

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



**TRABAJO ACADÉMICO**

**“DETERMINACIÓN DE ORO EN MUESTRAS DE EXPLORACIÓN  
Y CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS”**

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTADO POR**

**RODRÍGUEZ QUISPE MARCIAL HUGO**

**ASESOR**

**ING° LUIS CARRASCO VENEGAS**

**CALLAO – JULIO – 2018**

**PERÚ**

## PRÓLOGO DEL JURADO

El presente Informe fue Expuesto por el señor Bachiller **RODRÍGUEZ QUISPE MARCIAL HUGO** ante el **JURADO DE EXPOSICIÓN DE INFORME** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios :

ING° JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ	PRESIDENTE
ING° ROBERTO LAZO CAMPOSANO	SECRETARIO
ING° CARMEN GILDA AVELINO CARHUARICRA	VOCAL
ING° LUÍS AMÉRICO CARRASCO VENEGAS	ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 2 Exposición de Informes Folio N° 18 y Acta N° 213 de fecha OCHO DE MAYO DE 2017, 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 con Resolución N° 309-2017-CU de fecha 24 de octubre de 2017 y en su Cuarta Disposición Transitoria, norman los requisitos de los expedientes para la obtención del Grado Académico de Bachiller.

**DEDICADA A MIS PADRES,  
ESPOSA, HIJOS Y HERMANOS**

# ÍNDICE

	Pag
<b>I INTRODUCCIÓN</b>	03
<b>II RESEÑA DE LA EMPRESA</b>	04
<b>III OBJETIVOS</b>	06
3.1 OBJETIVO GENERAL	06
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	06
<b>IV RESUMEN</b>	07
<b>V FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b>	08
5.1 GENERALIDADES ACERCA DEL ORO	08
5.1.1 PROPIEDADES FÍSICAS	08
5.1.2 PROPIEDADES QUÍMICAS	08
5.1.3 APLICACIONES	09
5.1.4 MÉTODO DE ENSAYO	09
5.2 ANÁLISIS DE LABORATORIO	10
5.2.1 PREPARACIÓN MECÁNICA DE MUESTRAS	10
5.2.2 MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO POR ENSAYOS AL FUEGO	11
5.2.2.1 REACTIVOS EMPLEADOS	11
<b>VI ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA</b>	24
6.1 ACTIVIDADES COTIDIANAS	24
6.1.1 DETERMINACIÓN DE ORO POR EL MÉTODO DE VÍA CLÁSICA EN MUESTRAS DE EXPLORACIÓN Y CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS	24
6.1.1.1 OBJETIVO	24
6.1.1.2 PRINCIPIO	24
6.1.1.3 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS	25
6.1.1.4 PROCEDIMIENTO	26

	Pag
6.1.2 DETERMINACIÓN DE ORO POR EL MÉTODO COMBINADO EN MUESTRAS DE EXPLORACIÓN Y CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS	34
6.1.2.1 PRINCIPIO	34
6.1.2.2 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS	37
6.1.2.3 PROCEDIMIENTO	37
6.2 APORTES REALIZADOS EN BENEFICIO DE LA EMPRESA	38
6.2.1 REVALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ORO POR VÍA CLÁSICA EN CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS	38
<b>VII EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b>	<b>43</b>
7.1 ESCRUTINIO DE RESULTADOS PARA DETERMINAR LA CONSISTENCIA DE VALORES	43
7.2 PRECISIÓN DEL MÉTODO	56
7.3 VERACIDAD DEL MÉTODO	63
7.4 RANGO DEL MÉTODO	67
7.5 INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO	69
<b>VIII CONCLUSIONES</b>	<b>71</b>
<b>IX RECOMENDACIONES</b>	<b>78</b>
<b>X BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>80</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>81</b>

## **I INTRODUCCIÓN**

La minería es uno de los sectores más importantes de la economía peruana y representa más del 50% de las exportaciones peruanas; siendo los principales minerales de exportación el cobre, oro, hierro, plata, zinc, plomo entre otros, de los cuales el oro siempre ha adquirido un rol protagónico por su alto valor comercial.

La química analítica aplicada cumple un papel trascendental en la explotación de estos yacimientos, comprendiendo dos líneas analíticas importantes como son la vía clásica y la vía instrumental, para nuestro caso de interés la vía clásica contempla técnicas gravimétricas y la vía instrumental técnicas por espectroscopia de absorción atómica y plasma inducido (ICP)

El método para la cuantificación de oro se denomina Ensayos al Fuego, debido a que emplea altas temperaturas para la separación de los metales. Es un método de larga data pero aún mantiene vigencia por ser un método muy práctico y confiable, mejorado de un tiempo a esta parte por la aplicación de técnicas instrumentales, sobre todo en la determinación de minerales de baja ley. Considero entonces importante conocer a fondo los principios y fundamentos de este método sobre la cual se basa las experiencias en este informe.

## II RESEÑA DE LA EMPRESA

La SGS (Societe Generale de Surveillance), fue fundada en Francia en el año de 1878, dedicándose a la supervisión comercial, labor en la cual actualmente es líder a nivel internacional; su sede actual se encuentra en Ginebra, Suiza, con oficinas en más de 140 países mediante 251 compañías afiliadas, con 265 laboratorios y 1 100 oficinas, contando además con profesionales y técnicos especializados en cada área de trabajo.

En el Perú el grupo SGS inicio sus labores desde la década de los sesenta, pero es a fines de 1986 que se constituye SGS del Perú SAC en su condición de filial, para colaborar con el gobierno peruano en la supervisión del comercio exterior de acuerdo al contrato suscrito entre la SGS Ginebra – Suiza y el Instituto de Comercio Exterior; contando en un principio con el departamento de operaciones y tres laboratorios: Productos Agrícolas, Físico – organoléptico y textil, ubicándose inicialmente en Av. Batalla de Sangar N° 273, Miraflores. Actualmente la oficina principal se encuentra ubicada en la Av. Elmer Foucett N° 3348 Callao, local que fue inaugurada a mediados de 1989 para el desarrollo de los análisis de laboratorio. SGS presta una amplia gama de servicios a través de sus diferentes divisiones comerciales como son : Agricultural Services; Consumer Services; Oil, Gas & Chemical Services; Mineral Services, Industrial Services; System & Services Certification; Environmental Services, Trade Assurance Services.

Contando con la logística y el soporte técnico apropiado la SGS cumple la labor de vigilar las transacciones comerciales, y operaciones relacionadas con la compra, venta, tráfico y movimiento de materias primas, equipo industrial y artículos de consumo; además

de garantizar que dichas mercaderías lleguen en forma rápida y segura a su destino, minimizando riesgos debido a retrasos, daños o pérdidas.

Entre los principales reconocimientos y membrecías que posee el Grupo SGS, podemos mencionar:

- a)** Sistema de Aseguramiento de la Calidad con la certificación ISO 9001:2000
- b)** Acreditado ante INDECOPI: los Laboratorios de Ensayo con la NTP ISO 17025 2006; el Organismo de Certificación de Productos con la NTP ISO 65:2003; el Organismo de Certificación de Sistemas de Gestión con la NTP ISO 17021:2007; el Organismo de Inspección con la NTP ISO 17020:2008.
- c)** Reconocidos oficialmente por DIGESA
- d)** Miembros de IFIA ( International Federation of Inspection Agencies )
- e)** Miembros de IFOMA ( International Fishmeal and Oil Manufacturers Association )
- f)** El laboratorio de SGS del Perú es participante regular de pruebas Round Robin a nivel internacional, con participación de entidades provenientes de Canadá, Suecia, USA entre muchos otros.



### **III OBJETIVOS**

#### **3.1 OBJETIVO GENERAL**

Dar a conocer la labor realizada en el área del Laboratorio de Ensayos al Fuego de la empresa SGS del Perú SAC

#### **3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- 1)** Describir los ensayos para la determinación de oro en minerales y concentrados polimetálicos por vía clásica e instrumental
  
- 2)** Describir los cálculos y las consideraciones estadísticas para evaluación y reporte de las leyes de oro en minerales y concentrados polimetálicos.

#### **IV RESUMEN**

El presente informe se desarrolla en base a la experiencia adquirida en mi cotidiana labor en el área del laboratorio de ensayos al fuego, aplicando técnicas y metodología propias de la empresa en la realización de los análisis; se ha tenido que revisar diversas fuentes bibliográficas a fin de sostener mejor los conceptos aprendidos, enfocándonos más en la metodología para la determinación de Oro por vía clásica e instrumental.

Pongo mayor énfasis en lo que respecta a mi labor dentro de la empresa, he querido de una forma sencilla y clara explicar cada etapa que conforma el proceso de análisis para una muestra mineral o concentrado polimetálico en el laboratorio de ensayos al fuego, actualizando algunos conceptos que se han mantenido en el tiempo con las nuevas adquisiciones de la empresa en cuanto a tecnología de equipos e insumos se refiere; de acuerdo a ello y conforme a las observaciones de campo he podido sacar algunas conclusiones que espero puedan ser de gran utilidad a quienes quieren interesarse en el tema. Finalmente muestro algunas sugerencias a modo de recomendación que permitan un mejor desempeño libre de riesgos para el analista y en mejora de resultados. Sin dejar de mencionar los anexos que complementan mejor la idea que les doy acerca de mi experiencia en el laboratorio de ensayos al fuego.

## **V FUNDAMENTO TEÓRICO**

### **5.1 GENERALIDADES ACERCA DEL ORO**

#### **5.1.1 PROPIEDADES FÍSICAS**

Es un metal de transición de color amarillo, blando, brillante, pesado, maleable y dúctil, se presenta en la naturaleza en estado puro o nativo, en forma de pepitas o en depósitos aluviales, su punto de fusión es de  $1\ 073^{\circ}\text{C}$  y volatiliza a  $2\ 600^{\circ}\text{C}$ . El número y peso atómico es 79 y 197 respectivamente; la densidad del oro es  $19\ 300\ \text{Kg/m}^3$ , es más liviano a medida que contiene mayor proporción de plata. Cristaliza en el sistema cúbico. El oro forma aleaciones con la plata, cobre, paladio y otros metales; la cantidad de oro en estas aleaciones se expresa generalmente en quilates, siendo el oro puro de 24 quilates.

#### **5.1.2 PROPIEDADES QUÍMICAS**

El oro es uno de los metales menos activos químicamente, presenta dos estados de oxidación, +1 y +3, no puede ser atacado por ningún ácido de forma corriente; se disuelve en una mezcla de ácido nítrico y clorhídrico concentrado, que en proporción de 1:3 respectivamente forman el agua regia, también se disuelve en ácido selénico, en soluciones de ácido sulfúrico que contienen cloruros y bióxido de manganeso y en tiosulfatos de sodio, potasio, calcio y magnesio.

El efecto del mercurio en el oro se denomina amalgamación, que es el resultado de un efecto mecánico de mezclas de contacto y de reacción de superficie entre estos metales.

### **5.1.3 APLICACIONES**

El oro puro o de 24 quilates es demasiado blando para ser usado normalmente y se endurece aleándolo con plata y/o cobre, con lo cual se presenta con distintos tonos de color o matices. El oro y sus muchas aleaciones se emplean bastante en joyería, intercambio monetario, como mercancía, medicina, alimentos y bebidas, en la industria, en electrónica y en química comercial.

En joyería fina se denomina oro de 18 quilates, aquel que contiene 18 partes de oro y 6 de otro metal o metales (75% en oro), oro de 14 quilates al que contiene 14 partes de oro y 10 de otros metales (58,33% en oro) y oro de 10 quilates al que contiene 10 partes de oro por 14 de otros metales (41,67% en oro)

### **5.1.4 MÉTODO DE ENSAYO**

Un método de ensayo es un procedimiento definitivo que produce un resultado de prueba. Una prueba puede ser considerada como una operación técnica que consiste en la determinación de una o más características de un determinado producto de acuerdo con un procedimiento especificado. El resultado de la prueba puede ser cualitativo o

cuantitativo; puede ser una de una observación personal o la salida de un instrumento de medición de precisión.

En el desarrollo de los procesos productivos es vital para las personas entender y ponerse de acuerdo sobre los métodos de obtención de datos y hacer mediciones. El uso de un método de prueba estándar.

## **5.2 ANÁLISIS DE LABORATORIO**

### **5.2.1 PREPARACIÓN MECÁNICA DE MUESTRAS**

Las muestras a analizar deben de recibir un tratamiento considerando el estado en que lleguen al área de preparación; se consideran a saber las rocas, los suelos y sedimentos para muestras de geología, concentrados polimetálicos para muestras de concentrados. Siempre y como rutina básica se deben de secar las muestras a fin de eliminar toda humedad.

Las rocas siguen un curso normal, a través del Chancado Primario que reduce muestras de 3 a ½ pulg. hasta 6 mm, empleando trituradoras de mandíbulas con su correspondiente homogeneizado y cuarteo, luego se lleva a través de una Chancadora secundaria que reduce hasta los 10 mesh en un 95% empleando una trituradora de cono o molino de rollos operando de forma similar que en el primario; luego se cuarteo a través de la División por Rifle según los requerimientos del cliente considerando 500 g o 250 g, y finalmente se pulveriza la muestra hasta los 140 mesh al 95% En el caso de suelos y

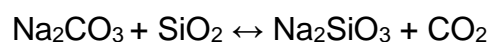
sedimentos, se tamiza hasta los 80 mesh. Para el caso de concentrados polimetálicos se pulveriza previo secado hasta los 140 mesh al 95%

## **5.2.2 MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO POR ENSAYOS AL FUEGO**

También denominado "Fire Assay", el principio de este método es mezclar la muestra con litargirio para luego reducir el plomo durante la fusión. El plomo forma un botón en la base del crisol. Una vez separado la escoria del regulo de plomo, se coloca en una copela que se calienta en una mufla. El óxido formado se absorbe en la copela dejando la partícula metálica. De acuerdo al contenido de oro, se puede emplear la técnica gravimétrica, que consiste en separar de la partícula resultante el oro y medir su masa en una balanza microanalítica, o bien si el contenido es muy bajo, disolver la partícula en agua regia y determinar su concentración por espectrometría de absorción atómica.

### **5.2.2.1 REACTIVOS EMPLEADOS**

**a) CARBONATO DE SODIO ANHIDRO.**- Se combina con la sílice del mineral formando silicato de sodio, con desprendimiento de CO<sub>2</sub>, de acuerdo con la siguiente ecuación :



**b) BICARBONATO DE SODIO.-** Se comporta como el carbonato de sodio anhidro, puesto que por la acción del calor se desdobra de acuerdo a la siguiente ecuación :



La acción del bicarbonato produce gran cantidad de gases, por cuya razón la mezcla fundente tiende a subirse, proyectando partículas de la masa fundida sobre las paredes del crisol o fuera de él. Debe de operarse con cuidado a fin de evitar estas proyecciones que significan pérdidas. Esto se evita agregando sal común en la fundición misma.

