

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

Facultad de Ciencias

Escuela Profesional de Química



**INFORME DE COMPETENCIA PROFESIONAL
PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL
DE LICENCIADO EN QUIMICA**

TITULADA :

**ESTUDIO DE LAS METODOLOGIAS DE ENSAYOS AL FUEGO
Y ABSORCION ATOMICA PARA LA DETERMINACION
ANALITICA DE ORO EN MINERALES DEL PERU**

Presentado por:

Victor Dionisio Luna Botello

Asesor:

Dr. Adolfo La Rosa Toro Gómez

LIMA - PERU

2014

DEDICATORIA

La presente tesis de Informe de Suficiencia está dedicado a mis padres Víctor y Margarita, a mis hermanos y sobrinos por el gran apoyo que me brindaron durante la realización del mismo.

A mi esposa Rosa Isabel, a mis hijos Johana y Ohiro por darme la oportunidad de lograr mi anhelo.

A mis colegas Néstor del Águila, Atilio Mendoza, Víctor Canaza por su orientación, apoyo y tiempo.

Victor Dionisio

AGRADECIMIENTO

Deseo expresar mi especial agradecimiento a la Dra. Otilia Acha de la Cruz y a la Dra. Virginia Tórpoco por permitirme expresar mi experiencia laboral a través de esta tesis, realizado en el sector industrial de la minería y energía.

Agradezco al Dr. Adolfo la Rosa Toro por el apoyo, conducción y a la presentación del presente trabajo de tesis de informe de competencia profesional.

Agradezco de modo muy particular al químico Néstor del Águila por el gran apoyo, consideración, criterios, orientación y las facilidades otorgadas para la realización del presente trabajo de tesis. De igual modo agradezco al ingeniero Carlos Olulo, químico José Holguín, Dr. Esteban Castellanos, quienes con su amplia experiencia y conocimientos en este campo, han colaborado con sus ideas a la mejora en el desarrollo del presente trabajo.

A mis amigos de los laboratorios químicos comerciales: SGS, Alfred Knight, Metal Export, especialmente a los ingenieros Luis Pérez León, Héctor Sánchez, Víctor Canaza, Atilio Mendoza y Gottardo Alejos, se les agradece por haberme dado las facilidades de realizar las diversas pruebas fisicoquímicas en las áreas de ensayos al fuego y absorción atómica, que es la base de esta experiencia profesional a nivel de laboratorio químico.

A mis amigos de las diversas empresas mineras Comarsa, Yanacocha, Poderosa, Raura y Enersur, los ingenieros Octavio Paino, José Guadalupe, Luz Matéu, Ángel Orihuela y Jaime Sánchez, por permitirme desarrollar los trabajos analíticos en los laboratorios químicos de las plantas minero - metalúrgicas, que han sido la base de esta experiencia profesional a nivel de operaciones de planta, mina y laboratorio químico.

AGRADECIMIENTO

Deseo expresar mi especial agradecimiento a la Dra. Otilia Acha de la Cruz y a la Dra. Virginia Tórpoco por permitirme expresar mi experiencia laboral a través de esta tesis, realizado en el sector industrial de la minería y energía.

Agradezco al Dr. Adolfo la Rosa Toro por el apoyo, conducción y a la presentación del presente trabajo de tesis de informe de competencia profesional.

Agradezco de modo muy particular al químico Néstor del Águila por el gran apoyo, consideración, criterios, orientación y las facilidades otorgadas para la realización del presente trabajo de tesis. De igual modo agradezco al ingeniero Carlos Olulo, químico José Holguín, Dr. Esteban Castellanos, quienes con su amplia experiencia y conocimientos en este campo, han colaborado con sus ideas a la mejora en el desarrollo del presente trabajo.

A mis amigos de los laboratorios químicos comerciales: SGS, Alfred Knight, Metal Export, especialmente a los ingenieros Luis Pérez León, Héctor Sánchez, Víctor Canaza, Atilio Mendoza y Gottardo Alejos, se les agradece por haberme dado las facilidades de realizar las diversas pruebas fisicoquímicas en las áreas de ensayos al fuego y absorción atómica, que es la base de esta experiencia profesional a nivel de laboratorio químico.

A mis amigos de las diversas empresas mineras Comarsa, Yanacocha, Poderosa, Raura y Enersur, los ingenieros Octavio Paino, José Guadalupe, Luz Matéu, Ángel Orihuela y Jaime Sánchez, por permitirme desarrollar los trabajos analíticos en los laboratorios químicos de las plantas minero - metalúrgicas, que han sido la base de esta experiencia profesional a nivel de operaciones de planta, mina y laboratorio químico.

RESUMEN

El Perú, es uno de los países sudamericanos que cuenta con grandes recursos mineros no renovables que son ampliamente explotados por las diversas empresas mineras privadas nacionales e internacionales. En el sector minero, sub-sector minería metálica se tiene a la minería aurífera con operaciones mineras que comprende la explotación y la exploración; el desarrollo de estas operaciones requiere de la valorización económica de los contenidos metálicos en los minerales, siendo uno de los más importantes el análisis de oro contenido en las muestras que representan a las zonas ó lotes de mineral. De ello, la calidad de los resultados analíticos de la determinación de oro en los minerales es de gran importancia para la realización de las operaciones mineras.

Los laboratorios químicos siempre han tenido la no conformidad de la calidad de los resultados analíticos de las muestras enviadas por las otras áreas de trabajo cuyos resultados presentan desviaciones mayores del 10 % al ser comparados con los resultados de los laboratorios comerciales. La situación problemática y ampliamente difundida en el sector minero es la razón del presente estudio.

Del estudio de la problemática, se ha concluido que la calidad de los resultados analíticos está en función del control de los errores generados por cada una de las operaciones del proceso. Estos errores generados están expresados como factores o condiciones operativas que están mencionados en las tablas N° 71 y 75.

Los procesos mencionados se desarrollan en los laboratorios químicos y están referidos a la infraestructura y ambiente, la aplicación de los conocimientos establecidos en las metodologías analíticas de ensayos al fuego y absorción atómica ya sea de manera práctica ó normativa, la preparación de muestras, la estadística aplicada al análisis químico y la representatividad de las muestras recibidas.

Después de una amplia recolección de información, procesamiento y análisis de las metodologías analíticas de ensayos al fuego y absorción atómica para la determinación de oro en minerales realizado en los diversos laboratorios químicos del país, se obtiene los conocimientos de los diversos factores operativos, limitaciones y controles que han sido ampliamente analizados en el capítulo discusión de resultados. La aplicación de estos factores y los análisis químicos revelaron la reducción de la variabilidad de los resultados analíticos, que se expresan según el coeficiente de variación en valores menores del 10% y la prueba "F" muestra mayor precisión hacia el método de ensayos al fuego que la

absorción atómica y por la baja variabilidad de los controles se produce resultados confiables.

Los análisis químicos desarrollados están basados en las normativas tales como:

- Norma Técnica Peruana N° 122.013:1974 (revisada 2012) Minerales no Ferrosos. Método de muestreo y de preparación de la muestra para los ensayos químicos y humedad.
- Norma Técnica Peruana N° 122.014:1974 (revisada 2012) Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata. INDECOPI.
- Norma Técnica Japonesa. JIS. M-8111:1963. Método de ensayos químicos. Preparación y determinación de oro.
- ISO 10378: 2005. Copper, lead and zinc sulfide concentrates - Determination of silver and gold contents - Fire assay gravimetric and flame atomic absorption spectrometric method.

Teniendo en cuenta las diversas observaciones y conclusiones se podrá obtener resultados de alta calidad. El estudio permitirá a muchos profesionales entender la problemática y encontrar las mejores soluciones a cada caso y contribuir con los diversos temas analíticos dedicados a este campo.

TABLA DE CONTENIDOS

RESUMEN	
INTRODUCCION	2
JUSTIFICACION	3
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	4
HIPOTESIS	5
OBJETIVOS	6
Capítulo 1: MARCO TEORICO	
1.1.- Geología de los yacimientos auríferos	6
1.2.- Clasificación mineralógica del oro	6
1.3.- Garantía de la Calidad	10
1.4.- Controles de Calidad	11
1.5.- Estadística de datos	11
1.6.- Principios analíticos	14
1.6.1.- Conceptos generales	14
1.6.2.- Muestreo	14
1.6.3.- Análisis físico de la muestra	15
1.6.4.- Preparación de la muestra	15
1.7.- Ensayos al fuego	20
1.7.1.- Determinaciones previas	20
1.7.2.- Preparación de patrones, blancos y referencias	21
1.7.3.- Principios	21
1.7.4.- Procesos de ensayos al fuego	22
1.7.5.- Normativas de ensayos al fuego	28
1.8.- Absorción atómica	30
1.8.1.- Consideraciones previas	31
1.8.2.- Acondicionamiento de muestras	31
1.8.3.- Preparación de soluciones de calibración, referencia y blancos	32
1.8.4.- Procedimiento de calibración	32
1.8.5.- Cálculos	32
1.9.- Normas técnicas de referencia	33
Capítulo 2: PARTE EXPERIMENTAL	
2.1.- Consideraciones preliminares	34
2.2.- Preparación de patrones	34
2.3.- Preparación de muestras	37

2.4.- Chancado y pulverización	37
2.5.- Ensayos al Fuego	40
2.5.1.- Determinaciones previas	40
2.5.2.- Acondicionamiento de las muestras	48
2.5.3.- Análisis de oro en patrones	48
2.5.4.- Análisis de oro en minerales oxidados	50
2.5.5.- Análisis de oro en minerales sulfurados	51
2.5.6.- Análisis de oro en minerales de mina	52
2.5.7.- Análisis de oro en minerales con oro libre	53
2.6.- Método espectrofotométrico de Absorción Atómica	54
2.6.1.- Determinaciones previas	54
2.6.2.- Preparación de soluciones de trabajo y de calibración	54
2.6.3.- Acondicionamiento de las muestras	55
2.6.4.- Análisis de oro por absorción atómica en medio ácido	55
3.- Capítulo 3: DISCUSION DE RESULTADOS	
3.1.- Preparación de muestras	57
3.1.1.- Preparación del mineral patrón	58
3.1.2.- Análisis del proceso de chancado	64
3.1.3.- Análisis del proceso de pulverización	66
3.2.- Ensayos al fuego. Determinaciones analíticas previas	69
3.2.1.- Control de la humedad de las copelas	71
3.2.2.- Capacidad de absorción de plomo por la copela	71
3.2.3.- Determinación de las temperaturas del horno en la copelación	74
3.2.4.- Determinación de la pérdida total de plata en la copelación	74
3.2.5.- Determinación de plata y oro en las copelas por copelación	75
3.2.6.- Determinación del contenido de plata y oro en la fundición	79
3.2.7.- Relación del contenido plata y oro en los minerales	82
3.2.8.- Control de la calidad de oro obtenido por el ensayo	85
3.3.- Determinación de oro en minerales por ensayos al fuego	87
3.3.1.- Análisis de minerales patrones	88
3.3.2.- Análisis de minerales oxidados	92
3.3.3.- Análisis de minerales sulfurados	94
3.3.4.- Análisis de mineral de mina	96
3.3.5.- Análisis de mineral con oro libre	97
3.4.- Determinación de oro en minerales por absorción atómica	99
3.4.1.- Análisis de patrones en medio ácido	99
3.4.2.- Análisis de minerales en medio ácido	103

3.5.- Comparaciones analíticas	107
CAPITULO 4: CONCLUSIONES	114
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	116
ANEXOS	
ANEXO A.- Norma Técnica Peruana N° 122.014:1974 (revisada 2012) Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata.	

INDICE DE FIGURAS

Figura N° 1 Minerales de Oro	8
Figura N° 2 Laboratorio químico sin calidad, en algunas empresas mineras	10
Figura N° 3 Equipos de laboratorio químico con calidad	10
Figura N° 4 Materiales de laboratorio químico con calidad	11
Figura N° 5 Diagrama de muestreo y cuarteo de minerales	16
Figura N° 6 Estufa de secado de minerales	17
Figura N° 7 Diagrama de preparación de minerales de explotación	18
Figura N° 8 Diagrama de preparación de minerales con oro libre	19
Figura N° 9 Diagrama de preparación de minerales de exploración	19
Figura N° 10 Balanza analítica para la pesada de muestras	20
Figura N° 11 Fundición de minerales	24
Figura N° 12 Diagrama de análisis de oro por ensayo al fuego	29
Figura N° 13 Equipo de absorción atómica marca Perkin Elmer	30
Figura N° 14 Soluciones stock y soluciones de trabajo	30
Figura N° 15 Estufa para secado de muestras	35
Figura N° 16 Esquema de muestreo por incrementos - patrón "A"	35
Figura N° 17 Esquema de muestreo por incrementos - patrón "B"	36
Figura N° 18 Análisis granulométrico de minerales	37
Figura N° 19 Chancado de minerales	39
Figura N° 20 Pulverizado de minerales	39
Figura N° 21 Ubicación de títulos de plata en la copelación	44
Figura N° 22 Horno de fundición de minerales	49
Figura N° 23 Balanza ultra micro para pesada de oro	49
Figura N° 24 Horno de fundición a petróleo	53
Figura N° 25 Equipo de absorción atómica PE 2382	54
Figura N° 26 Equipo de Absorción Atómica PE 3100	55

INDICE DE GRAFICOS

Gráfica N° 1 Desviación de la masa por cuarteo en el mineral patrón "A"	59
Gráfica N° 2 Variación de masa en la preparación del patrón "A"	60
Gráfica N° 3 Desviación de la masa por cuarteo en el mineral patrón "B"	62
Gráfica N° 4 Variación de masa en la preparación del patrón "B"	63
Gráfica N° 5 Análisis granulométrico del chancado en minerales	65
Gráfica N° 6 Efecto del tiempo de pulverización en los minerales	68
Gráfica N° 7 Capacidad de absorción de plomo por la copela	73
Gráfica N° 8 Pérdidas de plata por efecto de la copelación	77
Gráfica N° 9 Variación de plata por absorción y la evaporación en la copelación	78
Gráfica N° 10 Relación de plata / oro en los minerales por ensayos al fuego	84
Gráfica N° 11 Determinación de impurezas en el oro por absorción atómica	86
Gráfica N° 12 Concentración de oro en el patrón "A" por ensayos al fuego	89
Gráfica N° 13 Concentración de oro en el patrón "B" por ensayos al fuego	91
Gráfica N° 14 Contenidos de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego	93
Gráfica N° 15 Contenidos de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego	95
Gráfica N° 16 Concentración de oro en el patrón "A" por absorción atómica	100
Gráfica N° 17 Concentración de oro en el patrón "B" por absorción atómica	102
Gráfica N° 18 Análisis de oro en minerales por absorción atómica en medio ácido	104
Gráfica N° 19 Análisis comparativo del patrón "A"	109
Gráfica N° 20 Análisis comparativo del patrón "B"	112

INDICE DE TABLAS

Tabla N° 1 Composición volumétrica en minerales de oro	7
Tabla N° 2 Clasificación mineralógica de oro en minerales	8
Tabla N° 3 Pruebas cualitativas a los minerales	9
Tabla N° 4 Diversas mezclas de fundentes para minerales	9
Tabla N° 5 Plan de mantenimiento de los equipos de laboratorio	13
Tabla N° 6 Dimensiones de tamices	15
Tabla N° 7 Tipos de ollas de pulverización	17
Tabla N° 8 Serie electromotriz del potencial de los elementos	22
Tabla N° 9 Poder de reducción y oxidación de los minerales	22
Tabla N° 10 Pérdidas de metales nobles por efecto de las impurezas	25
Tabla N° 11 Relación plata – oro para la partición	26
Tabla N° 12 Encuarte con plata metálica	26
Tabla N° 13 Factores que afectan la partición	27
Tabla N° 14 Acondicionamiento de las muestras según elemento y matriz	32
Tabla N° 15 Pesos de cuarteo del mineral patrón "A"	36
Tabla N° 16 Pesos de cuarteo del mineral patrón "B"	37
Tabla N° 17 Análisis de mallas del mineral en el chancado	38
Tabla N° 18 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 1 minuto	38
Tabla N° 19 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 2 minutos	38
Tabla N° 20 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 3 minutos	39
Tabla N° 21 Mezcla de fundentes para mineral oxidado	40
Tabla N° 22 Mezcla de fundentes para mineral sulfurado	40
Tabla N° 23 Pesos de oro y plata en los reactivos de fundición	41
Tabla N° 24 Determinación de la humedad en copelas	42
Tabla N° 25 Medición de la absorción de plomo por las copelas	42
Tabla N° 26 Determinación de la variación de plata por copelación	43
Tabla N° 27 Determinación de la plata absorbida en la copela	43
Tabla N° 28 Determinación de las zonas calientes del horno en la copelación	44
Tabla N° 29 Determinación de la plata en la escoria de fundición de minerales	45
Tabla N° 30 Determinación de oro en la escoria de fundición de minerales	45
Tabla N° 31 Control de la relación de plata / oro en minerales oxidados	46
Tabla N° 32 Control de la relación de plata/oro en minerales sulfurados	47
Tabla N° 33 Control de calidad de oro obtenido del análisis químico	48
Tabla N° 34 Análisis de oro en mineral de preparación patrón "A"	49
Tabla N° 35 Análisis de oro en mineral de preparación patrón "B"	50

Tabla N° 36 Análisis de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego	50
Tabla N° 37 Análisis de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego	51
Tabla N° 38 Análisis de oro en mineral de mina por ensayos al fuego	52
Tabla N° 39 Análisis de oro en minerales con oro libre por ensayos al fuego	53
Tabla N° 40 Parámetros instrumentales para análisis de oro y plata	54
Tabla N° 41 Parámetros instrumentales de elementos referenciales	54
Tabla N° 42 Análisis de oro del patrón "A" por absorción atómica	55
Tabla N° 43 Análisis de oro del patrón "B" por absorción atómica	56
Tabla N° 44 Análisis de oro en minerales por absorción atómica en medio ácido	56
Tabla N° 45 Preparación de minerales del patrón "A"	58
Tabla N° 46 Preparación de minerales del patrón "B"	61
Tabla N° 47 Análisis granulométrico del mineral después del chancado	64
Tabla N° 48 Granulometría del mineral pulverizado por 1 minuto	66
Tabla N° 49 Granulometría del mineral pulverizado por 2 minutos	66
Tabla N° 50 Granulometría del mineral pulverizado por 3 minutos	66
Tabla N° 51 Resumen de la granulometría de mineral pulverizado	67
Tabla N° 52 Efecto del tiempo de pulverizado	67
Tabla N° 53 Determinación de humedad en las copelas	71
Tabla N° 54 Capacidad de absorción de plomo en las copelas	72
Tabla N° 55 Variaciones de las temperaturas del horno de copelación	74
Tabla N° 56 Determinación de la variación de plata por efecto de la copelación	74
Tabla N° 57 Determinación de la absorción de plata por la copela	75
Tabla N° 58 Determinación de la variaciones de plata por la copelación	76
Tabla N° 59 Contenidos de oro y plata en reactivos de fundición	79
Tabla N° 60 Contenido de plata en la escoria de la fundición de minerales	80
Tabla N° 61 Contenido de oro en la escoria de la fundición de minerales	81
Tabla N° 62 Control de la relación de plata / oro en minerales oxidados	82
Tabla N° 63 Control de la relación de plata / oro en minerales sulfurados	83
Tabla N° 64 Control de calidad del oro mediante análisis por absorción atómica	85
Tabla N° 65 Análisis de oro en el patrón "A" por ensayos al fuego	88
Tabla N° 66 Análisis de oro en el patrón "B" por ensayos al fuego	90
Tabla N° 67 Análisis de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego	92
Tabla N° 68 Análisis de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego	94
Tabla N° 69 Análisis de oro en minerales de mina por ensayos al fuego	96
Tabla N° 70 Análisis de oro en minerales con oro libre por ensayos al fuego	97
Tabla N° 71 Factores y condiciones de ensayos al fuego en minerales	98
Tabla N° 72 Análisis de oro en el patrón "A" por absorción atómica	99

Tabla N° 73 Análisis de oro en el patrón "B" por absorción atómica	101
Tabla N° 74 Análisis de oro en mineral por absorción atómica en medio ácido	103
Tabla N° 75 Factores y condiciones de la absorción atómica en minerales	106
Tabla N° 76 Análisis estadístico de los parámetros en el patrón "A"	107
Tabla N° 77 Análisis estadístico de la exactitud y precisión en el patrón "A"	108
Tabla N° 78 Análisis estadístico de los parámetros en el patrón "B"	110
Tabla N° 79 Análisis estadístico de la exactitud y precisión en el patrón "B"	111

PROLOGO

El conocimiento de las operaciones analíticas que se realiza en el laboratorio químico de las empresas nacionales e internacionales es de gran importancia para el químico, debido a la diversidad de formas aplicativas de los métodos analíticos; que se basan en los fundamentos teóricos y conocimientos prácticos.

Los profesionales aplican de manera general el método analítico de las normas técnicas nacionales e internacionales sin tener en consideración las condiciones y limitaciones que estos análisis involucran. De ello es necesario mostrar la información teórica y práctica de los métodos analíticos en estudio. Esta condición del trabajo analítico ha determinado mi interés para la investigación del presente estudio, realizado en los diversos laboratorios químicos del país en el transcurso de mi carrera profesional.

El informe se realiza en base a las teorías y experiencias realizadas en los laboratorios químicos comerciales tales como: A. H. Night, S.G.S., Banco Minero del Perú y en los laboratorios químicos de los centros de producción de las empresas mineras como: minera Caudalosa, Carolina, Raura, Poderosa, Comarsa y Yanacocha.

El presente estudio de tesis de informe de suficiencia abarca las siguientes actividades:

1. El capítulo 1.2, muestra las características de los minerales, los elementos presentes y la clasificación para un adecuado tratamiento.
2. El capítulo 1.3, muestra los factores que influyen en los resultados analíticos y que se aplica al laboratorio químico.
3. El capítulo 1.6, muestra las consideraciones y los principios analíticos de los métodos de ensayos al fuego y absorción atómica.
4. El capítulo 2, parte experimental, muestra los datos de laboratorio que sustentan los diversos experimentos y el comportamiento de las muestras de mineral en el análisis químico.
5. En el capítulo 3, discusión de resultados, analiza y procesa los diversos datos obtenidos en cada una de las operaciones analíticas, realiza los cálculos y gráficas necesarias.
6. El capítulo 4, analiza la discusión y observaciones de los experimentos para obtener una conclusión del trabajo realizado.

INTRODUCCION

La valorización económica de los minerales auríferos en el Perú está sustentado en la determinación analítica de los contenidos de oro y plata presentes en las muestras representativas provenientes de las operaciones: procesos, explotación y exploración. La variabilidad de los resultados analíticos es un problema para operaciones mina como para las finanzas y economía del negocio; el estudio de esta condición permitirá dar algunas soluciones importantes para una buena toma de decisiones.

El presente trabajo de tesis de Informe de Suficiencia tiene como propósito aportar con los conocimientos experimentales adquiridos que permita realizar una adecuada aplicación de los métodos analíticos, dados a través de los factores y condiciones requeridas en las metodologías analíticas en estudio con la finalidad de solucionar la calidad de los resultados en el análisis químico de oro en minerales.

El método de investigación del trabajo es descriptivo, realizado en base a la información primaria obtenida de los diversos laboratorios químicos y de la información secundaria que se obtiene de las bibliotecas e instituciones.

El alcance del estudio abarca la aplicación de los métodos analíticos de ensayos al fuego y absorción atómica en medio ácido en los minerales, cuyas concentraciones de oro deben estar en el orden de "ppb" ó "ppm".

Las limitaciones del estudio están dados por:

- Restricción a la realización de algunas pruebas analíticas en las empresas privadas, debido a los costos que estas generan.
- Influencia de las condición de la infraestructura, ambiente y calidad del laboratorio químico.

JUSTIFICACION

La justificación del estudio está dado por que el presente estudio aporta los lineamientos importantes que se debe tener en cuenta para obtener resultados de calidad aceptable; esto permitirá a las empresas realizar una mejor planificación de las operaciones mineras y de esta manera resolver los problemas técnicos y económicos.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El Perú, es un país que cuenta con grandes recursos mineros no renovables en toda su extensión territorial (costa, sierra y selva), los cuales son explotados por las diversas empresas mineras privadas nacionales e internacionales. Dentro del sector Minero, sub-sector Minería Metálica, la minería aurífera presenta operaciones mineras que comprende la explotación y la exploración; el desarrollo de las operaciones requieren de la valorización económica de los minerales que se realizan a través del análisis químico de oro, plata y cobre contenidas en las muestras de mineral y que representan a las zonas ó lotes de mineral de tratamiento.

Los muestreados son realizados por otras de trabajo tales como el área de geología (exploración), área de minado (explotación) y área de procesos metalúrgicos (planta), que son áreas diferentes al laboratorio químico.

De ello el profesional químico es el dirimente de la calidad del trabajo de otras personas, esta condición siempre ha generado discusiones y disconformidad con los resultados de laboratorio químico. Esta situación es la razón principal del presente estudio, que permitirá a muchos profesionales entender la problemática y buscar las mejores soluciones a cada caso.

Los factores y las condiciones de las operaciones del proceso que van a definir la solución al problema se plantea en la siguiente formulación:

¿Cuáles son los factores y condiciones operativas que controlan la variabilidad de los resultados analíticos en la determinación de oro usando los métodos analíticos de ensayos al fuego y absorción atómica en medio ácido, para las muestras de tipo mineral que se realizan en los laboratorios químicos, para obtener resultados analíticos confiables ?.

HIPOTESIS

Si se aplica los factores y las condiciones operativas para la determinación de oro en minerales, usando los métodos analíticos de ensayos al fuego ó absorción atómica en medio ácido, en el laboratorio químico, entonces se obtendrá resultados de calidad.

OBJETIVOS

Objetivo general

Determinar los factores y condiciones operativas que generan la variabilidad de los resultados en los métodos analíticos de ensayos al fuego y absorción atómica en las muestras de tipo mineral para la determinación de oro.

Objetivos específicos

- Determinar la variabilidad en la preparación de muestras.
- Evaluar los factores de variabilidad en el método de ensayos al fuego.
- Evaluar los factores de variabilidad en el método de absorción atómica.
- Determinar la confiabilidad de los resultados de los métodos analíticos en estudio.

CAPITULO 1. MARCO TEORICO

1.1.- Geología de los yacimientos auríferos

Los principales yacimientos auríferos en el Perú comprende:

- a.- **Vetas de cuarzo**, con mineralización de oro nativo y otros minerales ⁽⁵⁾.
- b.- **Placeres**, con mineralización de oro nativo, en las rocas metamórficas⁽⁵⁾.
- c.- **Oro diseminado**, albergados en rocas carbonatadas de oro, de 10 micrones⁽⁵⁾.
- d.- **Oro como subproducto**, ocurre en los yacimientos de plomo, zinc, plata⁽²³⁾.

1.2. Clasificación mineralógica del oro

La clasificación mineralógica fue realizado por Boyle (1979), Henley (1975) y muchos autores, donde se describe cada una de las mineralizaciones del oro ⁽²³⁾.

El oro en la mayoría de yacimientos se presenta en los siguientes casos:

- a.- **Oro Nativo**, generalmente contiene plata hierro y cobre, acompañado de trazas⁽⁵⁾.
- b.- **Electrum**, es el oro nativo que contiene plata, en proporciones del 5 al 15 %.
- c.- **Oro cuprífero**, contiene cobre desde 0,1 hasta 20%.
- d.- **Oro Bismutífero**, contiene bismuto en cantidades menores al 3 %⁽⁵⁾.
- e.- **Oro Paladinífero**, contiene del 5 % al 10 % de paladio⁽⁵⁾⁽²³⁾.

Las concentraciones promedio de las muestras de mina son: 1,2% Zn, 0,3 % Pb, 0,3 % Cu, 11,1 % Fe, 9 g / t Ag y 0,5 g / t Au ⁽¹⁰⁾⁽²³⁾. Tal como se observa en la tabla N° 1.

Tabla N° 1 Composición volumétrica en minerales de oro

Mineral	Composición (%)
Pirita	25,36
Esfalerita	1,35
Calcopirita	1,14
Marcasita	1,14
Galena	0,87
Tetrahedrita	0,16
Hematita	0,14
Pirrotita	0,05
Limonita	0,02
Ganga (Silicatos)	69,77
Total	100,00

Dónde:

(g / t), está referido según S.I. (sistema internacional de unidades), al número de gramos por cada tonelada métrica.

La clasificación mineralógica del oro en base a la composición de sus elementos principales se observa en la tabla N° 2.

A continuación se muestra las características de los tipos de minerales de oro (I) (II) tal como se muestra en la figura N° 1.



Mineral oxidado (I)



Mineral sulfurado (II)

Figura N° 1 Minerales de Oro

Tabla N° 2 Clasificación mineralógica de oro en minerales

Tipos de Mineralización	Composición
a) Elementos Nativos y Aleaciones Naturales	
Oro	Au
Oro Argentífero (electrum)	(Au, Ag)
Oro Cuprífero (cuproaururo)	(Au, Cu)
Oro Paladínfero (porpezita)	(Au, Pd)
Oro Rodínfero (rodita)	(Au, Rh)
Oro Platinífero	(Au, Pt)
Oro Bismutífero	(Au, Bi)
b) Sulfuros	
Uytembogardatita	Ag_3AuS_2
c) Teleruros	
Calaverita	$AuTe_2$
Krennerita	$(Au, Ag)Te_2$
d) Antimoniuros	
Aurostibita	$AuSb_2$
e) Seleniuros	
Fischesserita	Ag_3AuSe_2

Clasificación de minerales para el análisis químico por fundición

La clasificación de los minerales considera algunos puntos de vista:

- La cantidad de componentes minerales para formar la escoria.
- La característica oxidante, reductora o neutral de los componentes minerales.
- La calidad de la muestra, se estima por las propiedades físicas y químicas que son probados por examen visual y pruebas cualitativas de los minerales. Ver la tabla N° 3.

Tabla N° 3 Pruebas cualitativas a los minerales

1	- Si presenta algunos brillos metálicos es probable la presencia de plata sulfurada
2	- El color amarillo o parduzco y con baja densidad indica la presencia de mica
3	- El color rojo o parduzco indica fierro con manchas de silicatos
4	- El color rojo marron oscuro indica la presencia de oxidos de fierro o sulfuros
5	- Colores claros a blancos indican material de cuarzo y silicatos

Una de las clasificaciones prácticas muy usadas se presenta a continuación ⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾⁽²⁶⁾:

a. Minerales cuarcíferos, ferrosos clasificados como "Oxidados", predomina los silicatos y los óxidos. La aplicación se realiza con 50,0 g de muestra y la mezcla de fundentes dada en la tabla N° 4.

b. Minerales cupríferos, complejos de sulfuros clasificados como "Sulfurados", son minerales que contienen sulfuros, cuyo contenido de cobre puede estar de 2 % a 10 %. Se aplica la siguiente mezcla de fundentes dada en la tabla N° 4, para 30,0 g de muestra. La tabla N° 4 nos muestra algunas de las mezclas de fundentes utilizadas por los laboratorios químicos.

Tabla N° 4 Diversas mezclas de fundentes para minerales

Flux para Mineral Oxidado - 50 gramos			Flux para Mineral Sulfurado - 30 gramos		
Reactivo	Masa - kg.	% en peso	Reactivo	Masa - kg.	% en peso
Litargirio	17,50	50,00	Litargirio	18,15	51,40
Carbonato de sodio	12,50	35,71	Carbonato de sodio	12,10	34,30
Bórax	4,00	11,43	Bórax	2,86	8,10
Silice	1,00	2,86	Silice	2,20	6,20
Total	35,00	100,00	Total	35,31	100,00
Minerales de cuarzo			Minerales cupríferos		
Litargirio	160,00	64,00	Litargirio	240,00	68,57
Carbonato de sodio	30,00	12,00	Carbonato de sodio	20,00	5,71
Bórax	30,00	12,00	Bórax	45,00	12,86
			Silice	30,00	8,57
Cloruro de sodio	30,00	12,00	Cloruro de sodio	15,00	4,29
Total	250,00	100,00	Total	350,00	100,00

1.3.- Garantía de la Calidad

Según la norma ISO 9001 e ISO 17025, el sistema de calidad está basado en contar con un plan de actividades que regulen el desempeño, control y producción de los diversos trabajos analíticos⁽¹⁰⁾. Está conformado por:

- a. Organización funcional del laboratorio, del recurso humano operativo y administrativo, con personal capacitado en los diversos trabajos analíticos y la producción.
- b. Control de la documentación.
- c. La administración opera bajo un sistema documentado de calidad amparado en el manual de calidad y el sistema de control de calidad.
- d. El control de las muestras y el sistema de registros de las mediciones analíticas.
- e. El laboratorio realiza los análisis químicos en base a los métodos y procedimientos.
- f. Control de la realización de trabajos analíticos por las sub-contratas y con las compras de materiales basada en la logística del laboratorio.
- g. Programa de mantenimiento preventivo, predictivo de las instalaciones y equipos. Evaluación de desempeño de instrumentos. Procedimientos de calibración. Ver la tabla N° 5 y las figuras N° 2, 3 y 4 donde se aprecia las diferencias de los sistemas de calidad.



Figura N° 2 Laboratorio químico sin calidad en algunas empresas mineras

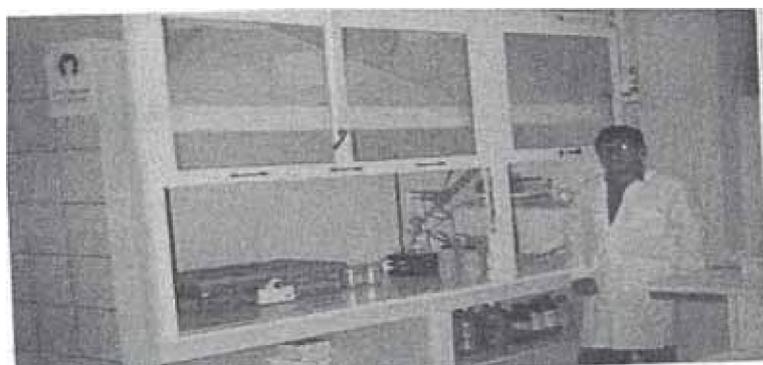


Figura N° 3 Equipos de laboratorio químico con calidad



Figura N° 4 Materiales de laboratorio químico con calidad

1.4. Controles de Calidad

Los controles se aplican en cada lote de muestras (de 2 a 20 muestras) a analizar. En los análisis químico de las muestras de tipo mineral se establece⁽²³⁾⁽¹⁰⁾:

- a. Análisis químico del 10% de las muestras analizadas como duplicados.
- b. Análisis químicos en el 5% de los rechazos obtenidos de las muestras en su proceso de división de las muestras recibidas ó muestras testigos.
- c. Análisis químico con patrones internos valorados por otros 3 laboratorios químicos.
- d. En cada grupo de muestras se incluyen “blancos” para el control de la contaminación.
- e. Aplicación de diagramas de control en los materiales de referencia, patrones y blancos.
- f. Verificación de las soluciones de control para el equipo de absorción atómica.

1.5.- Estadística de datos

Límite de confianza, es la determinación de la media de la población (μ), que se puede expresar a través del límite de confianza (LC), y requiere de la medición de la desviación estándar de la población (σ)⁽²³⁾⁽⁴⁾. Se puede expresar en [1] como:

$$LC : \text{para "u"} = X \pm Z * \sigma / \sqrt{N} \quad \dots[1]$$

Dónde:

X, es el promedio de datos; N, es el número de datos; Z, es un factor estadístico; μ , es la media poblacional; t, es el factor estadístico t - student, σ , es la desviación estándar poblacional.

Cuando no existen errores sistemáticos, a un determinado nivel de confianza se puede aproximar: $s \approx \sigma$. Cuando σ es desconocido, se usa el parámetro estadístico “t” en [2]:

$$LC: \text{para "u"} = X \pm t^* s / \sqrt{N} \dots[2]$$

Valores erráticos o atípicos

Es el valor, de un conjunto de valores que es inconsistente con respecto a otros valores del conjunto ⁽²³⁾⁽⁴⁾. El valor se determina por la prueba de Grubbs, que se menciona en [3]:

$$G_{\text{calc}} = |\text{valor dudoso} - X| / s \dots [3]$$

El valor G_{calc} se compara con el $G_{tabulado}^{(10)}$, según la tabla de grubbs, para determinar la validez del dato ó rechazarlo (valor atípico), donde si es menor que el tabulado se acepta el valor y caso contrario se rechaza.

Dónde:

s , es la desviación estándar, y la tabla: valores críticos para la prueba de grubbs, según la norma técnica peruana. NTP ISO 5725-2.

La Exactitud

Es la concordancia entre la mejor estimación de una cantidad y su valor real.

La inexactitud es la diferencia numérica entre el valor promedio de un conjunto de repeticiones y el valor verdadero que se expresa como sesgo ó desviación (D), que se define como en [4]:

$$D = X - \bar{X} \quad \dots[4]$$

La exactitud se puede expresar como la recuperación (R) ⁽²⁰⁾⁽²³⁾[5]:

$$R = (X / \bar{X}) * 100 \quad \dots [5]$$

Dónde:

\bar{X} , es el valor real ó patrón certificado.

