm)	Circonio (ppm)	Carburo de Tungsteno (ppm)
Cromo	2 – 10	20 – 500	5 – 25	< 1	
Hierro	0,2% – 1,5 %	0,1% – 0,5 %	0,2% – 1,5 %	< 10	
Manganeso	10 – 100	5 – 20	10 – 125	< 1	
Molibdeno	< 1	1	1	< 1	
Níquel	1 – 2	1 – 5	6	< 1	
Plomo		2	3	< 2	
Vanadio		1	< 1	< 1	
Tungsteno					30 – 300
Cobalto					10 – 100
Circonio				30 – 300	
Hafnio				1 – 5	

Fuente : British Columbia Institute of Technology

5.8 Detección del error en la preparación de muestras

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

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

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

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

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

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

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

- 4) **Contaminación por corrosión.**- La reducción de equipos de muestreo y de preparación de muestras toma lugar probablemente cuando se manipulan los siguientes materiales :
 - Materiales húmedos desarrollando reacciones ácidas, tales como ciertos minerales conteniendo sulfuros (especialmente pirrotina, pirita, etc.)
 - Pulpas provenientes de flotación ácida.
 - Pulpas provenientes de la flotación en agua de mar.
 - Pulpas hidrometalurgias.
 - Minerales muy corrosivos tales como potasio.

En cada particular caso la solución debería ser cuidadosamente estudiada con la ayuda de un especialista en metales anticorrosivos y aleaciones. Cuando se trabaja con materiales "normales", se recomienda el acero inoxidable para todas las partes de la maquinaria en contacto con el material a ser preparado o muestreado.

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

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

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

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

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

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

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

5.9 Fundamentos de ensayos al fuego

5.10 Análisis al fuego

El análisis al fuego se define como el análisis químico cuantitativo, principalmente de metales preciosos, en las menas, aleaciones y materiales relacionados con la minería. Debido al valor intrínseco de estos metales, el análisis de los materiales que contienen estos metales requiere un alto grado de precisión y exactitud. Mientras que el análisis químico clásico consta de determinaciones cuantitativas en un medio líquido (soluciones), en el análisis al fuego solo se utilizan reactivos secos.

Sin embargo, ambos miden la cantidad exacta del(os) analito(s) buscados. El análisis al fuego es un proceso de tres etapas :

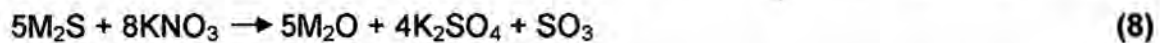
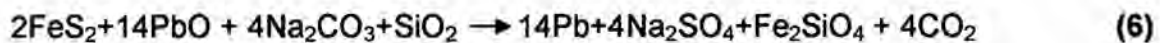
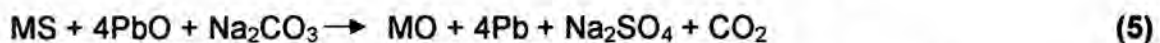
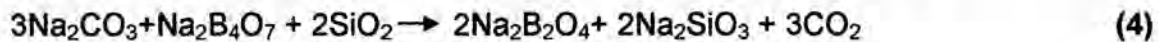
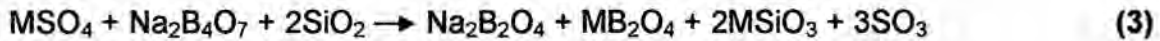
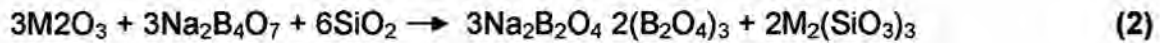
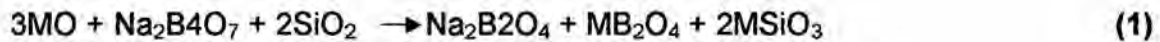
- a) Fusión de la muestra
- b) Copelación
- c) Partición

5.11 Proceso de fusión

Una muestra pulverizada (10 á 50 g) se mezcla completamente con un fundente compuesto por una mezcla de litargirio (PbO), carbonato de sodio (Na_2CO_3), bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), sílice (SiO_2), harina y una pequeña cantidad de plata. Los ingredientes del fundente y la cantidad de la muestra pueden modificarse para obtener una fusión adecuada y el límite de detección necesitado. La mezcla del fundente y muestra, conocida como la "carga fundente", se coloca en un recipiente o crisol de arcilla refractaria que luego es colocado dentro de un horno de mufla a 1 050°C durante 40 min.

Durante el proceso de fusión ocurren reacciones complejas entre la muestra y los componentes del fundente. El litargirio es reducido hasta plomo elemental formando finas gotas de plomo que se dispersan en todo el recipiente y que luego se asientan en el fondo del crisol y se alean con los metales preciosos, mientras que otros metales y silicatos son separados y forman una escoria vidriosa en base a silicato. La separación del botón de la escoria que contiene elementos no deseados se basa en la gran diferencia que existe en la gravedad específica de las dos fases.

Principales reacciones durante la fundición :



M = Metal

Al término del proceso de fusión, se retira el recipiente del horno y el material fundido se vierte en un molde cónico de hierro fundido (Ver Figura N° 16) Al enfriarse, el plomo forma un "botón o régulo", al cual luego se le retira la escoria vidriosa.

5.12 Proceso de copelación

El régulo obtenido a partir del proceso de fusión es golpeado con un martillo hasta obtener una forma cúbica, luego, es colocado en otro horno que contiene copelas precalentadas a 950°C. En el proceso de copelación, el plomo se convierte en óxido de plomo, el cual es parcialmente expulsado y absorbido por la copela, este proceso de oxidación toma de 30 á 40 minutos. Luego, se retira la copela del horno y se la deja enfriar lentamente a temperatura de ambiente.

Al final del proceso, los metales preciosos incluidos el oro y la plata (con Pt, Pd, etc., si están presentes) – forman una “perla” metálica pequeña en la copela.

5.13 Partición

A la separación del oro y la plata se le conoce como “partición”. En el análisis del botón existen dos opciones : la primera es disolver la plata con ácido y dejar el oro, este es método gravimétrico o “partir y pesar”. El oro es recuperado como una partícula de metal de oro que se pesa en una balanza (micro balanza) de alta sensibilidad y exactitud.

Sin embargo, para muestras de baja ley, en las cuales es muy difícil manejar o pesar el botón de oro, use el otro método que consiste en disolver el oro y la plata y se debe hacer la cuantificación, sea por AAS, GF – AAS o ICP – OES. Existen diversas opciones para realizar el análisis final, por ejemplo, en algunos métodos se disuelve el oro

y la plata en cianuro, sin embargo, en la mayoría de laboratorios se utiliza una disolución de agua regia.

Esta solución acuosa ácida es analizada posteriormente mediante métodos instrumentales.

La técnica del análisis al fuego es muy utilizada para la determinación de algunos metales preciosos porque :

- a) Proporciona una rápida eliminación de toda la ganga de minerales asociada a relativamente bajo costo.
- b) Utiliza una gran cantidad de muestra por análisis, lo cual resulta en un mayor grado de concentración de los elementos buscados, de esta forma, disminuyen las incertidumbres del muestreo.
- c) Es eficaz para la colección de oro, plata, platino y paladio en una fundición en crisol.

5.14 Principios en el análisis al fuego para Oro y Plata

- a) El alto grado de solubilidad de los metales preciosos en el plomo metálico fundido y su casi total insolubilidad en escorias de una composición adecuada. El plomo sirve como colector de metales preciosos y la escoria sirve como colector de las impurezas de la muestra.
- b) La marcada diferencia en las gravedades específicas de los dos líquidos, es decir, escoria y plomo metálico, que hace que la separación sea posible.

- c) El plomo puede ser retirado prácticamente en su totalidad de los metales preciosos por un proceso de fusión oxidante controlado de forma cuidadosa que involucra la filtración diferencial, es decir, la oxidación del Pb a PbO en una vasija porosa conocida como copela.
- d) La separación de la plata del oro es posible debido a la solubilidad de la plata y a la total insolubilidad del oro en ácido nítrico diluido.

5.15 Procedimientos de análisis al fuego

A continuación se simplifica y detalla el procedimiento del análisis al fuego para mostrar su adherencia a los cuatro principios mencionados líneas arriba :

- a) En un crisol de arcilla, pesar una cantidad definida y adecuada de mena finamente molida, en general, una tonelada de mineral para análisis, o un múltiplo o fracción de una tonelada de mineral para análisis.
- b) Pesar una cantidad suficiente de litargirio (PbO) y de un agente reductor (comúnmente harina) para formar un régulo que tenga un tamaño aproximado de 30 g
- c) Pesar cantidades suficientes de fundidos adecuados (litargirio, carbonato de sodio, bórax y sílice) para formar, con la ganga de minerales, una escoria que se funda fácilmente a la temperatura del horno.
- d) Mezclar completamente todos los materiales en el crisol y fundirlos en un horno a la temperatura adecuada (aproximadamente 1000°C)
- e) Formar plomo metálico fundido para la colección de todo el oro, plata y metales preciosos de la muestra.

- f)** Verter los productos fundidos luego de que la reacción haya terminado (tiempo aproximado 45 á 60 minutos) en un molde de hierro.
- g)** Separar el régulo de la escoria luego del enfriamiento. Golpear con martillo el régulo para formar un cubo y facilitar el manejo.
- h)** Colocar el régulo sobre una copela y luego meterlo al horno graduado a una temperatura de aproximadamente 900°C
- i)** Fundir el régulo y aplicar corriente de aire para hacer que el plomo se oxida hasta oxido de plomo (II) PbO , el cual tiene una tensión superficial menor que el plomo metálico y así, es absorbido por la copela.
- j)** Obtener una perla de plata y oro casi puro (y de metales de platino, si están presentes) después de la copelación.
- k)** Limpiar la perla de la copela y pesarla en una micro balanza para oro.
- l)** Separar el oro de la plata mediante un proceso conocido como partición. En este proceso, la perla es colocada en ácido nítrico diluido caliente para que se disuelva toda la plata pero que el oro quede intacto.
- m)** Limpiar el oro con agua (lavado y decantación repetida) para retirar el nitrato de plata.
- n)** Secar, templar con calor al rojo vivo y pesar como oro puro cuando se enfríe.
- o)** La diferencia de las dos pesadas es el peso de la plata.

5.16 Propiedades del Oro y la Plata

TABLA N° 2

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL ORO

PROPIEDADES FÍSICAS QUÍMICAS DEL ORO	
PROPIEDAD	DESCRIPCIÓN DE LA PROPIEDAD
Símbolo Químico	Au
Numero atómico	79
Peso atómico	196,97 g/mol
Estados de oxidación	+1 + 3
Densidad	19,32 g/cm ³ (a 20°C)
Punto de fusión	1064,33°C
Dureza	2,5 Mohs
Ductibilidad, maleabilidad	excelente < 0,0000125 mm
Soldabilidad	excelente con Ag, Sn
Trabajabilidad en caliente	excelente a partir de 300°C

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

TABLA N° 3

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LA PLATA

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

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

5.17 Clasificación de las menas

En los análisis al fuego, aparte de las consideraciones sobre las características y cantidad de los constituyentes que forman escoria en las menas, las menas se clasifican según sus características oxidantes o reductoras con respecto a la fundición en crisoles con plomo y óxido de plomo.

a) Menas neutras.- Menas que no tienen poder de reducción u oxidación con respecto a la reacción de fundición en crisoles :

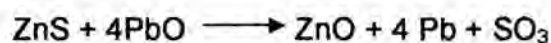
Ejemplos :

1) Menas silíceas, menas de carbonatos, aluminatos, etc., o

2) Menas que no contienen nada de sulfuros, arseniuros, antimoniuros, telururos, etc.

b) Menas reductoras.- Menas que tienen poder reductor con respecto a la reacción de fundición en el crisol

Ejemplo de reacciones de menas reductores :



Ejemplos :

- 1) Menas que contienen sulfuros, arseniuros, antimonuros, telururos y, además, menas que contienen materia carbonácea, etc.
 - 2) Menas que contienen impurezas, tales como Se, Te, Cu y Ni, que interfieren con los análisis de plata y oro.
- c) **Menas oxidantes.**- Menas que tienen poder oxidante con respecto a la reacción de fundición en crisoles :

Ejemplo de reacción de mena oxidante :



Ejemplos :

- 1) Menas que contienen óxidos férricos, dióxido de manganeso, etc.