**c) BÓRAX ANHIDRO.-** El bórax disuelve un gran número de óxidos metálicos, como por ejemplo: FeO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc., y además disuelve gran cantidad de sílice. Se explica el poder de disolución si se examina la fórmula del bórax constituido por dos moléculas de metaborato y una de anhídrido bórico :



**d) LITARGIRIO.-** Es el reactivo más importante en la fundición. Una parte del litargirio (PbO) se reduce a plomo metálico mediante el almidón o cualquier otro reductor. Desempeña este plomo el papel de colector de oro y plata contenida en este mineral. El resto del litargirio actúa en parte oxidando las impurezas metálicas o bien pasa a

formar parte de la escoria al estado de silicato de plomo, o también es muy posible que pueda formar plumbatos con los óxidos metálicos.

A continuación se presenta las proporciones de litargirio necesarias para formar compuestos fusibles con los óxidos metálicos :

**TABLA Nº 1**

para una parte de	Cu <sub>2</sub> O	CuO	ZnO	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO
partes de PbO	1,5	1,8	8	4	10	10

**Fuente** : Fidel Sergio Misari, Metalurgia del Oro

e) **SÍLICE**.- La sílice actúa como un escorificador del hierro principalmente :



Reacciona además con el PbO, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, etc.

f) **CLORURO DE SODIO**.- Se usa como cubierta de fundición, por ser muy fluido y no descomponerse al estado de fusión.

g) **NITRATO POTÁSICO**.- Se usa como un oxidante en los minerales piritosos, se prefiere siempre el nitrato potásico al nitrato sódico por no ser higroscópico.



**h) PLATA METÁLICA.**- Se usa plata metálica pura, para encuartar en los análisis de oro a fin de obtener una aleación de oro y plata con un exceso de esta última, para poder separar bien el oro de la plata que contenga este mineral. Es necesario recordar que la plata es un metal que acompaña siempre al oro en los minerales, en mayor o menor proporción.

**i) CRISOLES.**- Son preparados a base de arcilla, se emplea para fundir el mineral con la mezcla de reactivos necesarios. Se presentan en el mercado para de diferentes capacidades.

**j) COPELAS.**- Las copelas son fabricadas de ceniza de hueso y magnesita. Se utilizan para separar el oro y la plata del plomo que ha actuado como colector, y además de las otras impurezas metálicas que generalmente acompañan al botón auro-argentífero.

**k) FASES DEL PROCESO DE ANÁLISIS.**- El proceso de análisis de oro se efectúa en varias fases bien definidas como son :

**1) PREPARACIÓN DE LA MEZCLA.**- Aun cuando todos los minerales poseen casi los mismos componentes, hay algunos que predominan más que los otros, lo que requiere un tratamiento muy especial, de acuerdo a ello se han variado las proporciones de los reactivos presentes en la mezcla fundente, considerando preparados para los minerales cuarcíferos y minerales ferruginosos dentro del campo de la geología, consideración aparte para los concentrados polimetálicos.

Clasificaremos los siguientes grupos :

- Minerales cuarcíferos; pertenecen a este grupo los minerales en los cuales predominan la sílice y los silicatos, usándose como flujo de fundición para 30 g:

Litargirio	80 g
Carbonato de sodio	30 g
Almidón	2 g

- Minerales ferruginosos; pertenecen a este grupo todos los minerales en los cuales predomina el fierro, tanto oxidado como en forma de piritas. Se usa como flujo de fundición para 20 g :

Litargirio	80 g á 150 g
Sílice	30 g
Carbonato de sodio	20 g
Almidón	2 g
Bórax	25 g

Cubierta de fundición :

Cloruro de sodio	15 g
Bórax	15 g

- Minerales cupríferos; pertenecen a este grupo todos los minerales que contienen cobre, sea oxidado o en forma de piritas. Calcinándose si contienen minerales volátiles como el arsénico, antimonio, etc. Se usa como flujo de fundición para 20 g :

Litargirio	200 g
Sílice	30 g
Carbonato de sodio	20 g
Almidón	2 g
Bórax	25 g

Cubierta de fundición :

Cloruro de sodio	15 g
Bórax	15 g

Si el mineral contiene más del 30% de cobre se escorifica el botón de plomo auro – argentífero que se obtiene al final de la fundición, siguiendo un proceso aparte. Se puede evitar esta escorificación del botón de plomo tomando menos cantidad de mineral, usando el mismo flujo de fundición, indicado anteriormente.

- Minerales complejos; a este grupo pertenecen los minerales que contienen compuestos de arsénico, antimonio, galena, óxidos o carbonatos de calcio y magnesio, bismuto, telurio, selenio, zinc, manganeso, etc.

Sometiendo la muestra a una calcinación fuerte se eliminan el arsénico, antimonio, azufre, etc. El resto de las impurezas fijas se transforma en sus óxidos respectivos.

El flujo de fundición tiene que estar de acuerdo con la naturaleza de las impurezas que se trata de eliminar en la escoria, para ello se ha indicado el papel que desempeñan cada uno de los reactivos de fundición.

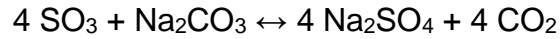
Generalmente basta con variar la cantidad de litargirio y de bórax, porque estas sustancias disuelven el mayor número de óxidos metálicos.

**2) FUNDICIÓN.-** Este proceso es el de mayor importancia, presentándose las siguientes reacciones, de acuerdo al mineral y al flujo correspondiente :

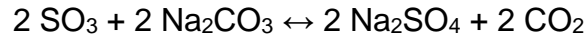
- Reacciones de reducción: los sulfuros como la pirita  $\text{FeS}_2$ , la ferrotita  $\text{Fe}_7\text{S}_3$ , la arsenopirita  $\text{FeAsS}$ , La chalcopirita  $\text{CuFe}_2$ , la chalcosita  $\text{Cu}_2\text{S}$ , la galena  $\text{PbS}$ , la blenda  $\text{ZnS}$ , y otros reducen el litargirio a plomo metálico. Las diferentes reacciones de reducción experimentan ciertas variaciones según sea el flujo de fundición empleado, como podemos observar usando a al pirita como ejemplo :

En presencia de litargirio y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$





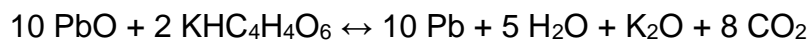
En presencia de menor cantidad de litargirio y menor cantidad de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$



En presencia de litargirio y ausencia de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  no se forma sulfato. Se tiene la ecuación siguiente :

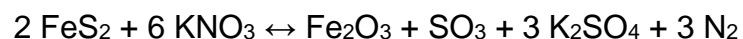


El tartrato de potasio y el almidón reducen también el litargirio a plomo metálico.



- Reacciones de oxidación; la oxidación puede verificarse en la fundición misma, añadiendo nitrato potásico, o bien calcinando fuertemente el mineral.

En la oxidación mediante el nitrato potásico se tiene lo siguiente :





La oxidación mediante la calcinación, es el método más usado, tanto en los análisis de oro como en los de plata, por efectos de esa fuerte calcinación no solamente se oxidan las impurezas metálicas como un perfecto control de la reacción, sino que al mismo tiempo se eliminan todas las impurezas volátiles, como azufre, arsénico, antimonio, etc.

Como se ha visto en las reacciones que hemos anotado, el proceso de fundición tiene por objeto concentrar el oro y la plata en un botón de plomo. Este último metal actúa como colector de estos metales preciosos, además este proceso elimina las impurezas que acompañan a estos metales en los minerales en forma de compuestos oxidados en la escoria.

- 3) **COPELACIÓN.**- Este proceso de copelación tiene por objeto la oxidación del plomo y de las otras impurezas metálicas existentes, que mezcladas con mayor o menor cantidad de PbO, son absorbidas por la copela. El 98,5% del PbO es absorbido por la copela, el resto se volatiliza. Queda como residuo un botoncito brillante, formado por metales no oxidables, como son el oro, la plata, y el platino.

Las impurezas metálicas que acompañan al botón de plomo auro – argentífero pueden ser oxidadas directamente por el oxígeno para cuyo efecto se entreabre la puerta de la mufla poco después de iniciada la copelación, o bien son oxidadas por intermedio del PbO. Algunas impurezas como Cu, Fe, Cd, etc. son eliminadas

totalmente por absorción en la copela, siempre que se encuentren en cantidades que no impidan la realización de la copelación. En cambio otras, como el Bi, As, Zn, etc. se eliminan en parte por absorción en la copela en parte por volatilización al estado de óxido.

Al cubicar el botón de plomo a fin de eliminar la escoria adherida se pueden observar: Botón quebradizo; indica que contiene Zn, As, Sb, S, PbO (por fusión a baja temperatura), o bien que contiene más del 30% de oro o plata. Botón duro; indica que contiene Cu, en cantidad apreciable Fe, etc.

Las pérdidas por copelación se deben a pérdidas por volatilización, debido a temperaturas elevadas, al arrastre de partículas por las sustancias volátiles y a las pérdidas por absorción y retención de la escoria formada, debido a las impurezas metálicas que contiene el botón de plomo auro – argentífero.

Las primeras se reducen controlando la temperatura de copelación a un rango entre 800°C y 1 200°C. En cuanto a las segundas, se evitan eliminando las impurezas en la fundición o antes de ella, mediante la calcinación fuerte, mediante flujos especiales, escorificación, oxidación con nitrato potásico. Como medidas correctivas se pueden incluir dentro del batch títulos de Oro con valores conocidos a fin de poder estimar y corregir las pérdidas presentes en esta etapa del proceso.

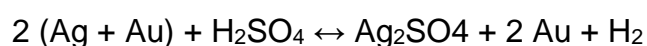
Cantidades apreciables de arsénico cadmio fierro manganeso, etc. en el botón de plomo auro – argentífero aumentan las pérdidas de oro y plata, por cuanto sus óxidos no son absorbidos totalmente y forman escorias sobre la copela.

**4) DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ORO.-** Una vez fría la copela se separa el botoncito auro – argentífero con un alicate, para mediante dos caminos determinar las leyes de oro:

– **Método Gravimétrico.-** Comúnmente llamado el de la vía clásica, el botoncito retirado es llevado a un yunque donde se le dará ligeros golpecitos a fin de laminarlo, y ofrecer así una mayor superficie para el ataque con HNO<sub>3</sub>, se vacía este botón laminado a un crisolito o cápsula de porcelana, de más o menos 4 x 4 cm. Se agrega ácido nítrico diluido 1 : 5 más o menos 15 cc, y se calienta sobre una plancha para que disuelva la plata. La reacción que ocurre es la siguiente :



También este ataque puede realizarse con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado entonces ocurre :





Cuando haya terminado el desprendimiento de burbujas se agrega unas gotas de HNO<sub>3</sub> cc, para asegurarnos de la completa eliminación de la plata en forma de nitrato de plata. Se lava por decantación 4 o 5 veces con agua destilada, se seca en la misma plancha, y en seguida se calcina fuertemente sobre el mismo crisolito con una llama fuerte hasta obtener un hermoso color anaranjado del oro puro, se deja enfriar y se pesa en la balanza de precisión.

Los cálculos se determinaran sobre la base del peso de la muestra inicial, de acuerdo a ello las leyes de oro se obtendrán de acuerdo a la siguiente fórmula :

$$leydeoro = \frac{pesodelbotondeoro * 10^6}{pesodelamuestra} \quad (1)$$

Las leyes de oro se expresan siempre en gramos por tonelada de mineral, aunque en algunos casos se requieran en onzas por tonelada corta.

- **Método de Absorción Atómica.**- El agua regia es el lixivante más usado y es aplicable a la mayoría de los tipos de minerales. Otras combinaciones de ácidos es empleada así como también el cianuro son usados.

Los procedimientos de digestión varían con el tipo de muestra, tamaño de partícula de oro y el laboratorio. No solo un procedimiento o una combinación de reactivos son óptimos para todos los tipos de muestra. Esto fue demostrado

en laboratorios donde el agua regia es el lixiviante estándar para la mayoría de muestras sólidas.

Después de la digestión, la muestra es llevada a mediciones por AAS mediante lectura directa, es decir aspiración por intermedio de una sonda.

En este caso la lectura se lleva a cabo previa digestión con agua regia, con el equipo de absorción atómica, con los cálculos siguientes :

$$Au(ppb) = \frac{l * v * 1000 * fd}{w} \quad (2)$$

Donde :

- l** : Lectura AAS mg/L
- v** : Volumen final (5 mL o 10 mL)
- w** : Peso de la muestra (g)
- fd** : Factor de dilución

## **VI ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA**

### **6.1 ACTIVIDADES COTIDIANAS**

#### **6.1.1 DETERMINACIÓN DE ORO POR EL MÉTODO DE VÍA CLÁSICA EN MUESTRAS DE EXPLORACIÓN Y CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS**

Dentro de las actividades cotidianas en la empresa en mi formación como profesional, tuve la oportunidad de conocer y aplicar este método de tanto arraigo en el medio por su antigüedad, pero que con los años no ha perdido vigencia. A continuación detallo los fundamentos del método:

##### **6.1.1.1 OBJETIVO**

El presente método tiene como objetivo la determinación de oro en muestras de exploración y concentrados polimetálicos.

##### **6.1.1.2 PRINCIPIO**

El método consiste en fundir una determinada cantidad de muestra con mezcla fundente, a fin de poder concentrar el oro y la plata en un botón de plomo, que luego será copelado para oxidar el plomo, y eliminar otras impurezas a fin de obtener solo el material noble. Seguidamente es atacada con ácido nítrico que posteriormente nos dará el botón de oro, para obtener con unos cálculos posteriores la ley de oro correspondiente.