X , es el promedio de los resultados.

En el análisis se requiere que el valor medido no difiera significativamente del aceptado como valor de referencia. Estadísticamente se determina utilizando la “t” de student, efectuando varias determinaciones de la muestra de concentración conocida y calculando el “t” experimental (T_{ob}) que se compara con “t” - tablas, para $n - 1$ grados de libertad en el nivel de confianza escogido, generalmente $p = 0,05$ ⁽³⁸⁾, tal como se muestra en [6]:

$$T_{ob} = [X - \bar{X}] / (s / \sqrt{n}) \quad \dots[6]$$

Si el T_{ob} es menor que el valor tabulado (T teórico) el método tiene la exactitud requerida para ese ámbito de confianza. Si el T_{ob} resulta mayor que el valor tabulado, el método tiene un error sistemático, del signo resultante, para ese ámbito de confianza.

Comparación con un método oficial, validado o estandarizado:

La muestra debe ser analizada, utilizando el método a validar y un segundo método bien caracterizado, el cual debe tener una exactitud bien definida y establecida.

Criterio de aceptación: Se lleva a cabo un análisis de varianza (ANOVA), del porcentaje de recuperación o del error relativo en porcentaje, para determinar si hay o no diferencia significativa entre la exactitud de los métodos comparados ⁽³⁸⁾.

La Precisión

Es la conformidad de ensayos realizados en condiciones idénticas ⁽²⁰⁾⁽²³⁾⁽⁴⁾. Se mide por la repetibilidad (interna) que se expresa por la desviación estándar S_r ó se mide por la reproducibilidad (externa) que se expresa por la desviación estándar S_R .

Desviación estándar (s), de un tamaño limitado de muestra ⁽²³⁾. Está dado por [7]:

$$s = \sqrt{(\sum (X_i - \bar{X})^2 / N - 1)} \quad \dots[7]$$

Coefficiente de variación (CV), cuando el valor de $z = 2$ se expresa en tanto por ciento ⁽⁴⁾ [8].

$$CV = (s / X) * 100 \quad \dots[8]$$

Comparación de medias o prueba de significancia

La prueba "F", determina si existe ó no una diferencia significativa entre las medias de un grupos de valores a un nivel de confianza determinado ⁽¹⁰⁾. Según [9]:

$$F \text{ calculado} = s_1^2 / s_2^2 \quad \dots[9]$$

El F calculado se compara con un F tabulado según los números de datos de f_1 y f_2 , para rechazar ó aceptar la hipótesis de diferencia significativa.

Dónde:

" s_1 " es la desviación estándar referencial (EF) y " s_2 " es la desviación estándar a validar (AA). Dónde: EF: ensayos al fuego AA: absorción atómica

En la tabla N° 5 se muestra el plan de mantenimiento de equipos que garantiza la calidad del laboratorio químico.

Tabla N° 5 Plan de mantenimiento de los equipos de laboratorio

Equipos	Frecuencia de verificación	Parámetros a verificar	Materiales estándar ó referencial	Procedimientos generales y observaciones
Espectrofotómetro absorción atómica	Cuando se usa	1.-Sensibilidad	Solución estándar del elemento específico a determina	Aspirar la solución estándar en la llama y determinar la absorción.
		2.-Límite de detección		
	Trimestralmente	Sensibilidad de las lámparas de absorción atómica usadas con frecuencia	Lampara de cobre, oro	Aspirar la solución estándar 6 veces consecutivas en la llama para hallar la línea basal.
	Anualmente	Verificación del mantenimiento general	Lampara de cobre	Trabajo de mantenimiento del representante servicio
Balanzas analíticas	Cuando se usa	Nivel de balance	Pesas de calibración	La potencia de las baterías de las micro-balanzas debe ser verificada. Limpiar después de usar.
		Punto cero		
		Exactitud		
Limpieza				
	Anualmente	Verificación del mantenimiento general	Pesas de calibración	Trabajo de mantenimiento del representante servicio
Micro-balanzas	Cuando se usa	Exactitud y Precisión	Pesas de calibración	Las pesas de calibración tienen que ser calibrados con pesos de referencia de manera mensual
	Anualmente	Verificación del mantenimiento general	Pesas de calibración	Trabajo de mantenimiento del representante servicio

1.6.- Principios analíticos

1.6.1.- Conceptos generales

La calidad de los resultados analíticos está en función de la calidad de las etapas del proceso de la determinación analítica de oro en minerales; está basado en 3 actividades básicas:

- a. La recolección de la muestra representativa (muestreo).
- b. La preparación de la muestra para el análisis químico.
- c. El análisis químico usando un apropiado método de laboratorio ⁽⁶⁾⁽⁴⁰⁾.

Los estudios indican que el análisis químico genera en promedio resultados analíticos que dependen principalmente del error por muestreo (60%), error por preparación de muestras (20%) y error por método de laboratorio (13%), como los errores se van sumando entonces los resultados finales serán variables para un laboratorio y otros para diversos laboratorios ⁽¹⁶⁾⁽¹⁸⁾⁽²⁵⁾. La suma de todos los errores nos da la incertidumbre del resultado analítico.

Calidad de métodos analíticos

La calidad de los métodos depende de la calidad de las diferentes etapas del proceso analítico. El proceso analítico se puede considerar dividido en 3 etapas:

- i) Operaciones previas (muestreo, acondicionamiento, disolución, separaciones, reacciones analíticas, etc).
- ii) Medición y traducción de la señal analítica mediante el uso de instrumentos.
- iii) Toma y tratamiento de datos.

Criterios para la elección de un método

Basándose en las consideraciones de Egan, la elección de métodos debe considerar:

- a. Dar preferencia a métodos cuya calidad y confianza se ha establecido en estudios colaborativos, o similares en varios laboratorios (ISO, ASTM).
- b. Preferir métodos documentados o adoptados por organizaciones internacionales reconocidas.
- c. Preferir métodos de análisis que se aplican en forma uniforme a varios tipos de materiales que sobre aquellos que se aplican a tipos específicos.

Confiable, es un término general cualitativo que expresa el grado de cumplimiento satisfactorio de un método analítico en términos de sus variados atributos técnicos (aplicabilidad, exactitud, precisión, sensibilidad y detectabilidad).

1.6.2.- Muestreo

El muestreo de materiales está basada en la teoría estadística de muestreo, así tenemos:

- a. Muestreo probabilístico ó aleatorio, cada elemento tiene la misma probabilidad de integrar la muestra.

b. Muestreo no probabilístico, usado cuando no es posible coleccionar una muestra representativa y se debe usar otros criterios de muestreo.

c. Muestreo por volumen, para lotes que no consta de unidades separadas, identificables ó constantes, se debe tener en cuenta parámetros como tamaño ó volumen de los incrementos, del tipo de cuarteo⁽¹⁵⁾⁽²⁰⁾.

d. Muestreo por aceptación, se aplica para lotes con criterios de aceptación definidos.

(4)(8)(20)(23)

1.6.3.- Análisis físico de la muestra

El análisis físico de la muestra es la determinación de los tamaños de las partículas presentes en el mineral, para ello se cuenta con dos métodos: la vía humedad ó la vía seca. Se usa un equipo tamizador con diversas mallas o tamicés, en el cual se coloca aproximadamente 300 gramos de muestra y se agita por un tiempo de 20 minutos. Finalmente se saca cada tamiz y se pesa la porción de la muestra⁽¹⁵⁾⁽¹⁸⁾⁽²⁸⁾. El tipo de tamicés de uso de laboratorio se muestra en la tabla N° 6.

Tabla N° 6 Dimensiones de tamicés

Micrones	ASTM - N°	Tyler - N°
6,3 mm	¼"	1/4
2,0 mm	10	30
600	30	60
250	60	80
150	100	100
106	140	150
75	200	200
53	270	270

1.6.4. Preparación de la muestra

Para realizar la preparación de muestras se debe considerar: el contenido de metales nativos, la composición granulométrica, la segregación de partículas, la dureza de los minerales y el contenido de elementos volátiles ⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾⁽²⁶⁾⁽²⁸⁾.

En la preparación, los procedimientos de reducción de la muestra son:

a.- Muestreo por reducción de incrementos.

b.- Muestreo por cono y cuarteo.

c.- Método del divisor cuarteador ⁽²⁶⁾.

La preparación de las muestras se inicia con pesos que varían desde 1 kg hasta 5 kg , se los procesa hasta obtener la muestra "representativa".

La preparación de las muestras comprende las siguientes operaciones:

- El secado de la muestra se realiza a la temperatura de 110 °C, por 12 ó 24 horas, esta depende de la cantidad, calidad de humedad y de las características físicas de la muestra.
 - El Chancado primario se realiza para disminuir el tamaño de las partículas generalmente a 1/2", se reduce la cantidad al pasar por el divisor Jones de 1/2" de abertura.
 - El chancado secundario, disminuye el tamaño de partícula de la porción obtenida a la malla N° 10 (2 mm). Luego se divide la muestra a través de un cuarteador tipo Jones hasta llegar a tener aproximadamente 250 gramos de muestra.
 - Finalmente se realiza la pulverización que depende del grado de la dureza de la muestra, tipo de olla de pulverización, malla final de la muestra y los elementos a analizar.
- (15) (16) (26)

En la siguiente figura N° 5 se muestra el método de reducción y molienda de minerales.

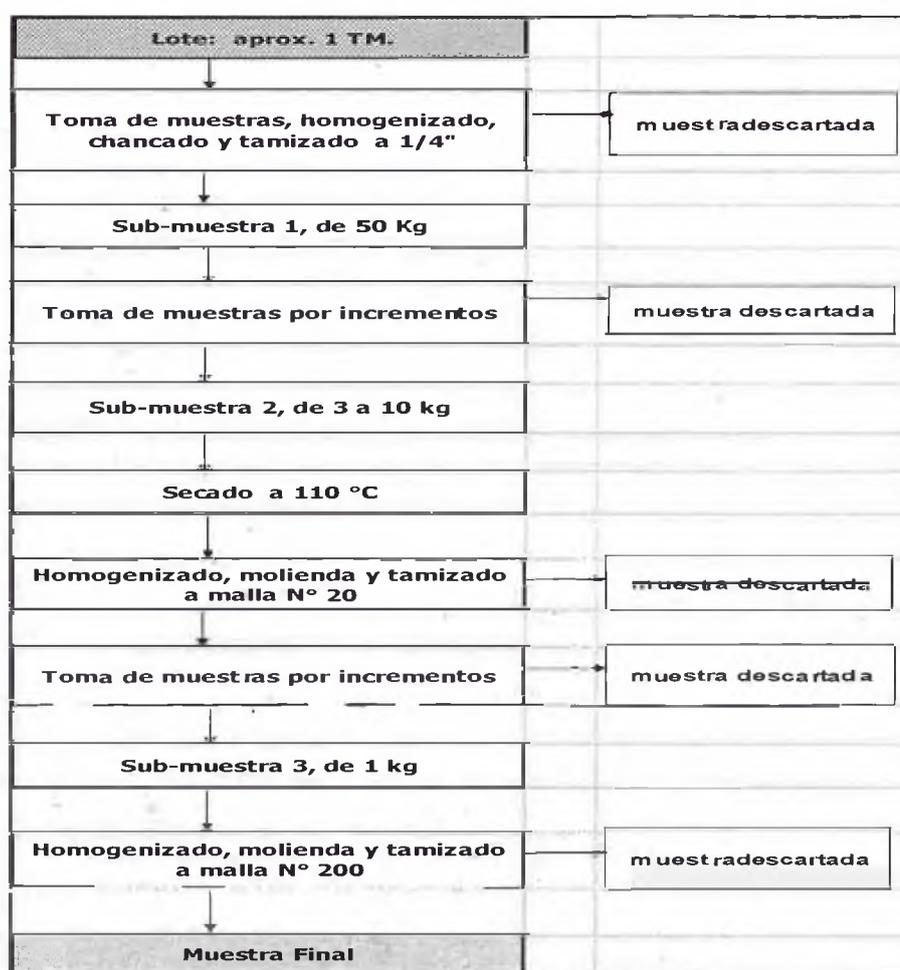


Figura N° 5 Diagrama de muestreo y cuarteo en minerales

- Algunos minerales son muy sensibles a la temperatura y según el elemento a determinar se usa los diversos tipos de ollas de molienda, tal como se muestra en tabla N° 7.

Tabla N° 7 Tipos de ollas de pulverización

Olla de pulverización	Elemento contaminante
Acero Manganeseo	Fe, Mn, C
Acero al cromo	Fe, Mn, Cr, Si, C, V
Carburo de tungsteno	W, Co, C
Ágata	SiO ₂

Preparación de muestras de mina, geoquímicas ó exploración

Los procedimientos de preparación de muestras son⁽¹⁴⁾⁽¹⁶⁾:

a.- Para el caso de minerales de explotación o mina, la preparación de la muestra produce una muestra a la malla ASTM N° 200, tal como se muestra en la figura N° 7.

b.-Para minerales de exploración, con oro de tamaño microscópico visible mayor de 100 micrones, se recomienda usar el método "Newmont", la preparación de este tipo de muestras se inicia con 500 g de muestra. La muestra se prepara hasta pasar la molienda secundaria, luego se hace pasar por la malla N° 10. La porción fina se prepara hasta la malla ASTM N°140.

El método obtiene una muestra "fina" y otra muestra "gruesa", donde se considera el peso tomado antes del tamizado (mallaN°10). Ver la figura N° 8⁽²⁵⁾.

c.- Las muestras de exploración, se prepara de manera similar al procedimiento de minerales de explotación, con la variación de que en la etapa final de entrega de la muestra se tiene una muestra testigo y una muestra para análisis a la malla ASTM N° 140. ⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾. Vea la figura N° 9.

d.- Rocas y testigos de perforación diamantina, el procedimiento empleado lleva la muestra a la malla ASTM N° 140. La figura N° 6 muestra la sala de preparación de muestras de baja calidad.

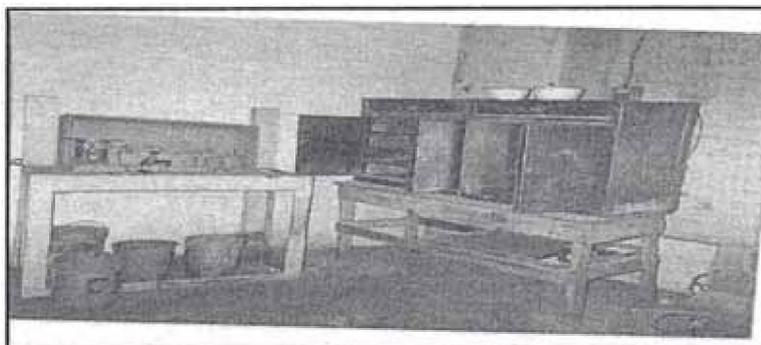


Figura N° 6 Estufa de secado de minerales

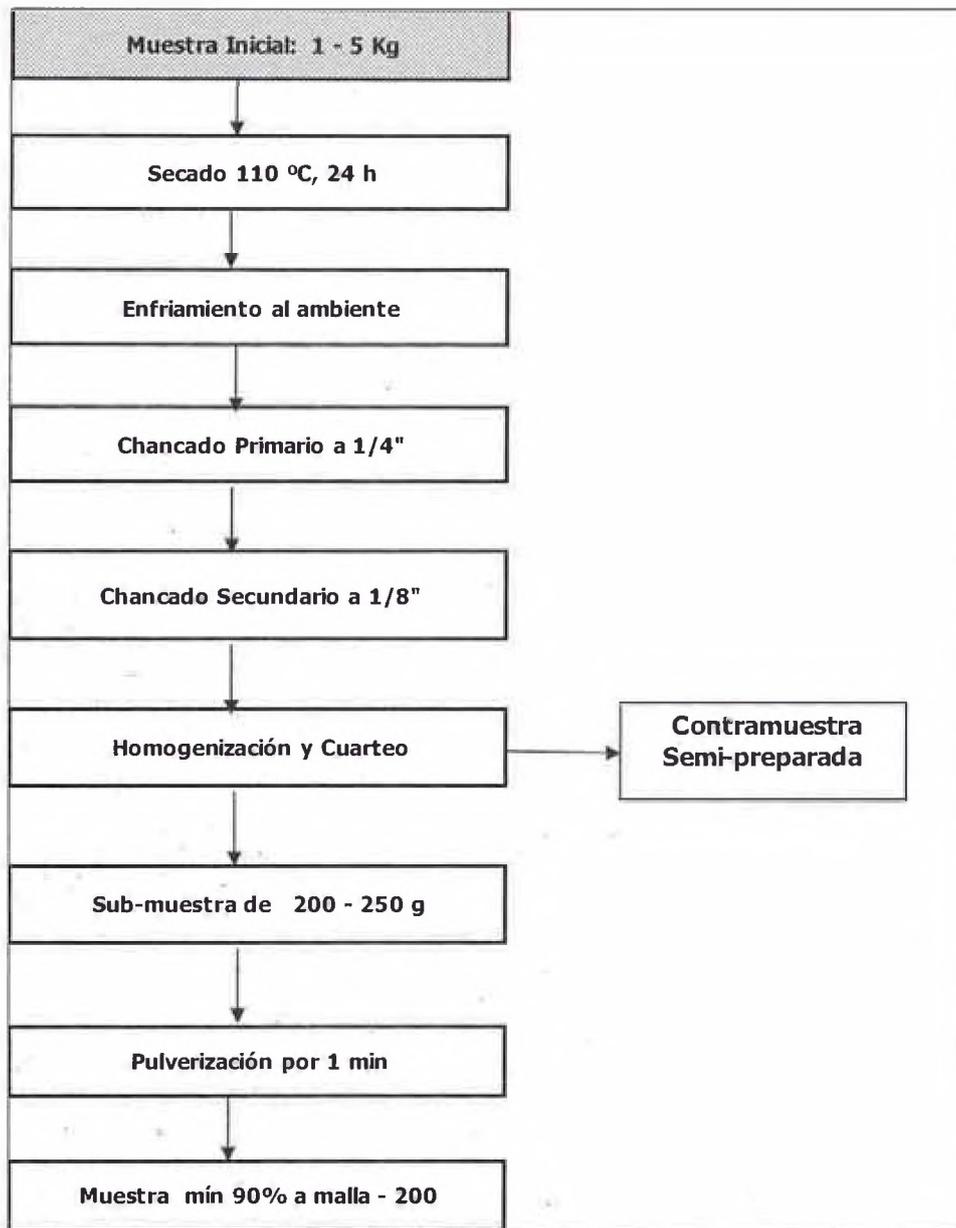


Figura N° 7 Diagrama de preparación de minerales de explotación

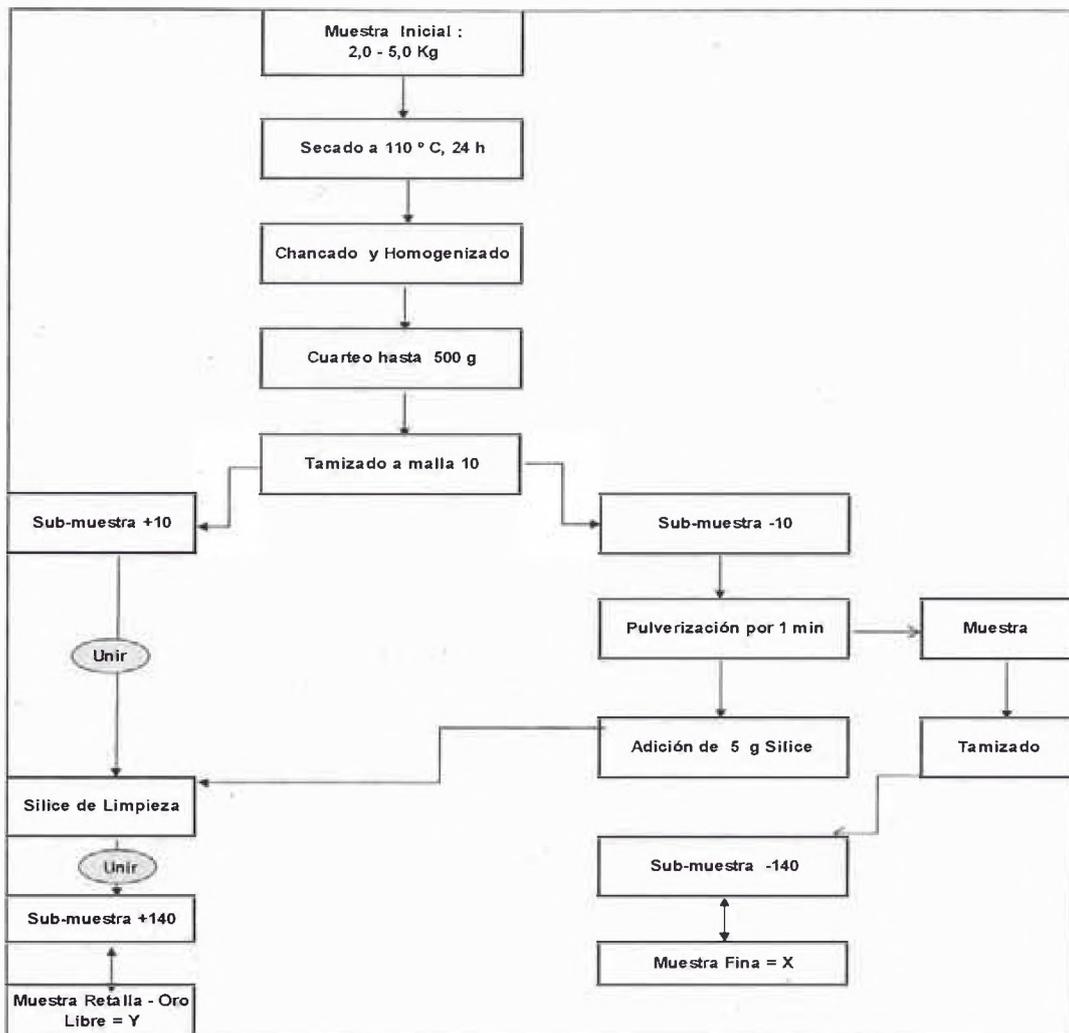


Figura N° 8 Diagrama de preparación de minerales con oro libre

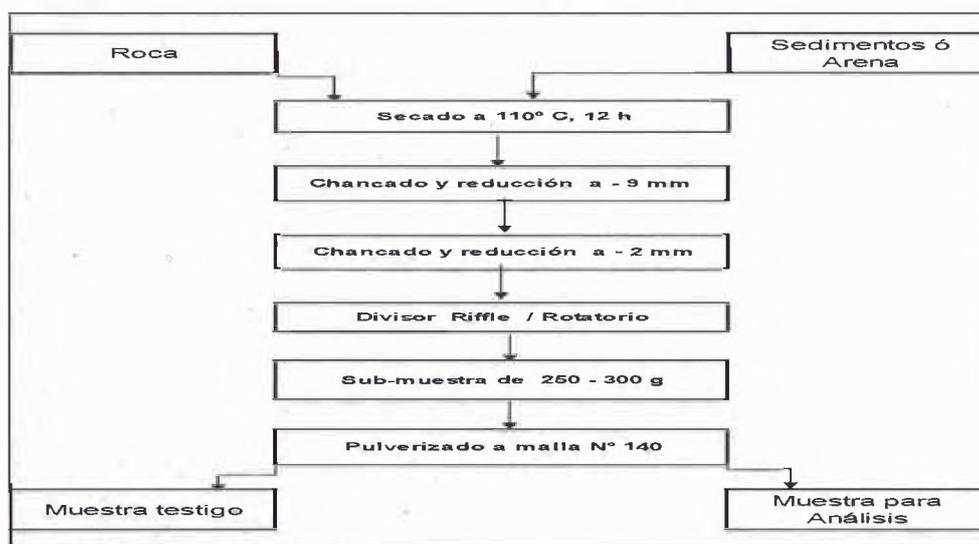


Figura N° 9 Diagrama de preparación de minerales de exploración

1.7.- Ensayos al Fuego

El método de análisis por ensayos al fuego se basa en la operación de pesada del producto final, que se obtiene después de la separación de componentes y con un tratamiento de purificación del producto final, ósea el oro metálico en el estudio aplicativo. Para ello se requiere de la balanza analítica ultra-micro, con una sensibilidad de 0,001 mg y una balanza analítica con una sensibilidad de 0,001 g .⁽⁷⁾⁽¹³⁾⁽⁴⁰⁾. Ver la Figura N° 10.

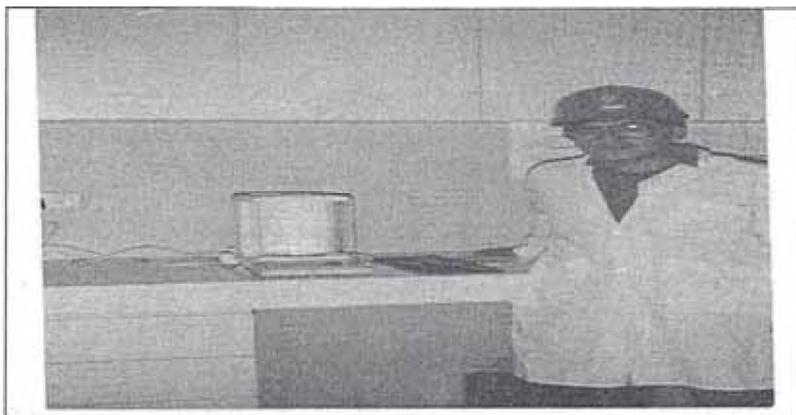


Figura N° 10 Balanza analítica para la pesada de muestras

1.7.1.- Determinaciones previas

En las muestras

Las determinaciones previas para esta técnica de ensayos al fuego se basan en poder determinar qué elementos y en qué porcentajes está contenido en la muestra, para ello se realiza pruebas cualitativas usando ácidos, bases y sales de las reacciones químicas características de los elementos y según esta condición se usa los reactivos de oxidación ó reducción necesarios para la adecuada fundición ⁽¹⁾⁽¹³⁾⁽²⁴⁾.

Pruebas Cualitativas

En el método analítico se ensayan cantidades de muestra entre 0,5 g a 1,0 g con reacciones de alta sensibilidad, en un portaobjetos o reacción a la gota, que generen cambio de color o presencia de precipitados coloreados ⁽¹⁾⁽⁴⁰⁾.

Determinación de sulfuros



Ensayo preliminar de fundición

En un crisol de arcilla se coloca 5 g de muestra con 120 g de mezcla fundente, se homogeniza y se cubre con una capa de bórax, se lleva al horno de fundición a 1 050° C por 1 hora, para obtener un peso de plomo. Se divide el peso de la muestra a tratar entre 5 y se obtiene la cantidad de reactivos a adicionar a la mezcla de fundentes para obtener un peso de plomo de 30 gramos.

1.7.2.- Preparación de patrones, blancos y referencias

La preparación de los patrones internos se realiza con las muestras de frecuente trabajo analítico, los cuales pueden variar según los diversos tipos de muestra ⁽¹⁷⁾⁽²¹⁾.

Se adquiere patrón externo que es el material referencial (mineral certificado), se usa con el mismo peso de muestra a analizar y sirve como muestras de control.

Las muestras blanco, solo contiene químicos de la mezcla de fundentes al cual se le adiciona los reactivos usados en el grupo de muestras a analizar, esto con la finalidad de determinar el efecto de contaminación o pérdidas de metales ⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾.

1.7.3.- Principios

Ensayos al fuego, es una técnica pirometalúrgica que separa el metal a ser determinado de las impurezas presentes en la muestra⁽²⁷⁾⁽³²⁾. El método presenta los siguientes criterios:

- Mineralogía de la muestra.
- Requerimientos del muestreo.
- Requerimientos del pre-tratamiento.
- Requerimientos de fundentes.
- Nivel de precisión y exactitud requerida⁽³²⁾.

Ensayos al fuego, requiere básicamente de 2 separaciones consecutivas que dependen de:

- La gran solubilidad de los metales preciosos en el molde de plomo fundido y la completa insolubilidad en la escoria ⁽¹³⁾.
- La diferencia en la gravedad específica entre las fases de los 2 líquidos: plomo y escoria, el cual permite la completa separación ⁽²⁴⁾⁽³²⁾.

La mezcla de fundentes debe generar lo siguiente:

- Descomposición completa de la muestra.
- Formación de plomo fundido durante la fusión.
- Se debe producir una escoria con alta fluidez .

En la fundición, los óxidos metálicos son considerados como básicos y los óxidos no metálicos como ácidos y las reacciones son del tipo ácido – base.

La escoria está formada por óxidos no metálicos, sílice, bórax, con óxidos metálicos ⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽¹⁷⁾⁽³²⁾

- El plomo recuperado no debe tener un peso menor de 25 g ni mayor de 35 g .

Los principios que gobiernan las operaciones de fundición están referidas en las tablas

N° 8 y 9.

Tabla N° 8 Serie electromotriz del potencial de los elementos

ELEMENTO	producto de oxidación	potencial del electrodo
K	k+	2,92
Mn	Mn ⁺⁺	1,05
Zn	Zn ⁺⁺	0,76
Fe	Fe ⁺⁺	0,44
Ni	Ni ⁺⁺	0,25
Sn	Sn ⁺⁺	0,14
Pb	Pb ⁺⁺	0,13
H ₂	H ⁺	0
Sb	Sb ⁺⁺⁺	- 0,10
Bi	Bi ⁺⁺⁺	- 0,23
As	As ⁺⁺⁺	- 0,30
Cu	Cu ⁺	- 0,47
Te	Te ⁺⁺⁺⁺	- 0,56
Ag	Ag ⁺	- 0,80
Pt	Pt ⁺⁺⁺⁺	- 0,86
Au	Au ⁺	- 1,50

La presencia de ciertos tipos de minerales pueden tratarse según la tabla N° 9 para poder obtener un mejor peso de plomo en la fundición ⁽³²⁾.

Tabla N° 9 Poder de reducción y oxidación de los minerales

Poder de Reducción y Oxidación de algunos minerales		
Mineral reductor	Fórmula	Poder de Reducción
Arsenopirita	FeAsS	7
Carbón	C	18
Calcosita	Cu ₂ S	5
Chalcopirita	CuFeS ₂	8
Harina	C	10
Galena	PbS	3,4
Fierro metálico	Fe	5
Pirita	FeS ₂	11
Pirrotita	FeS	9
Esfalerita	ZnS	8
Estibina	Sb ₂ S ₃	7
Mineral oxidante	Fórmula	Poder de Reducción
Hematita	Fe ₂ O ₃	1,3
Magnetita	Fe ₃ O ₄	0,9
Ilmenita	FeTiO ₃	0,5
Nitro	KNO ₃	4,2
Pirolusita	MnO ₂	2,4

1.7.4.- Procesos de ensayos al fuego

El proceso comprende: la fundición, la escorificación, la copelación, la partición y pesada del producto final (oro metálico de alta pureza).

Preparación de la carga

Según el tipo de muestra pesar de 80 g a 120 g de mezcla fundente y colocar en el crisol al cual se le añade un peso de la muestra de 30 g a 50 g de mineral, luego son mezclados hasta homogeneidad y finalmente cubrir con bórax. A cada muestra añadir un peso de 3 mg de plata metálica ⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽¹⁷⁾⁽²¹⁾.

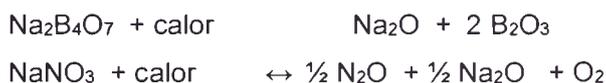
Preparación de la incuartaición

Para disolver el oro debe agregarse plata debido a que las aleaciones de oro - plata son insolubles en ácido nítrico, si la proporción de oro y plata es menor de 1: 2,5 ⁽²²⁾⁽³²⁾.

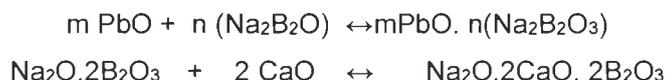
Proceso de Fundición

La fundición se realiza a 1050,0 °C y comprende las siguientes 3 etapas:

1.- Etapa de calentamiento.- Inicialmente se funde el bórax superficial, que es un fundente ácido que al combinarse con componentes básicos forma boratos fusibles y de menor temperatura de fusión; luego el litargirio reacciona con los minerales pasando a plomo metálico formando adicionalmente la escoria. En forma paralela se funde el bórax y el nitrato de sodio a 308 °C ⁽²⁴⁾⁽³²⁾. Según:



Se inicia la formación de boratos y silicatos:



Las escorias toman la forma de silicatos y boratos, así como:



2.-Segunda etapa.- se realizan todas las reacciones químicas, se agita la carga violentamente, el plomo colecta el material noble, reacciona el carbonato y bórax con los constituyentes ácidos y básicos y se produce más escoria y gases CO₂, SO₂ y NO ⁽³²⁾.

Con la presencia de oxígeno se inicia los procesos de oxidación de los metales.

Los minerales ricos en sulfuros actúan como reductores fuertes ⁽²²⁾, según las siguientes reacciones químicas:



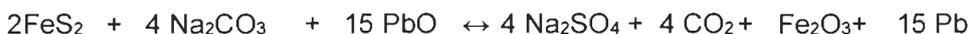
Si los minerales son del tipo oxidantes reaccionan con el plomo:



El carbonato de sodio a 950 °C libera CO₂ y con sílice forma silicatos ⁽²²⁾ y aluminatos fusibles ⁽³¹⁾:



El carbonato de sodio actúa junto con el litargirio como eliminador de sulfuro ⁽³²⁾:





En presencia de litargirio y en ausencia de carbonatos no se forma sulfatos:



La harina es un agente reductor : $2 \text{PbO} + \text{C} \leftrightarrow 2\text{Pb} + \text{CO}_2$

Mucha de las impurezas metálicas se reducen y pasan a impurificar el botón de plomo:



El litargirio es reductor y arrastra con el los metales, se producen silicatos fácilmente fusibles:



Las reacciones de oxidación deben llevar a los compuestos a la escoria, así tenemos al nitrato potásico:



3.- Etapa final.- el plomo colecta toda traza de plata y oro. Al cabo de 30 min a 60 min culmina la fundición y se retiran los crisoles del horno, se agita y se vacía dentro de moldes (lingotera de fierro) para obtener los botones de plomo. El botón frío es sacado del molde y martillado sobre yunque para limpiarlo de partículas de escoria para darle la forma cúbica para un mejor agarre con la tenaza y llevarlo al proceso de escorificación según sea el caso ⁽¹⁷⁾⁽²⁴⁾⁽³²⁾. Ver Figura N° 11.



Figura N° 11 Fundición de minerales

Proceso de Escorificación

Se realiza cuando los contenidos de otros metales como cobre, bismuto, zinc se hallan en el regulo de plomo, es necesario oxidar los metales para enviarlos a la zona de escoria quedando solamente el plomo, oro y plata ⁽²²⁾⁽²⁴⁾.

La escorificación se realiza en un platillo de arcilla que contiene el plomo impurificado, bórax y plomo granulado, luego es colocado en el horno de copelación a 900 °C.

Al fundir el plomo los metales se oxidan por el ingreso de aire al sistema para formar óxidos que pasan a formar las escorias fusibles generalmente de color verde por los boratos y silicatos de metales alcalinos ⁽¹³⁾⁽¹⁷⁾⁽²⁴⁾. Finalmente se vacía el fundido a una lingotera de hierro (molde) y se martilla el plomo obtenido para llevarlo a la copelación.



Proceso de Copelación

El proceso de copelación se lleva a cabo a 900 °C, se funde el plomo obtenido en una copela de magnesia y por efecto de ingreso del oxígeno del aire se oxidan los metales.

Una vez que la copelación se realiza el flujo de aire debe ser incrementado y la temperatura de la mufla debe permanecer entre 800 °C a 850 °C, la copelación genera más calor y el litargirio funde a 883 °C. El tiempo de copelación varía entre 30min a 45 min y la temperatura final de operación es de 875 °C ± 5 °C ⁽¹⁷⁾⁽²⁴⁾⁽³²⁾. Después de la copelación se obtiene el dore que es una aleación de oro y plata. Según el color del dore se prepara para el siguiente proceso de partición.

El plomo obtenido y las impurezas metálicas existentes pasan al proceso de oxidación los cuales son absorbidos por la copela y una parte se volatiliza quedando como residuo un botoncillo de oro y plata (doré) ⁽¹⁴⁾⁽²²⁾.

El cobre, hierro, cadmio es eliminado totalmente por la absorción de la copela en forma de óxidos. La presencia de ciertos metales provoca la pérdida de metales nobles según la tabla N° 10. El bismuto, arsénico, antimonio y zinc se eliminan en parte por absorción en la copela y el restante por volatilización al estado de óxido ⁽¹⁴⁾⁽²²⁾⁽²⁴⁾⁽³²⁾.