5.18 Reactivos usados en ensayos al fuego

a) **Sílice.**- Sílice, SiO_2 , reactivo ácido.

Peso molecular = 60 g/mol

Punto de fusión = 1750°C

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



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

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

Peso molecular = 202 g/mol

Punto de fusión = 742°C

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

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

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

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

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

Peso molecular = 106 g/mol

Punto de fusión = 852°C

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

Se funde sin descomposición considerable a 852°C – 950°C sufre una ligera disociación formando una pequeña cantidad de dióxido de carbono. La parte esencial del reactivo carbonato de sodio en el proceso de fundición es la base Na₂O, la cual reacciona con la sílice disponible para formar silicatos de sodio (escoria) y desprender gas CO₂ en el proceso. A continuación se muestra una reacción típica como ejemplo :



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

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

Peso molecular = 223 g/mol

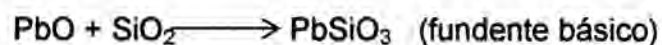
Punto de fusión = 883°C

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

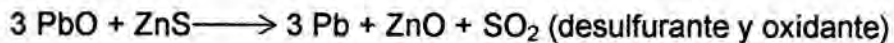
En una fundición en crisoles, se utiliza el litargirio con dos propósitos :

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

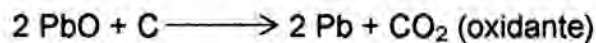
Ejemplo del litargirio cuando actúa como fundente básico :



Ejemplo del litargirio cuando actúa como agente desulfurante :



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



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

e) Harina.- Harina, $\text{C}_6 \text{ H}_{10} \text{ O}_5$

Peso molecular = 162 g/mol

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



f) **Nitrato de potasio.**- Nitrato de potasio, KNO_3 , comúnmente conocido como Nitro.

Peso molecular = 101 g/mol

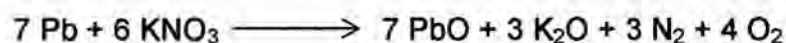
Punto de fusión = 339°C

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

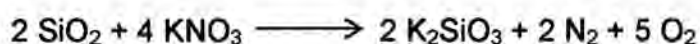
Veamos un ejemplo del nitro como un agente oxidante que reacciona con el azufre :



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



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



Se debe tener en cuenta que, cuando se utiliza el nitro, éste tiene un efecto oxidante sobre la plata. Además, se debe tener cuidado cuando se utilicen grandes cantidades de nitro pues el desarrollo de gases a partir de la reacción podría producir ebullición en la carga del crisol.

VI ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA

6.1 Actividades cotidianas

Las actividades cotidianas que se han realizado y que es materia del presente informe; han sido realizadas en el laboratorio de la Unidad Operativa Arcata de la Compañía Minera Ares.

Estas actividades están referidas a la aplicación del método para la determinación de Oro y Plata para muestras geoquímicas y muestras de planta concentradora por el método de ensayos al fuego y su finalización por absorción atómica y gravimetría.

Seguidamente se explicara paso a paso el método utilizado en los análisis minero – metalúrgicos mencionados.

Las etapas del método son los siguientes :

- a) **Preparación de muestras geoquímicas.**- Elaborar los lineamientos a seguir para realizar correctamente la preparación de muestras de provenientes del área de Geología
- b) **Alcance.**- Esta instrucción es aplicable a las muestras de Geología.
- c) **Equipos de protección personal**

- 1) Casco tipo jockey con carrilera
- 2) Lentes de Seguridad con luna clara anti – impacto
- 3) Respirador de media cara con filtro para polvos
- 4) Guantes de cuero y/o neopreno
- 5) Guantes de rayón aluminizado
- 6) Zapatos de seguridad con punta de acero
- 7) Mameluco con cinta reflectiva
- 8) Orejeras o taponos de oído

d) Equipos / herramientas / materiales

- 1) Bandejas
- 2) Papel Kraft
- 3) Horno de Secado
- 4) Reloj
- 5) Espátulas
- 6) Chancadora
- 7) Cuarteador Jones Aire Comprimido
- 8) Mesa de Trabajo
- 9) Sobres de papel
- 10) Pulverizadores
- 11) Mantas de jebe
- 12) Brocha para limpieza

e) Procedimiento.- Antes de proceder con el procedimiento, se tiene que cumplir los siguientes requisitos

- a)** El personal debidamente autorizado que ejecutará esta tarea debe contar con la capacitación, entrenamiento y conocimiento adecuado de recepción de muestras.
- b)** También para realizar estos trabajos es obligatorio el uso de los equipos de protección personal requeridos para este caso.
- c)** El área de trabajo debe contar con la señalización respectiva y asimismo, debe reunir las condiciones de seguridad correspondientes.

El proceso de preparación de muestras se desarrollara de la siguiente forma :

a) Ingreso de muestras :

- 1)** Las muestras procedentes del área Geología (4 á 5 Kg aprox.), que ingresen al Laboratorio Químico estarán acompañadas de su respectiva Solicitud de ensayo por parte del cliente interno (Área de Geología), en la cual estarán anotados los códigos de todas las muestras recepcionadas.
- 2)** El preparador de muestras es el responsable de anotar cualquier anomalía en la recepción de muestras.
- 3)** Luego genera la Orden de Preparación de Muestra.

- 4) Luego el preparador de Muestras ordena las muestras de acuerdo a su respectivo código y en orden ascendente, para continuar con el secado de Muestras

b) Secado de muestras :

- 1) El Preparador de Muestras vierte todo el contenido de cada bolsa (muestras) en bandejas, las cuales deben estar limpias, secas y además deben contar con papel Kraft en el fondo de la bandeja.
- 2) Luego en forma ordenada coloca las muestras en las parrillas o carro de las secadoras según la Orden de Preparación de Muestras.
- 3) Seguidamente se ingresa el carro al horno para el proceso de secado, el equipo estará previamente calentado a la temperatura de trabajo $110 \pm 10^{\circ}\text{C}$
- 4) El proceso de secado demorará entre 5 á 7 horas.
- 5) Transcurrido el tiempo de secado, retira las bandejas o el carrito del horno de Secado y se deja enfriar a temperatura ambiente entre 10 á 20 minutos aproximadamente (o en todo caso el tiempo que sea necesario)

c) Control de calidad.- Muestra estéril (Cuarzo de 2") :

- 1) Esta muestra seguirá toda la secuencia de todas las operaciones en la preparación hasta su reporte. De esta manera evaluaremos una posible contaminación.
- 2) Por cada lote de muestras (40 muestras) que llegan al Laboratorio, se coloca en una bandeja 2 á 3 Kg aproximadamente de cuarzo estéril de 2"

- 3) La ubicación de la bandeja con muestra estéril en la secadora lo determina el supervisor y se debe ubicar de forma aleatoria.

d) Chancado primario :

- 1) Se prende el sistema de extracción de polvos y la chancadora primaria y se limpia con aire las mandíbulas y bandeja de descarga de la chancadora antes y después de colocar una nueva muestra.
- 2) Luego de esto vierte las muestras en forma gradual en la tolva de alimentación de la chancadora primaria, cierra la tolva y asegura la bandeja de descarga. Si la muestra es demasiado arcillosa y no presenta rocas mayores a ½" pasa la muestra directamente a la chancadora secundaria.
- 3) Por la parte inferior retira la bandeja de descarga con la muestra chancada y vierte sobre la tolva de la chancadora secundaria.
- 4) Después de chancar cada muestra se limpia con aire comprimido la tolva, las quijadas y la bandeja.
- 5) Una vez terminada las muestras del lote procede con el apagado del equipo limpiando la chancadora y el área de trabajo.

e) Chancado secundario :

- 1) El Preparador de Muestra inicia la operación de la chancadora secundaria.
- 2) Limpia con aire a presión esta chancadora así como la bandeja de descarga antes y después de colocar una nueva muestra.

- 3) Se verifica visualmente que la muestra a chancar tenga la granulometría apropiada (aprox. Menores a 1/2"). Si no es así volver a pasarlo por la chancadora primaria.
- 4) Vierte la muestra en forma gradual en la tolva de alimentación de la chancadora secundaria.
- 5) Retira la bandeja de descarga conteniendo la muestra chancada (malla -10)
- 6) Después de chancar cada muestra limpia con aire comprimido (direccionando la manguera de aire comprimido hacia los extractores de polvo) la tolva, las quijadas y la bandeja de descarga.
- 7) Deja limpia la chancadora secundaria y el área de trabajo.

Nota : Chancar cuarzo de 2" para asegurar una buena limpieza. Realizar esta operación antes de chancar un lote de muestras. Posteriormente, realizar esta operación cada 10 muestras y cuando sea necesario a criterio del operador.

f) Análisis granulométrico :

- 1) En el chancado por cada orden de preparación se realiza el análisis granulométrico del producto a tres muestras : posición inicial, media y final.
- 2) Para el respectivo análisis de malla se debe tomar una muestra aproximada de 150 g a 250 g. La muestra se obtiene cuarteando hasta obtener un peso aproximado al requerido.
- 3) Cada análisis de malla se realizará en el momento y en seco, utilizando una brocha para el pasado de la muestra.

- 4) El criterio de aceptación es : 70% malla –10 Si obtenemos un valor por debajo de esté la corrección se realizará en el acto Registrar los resultados en el formato Control Granulométrico.

Cálculos : Determinación de % Malla –10

$$\% Malla - 10 = \frac{(Peso Inicial - Peso Gruesos)}{Peso Inicial} \times 100$$

g) Cuarteo :

- 1) Poner en la mesa de cuarteo, el cuarteador Jones y dos bandejas de recepción de muestra (los cuales son bandejas especiales a la medida del cuarteador), Adicionalmente, se debe trabajar con dos bandejas más para el homogenizado de las muestras.
- 2) Vaciar la muestra a lo largo de cuarteador Jones, luego girar una de las bandejas de recepción y vaciarlas ambas al cuarteador que contiene las otras dos bandejas vacías, repetir esta operación por tres veces girando alternadamente las bandejas para una mejor homogenización de la muestra.
- 3) Luego de haber homogenizado, en el cuarteador Jones cuartear la muestra hasta obtener el peso requerido de 150 g a 250 g
- 4) Una vez cuarteada la muestra, queda lista para su posterior pulverización.
- 5) Limpiar con aire comprimido el cuarteador Jones y las bandejas de recepción para proceder con la siguiente muestra.

6) Dejar limpio el cuarteador Jones y el área de trabajo.

Duplicado de Gruesos (Duplicado de Preparación)

- 1) Este control es para verificar la precisión de los resultados desde la etapa de cuarteo hasta el resultado final.
- 2) El duplicado de grueso se obtiene en el primer cuarteo (previo homogenizado) cuando se producen las dos primeras sub – muestras; la primera, muestra original, se reduce en el cuarteador Jones hasta el peso requerido, y la segunda, duplicado de gruesos, también se reduce de igual manera. Ambas muestras seguirán todo el proceso hasta el resultado final y la dispersión de resultados entre uno y otro servirá para controlar la precisión desde la etapa de preparación.

h) Pulverizado :

- 1) Prender el equipo de extracción de polvos (campana extractora)
- 2) asegurar que toda la instalación este limpia.
- 3) En la mesa de trabajo vaciar la muestra a la olla de pulverizado limpia.
- 4) Introducir la olla a la pulverizadora y prender el equipo por un tiempo de aproximadamente dos minutos.
- 5) Después de procesar una muestra realizar la limpieza de la olla de pulverizado con aproximadamente 150 g de cuarzo.
- 6) Eliminar los residuos que pudieran quedar impregnadas en las paredes de la olla.
- 7) Al terminar el trabajo limpiar el pulverizador con aire a presión.

i) Análisis Granulométrico :

- 1) Para verificar la granulometría de pulverizado se debe realizar el análisis granulométrico de tres muestras: posición inicial, media y final de cada orden de preparación
- 2) Para el respectivo análisis de malla se debe tomar una muestra de 20 g
- 3) El análisis de malla se realizara adicionando una corriente de agua para el pasado de la muestra
- 4) La muestra húmeda que queda en la malla se transvasa a una bandeja y se pone a secar en la estufa por espacio de 15 á 20 minutos.
- 5) El criterio de aceptación es : 90% malla -200. Si obtenemos un valor menor la corrección se realizará en el momento (Verificar las ollas, la pulverizadora, etc.)