### **6.1.1.3 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS**

#### **EQUIPOS**

- Balanza analítica modelo METTLER TOLEDO de 0,01 g de precisión
- Ultramicrobalanza de precisión 0,1 µg
- Horno de fundición (combustión), capacidad de 84 crisoles
- Equipo complementario de fundición (pinzas, tenazas, lingoteras, cargador, careta de protección)
- Horno de copelación (eléctrico), capacidad 84 crisoles
- Termómetro digital y sensor de temperatura tipo K
- Equipo de extracción de gases y material particulado (plomo)
- Plancha eléctrica de ataque

#### **MATERIALES**

- Crisoles refractarios capacidad 40 g y 50 g
- Copelas N° 7, 9, 11
- Escorificadores
- Crisoles de porcelana capacidad 30 cc
- Bolsas de polietileno
- Alicata punta de loro
- martillo

## **REACTIVOS**

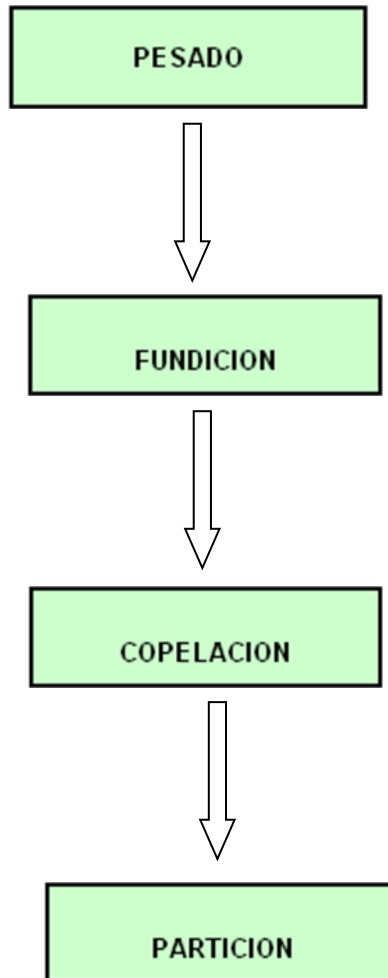
- Mezcla fundente A y B (oxidada y sulfurada respectivamente)
- Harina de trigo
- Nitrato de potasio
- Sulfato de cobre
- Bórax anhidro
- Plata metálica
- Ácido nítrico (concentrado, al 20%, al 15%)
- Agua desionizada
- Hidróxido de amonio
- Patrones internos de trabajo
- Plomo laminado

### **6.1.1.4 PROCEDIMIENTO**

Antes de proceder a pesar las muestras enviadas al laboratorio, se tiene que proceder a un acondicionamiento de crisoles, el cual consiste en enumerarlas con un código alfanumérico de acuerdo a la hoja de trabajo de ensayos al fuego, colocándolos ordenadamente en los racks respectivos. En cada rack van ordenados 24 crisoles al área de pesado o según necesidad.

**DIAGRAMA Nº 1**

**PROCESO DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO**



## **PESADO**

Se pesa una cantidad determinada según el tipo de muestra, de ser una muestra oxidada en muestras de exploración se pesara de 25 g a 50 g, añadiéndole 2 g de harina de trigo según requerimiento de análisis, de ser una muestra sulfurada se pesará de 15 g a 20 g, añadiéndole nitrato de potasio según sea conveniente, dependerá del operador. Para el caso de concentrados polimetálicos se pesara de 10 a 15 gramos dependiendo del producto, 15 para concentrados de Zinc y 10 para concentrados de Plomo y Cobre añadiéndole nitrato de potasio según necesidad.

La hoja de trabajo generará un blanco y un patrón por cada 22 muestras así como un duplicado por cada diez muestras, para ejercer un mejor control en el proceso, llamados controles de veracidad y repetibilidad de los ensayos. Se deberá tener en cuenta al momento de pesar el esquema de trabajo originado, que indicara, si la muestra debe ser trabajada a volumen 5, 10, o gravimétrico. Cada muestra pesada se registra en un ordenador que almacenara los datos para posteriores cálculos. Seguidamente pasamos al área de fundición.

## **FUNDICIÓN**

El área de fundición consta de un espacio para el homogenizado de las muestras, donde primeramente serán colocados los racks conteniendo los crisoles, de acuerdo al orden tal cual van saliendo, para ser fundidas.

Considerando si son muestras oxidadas o sulfuradas, se Irán añadiendo de 160 g a 180 g de flux tipo A o B correspondientemente (las bolsas conteniendo muestras sulfuradas serán marcadas para ser reconocidas al momento de añadirles el flux); homogenizar la mezcla sosteniendo la bolsa, cuidando de no perder el contenido.

Colocar la bolsa homogenizada en el crisol respectivo, y cubrirla con aproximadamente 5 g de bórax anhidro; los crisoles serán ordenados de izquierda a derecha y de adelante para atrás, de acuerdo al código alfanumérico en forma ascendente, hasta completar 84 crisoles o fracción (formándose 7 filas por 12 columnas o fracción)

Haciendo uso del cargador se recogerán los 84 crisoles, o fracción de acuerdo a necesidad, para colocarlos en el horno de fundición, de forma que se respete su posición inicial; hecho esto se cerrará la puerta. La temperatura inicial a la cual serán colocados los crisoles será de 850°C, por espacio de 20 min, luego se llevara a 950°C, temperatura a la cual deberá finalizar la reacción por espacio de unos 20 min más; hecho que se da con el término de la combustión.

Seguidamente se subirá la temperatura hasta 1 050°C, por un espacio de tiempo de 35 min, que será el tiempo que demorara en llegar de 950 a 1 050; se sugiere entonces esperar unos 5 min más para proceder a la descarga. Esto hace un tiempo total de aproximadamente 1 h, el tiempo que demorara una muestra en fundirse.



Para el caso de muestras de exploración se descargarán siete crisoles de forma simultánea en una lingotera acondicionada para igual número de crisoles, previamente limpia y seca, con hoyos de forma cónica; hasta completar las 12 columnas dispuestas en el horno. De ser el caso para muestras de concentrados polimetálicos la descarga se realiza de uno a uno, dando ligeros movimientos sobre una base metálica a fin de facilitar la colección de los metales preciosos.

Se deja enfriar por espacio de 15 min, y se procede a retirar los botones de plomo, golpeando ligeramente las lingoteras; sobre una mesa acondicionada se irá retirando la escoria adherida a los botones de plomo con golpes de martillo, para luego ir las ordenando correlativamente en un tablero con la misma disposición. Una vez terminado de acomodar los botones de plomo en el tablero, se procederá a darles una forma cúbica, a fin de retirar totalmente la escoria presente y poder numerar nuestros botones con el código alfanumérico respectivo. Terminado esto pasamos al área de copelación.

## **COPELACIÓN**

Antes de iniciar la etapa de copelación, se deberán calentar las copelas necesarias para los botones de plomo que se prevé serán N° 7, para un peso aproximado de 30 g hasta un máximo de 50 g, en caso eventual de exceder el peso se usaran las N° 9 y N° 11 para pesos que van hasta un máximo de 62 g y 75 g respectivamente; por un tiempo de 20 min a 850°C

Terminado el periodo de calentamiento de las copelas, se retiran a enfriar a temperatura ambiente, para posteriormente cargarlas con los botones de plomo, de forma tal que se respete el orden original de carga al horno de fundición. Esto deberá registrarse en un formato donde se anotan todos los trabajos de copelación a fin de llevar el control respectivo, verificado ello, y con ayuda de un cargador de copelas acondicionado para tal numero procedemos a colocar las copelas en el horno de copelación, siempre en la posición izquierda a derecha y delante hacia atrás, cerramos la puerta, y verificamos que la temperatura se encuentre a 960°C. En lapso de unos minutos el plomo se derretirá con lo que dará inicio a la copelación; el tiempo calculado para toda carga es aproximadamente de 1 h con 20 min.

Siempre al trabajar en esta etapa el operador deberá contar con todos los implementos de seguridad requeridos, porque esta es una etapa crítica en cuanto a contaminación de plomo se refiere, es por ello que el horno cuenta con un sistema de extracción para material particulado, que con el correcto uso provee de una buena herramienta de seguridad para todos los involucrados en el área.

Terminado el lapso de tiempo requerido, entreabrimos la puerta del horno de copelación y verificamos que nuestra carga este completamente uniforme, vale decir que tengamos como producto final el dore (unión de oro y plata) en cada copela respectivamente; entonces procedemos a retirar la carga del horno, colocándola a un extremo cercano al extractor de material particulado para que pueda enfriarse, y los vapores emitidos puedan purgarse sin temor a contaminación alguna.

Una vez fríos, se procede a enumerarlos con el código alfanumérico respectivo, verificando que las muestras marcadas (blancos de control) correspondan a las designadas en la hoja de trabajo, esto ha de notarse por la coloración azul particular que da el sulfato de cobre a la copela. La etapa posterior a esta vendría ser la partición, que no es sino la digestión de la muestra.

## **PARTICIÓN**

Se han de tomar tantos crisoles de porcelana como muestras haya que digestar, respetando el orden correlativo; se ha de proceder a extraer el dore con un alicate colocándolo en el crisol una tras otra hasta cubrir la cantidad requerida.

Se procede luego a laminar los dores, sobre un yunque dando ligeros golpes de martillo, a fin de que esté presente mayor área de contacto. Se añade entonces aproximadamente 15 mL de ácido nítrico al 15% y se colocan sobre una plancha de ataque por espacio de 1 h a 150°C. Se ha de verificar de forma visual el desarrollo de la reacción, con un característico burbujeo, que al cesar nos indicara que ha llegado a su fin.

Finalmente se añade ácido nítrico concentrado, unas gotas, a fin de cerciorarnos de que la reacción ha sido completa por espacio de 10 min. Se retiran entonces los crisoles de la plancha para que enfríen a temperatura ambiente.

Se decanta la solución ayudados por una bagueta, evitando que caiga el botón de oro, que debido a su peso específico alto tiende a depositarse al fondo del crisol, se repite

esto por dos veces más añadiendo agua desionizada; seguidamente añadimos hidróxido de amonio, por si quedaran vestigios de plata, unas gotas, y se lava con agua desionizada de igual manera que en el caso anterior; se seca llevándolo nuevamente a la plancha de ataque para eliminar toda humedad presente, a fin de poder calcinar la muestra sin peligro alguno.

Se prende el mechero Bunsen graduando la llama, luego se coloca el crisol seco, y se deja un tiempo hasta que el botón de oro presente un color anaranjado característico, con lo que retiramos el crisol y dejamos enfriar por un tiempo de 10 min aproximadamente.

Se recogen los crisoles en un portacrisoles de madera, y se llevan a pesar en la ultramicro balanza; los pesos se registran en la computadora, que con los pesos iniciales de muestra arrojará la ley respectiva. Los cálculos registrados son como sigue :

$$Au = \frac{w_1}{w_0} * 1000 \quad (3)$$

Donde :

- Au** : Ley de oro, g/tonelada de mineral
- W<sub>1</sub>** : Peso en miligramos del botón de oro
- W<sub>0</sub>** : Peso en gramos de la muestra

Si tomamos como ejemplo que para un peso inicial de 30 g, después de culminado todo el proceso, y el resultado que nos arroja la microbalanza es de 0,250 mg, con los cálculos respectivos, la ley de oro nos dará 8,333 g/tonelada de mineral.

### **6.1.2 DETERMINACIÓN DE ORO POR EL MÉTODO COMBINADO EN MUESTRAS DE EXPLORACIÓN Y CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS**

En esta técnica se emplean los principios de la vía clásica, apoyándose por un espectrofotómetro de absorción atómica, para muestras que son consideradas de baja ley, es decir menores a 5 000 ppb en el caso de muestras de exploración y 2,00 ppm en el caso de muestras concentradas; arrojando resultados con bastante precisión.

Anteriormente se describió cómo se lleva a cabo el método de vía clásica o método por gravimetría; de forma similar se trabaja en el método combinado, hasta la obtención de los dore, a partir del cual se emplean nuevas técnicas, que se detallan a continuación.

#### **6.1.2.1 PRINCIPIO**

El dore, obtenido después de seguir las etapas de pesado, fundición, y copelación es disuelto en agua regia, sobre una plancha de ataque, trabajándose a determinado volumen, se pasa a lectura de un equipo de absorción atómica, donde se determina con los cálculos respectivos la ley de oro.

## **6.1.2.2 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS**

### **EQUIPOS**

- Balanza analítica modelo METTLER TOLEDO de 0,01 g de precisión
- Ultramicrobalanza de precisión 0,1 µg
- Equipo de Absorción Atómica modelo Varían 55B y accesorios
- Horno de fundición (combustión), capacidad de 84 crisoles
- Equipo complementario de fundición (pinzas, tenazas, lingoteras, cargador, careta de protección)
- Horno de copelación (eléctrico), capacidad 84 crisoles
- Termómetro digital y sensor de temperatura tipo K
- Equipo de extracción de gases y material particulado (plomo)
- Dosificadores de capacidad 2 mL y 5 mL
- Plancha eléctrica de ataque

### **MATERIALES**

- Crisoles refractarios capacidad 40 g y 50 g
- Copelas N° 7, 9, 11
- Escorificadores
- Crisoles de porcelana capacidad 30 cc
- Bolsas de polietileno

- Alicate punta de loro
- Martillo
- Tubos de ensayo
- Gradillas metálicas

## **REACTIVOS**

- Mezcla fundente A y B (oxidada y sulfurada respectivamente)
- Harina de trigo
- Nitrato de potasio
- Sulfato de cobre
- Bórax anhidro
- Plata metálica
- Agua desionizada
- Hidróxido de amonio
- Patrones internos de trabajo
- Plomo laminado
- Ácido clorhídrico cc
- Ácido nítrico al 20%

### 6.1.2.3 PROCEDIMIENTO

El dore obtenido después de seguir las etapas de pesado, fundición, y copelación, se coloca en tubos de 5 mL o 10 mL según el requerimiento del cliente; los tubos limpios y secos deberán de ser codificados siguiendo el mismo esquema de trabajo.

Se vierten 0,5 mL o 1 mL de ácido nítrico al 20% con un dispensador de acuerdo a si se trabajara en 5 mL o en 10 mL, se verifica la presencia de los dores en cada tubo, y seguidamente se coloca sobre la plancha de ataque por espacio de 15 min a 100°C, tiempo en el cual la plata habrá quedado en solución; se añade entonces 1,5 mL o 3 mL de ácido clorhídrico concentrado (formándose el agua regia), y se espera 45 min, haciendo un total de 1 h el tiempo de ataque.

Se enrasa con agua desionizada hasta completar el aforo, sea 5 mL o 10 mL, se agita hasta obtener una solución homogénea, y se lleva a lectura al área Instrumental, donde cuentan con los equipos necesarios, en este caso un espectrofotómetro de absorción atómica.

De acuerdo a la lectura, el sistema con que cuenta la empresa con el peso inicial de la muestra determinará la ley de oro :

$$Au(ppb) = \frac{l * v * 1000 * fd}{w} \quad (4)$$



Donde :

<b>I</b>	:	Lectura AAS mg/L
<b>v</b>	:	Volumen final (5 mL o 10 mL)
<b>w</b>	:	Peso de la muestra
<b>fd</b>	:	Factor de dilución.

Si tomamos como ejemplo que se trabajó con un peso inicial de muestra de 30 g, para un esquema de trabajo a volumen 5 mL, sin que se haya hecho diluciones ( $fd = 1$ ), con una lectura de 0,5 mg/L, haciendo los cálculos respectivos nos arrojará una ley de 83,33 ppb.

## **6.2 APORTES REALIZADOS EN BENEFICIO DE LA EMPRESA**

### **6.2.1 REVALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ORO POR VÍA CLÁSICA EN CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS**

#### **JUSTIFICACIÓN**

Revalidación del método de “Determinación de Oro en Concentrados Polimetálicos”, con la finalidad de demostrar la aplicabilidad del método conforme a ciertos parámetros según norma ISO/IEC 17025

## **CAMPO DE APLICACIÓN**

Aplica para determinar la cantidad de g/tm de oro en muestras de concentrado de cobre desde un rango que comprende los 5 a 52 g/tm.