Tabla N° 10 Pérdidas de metales nobles por efecto de las impurezas

Impurezas metálicas	% pérdida Oro	% pérdida Plata
Antimonio	1,2	12,8
Arsénico	5,3	13,2
Bismuto	21,8	27,9
Cadmio	3,5	13,1
Cobre	10	32,6
Hierro	4,0	16,6
Estaño	2,0	13,9
Teluro	55,8	67,9
Selenio	54,1	64,5

Preparación del encuarte según características del doré

Según las características del doré, debe estar en una relación de pesos de 1 : 2,5 de oro – plata, para seguir la partición con ácido nítrico. Caso contrario volver a copelar y encuartar ⁽²⁴⁾. Según las investigaciones de Newmont Company la relación de pesos de plata / oro que asegura una adecuada partición, se presenta en la tabla N° 11 ⁽³²⁾.

Tabla N° 11 Relación plata – oro para la partición

Peso de oro	Ratio plata / oro
Menor de 0,1 mg	20 ó 30 a 1
Cerca a 0,2 mg	10 a 1
1,0 mg	6 a 1
10 mg	4 a 1
Mas de 50 mg	2,25 a 1

Si el botón de metal llamado dore ó botón de plata - oro presenta cierta coloración se debe realizar nuevamente una segunda copelación usando unos gramos de plomo granulado, según la tabla N° 12 ⁽²⁴⁾⁽³²⁾.

Tabla N° 12 Encuarte con plata metálica

color característico	riqueza en oro de la aleación milésimas	cantidad de plomo (g) para copelar 250 mg de aleación	cantidad de plata (g) de encuarte para un peso de oro "X"
amarillo ocre	1 000,0	0,25	3,0 x
amarillo ocre	900	2,50	2,5 x
amarillo-verdoso	800	4,0	2,0 x
amarillo-verdoso	700	5,5	2,0 x
amarillo-verde agua	600	6,0	2,0 x
blanco	500	6,4	1,5 x
blanco opaco	400	8,5	1,0 x

Proceso de Partición

El botoncillo de oro - plata se saca de la copela con una pinza especial, se limpia con un cepillo duro. Luego se enfría y se coloca en un crisol de porcelana de 30 cm³ al cual se le añade 15 cm³ de ácido nítrico diluido (1:5) y se calienta por 20 minutos ⁽³²⁾. Una vez terminado la reacción se agrega unos 5 cm³ de ácido nítrico concentrado para asegurar la completa disolución de plata, quedando el oro libre, el cual es limpiado con más ácido nítrico antes de ser lavado con agua des-ionizada por 3 veces.



Después de lavar el oro se agrega unas gotas de solución de amoníaco para que no existan trazas de cloruro de plata, finalmente se lava 2 veces más con agua des-ionizada y después es secado cuidadosamente sobre la plancha de calentamiento ⁽¹⁷⁾⁽²²⁾⁽³²⁾.

El oro es templado ó calcinado en un horno pequeño a 500 °C, luego es enfriado y finalmente pesado en una micro-balanza ⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽²⁵⁾.

Todo el proceso del análisis se observa en la figura N° 12.

La partición del oro depende de ciertos factores los cuales se indican en la tabla N° 13.

Tabla N° 13 Factores que afectan la partición

1.- Preparación de la perla para la partición
a.- Ratio de plata – oro
b.- Incuartación
c.- Laminado del botón
2.- Condición de la solución
a.- Tipo de ácido nítrico
b.- Pureza del ácido y agua de lavado
c.- Temperatura del ácido
d.- Cantidad de ácido
e.- Concentración del ácido
f.- Tiempo de reacción
g.- Presencia de metales del grupo de platino
3.- Remoción del ácido de la perla de plata –oro
a.- Decantación de lavado
b.- Destrucción de la perla por partición
4.- Preparación del botón de oro para la pesada
a.- Secado
b.- Laminado
c.- Calcinado

Pesada y Cálculos

Para la pesada del oro se usa una ultra micro-balanza analítica (sensibilidad: 0,000 1 mg) que debe ser calibrada con una pesa de 200 mg ⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽³²⁾.

Los duplicados requieren el cálculo de la diferencia y la desviación relativa según [10][11]:

$$\text{Diferencia oro} = I - D \quad \dots[10]$$

Dónde: I es el valor del ensayo inicial, D es el valor del duplicado.

$$\% \text{ desviación relativa} = (I - D) * 100 * 2 / (I + D) \quad \dots[11]$$

En el caso del duplicado por adición de oro se calcula y se registra en el diagrama de control, según [12]:

$$\text{Duplicado de recuperación} = (S - I) * 100 / SV \quad \dots[12]$$

Dónde: S es el duplicado por adición, I es el valor inicial, SV es el valor de oro añadido.

Cálculo del contenido de metales nobles:

Para la determinación del contenido de oro se usa la siguiente fórmula [13]:

$$\text{Oro (g / t)} = \frac{\text{Peso oro (mg)} * 10^3}{\text{Peso de muestra (g)}} \quad \dots[13]$$

Peso de muestra (g)

Dónde: (g / t), está referido según S.I. (sistema internacional de unidades), al número de gramos por cada tonelada métrica.

1.7.5.- Normativas de ensayos al fuego

INDECOPI. NTP. 122.014

Considera:

La concentración de oro y plata en la mezcla fundente es: Au = 0,02 g / t (0,000 002 %), Ag = 0,4 g / t (0,000 04%).

El rango de peso de oro a medir es de 0,05 mg a 30 mg.

El rango de peso de plata a medir es de 0,5 mg a 50 mg, para un peso de muestra de 30 g entonces la concentración mínima será: 166 ppb.

La fusión se realiza a 1 100 °C, la copelación se realiza a 820 ° C.

JIS: M8111:1963

La muestra pulverizada debe llegar a la malla ASTM N° 100.

El rango de peso de oro a medir es de 0,05 mg a 30 mg

El rango de peso de plata a medir es de 0,5 mg a 50 mg, para un peso de muestra de 30 g entonces la concentración mínima será: 166 ppb .

La fusión se realiza a 1 100 °C, la copelación se realiza a 820 ° C.

Tolerancia: determina la base para considerar la precisión de los resultados analíticos, está basado en:

Cantidad de oro – mg tolerancia (mg)

Menos de 0,50 - 0,01

De 0,50 a 1,00 - 0,02

De 1,00 a 2,00 - 0,03

De 2,00 a 3,00 - 0,04

De 3,00 a 4,00 - 0,05

De 5,00 a 10,00 - 0,07

De 10,00 a 20,00 - 0,10

ISO 10378: 2005

Aplicable desde 0,5 g / t a 300 g / t

La concentración de oro y plata en la mezcla fundente es: Au = 0,01 g/t (0,000 001 %).

Peso de plomo obtenido de 30 g a 45 g .

La fusión se realiza a 1 000 °C, la copelación se realiza a 890 °C.

Peso de muestra de 20 g .

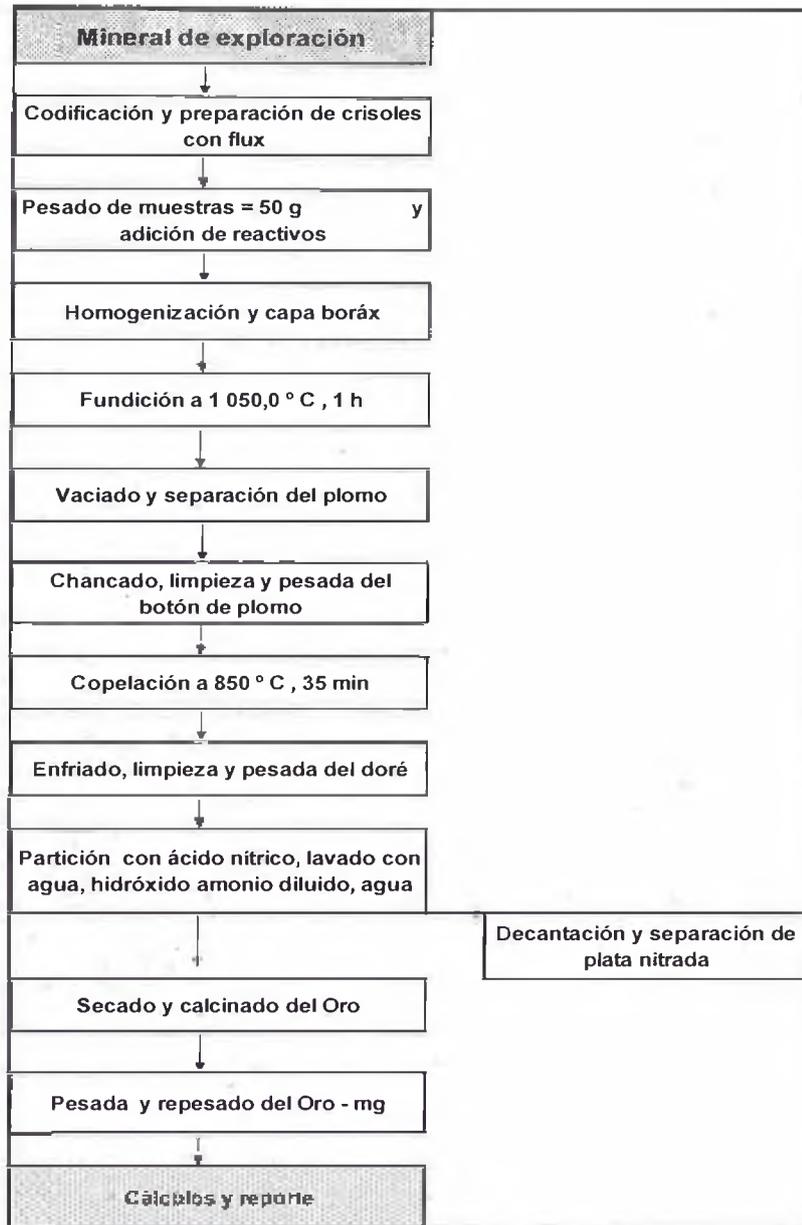


Figura N° 12 Diagrama de análisis de oro por ensayo al fuego

1.8.- Absorción atómica

La espectrofotometría de absorción atómica ofrece una técnica muy útil para la determinación de pequeñas cantidades de oro. La línea de absorción del oro es de 242,8 nm (nanómetros) y presenta una sensibilidad de detección de 0,3 ug oro / cm³ ⁽³¹⁾⁽³⁾⁽⁸⁾.

La precisión por absorción atómica esta entre 0,5 % a 2,0% del coeficiente de variación.

El rango analítico óptimo de lectura es de 0,1 a 0,5 unidades de absorbancia ⁽¹¹⁾.

Los estándares son chequeados cada 10 lecturas . Ver figuras N° 13 y 14.

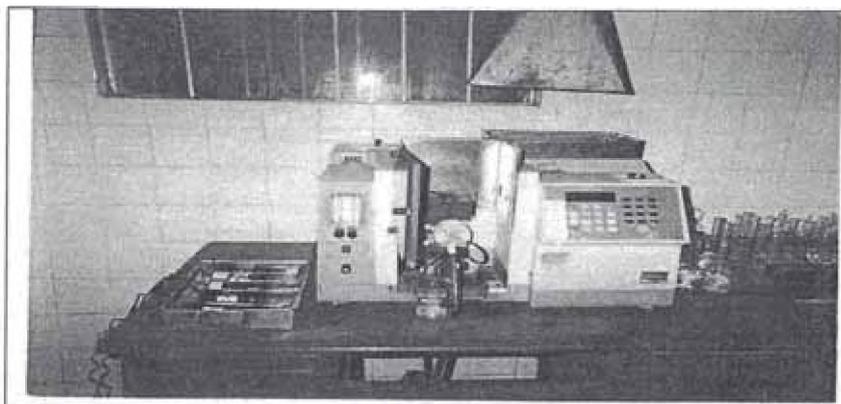


Figura N° 13 Equipo de absorción atómica marca Perkin Elmer



Figura N° 14 Soluciones stock y soluciones de trabajo

La ley de Beer, establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de las especies absorbantes para unas condiciones instrumentales dadas. Esto nos sirve para tener una relación lineal de calibración a una determinada concentración ⁽³⁾⁽³⁸⁾, donde se representa por la ecuación [14] [15]:

$$A = \text{Log} (I_0 / I) \dots[14]$$

Además:

$$A = a \cdot b \cdot C \dots[15]$$

Dónde:

a: es el coeficiente de absorptividad, característica de cada especie.

b: la longitud del paso de luz ocupado por la celda de absorción.

C : la concentración de las especies absorbantes en la celda de absorción.

1.8.1.- Consideraciones previas

Los minerales deben transformarse a soluciones ideales para su mejor lectura por absorción atómica y para ello se tiene las siguientes consideraciones:

- a.- El medio en que se hallarán los elementos para análisis, será nitratos, cloruros, cianuros, sulfatos, etc. para tener un medio común a la calibración.
- b.- La composición de la matriz de la muestra permite evaluar su comportamiento ante el ataque ácido y conseguir una adecuada disolución de los elementos.
- c.- La generación de sólidos ó coloides en la solución, como posible interferencia en la fluidez de la muestra y lectura por la llama.
- d.- El efecto de hacer grandes diluciones de la muestra con la finalidad de tener concentraciones dentro de la curva de calibración ⁽³⁾⁽⁸⁾⁽¹²⁾ no debe realizarse.
- e.- Reactivos de mínimas impurezas con grado p.a.
- f.- El agua debe ser destilada con KMnO_4 u obtenida por resinas de intercambio iónico cuya conductividad debe estar entre $0,1$ a $0,2 * 10^{-6}$ Ohm / cm.

Los límites de detección determinados en el equipo de absorción atómica son:

- Oro – 10 ppb (partes por billón)
- Cobre – 2 ppm (partes por millón)
- Plata - 100 ppb ⁽¹¹⁾.

1.8.2.- Acondicionamiento de las muestras

Esta dado por el uso de:

- Las soluciones de minerales después de la disolución se deben acondicionar según los siguientes medios:

- a.- Medio ácido, en medio nítrico, clorhídrico, a un PH no mayor de 3. De ello se puede realizar una lectura directa o realizar la extracción por solvente usando MIBK (metil isobutil cetona) para su posterior lectura por el equipo de absorción atómica. Se usa sulfato de aluminio, o soluciones de lantano para evitar las diversas interferencias ⁽²³⁾⁽³³⁾.
- b.- Medio básico, regulado para la medición a un mínimo PH básico de 10, para luego acomplejar el oro presente con solución de cianuro de sodio ⁽³⁴⁾⁽³⁷⁾.

Las soluciones se acondicionan según sus elementos como se indica en la tabla N° 14.

Tabla N° 14 Acondicionamiento de las muestras según elemento y matriz

Elemento	Medio	Reactivo Acondicionante
Pb, Se, Te, Si, Zn	10% HCl + 10 % aluminio	nitrato de aluminio - 2 %
Pt, Pd	10% HCl + 10 % lantano	cloruro de lantano - 10 %
Cu, Bi, Fe	10% HNO ₃ + 10 % lantano	cloruro de lantano - 10 %
Ag, Au, As, Sb	10% HNO ₃ + 10 % aluminio	nitrato de aluminio - 2 %

1.8.3.- Preparación de soluciones de calibración, referencia y blancos

La preparación química de las soluciones debe estar en relación a los medios que presentan las soluciones de calibración y referenciales.

Los patrones referenciales son muestras de patrones externos, que poseen matrices similares y que sirven de control.

Los blancos, no contienen a la muestra y está compuesta básicamente de reactivos de disolución de la muestra, nos sirven para detectar posibles contaminaciones ó efectos de matriz en las diversas lecturas ⁽¹¹⁾⁽¹⁸⁾.

1.8.4.- Procedimientos de calibración

Las soluciones de calibración se preparan a partir de las soluciones estándar del elemento de análisis, estas soluciones nos permiten obtener una relación lineal entre la concentración y la absorbancia;

La curva de calibración nos sirve para encontrar las concentraciones del elemento de análisis. Para nuestro caso se prepara soluciones de oro con concentraciones de 0,5 ppm; 1,0 ppm; 2,5 ppm; 5,0 ppm y 10,0 ppm; que son leídas en el equipo de absorción atómica. De manera similar se realiza para las soluciones de plata y cobre ⁽³²⁾⁽¹²⁾.

1.8.5.- Cálculos

1.- Para soluciones de alta concentración

$$\text{cm}^3 \text{ de solución stock} = \frac{\text{conc. std diluido} \cdot \text{volumen std diluido. cm}^3}{\text{conc. de la solución stock}} \quad \dots [16]$$

Dónde: conc.: concentración. std: estándar.

2.- Para sólidos o líquidos químicos:

D.F. factor de dilución

$$\text{D.F.} = \frac{\text{volumen de la solución de muestra diluida. cm}^3}{\text{volumen de alícuota tomada para diluir. cm}^3} \quad \dots [17]$$

2.1.- Muestras sólidas :

$$\text{elemento (ug / g)} = C \cdot V \cdot \text{D.F.} / W \quad \dots [18]$$

2.2. Muestras líquidas:

$$\text{elemento (ppm)} = C \cdot \text{D.F} \quad \dots [19]$$

1.9.- Normas técnicas de referencia

La presente investigación está basado en las diversas normativas nacionales e internacionales :

a.- La preparación de muestras y determinación de humedad:

- Norma Técnica Peruana. N° 122.013:1974 (revisada 2012). INDECOPI. Minerales no Ferrosos. Método de muestreo y de preparación de la muestra para los ensayos químicos y humedad.
- Norma Técnica Peruana N° 350.001:1970 (revisada 2012). Tamices de ensayo.

b.- Ensayos al fuego:

- Norma Técnica Peruana N° 122.014:1974 (revisada 2012) Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata.
- Norma Técnica Japonesa. JIS - M - 8111:1963 . Métodos para determinación de oro y plata en minerales.
- Norma Técnica Peruana N° 342.704:1975. Oro. Método para la determinación de oro en oro refinado.
- Norma Técnica Peruana N° 342.705:1975. Oro. Método de análisis para determinar las impurezas.
- Norma Técnica Peruana ISO N° 11426:2002. Determinación de oro en aleaciones para joyería y orfebrería. Método de copelación. Ensayos al fuego.
- ISO 10378: 2005. Copper, lead and zinc sulfide concentrates - Determination of silver and gold contents - Fire assay gravimetric and flame atomic absorption spectrometric method.
- Mcguire M., (1989). Trial by Fire. A fire assay short course. Newmont. EE.UU.

c.- Absorción atómica:

- The Japan Society for analytical chemistry. (2002). Sample digestion methods for the determination of traces of precious metals by spectrometric techniques. Analytical Sciences. vol. 18.
- Australian Standard™. AS 2678.5—2002. Zinc sulfide concentrates - Chemical analysis Part 5: Determination of silver and gold contents - Fire assay and flame atomic absorption spectrometric method using scorification or cupellation.
- Ramesh S., Sunder P., Anjaiah K., Ramavathi Mathur, et al. National Geophysical Research Institute. Hyderabad. Determination of Gold in Rocks, Ores, and Other Geological Materials by Atomic Absorption Techniques. India.
- Rowland J. Trace Analysis of Gold by Atomic Absorption. Agilent Technologies.

CAPITULO 2. PARTE EXPERIMENTAL

Los trabajos experimentales se han realizado en base a la Norma Técnica Peruana N° 122.013:1974 (revisada 2012). INDECOPI. Minerales no Ferrosos. Método de muestreo y de preparación de la muestra para los ensayos químicos y humedad.

2.1.- Consideraciones preliminares

Para realizar el estudio se clasifica a los minerales en:

- 1.- Minerales de exploración ó geoquímica.
- 2.- Minerales de explotación ó de mina ó de alimentación a la planta de procesos.
- 3.- Minerales con contenido de oro libre ó partículas metálicas.

2.2.- Preparación de patrones

La preparación de patrones de mineral, se inicia con la recolección de las muestras de tipo mineral que ingresan al laboratorio químico, hasta un máximo de 20 kg. Luego se procede a la molienda y reducción de la muestra por el método de incrementos en cuarteos sucesivos. Se obtiene las muestras patrón "A" y "B" ⁽²⁶⁾ y se sigue el siguiente procedimiento:

- a.- Poner a secar la muestra en bandejas metálicas en la estufa a 110 °C durante 24 horas. Ver la figura N° 15.
- b.- Enfriar a temperatura ambiente y pasar la muestra por la chancadora primaria ajustada a ¼".
- c.- Pasar la muestra por la chancadora secundaria ajustada a 1/8".
- d.- Se realiza el cuarteo sucesivo por varias veces y se los separa para obtener las muestras representativas de cada etapa.
- e.- Pulverizar las muestras hasta la malla ASTM N° 200 ⁽¹⁵⁾⁽¹⁹⁾.

Para la mejor visualización se realiza el esquema del cuarteo de los patrones "A" y "B" que se observa en las figuras N° 16 y 17. Los datos experimentales se observan en las tablas N° 15 y 16.

Nota.- Se indica a continuación los códigos de las muestras enviadas para análisis:

Patrón "A" .- 0 = A1, 1 = A2, 3 = A3, 6 = A4, 7 = A5, 10 = A6, 12 = A7, 14 = A8

Patrón "B" - 0 = A, I = B, IV = C, VI = D, VIII = E, X = F, XII = G, XIV = H

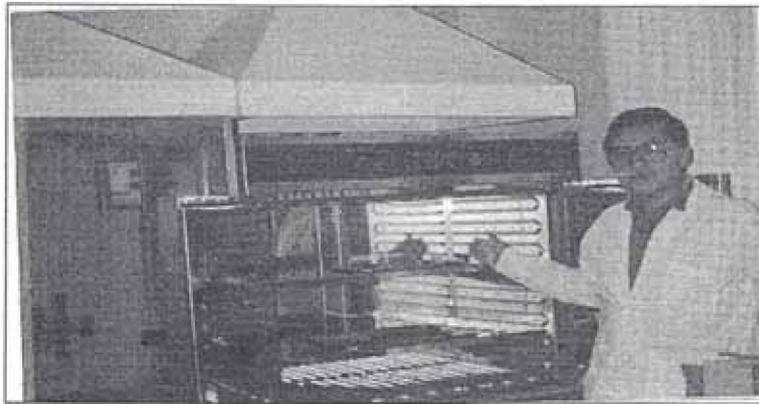


Figura N° 15 Estufa para secado de muestras

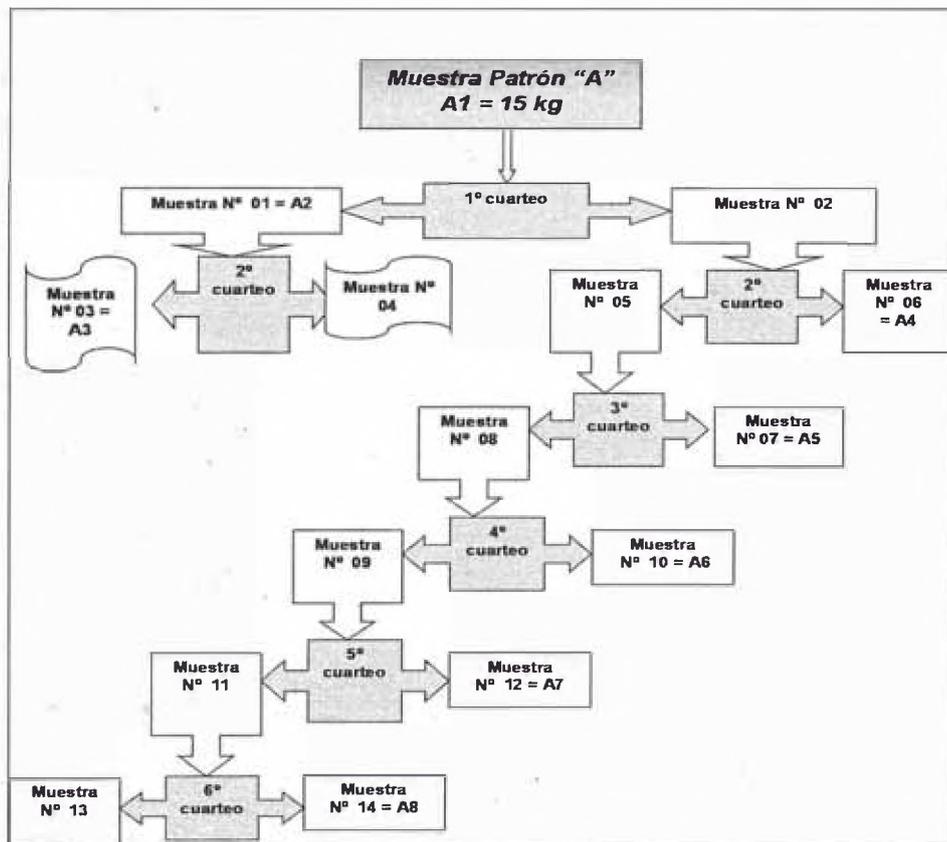


Figura N° 16 Esquema de muestreo por incrementos - patrón "A"

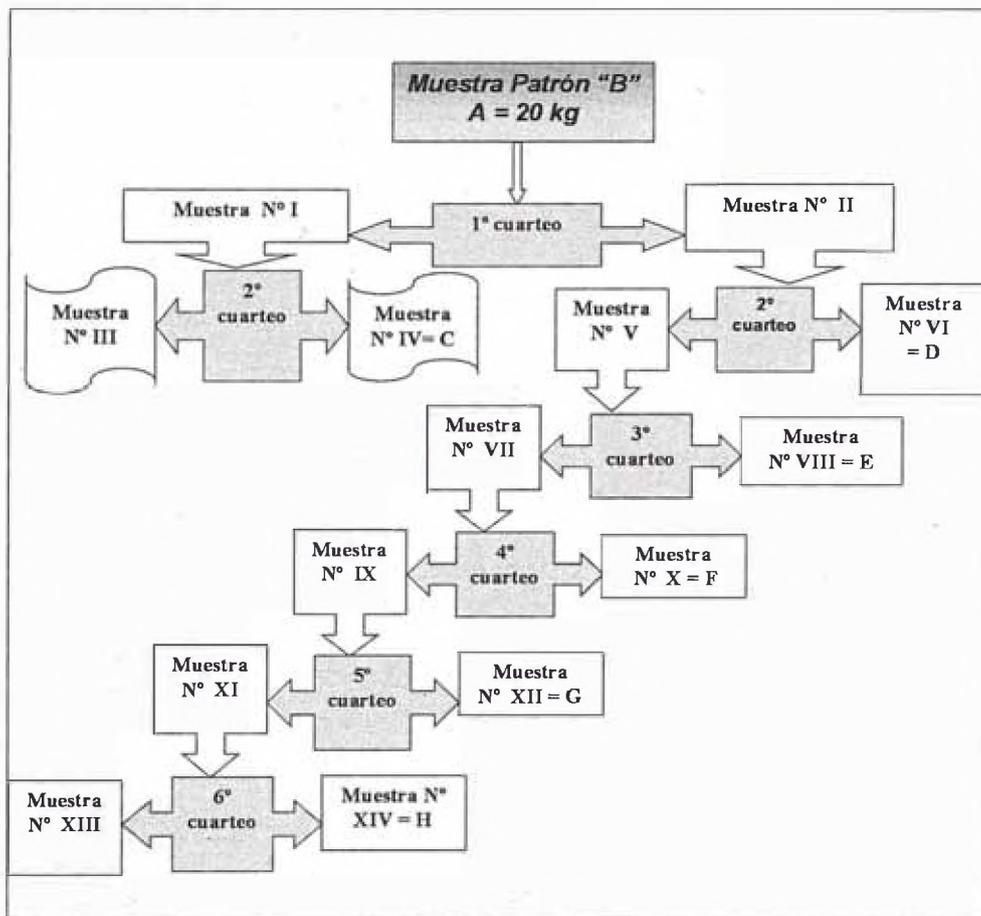


Figura N° 17 Esquema de muestreo por incrementos - patrón "B"

Tabla N° 15 Pesos de cuarteo del mineral patrón "A"

Etapa del cuarteo	Observaciones	Peso obtenido (kg)
	P.I.= peso inicial	
0	Inicio	15 175,2
1ª	P.I = 15 175,2	7 366,2
		7 586,5
2ª	P.I = 7 366,2	3 368,0
		3 981,8
3ª	P.I = 7 586,4	4 233,6
		3 302,8
4ª	P.I = 4 233,6	2 178,2
		2 050,5
5ª	P.I = 2 050,5	1 153,1
		894,9
6ª	P.I = 1 153,1	663,6
		483,5
7ª	P.I = 663,6	360,8
		297,7

Tabla N° 16 Pesos de cuarteo del mineral patrón "B"

Etapa del cuarteo	Observaciones	Peso obtenido (kg)
	P. I. = peso inicial	
0	Inicio	20 093,4
1 ^a	P. I. = 2 0 093,4	9 509,6 10 125,0
2 ^a	P. I. = 9 509,6	5 035,7 4 453,8
	P. I. = 10 125,0	5 395,7 4 688,3
3 ^a	P. I. = 5 035,7	2 786,2 2 237,8
4 ^a	P. I. = 2 786,2	1 531,6 1 252,0
5 ^a	P. I. = 1 531,6	840,3 687,0
6 ^a	P. I. = 840,3	461,3 376,1

2.3.- Preparación de muestras

Las muestras de mineral se analizan granulométricamente en los equipos de vibración (ROTAP) y son preparadas según se muestra en la parte teórica. Ver la figura N° 18.



Figura N° 18 Análisis granulométrico de minerales

2.4.- Chancado y pulverización

Las muestras de mineral se pasan por la chancadora primaria, luego por la chancadora secundaria, finalmente se colocan en el pulverizador, los datos se observan en las tablas N° 17, 18, 19 y 20. Ver las figuras N° 19 y 20.

Tabla N° 17 Análisis de mallas del mineral en el chancado

N° de malla	Peso 1 (g)	Peso 2 (g)
3/8"	3,00	2,79
1/4"	25,20	30,01
6	60,60	46,58
10	45,90	46,25
20	54,00	60,68
40	27,00	34,11
70	18,60	25,58
100	7,80	16,40
200	11,40	11,48
-200	46,50	54,12
Total	300,00	328,00

Tabla N° 18 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 1 minuto

N° de malla	Peso 1 (g)	Peso 2 (g)
100	54,25	41,79
200	59,96	47,09
270	30,69	26,49
400	18,56	18,84
- 400	193,44	160,10
Total	356,90	294,30

Tabla N° 19 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 2 minutos

N° de malla	Peso 1 (g)	Peso 2 (g)
100	4,90	6,20
200	28,40	30,70
270	33,00	27,60
400	19,50	16,10
-400	244,10	229,70
Total	329,80	310,40

Tabla N° 20 Análisis granulométrico del mineral pulverizado por 3 minutos

N° de malla	Peso 1 (g)	Peso 2 (g)
100	5,30	6,80
200	30,50	33,50
270	35,50	30,10
400	20,90	17,60
-400	262,4	250,3
Total	354,60	338,20



Figura N° 19 Chancado de minerales

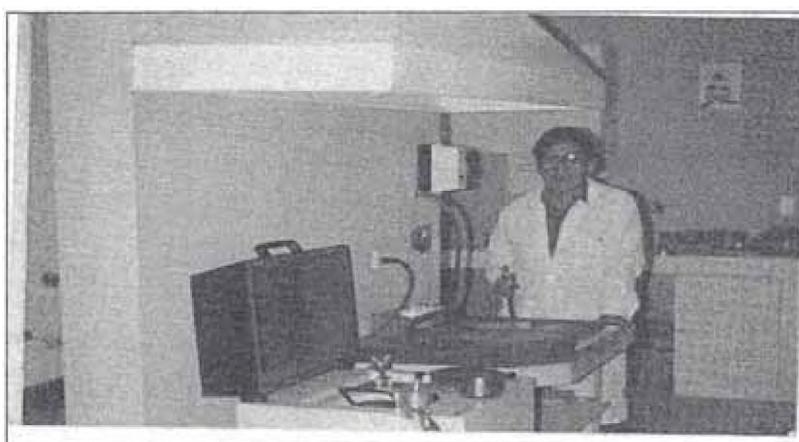


Figura N° 20 Pulverizado de minerales

2.5.-Ensayos al fuego

Los trabajos experimentales de ensayos al fuego se han realizado según la Norma Técnica Peruana N° 122.014:1974 (revisada 2012). INDECOPI. Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata.

2.5.1.- Determinaciones previas

Para realizar los análisis es necesario realizar ensayos preliminares para controlar los parámetros en cada etapa del ensayo.

A.- Ensayo preliminar de la fundición

Se pesa 10 g de muestra, se coloca en un crisol de arcilla y se añade mezcla de fundentes, se homogeniza y se funde a 1 100 °C. El plomo obtenido se extrapola para un peso de 30 g de muestra.

B.- Control de los reactivos

La presencia de contenidos de plata u oro en los reactivos se comprueba en la mezcla de fundentes, tratándolo como una muestra blanco ⁽²²⁾, tal como se observa en la tabla N° 23. En el ámbito nacional se tiene diversas mezclas de fundentes. Ver las tablas N° 21 y 22.

Tabla N° 21 Mezcla de fundentes para mineral oxidado

Fundente	Masa – kg	Masa – lb	% en peso
Litargirio	17,50	38,50	50,00
Carbonato de sodio	12,50	27,50	35,71
Bórax	4,00	8,80	11,43
Sílice	1,00	2,20	2,86
Total	35,00	77,00	100,00

Tabla N° 22 Mezcla de fundentes para mineral sulfurado

Fundente	Masa – kg	Masa – lb	% en peso
Litargirio	18,15	36,30	51,40
Carbonato de sodio	12,1	24,20	34,30
Bórax	2,86	5,72	8,10
Sílice	2,2	4,40	6,20
Total	35,31	70,62	100,00

Tabla N° 23.- Pesos de oro y plata en los reactivos de fundición

Peso de fundente (g)	Peso de plomo (g)	Peso plata (mg)	Peso oro (mg)
100	29	0,003 9	<0.000 5
110	26	0,003 2	<0.000 5
110	28	0,003 8	<0.000 5
110	31	0,003 3	<0.000 5
110	30	0,003 5	<0.000 5
120	29	0,003 0	<0.000 5
120	30	0,004 1	<0.000 5
120	27	0,003 9	<0.000 5
120	28	0,003 8	<0.0005
120	33	0,004 2	<0.000 5
120	29	0,003 9	<0.000 5
120	30	0,004 1	<0.000 5
130	32	0,003 6	<0.000 5
130	33	0,004 2	<0.000 5
130	29	0,004 0	<0.000 5
130	28	0,003 9	<0.000 5
140	34	0,004 2	<0.000 5
140	35	0,004 4	<0.000 5
200	35	0,004 3	<0.000 5

C.- Control del contenido de cloruros en el ácido nítrico

Procedimiento

- a.- En un crisol de porcelana introducir unos 30 cm³ de una solución preparada de ácido nítrico (1:5) al cual se le añade unos 2 cm³ de solución 1,0 normal de nitrato de plata.
- b.- La presencia de una opalescencia blanquecina al cabo de unos minutos nos indicara la presencia de alto contenido de cloruros.

D.- Control de la copela:

1.- Control de la humedad

La humedad de las copelas se determina por la diferencia de pesada en el secado de que se realiza durante unas 2 horas. Los datos se muestran en la tabla N° 24.

Tabla N° 24 Determinación de la humedad en copelas

Peso de copela húmeda (g)	Peso de copela seca (g)
68,75	60,73
72,36	63,45
56,45	48,63
57,89	49,56
67,45	59,34
68,34	61,32
70,22	62,76
71,44	63,29
68,91	59,67
58,99	49,42
62,35	53,44
74,52	67,36
64,68	57,83
65,63	57,97
73,55	64,24
69,82	61,35

2. Prueba de la absorción de plomo por las copelas

Las copelas absorben una cantidad de peso de plomo igual a su peso de fabricación de la copela y según la temperatura de copelación. Ver la tabla N° 25.

Tabla N° 25 Medición de la absorción de plomo por las copelas

Peso plomo (g)	Peso copela (g)	peso copela + óxido plomo absorbido (g)
40,00	60,73	94,08
40,00	63,45	96,23
40,00	64,24	96,75
40,00	61,35	94,69
45,00	60,78	99,39
45,00	61,42	98,95
45,00	64,29	102,13
45,00	62,88	101,01
55,00	66,35	113,50
55,00	62,51	109,03
55,00	62,54	110,00
55,00	63,68	110,66

3. Determinación de las pérdidas de plata por copelación

Depende de la copelación de los régulos de plomo y de las temperaturas en cada posición de las copelas dentro del horno ⁽²²⁾. Las pérdidas de plata por efecto de la copelación, son absorbidas por la copela y se determina por el ataque ácido de la copela

pulverizada a malla N° 100 y leído por absorción atómica, tal como se observan en las tablas N° 26 y 27.