Cálculos :

Determinación de % Malla -200

$$\%Malla-200 = \frac{(PesoInicial - PesoGruesos)}{PesoInicial} \times 100$$

Las muestras luego del pulverizado se encuentran listas para pasar a la etapa del ensayo respectivo, sea por fundición a por ataque químico.

a) Preparación de muestras de planta concentradora de flotación.- Elaborar los lineamientos para realizar correctamente la preparación de muestras de planta.

b) Alcance.- Este procedimiento es aplicable para la preparación de muestras de planta concentradora: Relave, Cabeza, concentrados y fajas.

c) Términos y definiciones

1) Flotación.- Es una técnica de concentración de minerales en húmedo, en las que se aprovecha las propiedades fisicoquímicas superficiales de las partículas para efectuar la selección. En otras palabras, se trata de un proceso de separación de materiales de distinto origen que se efectúa desde sus pulpas acuosas por medio, de burbujas de gas y a base de sus propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas.

2) Cabeza y Fajas.- Producto de la explotación minera que se alimenta a una planta de tratamiento o beneficio.

3) Relave.- Material de desecho de una planta concentradora después de que los metales valiosos han sido recuperados.

4) Concentrado.- Producto rico en metales obtenido mediante la aplicación de procesos de separación y concentración.

d) Equipos de protección personal

- 1) Casco tipo jockey con carrilera
- 2) Lentes de Seguridad con luna clara anti – impacto
- 3) Respirador de media cara con filtro para polvos
- 4) Guantes de cuero y/o neopreno
- 5) Zapatos de seguridad con punta de acero
- 6) Mameluco con cinta reflectiva
- 7) Orejeras o tapones de oído

e) Equipos / herramientas / materiales

- 1) Bandejas metálicas.
- 2) Papel Kraft.
- 3) Horno de Secado
- 4) Reloj.
- 5) Espátulas
- 6) Aire comprimido.
- 7) Mesa de trabajo
- 8) Mantas.
- 9) Sobres de papel.
- 10) Pulverizador.
- 11) Divisor rotatorio.

- 12) Sistema de filtración.
- 13) Baldes de muestreo.
- 14) Homogenizados de madera.
- 15) Rodillo de metal
- 16) Brocha.
- 17) Balanza

f) Reactivos :

- 1) Floculante

g) Disoluciones :

- a) Solución floculante 0,3% : Pesar 30 g de floculante y disolver en 10 L de agua

h) Procedimiento.- Antes de proceder con el procedimiento, se tiene que cumplir los siguientes requisitos:

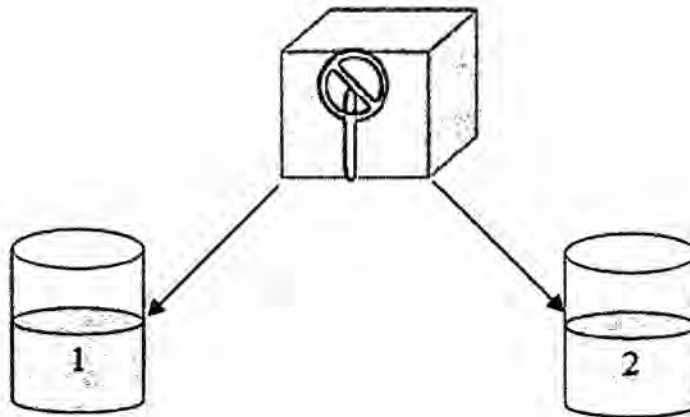
- 1) El personal debidamente autorizado que ejecutará esta tarea debe contar con la capacitación, entrenamiento y conocimiento adecuado de recepción de muestras.
- 2) También para realizar estos trabajos es obligatorio el uso de los equipos de protección personal requeridos para este caso.
- 3) El área de trabajo debe contar con la señalización respectiva y asimismo, debe reunir las condiciones de seguridad correspondientes.

El laboratorio obtiene de la planta concentradora 5 tipos de muestra : Relave, Cabeza Concentrado metalúrgico, Concentrado efectivo y fajas, seguirán el siguiente tratamiento :

a) Homogenización y cuarteo :

- 1) Recolectar los baldes con las muestras obtenidas de cada guardia de los muestreadores automáticos.
- 2) Tener en cuenta que la manipulación de las muestras se realiza en el siguiente orden : Relave, Cabeza y Concentrado metalúrgico
- 3) Homogenizar la muestra de relave mediante agitador e inmediatamente vaciar el contenido del balde en el divisor rotatorio decepcionando las muestras en dos baldes completamente limpios.
- 4) Cuartear el contenido de cada balde (por separado), homogenizando previamente.
- 5) De igual manera se realiza el homogenizado y el vaciado de la muestra en el divisor rotatorio.
- 6) Adicionar solución floculante a las muestras y dejar de cantar por unos minutos los sólidos eliminando el líquido sobrenadante.
- 7) Posteriormente llevar los baldes con las muestras al laboratorio para continuar con el proceso de filtración.

FIGURA N° 13



b) Filtración :

- 1) El proceso de filtración de las muestras de planta (relave, cabeza concentrado metalúrgico) son filtrados en un sistema de filtro prensa provisto de tres filtros, un filtro para cada muestra.
- 2) La filtración de las muestras se realiza en el siguiente orden: Relave, Cabeza y concentrado metalúrgico.
- 3) Agitar el recipiente que contiene la muestra con la ayuda de una agitador manual e inmediatamente verter el material en el interior del filtro prensa, luego limpiar el interior del balde con agua para recuperar los finos que pudieran quedarse y añadir en el interior del filtro.
- 4) Transcurrido el tiempo de 15 minutos cortar la línea de aire que conecta al filtro. Abrir la llave para purgar el aire, una vez purgado todo el aire se procede a abrir la parte superior del filtro, retirar la muestra cuidadosamente, transvasando sobre una bandeja metálica. Limpiar el equipo

- 5) Las muestras obtenidas del filtro prensa transvasarlas a sus respectivas bandejas codificadas, teniendo en cuenta que el tratamiento de las muestras se realiza en el siguiente orden : Relave, Cabeza y Concentrado, con la finalidad de evitar contaminación.

c) Secado :

- 1) Colocar las bandejas en el horno de secado y secar las muestras a una temperatura de $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ por 45 minutos a una hora, teniendo en cuenta que la muestra de relave y muestras de Cabeza ingresarán a secarse primero.
- 2) La ubicación en el horno de secado de las muestras de relave se localizaran en la parte superior y las muestras de Cabeza, en el nivel medio.
- 3) Comprobar que las muestras hayan secado totalmente, retirar y dejar enfriar.
- 4) Posteriormente secar la muestra de concentrado colocando la bandeja en la parte inferior de la estufa de secado de igual manera a temperatura de $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ por 45 minutos. Luego retirar y dejar enfriar.
- 5) Dejar enfriar las muestras, luego colocar la muestra seca (iniciar con la muestra de relave) sobre una manta encima de la mesa de preparación de muestras y así proceder a reducir los aglomerados del relave producidos en el secado con el rodillo.
- 6) Homogenizar la muestra de relave manteando mínimo 20 veces, es decir sujetando los vértices opuestos de la manta y hacer desplazar la muestra de extremo a extremo para que se mezcle completamente (**Ver Fig. 14**)

FIGURA N° 14

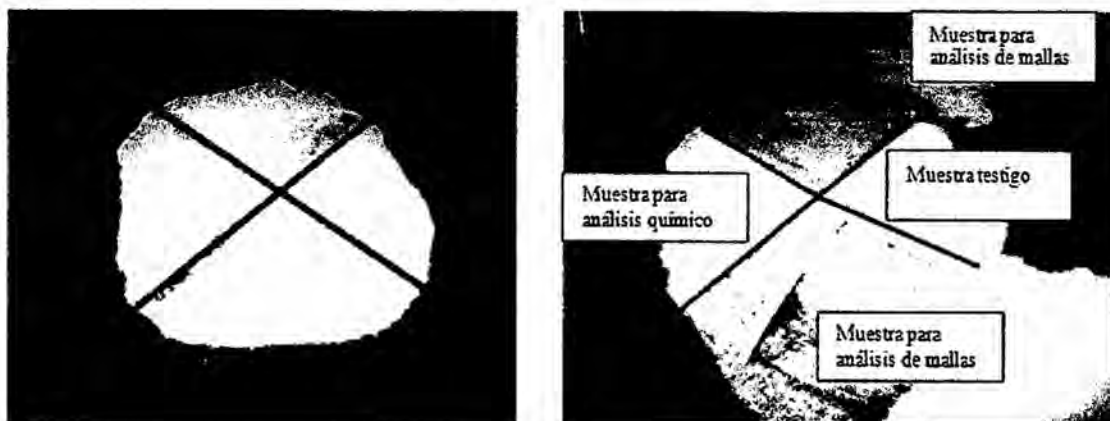
HOMOGENIZACIÓN POR LA TÉCNICA DE MANTEO



- 7) Formar un cono y proceder hacer el cuarteo en X, separar una de las secciones y sacar de ésta 200 g a 250 g para pulverizar y posterior análisis, luego separar la sección opuesta y sacar de ésta de 200 g a 250 g para muestra testigo, seguidamente de las dos secciones restantes sacar 250 g para análisis de mallas (Ver Figura N° 15)

FIGURA N° 15

CONO Y CUARTEO EN FORMA DE X



- 8) De igual manera proceder con las muestras de Cabeza y concentrado metalúrgico, sólo con la salvedad que del cono formado separar 200 g a 250 g de una sección para pulverización y posterior análisis químico, y de la sección opuesta separar 200 g a 250 g para muestra testigo

d) Pulverizado :

- 1) Las muestras de relave, Cabeza y concentrados serán pulverizados en sus respectivas ollas identificadas y en ese orden respectivamente.
- 2) El tiempo de pulverizado es de 1,5 á 2 min. por muestra.
- 3) Después de pulverizar una muestra realizar la limpieza de la olla con aproximadamente 150 g de sílice y eliminar los residuos que pudieran quedar impregnados en las paredes de la olla.
- 4) Las muestras son pulverizadas hasta obtener una granulometría mayor a 90% malla -200
- 5) Al terminar la operación limpiar la mesa de trabajo, el pulverizador y las ollas con aire a presión.

Las muestras de concentrado efectivo que ingresan al laboratorio serán preparadas para la determinación de humedad y análisis químicos, para lo cual seguirán el siguiente tratamiento :

a) Homogenizado y cuarteo :

1) La muestra de concentrado efectivo es obtenida por el muestreo de los big bag producidos de una guardia, obteniéndose las siguientes muestras que ingresan al laboratorio :

- Una muestra para análisis de humedad.
- Una muestra para análisis químico.
- Una muestra control (duplicado de gruesos) para análisis químico para controlar que la homogenización de la muestra es efectiva.

b) Secado :

- 1) Las muestras de concentrado efectivo son vertidas en sus respectivas bandejas.
- 2) Las dos bandejas con muestra de concentrado efectivo y su duplicado, son puestas en el horno de secado a temperatura de $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ por 45 minutos
- 3) La ubicación en el horno de secado de las muestras de concentrado efectivo se localizan en la parte inferior.
- 4) Comprobar que las muestras hayan secado totalmente, retirar y dejar enfriar las muestras.
- 5) Luego colocar la muestra seca de concentrado efectivo sobre una manta encima de la mesa de preparación de muestras y así proceder a reducir los aglomerados producidos en el secado con el rodillo. Homogenizar la muestra manteando mínimo 20 veces, es decir sujetar los vértices opuestos de la manta y hacer desplazar la muestra de extremo a extremo para que se mezcle completamente,

posteriormente formar un cono y proceder hacer el cuarteo en X, separar una para las secciones opuestas y colocarlas en un sobre con su etiqueta de código de barras para sus posterior pulverizado y análisis químico (aproximadamente 200 g), las otras dos secciones restantes son desechadas.

c) Pulverizado :

- 1) Verificar que la mesa de trabajo, el pulverizador y las ollas estén operativos, limpios y libres de polvo y otros materiales.
- 2) Las muestras de concentrado efectivo deben de pulverizarse en sus respectivas ollas.
- 3) El tiempo de pulverizado es de 1,5 á 2 min. Por muestra.
- 4) Después de procesar una muestra realizar la limpieza de la olla de pulverizado con aproximadamente 150 g de sílice y eliminar los residuos que pudieran quedar impregnados en la paredes de la olla.
- 5) Las muestras son pulverizadas hasta obtener una granulometría mayor a 90% malla -200
- 6) Al término del trabajo limpiar la mesa, el pulverizador y las ollas con aire a presión.