## **PARÁMETRO DEL DESEMPEÑO ANALÍTICO**

Propiedades, características o capacidades cuantificables del método que indican su grado de calidad; incluyen exactitud, efecto matricial, repetibilidad, precisión intermedia, reproducibilidad, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad, rango, sensibilidad, robustez, fortaleza y otras características relacionadas con los resultados obtenidos por el método.

## **TÉRMINOS Y DEFINICIONES**

- 1) **Validación de Métodos.**- Es un proceso mediante el cual se definen requisitos analíticos, que aseguran que el método de ensayo bajo ciertas consideraciones ha desarrollado capacidades consistentes con la aplicación requerida.
  
- 2) **Métodos de Ensayo Normalizado.**- Es aquel método de ensayo desarrollado por un organismo de normalización u otras organizaciones reconocidas nacional e internacionalmente y que son aceptados por el sector técnico involucrado. Por ejemplo : INDECOPI (ISO, ASTM, APHA/AWWA, FDA)

- 3) **Métodos de Ensayo no Normalizado.**- Es aquel método de ensayo desarrollado por el propio laboratorio u otras partes no reconocidas. Por ejemplo : métodos de ensayos publicados o recopilados en revistas técnicas, textos, métodos de ensayo de fabricantes de bienes, tales como “kits” de ensayos e instrumentos portátiles.
- 4) **Exactitud.**- Grado de concordancia existente entre el resultado de ensayo y un valor aceptado de referencia.
- 5) **Precisión.**- Grado de coincidencia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas.
- 6) **Repetibilidad.**- Precisión bajo condiciones de repetibilidad.
- 7) **Reproducibilidad.**- Es la precisión entre laboratorios diferentes.
- 8) **Condiciones de Repetibilidad.**- Condiciones en las que se obtienen resultados independientes, con el mismo método, sobre idénticas muestras, en el mismo laboratorio, por el mismo operador y utilizando los mismos equipos de medición, durante un corto intervalo de tiempo.
- 9) **Veracidad.**- Grado de concordancia existente entre valor medio obtenido de una gran serie de resultados y un valor aceptado como referencia.

- 10) Linealidad\*.-** Es la relación entre la concentración del analito y la respuesta del método. Esta relación, denomina comúnmente curva patrón o curva de calibración, no tiene por qué ser lineal para que sea eficaz. Cuando no sea posible la linealidad para el método, se deberá encontrar el algoritmo adecuado. Define la capacidad del método para obtener los resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito.
- 11) Límite de Detección\*.-** El límite de detección de un procedimiento analítico en la menor cantidad de un analito en una muestra, la cual puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada con un valor exacto.
- 12) Límite de Cuantificación\*.-** Es la concentración mínima que puede determinarse con un nivel aceptable de exactitud y precisión. Se establece examinando una muestra o material de referencia apropiado. El contenido igual o mayor que el punto de más baja concentración en la curva de calibración.
- 13) Rango.-** Es el intervalo entre la más alta y más baja concentración (cantidades) del analito en la muestra, para la cual se ha demostrado que el método analítico tiene un nivel apropiado de precisión, veracidad y linealidad.
- 14) Robustez o Solidez.-** Es la medida de la resistencia de un método al cambio de respuesta cuando se introducen pequeñas variaciones en el procedimiento. La robustez de un procedimiento analítico es una medida de su capacidad de no ser

afectado por pequeñas, pero deliberadas variaciones en parámetros de método y proporciona una indicación de su confiabilidad durante su normal uso.

**15) Selectividad/especificidad\*.-** Propiedad del método para dar resultados exclusivamente del compuesto que se desea detectar y cuantificar. Algunos autores lo consideran términos diferentes indicando que la selectividad es la capacidad de detectar simultáneamente o separadamente sustancias químicas diferentes presentes en una misma muestra, y la especificidad como la capacidad de detectar el analito sin interferencia de otros compuestos.

**16) Sensibilidad\*.-** Es el cambio de la respuesta de un instrumento de medida dividido por el cambio correspondiente en el estímulo.

**17) Incertidumbre.-** Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que pudieran ser razonablemente atributos a la magnitud a medir.

**18) Nivel de confianza.-** La probabilidad de que el valor del mesurando permanezca dentro de la amplitud del rango de incertidumbre.

**Nota: (\*)** Sólo para evaluación de métodos instrumentales.

## VII EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Se seleccionan muestras en cuatro niveles, las cuales se analizan por el método “Determinación de Oro en Concentrados Polimetálicos”, por tres analistas (A, B y C), y cada uno realiza diez replicas. **(Ver Tabla N° 2)**

### 7.1 ESCRUTINIO DE RESULTADOS PARA DETERMINAR LA CONSISTENCIA DE VALORES

Esta evaluación se realiza con la finalidad de eliminar datos de laboratorio que parecen inconsistentes con todos los demás (valores rezagados y atípicos o erráticos)

Cálculo de la Estadística de Consistencia entre Laboratorios (MANDEL : h ) y de Consistencia dentro de Laboratorios (MANDEL : k)

Los valores críticos y los resultados se presentan en la **Tabla N° 3**

**TABLA N° 2**

**TABLA DE DATOS VÁLIDOS**

**RESULTADOS EN g/tm DE ORO EN CONCENTRADO DE COBRE POR EL MÉTODO  
“DETERMINACIÓN DE ORO EN CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS”**

PRODUCTO	NIVEL	ANALISTA	REPLICAS (g/tm)									
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Concentrado de cobre g/tm	1	1	6,76	6,65	6,59	6,62	6,51	6,46	6,51	6,72	6,53	6,58
		2	6,61	6,34	6,59	6,59	6,68	6,50	6,59	6,54	6,50	6,41
		3	6,48	6,67	6,60	6,40	6,56	6,54	6,57	6,54	6,49	6,61
	2	1	14,71	14,73	14,36	14,35	14,40	14,53	14,68	14,70	14,65	14,75
		2	14,61	14,69	14,37	14,54	14,78	14,77	14,85	14,29	14,72	14,53
		3	14,61	14,25	14,80	14,48	14,75	14,42	14,67	14,24	14,35	14,49
	3	1	30,28	31,13	31,05	30,41	30,88	31,29	30,25	30,53	30,83	30,98
		2	30,8	31,39	31,28	30,82	30,84	31,36	30,45	30,71	30,47	30,93
		3	31,05	31,12	30,85	30,62	31,56	31,38	31,32	30,88	30,52	30,69
	4	1	50,86	50,55	51,11	50,81	50,10	50,04	51,09	50,00	49,90	50,30
		2	50,17	51,26	49,60	49,93	51,10	51,38	51,19	49,80	50,80	49,90

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**TABLA N° 3**

NIVEL DE SIGNIFICANCIA (DE TABLAS)		
	1%	5%
h – Mandel	1,150	1,150
K – Mandel	1,390	1,290

**Fuente :** Tabla estadística de Mandel

**TABLA Nº 4****NIVEL I**

REPLICAS	ANALISTAS		
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
	1	2	3
1	6,76	6,61	6,48
2	6,65	6,34	6,67
3	6,59	6,59	6,60
4	6,62	6,59	6,40
5	6,51	6,68	6,56
6	6,46	6,50	6,54
7	6,51	6,59	6,57
8	6,72	6,54	6,54
9	6,53	6,50	6,49
10	6,58	6,41	6,61
Promedio (g/tm)	6,593	6,535	6,546
Desviación Estándar (g/tm)	0,096	0,101	0,076
Varianza (g/tm) <sup>2</sup>	0,009	0,010	0,006
Hij	1,136	- 0,747	0,390
Kij	1,050	1,101	- 0,828
Inconsistencia Hij	NO	NO	NO
Inconsistencia. Kij	NO	NO	NO

**Fuente** : Laboratorio de Minerales SGS



**TABLA Nº 5****NIVEL II**

REPLICAS	ANALISTAS		
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
	1	2	3
1	14,71	14,61	14,61
2	14,73	14,69	14,25
3	14,36	14,37	14,80
4	14,35	14,54	14,48
5	14,40	14,78	14,75
6	14,53	14,77	14,42
7	14,68	14,85	14,67
8	14,70	14,29	14,24
9	14,65	14,72	14,35
10	14,5	14,53	14,49
Promedio (g/tm)	14,586	14,615	14,506
Desviación estándar (g/tm)	0,161	0,183	0,198
Varianza (g/tm) <sup>2</sup>	0,026	0,034	0,039
Hij	0,301	0,815	- 1,116
Kij	0,888	1,010	1,092
Inconsistencia. Hij	NO	NO	NO
Inconsistencia. kij	NO	NO	NO

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**TABLA Nº 6****NIVEL III**

REPLICAS	NÚMEROS DE ANALISTAS		
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
	1	2	3
1	30,28	30,80	31,05
2	31,13	31,39	31,12
3	31,05	31,28	30,85
4	30,41	30,82	30,62
5	30,88	30,84	31,56
6	31,29	31,36	31,38
7	30,25	30,45	31,32
8	30,53	30,71	30,88
9	30,83	30,47	30,52
10	30,98	30,93	30,69
Promedio (g/tm)	30,763	30,905	30,999
Desviación estándar (g/tm)	0,370	0,340	0,347
Varianza (g/tm)	0,137	0,116	0,121
Hij	- 1,061	0,135	0,926
Kij	1,050	0,964	0,984
Inconsistencia. Hij	NO	NO	NO
Inconsistencia. kij	NO	NO	NO

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**TABLA N° 7**

**NIVEL IV**

REPLICAS	NÚMERO DE ANALISTAS		
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
	1	2	3
1	50,60	50,17	50,40
2	50,55	51,26	50,83
3	51,11	49,60	50,91
4	50,81	49,93	50,23
5	50,10	51,10	50,30
6	50,04	51,38	50,47
7	51,09	51,19	49,91
8	50,00	49,80	50,10
9	49,90	50,80	51,00
10	50,30	49,90	50,00
Promedio (g/tm)	50,476	50,513	50,415
Desviación estándar (g/tm)	0,467	0,697	0,385
Varianza (g/tm)	0,218	0,486	0,149
Hij	0,162	0,909	- 1,071
Kij	0,876	1,307	0,723
Inconsistencia. Hij	NO	NO	NO
Inconsistencia. kij	NO	NO	NO

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión:

De la **Tabla N° 3** se observa que los valores de h y k para cada muestra, están dentro de los valores críticos tanto al 1% y al 5%

Prueba Numérica para dar validez a los resultados (Prueba de Cochran)

Los valores críticos y los resultados se presentan en la **Tabla N° 8**

**TABLA N° 8**

<b>NIVEL DE SIGNIFICANCIA (DE TABLAS)</b>		
	1%	5%
Cochran	0,793	0,707

**Fuente** : Tabla estadística de Cochran

**TABLA N° 9**

**RESULTADOS DE COCHRAN**

<b>CÁLCULO DE COCHRAN</b>				
	Nivel I	Nivel II	Nivel III	Nivel IV
Promedio. Total (g/tm) =	6,56	14,57	30,89	50,47
Desviación estándar de promedio (g/tm) =	0,031	0,056	0,119	0,049
Suma de Varianzas (g/tm) <sup>2</sup> =	0,025	0,099	0,373	0,852
<b>Cochran =</b>	0,404	0,397	0,368	0,570
Inconsistencia. Cochran =	NO	NO	NO	NO

**Fuente** : Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

La aplicación de la prueba de Cochran muestra que no hay ningún valor rezagado, la variabilidad es adecuada del analista. Todos los valores obtenidos están dentro de los valores críticos según la **Tabla N° 8**

Prueba Numérica de observación de valores erráticos o atípicos (Prueba de Grubbs)

Los valores críticos y los resultados se presentan en la **Tabla N° 10** respectivamente.

**TABLA N° 10**

<b>NIVEL DE SIGNIFICANCIA (DE TABLAS)</b>		
	1%	5%
Grubbs	1,150	1,150

**Fuente :** Tabla estadística de Grubbs

**TABLA N° 11**

**RESULTADOS DE GRUBBS**

<b>RESULTADOS DE GRUBBS</b>				
	<b>NIVEL I</b>	<b>NIVEL II</b>	<b>NIVEL III</b>	<b>NIVEL IV</b>
	<b>PROMEDIO (g/tm)</b>			
A	6,59	14,59	30,76	50,48
B	6,54	14,62	30,91	50,51
C	6,55	14,51	31,00	50,42
Promedio Total (g/tm)	6,56	14,57	30,89	50,47
Desviación Estándar	0,031	0,056	0,119	0,049
Grubbs Bajo	0,747	1,116	1,061	1,071
Grubbs Alto	1,136	0,815	0,926	0,909

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

La aplicación de la prueba de Grubbs muestra que la variabilidad es adecuada entre analistas.

Normalidad de Datos

## Normalidad de los datos – Prueba de Anderson – Darling

Para evaluar si los datos generados siguen una distribución Normal se utiliza el Test de Anderson – Darling. Esta prueba se aplica a datos provenientes de una muestra aleatoria de tamaño  $n$  asociada con alguna función de distribución desconocida, denotada por  $F(x)$

Asunción: La muestra es aleatoria.