Tabla N° 26 Determinación de la variación de plata por copelación

Plata inicial (mg) (99,999%)	Plata (mg)	Plomo (g)
	copelado	usado
28,27	27,74	25,00
36,34	35,54	25,00
45,78	44,85	25,00
57,07	55,79	30,00
59,34	57,89	30,00
62,09	60,41	30,00
66,76	65,06	30,00
69,00	67,09	30,00
69,45	67,42	30,00
72,34	70,22	30,00
74,26	72,04	30,00
75,34	73,22	30,00
84,34	81,53	35,00
88,85	86,03	35,00
88,65	85,55	35,00
98,56	95,06	35,00
129,46	124,76	40,00
147,89	142,38	40,00
186,39	180,32	40,00

Tabla N° 27 Determinación de la plata absorbida en la copela

Peso de copela (g)	Peso de muestra (g)	Lectura Plata (ppm)	Volumen fiola (cm ³)
60,73	2,00	0,00	50,0
63,45	2,00	0,01	50,0
48,63	2,00	0,01	50,0
49,56	2,00	0,02	50,0
59,34	2,00	0,02	50,0
61,32	2,00	0,02	50,0
62,76	2,00	0,03	50,0
63,29	2,00	0,04	50,0
59,67	2,00	0,05	50,0
49,42	2,00	0,05	50,0
53,44	2,00	0,05	50,0
67,36	2,00	0,05	50,0
57,83	2,00	0,08	50,0
57,97	2,00	0,07	50,0
64,24	2,00	0,07	50,0
61,35	2,00	0,07	50,0
53,64	2,00	0,09	50,0
48,45	2,00	0,11	50,0
58,28	2,00	0,11	50,0

4.- Medición de las zonas calientes del horno en la copelación

El criterio de la medición de zonas calientes es identificar la heterogeneidad de las operaciones de copelación dentro del horno mufla. Tal como se ve en la figura N° 21 y tabla N° 28.

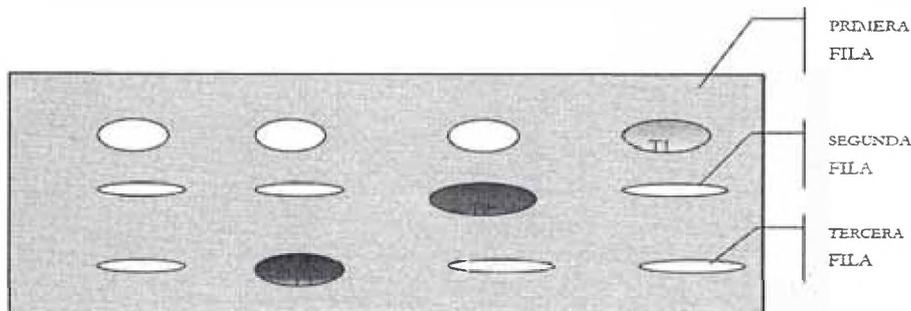


Figura N° 21 Ubicación de títulos de plata en la copelación

Tabla N° 28 Determinación de las zonas calientes del horno en la copelación

Plata inicial(mg) (99,99%)	Plata copelada (mg)	Plomo usado (g)	Ubicación copela en el horno
68,15	66,95	32,2	1° FILA
69,00	67,70	32,3	T1
77,64	76,32	34,8	T1
56,77	55,51	29,3	T1
43,21	42,27	28,7	T1
23,55	22,95	27,4	T1
62,09	60,54	32,1	2° FILA
62,54	60,95	32,2	T2
88,65	86,55	36,9	T2
75,34	73,52	34,3	T2
45,78	44,55	28,7	T2
28,27	27,44	27,5	T2
67,36	65,03	32,4	3° FILA
57,07	54,79	29,5	T3
84,34	81,53	36,4	T3
98,56	95,56	36,8	T3
69,46	66,76	32,5	T3
47,89	45,88	28,2	T3
56,39	54,26	29,7	T3

E.- Controles de la operación de fundición de minerales

Las fundiciones de minerales se realizan a 1 050,0 °C para obtener la cantidad y calidad de escoria adecuado. Se debe controlar las pérdidas de plata y oro en la escoria tal como se observa en las tablas N° 29 y 30.

Tabla N° 29 Determinación de plata en la escoria de fundición de minerales

Código muestra	Peso muestra (g)	Masa total escoria (g)	Volumen fiola cm ³	Lectura Plata ppm
1	2,000	58,1	50,0	0,007
2	2,000	42,6	50,0	0,007
3	2,000	75,0	50,0	0,004
4	2,000	59,5	50,0	0,001
5	2,000	48,1	50,0	0,002
6	2,000	55,3	50,0	0,006
7	2,000	46,2	50,0	0,001
8	2,000	48,3	50,0	0,006
9	2,000	61,8	50,0	0,001
10	2,000	60,4	50,0	0,001
11	2,000	59,6	50,0	0,001
12	2,000	59,1	50,0	0,007
13	2,000	64,0	50,0	0,001
14	2,000	62,7	50,0	0,001
Blanco 01	0,000	32,3	50,0	0,004
Blanco 02	0,000	34,6	50,0	0,006

Tabla N° 30 Determinación de oro en la escoria de fundición de minerales

Código muestra	Peso muestra (g)	Masa total escoria (g)	Volumen fiola cm ³	Lectura Oro ppm
1	2,000	58,1	50,0	0,002
2	2,000	42,6	50,0	0,003
3	2,000	75,0	50,0	0,001
4	2,000	59,5	50,0	0,001
5	2,000	48,1	50,0	0,002
6	2,000	55,3	50,0	0,002
7	2,000	46,2	50,0	0,001
8	2,000	48,3	50,0	0,001
9	2,000	61,8	50,0	0,001
10	2,000	60,4	50,0	0,001
11	2,000	59,6	50,0	0,001
12	2,000	59,1	50,0	0,001
13	2,000	64,0	50,0	0,001
14	2,000	62,7	50,0	0,001
Blanco 01	0,000	32,3	50,0	0,002
Blanco 02	0,000	34,6	50,0	0,002

F.- Control de las proporciones de plata y oro en los minerales

Las tablas N° 31 y 32 muestran variaciones de los contenidos de plata y oro.

Tabla N° 31 Control de la relación de plata / oro en minerales oxidados

Tipo de mineral	Peso muestra (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)
Oxidado	50,000	0,150	0,011
Oxidado	50,000	0,360	0,012
Oxidado	50,000	0,276	0,012
Oxidado	50,000	0,355	0,029
Oxidado	50,000	0,305	0,014
Oxidado	50,000	0,185	0,014
Oxidado	50,000	0,250	0,007
Oxidado	50,000	0,425	0,019
Oxidado	50,000	0,120	0,003
Oxidado	50,000	0,210	0,025
Oxidado	50,000	0,214	0,007
Oxidado	50,000	0,348	0,049
Oxidado	50,000	0,313	0,041
Oxidado	50,000	0,126	0,012
Oxidado	50,000	0,217	0,013
Oxidado	50,000	0,325	0,015
Oxidado	50,000	0,221	0,016
Oxidado	50,000	0,216	0,015
Oxidado	50,000	0,314	0,017
Oxidado	50,000	0,413	0,009
Oxidado	50,000	1,210	0,008
Oxidado	50,000	0,222	0,035
Oxidado	50,000	0,318	0,039
Oxidado	50,000	0,424	0,042
Oxidado	50,000	0,214	0,007
Oxidado	50,000	0,238	0,011
Oxidado	50,000	0,146	0,012
Oxidado	50,000	0,245	0,036
Oxidado	50,000	0,223	0,008
Oxidado	50,000	0,311	0,014
Oxidado	50,000	0,325	0,048
Oxidado	50,000	0,182	0,016
Oxidado	50,000	0,152	0,009
Oxidado	50,000	0,138	0,008
Oxidado	50,000	0,183	0,016
Oxidado	50,000	0,173	0,012
Oxidado	50,000	0,162	0,007
Oxidado	50,000	0,093	0,009
Oxidado	50,000	0,272	0,012
Oxidado	50,000	0,238	0,049
patrón -MF 1	50,000	0,183	0,025
Blanco	0,000	0,016	0,001

Tabla N° 32 Control de la relación de plata / oro en minerales sulfurados

Tipo de mineral	Peso muestra (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)
Sulfurado	30,000	0,325	0,034
Sulfurado	30,000	0,196	0,023
Sulfurado	30,000	0,551	0,034
Sulfurado	30,000	0,281	0,035
Sulfurado	30,000	0,232	0,027
Sulfurado	30,000	0,348	0,033
Sulfurado	30,000	0,436	0,018
Sulfurado	30,000	0,233	0,025
Sulfurado	30,000	0,247	0,026
Sulfurado	30,000	0,835	0,082
Sulfurado	30,000	0,099	0,073
Sulfurado	30,000	0,059	0,018
Sulfurado	30,000	0,419	0,028
Sulfurado	30,000	0,079	0,022
Sulfurado	30,000	0,746	0,038
Sulfurado	30,000	0,403	0,042
Sulfurado	30,000	0,668	0,022
Sulfurado	30,000	0,053	0,018
Sulfurado	30,000	0,928	0,065
Sulfurado	30,000	0,526	0,043
Sulfurado	30,000	0,987	0,043
Sulfurado	30,000	1,066	0,061
Sulfurado	30,000	2,019	0,073
Sulfurado	30,000	2,172	0,043
Sulfurado	30,000	2,339	0,072
Sulfurado	30,000	2,143	0,048
Sulfurado	30,000	1,012	0,027
Sulfurado	30,000	0,951	0,038
Sulfurado	30,000	0,976	0,043
Sulfurado	30,000	0,832	0,028
Sulfurado	30,000	0,925	0,036
Sulfurado	30,000	0,697	0,048
Sulfurado	30,000	1,982	0,082
Sulfurado	30,000	1,039	0,043
Sulfurado	30,000	0,934	0,047
Sulfurado	30,000	0,834	0,066
Sulfurado	30,000	0,983	0,043
Sulfurado	30,000	1,023	0,039
Sulfurado	30,000	1,054	0,025
Sulfurado	30,000	0,988	0,034
patrón -MF2	30,000	0,759	0,031
Blanco	0,000	0,016	0,001

G.-Control de la calidad de oro obtenido en el análisis

La calidad de oro metálico se realiza por disolución con agua regia y el análisis de impurezas por absorción atómica tal como se observa en la tabla N° 33 ⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾.

Tabla N° 33 Control de calidad de oro obtenido del análisis químico

Peso inicial Oro (mg)	Lectura Plata, ppm	Lectura Cobre, ppm	Lectura Bismuto, ppm	Volumen fiola (cm ³)
0,000 8	0,000 1	0,000 1	0,000 1	50,0
0,002 0	0,000 2	0,000 1	0,000 0	50,0
0,002 1	0,000 2	0,000 1	0,000 1	50,0
0,002 6	0,000 1	0,000 1	0,000 0	50,0
0,003 2	0,000 2	0,000 1	0,000 0	50,0
0,004 5	0,000 1	0,000 2	0,000 0	50,0
0,008 6	0,000 1	0,000 1	0,000 1	50,0
0,008 8	0,000 2	0,000 2	0,000 0	50,0
0,010 2	0,000 1	0,000 1	0,000 0	50,0
0,012 2	0,000 1	0,000 1	0,000 1	50,0
0,009 9	0,000 1	0,000 1	0,000 0	50,0
0,020 8	0,000 2	0,000 2	0,000 0	50,0
0,022 2	0,000 2	0,000 1	0,000 1	50,0
0,021 5	0,000 1	0,000 2	0,000 0	50,0
0,030 1	0,000 1	0,000 2	0,000 0	50,0
0,031 5	0,000 1	0,000 2	0,000 0	50,0
0,032 2	0,000 2	0,000 1	0,000 0	50,0
0,030 8	0,000 1	0,000 2	0,000 0	50,0
0,059 0	0,000 0	0,000 0	0,000 0	50,0
0,052 0	0,000 1	0,000 0	0,000 0	50,0
0,072 0	0,000 0	0,000 1	0,000 0	50,0
0,065 0	0,000 2	0,000 2	0,000 0	50,0
0,095 0	0,000 3	0,000 2	0,000 0	50,0
0,080 0	0,000 1	0,000 1	0,000 0	50,0

2.5.2.- Acondicionamiento de las muestras

El acondicionamiento está dado por la dosificación de los reactivos a la muestra, según el tipo, cantidad de mineral y a las determinaciones previas de los constituyentes presentes en el mineral.

La adición de plata ya sea metálica o en polvo acondiciona la muestra para la partición

2.5.3.- Análisis de oro en los patrones

Se realiza el análisis por el método de ensayos al fuego, obteniéndose los datos experimentales en las tablas N° 34 y 35 y las figuras N° 22 y 23.



Figura N° 22 Horno de Fundición de minerales



Figura N° 23 Balanza ultra micro para pesada de oro

Tabla N° 34 Análisis de oro en mineral de preparación patrón "A"

Código muestra	Peso muestra (g)	Peso harina (g)	Peso plomo (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)
0 = A1	50,00	4,0	31	0,042	0,010 5
1 = A2	50,00	3,0	26	0,044	0,012 3
3 = A3	50,00	4,0	32	0,041	0,009 0
6 = A4	50,00	3,0	29	0,038	0,011 5
duplicado - A4	50,00	4,0	35	0,046	0,011 1
7 = A5	50,00	4,0	33	0,042	0,012 5
10 = A6	50,00	4,0	31	0,044	0,012 2
12 = A7	50,00	4,0	32	0,039	0,011 0
14 = A8	50,00	3,0	29	0,035	0,009 5
Blanco-Bk1	0,00	3,0	28	0,123	0000 5
Patrón PT1	50,00	4,0	32	0,125	0,013 0
Patrón PT2 STD	50,00	4,0	26	0,312	0,120 2

Tabla N° 35 Análisis de oro en mineral de preparación patrón "B"

Código muestra	Peso muestra (g)	Peso harina (g)	Peso plomo (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)
0 = A	50,00	4,0	33	0,174	0,107 5
I = B	50,00	3,0	28	0,175	0,097 5
IV = C	50,00	4,0	30	0,180	0,103 5
VI = D	50,00	3,0	28	0,175	0,102 2
VIII = E	50,00	4,0	32	0,179	0,101 5
duplicado - E	50,00	4,0	31	0,188	0,099 2
X = F	50,00	4,0	34	0,175	0,100 5
XII = G	50,00	4,0	33	0,159	0,083 2
XIV = H	50,00	3,0	30	0,165	0,101 5
Blanco-Bk1	0,00	3,0	31	0,116	0,000 5
Patrón PT1	50,00	4,0	30	0,105	0,012 0
Patrón PT2 STD	50,00	4,0	29	0,306	0,115 2

2.5.4.- Análisis de oro en minerales oxidados

Los análisis de minerales oxidados se observa en la tabla N° 36.

Tabla N° 36 Análisis de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego

N° muestra	Peso muestra (g)	Peso harina (g)	Peso plomo (g)	Adición plata (mg)	Doré (mg)	Oro obtenido (mg)
1	50,00	3,0	26	3,0	0,361	0,011
duplicado-1	50,00	3,0	28	3,0	0,372	0,012
2	50,00	3,0	27	3,0	0,297	0,013
3	50,00	3,0	26	3,0	0,288	0,012
4	50,00	3,0	29	3,0	0,263	0,013
5	50,00	4,0	28	3,0	0,364	0,092
duplicado-5	50,00	3,0	27	3,0	0,252	0,096
6	50,00	4,0	32	3,0	0,319	0,014
7	50,00	4,0	32	3,0	0,315	0,010
8	50,00	4,0	28	3,0	0,211	0,011
9	50,00	3,0	28	3,0	0,199	0,014
10	50,00	4,0	30	3,0	0,224	0,014
duplicado-10	50,00	4,0	32	3,0	0,214	0,013
11	50,00	4,0	27	3,0	0,222	0,007
12	50,00	4,0	29	3,0	0,214	0,009
13	50,00	4,0	33	3,0	0,304	0,017
14	50,00	4,0	31	3,0	0,557	0,007
15	50,00	4,0	32	3,0	0,435	0,128
duplicado-15	50,00	3,0	29	3,0	0,453	0,134
16	50,00	4,0	34	3,0	0,358	0,028
17	50,00	4,0	32	3,0	0,557	0,007
18	50,00	4,0	28	3,0	0,435	0,010
19	50,00	4,0	30	3,0	0,557	0,007
20	50,00	4,0	28	3,0	0,435	0,038
duplicado-20	50,00	3,0	29	3,0	0,453	0,034
Blanco 01	0,00	3,0	26	3,0	0,118	0,000 5
Blanco 02	0,00	4,0	28	3,0	0,103	0,000 5
Patrón PT1	50,0	3,0	32	3,0	0,105	0,012
Patrón NBS/EE2	50,00	3,0	34	3,0	0,462	0,048

2.5.5.- Análisis de oro en minerales sulfurados

Los datos experimentales de los análisis en los minerales sulfurados se muestran en la tabla N° 37.

Tabla N° 37 Análisis de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego

N° muestra	Peso muestra (g)	Peso (g) harina/nitrato	Peso plomo (g)	Adición plata (mg)	Doré (mg)	Oro obtenido (mg)
1	30,00	3,0 / 0,5	32	3,0	0,325	0,057
duplicado-1	30,00	3,0 / 1,0	30	3,0	0,318	0,052
2	30,00	3,0 / 1,0	35	3,0	0,413	0,093
3	30,00	3,0 / 0,5	32	3,0	0,196	0,033
4	30,00	3,0 / 0,5	29	3,0	0,259	0,013
5	30,00	3,0 / 1,0	39	3,0	0,551	0,204
duplicado-5	30,00	3,0 / 1,0	39	3,0	0,539	0,201
6	30,00	3,0 / 0,5	35	3,0	0,281	0,035
7	30,00	3,0 / 1,0	38	3,0	0,505	0,079
8	30,00	3,0 / 0,5	29	3,0	0,232	0,027
9	30,00	3,0 / 0,5	34	3,0	0,348	0,462
10	30,00	3,0 / 0,5	29	3,0	0,259	0,277
duplicado-10	30,00	3,0 / 0,5	32	3,0	0,268	0,265
11	30,00	3,0 / 1,0	42	3,0	0,832	0,664
12	30,00	3,0 / 0,5	27	3,0	0,180	0,180
13	30,00	3,0 / 0,5	35	3,0	0,436	0,636
14	30,00	3,0 / 0,5	33	3,0	0,233	0,006
15	30,00	3,0 / 0,5	35	3,0	0,247	0,064
duplicado-15	30,00	3,0 / 1,0	32	3,0	0,243	0,068
16	30,00	3,0 / 1,0	36	3,0	0,066	0,004
17	30,00	3,0 / 1,0	39	3,0	0,522	0,316
18	30,00	3,0 / 0,5	42	3,0	0,835	0,265
19	30,00	3,0 / 1,5	44	3,0	0,099	0,369
20	30,00	3,0 / 1,5	38	3,0	0,522	0,314
duplicado-20	30,00	3,0 / 1,5	34	3,0	0,503	0,322
Blanco 01	0,00	3,0	26	3,0	0,098	0,000 5
Blanco 02	0,00	3,5	28	3,0	0,103	0,000 5
Patrón PT2	30,00	3,0 / 0,5	30	3,0	0,318	0,068
Patrón NBS/EF2	30,00	3,5	32	3,0	0,438	0,032

2.5.6.- Análisis de oro en minerales de mina

Los análisis de oro en minerales de mina son tratados como muestras de explotación tal como se muestra en la tabla N° 38.

Tabla N° 38 Análisis de oro en mineral de mina por ensayos al fuego

N° muestra	Peso muestra (g)	Peso (g) harina/nitrato	Peso plomo (g)	Adición plata (mg)	Doré (mg)	Oro obtenido (mg)
1	15,00	4,0	43	4,0	2,528	0,125
2	15,00	5,0	34	4,0	1,488	0,120
3	30,00	3,0/0,5	29	4,0	1,599	0,133
4	30,00	3,0/1,0	26	4,0	2,788	0,140
5	30,00	4,0	29	4,0	2,823	0,144
6	30,00	4,0	26	4,0	2,112	0,149
7	30,00	3,0/0,5	25	4,0	1,401	0,155
8	30,00	3,0/1,0	27	4,0	1,690	0,161
9	30,00	3,0	36	4,0	1,979	0,167
10	30,00	3,0/1,0	33	4,0	2,269	0,073
duplicado- 10	30,00	3,0/1,0	36	4,0	2,569	0,069
11	30,00	3,0/0,5	30	4,0	1,558	0,178
12	30,00	3,0/1,0	41	4,0	0,847	0,184
13	15,00	4,0	34	4,0	1,136	0,190
14	15,00	4,0	26	4,0	1,034	0,196
15	30,00	3,0/0,5	33	4,0	1,055	0,202
16	20,0	3,0/1,0	34	4,0	0,996	0,207
17	20,0	3,5	38	4,0	0,707	0,213
18	30,00	3,0/1,0	35	4,0	0,998	0,2194
19	30,00	4,5	31	4,0	1,129	0,225
20	20,0	3,0/1,0	33	4,0	0,841	0,231
duplicado-20	20,0	3,0/1,0	35	4,0	0,844	0,221
Blanco 01	0,00	3,0	25	4,0	0,113	0,000 5
Patrón PT2	30,00	3,0/0,5	32	4,0	0,322	0,069
Patrón NBS/EF2	30,00	3,5	32	4,0	0,438	0,033

2.5.7.- Análisis de oro en minerales con oro libre

Son minerales especiales determinados por los geólogos. Ver la tabla N° 39 y la figura N° 24.

Tabla N° 39 Análisis de oro en minerales con oro libre por ensayos al fuego

N° muestra	Peso obtenido de mineral en malla+120 (g)	Peso de oro en malla +120 (mg)	Peso muestra en malla -120 (g)	Peso plomo (g)	Adición plata en flux (mg)	Peso de oro malla -120 (mg)
1	453,3	3,567	50,00	43	4,0	0,024
2	567,4	2,345	50,00	34	4,0	0,034
3	459,1	4,325	50,00	29	4,0	0,021
4	581,6	2,641	50,00	26	4,0	0,032
5	684,3	4,785	50,00	29	4,0	0,027
6	597,6	4,566	50,00	26	4,0	0,036
7	629,3	2,873	50,00	25	4,0	0,033
8	643,4	1,453	50,00	27	4,0	0,028
9	734,2	1,436	50,00	36	4,0	0,045
10	651,2	3,652	50,00	33	4,0	0,041
duplicado- 10	529,3	3,624	50,00	36	4,0	0,037
Blanco 01	0,0	-	50,00	28	4,0	0,000 5
Patrón PT1	0,0	-	50,00	34	4,0	0,013
Patrón NBS/EF2	-	-	50,00	34	4,0	0,048

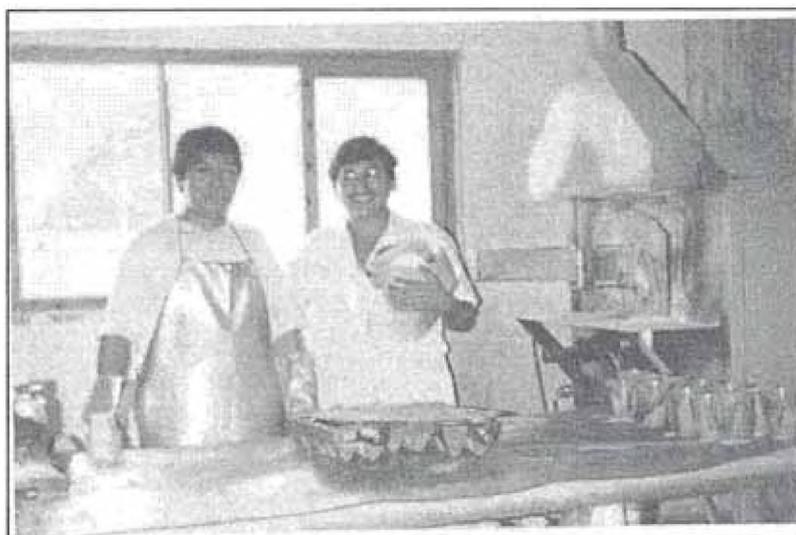


Figura N° 24 Horno de fundición a petróleo

2.6.- Método espectrofotométrico de absorción atómica

Los trabajos experimentales de absorción atómica se realizan según la norma: Australian Standard™. AS 2678.5—2002.Zinc sulfide concentrates - Chemical analysis Part 5: Determination of silver and gold contents - Fire assay and flame atomic absorption spectrometric method ⁽²⁾.

2.6.1.-Determinaciones previas

Las operaciones previas se realiza en los equipos de absorción atómica. Ver la figura N° 25. Las condiciones instrumentales se muestra en las tablas N° 40 y 41.

Tabla N°40 Parámetros instrumentales para análisis de oro y plata

Elemento	Longitud de onda nm	Slit nm	Lámpara mA	tipo flama	rango lineal mg / L
				oxidante	
Plata	328,1	0.7	10	Aire - C ₂ H ₂	0 - 4
Oro	242,8	0.7	15	Aire - C ₂ H ₂	0 - 5

Tabla N° 41 Parámetros instrumentales de elementos referenciales

Parámetro	Oro	Plata	Cobre	Hierro	Plomo	Zinc
Sensibilidad	0,08	0,02	0,025	0,05	0,08	0,01
Limite de Detección	0,015	0,002	0,0015	0,006	0,01	0,0008



Figura N° 25 Equipo de absorción atómica PE 2382

2.6.2.- Preparación de soluciones trabajo y de calibración

Se preparan a partir de reactivos ó se compran soluciones de 1000 ppm certificadas, el cual se denomina "Patrón Estándar". A partir de la solución patrón estándar se prepara las soluciones de calibración:

Para la calibración de oro, se preparan estándares de 1, 2 y 3 ppm.

Para la calibración de plata se preparan estándares de 2, 4 y 6 ppm.

2.6.3.- Acondicionamiento de las muestras

Existen diversas formas de presentar las muestras para su posterior lectura por absorción atómica así tenemos:

- a.- Muestras disueltas por agua regia y leídas en medio clorhídrico - acuoso.
- b.- Muestras fundidas y copeladas que dan un botón metálico el cual es atacado por agua regia y leídas en medio clorhídrico-acuoso, llamado también método combinado.
- c.- Muestras disueltas por agua regia y extraídas con solvente orgánico tal como MIBK en medio clorhídrico. Ver la figura N° 26.



Figura N° 26 Equipo de Absorción Atómica PE 3100

6.6.4.- Análisis de oro por absorción atómica en medio ácido

Consiste en la disolver la muestra y llevarlo a un medio de ácido clorhídrico. Para el caso de los patrones lo vemos en las tablas N° 42 y 43; el caso de minerales lo vemos en la tabla N° 44.

Tabla N° 42 Análisis de oro del patrón "A" por absorción atómica

N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)
A1	2,00	25,0	0,022 4
A2	2,00	25,0	0,022 0
A3	2,00	25,0	0,018 8
A4	2,00	25,0	0,025 6
A5	2,00	25,0	0,036 4
duplicado A5	2,00	25,0	0,035 8
A6	2,00	25,0	0,024 4
A7	2,00	25,0	0,021 6
A8	2,00	25,0	0,020 2
Blanco 01	0,00	25,0	0,005 0
Blanco 02	0,00	25,0	0,003 0
Patrón 01	2,00	25,0	0,026 2
Patrón STD/SF12	2,00	25,0	0,073 0

Tabla N° 43 Análisis de oro del patrón "B" por absorción atómica

N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)
A1	2,00	25,0	0,161 2
A2	2,00	25,0	0,159 0
A3	2,00	25,0	0,198 2
A4	2,00	25,0	0,175 0
A5	2,00	25,0	0,163 1
duplicado A5	2,00	25,0	0,159 3
A6	2,00	25,0	0,182 4
A7	2,00	25,0	0,164 3
A8	2,00	25,0	0,166 5
Blanco 01	0,00	25,0	0,006 2
Blanco 02	0,00	25,0	0,004 6
Patrón 01	2,00	25,0	0,028 7
Patrón STD/SF12	2,00	25,0	0,075 5

Tabla N° 44 Análisis de oro en minerales por absorción atómica en medio ácido

N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)
1	2,00	50,0	0,033
2	2,00	50,0	0,019
3	2,00	50,0	0,0801
4	2,00	50,0	0,09
5	2,00	50,0	0,041
6	2,00	50,0	0,062
7	2,00	50,0	0,111
8	2,00	50,0	0,063
9	2,00	50,0	0,034
10	2,00	50,0	0,032
duplicado - 10	2,00	50,0	0,034
11	2,00	50,0	0,108
12	2,00	50,0	0,127
13	2,00	50,0	0,116
14	2,00	50,0	0,118
15	2,00	50,0	0,113
16	2,00	50,0	0,097
17	2,00	50,0	0,105
18	2,00	50,0	0,078
19	2,00	50,0	0,118
20	2,00	50,0	0,114
duplicado - 20	2,00	50,0	0,117
21	2,00	50,0	0,191
22	2,00	50,0	0,151
23	2,00	50,0	0,116
24	2,00	50,0	0,151
25	2,00	50,0	0,117
26	2,00	50,0	0,099
27	2,00	50,0	0,053
Blanco 01	0,00	50,0	0,001
Patrón PT1	2,00	50,0	0,011
Patrón STD/SF12	2,00	50,0	0,033

CAPITULO 3 . DISCUSION DE RESULTADOS

3.1.- Preparación de muestras

La influencia de la preparación de muestras en los resultados analíticos, está dado por:

Existe una inadecuada desviación de las masas, respecto a la reducción de la muestra, los valores fluctúan entre $\pm 12 \%$ y la desviación estándar varía desde 0,09 hasta 11,04; probablemente el equipo reductor ó método usado no es el adecuado ó es aplicado adecuadamente.

El chancado no es eficiente (58,40 %) requiere de una molienda adicional.

La pulverización requiere de 3 minutos y no de 1 minuto de funcionamiento normal.

Los factores y condiciones de las operaciones de preparación de muestras son:

El secado de las muestras debe realizarse en una estufa y no en planchas de calentamiento.

La variación de masa por reducción del cuarteo no debe ser mayor del 10 %.

La muestra representativa debe ser de 250 gramos a malla ASTM N° 140.

Las reducciones de masa por cuarteo deben realizarse con un cuarteador metálico y según la cantidad de masa requiere de un número de rendijas y tamaño de abertura determinado.

El chancado primario de minerales debe conseguir un 90 % de la malla ASTM + $\frac{1}{2}$ ”.

El chancado secundario de minerales debe conseguir un 90 % de la malla pasante ASTM N° 10.

La pulverización debe conseguir un 90% de la malla ASTM N° 140.

Las pérdidas de masa por la preparación deben ser menores al 0,5 %.

La pulverización no realizarse en tiempos mayores de 2 minutos, por la degradación del sulfuro en el proceso.

El control de mantenimiento y desempeño de los equipos debe realizarse trimestralmente para asegurar la calidad de molienda.

Procesamiento de datos

3.1.1.-Preparación del mineral patrón

Tabla N° 45 Preparación de minerales del patrón "A"

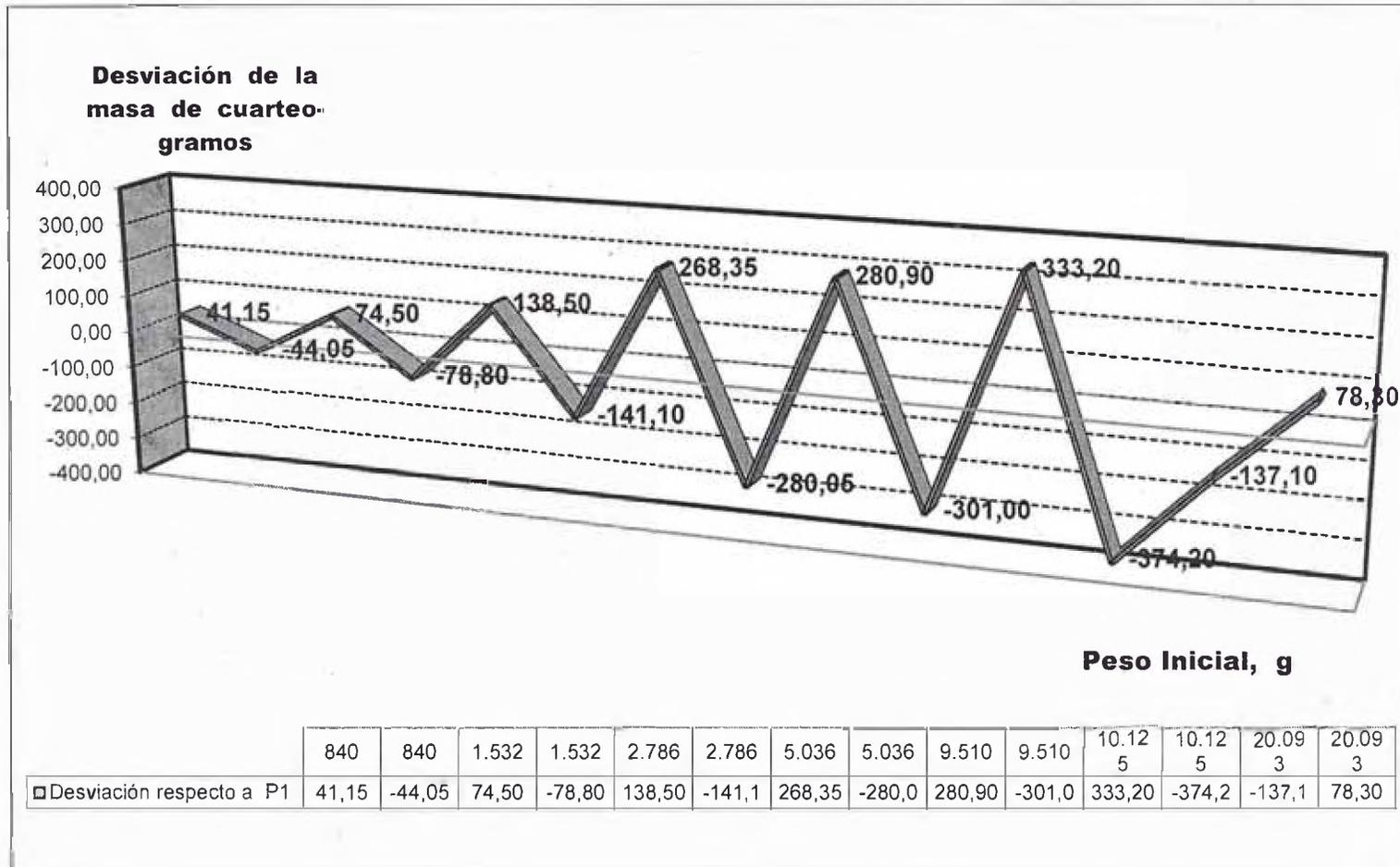
Código muestra	Peso inicial (g)	Peso (P) de cuarteo (g)	Peso (P1) medio teorico (g)	CALCULOS ESTADISTICOS								
				Desviación (g) respecto a P1	% Variación respecto a P1	Peso Final (g)	Pérdida masa (g)	Pérdida masa (%)	Promedio cuarteo (g)	% Peso respecto al peso inicial	Desviación estándar	%Coeficiente de variación
1	15,175.20	7,566.2	7,587.60	-21.4	-0.28	15,152.70	22.50	0.15%	7,576.35	49.86	0.09	0.00
2		7,586.5		-1.10	-0,01					49.99		
3	7,566.20	3,368.0	3,783.10	-415.1	-8,56	7,349.80	12.40	0.16%	3,674.90	44.51	5.74	0.16
4		3,981.8		198.7	8.11					52.63		
5	7,586.00	4,233.6	3,793.00	440.60	11.62	7,536.40	49.60	0.65%	3,768.20	44.39	0.60	0.02
6		3,302.8		-4902.0	-12,92					43.54		
7	4,233.60	2,178.2	2,116.80	61.40	2.90	4,228.70	4.90	0.12%	2,114.35	51.45	2.13	0.10
8		2,050.5		66.30	-3,13					48.43		
9	2,050.50	1,153.1	1,025.25	127.80	12.46	2,048.00	2.50	0.12%	1,024.00	56.24	8.90	0.87
10		894.9		-130.40	-12,72					43.64		
11	1,153.10	663.6	576.55	87.00	15.09	1,147.10	6.00	0.52%	573.55	57.55	11.04	1.93
12		483.5		-93.10	-16.15					41.93		
13	663.60	360.8	331.80	29.00	8.74	658.50	5.10	0.77%	329.25	54.37	6.72	2.04
14		297.7		-34.10	-10,28					44.86		
			Máximo	440.6	15.1				Máximo	57.55	11.0	2.04
			Mínimo	-415.1	-16.15				Mínimo	41.93	0.09	0.00
				Pérdida promedio masa =		14.7	0.36%		Promedio	48.81	5.03	0.73
				Pérdida total masa =		103.0	0.68%					

En los patrones "A" y "B": La pérdida de masa por cada cuarteo individual es en promedio: 14,7 g (0,36%) y 20.2 g (0,26%).