Las muestras de fajas, que ingresan al laboratorio (aproximadamente de 500 g) son vertidas en una bandeja metálica para su posterior determinación de humedad.

Una vez ensobradas las muestras e identificadas, se procede a realizar los ensayos correspondientes.

a) Fundición de muestras.- Establecer un método de ensayo para determinar oro y plata por el método de Fire Assay y finalización por AAS o Gravimetría en muestras de geología y de planta concentradora.

b) Alcance.- El presente procedimiento tiene como alcance, para la determinación de oro: Muestras de geología y de planta (Cabeza, Relave y Concentrado). Para la determinación de plata: Muestras de geología y de planta.

Asimismo los lotes de muestras geoquímicas y de planta seguirán los ensayos por separado.

c) Principio del método.- Consiste en fundir una muestra sólida seca con mezcla fundente, concentrando el oro y la plata en un régulo de plomo, luego es copelado oxidando el plomo y quedando sólo el metal noble (Ag y Au), posteriormente se procede a realizar la técnica de partición adecuada de acuerdo al peso de dore para cuantificar el oro y por diferencia obtener el resultado de plata.

d) Equipos de protección personal

- 1) Casco tipo jockey con carrilera
- 2) Lentes de Seguridad con luna clara anti – impacto
- 3) Respirador de media cara con filtro de alta eficiencia
- 4) Careta con máscara contra el calor
- 5) Guantes de cuero y/o neopreno
- 6) Zapatos de seguridad con punta de acero

- 7) Ropa Aluminizada
- 8) Guantes desechables
- 9) Mameluco con cinta reflectiva
- 10) Orejeras o tapones de oído

e) Equipos / herramientas / materiales

- 1) Balanza Analítica de cuatro decimales
- 2) Micro balanza de cuatro decimales
- 3) Equipo de Absorción Atómica
- 4) Horno de Fundición
- 5) Horno de Copelación
- 6) Plancha de calentamiento
- 7) Calcinadora
- 8) Laminadora
- 9) Dispensadores de Acido
- 10) Extractor de Gases y Plomo
- 11) Crisoles Refractarios de 30 g
- 12) Crisoles de porcelana
- 13) Copelas N° 8
- 14) Bolsas de plástico
- 15) Alicates tipo punta de loro
- 16) Mesa de fierro.
- 17) Bolsa de polietileno

18) Lingotera de fierro fundido

19) Yunque

20) Brocha para limpieza

21) Martillo

22) Porta dores

23) Porta crisoles

24) Pipetas, Fiolas, Vasos

f) **Reactivos.**- Los productos químicos utilizados son de grado para análisis (p.a.) salvo declaración de lo contrario. En todo el proceso se utiliza agua destilada.

1) Fundente Preparado

2) Bórax comercial.

3) Harina de trigo

4) Nitrato de potasio grado reactivo

5) Plata metálica (título).

6) Cenizas de Hueso

7) Ácido nítrico p.a. al 68 % , 15.1 N

8) Hidróxido de amonio p.a. al 28% , 7.20 N

9) Ácido Clorhídrico p.a. al 37 % , 12 N

Observación p.a = para análisis

g) Disoluciones

- 1) Ácido Nítrico al 15%.-** Se miden 150 mL de ácido nítrico concentrado 15.1 N y se disuelve a 1 L con agua destilada.
- 2) Hidróxido de Amonio al 15%.-** Se miden 150 mL de hidróxido de amonio 7.20 N y se disuelve a 1 L con agua destilada.
- 3) Ácido Clorhídrico al 24%.-** Se miden 240 mL de ácido clorhídrico 12 N y se disuelve a 1 L con agua destilada
- 4) Soluciones estándar de Oro**
- 5) Solución estándar stock.-** Solución de 1 000 mg Au/L
- 6) Solución estándar de verificación.-** Solución de 1 000 mg Au/L
- 7) Solución estándar intermedia.-** Solución de 100 mg Au/L, Tomar una alícuota de 10 mL de la solución stock y llevar a volumen en una fiola de 100 mL y aforar con agua destilada.
- 8) Soluciones estándares de trabajo.-** Tomar alícuotas de la solución intermedia y llevar a un volumen adecuado de acuerdo al instructivo de preparación de estándares para obtener las siguientes concentraciones : 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 y 10,0 mg/L

Nota : Todas las soluciones se deben preparar en medio de ácido clorhídrico al 24%

h) Procedimiento

1) Pesado de muestras

- Ordenar los crisoles previamente codificados en forma ascendente empezando con el N° 1, N° 2, N° 3, N° 4 y así sucesivamente hasta culminar el lote, colocando sus respectivas bolsas.
- Se pesa la muestra **Ver Tabla N° 4**

TABLA N° 4

MUESTRA	U.O ARCATA
Cabeza	24 á 26 g
Relave	29 á 31 g
Concentrado	4,8 á 5,2 g
Geología	24 á 26 g

Nota : Sólo en los casos que las características del mineral no sean de material oxidados o sulfuros, se pesará una menor cantidad a la indicada previa coordinación con el encargado del Laboratorio. Luego se pasa al área de fundición.

i) Fundición

- 1) Dependiendo de la muestra se le agrega una cierta cantidad Harina o Nitrato de Potasio.
- 2) Luego se procede adicionar el fundente a cada bolsa **Ver Tabla N° 5**

TABLA N° 5

MUESTRA	U.O ARCATA
Sulfurados	130 g – 140 g
Oxidados	130 g – 140 g

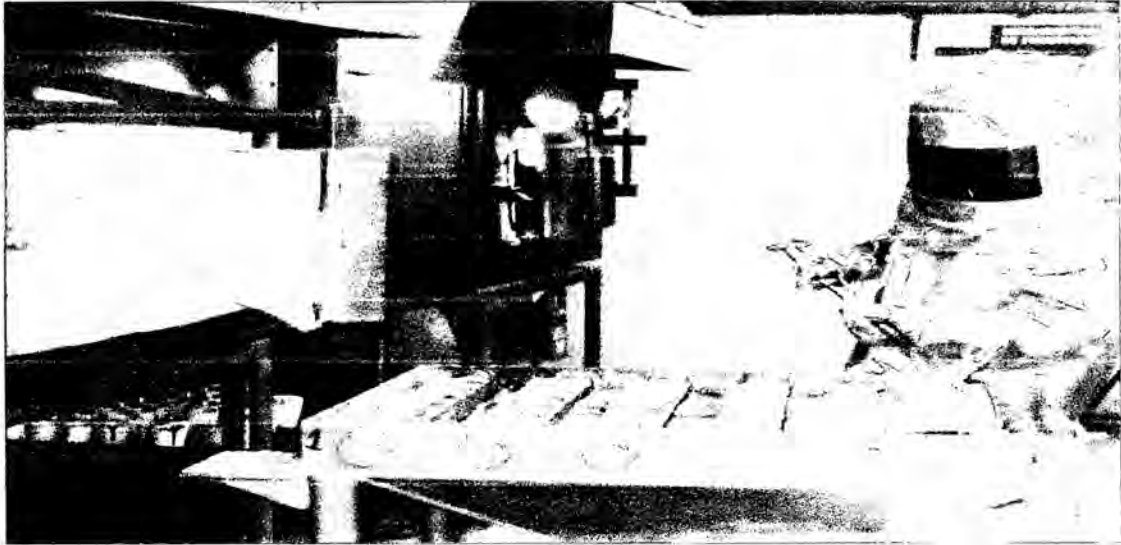
- 3) Homogenizar el Fundente con la muestra a analizar agitando la bolsa (en buen estado). Se debe tener cuidado para que no salte el contenido de las bolsas y colocar la muestra homogenizada dentro del crisol previamente identificado.
- 4) Agregar una capa de bórax.
- 5) Colocar los crisoles de 30 g en el horno de fundición, el cual debe estar con una temperatura de 850°C , $\pm 30^{\circ}\text{C}$ mantener esta temperatura por 15 minutos.
- 6) Luego elevar la temperatura a $950^{\circ}\text{C} \pm 30^{\circ}\text{C}$ y mantener esta temperatura por 15 minutos.
- 7) Finalmente subir la temperatura a $1050^{\circ}\text{C} \pm 30^{\circ}\text{C}$ y mantener esta temperatura por 20 minutos, con lo que suma un tiempo total de fundición de 50 á 55 minutos.
- 8) Retirar los crisoles y verter el contenido del crisol en la lingotera cónica, la cual debe estar limpia y completamente seca.
- 9) Dejar enfriar y retirar la escoria de la lingotera, golpeando con un martillo para liberar el régulo de plomo.
- 10) Limpiar el régulo de plomo con un martillo. Darle la forma de un cubo para mejor manipulación.
- 11) Verificar que el régulo esté entre 20 á 40 g

j) Copelación

- 1) Codificar las copelas de N° 8, tomando la primer a muestra como N° 1, N° 2, N° 3, N° 4 y así sucesivamente hasta culminar el lote, de igual forma codificar el número de lote en el crisol inicial y final, colocar las copelas en el horno de copelación por

un período de 20 minutos a una temperatura de $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ Con esto se logra eliminar la presencia de humedad

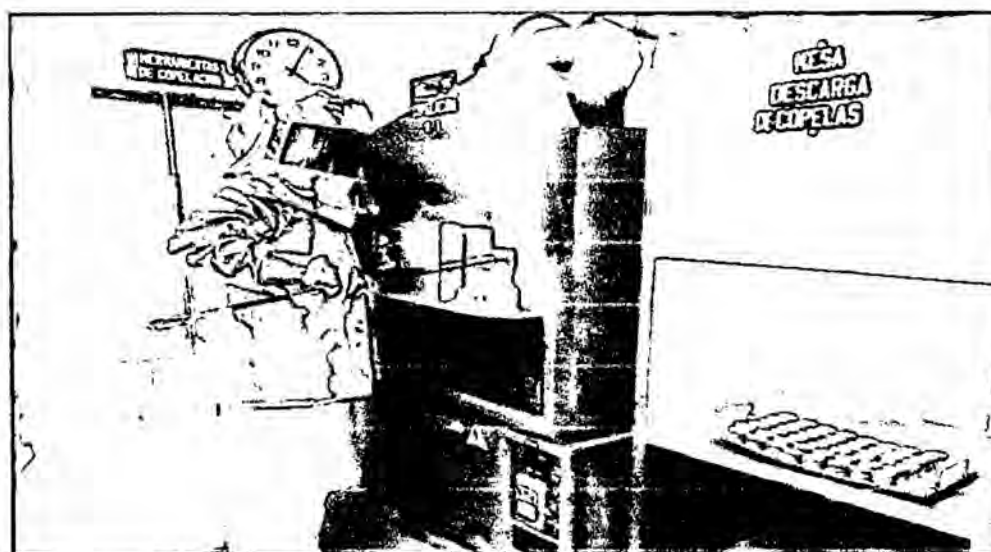
FIGURA N° 16



- 2) Colocar los régulos en cada copela de la primera fila.
- 3) Después de cinco minutos colocar los siguientes régulos en las copelas de la segunda fila. Realizar el mismo procedimiento para las siguientes filas.
- 4) Terminado de colocar los régulos en cada fila. Y luego cerrar la puerta por unos cinco minutos, y después cerciorase que los régulos estén completamente fundidos.
- 5) Luego dejar entre abierta la puerta del horno. Esto para que ingrese aire y así originar la oxidación del plomo.
- 6) La copelación debe durar entre 50 min a 1 hora y culmina cuando se observa el relampagueo de la plata, donde todo el plomo se ha consumido (oxidado).

- 7) Retirar las copelas del horno y dejar enfriar por 20 minutos en las mesas de enfriamiento.
- 8) Extraer los dorés de las copelas con un alicate punta de loro o una pinza y limpiarlos con mucho cuidado, los dorés muy pequeños solamente deben ser presionados para eliminar trazas no escobillar para evitar que se pierdan.
- 9) Colocar los dorés en un portadore.