Hipótesis :

**Ho** : La muestra aleatoria tiene una distribución normal

**Ha** : La función de distribución de los  $Y$  no es normal

Regla de Decisión: Se rechaza  $H_0$  a un nivel de significación aproximado de 0,05; si  $p$  – valúe es inferior a 0,05

**TABLA N° 12**

**RESIDUALES DE LOS DATOS**

<b>NIVEL I</b>			<b>NIVEL II</b>		
<b>ANALISTAS</b>	<b>g/tm Au</b>	<b>RESI1</b>	<b>ANALISTAS</b>	<b>g/tm Au</b>	<b>RESI1</b>
1	6,76	0,167	1	14,71	0,124
1	6,65	0,057	1	14,73	0,144
1	6,59	- 0,003	1	14,36	- 0,226
1	6,62	0,027	1	14,35	- 0,236
1	6,51	- 0,083	1	14,40	- 0,186
1	6,46	- 0,133	1	14,53	- 0,056
1	6,51	- 0,083	1	14,68	0,094
1	6,72	0,127	1	14,70	0,114
1	6,53	- 0,063	1	14,65	0,064
1	6,58	- 0,013	1	14,75	0,164
2	6,61	0,075	2	14,61	- 0,005
2	6,34	- 0,195	2	14,69	0,075
2	6,59	0,055	2	14,37	- 0,245
2	6,59	0,055	2	14,54	- 0,075
2	6,68	0,145	2	14,78	0,165
2	6,50	- 0,035	2	14,77	0,155
2	6,59	0,055	2	14,85	0,235
2	6,54	0,005	2	14,29	- 0,325
2	6,50	- 0,035	2	14,72	0,105
2	6,41	- 0,125	2	14,53	- 0,085
3	6,48	- 0,066	3	14,61	0,104
3	6,67	0,124	3	14,25	- 0,256
3	6,60	0,054	3	14,80	0,294
3	6,40	- 0,146	3	14,48	- 0,026
3	6,56	0,014	3	14,75	0,244
3	6,54	- 0,006	3	14,42	- 0,086
3	6,57	0,024	3	14,67	0,164
3	6,54	- 0,006	3	14,24	- 0,266
3	6,49	- 0,056	3	14,35	- 0,156
3	6,61	0,064	3	14,49	- 0,016
	p – value	0,853		p – value	0,093

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**TABLA N° 13**

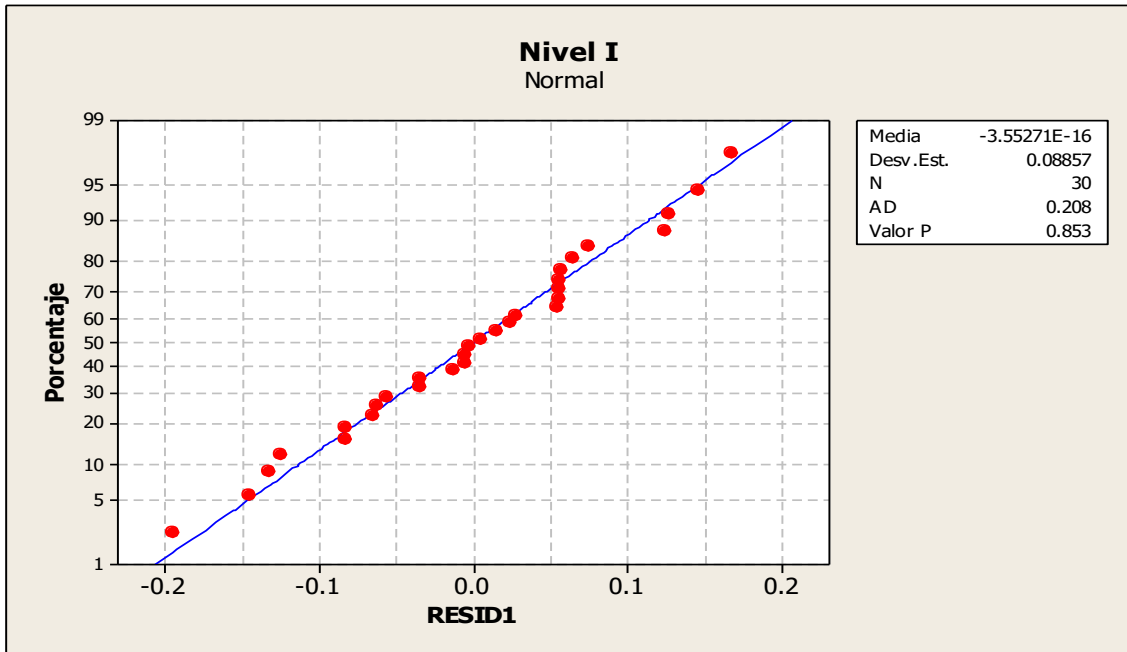
<b>NIVEL III</b>			<b>NIVEL IV</b>		
<b>ANALISTAS</b>	<b>g/tm Au</b>	<b>RESI1</b>	<b>ANALISTAS</b>	<b>g/tm Au</b>	<b>RESI1</b>
1	30,28	- 0,483	1	50,86	0,384
1	31,13	0,367	1	50,55	0,074
1	31,05	0,287	1	51,11	0,634
1	30,41	- 0,353	1	50,81	0,334
1	30,88	0,117	1	50,10	- 0,376
1	31,29	0,527	1	50,04	- 0,436
1	30,25	- 0,513	1	51,09	0,614
1	30,53	- 0,233	1	50,00	- 0,476
1	30,83	0,067	1	49,90	- 0,576
1	30,98	0,217	1	50,30	- 0,176
2	30,80	- 0,105	2	50,17	- 0,343
2	31,39	0,485	2	51,26	0,747
2	31,28	0,375	2	49,60	- 0,913
2	30,82	- 0,085	2	49,93	- 0,583
2	30,84	- 0,065	2	51,10	0,587
2	31,36	0,455	2	51,38	0,867
2	30,45	- 0,455	2	51,19	0,677
2	30,71	- 0,195	2	49,80	- 0,713
2	30,47	- 0,435	2	50,80	0,287
2	30,93	0,025	2	49,90	- 0,613
3	31,05	0,051	3	50,40	- 0,015
3	31,12	0,121	3	50,83	0,415
3	30,85	- 0,149	3	50,91	0,495
3	30,62	- 0,379	3	50,23	- 0,185
3	31,56	0,561	3	50,30	- 0,115
3	31,38	0,381	3	50,47	0,055
3	31,32	0,321	3	49,91	- 0,505
3	30,88	- 0,119	3	50,10	- 0,315
3	30,52	- 0,479	3	51,00	0,585
3	30,69	- 0,309	3	50,00	- 0,415
	p-value	0,249		p-value	0,066

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS



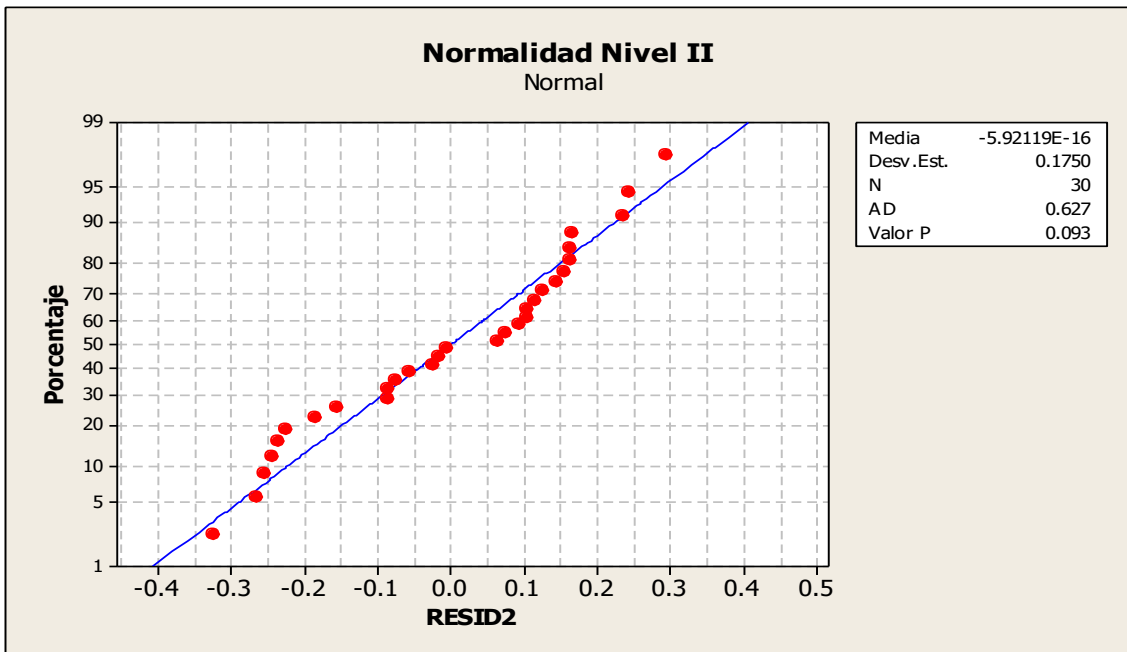
## GRÁFICO Nº 1

### PRUEBA DE NORMALIDAD ANDERSON – DARLING



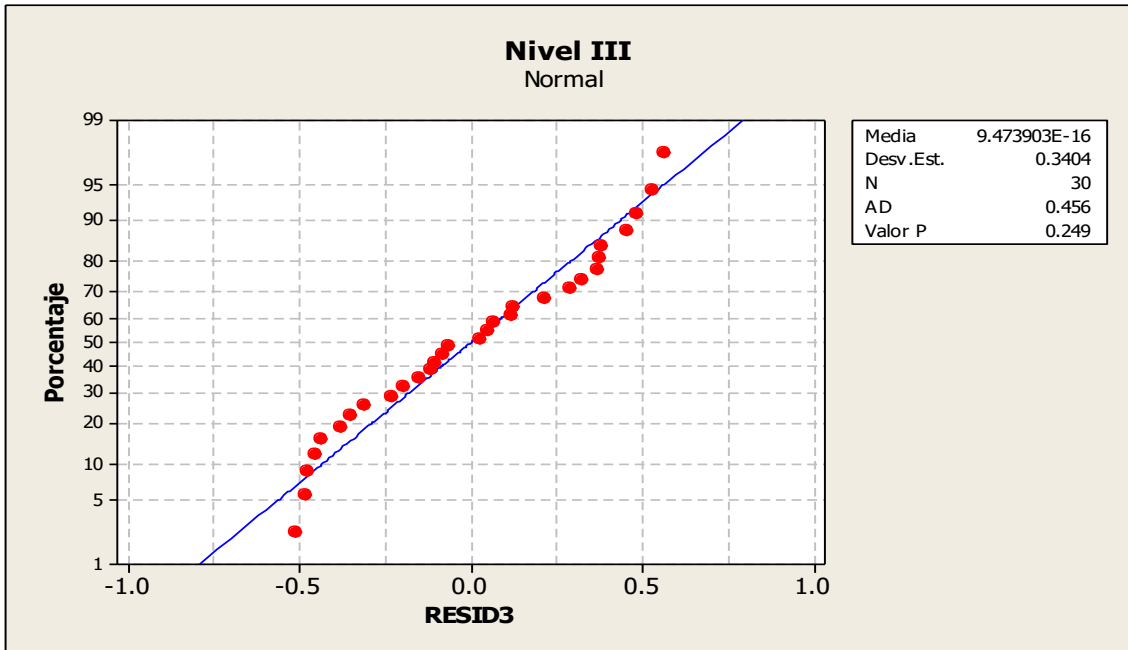
Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

## GRÁFICO Nº 2



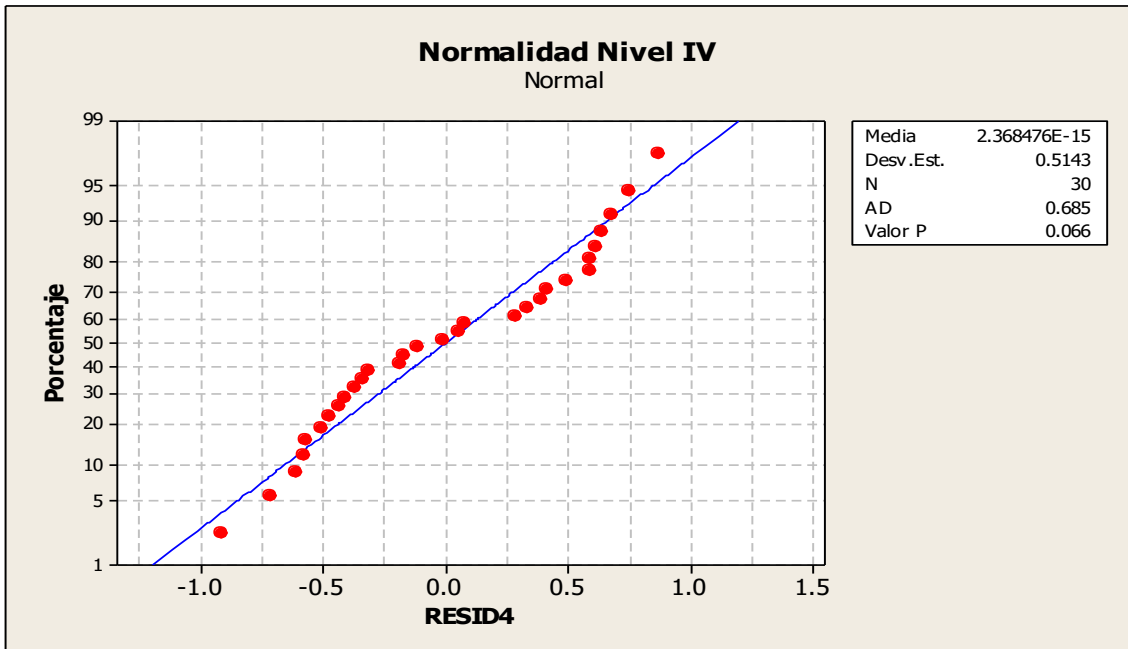
Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

**GRÁFICO Nº 3**



Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

**GRÁFICO Nº 4**



Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

De los gráficos obtenidos, se observan los histogramas donde la diagonal principal representa a la distribución normal teórica observándose que los residuos de muestras se ajustan a esta diagonal. En ninguno de los gráficos aparecen desviaciones entre ambas distribuciones (la teórica y la muestral)

Además, según el Test de Anderson Darling se obtiene valores de  $p$  – value mayores de 0,05 por lo que las muestras tienen una distribución normal.

## **7.2 PRECISIÓN DEL MÉTODO**

Luego de determinar que no existe ningún valor rezagado o atípico y además los resultados siguen un comportamiento normal se procede a determinar la precisión hallando la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad, así como también la desviación estándar relativa de repetibilidad y desviación estándar relativa de reproducibilidad y sus límites.

Evaluación de la Desviación Estándar de Repetibilidad y Desviación Estándar de Reproducibilidad.