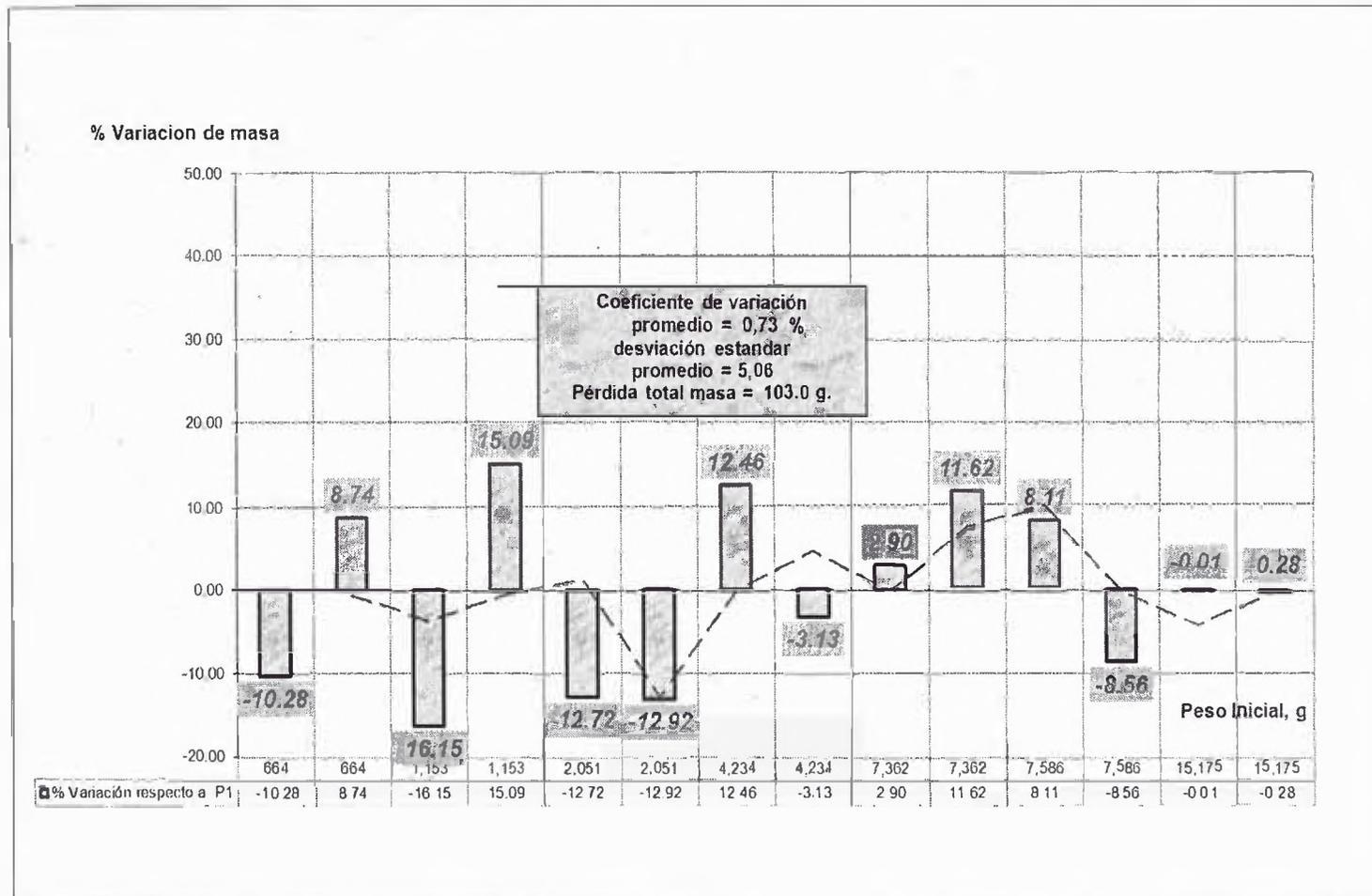
Ver las tablas N° 45 y 46.

La variabilidad de masas (%) del patrón "A" es alta. Sus valores varían desde -16,15 hasta 15,10 %. Ver gráfico N° 2.

Las pérdidas totales de masa son: 103 g (0,68%) y 141,4 g (0,70%) del peso inicial de los patrones.



Gráfica N° 1 Desviación de la masa por cuarteo en el mineral patrón "A"



Gráfica Nº 2 Variación de masa en la preparación del patrón - "A"

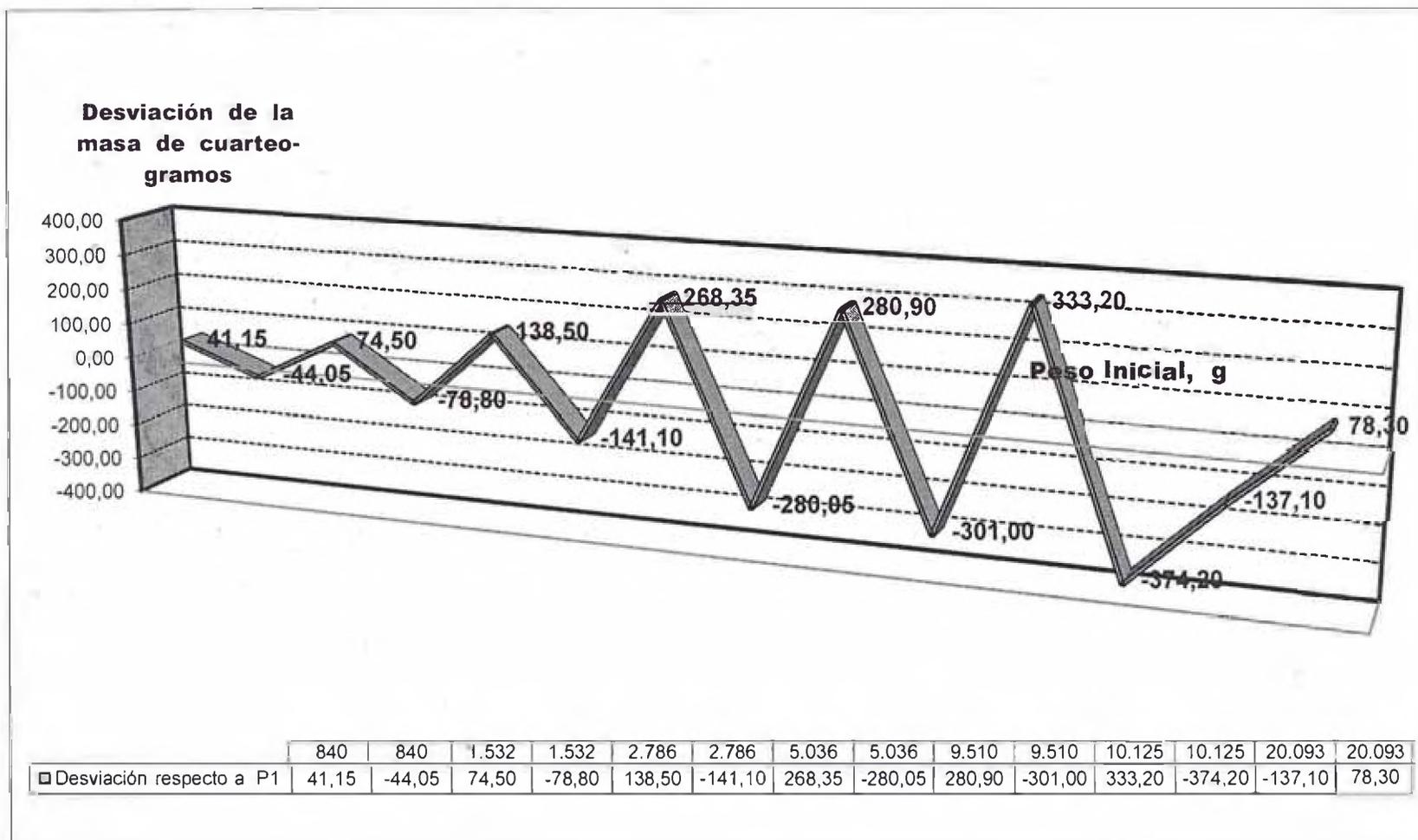
Tabla N° 46 Preparación de minerales del patrón "B"

Código muestra	Peso inicial (g)	Peso (P) de cuarteo (g)	Peso (P1) medio (g)	CALCULOS ESTADISTICOS								
				Desviación (g) respecto a P1	% Variación respecto a P1	Peso Final (g)	Pérdida masa (g)	Pérdida masa (g)	Promedio cuarteo (g)	% Peso respecto al peso inicial	Desviación estándar	%Coeficiente de variación
I	20,093.40	9,909.60	10,046.70	-137.10	-1.36	20,034.60	58.80	0.29%	10,017.30	49.32	0.76	0.01
II		10,125.00		78.30	0.78					50.39		
III	9,909.60	5,035.70	4,754.80	280.90	5.91	9,489.50	20.10	0.20%	4,744.75	50.82	4.15	0.09
IV		4,453.80		-301.00	-6.33					44.94		
V	10,125.00	5,395.70	5,062.50	333.20	6.58	10,084.00	41.00	0.40%	5,042.00	53.29	4.94	0.10
VI		4,688.30		-374.20	-7.39					46.30		
VII	5,035.70	2,786.20	2,517.85	268.35	10.66	5,024.00	11.70	0.23%	2,512.00	55.33	7.70	0.31
VIII		2,237.80		-280.05	-11.12					44.44		
IX	2,786.20	1,531.60	1,393.10	138.50	9.94	2,783.60	2.60	0.09%	1,391.80	54.97	7.10	0.51
X		1,252.00		-141.10	-10.13					44.94		
XI	1,531.60	840.30	765.80	74.50	9.73	1,527.30	4.30	0.28%	763.65	54.86	7.08	0.93
XII		687.00		-78.80	-10.29					44.86		
XIII	840.30	461.30	420.15	41.15	9.79	837.40	2.90	0.35%	418.70	54.90	7.17	1.71
XIV		376.10		-44.05	-10.48					44.76		
			Máximo	333.2			58.8		Máximo	55.33	7.70	1.71
			Mínimo	-374.2			2.60		Mínimo	44.44	0.76	0.01
				Pérdida promedio masa =		20.2	0.26 %		Promedio	49.58	5.66	0.62
				Pérdida total masa =		141.4	0.70%					

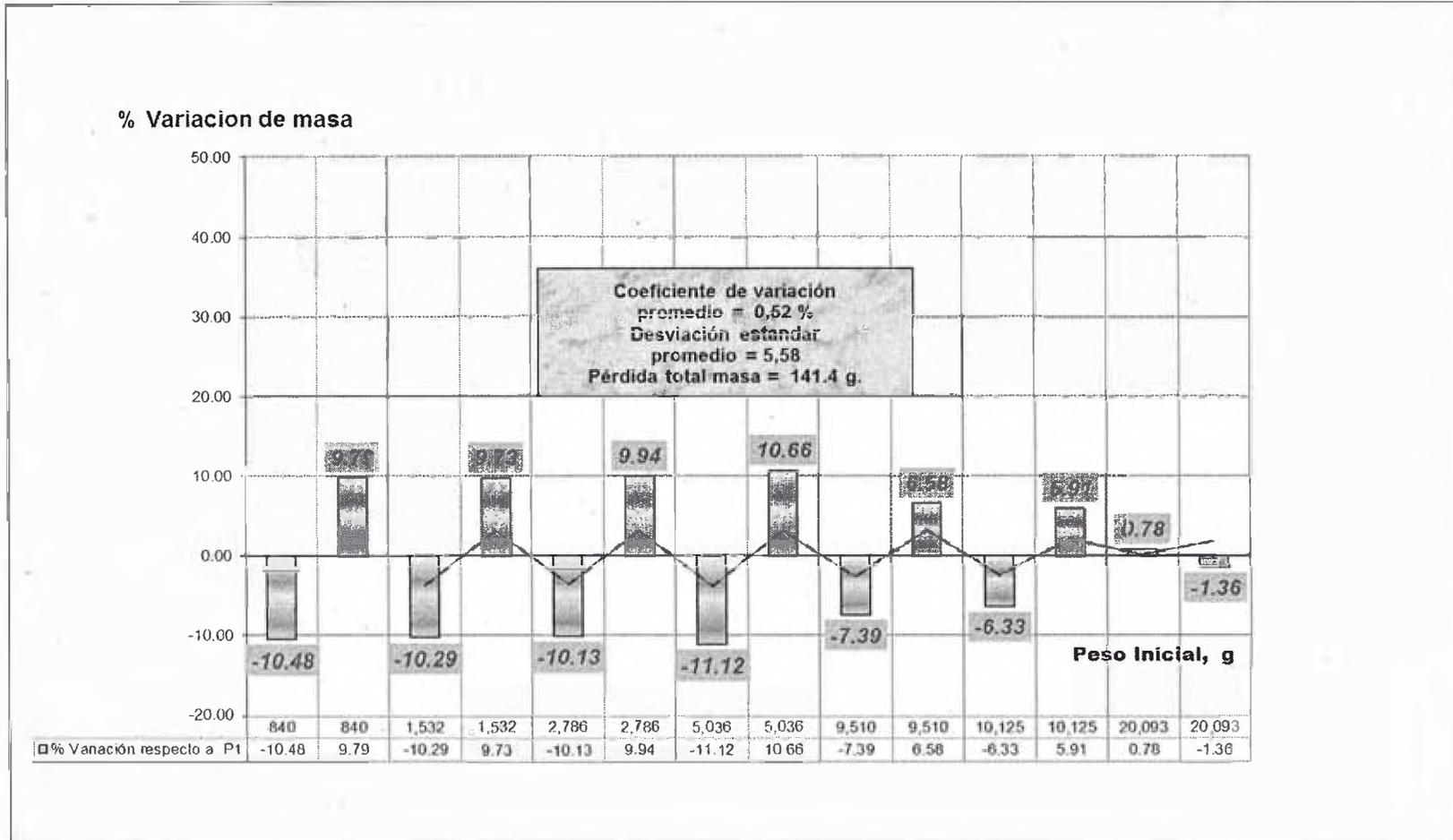
La Variabilidad de masas (%) del patrón "B" es alta sus valores varían de - 11 % a 10 % para el patrón "B". Ver la tabla N° 46.

La preparación de muestras presentan un coeficiente de variación que varía de 0,52 % a 0,73 %. Ver los gráficos N° 2 y 4.

No existe una relación directa de la reducción con los pesos de tratamiento. Ver los gráficos N° 1 y 3.



Gráfica Nº 3 Desviación de la masa por cuarteo en el mineral patrón "B"



Gráfica N° 4 Variación de masa en la preparación del patrón - "B"

3.1.2.- Análisis del proceso de chancado

El análisis del proceso se realiza por medio del análisis granulométrico del mineral después del chancado. Los cálculos se realizan en la tabla N° 47 y la gráfica N° 5.

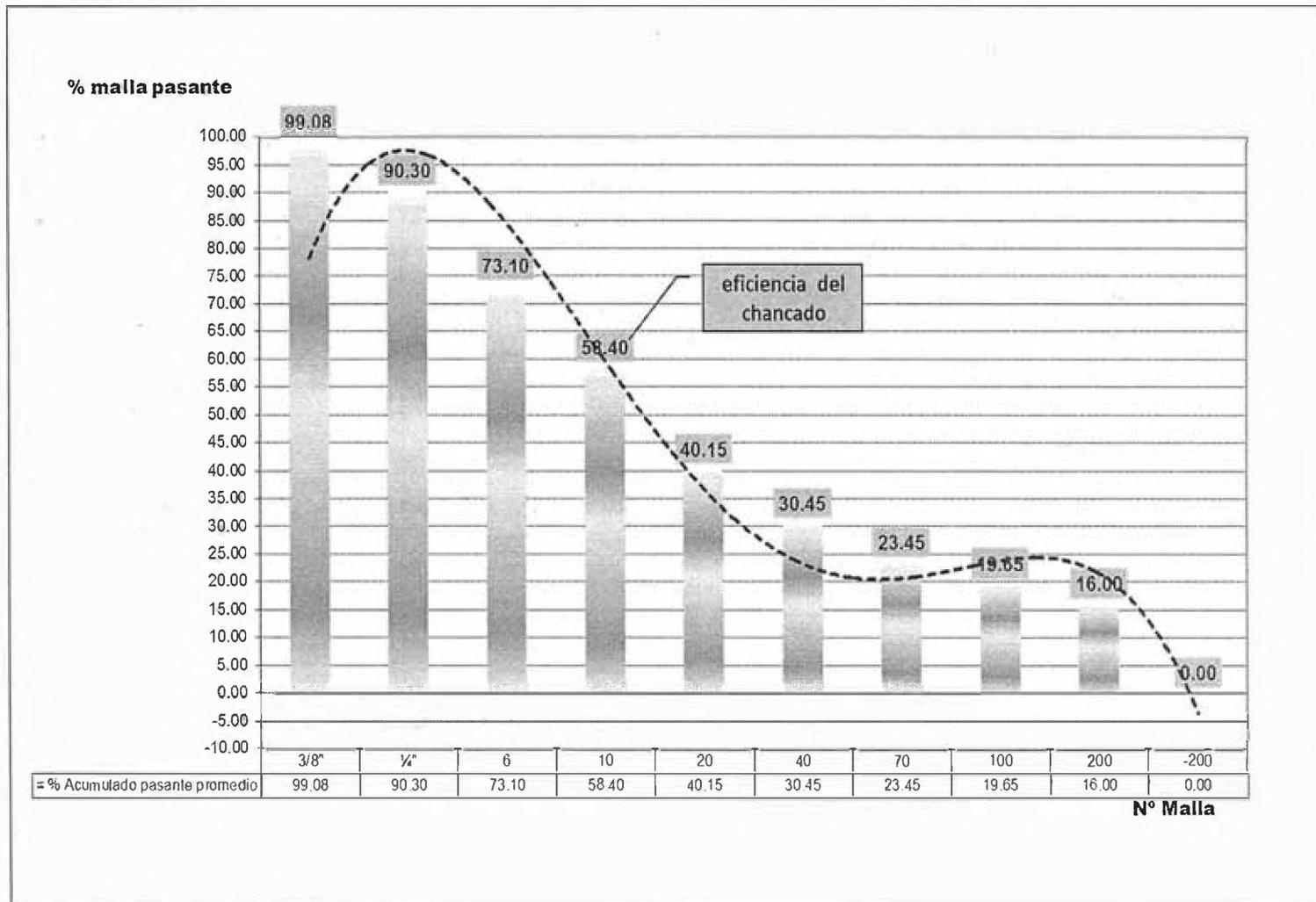
- Se calcula el % de mineral pasante acumulado de la siguiente manera:

$$= 100 - \% \text{ peso acumulado}$$

Tabla N° 47 Análisis granulométrico del mineral después del chancado

N° de malla	% Peso 1	% Peso 2	% Peso promedio	% Peso 1 acumulado	% Peso 2 acumulado	% Peso promedio acumulado	% Acumulado pasante 1	% Acumulado pasante 2	% Acumulado pasante promedio
4"	1.00	0.85	0.93	1.00	0.85	0.93	99.00	99.15	99.08
½"	8.40	9.15	8.78	9.40	10.00	9.70	90.60	90.00	90.30
6	20.20	14.20	17.20	29.60	24.20	26.90	70.40	75.80	73.10
10	15.30	14.10	14.70	44.90	38.30	41.60	55.10	61.70	58.40
20	18.00	18.50	18.25	62.90	56.80	59.85	37.10	43.20	40.15
40	9.00	10.40	9.70	71.90	67.20	69.55	28.10	32.80	30.45
70	6.20	7.80	7.00	78.10	75.00	76.55	21.90	25.00	23.45
100	2.60	5.00	3.80	80.70	80.00	80.35	19.30	20.00	19.65
200	3.80	3.50	3.65	84.50	83.50	84.00	15.50	16.50	16.00
-200	15.50	16.50	16.00	100.00	100.00	100.00	0.00	0.00	0.00

- La condición de la alimentación del mineral al equipo de chancado es: ingreso = 4" y salida = ½" (90%). La preparación de las muestras se inicia con pesos de ± 18 kg para obtener a una muestra representativa de 300 gramos. El proceso muestra que el chancado no es eficiente (58,40%) para ingresar a la pulverización (malla N° 10) .Ver las tablas N° 45 y 47. Esto indica que se requiere una molienda adicional ó secundaria antes de ingresar al pulverizador. Ver el gráfico N° 5.



Gráfica N° 5 Análisis granulométrico del chancado en minerales

3.1.3.- Análisis del proceso de pulverización

Se calcula el % de mineral pasante acumulado de la siguiente manera:

$$= 100 - \% \text{ peso acumulado}$$

- Se determina el promedio aritmético de las mediciones. Ver las tablas N° 48, 49, 50, 51 y 52. Ver la gráfica N° 6.

Tabla N° 48 Granulometría del mineral pulverizado por 1 minuto

N° malla	% peso 1	% Peso 2	% Peso promedio	% peso 1 acumulado	% Peso 2 acumulado	% Peso promedio acumulado	% acumulado pasante 1	% Acumulado pasante 2	% Acumulado pasante promedio
100	15.2	14.2	14.7	15.2	14.2	14.7	84.8	85.8	85.3
200	16.8	16.0	16.4	32.0	30.2	31.1	68.0	69.8	68.9
270	8.6	9.0	8.8	40.6	39.2	39.9	59.4	60.8	60.1
400	5.2	6.4	5.8	45.8	45.6	45.7	54.2	54.4	54.3
-400	54.2	54.4	54.3	100.0	100.0	100.0	0.0	0.0	0.0

Tabla N° 49 Granulometría del mineral pulverizado por 2 minutos

N° de malla	% Peso 1	% Peso 2	% Peso promedio	% Peso 1 acumulado	% Peso 2 acumulado	% Peso promedio acumulado	% Acumulado pasante 1	% Acumulado pasante 2	% Acumulado pasante promedio
100	1.5	2.0	1.8	1.5	2.0	1.8	98.5	98.0	98.3
200	8.6	9.9	9.3	10.1	11.9	11.0	89.9	88.1	89.0
270	10.0	8.9	9.5	20.1	20.8	20.5	79.9	79.2	79.6
400	5.9	5.2	5.6	26.0	26.0	26.0	74.0	74.0	74.0
-400	74.0	74.0	74.0	100.0	100.0	100.0	0.0	0.0	0.0

Tabla N° 50 Granulometría del mineral patrón pulverizado por 3 minutos

N° de malla	% Peso 1	% Peso 2	% Peso promedio	% Peso 1 acumulado	% Peso 2 acumulado	% Peso promedio acumulado	% Acumulado pasante 1	% Acumulado pasante 2	% Acumulado pasante promedio
100	0.5	0.9	0.7	0.5	0.9	0.7	99.5	99.1	99.3
200	6.7	7.9	7.3	7.2	8.8	8.0	92.8	91.2	92.0
270	5.0	4.6	4.8	12.2	13.4	12.8	87.8	86.6	87.2
400	4.9	4.2	4.6	17.1	17.6	17.4	82.9	82.4	82.7
-400	82.9	82.4	82.65	100	100	100	0	0	0

Tabla N° 51 Resumen de la granulometría de mineral pulverizado

N° de malla	% Peso Pulverización		
	% Acumulado pasante 1 min	% Acumulado pasante 2 min	% Acumulado pasante 3 min
100	85.3	98.3	99.3
200	68.9	89.0	92.0
270	60.1	79.6	87.2
400	54.3	74.0	82.7
-400	0.0	0.0	0.0

Tabla N° 52 Efecto del tiempo de pulverizado

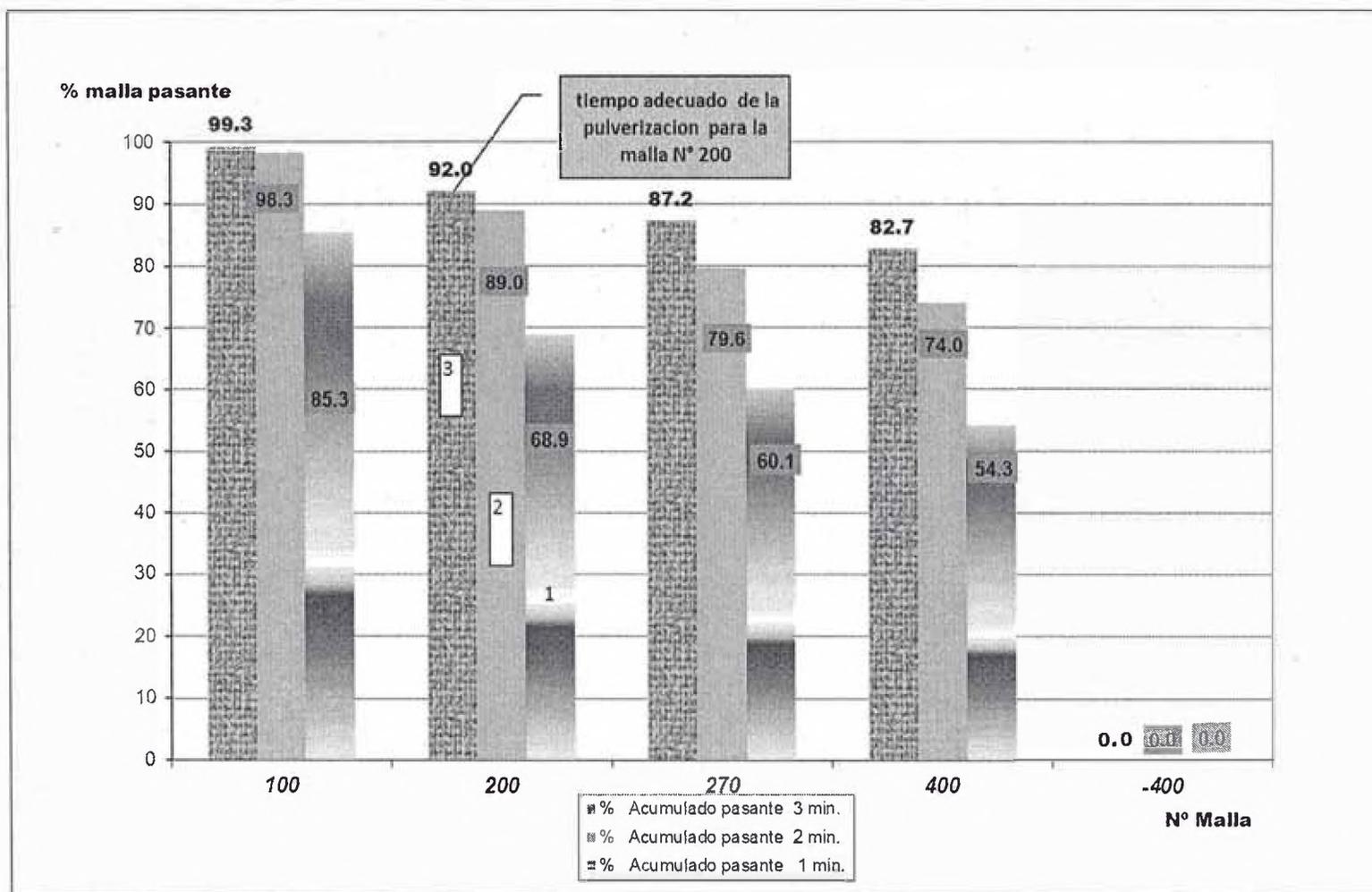
N° de malla	Pulverización		
	% Peso promedio 1 min	% Peso promedio 2 min	% Peso promedio 3 min
100	14.7	1.8	0.7
200	16.4	9.3	7.3
270	8.8	9.5	4.8
400	5.8	5.6	4.6
-400	54.3	74.0	82.65

Las condiciones de alimentación de mineral a los equipos de pulverización es: ingreso = 2 mm y salida = (90% malla ASTM N° 200).

El tiempo de pulverización normal para los minerales es de 1 minuto, según los datos experimentales ha dado un 69% de la malla pasante N° 200.

La pulverización de 3 min ha dado un 92% a la malla pasante N° 200, el cual garantiza la óptima disolución y tratamiento. Ver las tablas N° 48, 49, 50, 51, 52 y el gráfico N° 6

De ello las operaciones de chancado y pulverización son deficientes requiriendo un mantenimiento ó renovación de equipo.



Gráfica N° 6 Efecto del tiempo de pulverización en los minerales

3.2.- Ensayos al fuego. Determinaciones analíticas previas

La influencia de las condiciones operativas en el método de ensayos al fuego, depende de analizar y controlar las condiciones iniciales que se realiza a través de las determinaciones previas.

La opalescencia blanquecina en una solución de ácido nítrico al 15 % después de unos minutos nos indicó la no presencia de alto contenido de cloruros, que es perjudicial para la partición de doré de plata y oro.

Los productos químicos de la mezcla fundente, presentan contenidos muy bajos de plata y oro cuyo valor están dentro del rango requerido, presentan en promedio 0,003 mg de plata y < 0,0005 mg de oro, según las tablas N° 21, 22, 23 y 59.

La característica de la mezcla de fundentes usado en los análisis químicos, ha generado escorias con adecuada fluidez, peso promedio de plomo (30 g) y con brillo metálico que contiene al oro y plata, según las tablas N° 29, 30, 60 y 61. La escoria de la fundición presenta en promedio 0,02 mg de plata y < 0,0005 mg de oro.

La calidad de materiales como copelas y crisoles no genera errores por presencia de oro y plata.

Las copelas de cenizas de hueso con peso promedio de 67 g tiene en promedio una humedad de 12,3 %, según las tablas N° 24 y 53. Esto indica bastante probabilidad de formar rajaduras internas al momento de la copelación y por consecuencia mayores pérdidas de oro y plata, por lo que se recomienda calentarlas previamente de manera lenta y no rápida como suele ocurrir.

Las zonas de mayor temperatura y oxidación se encuentran en el fondo del horno mufla, lo cual genera mayores pérdidas de plata, que varían de 1,7 % al 4 %, según la tabla N° 55, de ello concluimos que la copelación debe realizarse en las zonas baja y media del horno de copelación.

La capacidad promedio de absorción de plomo es de un 78 % en la copela y 22 % por volatilización, según la tabla N° 54 y la gráfica N° 7; lo cual implica que la oxidación es lenta o la capilaridad no es adecuada debido a su diseño y composición. La relación de pesos de plomo usado en la copelación y los porcentajes de absorción no están en una relación proporcional, por lo que es importante probar la eficiencia con otros productos.

En el proceso de copelación, las copelas con peso promedio de 67 gramos absorben hasta 4 mg de plata. Las pérdidas de plata varían del 1,8 % al 3,7 %.

La recuperación promedio de plata es de 97,1 % y el 3 % que está contenida entre la copela y el ambiente, según las tablas N° 26, 28, 56, 57, 58 y las gráficas N°

8 y 9. Esto demuestra que la copelación es adecuada (prueba de calidad del fabricante de copelas).

Según la tabla N° 38. los contenidos de plata y oro son mayores en minerales de mina.

Según las tablas N° 36 y 37, los minerales oxidados muestran que el contenido de plata en el doré presenta pesos menores que los minerales sulfurados. La relación plata / oro en los minerales oxidados y sulfurados es mayor a 3 en la mayoría de los casos y varía de 1 a 51 veces, según las tablas N° 31, 32, 62 y 63. Esto indica la probabilidad de una inadecuada partición que según el cuadro de la Newmont es relativamente alta porque el 50% de los dores no cumple la tabla N° 11 y según el gráfico N° 10.

Las pérdidas de plata varían directamente según el peso de plata y ubicación en el horno a copelar, a mayor peso de plata entonces mayor pérdida. Para nuestro caso las pérdidas son menores del 1 %. Por lo que es preferible copelar en las zonas no profundas del horno. Como las copelas absorben desde 0,2 mg hasta 3,9 mg plata, es preferible colocar mayores pesos de plata (10,0 mg) a cada muestra de mineral antes de la fundición.

El contenido de impurezas en el oro obtenido aumenta en la medida que crece su peso y viceversa. El oro obtenido muestra muy bajos valores de plata, cobre y bismuto, según las tablas N° 33 y 64 y la gráfica N° 11.

Como se observa en la tabla N° 64, la calidad de oro obtenido en el método de ensayos al fuego varía de 99,75 % a 98,13 % y la calidad de oro varía de 99,75 % a 99,80 % ⁽⁴¹⁾, por lo que es importante controlar la relación plata / oro y la partición del doré.

Como la calidad de oro disminuye a medida que el peso de oro se hace más pequeño y viceversa, entonces los resultados son más confiables cuando los pesos de oro son mayores de 0,010 mg, para 50 g de muestra; ósea para una concentración de 200 ppb y para un peso de 30 g de muestra será una concentración de 333 ppb .

3.2.1.- Control de la humedad de las copelas

La determinación de la humedad se obtiene por la pérdida de peso de la copela por efecto de la temperatura a 100 °C [20]. Los cálculos se realizan en la tabla N° 53.

$$\% \text{ humedad por la copela} = \frac{\text{Peso seco copela, g} * 100}{\text{Peso inicial copela(g)}} \quad \dots [20]$$

Tabla N° 53 Determinación de humedad en las copelas

Peso copela húmeda (g)	Peso copela seca (g)	Masa agua (g)	% Humedad
68.75	60.73	8.02	11.7
72.36	63.45	8.91	12.3
56.45	48.63	7.82	13.9
57.89	49.56	8.33	14.4
67.45	59.34	8.11	12.0
68.34	61.32	7.02	10.3
70.22	62.76	7.46	10.6
71.44	63.29	8.15	11.4
68.91	59.67	9.24	13.4
58.99	49.42	9.57	16.2
62.35	53.44	8.91	14.3
74.52	67.36	7.16	9.6
64.68	57.83	6.85	10.6
65.63	57.97	7.66	11.7
73.55	64.24	9.31	12.7
69.82	61.35	8.47	12.1
PROMEDIOS			
Peso copela húmeda (g)	Peso copela seca (g)	Masa agua (g)	% Humedad
66.96	58.77	8.19	12.3

3.2.2.- Capacidad de absorción de plomo por la copela

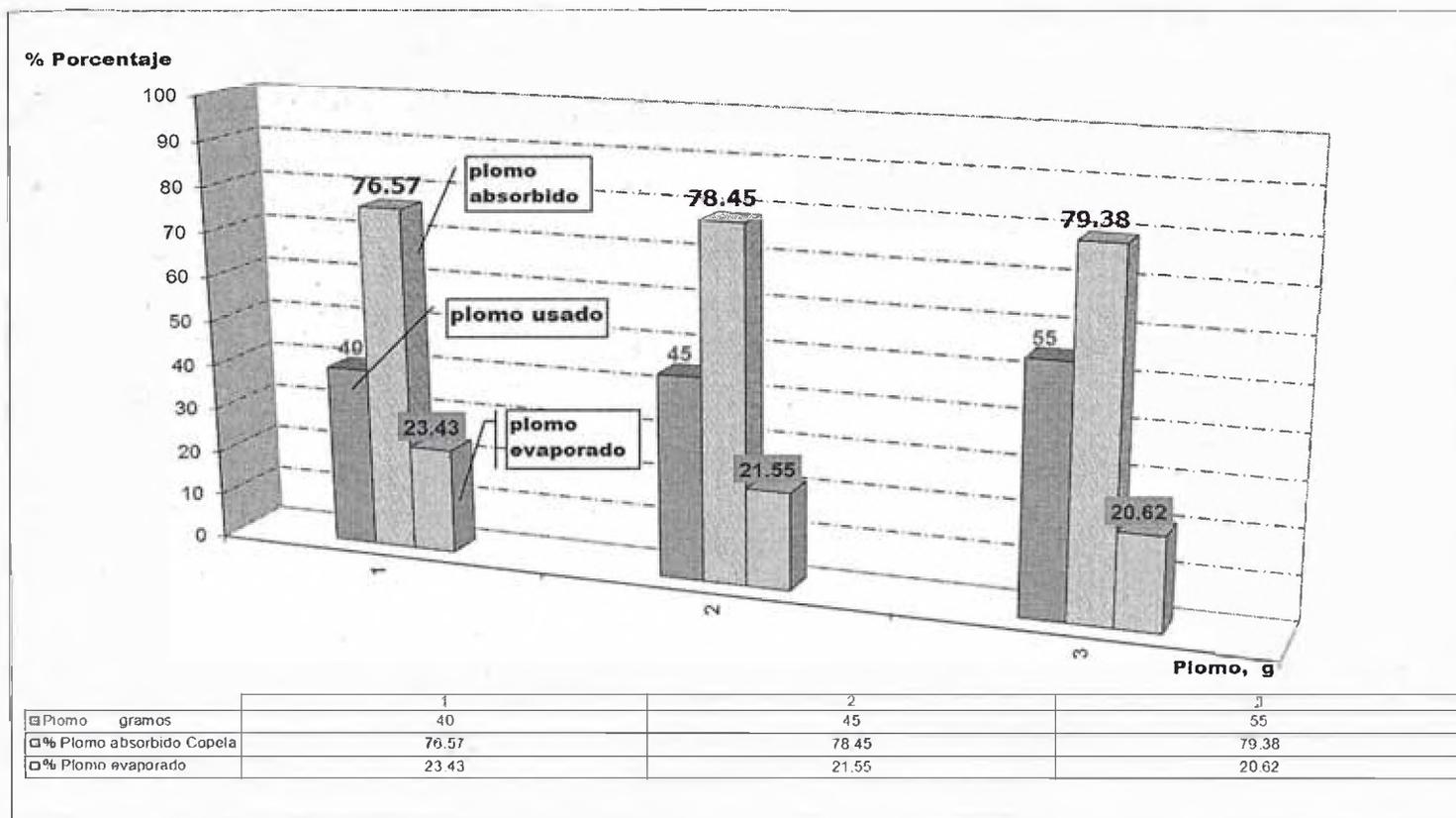
$$\% \text{ plomo absorbido por la copela} = \frac{\text{Plomo absorbido(g)} * 100}{\text{Peso plomo usado (g)}} \quad \dots [21]$$

$$\% \text{ plomo volatilizado} = 100 - \% \text{ plomo absorbido por copela} \quad \dots [22]$$

Los cálculos se realizan usando las ecuaciones 21, 22 en la tabla N° 54.