FIGURA N° 17



k) Pesado de dorés

- 1) Procedemos a realizar el pesado de dorés en una micro balanza

Nota : Para el control de la pérdida de plata por copelación en las muestras, se colocara títulos de plata en diferentes rangos dependiendo de la concentración de las muestras

FIGURA N° 18



- 2) Los dores que son mayores o iguales a 10 mg seguirán el método de partición gravimétrico y los dores que pesen menos de 10 mg seguirán el método de partición y culminación por absorción Atómica.

I) Laminado

- 1) Colocar los dores en el rodillo de la laminadora de abertura graduada y proceder a laminar los dores que seguirán la técnica de partición gravimétrica.

Nota : Los dores menores a 10 mg serán colocados directamente en una fiola de 10 mL para su partición y culminación por Absorción Atómica

m) Partición

Método gravimétrico

Los dorés con peso iguales o mayores a 10,0 mg serán digeridos por este método:

a) Ataque químico :

- 1) Calentar la solución de HNO_3 al 15% en la plancha que se encuentra a una temperatura de $95^\circ\text{C} \pm 10$
- 2) Enumerar los crisoles de porcelana y colocar los dorés laminados en cada uno de ellos.
- 3) Agregar la solución caliente de HNO_3 al 15% a los crisoles de porcelana hasta llenar $\frac{3}{4}$ partes aproximadamente.
- 4) Colocar los crisoles en la plancha a una temperatura de $95^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$., dejando reaccionar por un tiempo de 40 min.
- 5) Llevar los crisoles a la plancha de calentamiento de $200^\circ\text{C} \pm 20$
- 6) Agregar 2 ml de HNO_3 concentrado y dejar atacar por 15 minutos, retirar y enfriar.

b) Lavado :

- 1) Desechar la solución de AgNO_3 teniendo cuidado que el botón de oro siempre permanezca dentro del crisol en cada una de las lavadas

- 2) Agregar agua destilada hasta las $\frac{3}{4}$ partes de la capacidad del crisol y desechar
- 3) Agregar NH_4OH al 15% hasta las $\frac{3}{4}$ partes de la capacidad del crisol y desechar
- 4) Agregar, una vez más, agua destilada y desechar

c) Secado y calcinado :

- 1) Después del lavado, colocar los crisoles en la plancha de calentamiento, la que se encuentra a $200^\circ\text{C} \pm 20$ y asegurarse que no exista solución en los crisoles.
- 2) Observar y verificar cuando se ha secado los botones de oro fino.
- 3) Luego calcinar en la mufla que se encuentra a una temperatura aproximada de $600^\circ\text{C} \pm 30^\circ\text{C}$ para eliminar la humedad y cualquier impureza. El tiempo de calcinado debe ser de 5 minutos (contabilizar el tiempo después que la calcinadora se ha estabilizado a 600°C)

d) Pesado de oro :

- 1) Procedemos a pesar el oro fino en la micro balanza.

Método por absorción atómica

- a) Los dores inferiores a 10 mg serán digeridos por este método; estos son colocados en fiola de 10 mL previamente codificados.
- b) Añadir a cada fiola utilizando un dispensador 1 mL de HNO_3 concentrado y colocar las fiolas en la plancha que se encuentra a una temperatura de $95^\circ\text{C} \pm 10$

- c) Digestar las muestras por un tiempo de 20 á 30 min. Verificar que la separación se complete y que sólo queden partículas negras.
- d) Retirar las fiolas de la plancha y en la campana extractora añadir inmediatamente por las paredes de cada fiola, utilizando el dispensador 3 mL de HCL concentrado.
- e) Dejar que la reacción transcurra por un tiempo de 30 min.
- f) Luego dejar enfriar.
- g) Aforar con agua destilada y homogenizar.
- h) Dejar sedimentar los sólidos por un tiempo de 30 minutos
- i) Realizar las respectivas lecturas de concentración en el equipo de absorción atómica, calibrado previamente con los siguientes estándares : 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 y 10,0 mg/L

Los cálculos para determinar la concentración de oro según :

Cálculos :

Método de Partición Gravimétrico

$$Au(g/t) = \frac{(W_{Au} * 1000)}{W_M}$$

$$Ag(g/t) = \frac{(W_{Dore} - W_{Au} - W_{Bk}) * FA * 1000}{W_{Muestra}}$$

$$FA = \frac{(W_{Inicial})}{W_{Final} - W_{Bk}}$$

$$Au_{(mg/L)} = Au_{lecturaAAS (mg/L)} - Au_{BkAAS (mg/L)}$$

Donde :

$$Au(g/t) = \frac{C * V}{W_M}$$

- W Au** = Peso de Oro (mg)
- W M** = Peso de Muestra (g)
- W Dore** = Peso de Doré (mg)
- W Bk** = Peso de Blanco (mg)
- FA** = Título de plata (factor de Ag) (mg)
- C** = Concentración de Au (mg/L)
- V** = Volumen de aforo
- mg /L Au** = Ley de oro en lectura de equipo de Absorción Atómica en mg/L
- lectura AAS(mg/L) Au** = Ley de oro en lectura de equipo por Absorción Atómica en mg/L

Control de calidad

Como referencia para el control de calidad, cada lote de fundición deberá contener siempre : un duplicado de gruesos, un duplicado de finos, un blanco de reactivos, una muestra estéril y como mínimo un MRC (Material de Referencia Certificado)

6.2 Aportes realizados en beneficio de la empresa

Evaluación estadística de temperatura de secado

El caso se suscitó por la demora de los reportes de las leyes de minerales, producto de la demora en el secado de muestras, lo que llevo a plantear la evaluación estadística de temperatura de secado de secado a 130°C

El objetivo es analizar la influencia que puede tener la temperatura de secado en muestras de igual homogeneidad. Este análisis lo enfocaremos del análisis de ley de Au y Ag que se tratan de estas muestras.

Consideraciones generales

Se realiza la respectiva prueba con los siguientes parámetros :

TABLA N° 6

Muestra	T°C	Peso de Muestra	Origen de muestra
M - 1	105 ± 5	2 Kg	Molino 8 x 10
M - 2	130 ± 5	2 Kg	Molino 9 1/2 x 12

Resultado de las pruebas de secado

TABLA N° 7

PRUEBA DE TEMPERTURA					
Prueba	Muestra	Temperatura de Secado	Tiempo (hr)	Leyes (g/T)	
				Au (g/T)	Ag (g/T)
1	8 X 10	110°C	1,45	0,97	314,24
	8 X 10	130°C	1,30	0,92	320,46
2	8 X 10	110°C	1,45	0,93	300,44
	8 X 10	130°C	1,30	0,98	308,76
3	8 X 10	110°C	1,45	0,68	256,50
	8 X 10	130°C	1,30	0,73	208,36
4	8 X 10	110°C	1,45	1,08	295,81
	8 X 10	130°C	1,30	1,02	282,36
5	8 X 10	110°C	1,45	0,84	350,19
	8 X 10	130°C	1,30	0,84	355,44
6	8 X 10	110°C	1,45	1,28	464,94
	8 X 10	130°C	1,30	1,56	491,26

Temperatura de secado 110°C = 1 h 45 min

Temperatura de secado 130°C = 1 h 30 min

TABLA N° 8

Resultados del molino 8 X 10 para oro

Prueba	Temperatura de Secado 110°C	Temperatura de Secado 130°C
	Au (g/T)	Au (g/T)
1	0,97	0,92
2	0,93	0,98
3	0,68	0,73
4	1,08	1,02
5	0,84	0,84
6	1,40	1,30

TABLA N° 9

Resultados del molino 8X10 para plata

Prueba	Temperatura de Secado 110°C	Temperatura de Secado 130°C
	Ag (g/T)	Ag (g/T)
1	314,24	320,46
2	300,44	308,76
3	256,5	208,36
4	295,81	282,36
5	350,19	355,44
6	464,94	491,26

Verificación de la normalidad de los datos

La verificación de los datos se realiza mediante el test de Anderson y Darling, usando el software Minitab

Prueba de hipótesis

H_0 = Resultado de Au a 110°C = resultados de Au a 130°C

H_1 = Resultado de Au a 110°C \neq resultados de Au a 130°C

Si P Value ANOVA es $> 0,05$ se acepta H_0

Si P Value ANOVA es $< 0,05$ se rechaza H_1

Prueba de hipótesis

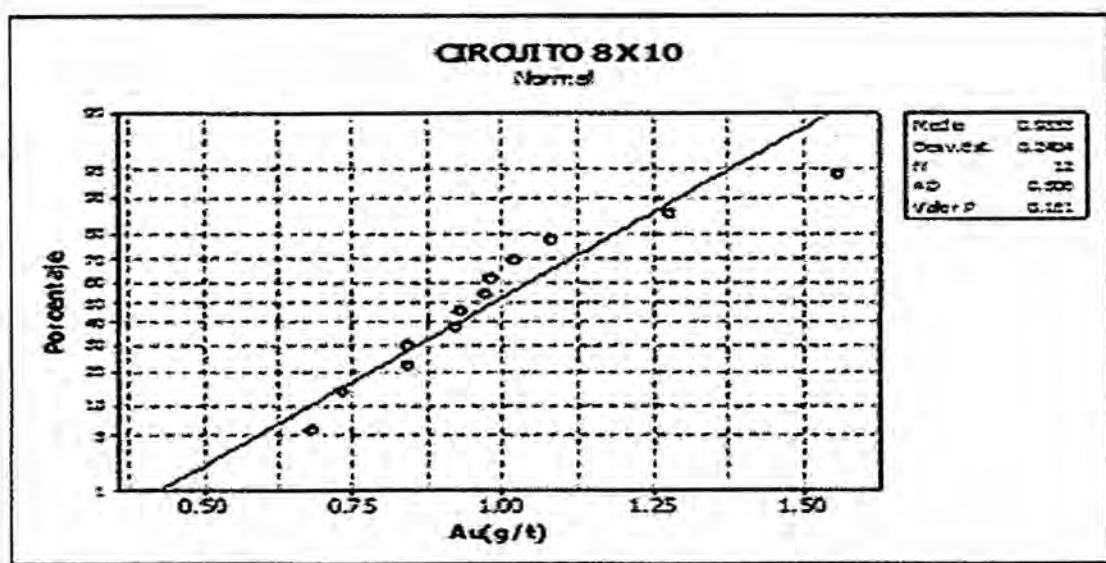
H_0 = Resultado de Ag a 110°C = resultados de Ag a 130°C

H_1 = Resultado de Ag a 110°C \neq resultados de Ag a 130°C

Si P Value ANOVA es $> 0,05$ se acepta H_0

Si P Value ANOVA es $< 0,05$ se rechaza H_1

GRÁFICO N° 1

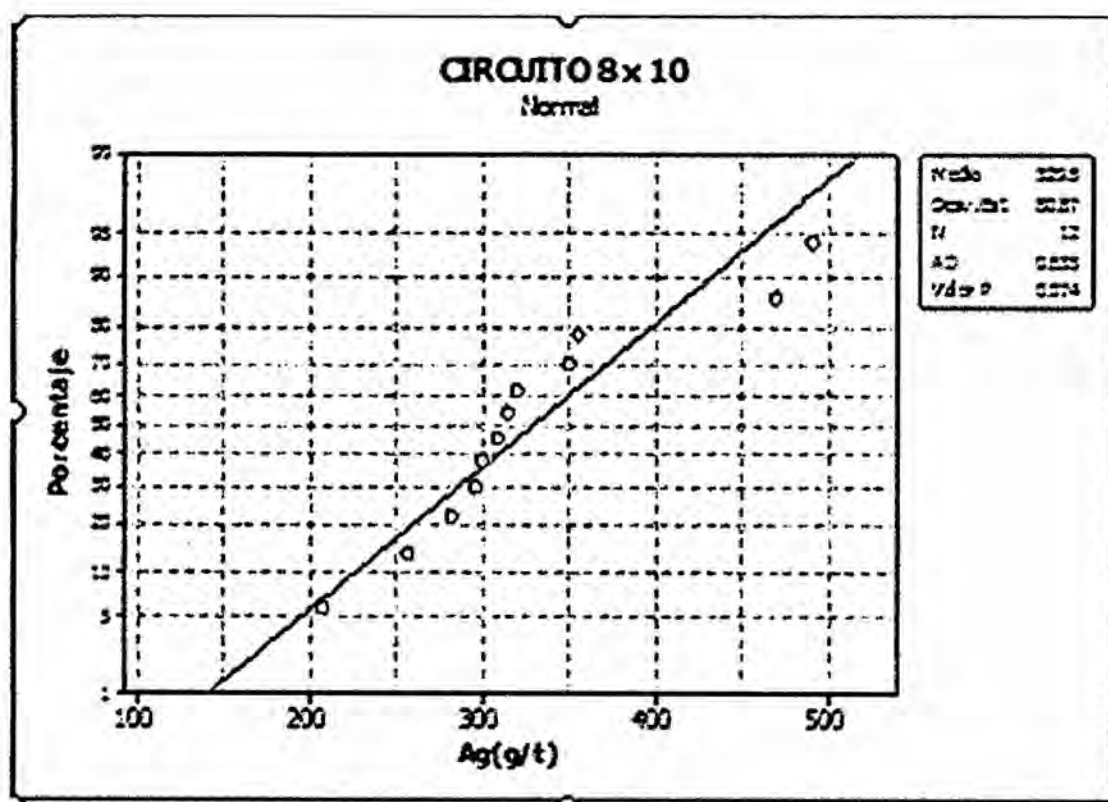


Se concluye que los resultados de oro obtenidos utilizando la temperatura de 110°C y 130°C, son similares porque el P Value ANOVA es $>$ a 0,05, demostrando que el método es robusto.