Cálculo de la media General ( $m$ ), Desviación Estándar de Repetibilidad ( $S_r$ ) y Reproducibilidad ( $S_R$ )

**TABLA N° 14**

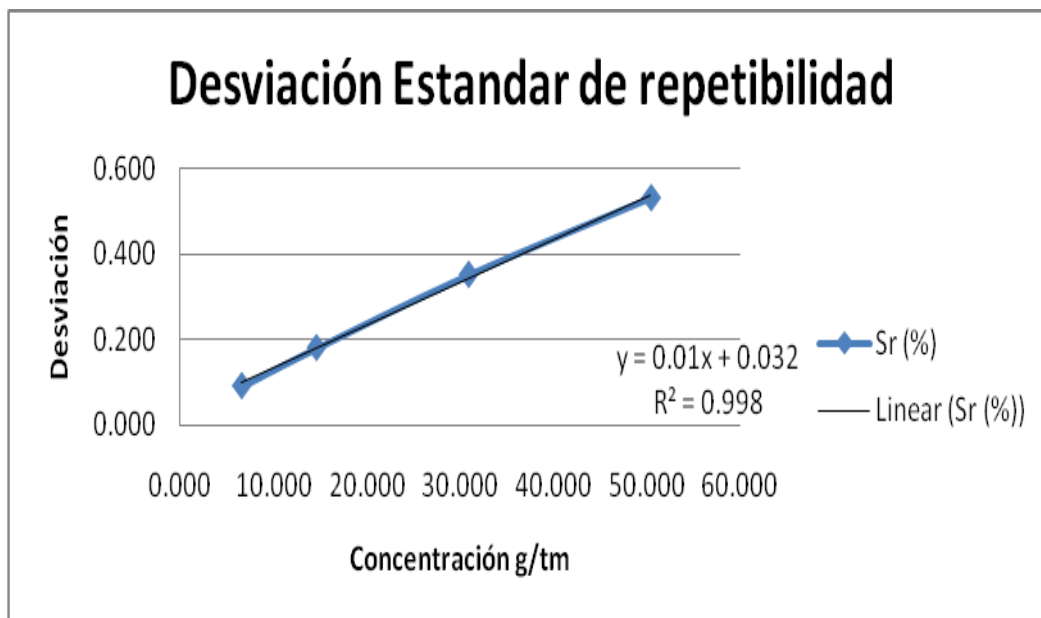
**RESULTADOS DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE REPETIBILIDAD (S<sub>r</sub>) Y REPRODUCTIBILIDAD (S<sub>R</sub>)**

PRODUCTO	NIVEL	PROMEDIO DE ANALISTA			PROMEDIO (g/tm)	S <sub>r</sub> (g/tm)	S <sub>R</sub> (g/tm)
		A	B	C			
Concentrado de cobre	1	6,593	6,535	6,546	6,558	0,092	0,092
	2	14,586	14,615	14,506	14,569	0,181	0,181
	3	30,763	30,905	30,999	30,889	0,353	0,355
	4	50,476	50,513	50,415	50,468	0,533	0,533

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

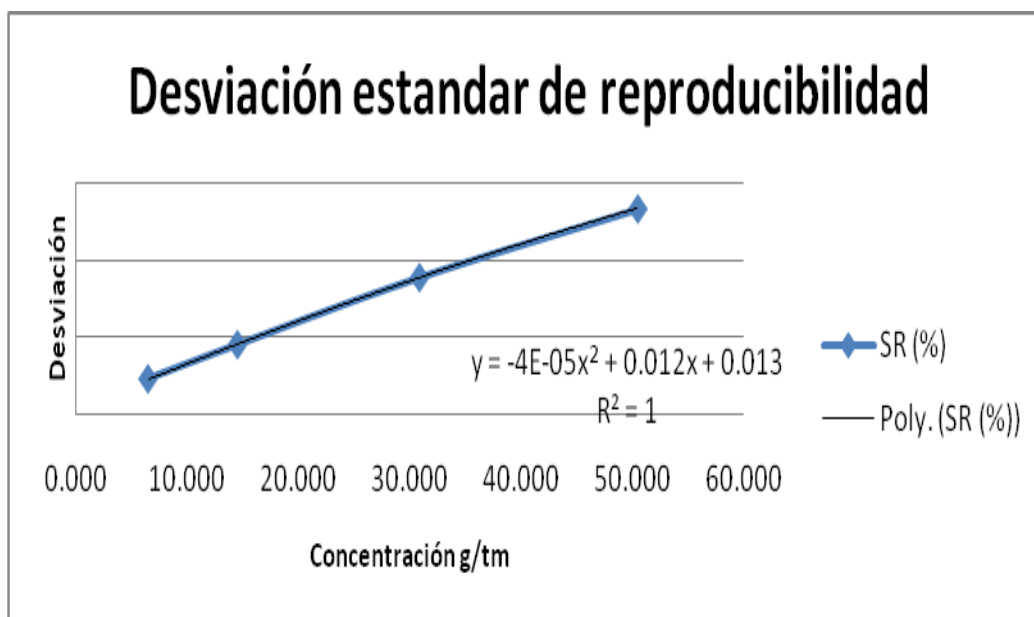
**GRÁFICO N° 5**

**TENDENCIA DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

GRÁFICO N° 6



Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

Del **Gráfico N° 5** se observa que hay una tendencia lineal en la Desviación Estándar de Repetibilidad y en la Desviación Estándar de Reproducibilidad tendencia polinómica en los 4 niveles a mayor concentración se incrementa  $S_r$  y  $S_R$ .

Evaluación de la Desviación Estándar Relativa de Repetibilidad y Desviación Estándar Relativa de Reproducibilidad.

Se evalúa la desviación estándar como medida de la dispersión de resultados de ensayo en condiciones de repetibilidad y de reproducibilidad

$$DSR_r = \frac{Sr \times 100}{m} \quad (5)$$

**TABLA N° 15**

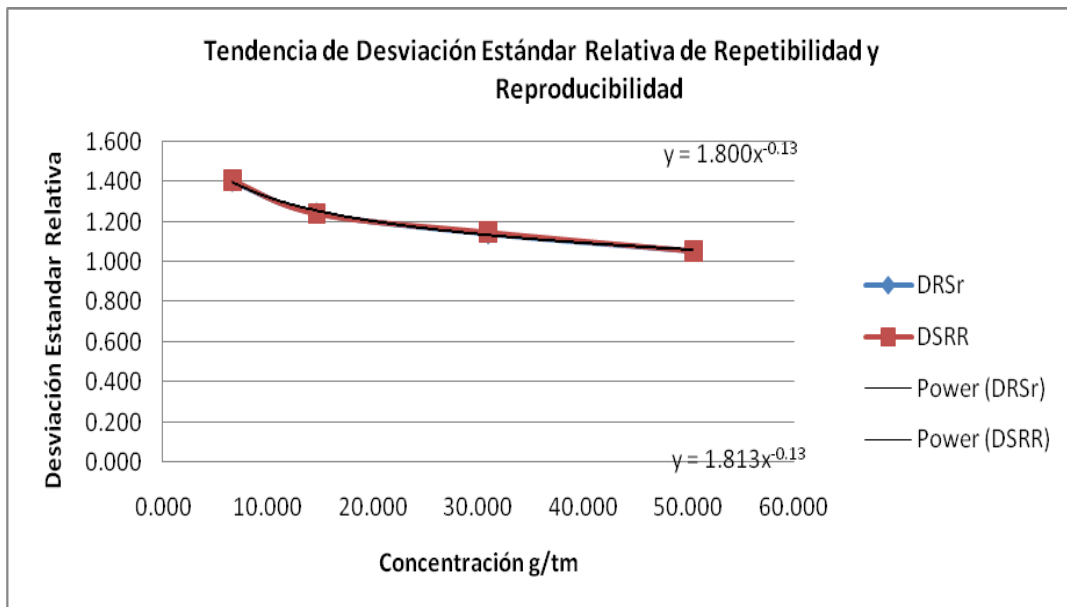
**RESULTADOS DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD (DRS<sub>r</sub>) Y DE REPRODUCTIBILIDAD (DRS<sub>R</sub>)**

PRODUCTO	NIVEL	PROMEDIO DE ANALISTA			PROMEDIO (g/tm)	DRS <sub>r</sub> (g/tm)	DRS <sub>R</sub> (g/tm)
		A	B	C			
Concentrado de cobre	1	6,593	6,535	6,546	6,558	1,400	1,409
	2	14,586	14,615	14,506	14,569	1,245	1,243
	3	30,763	30,905	30,999	30,889	1,142	1,150
	4	50,476	50,513	50,415	50,468	1,056	1,056

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**GRÁFICO N° 7**

**TENDENCIA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y DE REPRODUCTIBILIDAD**



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

Del **Gráfico N° 7** se observa que hay una tendencia a disminuir la Desviación Estándar Relativa de Repetibilidad así como la Desviación Estándar Relativa de Reproducibilidad a mayor concentración de Cobre.

Evaluación de la Repetibilidad y Reproducibilidad

**TABLA N° 16**

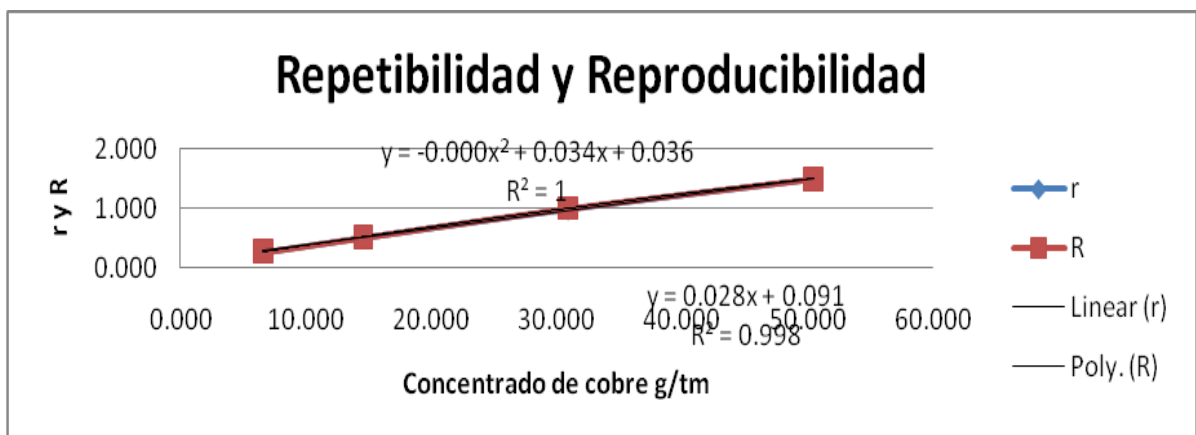
**RESULTADOS DE REPETIBILIDAD (r) Y REPRODUCTIBILIDAD (R)**

PRODUCTO	NIVEL	PROMEDIO	r (g/tm)	R (g/tm)
		(g/tm)		
Concentrado de cobre	1	6,558	0,257	0,259
	2	14,569	0,508	0,507
	3	30,889	0,988	0,994
	4	50,468	1,492	1,492

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**GRÁFICO N° 8**

**TENDENCIA DE LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Conclusión :

Del **Gráfico N° 8** se observa que hay una tendencia lineal en la Desviación Estándar de Repetibilidad y en la Desviación Estándar de Reproducibilidad tendencia polinómica en los diferentes niveles. Incrementándose a mayor concentración.

Límite de Desviación Estándar Relativa de Repetibilidad y Límite de Desviación Estándar Relativa de Reproducibilidad.

Límite de Desviación Estándar Relativa de Repetibilidad:  $LDSR_r = 2,8 \times DSR_r$

Límite de Desviación Estándar Relativa de Reproducibilidad:  $LDSR_R = 2,8 \times DSR_R$

**TABLA N° 17**

**LÍMITES DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD**

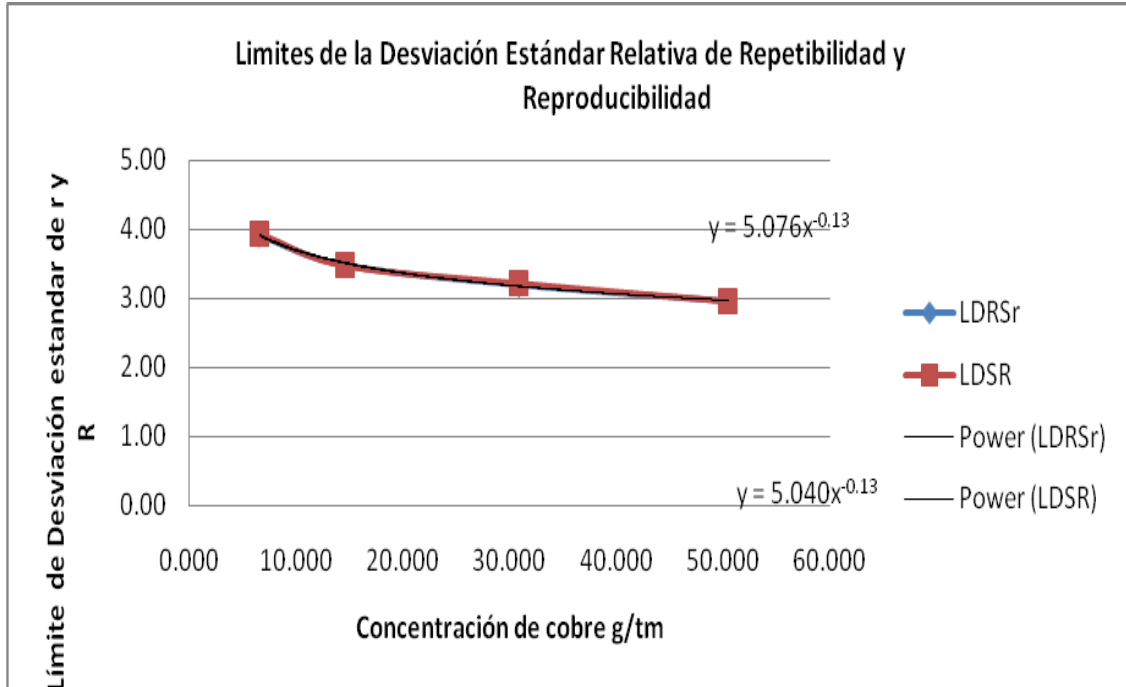
PRODUCTO	NIVEL	PROMEDIO	LÍMITE	LÍMITE
		(g/tm)	$DRS_r$ (%)	$DRS_R$ (%)
Concentrado de cobre	1	6,558	3,92	3,94
	2	14,569	3,48	3,48
	3	30,889	3,20	3,22
	4	50,468	2,96	2,96

**Fuente** : Laboratorio de Minerales SGS



## GRÁFICO N° 9

### TENDENCIA DE LOS LÍMITES DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCTIBILIDAD



Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

Del **Gráfico N° 9** se observa que hay una tendencia a disminuir los Límites de Desviación Estándar Relativa de Repetibilidad así como el Límite de Desviación Estándar Relativa de Reproducibilidad en los diferentes niveles de concentrado de cobre a medida que la concentración aumenta.

### 7.3 VERACIDAD DEL MÉTODO

#### Evaluación de Resultados con Respecto a un Valor de Referencia

La prueba t de Student se utiliza para comparar la media de los valores medidos con un valor de referencia fijo para tamaños de muestras pequeños (menores de 30)

El error asociado con el valor de referencia es considerado insignificante.

Las observaciones deben ser muestras aleatorias simples tomadas de una población con una distribución normal.

Cuando  $\sigma^2$  es desconocido

$$t_{obs} = \frac{\bar{y} - \mu_0}{s/\sqrt{n}} \quad (6)$$

Dónde :

- $\bar{y}$  = Promedio
- $s$  = Desviación estándar de reproducibilidad
- $n$  = Número de Analistas
- $\mu_0$  = Valor de referencia

Región de Rechazo :

Para el uso de la t de Student

Prueba bilateral :  $t_{obs} > t_{\alpha/2}$  o  $t_{obs} < - t_{\alpha/2}$  (caso 1)

Prueba unilateral :  $t_{obs} > t_{\alpha}$  (caso 2)

$t_{obs} < - t_{\alpha}$  (caso 3)

Los valores  $t_{\alpha/2}$  y  $t_{\alpha}$  se obtienen de la tabla t de Student con  $n - 1$  grados de libertad

**TABLA N° 18**

**CONCENTRACIÓN DE ORO EN CONCENTRADOS DE COBRE EN g/Tm. VERACIDAD**

**NIVEL I**

VALOR REAL (g/tm) <b>STD_CCU – 1c</b>	4,940
------------------------------------------	-------

NOMBRE DEL ESTÁNDAR	ANALISTA A	ANALISTA B	ANALISTA C
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
STD_CCU – 1c (g/tm)	4,990	4,980	4,910
	4,955	4,985	4,965
	4,995	4,925	4,995
<b>Promedio (g/tm) Au</b>	<b>4,980</b>	<b>4,963</b>	<b>4,957</b>

PROMEDIO (g/tm)	4,967
DESVIACIÓN ESTÁNDAR (g/tm)	0,012
t cal	<b>3,843</b>
t tabla	<b>4,303</b>

**Fuente** : Laboratorio de Minerales SGS

Dónde :

t tablas > t calculado, Por lo tanto se acepta la Ho.