Tabla N° 54 Capacidad de absorción de plomo en las copelas

Peso inicial plomo (g)	Peso copela (g)	Peso copela + PbO (g)	Peso copela + plomo (g)	Peso PbO absorbido (g)	Peso Pb absorbido (g)	Peso Pb evaporado (g)	% Plomo absorbido por copela	Promedio % Plomo absorbido	% Plomo evaporado	Promedio % Plomo evaporado
40.0	60.73	94.08	100.73	33.35	30.96	9.04	77.40		22.60	
40.0	63.45	96.23	103.45	32.78	30.43	9.57	76.08	76.6	23.92	23.4
40.0	64.24	96.75	104.24	32.51	30.18	9.82	75.45		24.55	
40.0	61.35	94.69	101.35	33.34	30.95	9.05	77.38		22.62	
45.0	60.78	99.39	105.78	38.61	35.84	9.16	79.65	78.4	20.35	21.6
45.0	61.42	98.95	106.42	37.53	34.84	10.16	77.42		22.58	
45.0	64.29	102.13	109.29	37.84	35.13	9.87	78.06		21.94	
45.0	62.88	101.01	107.88	38.13	35.40	9.60	78.66		21.34	
55.0	66.35	113.50	121.35	47.15	43.77	11.23	79.58	79.4	20.42	20.6
55.0	62.51	109.03	117.51	46.52	43.19	11.81	78.52		21.48	
55.0	62.54	110.00	117.54	47.46	44.06	10.94	80.11		19.89	
55.0	63.68	110.66	118.68	46.98	43.61	11.39	79.30		20.70	
								78.1		21.9



Gráfica N° 7 Capacidad de absorción de plomo por la copela

3.2.3.- Determinación de las temperaturas del horno en la copelación

Las zonas de calentamiento están dadas en la tabla N° 55.

Tabla N° 55 Variaciones de las temperaturas del horno de copelación

Peso inicial de plata	Plomo usado	Peso plata de copelación (mg)	Pérdida de Plata (mg)	% Plata recuperada	% Pérdida	Temperatura ó zona de calor	Ubicación copela en el horno
68.15	32.2	66.95	1.20	98.24	1.76	Baja X = 2,05 %	1° FILA
69.00	32.3	67.70	1.30	98.11	1.89		T1
77.64	34.8	76.32	1.32	98.30	1.70		
56.77	29.3	55.51	1.26	97.78	2.22		
62.09	32.1	60.54	1.55	97.50	2.50	Media X = 2,57 %	2° FILA
62.54	32.2	60.95	1.58	97.47	2.53		T2
88.65	36.9	86.55	2.10	97.63	2.37		
75.34	34.3	73.52	1.82	97.58	2.42		
67.36	32.4	65.03	2.32	96.55	3.45	Alta X = 3,67	3° FILA
57.07	29.5	54.79	2.28	96.00	4.00		T3
84.34	36.4	81.53	2.81	96.67	3.33		
98.56	36.8	95.56	3.00	96.96	3.04		
69.46	32.5	66.76	2.70	96.11	3.89		

3.2.4.- Determinación de pérdida total de plata por copelación

La plata en el proceso de copelación sufre pérdidas de masa. Ver la tabla N° 56.

Tabla N° 56 Determinación de la variación de plata por efecto de la copelación

Plata (mg) inicial (99,99%)	Plata (mg) de copelación	Plomo (g) usado	% Plata recuperada	% Pérdida plata
28.27	27.74	25	98.13	1.87
36.34	35.54	25	97.80	2.20
45.78	44.85	25	97.97	2.03
57.07	55.79	30	97.76	2.24
59.34	57.89	30	97.56	2.44
62.09	60.41	30	97.30	2.70
66.76	65.06	30	97.45	2.55
69.00	67.09	30	97.23	2.77
69.45	67.42	30	97.08	2.92
72.34	70.22	30	97.07	2.93
74.26	72.04	30	97.01	2.99
75.34	73.22	30	97.19	2.81
84.34	81.53	35	96.67	3.33
88.85	86.03	35	96.83	3.17
88.65	85.55	35	96.50	3.50
98.56	95.06	35	96.45	3.55
129.46	124.76	40	96.37	3.63
147.89	142.38	40	96.27	3.73
186.39	180.32	40	96.74	3.26
		Máximo	98.13	3.73
		Mínimo	96.27	1.87
		Promedio	97.12	2.88

3.2.5.- Determinación de plata y oro en las copelas por copelación

Los análisis de plata y oro se realizan por absorción atómica, se pulveriza la copela.

La determinación de oro en las copelas usadas dieron resultados negativos.

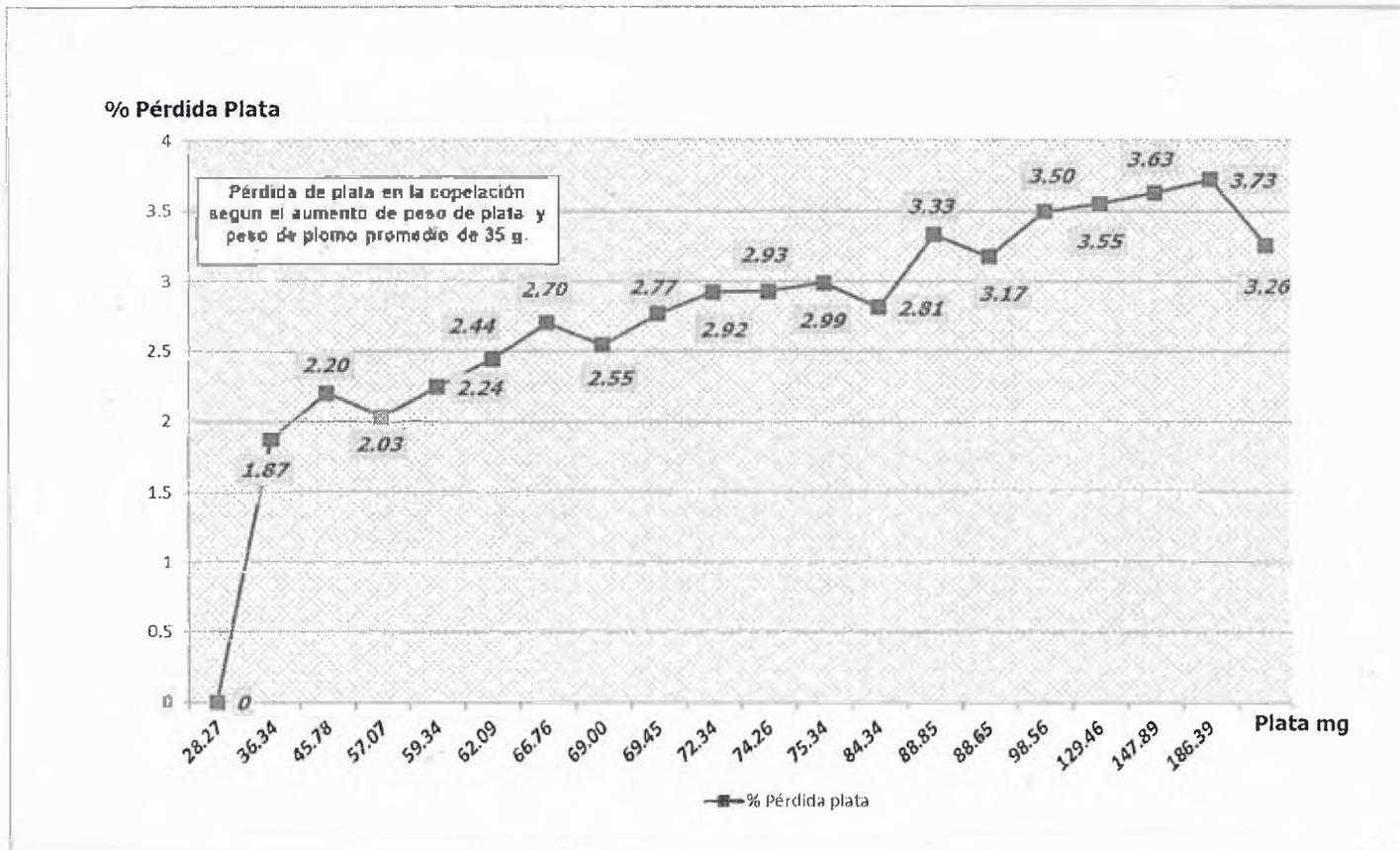
Los cálculos y las gráficas se realizan en las tablas N° 57 y 58; las gráficas N° 8 y 9.

Tabla N° 57 Determinación de la absorción de plata por la copela

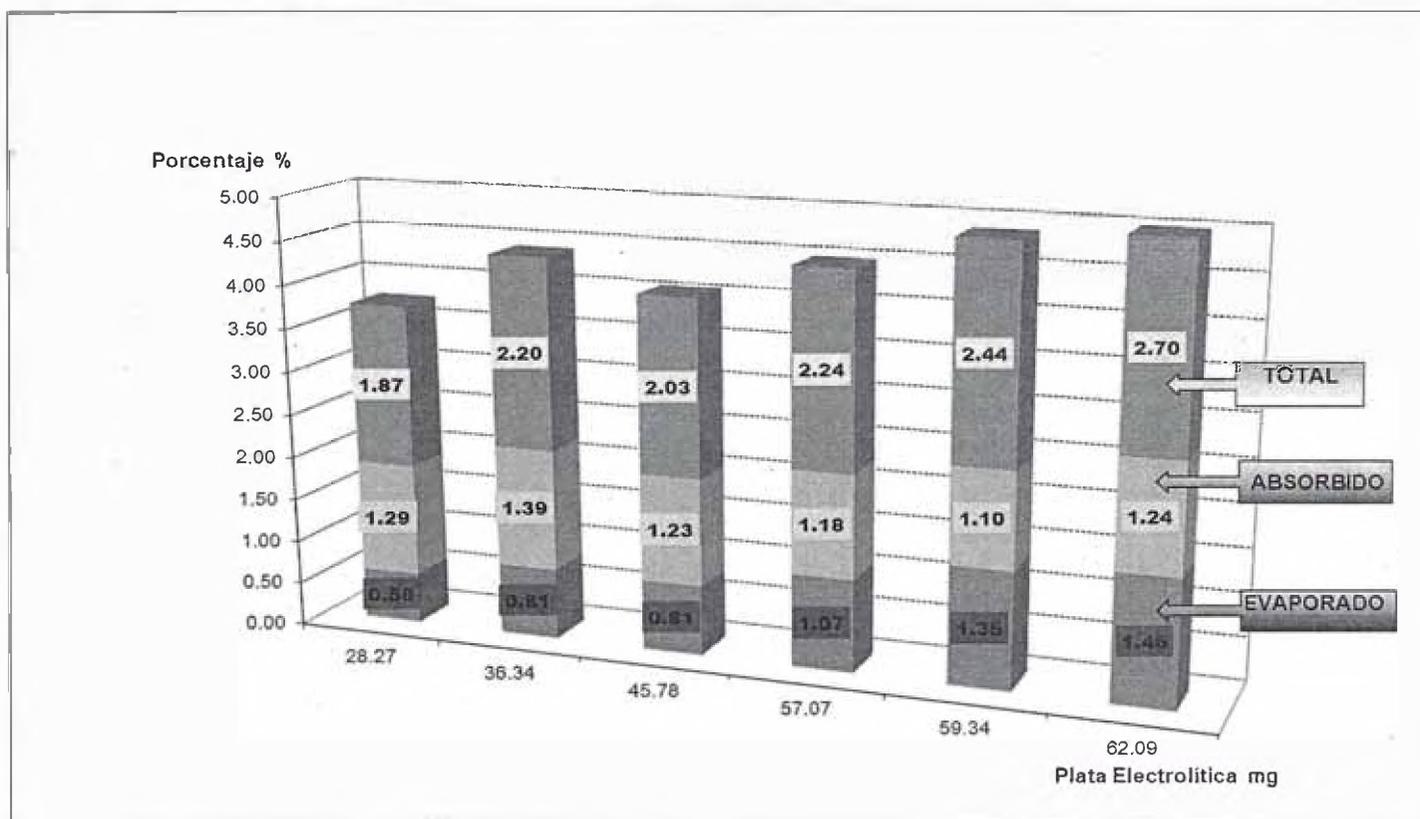
Peso de copela (g)	Peso de muestra (g)	Lectura(A.A) plata (ppm)	Volumen fiola (cm ³)	concentración plata (ppm)	peso (mg) de plata en fiola	Plata absorbida por la copela (mg)
60.73	2.0	0.004	50	0.109	0.0054	0.165
63.45	2.0	0.007	50	0.187	0.0093	0.296
48.63	2.0	0.012	50	0.304	0.0152	0.369
49.56	2.0	0.020	50	0.491	0.0245	0.608
59.34	2.0	0.022	50	0.539	0.0270	0.800
61.32	2.0	0.024	50	0.592	0.0296	0.908
62.76	2.0	0.026	50	0.649	0.0324	1.018
63.29	2.0	0.040	50	1.004	0.0502	1.589
59.67	2.0	0.049	50	1.219	0.0609	1.818
49.42	2.0	0.055	50	1.369	0.0684	1.691
53.44	2.0	0.054	50	1.362	0.0681	1.819
67.36	2.0	0.047	50	1.165	0.0583	1.962
57.83	2.0	0.077	50	1.921	0.0961	2.778
57.97	2.0	0.072	50	1.789	0.0894	2.592
64.24	2.0	0.066	50	1.646	0.0823	2.643
61.35	2.0	0.072	50	1.788	0.0894	2.743
53.64	2.0	0.089	50	2.226	0.1113	2.985
48.45	2.0	0.106	50	2.653	0.1327	3.214
58.28	2.0	0.109	50	2.723	0.1362	3.968
					Máximo	3.968
					Mínimo	0.165

Tabla N° 58 Determinación de la variaciones de plata por la copelación

Plata (mg.) inicial (99,99%)	Plata (mg) de copelación	Plomo (g) usado	Plata absorbida por la copela (mg)	Total plata pérdida (mg)	Plata (mg) evaporado	% Plata recuperada	%Total pérdida plata	% Plata absorbida por copela	% Plata evaporado
28.27	27.74	25.00	0.165	0.530	0.36	98.13	1.87	0.58	1.29
36.34	35.54	25.00	0.296	0.800	0.50	97.80	2.20	0.81	1.39
45.78	44.85	25.00	0.369	0.930	0.56	97.97	2.03	0.81	1.23
57.07	55.79	30.00	0.608	1.280	0.67	97.76	2.24	1.07	1.18
59.34	57.89	30.00	0.800	1.450	0.65	97.56	2.44	1.35	1.10
62.09	60.41	30.00	0.908	1.679	0.77	97.30	2.70	1.46	1.24
66.76	65.06	30.00	1.018	1.700	0.68	97.45	2.55	1.52	1.02
69.00	67.09	30.00	1.589	1.912	0.32	97.23	2.77	2.30	0.47
69.45	67.42	30.00	1.818	2.030	0.21	97.08	2.92	2.62	0.30
72.34	70.22	30.00	1.691	2.120	0.43	97.07	2.93	2.34	0.59
74.26	72.04	30.00	1.819	2.220	0.40	97.01	2.99	2.45	0.54
75.34	73.22	30.00	1.962	2.120	0.16	97.19	2.81	2.60	0.21
84.34	81.53	35.00	2.778	2.810	0.03	96.67	3.33	3.29	0.04
88.85	86.03	35.00	2.592	2.820	0.23	96.83	3.17	2.92	0.26
88.65	85.55	35.00	2.643	3.100	0.46	96.50	3.50	2.98	0.52
98.56	95.06	35.00	2.743	3.500	0.76	96.45	3.55	2.78	0.77
129.46	124.76	40.00	2.985	4.700	1.71	96.37	3.63	2.31	1.32
147.89	142.38	40.00	3.214	5.509	2.30	96.27	3.73	2.17	1.55
186.39	180.32	40.00	3.968	6.069	2.10	96.74	3.26	2.13	1.13
					Máximo	98.13	3.73	3.29	1.55
					Mínimo	96.27	1.87	0.58	0.04
					Promedio	97.13	2.87	2.02	0.84



Gráfica N° 8 Pérdidas de plata por efecto de la copelación



Gráfica N° 9 Variación del contenido de plata por absorción de la copela y la evaporación en la copelación

3.2.6.- Determinación del contenido de plata y oro en la fundición

La determinación de plata y oro se realiza por absorción atómica, donde:

$$\text{Concentración} = \frac{(\text{Lectura} - \text{Blanco}) * (\text{Volumen, cm}^3)}{\text{Peso muestra, gramos}} \dots[23]$$

Dónde :

El volumen final de la fiola es de 50 cm³ y el peso de la muestra es de 2 gramos.

Los cálculos se realizan en las tablas N° 59, 60, 61 y 64.

Tabla N° 59 Contenidos de oro y plata en reactivos de fundición

Peso de mezcla de fundente (g)	Peso de plomo (g)	Peso plata (mg)	Peso oro (mg)	Ley de plata ppm	Ley de oro ppm
100	29	0.0039	<0.0005	0.03	<0.0005
110	26	0.0032	<0.0005	0.02	<0.0005
110	28	0.0038	<0.0005	0.03	<0.0005
110	31	0.0033	<0.0005	0.03	<0.0005
110	30	0.0035	<0.0005	0.03	<0.0005
120	29	0.0030	<0.0005	0.02	<0.0005
120	30	0.0041	<0.0005	0.03	<0.0005
120	27	0.0039	<0.0005	0.03	<0.0005
120	28	0.0038	<0.0005	0.03	<0.0005
120	33	0.0042	<0.0005	0.03	<0.0005
120	29	0.0039	<0.0005	0.03	<0.0005
120	30	0.0041	<0.0005	0.03	<0.0005
130	32	0.0036	<0.0005	0.02	<0.0005
130	33	0.0042	<0.0005	0.03	<0.0005
130	29	0.0040	<0.0005	0.03	<0.0005
130	28	0.0039	<0.0005	0.03	<0.0005
140	34	0.0042	<0.0005	0.03	<0.0005
140	35	0.0044	<0.0005	0.03	<0.0005
200	35	0.0043	<0.0005	0.02	<0.0005
PROMEDIOS					
Peso de mezcla de fundente (g)	Peso de plomo (g)	Peso plata (mg)	Peso oro (mg)	Ley de plata ppm	Ley de oro ppm
121.1	30.1	0.0038	<0.0005	0.03	<0.0005

Tabla N° 60 Contenido de plata en la escoria de la fundición de minerales

Código muestra	Peso muestra (g)	Masa total escoria (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura (A.A.) plata (ppm)	Lectura - blanco (ppm)	Concentración plata (ug/cm ³)	Contenido de plata en la fiola (mg)	Plata en la masa total escoria (mg)
1	2.0	58.1	50	0.007	0.002	0.05	0.003	0.073
2	2.0	42.6	50	0.007	0.002	0.05	0.003	0.053
3	2.0	75.0	50	0.004	0.000	0.00	0.000	0.000
4	2.0	59.5	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
5	2.0	48.1	50	0.002	0.000	0.00	0.000	0.000
6	2.0	55.3	50	0.006	0.001	0.025	0.001	0.035
7	2.0	46.2	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
8	2.0	48.3	50	0.006	0.001	0.025	0.001	0.030
9	2.0	61.8	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
10	2.0	60.4	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
11	2.0	59.6	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
12	2.0	59.1	50	0.007	0.002	0.05	0.003	0.074
13	2.0	64.0	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
14	2.0	62.7	50	0.001	0.000	0.00	0.000	0.000
Blanco 01	0.0	32.3	50	0.004	0.005			PROMEDIO
Blanco 02	0.0	34.6	50	0.006				0.019

Tabla N° 61 Contenido de oro en la escoria de la fundición de minerales

Código muestra	Peso muestra (g)	Masa total escoria (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura (A.A.) oro, ppm	(Lectura - blanco) ppm	Concentración oro, ug/cm ³	Contenido de oro en la fiola (mg)	Oro en la masa total escoria (mg)
1	2.0	58.1	50	0.002	0.000	0.000	0.000	0.000
2	2.0	42.6	50	-0.003	0.001	0.025	0.001	0,001
3	2.0	75.0	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
4	2.0	59.5	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
5	2.0	48.1	50	0.002	0.000	0.000	0.000	0.000
6	2.0	55.3	50	0.002	0.000	0.000	0.000	0.000
7	2.0	46.2	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
8	2.0	48.3	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
9	2.0	61.8	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
10	2.0	60.4	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
11	2.0	68.9	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
12	2.0	54.3	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
13	2.0	43.2	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
14	2.0	38.3	50	0.001	-0.001	-0.025	0.000	0.000
Blanco 01	0.0	33.4	50	0.002	0.002			PROMEDIO
Blanco 02	0.0	31.8	50	0.002				0.000

3.2.7.- Relación del contenido de plata y oro en los minerales

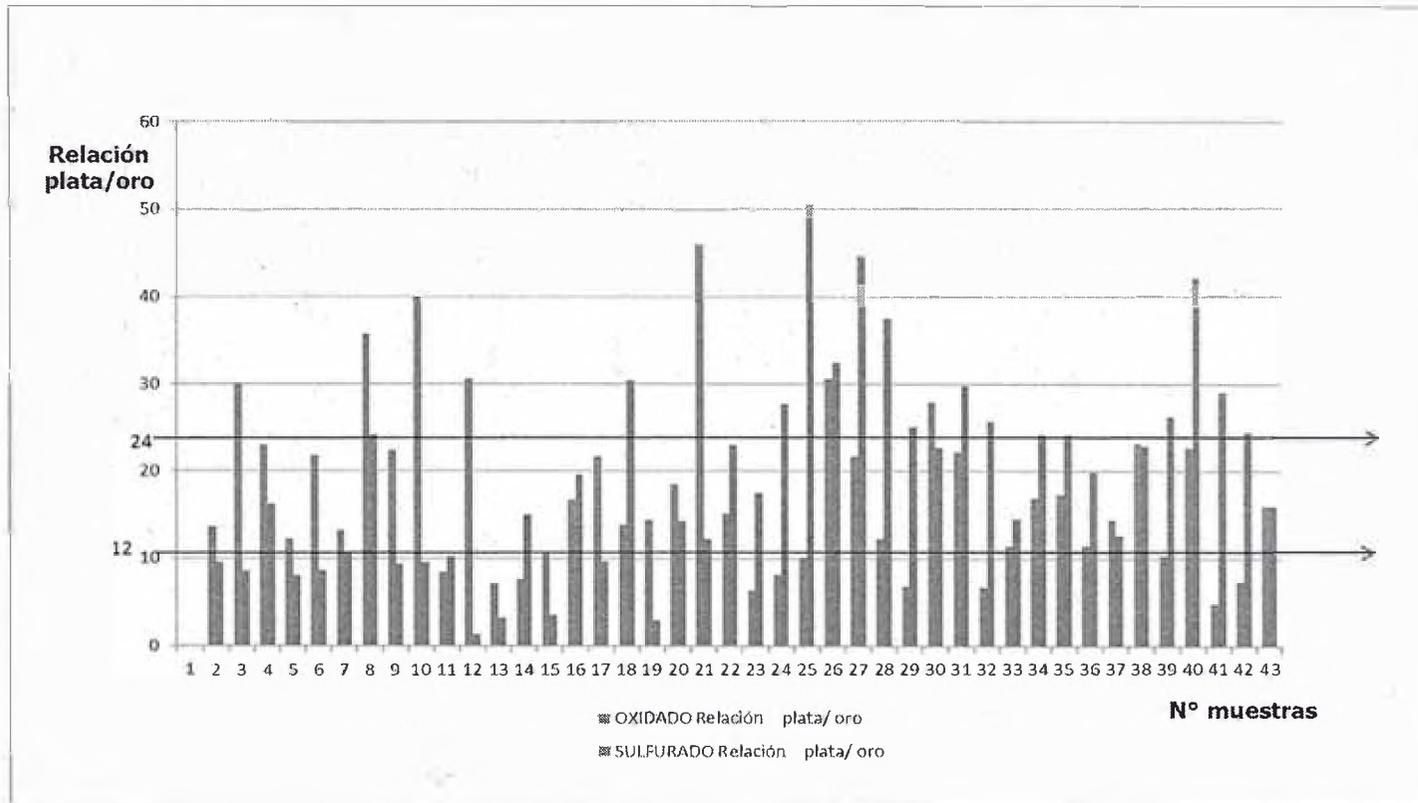
Es importante conocer esta relación para los procesos de la partición adecuada.

Tabla N° 62 Control de la relación de plata / oro en minerales oxidados

Tipo de mineral	Peso muestra (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)	Relación plata / oro
Oxidado	50.0	0.150	0.011	13.6
Oxidado	50.0	0.360	0.012	30.0
Oxidado	50.0	0.276	0.012	23.0
Oxidado	50.0	0.355	0.029	12.2
Oxidado	50.0	0.305	0.014	21.8
Oxidado	50.0	0.185	0.014	13.2
Oxidado	50.0	0.250	0.007	35.7
Oxidado	50.0	0.425	0.019	22.4
Oxidado	50.0	0.120	0.003	40.0
Oxidado	50.0	0.210	0.025	8.4
Oxidado	50.0	0.214	0.007	30.6
Oxidado	50.0	0.348	0.049	7.1
Oxidado	50.0	0.313	0.041	7.6
Oxidado	50.0	0.126	0.012	10.5
Oxidado	50.0	0.217	0.013	16.7
Oxidado	50.0	0.325	0.015	21.7
Oxidado	50.0	0.221	0.016	13.8
Oxidado	50.0	0.216	0.015	14.4
Oxidado	50.0	0.314	0.017	18.5
Oxidado	50.0	0.413	0.009	45.9
Oxidado	50.0	0.121	0.008	15.1
Oxidado	50.0	0.222	0.035	6.3
Oxidado	50.0	0.318	0.039	8.2
Oxidado	50.0	0.424	0.042	10.1
Oxidado	50.0	0.214	0.007	30.6
Oxidado	50.0	0.238	0.011	21.6
Oxidado	50.0	0.146	0.012	12.2
Oxidado	50.0	0.245	0.036	6.8
Oxidado	50.0	0.223	0.008	27.9
Oxidado	50.0	0.311	0.014	22.2
Oxidado	50.0	0.325	0.048	6.8
Oxidado	50.0	0.182	0.016	11.4
Oxidado	50.0	0.152	0.009	16.9
Oxidado	50.0	0.138	0.008	17.3
Oxidado	50.0	0.183	0.016	11.4
Oxidado	50.0	0.173	0.012	14.4
Oxidado	50.0	0.162	0.007	23.1
Oxidado	50.0	0.093	0.009	10.3
Oxidado	50.0	0.272	0.012	22.7
Oxidado	50.0	0.238	0.049	4.9
Patrón -MF1	50.0	0.183	0.025	7.3
Blanco	0.0	0.016	0.001	16.0
Máximo		0.425	0.049	46
Minimo		0.093	0.003	5

Tabla N° 63 Control de la relación de plata / oro en minerales sulfurados

Tipo de mineral	Peso muestra (g)	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)	Relación plata / oro
Sulfurado	30.0	0.325	0.034	9.6
Sulfurado	30.0	0.196	0.023	8.5
Sulfurado	30.0	0.551	0.034	16.2
Sulfurado	30.0	0.281	0.035	8.0
Sulfurado	30.0	0.232	0.027	8.6
Sulfurado	30.0	0.348	0.033	10.5
Sulfurado	30.0	0.436	0.018	24.2
Sulfurado	30.0	0.233	0.025	9.3
Sulfurado	30.0	0.247	0.026	9.5
Sulfurado	30.0	0.835	0.082	10.2
Sulfurado	30.0	0.099	0.073	1.4
Sulfurado	30.0	0.059	0.018	3.3
Sulfurado	30.0	0.419	0.028	15.0
Sulfurado	30.0	0.079	0.022	3.6
Sulfurado	30.0	0.746	0.038	19.6
Sulfurado	30.0	0.403	0.042	9.6
Sulfurado	30.0	0.668	0.022	30.4
Sulfurado	30.0	0.053	0.018	2.9
Sulfurado	30.0	0.928	0.065	14.3
Sulfurado	30.0	0.526	0.043	12.2
Sulfurado	30.0	0.987	0.043	23.0
Sulfurado	30.0	1.066	0.061	17.5
Sulfurado	30.0	2.019	0.073	27.7
Sulfurado	30.0	2.172	0.043	50.5
Sulfurado	30.0	2.339	0.072	32.5
Sulfurado	30.0	2.143	0.048	44.6
Sulfurado	30.0	1.012	0.027	37.5
Sulfurado	30.0	0.951	0.038	25.0
Sulfurado	30.0	0.976	0.043	22.7
Sulfurado	30.0	0.832	0.028	29.7
Sulfurado	30.0	0.925	0.036	25.7
Sulfurado	30.0	0.697	0.048	14.5
Sulfurado	30.0	1.982	0.082	24.2
Sulfurado	30.0	1.039	0.043	24.2
Sulfurado	30.0	0.934	0.047	19.9
Sulfurado	30.0	0.834	0.066	12.6
Sulfurado	30.0	0.983	0.043	22.9
Sulfurado	30.0	1.023	0.039	26.2
Sulfurado	30.0	1.054	0.025	42.2
Sulfurado	30.0	0.988	0.034	29.1
Patrón -MF2	30.0	0.759	0.031	24.5
Blanco	0	0.016	0.001	16.0
Máximo		2.339	0.082	51
Mínimo		0.053	0.018	1

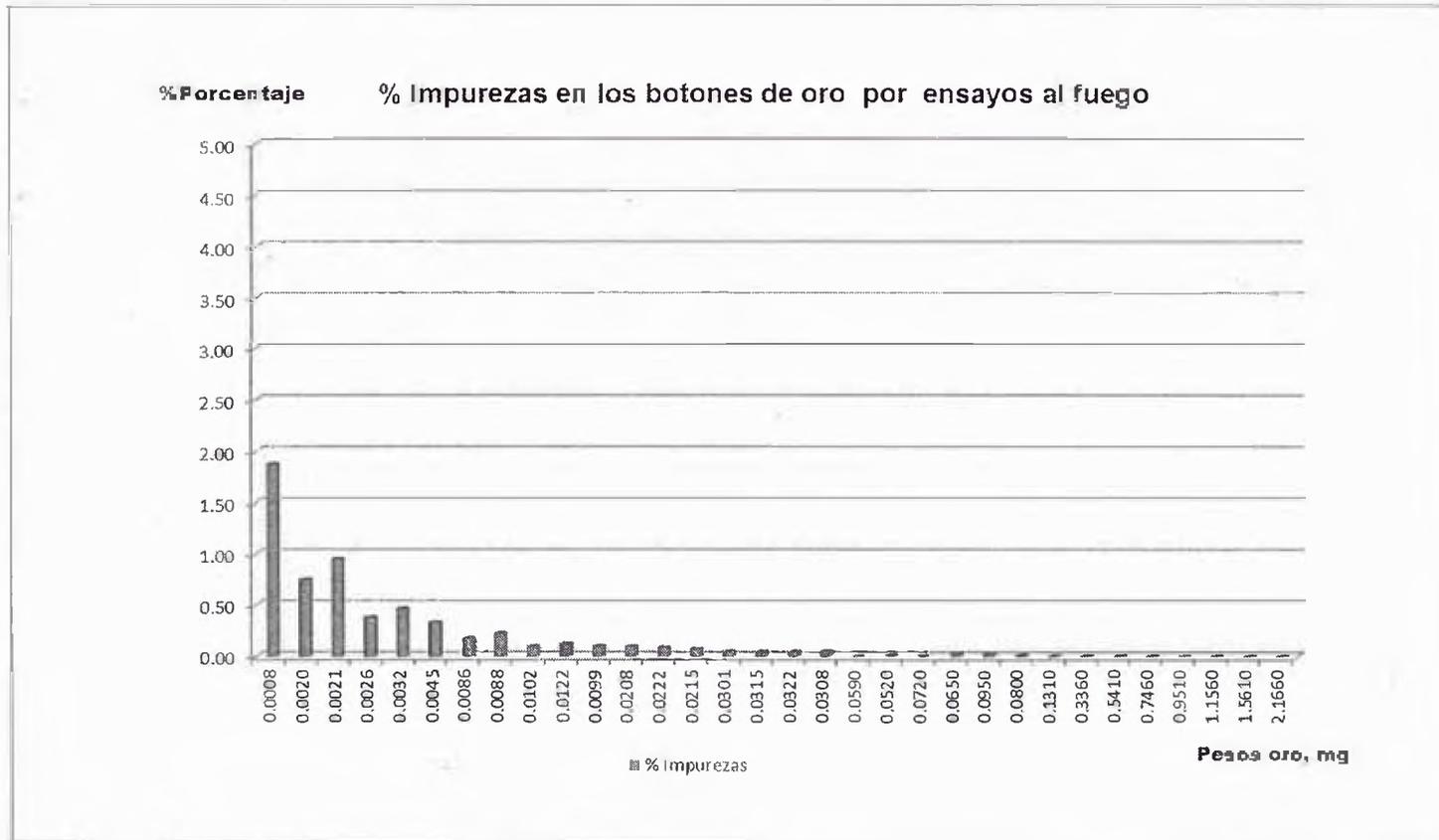


Gráfica N° 10 Relación plata / oro en los minerales por ensayos al fuego

3.2.8.- Control de la calidad de oro obtenido por el ensayo

Tabla N° 64 Control de calidad del oro mediante análisis por absorción atómica

Peso inicial oro, mg (99.999%)	Lectura plata, ppm	Lectura cobre, ppm	Lectura Bismuto, ppm	Volumen fiola (cm ³)	Plata (mg)	Cobre (mg)	Bismuto (mg)	Peso Oro final (mg)	% Recuperación oro	% Impurezas
0.0008	0.0001	0.0001	0.0001	50	0.000005	0.000005	0.000005	0.0008	98.13	1.88
0.0020	0.0002	0.0001	0.0000	50	0.000010	0.000005	0.000000	0.0020	99.25	0.75
0.0021	0.0002	0.0001	0.0001	50	0.000010	0.000005	0.000005	0.0021	99.05	0.95
0.0026	0.0001	0.0001	0.0000	50	0.000005	0.000005	0.000000	0.0026	99.62	0.38
0.0032	0.0002	0.0001	0.0000	50	0.000010	0.000005	0.000000	0.0032	99.53	0.47
0.0045	0.0001	0.0002	0.0000	50	0.000005	0.000010	0.000000	0.0045	99.67	0.33
0.0086	0.0001	0.0001	0.0001	50	0.000005	0.000005	0.000005	0.0086	99.83	0.17
0.0088	0.0002	0.0002	0.0000	50	0.000010	0.000010	0.000000	0.0088	99.77	0.23
0.0102	0.0001	0.0001	0.0000	50	0.000005	0.000005	0.000000	0.0102	99.90	0.10
0.0122	0.0001	0.0001	0.0001	50	0.000005	0.000005	0.000005	0.0122	99.88	0.12
0.0099	0.0001	0.0001	0.0000	50	0.000005	0.000005	0.000000	0.0099	99.90	0.10
0.0208	0.0002	0.0002	0.0000	50	0.000010	0.000010	0.000000	0.0208	99.90	0.10
0.0222	0.0002	0.0001	0.0001	50	0.000010	0.000005	0.000005	0.0222	99.91	0.09
0.0215	0.0001	0.0002	0.0000	50	0.000005	0.000010	0.000000	0.0215	99.93	0.07
0.0301	0.0001	0.0002	0.0000	50	0.000005	0.000010	0.000000	0.0301	99.95	0.05
0.0315	0.0001	0.0002	0.0000	50	0.000005	0.000010	0.000000	0.0315	99.95	0.05
0.0322	0.0002	0.0001	0.0000	50	0.000010	0.000005	0.000000	0.0322	99.95	0.05
0.0308	0.0001	0.0002	0.0000	50	0.000005	0.000010	0.000000	0.0308	99.95	0.05
0.0590	0.0000	0.0000	0.0000	50	0.000000	0.000000	0.000000	0.0590	100.00	0.00
0.0520	0.0001	0.0000	0.0000	50	0.000005	0.000000	0.000000	0.0520	99.99	0.01
0.0720	0.0000	0.0001	0.0000	50	0.000000	0.000005	0.000000	0.0720	99.99	0.01
0.0650	0.0002	0.0002	0.0000	50	0.000010	0.000010	0.000000	0.0650	99.97	0.03
0.0950	0.0003	0.0002	0.0000	50	0.000015	0.000010	0.000000	0.0950	99.97	0.03
0.0800	0.0001	0.0001	0.0000	50	0.000005	0.000005	0.000000	0.0800	99.99	0.01
Máximo	0.0003	0.0002	0.0001	50.0000	0.0000	0.00001	0.00001	0.0950	100.00	1.88
Mínimo	0.0000	0.0000	0.0000	50.0000	0.0000	0.00000	0.00000	0.0008	98.13	0.00
Promedio	0.0001	0.0001	0.00002	50.000	0.00001	0.00001	0.000001	0.0282	99.75	0.25



Gráfica N° 11 Determinación de impurezas en el oro por absorción atómica

3.3. Determinaciones de oro en minerales por ensayos al fuego

El patrones presentan

Los controles de los análisis son blancos, patrón interno y patrón externo tal como se muestra en las gráficas N° 13, 14 y 15.