TABLA N° 10

NORMALIDAD DE LOS RESULTADOS DE Au			
TEMPERATURA	P - VALUE	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,161	P - Value > 0,05	Conforme

GRÁFICO N° 2



Se concluye que los resultados de plata obtenidos utilizando la temperatura de secado de 110°C y 130°C son similares, porque el P Value ANOVA es > a 0,05, demostrando que el método es robusto.

TABLA N° 11

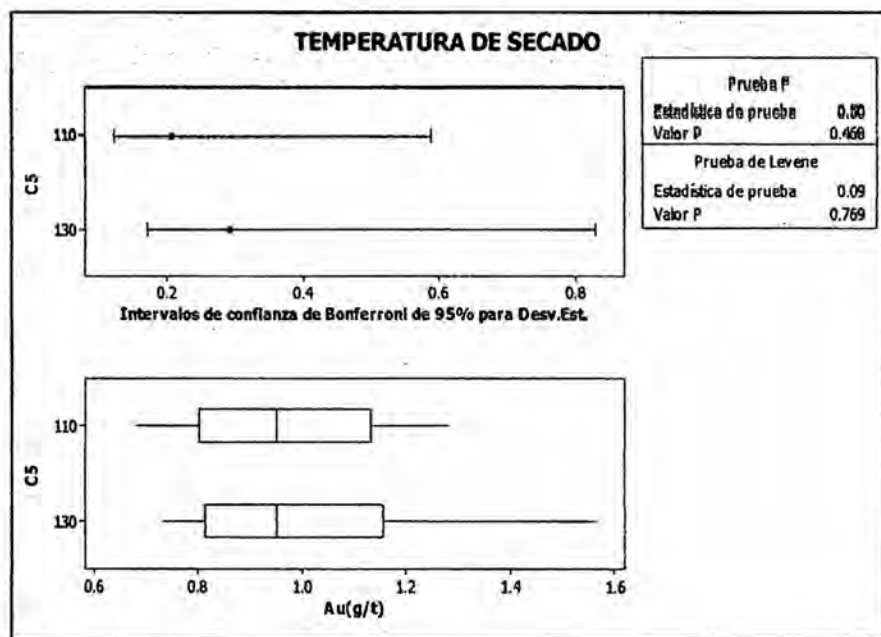
NORMALIDAD DE LOS RESULTADOS DE Ag			
TEMPERATURA	P – Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,074	P – Value > 0,05	Conforme

Prueba de homogeneidad de varianzas

La verificación de la homogeneidad de varianzas se realiza mediante el test de Barlett utilizando Minitab.

Test de Barlett

GRÁFICO N° 3



Prueba de varianzas iguales : T 110°C vs T 130°C

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares :

TABLA N° 12

PRUEBA	NÚMERO	INFERIOR	DES. EST.	SUPERIOR
110°C	6	0,120315	0,205199	0,587063
130°C	6	0,169710	0,286442	0,828078

Prueba F (distribución normal)

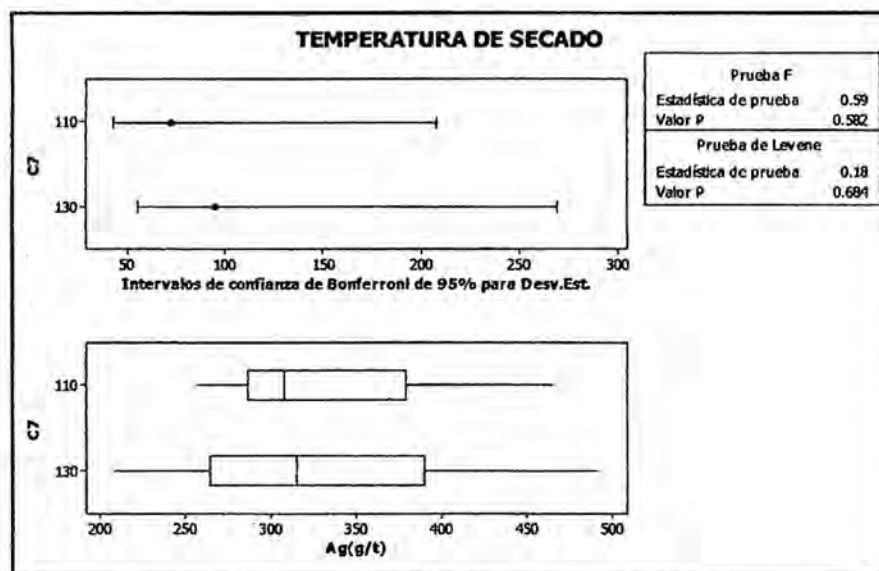
Estadística de prueba = 0,50, valor p = 0,468

Conclusiones :

TABLA N° 13

HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS RESULTADOS DE Au			
TEMPERATURA	P – Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,468	P – Value > 0,05	Conforme

GRÁFICO N° 4



Prueba de varianzas iguales : T 110°C vs T 130°C

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares :

TABLA N° 14

PRUEBA	NÚMERO	INFERIOR	DESV. EST.	SUPERIOR
110°C	6	42,5317	72,5384	207,528
130°C	6	55,1468	94,0534	569,082

Prueba F (distribución normal)

Estadística de prueba = 0,59, valor p = 0,5825

Conclusiones :

TABLA N° 15

HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS RESULTADOS DE Ag			
TEMPERATURA	P – Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,582	P – Value > 0,05	Conforme

TABLA N° 16

PRUEBA DE TEMPERTURA					
PRUEBA	MUESTRA	TEMPERTURA DE SECADO	TIEMPO (hr)	Au (g/t)	Ag (g/t)
1	91/2 X 12	110°C	1,40	1,00	314,62
	91/2 X 12	130°C	1,30	1,03	297,29
2	91/2 X 12	110°C	1,40	0,89	237,09
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,85	259,33
3	91/2 X 12	110°C	1,40	0,79	225,50
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,82	225,37
4	91/2 X 12	110°C	1,40	0,94	228,37
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,96	256,36
5	91/2 X 12	110°C	1,40	0,78	329,50
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,82	326,04
6	91/2 X 12	110°C	1,40	0,63	319,65
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,70	279,34

TABLA N° 17

PRUEBA DE TEMPERTURA					
PRUEBA	MUESTRA	TEMPERATURA DE SECADO	TIEMPO (hr)	Au (g/t)	Ag (g/t)
1	91/2 X 12	110°C	1,40	1,00	314,62
	91/2 X 12	130°C	1,30	1,03	297,29
2	91/2 X 12	110°C	1,40	0,89	237,09
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,85	259,33
3	91/2 X 12	110°C	1,40	0,79	225,50
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,82	225,37
4	91/2 X 12	110°C	1,40	0,94	228,37
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,96	256,36
5	91/2 X 12	110°C	1,40	0,78	329,50
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,82	326,04
6	91/2 X 12	110°C	1,40	0,63	319,65
	91/2 X 12	130°C	1,30	0,70	279,34

Temperatura promedio de secado :

110°C = 1 h 40'

Temperatura promedio de secado :

130°C = 1 h 30'

TABLA N° 18

RESULTADOS DEL MOLINO 91/2 X 12		
PRUEBA	TEMPERATURA DE SECADO 110°C	TEMPERATURA DE SECADO 130°C
	Au (g/t)	Au (g/t)
1	1,00	1,03
2	0,89	0,85
3	0,79	0,82
4	0,94	0,96
5	0,78	0,82
6	0,63	0,70

TABLA N° 19

RESULTADOS DEL MOLINO 91/2 X 12		
PRUEBA	TEMPERATURA DE SECADO 110°C	TEMPERATURA DE SECADO 130°C
	Ag(g/t)	Ag(g/t)
1	314,62	297,29
2	237,09	259,33
3	225,5	225,37
4	228,37	256,36
5	329,5	262,04
6	319,65	279,34

Verificación de la normalidad de los datos

La verificación de los datos se realiza mediante el test de Anderson y Darling, usando el software Minitab

Prueba de hipótesis

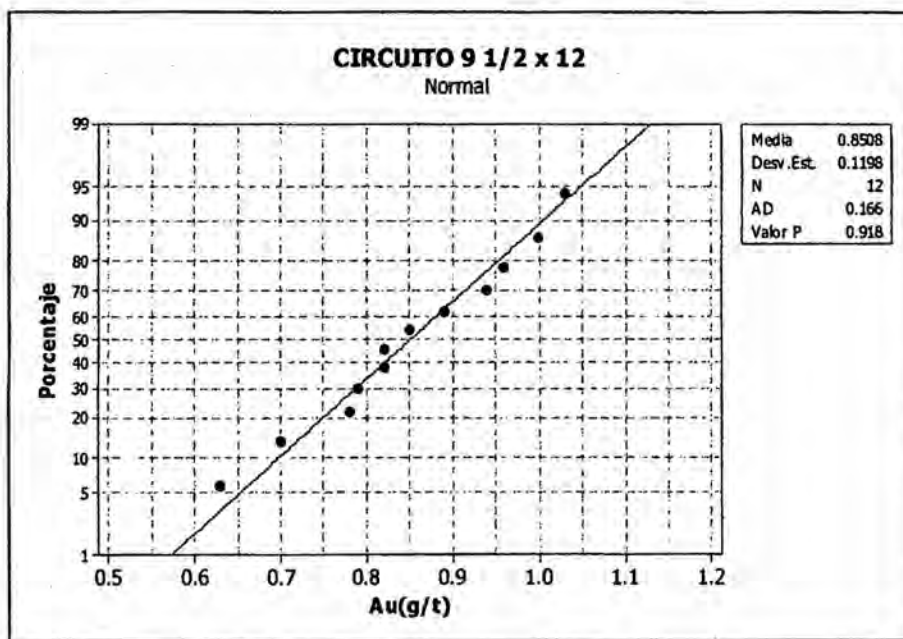
H₀ = Resultado de Au a 110°C = resultados de Au a 130°C

H₁ = Resultado de Au a 110°C ≠ resultados de Au a 130°C

Si P Value ANOVA es > 0,05 se acepta H₀

Si P Value ANOVA es < 0,05 se rechaza H₁

GRÁFICO N° 5



Se concluye que los resultados de oro obtenidos utilizando la temperatura de secado de 110°C y 130°C son similares, porque el P Value es > a 0,05 demostrando que el método es robusto.