**TABLA N° 19**

**NIVEL II**

VALOR REAL (g/tm) <b>STD_CCU – 1d</b>	14,010
------------------------------------------	--------

NOMBRE DEL ESTÁNDAR	ANALISTA A	ANALISTA B	ANALISTA C
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
STD_CCU – 1d (g/tm)	14,038	14,116	14,012
	13,948	14,076	13,994
	14,116	13,950	14,036
Promedio (g/tm) Au	<b>14,034</b>	<b>14,047</b>	<b>14,014</b>

Promedio (g/tm)	14,032
Desviación Estándar (g/tm)	0,017
t <sub>cal</sub>	2,248
t <sub>tabla</sub>	4,303

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Dónde :

t tablas > t calculado, Por lo tanto se acepta la Ho

**TABLA N° 20**

**NIVEL III**

VALOR REAL (g/tm) Au <b>STD-CC-CC-07</b>	33,500
---------------------------------------------	--------

NOMBRE DEL ESTÁNDAR	ANALISTA A	ANALISTA B	ANALISTA C
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
STD_CC_CC-07 (g/tm)	33,273	33,829	33,050
	33,423	33,313	33,822
	33,715	33,180	33,872
Promedio ( g/tm) Au	<b>33,470</b>	<b>33,441</b>	<b>33,581</b>

Promedio ( g/tm) Au	33,497
Desviación Estándar (g/tm)	0,074
t cal	0,060
t tabla	4,303

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Donde :

t tablas > t calculado, Por lo tanto se acepta la Ho

**TABLA N° 21**

**NIVEL IV**

VALOR REAL (g/tm Au) <b>STD-CC-CC-08</b>	52,35
---------------------------------------------	-------

NOMBRE DEL ESTÁNDAR	ANALISTA A	ANALISTA B	ANALISTA C
	CORRIDA 1	CORRIDA 2	CORRIDA 3
STD_CC_CC-08 (g/tm)	51,685	51,585	51,834
	50,440	51,457	52,418
	51,005	51,680	50,878
Promedio (g/tm)	<b>51,043</b>	<b>51,574</b>	<b>51,710</b>

Promedio (g/tm)	51,442
Desviación Estándar (g/tm)	0,352
t <sub>cal</sub>	0,927
t <sub>tabla</sub>	4,303

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Donde : t tablas > t calculado, Por lo tanto se acepta la Ho

**7.4 RANGO DEL MÉTODO**

**TABLA N° 22**

**RANGO DEL MÉTODO**

PRODUCTO	EN TÉRMINOS DE ESTÁNDAR (g/tm)		EN TÉRMINOS DE MUESTRAS (g/tm)		RANGO DE TRABAJO ESTABLECIDO (g/tm)	
	Desde	Hasta	Desde	Hasta	Desde	Hasta
<b>CONCENTRADO DE COBRE</b>	7,54	52,32	5,78	57,92	5,00	52,00

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Graficando la Concentración de oro en g/tm VS LRSDR, se obtiene una ecuación de ajuste la cual nos ayuda a determinar los límites de reproducibilidad en distintas concentraciones.

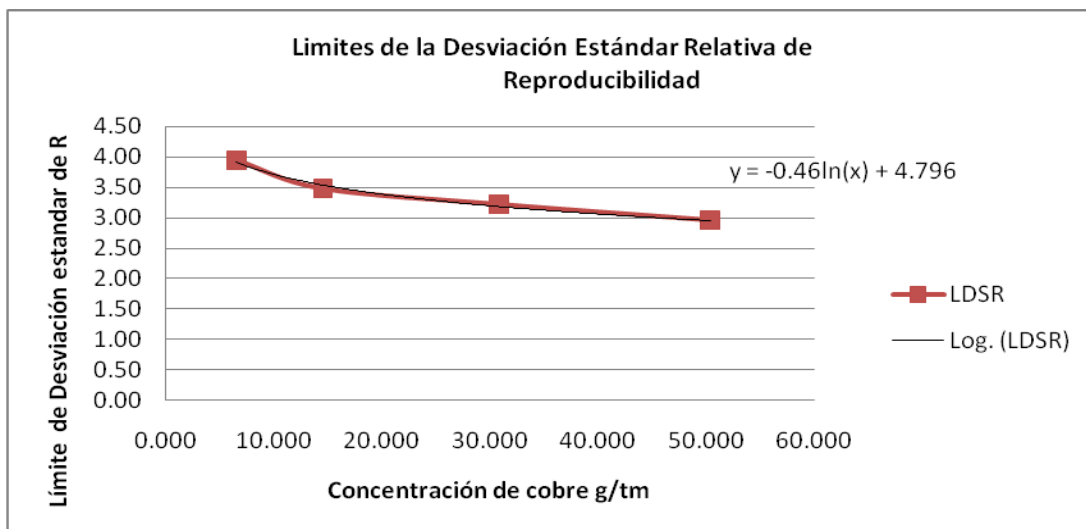
**TABLA N° 23**

**LDRSr y LDRSR**

PRODUCTO	NIVEL	PROMEDIO	LÍMITE	LÍMITE
		(g/tm)	DRS <sub>r</sub>	DRS <sub>R</sub>
CONCENTRADO DE COBRE	1	6,558	3,92	3,94
	2	14,569	3,48	3,48
	3	30,889	3,20	3,22
	4	50,468	2,96	2,96

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**GRÁFICO N° 10**



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

## 7.5 INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO

### Mensurando

Determinación del contenido Oro en Concentrado de cobre.

TABLA N° 24

### MODELO FÍSICO DE IDENTIFICACIÓN DE LAS MAGNITUDES DE ENTRADA

PASOS	DESCRIPCIÓN	MAGNITUD DE ENTRADA
1	Masa de concentrado de cobre en gramos	M
2	Masa de dore de oro en miligramos	M
3	Efecto por Reproducibilidad entre analista	Rep
4	Efecto de la temperatura de fundición °C	F fundición
5	Efecto de la temperatura de copelación °C	F copelación

Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

Modelo Matemático

$$Au(g / Tm) = \frac{W1}{W2} * f Re p * fThfundición * fThcopelación * 1000$$

(7)



Dónde :

**W1** : Masa en miligramos del botón de oro

**W2** : Masa en gramos de la muestra

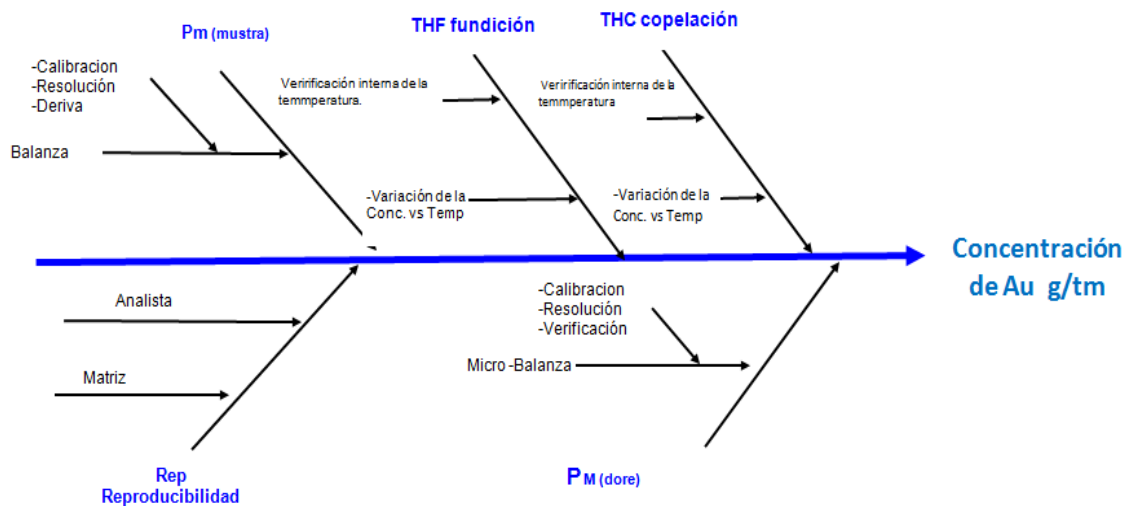
**f Rep** : Efecto de la reproducibilidad del analista

**f Thfundición** : Efecto de la temperatura de fundición °C

**f Thcopelación** : Efecto de la temperatura de fundición °C

Identificación de las Fuentes de Incertidumbre

**FIGURA Nº 1**



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Estimación de la Incertidumbre Estándar de los Componentes de la Incertidumbre.  
 Para ello se estimará la incertidumbre de factores que contribuye en la incertidumbre del método.

#### Estimación de la Incertidumbre Combinada

$$\frac{uAu(g / Tm)}{Au(g / Tm)} = \sqrt{\left(\frac{uw1}{w1}\right)^2 + \left(\frac{uw2}{w2}\right)^2 + \left(\frac{u Re pana}{Re pana}\right)^2 + \left(\frac{uThfund}{Thfund}\right)^2 + \left(\frac{uThcope}{Thcop}\right)^2} \quad (8)$$

Dónde :

- uc (Au g/Tm)** : Incertidumbre combinado de la concentración de oro en la muestra
- Au (g/Tm)** : Concentración de oro en la muestra de concentrado de cobre
- μw1** : Incertidumbre estándar de la masa de dore de oro en miligramos
- w1** : Masa de doré de oro en miligramos
- uw2** : Incertidumbre estándar de la masa de concentrado de cobre en gramos
- w2** : Masa de concentrado de cobre en gramos
- uRepana** : Incertidumbre estándar del efecto de la reproducibilidad del analista

- Repana** : Efecto de la reproducibilidad del analista
- uThFund** : Incertidumbre estándar del efecto de la temperatura de fundición °C
- ThFund** : Efecto de la temperatura de fundición °C
- uThCop** : Incertidumbre estándar del efecto de la temperatura de copelación °C
- ThCop** : Efecto de la temperatura de copelación °C

Estimación de la Incertidumbre Expandida

A partir de la incertidumbre combinada se obtendrá la incertidumbre expandida :

$$U(Au(g / tm)) = k \times u_c(Au) \quad (9)$$

Donde :

- U(Au(g/tm))** : Incertidumbre expandida de la concentración de oro en la muestra de concentrado de cobre, g/tm
- K** : Factor de cobertura, a un nivel 95% de confianza equivale a 2
- uc (Au)** : Incertidumbre combinada de la concentración de acidez en la muestra, g/tm

## Incertidumbre del Método

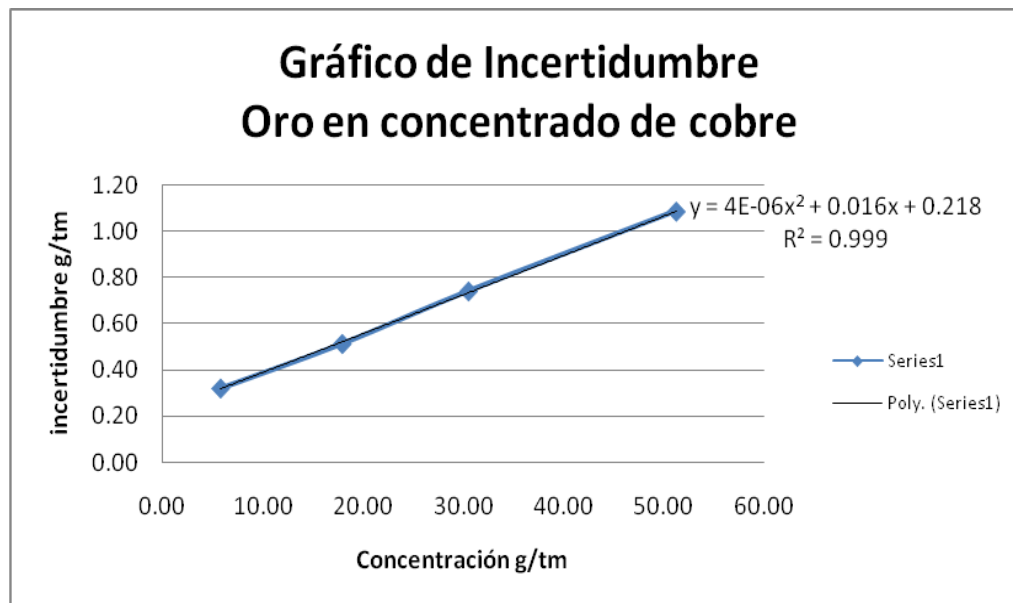
$$\text{Cocentrado de oro} \pm U \left( \text{Au} \left( \frac{\text{g}}{\text{tm}} \right) \right) \quad (10)$$

## Incertidumbre en Niveles

**TABLA N° 25**

<b>NIVEL 1</b>	5,84	±	0,32	g/tm
<b>NIVEL 2</b>	17,98	±	0,51	g/tm
<b>NIVEL 3</b>	30,58	±	0,74	g/tm
<b>NIVEL 4</b>	51,29	±	1,09	g/tm

**GRÁFICO N° 11**



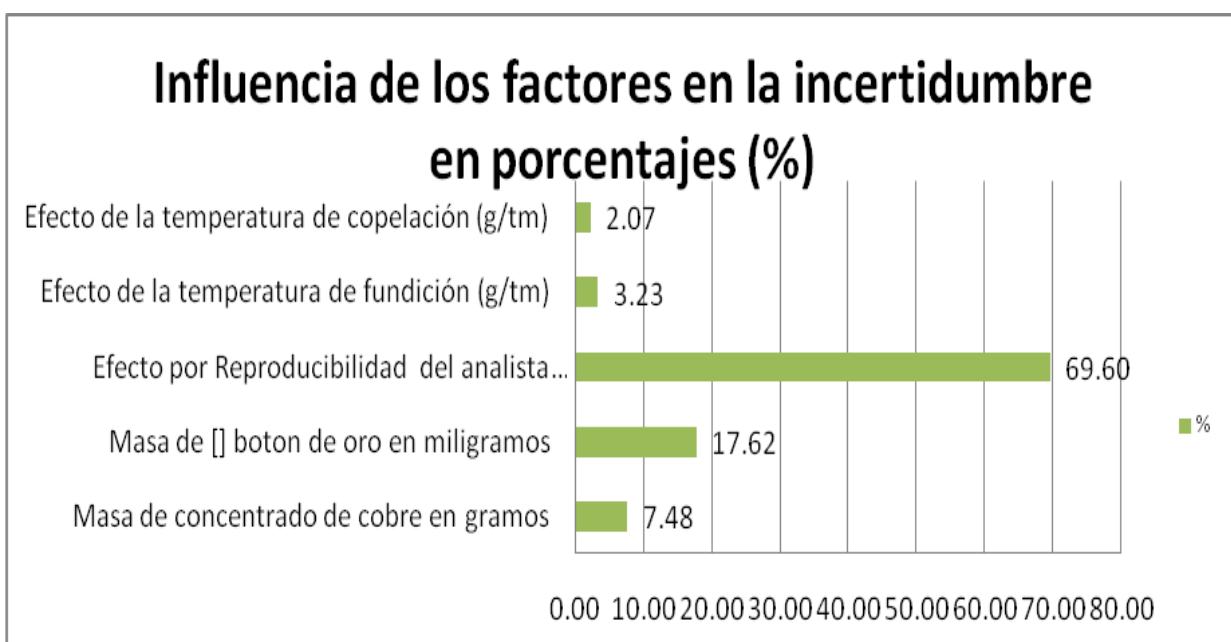
**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

Ecuación de Incertidumbre del método:

$$\gamma = 4E-06x^2 + 0,016x + 0,218 \quad (11)$$

$$R^2 = 0,999$$

GRÁFICO Nº 12



Fuente : Laboratorio de Minerales SGS

## VIII CONCLUSIONES

- 1) Existe dentro de la empresa dos métodos para la determinación de oro, como son el método gravimétrico o vía clásica, y el método combinado que emplea un equipo de absorción atómica para la cuantificación del analito de interés; el método gravimétrico es efectivo para ciertos niveles, para el caso de muestras de exploración es aplicable a muestras con valores superiores a 5 000 ppb y para concentrados polimetálicos valores superiores a 2 g/Tm; para valores inferiores en cada caso es aplicable el método combinado.
  