Los patrones presentan una precisión del 2% y una exactitud del 4 %.

	Promedio (P)	Desviación estandar	%Coeficiente de variación	Exactitud	% Exactitud	Limite de Confianza-95%
PATRON "A"	0.22	0.02	11.11	-7.14	93%	0.22 ± 0.019
				3.53	104%	
				-1.80	96%	
PATRON "B"	1.99	0.14	6.79	-14.29	0.86	1.99 ± 0.104
				-0.69	0.99	
				-7.49	93%	
DUPLICADOS		0.02	2.10	-4.65	95%	

Los minerales presentan:

Según las tablas del N° 65 a 70 y las gráficas N° 13, 14 y 15, los blancos en los análisis de minerales oxidados, patrones, minerales sulfurados, de mina, geoquímicos no muestra contaminación.

Los análisis de minerales oxidados, sulfurados, patrones, mina y oro libre presentan en global:

Buena precisión, el coeficiente de variación en promedio es 4,5 %.

V.R.	Blanco-Bk1	0	0	0	0	0	0	EXACTITUD	PROMEDIO	S	CV	
0.28	Patrón PT1	0.26	0.24	0.24	0.24	0.25	0.24	88.10	0.25	0.01	4.19	
2.32	Patrón PT2	2.40	2.30	2.27	2.30			99.96	2.32	0.06	2.47	
								GLOBAL:	94.03	1.28	0.03	3.33

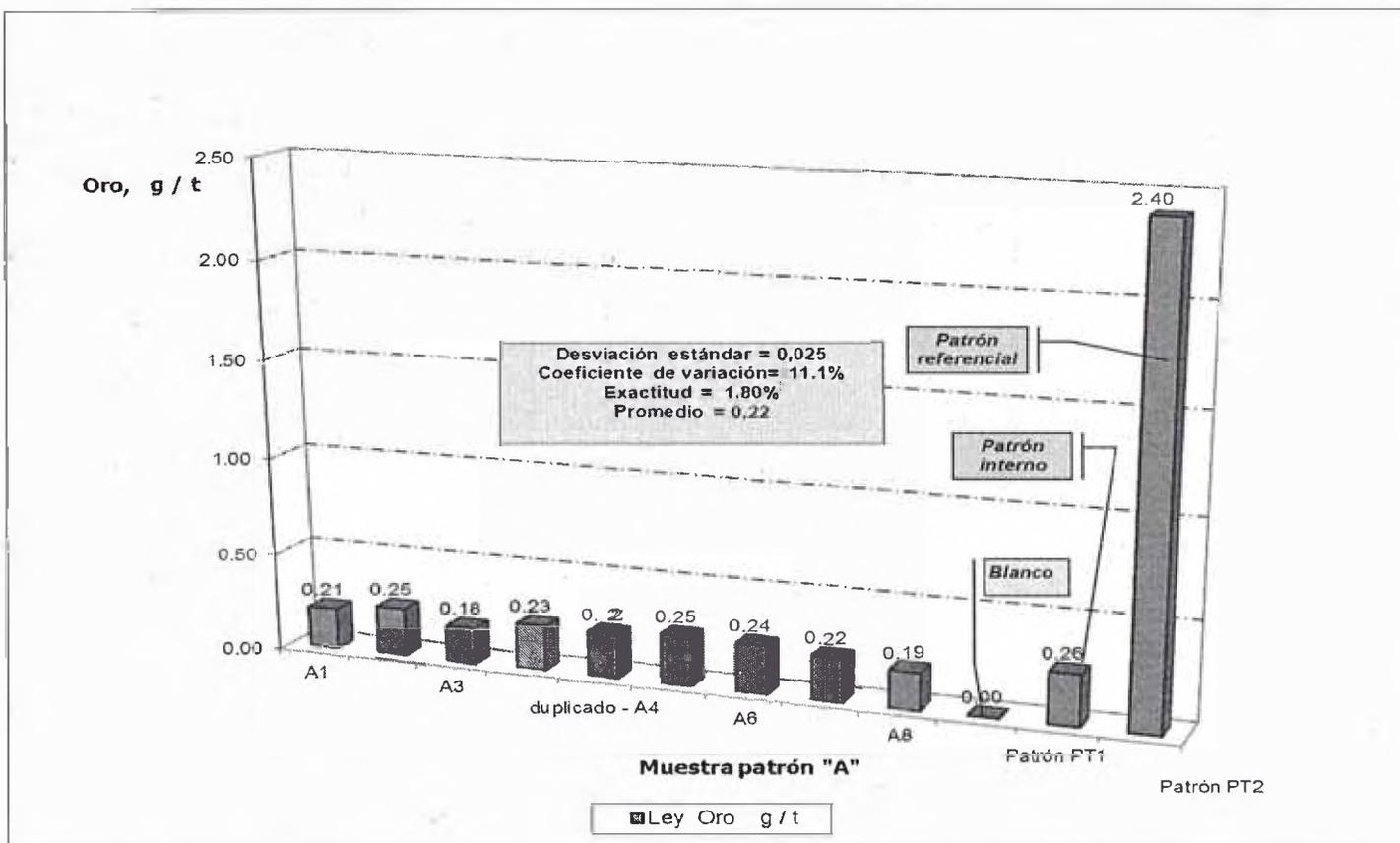
Los factores y limitaciones que influyen en la calidad analítica del método de ensayos al fuego se muestra en la tabla N° 71.

3.3.1.- Análisis de minerales patrones "A" y "B"

Los cálculos se muestra en las tablas N° 65 , 66 y en las gráficas N° 12 , 13.

Tabla N° 65 Análisis de oro en el patrón "A" por ensayos al fuego

Peso de muestra = 50 gramos															
Código muestra	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)	Ley Oro g / t	Relación plata / oro	Promedio (P)	(X - P)	V.R.	Desviación estándar	Desviación media	%Coeficiente de variación	% Exactitud	Valor "a"	Límite de Confianza-95%		
A1	0.042	0.011	0.21	4.0	0.22	0.01	-	0.025	0.019	11.11	-	0.019	0.22 ± 0.019		
A2	0.044	0.012	0.25	3.6		0.02						[0.201-0.239]			
A3	0.041	0.009	0.18	4.6		0.04						Valor "a"	Límite de Confianza-99%		
A4	0.038	0.012	0.23	3.3		0.01						0.028	0.22 ± 0.028		
duplicado - A4	0.046	0.011	0.22	4.1		0.00						[0.192-0.248]			
A5	0.042	0.013	0.25	3.4		0.03									
A6	0.044	0.012	0.24	3.6		0.02									
A7	0.039	0.011	0.22	3.5		0.00									
A8	0.035	0.010	0.19	3.7		0.03									
Blanco-Bk1	0.123	< 0.0005	-	-	-	-	-	-	-	-	-				
Patrón PT1	0.125	0.013	0.26	9.6	0.27	-0.02	0.28	0.014	0.14	5.24	-7.14	Promedio exactitud	-1.80		
Patrón PT2	0.112	0.120	2.40	2.6	2.36	0.08	2.32	0.058	1.18	2.46	3.51				
Nota.- P = promedio ; V.R.= valor referencial; X= dato						0.17									
						n= 9	D.F.= 8	95%	t = 2.306			99%	t = 3.355		



Gráfica N° 12 Concentración de oro en el patrón "A" por ensayos al fuego

Tabla N° 66 Análisis de oro en el patrón "B" por ensayos al fuego

Peso de muestra = 50 gramos

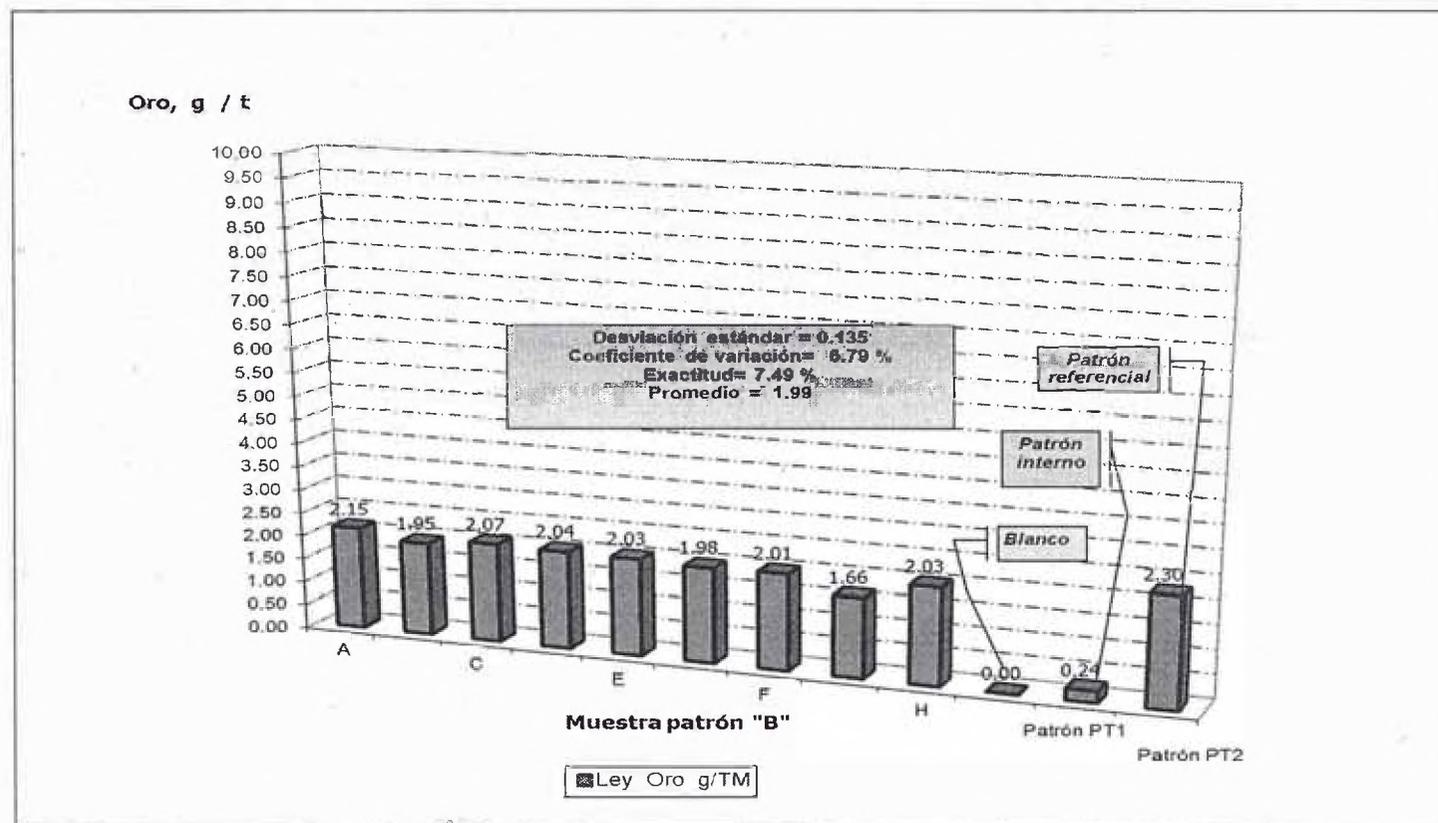
Código muestra	Plata obtenido (mg)	Oro obtenido (mg)	Ley Oro g / l	Relación plata / oro	Promedio (P)	(X - P)	V.R.	Desviación estándar	Desviación media	%Coeficiente de variación	% Exactitud	Valor "a"	Limite de Confianza-95%
A	0.174	0.1075	2.15	1.6	1.99	0.16		0.135	0.08	6.79		0.104	1.99 ± 0.104
B	0.175	0.0975	1.95	1.8		0.04						[1.886 - 2.094]	
C	0.180	0.1035	2.07	1.7		0.08							
D	0.175	0.1022	2.04	1.7		0.05							
E	0.179	0.1015	2.03	1.8		0.04						0.151	1.99 ± 0.151
duplicado - E	0.188	0.0992	1.98	1.9		0.01						[1.839 - 2.141]	
F	0.175	0.1005	2.01	1.7		0.02							
G	0.159	0.0832	1.66	1.9		0.33							
H	0.165	0.1015	2.03	1.6		0.04							
Blanco-Bk1	0.116	0.0095	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
Patrón PT1	0.105	0.012	0.24	8.8	0.26	-0.04	0.28	0.028	0.13	10.88	-14.29	Promedio exactitud	-7.49
Patrón PT2	0.306	0.1152	2.30	2.7	2.31	-0.02	2.32	0.011	1.16	0.49	-0.69		

Nota.- P = promedio ; V.R.= valor referencial; X= dato

0.76

n= 9 D.F.= 8 95% t = 2.306

99% t = 3.355



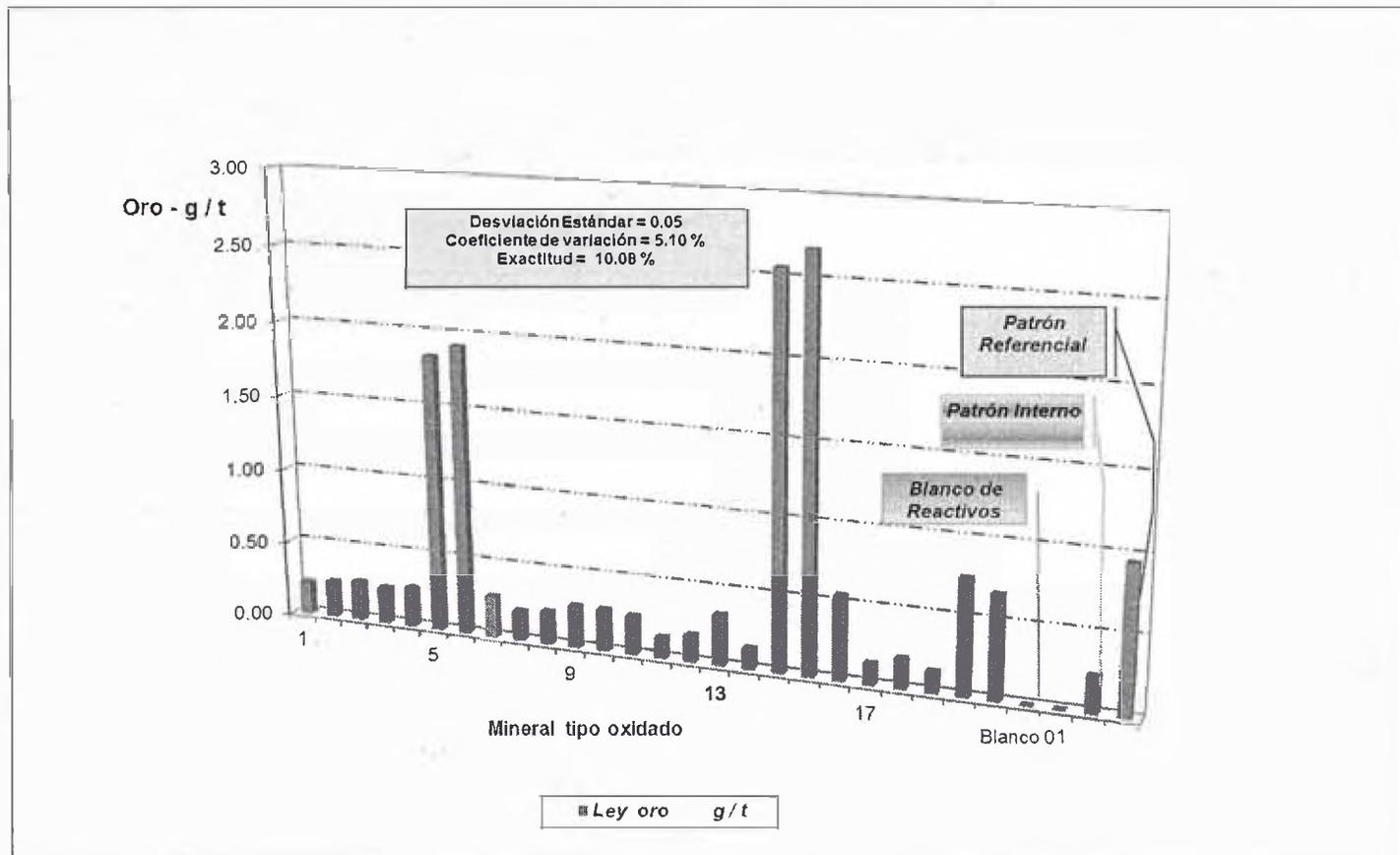
Gráfica N° 13 Concentración de oro en el patrón "B" por ensayos al fuego

3.3.2.- Minerales Oxidados. 3.3.3.- Minerales Sulfurados 3.3.4.- Análisis de mineral de Mina. 3.3.5.- Análisis de mineral con oro libre.

Los cálculos se muestran en las tablas N° 67, 68, 69, 70 y en las gráficas N° 14, 15.

Tabla N° 67 Análisis de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego

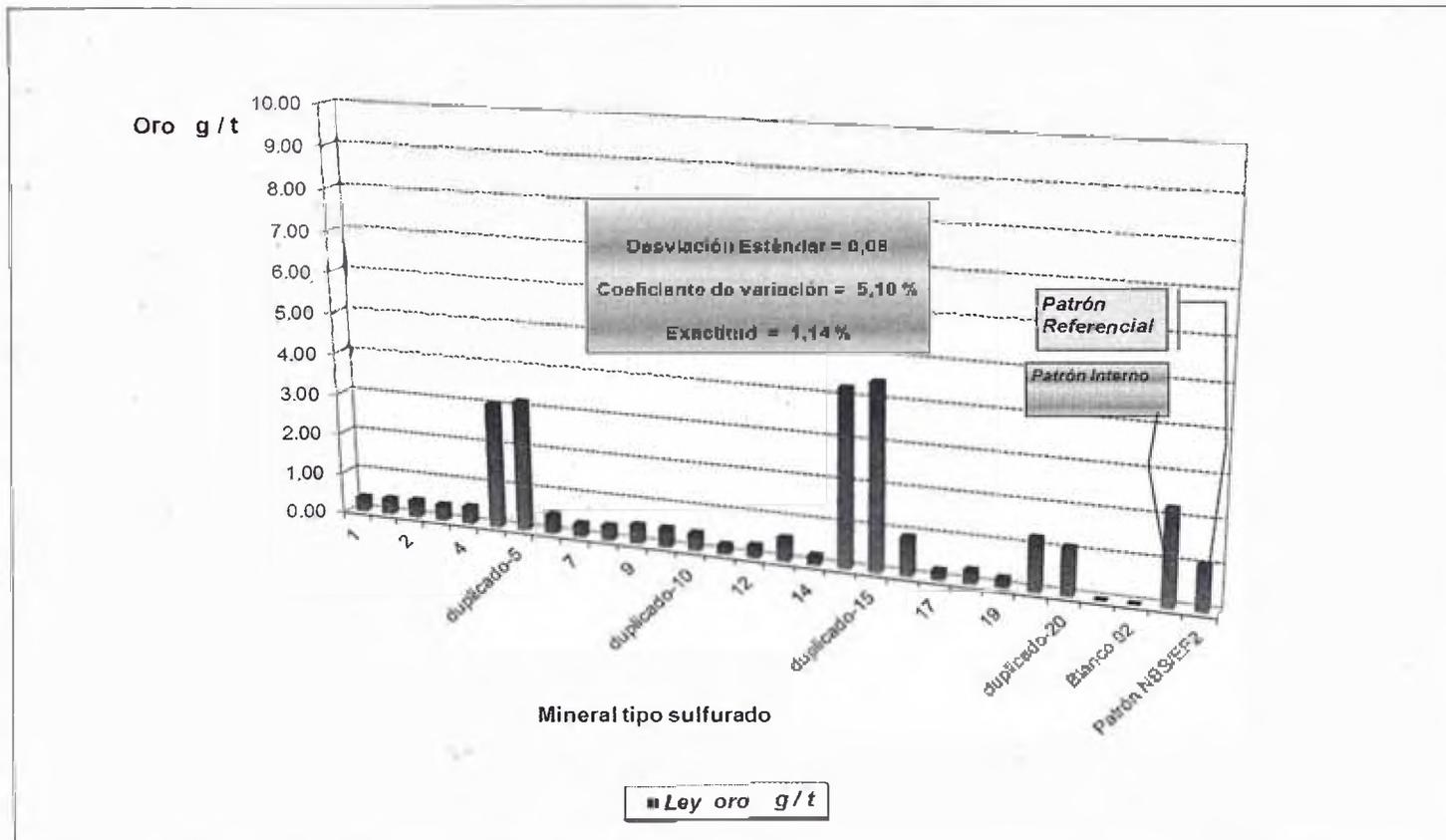
Peso de muestra = 50 gramos						RESULTADOS ESTADÍSTICOS DE PRECISION						
N° muestra	Peso muestra (g)	Doré (mg)	Oro obtenido (mg)	Relación plata/oro	Ley oro g / t	Promedio (P)	Sesgo (X - V.R.)	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	Exactitud	
1	50.0	0.361	0.011	32.82	0.22	0.23	-0.01	0.01	0.01	6.15		
duplicado-1	50.0	0.372	0.012	31.00	0.24							
2	50.0	0.297	0.013	22.85	0.26							
3	50.0	0.288	0.012	24.00	0.24	1.88	-0.04	0.06	0.04	3.01		
4	50.0	0.263	0.013	20.23	0.26							
5	50.0	0.364	0.092	3.96	1.84							
duplicado-5	50.0	0.252	0.096	2.63	1.92							
6	50.0	0.319	0.014	22.79	0.28							
7	50.0	0.315	0.010	31.50	0.20	0.27	0.01	0.01	5.24			
8	50.0	0.211	0.011	19.18	0.22							
9	50.0	0.199	0.014	14.21	0.28							
10	50.0	0.224	0.014	16.00	0.28	0.27	0.01	0.01	5.24			
duplicado-10	50.0	0.214	0.013	16.46	0.26							
11	50.0	0.222	0.007	31.71	0.14	2.62	-0.06	0.08	0.06	3.24		
12	50.0	0.214	0.009	23.78	0.18							
13	50.0	0.304	0.017	17.88	0.34							
14	50.0	0.557	0.007	79.57	0.14							
15	50.0	0.435	0.128	3.40	2.56							
duplicado-15	50.0	0.453	0.134	3.38	2.68	2.62	-0.06	0.08	0.06	3.24		
16	50.0	0.358	0.028	12.79	0.56							
17	50.0	0.557	0.007	79.57	0.14	0.72	0.04	0.06	0.04	7.86		
18	50.0	0.435	0.010	43.50	0.20							
19	50.0	0.557	0.007	79.57	0.14							
20	50.0	0.435	0.038	11.45	0.76							
duplicado-20	50.0	0.453	0.034	13.32	0.68							
Blanco 01	0.0	0.118	0.0006	236.00	-	-	-	-	-	-	-	
Blanco 02	0.0	0.103	0.0005	206.00	-	-	-	-	-	-	-	
Patrón PT1	50.0	0.106	0.012	8.75	0.24	0.26	-0.04	0.03	0.13	10.88	-14.29	
			"V.R.", valor referencial =			0.28						-10.08
Patrón NBS/EF2	50.0	0.462	0.048	9.63	0.96	0.99	-0.06	0.03	-0.03	3.03	-5.88	
Nota.- P = promedio; X= dato			"V.R.", valor referencial =			1.02	Promedio PT =	0.05	0.03	5.10	-10.08	



Gráfica N° 14 Contenidos de oro en minerales oxidados por ensayos al fuego

Tabla N° 68 Análisis de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego

Peso de muestra = 30 gramos						CALCULOS ESTADISTICOS DE PRECISION					
Nº muestra	Peso muestra (g)	Doré (mg)	Oro obtenido (mg)	Relación plata/ oro	Ley oro g / t	Promedio (P)	Sesgo (X-V.R.)	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	Exactitud
1	30.0	0.361	0.011	32.82	0.37	0.38	-0.02	0.02	0.000	6.15	
duplicado-1	30.0	0.372	0.012	31.00	0.40		0.02				
2	30.0	0.297	0.013	22.85	0.43						
3	30.0	0.288	0.012	24.00	0.40						
4	30.0	0.263	0.013	20.23	0.43						
5	30.0	0.364	0.092	3.96	3.07	3.13	-0.07	0.09	1.57	3.01	
duplicado-5	30.0	0.252	0.096	2.63	3.20						
6	30.0	0.319	0.014	22.79	0.47						
7	30.0	0.315	0.010	31.50	0.33						
8	30.0	0.211	0.011	19.18	0.37						
9	30.0	0.199	0.014	14.21	0.47						
10	30.0	0.224	0.014	16.00	0.47	0.45	0.02	0.02	0.23	5.24	
duplicado-10	30.0	0.214	0.013	16.46	0.43						
11	30.0	0.222	0.007	31.71	0.23						
12	30.0	0.214	0.009	23.78	0.30						
13	30.0	0.304	0.017	17.88	0.57						
14	30.0	0.557	0.007	79.57	0.23						
15	30.0	0.435	0.128	3.40	4.27	4.37	-0.10	0.14	2.18	3.24	
duplicado-15	30.0	0.453	0.134	3.38	4.47						
16	30.0	0.358	0.028	12.79	0.93						
17	30.0	0.557	0.007	79.57	0.23						
18	30.0	0.435	0.010	43.50	0.33						
19	30.0	0.557	0.007	79.57	0.23						
20	30.0	0.435	0.038	11.45	1.27	1.20	0.07	0.09	0.60	7.86	
duplicado-20	30.0	0.453	0.034	13.32	1.13						
Blanco 01	0.0	0.118	0.0005	236.00	-	-	-	-	-	-	
Blanco 02	0.0	0.123	0.0005	246.00	-	-	-	-	-	-	
Patrón PT2	30.0	0.318	0.068	4.68	2.27	2.29	-0.05	0.04	1.15	1.64	-2.30
			"V.R.", valor referencial =			2.32					
Patrón NBS/EF2	30.0	0.438	0.032	13.69	1.07	1.04	0.05	0.03	0.52	3.16	4.58
Nota.- P = promedio; X= dato			"V.R.", valor referencial =			1.02	Promedio PT =	0.08	0.95	5.10	1.14



Gráfica N° 15 Contenidos de oro en minerales sulfurados por ensayos al fuego

Tabla N° 69 Análisis de oro en minerales de mina por ensayos al fuego

Peso de muestra = 15 - 30 g							CALCULOS ESTADISTICOS DE PRECISION						
N° muestra	Peso muestra (g)	Dore (mg)	Oro (mg)	Plata (mg.)	Ley Oro g/t	Relación plata/oro	Promedio (P)	Sesgo (X-V.R.)	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	Exactitud	
1	15.0	2.528	0.125	2.403	8.33	19.22							
2	15.0	1.488	0.120	1.368	8.00	11.40							
3	30.0	1.599	0.133	1.466	4.43	11.02							
4	30.0	2.788	0.140	2.648	4.67	18.91							
5	30.0	2.824	0.144	2.680	4.80	18.61							
6	30.0	2.113	0.150	1.963	4.99	13.10							
7	30.0	1.402	0.156	1.246	5.19	8.01							
8	30.0	1.691	0.161	1.529	5.38	9.48							
9	30.0	1.980	0.167	1.813	5.57	10.86							
10	30.0	2.269	0.073	2.196	2.43	30.08	2.37	0.067	0.094	1.18	3.98		
duplicado- 10	30.0	2.569	0.069	2.500	2.30	36.23		-0.067					
11	30.0	1.558	0.179	1.379	5.96	7.71							
12	30.0	0.847	0.185	0.663	6.15	3.59							
13	15.0	1.136	0.19	0.946	12.67	4.98							
14	15.0	1.034	0.196	0.838	13.08	4.27							
15	30.0	1.055	0.202	0.853	6.73	4.22							
16	20.0	0.996	0.208	0.789	10.39	3.79							
17	20.0	0.707	0.213	0.494	10.65	2.32							
18	30.0	0.998	0.219	0.779	7.31	3.55							
19	30.0	1.129	0.225	0.904	7.50	4.02							
20	20.0	0.841	0.231	0.610	11.55	2.64	11.30	0.250	0.354	5.65	3.13		
duplicado-20	20.0	0.844	0.221	0.623	11.05	2.82		-0.250					
Blanco 01	0.0	0.113	0.0005	0.113	0.00	225.00		V.R					
Patrón PT2	30.0	0.322	0.069	0.253	2.30	3.67	2.31	2.32	0.014	1.16	0.61		-0.86
Patrón NBS/EF2	30.0	0.438	0.033	0.405	1.10	12.27	1.06	1.02	0.057	0.53	5.34		7.84
							Promedio PT=		0.224	3.417	3.556		3.49

Tabla N° 70 Análisis de oro en minerales con oro libre por ensayos al fuego

								CALCULOS ESTADISTICOS DE PRECISION				
N° muestra	Peso muestra malla+ 120 (g.)	Peso oro en malla +120 (mg.)	Concentración 1 oro (mg /kg)	Peso muestra malla -120 (g)	Peso oro en malla -120 (mg)	Concentración 2 oro (mg/kg)	Oro total ppm	Promedio	Desviación estándar	Desviación media	%Coeficiente de variación	Exactitud
1	453.3	3.567	7.87	50.0	0.024	0.48	8.3					
2	567.4	2.345	4.13	50.0	0.034	0.68	4.8					
3	459.1	4.325	9.42	50.0	0.021	0.42	9.8					
4	581.6	2.641	4.54	50.0	0.032	0.64	5.2					
5	684.3	4.785	6.99	50.0	0.027	0.54	7.5					
6	597.6	4.566	7.64	50.0	0.036	0.72	8.4					
7	629.3	2.873	4.57	50.0	0.033	0.66	5.2					
8	643.4	1.453	2.26	50.0	0.028	0.56	2.8					
9	734.2	1.436	1.96	50.0	0.045	0.90	2.9					
10	651.2	3.652	5.61	50.0	0.041	0.82	6.4					
duplicado-10	529.3	3.624	6.85	50.0	0.037	0.74	7.6					
Blanco 01	-	-	-	0.0	0.0005	-	V.R.					
Patrón PT1	-	-	-	50.0	0.013	0.26	0.28	0.27	0.014	0.14	5.24	-7.14
Patrón NBS/EF2	-	-	-	50.0	0.048	0.96	1.02	0.99	0.042	0.60	4.29	-5.88
						Promedio PT=		-	0.028	0.32	4.76	-6.51

Tabla N° 71 Factores y condiciones en ensayos al fuego para minerales

<u>Factores y limitaciones de las operaciones de ensayos al fuego</u>
Es importante reconocer los minerales de la muestra antes de la preparación y la coloración que presenta la muestra representativa para definir si son minerales oxidados ó sulfurados.
Generalmente los minerales oxidados presentan colores claros.
Generalmente los minerales sulfurados presentan colores grisáceos hasta verduzcos.
La característica de la mezcla de fundentes debe generar alta fluidez de la escoria y un adecuado plomo con brillo metálico, con pesos que varían entre 25 a 35 gramos.
La calidad de botón de plomo obtenido de la fundición de minerales depende del contenido de metales y de la adición de oxidantes y reductores a la carga de mineral antes de fundir.
Cuando el peso de plomo es mayor de 35 gramos y no tener brillo metálico, entonces se debe usar el proceso de escorificación para reducir la contaminación del botón de plomo y su peso.
Cuando el peso de plomo es menor de 25 gramos debe repetirse la fundición, tener en cuenta las tablas N° 8 y 9.
La mezcla de fundentes debe presentar contenidos menores de 0,000 5 g / t de oro y 0,03 g / t de plata.
Comprobar los contenidos y las pérdidas de oro por fundición en los crisoles de arcilla y en las copelas los cuales deben ser insignificantes, menor de 0,000 5 g / t de oro.
La pérdida de plata en la escoria de fundición debe ser menor de 0, 1 mg .
En las fundiciones se debe agregar como reactivo de partición aproximadamente 10 mg de plata.
Las copelas contienen agua en el orden del 12 % y siempre deben secarse previamente al uso.
Es importante conocer las zonas de distribución de calor y oxidación en el horno mufla para realizar la adecuada copelación de minerales y evitar pérdidas de plata (mg). Las copelaciones no deben hacerse al fondo del horno.
Las copelas deben absorber plomo en promedio hasta un 80% y tener una recuperación del 98 % de plata metálica.
El contenido de impurezas en el oro obtenido debe controlarse principalmente por el contenido de cobre y bismuto proveniente de la fundición, para ello debe escorificarse antes de copelar porque estos generan pérdidas de oro según la tabla N° 10.
Verificar la calidad de ácido nítrico para la partición, esta no debe contener cloruros en contenidos mayores de 1ppm .
La relación plata / oro en los minerales es importante para asegurar una adecuada partición y deben estar sujetos a la tabla N° 11.
La relación del contenido de plata /oro debe calcularse para que no se menor de 10 veces.
Los pesos de oro obtenidos deben calcularse para que sean mayores de 0,01 mg y la calidad sea la adecuada.
Se debe controlar los valores atípicos de los análisis a través de la aplicación de la prueba de grubbs.
La precisión de los análisis de oro en minerales debe presentar un coeficiente de variación menor de 6 %.
La precisión de las mediciones se controla con los duplicados y los patrones internos.

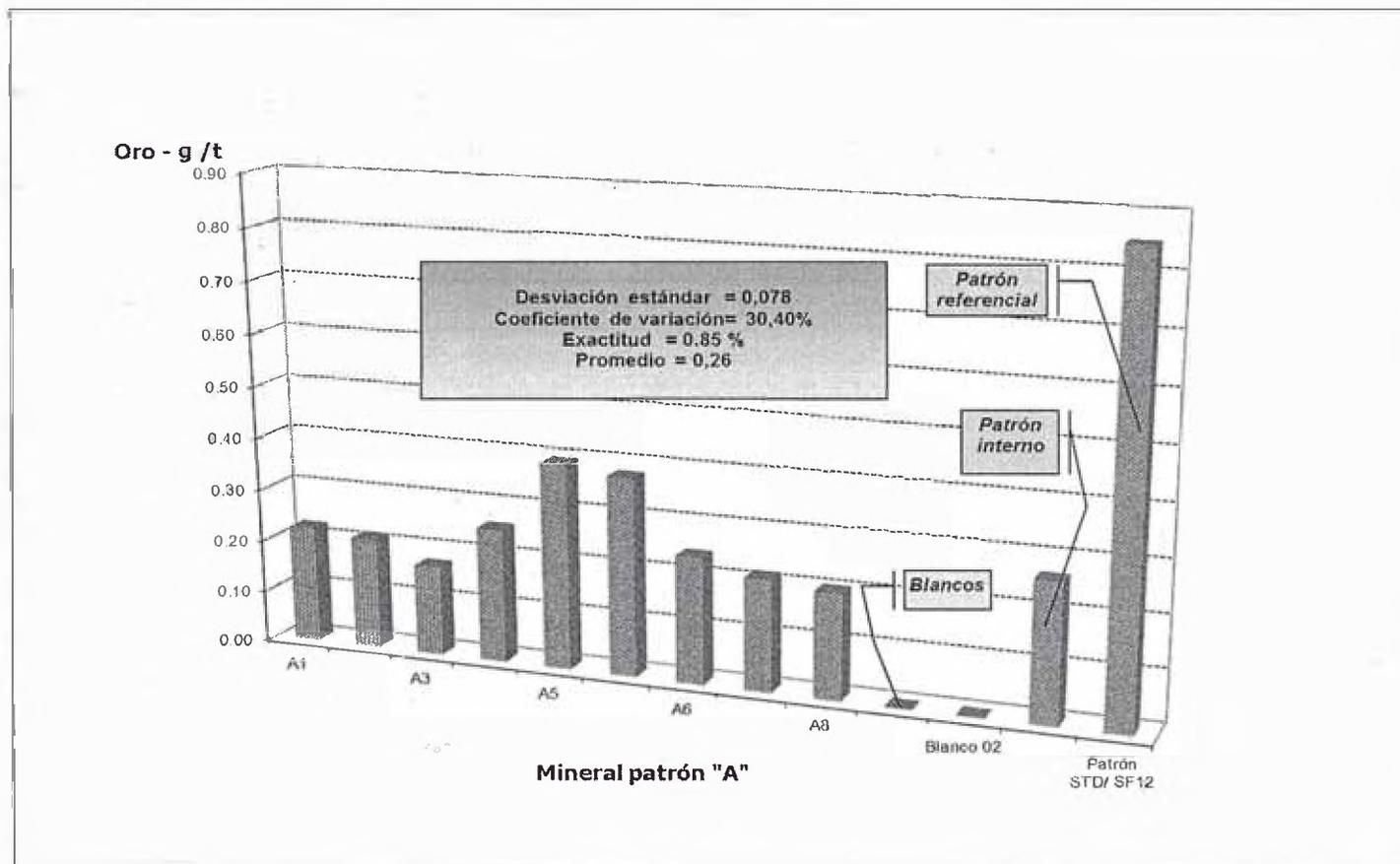
3.4.- Determinación de oro en minerales por absorción atómica

3.4.1.- Análisis de patrones en medio ácido

Los cálculos se realizan en las tablas N° 72 y 73 y en las gráficas N° 16 y 17.