TABLA N° 20

NORMALIDAD DE LOS RESULTADOS DE Au			
TEMPERATURA	P - Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,918	P - Value > 0,05	Conforme

TABLA N° 21

NORMALIDAD DE LOS RESULTADOS DE Au			
TEMPERATURA	P - Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,918	P-Value>0.05	Conforme

Prueba de hipótesis

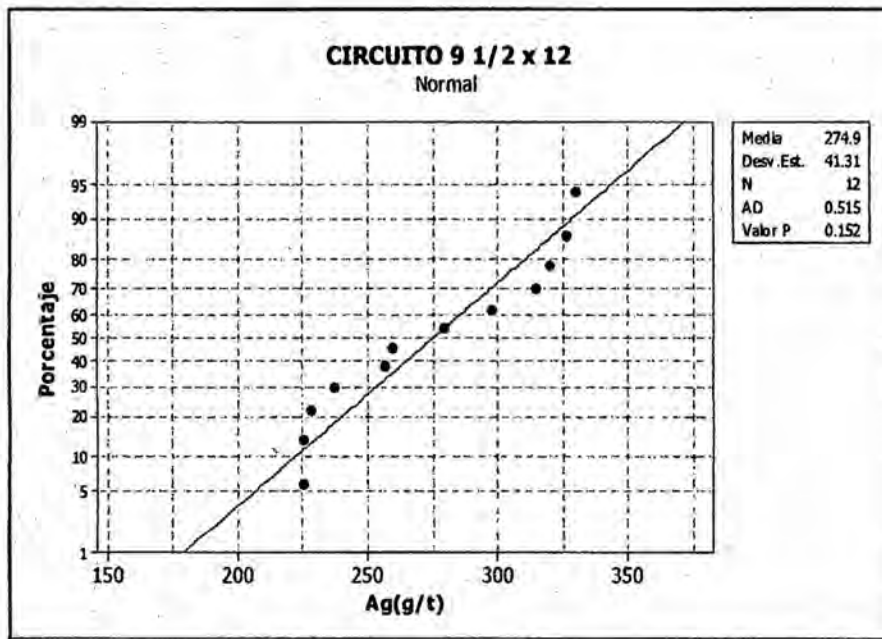
H_0 = Resultado de Ag a 110°C = resultados de Ag a 130°C

H_1 = Resultado de Ag a 110°C \neq resultados de Ag a 130°C

Si P Value ANOVA es $> 0,05$ se acepta H_0

Si P Value ANOVA es $< 0,05$ se rechaza H_1

GRÁFICO N° 6



Se concluye que los resultados de cobre obtenidos utilizando la temperatura de secado de 110°C y 130°C son similares, porque el P Value es $>$ a 0,05 demostrando que el método es robusto.

TABLA N° 22

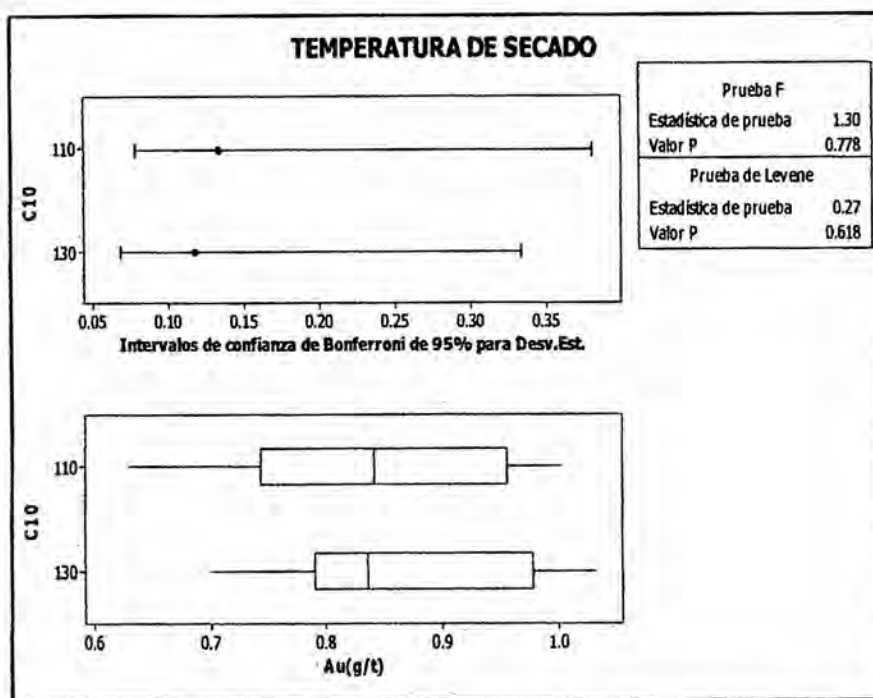
NORMALIDAD DE LOS RESULTADOS DE Ag			
TEMPERATURA	P - Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,152	P - Value > 0,05	Conforme

Prueba de homogeneidad de varianzas

La verificación de la homogeneidad de varianzas, se realiza mediante el test de Barlett utilizando Minitab

Test de Barlett

GRÁFICO N° 7



Prueba de varianzas iguales : T 110°C vs T 130°C

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

TABLA N° 23

PRUEBA	NÚMERO	INFERIOR	DES. EST.	SUPERIOR
110°C	6	0,0779112	0,132878	0,380158
130°C	6	0,0682435	0,116390	0,332986

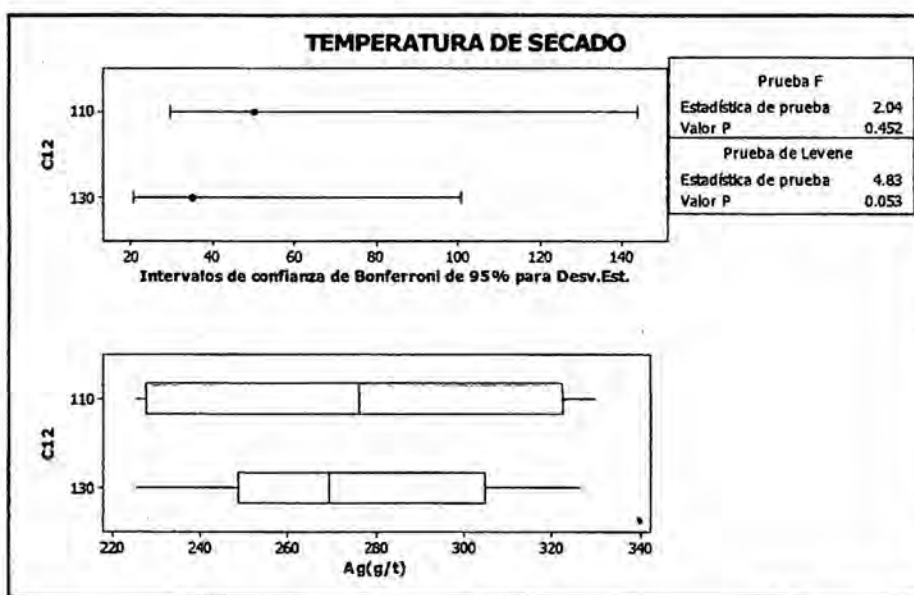
Prueba F (distribución normal)

Estadística de prueba = 1,30, valor p = 0,778

TABLA N° 24

HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS RESULTADOS DE Au			
TEMPERATURA	P - Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,778	P - Value > 0,05	Conforme

GRÁFICO N° 8



Prueba de varianzas iguales : T 110°C vs T 130°C

Intervalos de confianza de Bonferroni de 95% para desviaciones estándares

TABLA N° 25

PRUEBA	NÚMERO	INFERIOR	DESV. EST.	SUPERIOR
110°C	6	29,4240	50,1830	143,571
130°C	6	20,5975	35,1293	100,503

Prueba F (distribución normal)

Estadística de prueba = 2,04, valor p = 0,452

TABLA N° 26

HOMOGENEIDAD DE VARIANZAS DE LOS RESULTADOS DE Ag			
TEMPERATURA	P – Value	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	CONFORMIDAD
110°C y 130°C	0,452	P – Value > 0,05	Conforme

VII EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la preparación de muestras un muestreo automático ofrece una mayor exactitud y reproductividad en cuanto a los resultados.

El laboratorio recepciona muestras producto del muestreo de las labores mineras y en algunos casos puede presentarse oro libre y que en la manipulación de preparación para la obtención de una sub muestra ocurre pérdida al adherirse oro en las paredes de la olla del pulverizador.

Para la preparación de muestras, debe existir un estricto seguimiento de los procedimientos estándares de operación, buenas prácticas de trabajo y debe realizarse la limpieza del equipo de preparación con cuarzo estéril u otro material apropiado entre cada pulverización de muestras, cuando sea necesario.

Adicionalmente a las precauciones que deben tomarse para evitar la contaminación en la preparación de muestras, es también importante monitorear la calidad de la preparación de muestras. Esto puede incluir:

- a) Preparación de segundas muestras divididas para determinar cualquier sesgo en el sub muestreo.
- b) Análisis del material de lavado de cuarzo para monitorear la contaminación de muestras debido a la material residual de otras muestras en el equipo.

- c) Confirmación de que el tamaño de las partículas cumple con los requerimientos para el análisis después de la trituración o el pulverizado en la que el control granulométrico para tener una aceptación de acuerdo al criterio estandarizado**

En cuanto al análisis por ensayo al fuego para la obtención de resultados que muestran un mayor grado de confiabilidad y así garantizar un buen análisis se debe tener en cuenta las consideraciones siguientes:

- a) Para el control de precisión debe utilizarse muestras duplicados de gruesos y finos**
- b) Para el control de veracidad debe utilizarse estándares o muestras patrón que son aquellas muestras de concentración conocida tanto de Oro como de plata.**
- c) Para el control de la contaminación deben utilizarse blanco de preparación una muestra estéril y como blanco para análisis un blanco de reactivo.**

De esta manera se visualizará y se evaluará mediante las herramientas de gráficos estadísticos las posibles desviaciones producto de la contaminación, errores humanos o como también factores que corresponden a errores de equipos como balanzas, hornos, contaminación de los reactivos, etc.

La obtención de los resultados se tolera de acuerdo a los criterios de aceptación, caso contrario se procederá a reensayar las muestras y también investigar las posibles causas de la no aceptación de los resultados.

VIII CONCLUSIONES

- 1) En la preparación de las muestras geoquímicas es importante en la reducción de tamaño, verificar el control granulométrico y también realizar un buen muestreo en la subdivisión para la obtención de muestras representativas.
- 2) En la preparación de las muestras de planta concentradora la homogenización cumple un requisito importante, asimismo la operación de muestreo y el cuarteo aseguran una buena representatividad de la muestra original.
- 3) En el ensayo al fuego para muestras geoquímicas es importante tener cuidado en la dosificación de los reactivos fundentes para las muestras sulfurados y oxidados.
- 4) La limpieza de régulos es una etapa importante, la visualización de régulos limpios, rajados, partidos y régulos grandes si no cumple con las características y pesos aceptables, se procede a reensayar la muestra disminuyendo el peso de la muestra o en caso contrario una nueva dosificación.
- 5) El método de análisis al fuego es una buena técnica de pre concentración y proporciona una rápida eliminación a toda la ganga de minerales y utiliza relativamente gran cantidad de muestras para el análisis lo cual resulta en un mayor grado de concentración de los elementos buscados y de esta forma disminuyen la incertidumbre del muestreo.

IX RECOMENDACIONES

- 1)** En caso que ingresen personal nuevo a laborar al laboratorio darle las facilidades respecto a la capacitación en conocimiento a los manuales, procedimientos operativos, instructivos de las operaciones que se realizan. Así también capacitarlos en sistemas de seguridad y darles alcances de sistemas de gestión ambiental ISO 14000
- 2)** Implementación de buenas prácticas en el laboratorio de manera periodica para asegurar la calidad y a rectitud de los resultados generados.
- 3)** El laboratorio por el uso de reactivos para análisis realiza manipulación y almacenamiento de los mismos., por lo que es de suma importancia que el personal se le capacite en temas sobre el manejo de materiales peligrosos.
- 4)** Mantenimiento y calibración periódico de equipos y maquinarias en el laboratorio, con el fin de prevenir errores de funcionamiento producto de su uso.
- 5)** En el uso de fundentes principalmente el litargirio, se debe realizar el análisis respectivo de control de material que ingresa al laboratorio para verificar que esté libre de trazas de oro como de plata, ello como una buena práctica.
- 6)** En la etapa de copelación se debe calentar las copelas para evitar que el agua dentro de ellas provoque proyecciones del regulo, se debe hacer el uso de los extractores de gases del horno ya que el Pb es adsorbido por la copela en mayor cantidad, una parte de ella se volatiliza contaminando sus alrededores.