- 2) Las muestras provenientes de exploraciones se clasifican de acuerdo a su origen; a saber rocas, suelos, sedimentos. Del mismo modo los concentrados polimetálicos de acuerdo a la matriz se clasifican en concentrados de Cobre, Plomo, y Zinc. El tratamiento para obtener los régulos de plomo es diferente para cada caso, por lo general las muestras de exploración requieren de harina como agente reductor y para el caso de concentrados polimetálicos necesitan el nitrato de potasio como agente oxidante.
  
- 3) Los reportes de resultados de la ley oro en muestras de exploración tiene un alcance inferior de 5 ppb y uno superior de 180 g/Tm. Para el caso de muestras concentradas se tiene un alcance inferior de 200 ppb y uno superior de 380 ppm.

- 4) El tiempo de fundición en caso de tratarse de muestras sulfuradas aumenta ligeramente; a fin de evitar los reboses o proyecciones, se amplía el tiempo en el periodo inicial, es decir entre 850°C a 960°C, entre 5 a 10 min.
- 5) En digestión con agua regia, el oro forma un complejo llamado cloruro áurico, la plata precipita en forma de cloruros.
- 6) Los controles de calidad insertos en el proceso son una medida del aseguramiento de la calidad de los ensayos, verificado la veracidad, la repetibilidad, la reproducibilidad y el grado de contaminación en los ensayos.
- 7) Se encuarta una muestra cuando después de culminado el proceso normal de partición no ha podido liberar el oro de la plata, para ello se añade tres veces su peso en plata, se envuelve con más o menos 20 g de plomo laminado y se vuelve al punto de copelación para seguir finalmente con la partición, y posterior lectura o pesaje.

#### **REVALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ORO POR VÍA CLÁSICA EN CONCENTRADOS POLIMETÁLICOS**

- 8) De los cálculos de la evaluación para la revalidación del método "Determinación de Oro en Concentrados Polimetálicos" se concluye.

- 9) Los valores de las pruebas entre y dentro de los laboratorios son consistentes. Los estimados de precisión para el método son :

**TABLA N° 26**

<b>ESTIMADORES DE PRECISIÓN</b>	<b>NIVEL 1</b>	<b>NIVEL 2</b>	<b>NIVEL 3</b>	<b>NIVEL 4</b>
Promedio	6,558	14,569	30,889	50,468
Desv. estándar de Repetibilidad ( $S_r$ ) (g/tm)	0,092	0,181	0,353	0,533
Desv. estándar de Reproducibilidad ( $S_R$ ) (g/tm)	0,092	0,181	0,355	0,533
Desv. estándar relativa de Repetibilidad (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,400	1,245	1,142	1,056
Desv. estándar relativa de Reproducibilidad (RSD <sub>R</sub> ) (%)	1,409	1,243	1,150	1,056
Repetibilidad ( $r$ ) (g/tm)	0,257	0,508	0,988	1,492
Reproducibilidad ( $R$ ) (g/tm)	0,259	0,507	0,994	1,492

**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

- 10) Sé analizaron patrones certificados y patrones secundarios validados, obteniendo resultados que cumplen el criterio de veracidad.
- 11) El método posee su intervalo de trabajo de 5 a 52 g/tm de oro.
- 12) Finalmente se concluye que el método “Determinación de oro en concentrados polimetálicos”, conforme a los parámetros de revalidación, es idóneo para realizar la determinación de oro en muestras de concentrado.



## **IX RECOMENDACIONES**

- 1)** Una primera recomendación muy importante para un buen desempeño profesional, es respetar siempre las normas del proceso tal cual se encuentren registradas.
- 2)** antes de iniciar cada etapa del proceso verificar nuestros insumos, estado en que se encuentran, fecha de caducidad, si el lote está completo; además de con los cálculos respectivos mantener los suministros en las fechas indicadas, de forma que nunca quedemos desabastecidos.
- 3)** tratar en lo posible completar cada tarea asignada, muchos errores se han producido cuando dentro de cada etapa del proceso se han visto involucrados más de un analista.
- 4)** trabajar siempre con los equipos de seguridad respectivos, sin importar lo tediosos que puedan resultar, así como verificar su tiempos de caducidad, y de ser el caso ver su reposición con la persona encargada.
- 5)** previo al pesado verificar las características de las muestras, a fin de proceder con una correcta dosificación, de ser necesario se realizaran ensayos preliminares que nos permitan encontrar un peso ideal del botón de plomo.
- 6)** al encontrar una anomalía en cualquier etapa del proceso, detener la misma, y hacerle el seguimiento respectivo a fin de dar con el problema, y encontrarle una solución.

- 7) nunca exceder el límite de capacidad de los equipos, a fin de evitar el deterioro de los mismos, así como proveernos de errores potenciales que puedan perjudicar el proceso.
  
- 8) realizar las labores siempre cuidando de que un compañero esté atento a nuestro desenvolvimiento, de esta manera siempre contaremos con un auxilio en caso de ocurrir una contingencia.



# ANEXOS

- ANEXO Nº 1** : GRAFICA DEL HORNO DE FUSIÓN MODELO HFC
- ANEXO Nº 2** : GRAFICA DEL HORNO DE COPELACIÓN
- ANEXO Nº 3** : GRAFICA DEL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA
- ANEXO Nº 4** : TABLA DE VALORES DE SIGNIFICANCIA H, K DE MANDEL
- ANEXO Nº 5** : DIAGRAMA DE FLUJO PARA PREPARACIÓN DE MUESTRAS
- ANEXO Nº 6** : DIAGRAMA DE FLUJO PARA DETERMINACIÓN DE ORO

## ANEXO Nº 1

### GRAFICA DEL HORNO DE FUSIÓN MODELO HFC



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

## ANEXO Nº 2

### GRAFICA DEL HORNO DE COPELACIÓN



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

### ANEXO Nº 3

### GRAFICA DEL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA



**Fuente :** Laboratorio de Minerales SGS

**ANEXO Nº 4**

**TABLA DE VALORES DE SIGNIFICANCIA H, K DE MANDEL**

LABORATORIO ANALISTA	h DE MANDEL	
	al 1%	al 5%
3	1,15	1,15
4	1,49	1,42
5	1,72	1,57
6	1,87	1,66
7	1,98	1,71
8	2,06	1,75
9	2,13	1,78

LABORATORIO ANALISTA	k																		
	al 1%									Lab	al 5%								
	2	3	4	5	6	7	8	9	10		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,71	1,64	1,58	1,53	1,49	1,46	1,43	1,41	1,39	3	1,65	1,53	1,45	1,40	1,37	1,34	1,32	1,30	1,29
4	1,91	1,77	1,67	1,60	1,55	1,51	1,48	1,45	1,43	4	1,76	1,59	1,50	1,44	1,40	1,37	1,35	1,33	1,31
5	2,05	1,85	1,73	1,65	1,59	1,55	1,51	1,48	1,46	5	1,81	1,62	1,53	1,46	1,42	1,39	1,36	1,34	1,32
6	2,14	1,90	1,77	1,68	1,62	1,57	1,53	1,50	1,47	6	1,85	1,64	1,54	1,48	1,43	1,40	1,37	1,35	1,33
7	2,20	1,94	1,79	1,70	1,63	1,58	1,54	1,51	1,48	7	1,87	1,66	1,55	1,49	1,44	1,41	1,38	1,36	1,34
8	2,25	1,97	1,81	1,71	1,65	1,59	1,55	1,52	1,49	8	1,88	1,67	1,56	1,50	1,45	1,41	1,38	1,36	1,34
9	2,29	1,99	1,82	1,73	1,66	1,60	1,56	1,53	1,50	9	1,90	1,68	1,57	1,50	1,45	1,42	1,39	1,36	1,35

Fuente : Tabla estadística de Mandel



## ANEXO N° 5

### DIAGRAMA DE FLUJO PARA PREPARACIÓN DE MUESTRAS

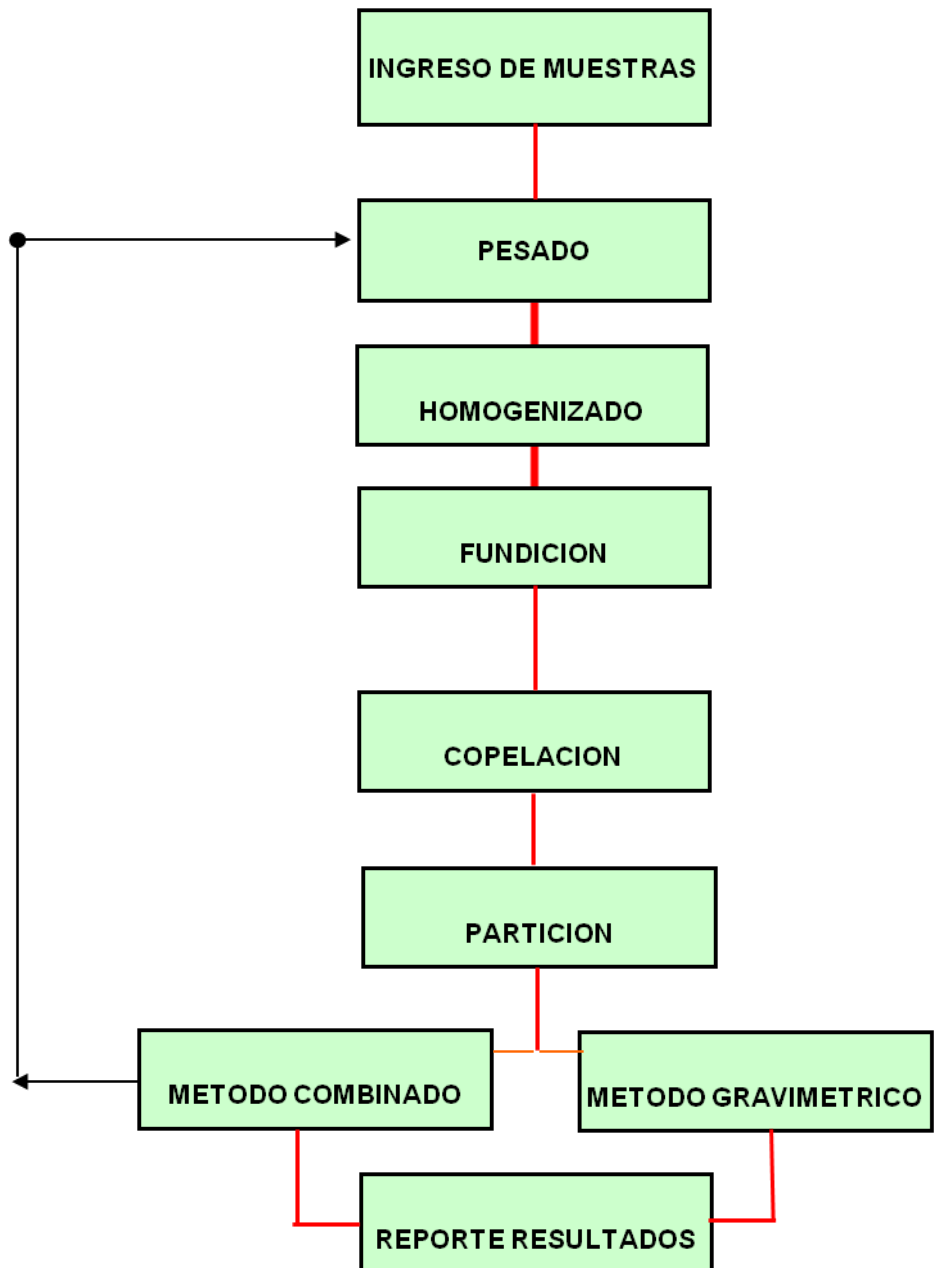
#### DIAGRAMA DE FLUJO PARA PREPARACION DE MUESTRA



1. Se recepciona las muestras y se verifica la codificación con la carta de recepción del cliente.
2. Se ingresa al sistema CCLAS y se empieza la codificación que el sistema nos provee luego se imprime tickets.
3. Se ingresa las muestra al horno caldero piedra a una temperatura de 105 °C hasta que el operador verifica que la muestra este seca.
4. Se realiza el chancado para obtener una granulometría de +/- 2 mm, en esta etapa se realiza controles cada 20 muestras para tener una aceptación de  $\geq 90\%$  a malla 10 ASTM.
5. Se homogeniza la muestra en una misma bolsa y luego se procede a reducirla utilizando el divisor rifle hasta obtener un peso de 250 gramos.
6. Se realiza el pulverizado para obtener una muestra fina, en esta etapa se realiza controles cada 20 muestras para tener una aceptación de  $\geq 95\%$  a malla 140 ASTM.
7. Se entrega finalmente las muestras en cajas codificadas a los analista para que procedan al análisis.

ANEXO Nº 6

DIAGRAMA DE FLUJO PARA DETERMINACIÓN DE ORO



Ley > 5000 ppb