X BIBLIOGRAFÍA

- 1) AYRES GILBERT H "NÁLISIS QUÍMICO CUALITATIVO"
Ediciones del Castillo S.A. 2001
- 2) KELLY – SPOTTISWOOD "INTRODUCCIÓN AL PROCESAMIENTO DE MINERALES"
Primera edición 1990
- 3) JUAN H RIVERA ZEVALLOS "CONCYTEC – COMPENDIO DE CONMINUCIÓN"
Octubre 2003
- 4) JUERGENSON AND GILBERT "INTRODUCTION TO APPLIED FIRE ASSAY THEORY SHORT COURSE NOTES"
Tercera Edición 2002
- 5) SIGMUND SMITH "IRE ASSAYING GOLD AND SILVER"
Distributed by Jacobs Assay Office, 1999
- 6) BRITISH COLUMBIA INSTITUTE "MUESETREO Y PREPARACION DE MUESTRAS"
Versión 2.2: Noviembre 2010

ANEXOS

CONTROL DE CALIDAD EN PREPARACION DE MUESTRAS

GRÁFICO N° 9

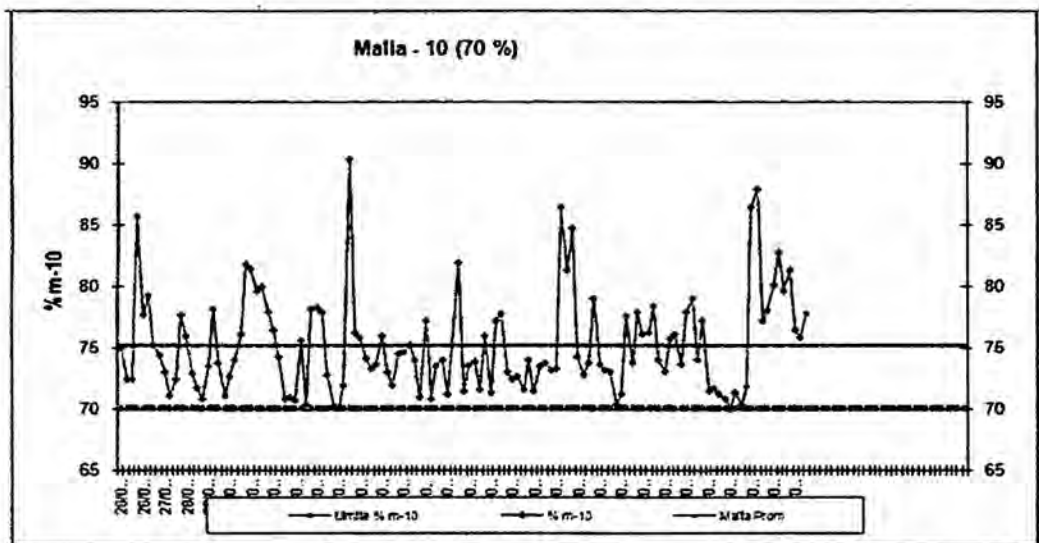


GRÁFICO N° 10

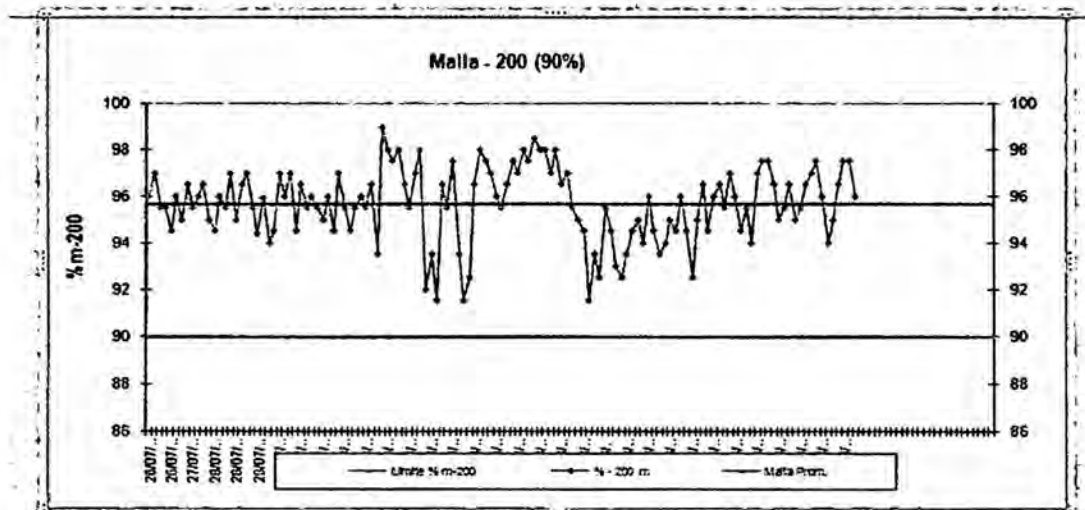


TABLA N° 27

CLIENTE INTERNO	MUESTRAS	ETAPA CONTROLADA	% Malla - 10	% Malla - 200	CRITERIO DE ACEPTACION	
					% Malla - 10	% Malla - 200
GEOLOGÍA	Mina, exploraciones,	Chancado secundario	75,25	----	>70	----
		Pulverizado	----	95,66	----	> 90

GRÁFICO N° 11

CONTROL DE CALIDAD EN FUNDICION DE MUESTRAS ESTANDARES

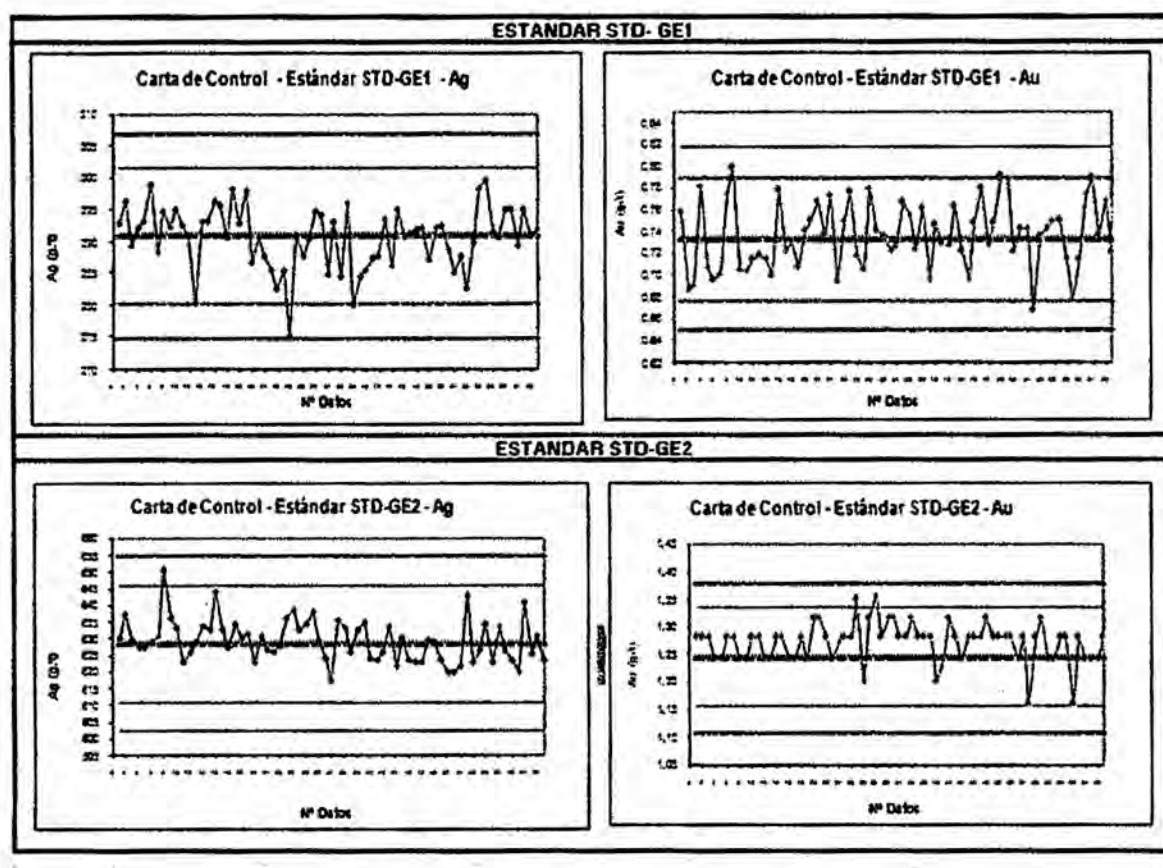


TABLA N° 28

CONTROL DE LA VERACIDAD			
CLIENTE INTERNO	MUESTRAS	ESTANDARES USADOS PARA CONTROL DE LA VERACIDAD	
		Baja ley de Au y Ag	Alta ley de Au y Ag
GEOLOGÍA	Mina, exploraciones	STD - GE1	STD - GE2

TABLA N° 29

CONTROL DE LA PRECISION						
CLIENTE INTERNO	MUESTRAS	CONTROL	% ERROR - 90% PERCENTIL		% ERROR PERMITIDO 90% PERCENTIL	
			Ag	Au	Ag	Au
			GEOLOGÍA	Mina, exploraciones y canchas	Duplicado de finos	3,13
		Duplicado de gruesos	7,64	6,34	20	20

GRÁFICO N° 12

BLANCOS Y ESTERILES

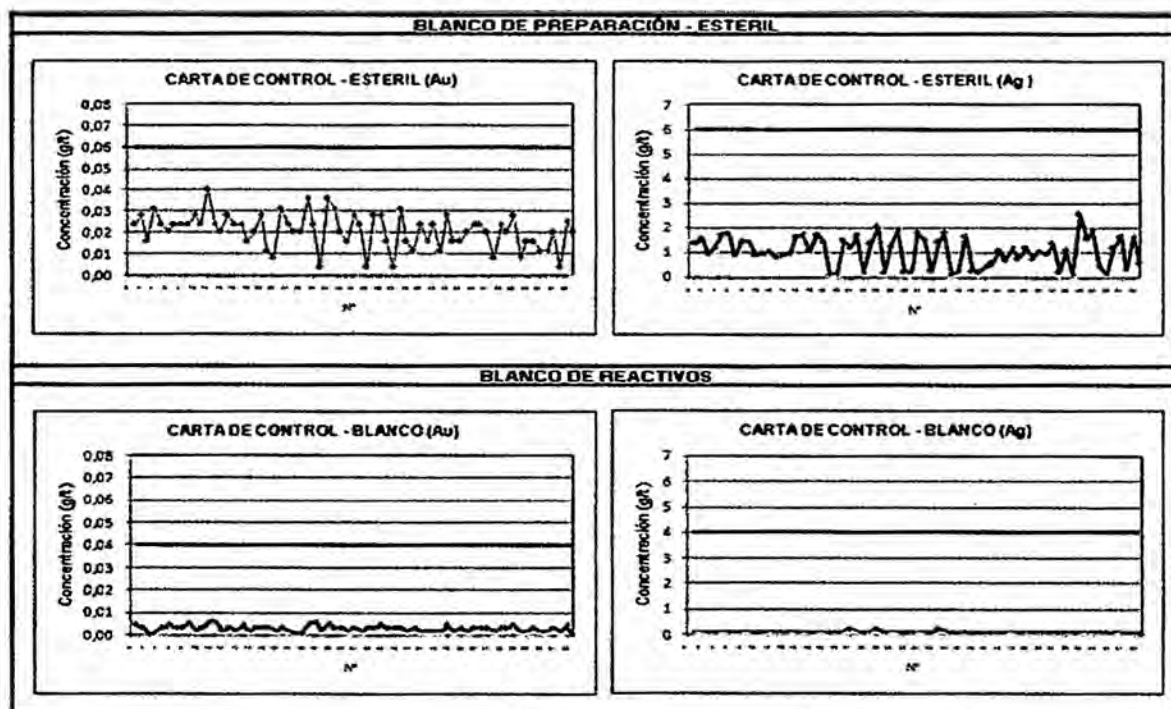


TABLA N° 28

CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN		
CLIENTE INTERNO	MUESTRAS	CONTROLES USADOS
GEOLOGIA	Mina, exploraciones	BLANCO DE PREPARACIÓN - ESTERIL
		BLANCO DE ANALISIS - BLANCO DE REACTIVOS

ETAPAS DEL PROCESO DE FUNDICION, COPELACION Y PARTICION