Tabla N° 72 Análisis de oro en el patrón "A" por absorción atómica

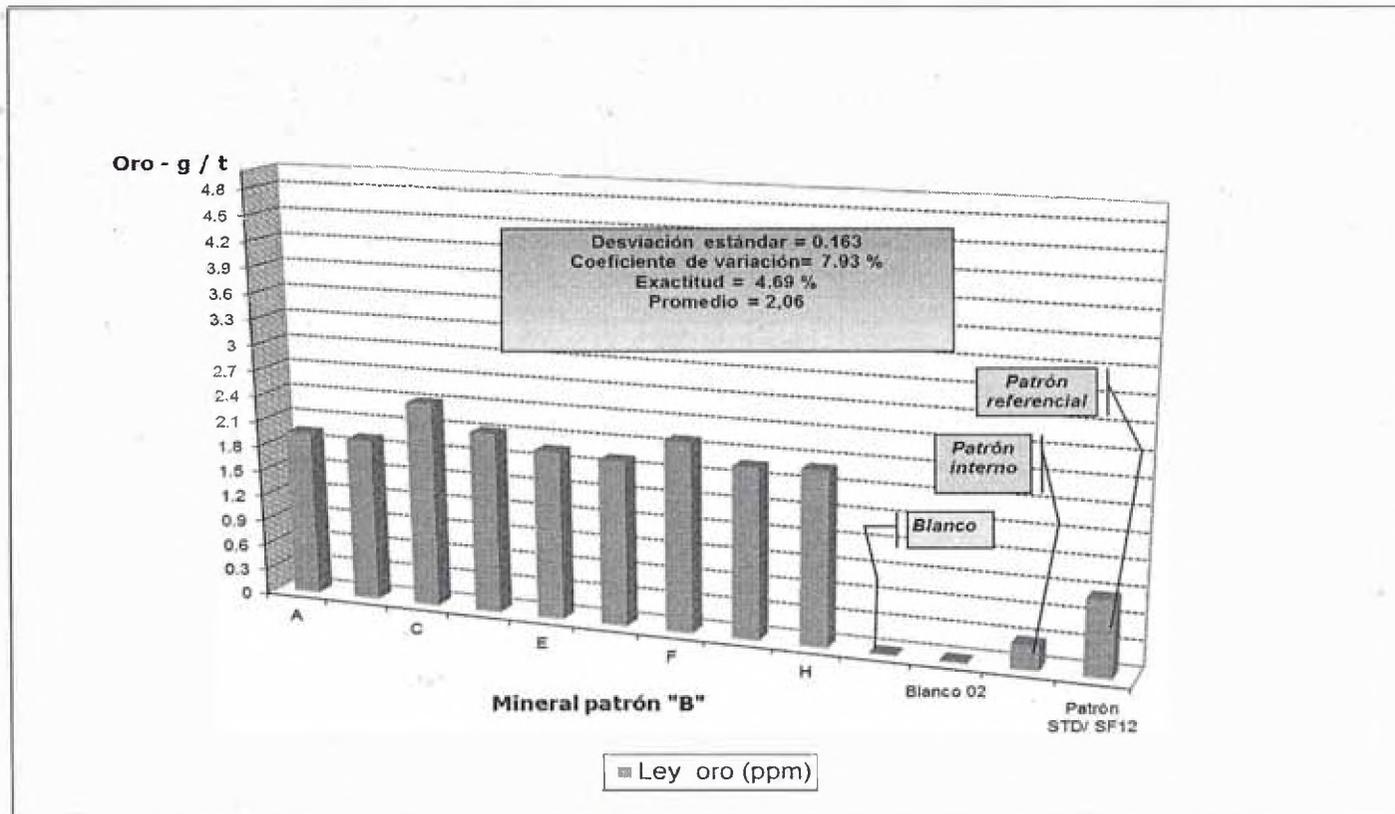
N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)	Lectura - blanco, ppm	Ley oro (ppm)	Promedio (P)	Sesgo (X.V.R.)	V.R. =	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	% Exactitud	Valor "a"	Limite de Confianza-95%
A1	2.0	25	0.0219	0.0179	0.22	0.26	0.03	0.26	0.078	0.06	30.40		0.060	0.22 ± 0.060
A2	2.0	25	0.0211	0.0171	0.21		0.04						[0.160 - 0.290]	
A3	2.0	25	0.0178	0.0138	0.17		0.08						Valor "a"	Limite de Confianza-99%
A4	2.0	25	0.0246	0.0206	0.26		0.00							
A5	2.0	25	0.0354	0.0314	0.39		0.14						0.087	0.22 ± 0.087
duplicado A5	2.0	25	0.0343	0.0303	0.38		0.12						[0.133 - 0.307]	
A6	2.0	25	0.0234	0.0194	0.24		0.01							
A7	2.0	25	0.0212	0.0172	0.22		0.04							
A8	2.0	25	0.0202	0.0162	0.20	0.05								
Blanco 01	0.0	25	0.005	0.004	-	-	0.53	-	-	-	-	-	-	-
Blanco 02	0.0	25	0.003		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Patrón PT1	2.0	25	0.0262	0.0212	0.27	0.27	-0.01	0.26	0.011	0.14	3.89	-5.36	Promedio exactitud	-0.85
Patrón STD/ SF12	2.0	25	0.073	0.068	0.85	0.84	0.01	0.82	0.021	0.42	2.64	3.66		



Gráfica N° 16 Concentración de Oro en el patrón "A" por absorción atómica

Tabla N° 73 Análisis de oro en el patrón "B" por absorción atómica

N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)	Lectura - blanco (ppm)	Ley oro (ppm)	Promedio (P)	Sesgo (%V.R.)	V.R. =	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	% Exactitud	Valor "a"	Límite de Confianza-95%
A	2.0	25	0.161	0.156	1.95	2.06	0.11		0.163	0.13	7.93		0.128	2.06 ± 0.128
B	2.0	25	0.159	0.154	1.93		0.13						[0.094 - 0.146]	
C	2.0	25	0.198	0.193	2.41		0.35						Valor "a"	Límite de Confianza-95%
D	2.0	25	0.175	0.170	2.13		0.07							
E	2.0	25	0.163	0.158	1.98		0.08						0.183	2.06 ± 0.183
duplicado E	2.0	25	0.159	0.154	1.93		0.13						[0.133 - 0.167]	
F	2.0	25	0.182	0.177	2.21		0.15							
G	2.0	25	0.164	0.159	1.99		0.07							
H	2.0	25	0.167	0.162	2.02		0.04							
Blanco 01	0.0	25	0.006	0.005	-	-	1.14	-	-	-	-			
Blanco 02	0.0	25	0.004		-	-	-	-	-	-	-			
Patrón PT1	2.0	25	0.028	0.023	0.29	0.28	0.01	0.28	0.005	0.14	1.87	2.68	Promedio exactitud	4.69
Patrón STD SF12	2.0	25	0.075	0.070	0.88	0.85	0.05	0.82	0.039	0.42	4.69	6.71		

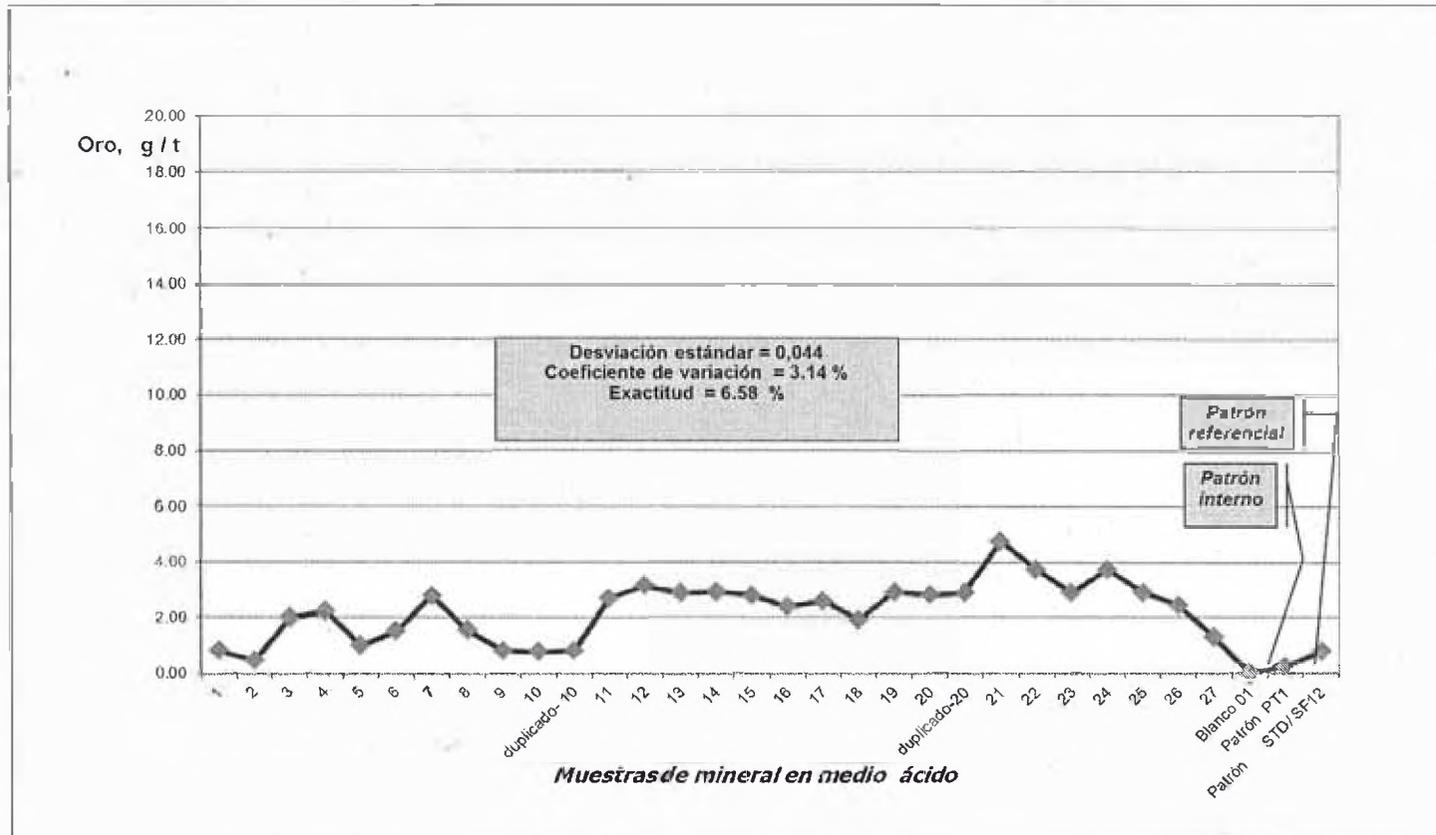


Gráfica N° 17 Concentración de Oro en el patrón "B" por absorción atómica

3.4.2.- Análisis de minerales en medio ácido.- Los cálculos se realizan en la tabla N° 74 y en la gráfica N° 18.

Tabla N° 74 Análisis de oro en mineral por absorción atómica en medio ácido

N° muestra	Peso muestra (g)	Volumen fiola (cm ³)	Lectura Oro (ppm)	Lectura X blanco, ppm	Ley Oro (ppm)	CALCULOS ESTADISTICOS DE PRESICION					
						Promedio (P)	Sesgo (X-V.R.)	Desviación estándar	Desviación media	% Coeficiente de variación	Exactitud
1	2.0	50	0.033	0.032	0.80						
2	2.0	50	0.019	0.018	0.45						
3	2.0	50	0.080	0.079	1.98						
4	2.0	50	0.090	0.089	2.23						
5	2.0	50	0.041	0.040	1.00						
6	2.0	50	0.062	0.061	1.53						
7	2.0	50	0.111	0.110	2.75						
8	2.0	50	0.063	0.062	1.55						
9	2.0	50	0.034	0.033	0.83						
10	2.0	50	0.032	0.031	0.78	0.80	-0.025	0.035	0.03	4.42	
duplicado- 10	2.0	50	0.034	0.033	0.83		0.025				
11	2.0	50	0.108	0.107	2.68						
12	2.0	50	0.127	0.126	3.15						
13	2.0	50	0.116	0.115	2.88						
14	2.0	50	0.118	0.117	2.93						
15	2.0	50	0.113	0.112	2.80						
16	2.0	50	0.097	0.096	2.40						
17	2.0	50	0.105	0.104	2.60						
18	2.0	50	0.078	0.077	1.93						
19	2.0	50	0.118	0.117	2.93						
20	2.0	50	0.114	0.113	2.83	2.86	-0.038	0.053	0.04	1.85	
duplicado-20	2.0	50	0.117	0.116	2.90		0.038				
21	2.0	50	0.191	0.190	4.75						
22	2.0	50	0.151	0.150	3.75						
23	2.0	50	0.116	0.115	2.88						
24	2.0	50	0.151	0.150	3.75						
25	2.0	50	0.117	0.116	2.90						
26	2.0	50	0.099	0.098	2.45						
27	2.0	50	0.053	0.052	1.30						
Blanco 01	0.0	50	0.0010			-	V.R	-	-	-	
Patrón PT1	2.0	50	0.011	0.010	0.25	0.27	0.28	0.021	0.13	8.00	-10.71
Patrón STD/ SF12	2.0	50	0.033	0.032	0.80	0.81	0.82	0.014	0.41	1.75	-2.44
Nota.- P = promedio ; V.R.= valor referencial; X= dato						Promedio PT=		0.044	0.03	3.14	-5.58



Gráfica N° 18 Análisis de oro en minerales por absorción atómica en medio ácido

Absorción atómica

Condición del equipo de absorción atómica

La estabilidad de la lectura está dado por la calidad de flama que está en función de la calidad de aire suministrado, combustible, filtro de polvos y humedad.

La instalación de la lámpara de cátodo hueco debe estar alineado con la posición de la flama y la longitud del cabezal del quemador para obtener una absorción del 100% de radiación, los cuales no están registrados como medida para poder analizar su desviación.

Las variaciones de lecturas están dadas por la eficiencia de la lámpara de cátodo hueco que disminuye con el uso y con el amperaje aplicado.

Matriz

Se hace uso de solución de sulfato de aluminio y solución de lantano para eliminar las interferencias por formación de productos más livianos en la descomposición de los átomos en la llama.

Las interferencias de matriz por exceso de ácidos y por sólidos coloidales se controlan por dilución y ataques químicos de reacción lenta.

Según la tabla N° 72, el patrón "A" presenta un alto valor de coeficiente de variación (30,4%), lo cual no es adecuado. Según la tabla N° 73, el patrón "B" presenta un valor de coeficiente de variación de 7% lo cual es aceptable.

Buena exactitud de los duplicados en los patrones internos en un valor promedio de 2%. Buena precisión dado por el coeficiente de variación en promedio de 4%.

Según la tabla N° 74, los análisis de minerales por absorción atómica en medio presentan un adecuado CV de 3% y una exactitud de 6%.

	Promedio (P)	Desviación estándar	%Coeficiente de variación	Exactitud	% Exactitud	Límite de Confianza-95%
PATRON "A"	0.22	0.02	11.11	-7.14	93%	0.22 ± 0.019
				3.53	104%	
				-1.80	98%	
PATRON "B"	1.99	0.14	6.79	-14.29	0.86	1.99 ± 0.104
				-0.89	0.99	
				-7.49	93%	
DUPLICADOS		0.02	2.10	-4.55	96%	

Según la tabla N° 74, los análisis de minerales por absorción atómica en medio ácido muestran blancos sin contaminación, tal como se aprecia en los gráficos N° 16, 17 y 18.

Muchas de las soluciones preparadas de la muestra han sido diluidas en factores de 10 ó más veces, estas altas diluciones se da en razón de conseguir una lectura dentro del rango de calibración, ello lleva a mayores errores.

- Las curvas de calibración requieren de un constante ajuste dado por el reslope ó recalibración, realizado por cada 10 muestras, lo cual genera cierta variabilidad en la medición; esto por la inestabilidad del equipo que está expuesto a grandes cambios eléctricos de voltaje.

Los factores y limitaciones se muestra en la tabla N° 75.

Tabla N° 75 Factores y condiciones de la absorción atómica en minerales

<u>Factores y limitaciones de las operaciones de absorción atómica</u>
El equipo de absorción atómica debe permanecer encendido por lo menos en 20 minutos antes de iniciar las lecturas y la lámpara de oro, de cátodo hueco debe calentarse por lo menos por 3 minutos antes de iniciar lecturas.
La instalación de la lámpara de cátodo hueco debe estar alineada con la posición de la flama.
La longitud del cabezal del quemador debe obtener una absorción del 100 % de radiación, los cuales deben ser registrados como control del equipo.
La estabilidad de la lectura depende de la calidad de llama, esta es una función de la calidad de aire suministrado, combustible, libre de polvos y humedad que se controla a través del compresor de aire.
Las variaciones de lecturas están dadas por la eficiencia de la lámpara de cátodo hueco, que disminuye con el uso y con el amperaje aplicado.
Se debe controlar la sensibilidad del equipo con las soluciones de cobre y oro, sus valores de absorbancia deben registrarse.
Verificar la velocidad de nebulización y aspiración de las soluciones de muestras, que deben ser constantes, la variabilidad de este fluido genera variabilidad de lectura por sólidos coloidales.
Las soluciones de calibración deben ser controladas por un patrón interno y por la curva de calibración.
Controlar las interferencias de matriz por exceso de ácidos y sales por medio de la adición de solución de lantano ó solución de nitrato de aluminio.
Controlar los blancos de contaminación, los patrones internos y material de referencia certificado.
Controlar la variabilidad de lecturas en los blancos y usar corrector de fondo si es necesario.
Las lecturas realizadas a las soluciones no deben ser nuevamente diluidas, esto genera errores de volumen, debe evitarse las diluciones en factores mayores de 10.
La disolución de la muestra depende de los tipos de ácidos: HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ , KClO ₃ , KClO ₄ y reactivos a usar (HF) buscando eliminar los sólidos en la solución.

3.5. Comparaciones analíticas.

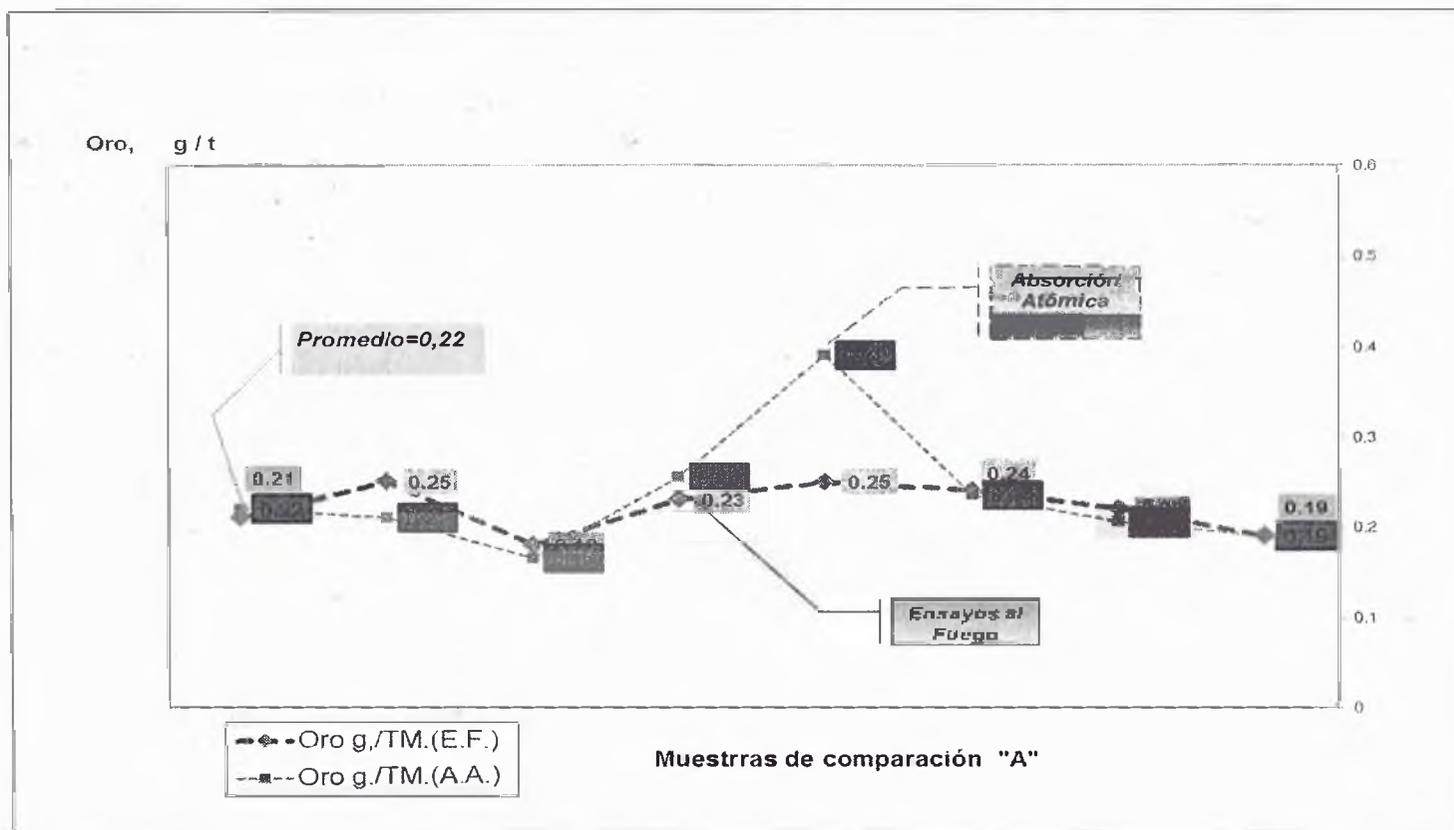
Los cálculos para el patrón "A", se observan en la tabla N° 76 y 77 ,en la gráfica N° 19 .

Tabla N° 76 Análisis estadístico de los parámetros en el patrón "A"

Peso de muestra = 50 gramos									
Ensayos al fuego					Absorción Atómica				
N° muestra	Ley Oro g / t	Promedio (P)	Desviación estándar(s)	%Coeficiente variación (CV)	X 1- X2	Ley Oro / t g	Promedio (P)	Desviación estándar(s)	%Coeficiente variación (CV)
A1	0.21	0.22	0.02	11.11	-0.010	0.22	0.25	0.08	30.70
A2	0.25				0.036	0.21			
A3	0.18				0.010	0.17			
A4	0.23				-0.030	0.26			
A5	0.22				-0.168	0.39			
duplicado A5	0.25				-0.130	0.38			
A6	0.24				0.004	0.24			
A7	0.22				0.000	0.22			
A8	0.19				-0.010	0.20			

Tabla N° 77 Análisis estadístico de la exactitud y precisión en el patrón "A"

Determinación del valor atípico	Para verificar la EXACTITUD			PRUEBA DE PRECISION
GRUBBS - E.F. $G = \text{valor dudoso} - X / S$	t- student			TEST " F"
Para X = 0,25 : 1,17	$T = [X - U] / (s/\sqrt{N})$			Se prueba si el método de absorción atómica es más preciso que ensayos al fuego
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	PATRON "A"			$F_{\text{calculado}} = s_1^2 / s_2^2$
Para X = 0,18 : 1,66	PROMEDIO	0.22	0.26	$f_1 = 8, f_2 = 8 \dots F_{\text{critico}} = 3,44$
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	S	0.02	0.08	F calculado = 9,99
GRUBBS - A.A.	U	0.24		
Para X = 0,39 : 1,74	N	9	9	Entonces como F calculado es mayor que F crítico, se rechaza la hipótesis
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	T-teorico	2.31		Por tanto El método de absorción atómica es menos preciso que el método de ensayos al fuego
Para X = 0,17 : 1,08	TOB	2.25		
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	EXISTE EXACTITUD			



Gráfica N° 19 Análisis comparativo del patrón "A"

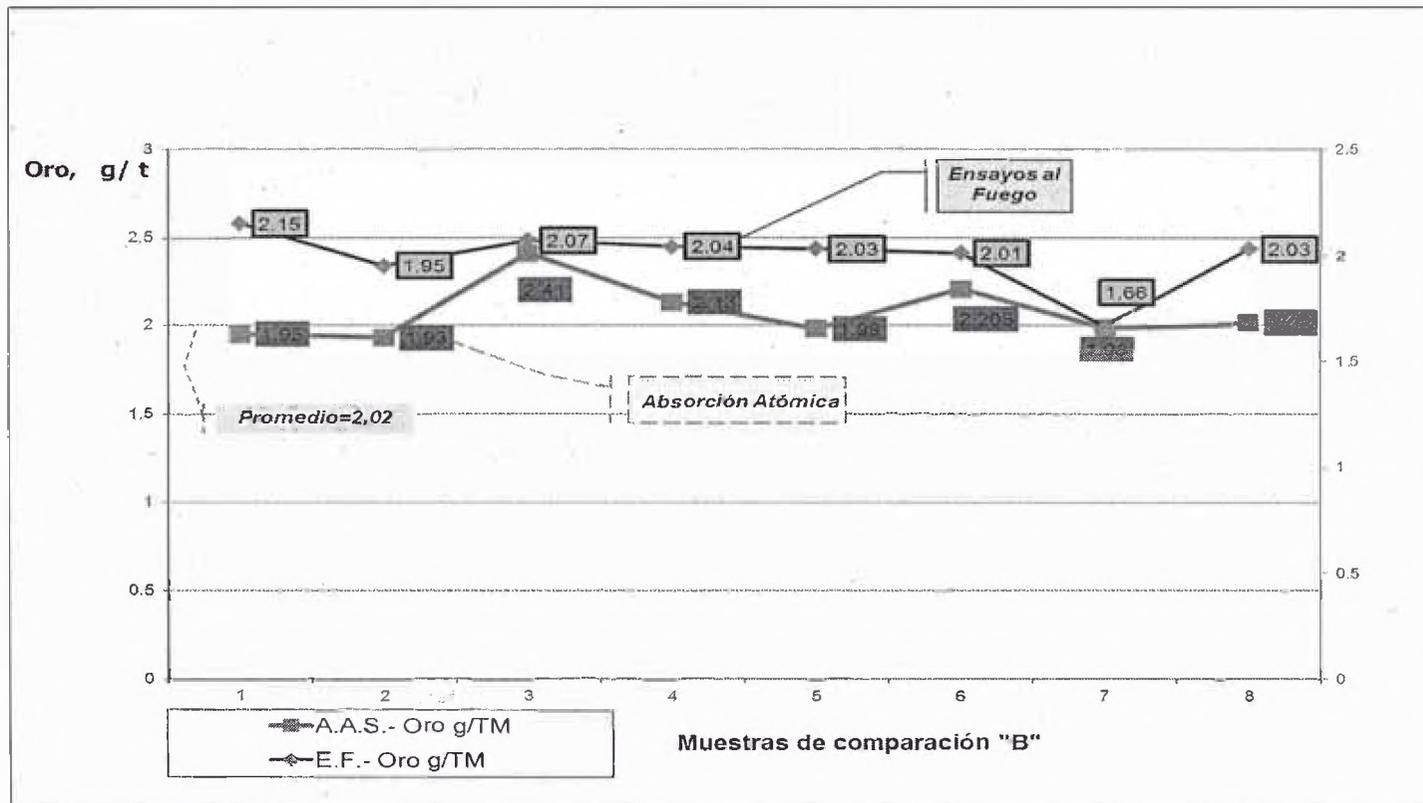
Los cálculos para el patrón "B", se observan en la tabla N° 78 Y 79 y en la gráfica N° 20 .

Tabla N° 78 Análisis estadístico de los parámetros en el patrón "B"

Peso de muestra = 2 - 5 gramos (AAS)									
Absorción Atómica					Ensayos al fuego				
N° muestra	Ley oro (ppm)	Promedio (P)	Desviación estándar(s)	%Coeficiente variación (CV)	X 1- X2	Ley Oro /t g	Promedio (P)	Desviación estándar(s)	%Coeficiente variación (CV)
A	1.95	2.06	0.16	7.90	-0.200	2.15	2.03	0.06	2.94
B	1.93				-0.025	1.95			
C	2.41				0.340	2.07			
D	2.13				0.081	2.04			
E	1.98				-0.055	2.03			
duplicado E	1.93				-0.055	1.98			
F	2.21				0.203	2.01			
G	1.99				-0.042	2.03			
H	2.02								

Tabla N° 79 Análisis estadístico de la exactitud y precisión en el patrón "B"

Determinación del valor atípico	Para verificar la EXACTITUD			PRUEBA DE PRECISION
GRUBBS - E.F. $G = \text{valor dudoso} - X / S$	t- student			TEST " F'
Para X = 2,41 : 2,16	$T = [X - U] / (s/\sqrt{N})$			Se prueba si el método de absorción atómica es más preciso que ensayos al fuego
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	PATRON "B"			$F \text{ calculado} = s_1^2 / s_2^2$
GRUBBS - A.A.	PROMEDIO	1.99	2.06	$f_1 = 8, f_2 = 7 \dots F_{\text{critico}} = 3,73$
	S	0.14	0.16	$F \text{ calculado} = 7,37$
	U	2.03		
	N	9	9	Entonces como Fcalculado es mayor que F critico, se rechaza la hipotesis
<i>G calculado es menor, entonces el DATO NO es válido</i>	T-teorico	2.31		Por tanto El método de absorción atómica es menos preciso que el método de ensayos al fuego
Para X = 2,15 : 1,17	TOB	0.74		
<i>G calculado es menor, entonces el DATO es válido</i>	EXISTE EXACTITUD			



Gráfica N° 20 Análisis estadístico del patrón "B"

Comparación metodológica y estadística

La determinación de la calidad analítica se realiza de la siguiente manera:

Revisión de los datos analíticos a través de la prueba de grubbs para determinar valores atípicos.

Verificación de la exactitud, a través de un patrón referencial y test de t - student.

Verificación de la precisión a través de la prueba "F" para la comparación de la precisión de los métodos.

Según la tabla N° 78 , los análisis estadísticos de grubbs aplicado al patrón "B" muestra que existen datos atípicos en el métodos de ensayos al fuego mejorando su valor de C.V. a 2,9.

Según la tabla N° 77, para el patrón "A" los datos del método de ensayo al fuego es más preciso que el método de absorción atómica.

La prueba de test "F", aplicado a la comparación de métodos analíticos en ambos patrones muestra que el método de absorción atómica es el menos preciso que el método de ensayos al fuego.

La gráfica N° 19 muestra coincidencia en los resultados analíticos del patrón "A".

La gráfica N° 20 muestra poca coincidencia en los resultados analíticos del patrón "B".

Esto nos demuestra que:

Es importante la determinación de la prueba de grubbs para eliminar probables errores, lo cual no aplica en los laboratorios químicos.

Los análisis realizados tanto por el método de ensayos al fuego ó absorción atómica presentan una aceptable exactitud.

La precisión del método de absorción atómica es menor que la precisión del método de ensayos al fuego.

CAPITULO 4. CONCLUSIONES

El estudio del comportamiento analítico presenta las siguientes conclusiones:

1. Respecto a la preparación de muestras,

La variabilidad de las operaciones reducción de muestras, chancado y pulverización deben llegar como mínimo al 90% de eficiencia, en el control se observa una baja eficiencia de los equipos, chancado (58,40%) y la pulverización requiere de mayor tiempo (3 minutos) de funcionamiento y la variación de la reducción de muestras. Entonces la variabilidad de las muestras no debe sobrepasar el 12 %.

Esta metodología está basada en las normativas INDECOPI. NTP. 122.013:1974 (revisada 2012) Minerales no Ferrosos. Método de muestreo y de preparación de la muestra para los ensayos químicos y humedad, que nos muestra la manera de tratar las muestras.

2. Respecto al método de ensayos al fuego.

Los factores y condiciones previos al análisis se muestran en la tabla N° 71, de ello se concluye que es importante realizar todos estos controles para asegurar la no existencia de grandes errores en los análisis químicos.

La influencia en las diversas operaciones del análisis químicos, que se manifiestan en una relativa variabilidad de los resultados y calidad de los datos según se muestra en las tablas del N° 65 al 70 de los análisis de minerales por ensayos al fuego. **Esta metodología está basada en las normativas INDECOPI. N° 122.014:1974 (revisada 2012) Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata y JIS: M8111:1963.** Método para la determinación de oro y plata en minerales, que muestra que el método si aplica a minerales hasta con una concentración de 166 ppb y una tolerancia de CV del 3 %.

3. Los factores operacionales que afectan el método de absorción atómica generan errores que se expresan en la variabilidad del proceso (tabla N° 75), lo cual ha sido determinado experimentalmente por las condiciones operativas del equipo instrumental y por la matriz de las soluciones disueltas. Tal como se muestra en la tabla N° 72 y 73,

donde sus coeficientes de variación son muy variables lo cual conlleva a una menor precisión. A pesar que los patrones muestran una aceptable exactitud.

Los análisis de los minerales en medio ácido, están basados en los métodos de referencia normado es la **Australian Standard™. AS 2678.5—2002. Zinc sulfide concentrates – Chemical analysis Part 5: Determination of silver and gold contents - Fireassay and flame atomic absorption spectrometric method**, esta metodología nos muestra que el método si aplica a minerales hasta con una concentración de 10 ppb y una tolerancia de CV del 2 % y **The Japan Society for analytical chemistry Sample digestion methods for the determination of traces of precious metals by spectrometric techniques. Analytical Sciences. vol. 18.**

4. Las aplicaciones de las metodologías analíticas de ensayos al fuego y absorción atómica en minerales deben ser evaluadas estadísticamente para corregir los errores no detectados en las operaciones y medir la exactitud como la precisión de los datos obtenidos para tener resultados de calidad confiable. Tal como se muestra en:

- La determinación de la prueba de grubbs que elimina probables errores, lo cual no se aplica en los laboratorios químicos.
- Los análisis deben llevar controles con patrones referenciales certificados para medir la exactitud a través de la prueba t – student.
- La precisión de los resultados debe evaluarse a través de los duplicados y enviando las muestras a otros laboratorios químicos, para aplicar la prueba “F”.

Referencia Bibliográfica

- 1.- Alexeiev V.,(1975).Semi – micro análisis químico cualitativo. Editorial Mir Moscú.
- 2.- Australian Standard™. AS 2678.5—2002.Zinc sulfide concentrates - Chemical analysis Part 5: Determination of silver and gold contents - Fire assay and flame atomic absorption spectrometric method using scorification or cupellation.
- 3.- Beaty R., (1979). Concepto, Instrumentación y técnicas en espectrometría por absorción atómica. Perkin Elmer Corporation. USA.
- 4.- Canaza V., (1994). Manual de estadística y evaluación de datos / Fire Assay.
- 5.- CEPECT. (1987).Geología - Minería - Metalurgia del oro. Perú.
- 6.- Garfield F.,(1993). Principios de Garantía de Calidad para laboratorios analíticos. AOAC International. España.
- 7.- Hamilton, Simpson & Ellis.(1998) Cálculos de química analítica. Mc. Graw Hill. México.
- 8.- Hitoshi Kume H. (1992). Herramientas estadísticas básicas para el mejoramiento de la calidad. Editorial Norma. España.
- 9.- ISO 10378: 2005. Copper, lead and zinc sulfide concentrates - Determination of silver and gold contents - Fire assay gravimetric and flame atomic absorption spectrometric method.
- 10.- López J.,(1974). Manual de estadística para químicos. España. Editorial Alhambra.
- 11.- Manual de absorción atómica del laboratorio S.G.S.(1994). Perú.
- 12.- Manual de absorción atómica de minera Yanacocha (2002). Perú.
- 13.- Manual de ensayos al fuego del laboratorio Alfred H. Knight. (1990). Perú.
- 14.- Manual de ensayos al fuego del laboratorio S.G.S.(1993). Perú.
- 15.- Manual de equipos y preparación de muestras del laboratorio S.G.S. (1994). Lima.
- 16.- Manual de equipos para preparación de muestras de Labtech Hebro.(2002).
- 17.- Manual de fire assay de Newmont Corporation (1995).Cajamarca – Perú.
- 18.- Manual de laboratorio químico de minera aurífera Poderosa.(1998).Perú.
- 19.- Manual de laboratorio químico de minera Raura.(2000).Lima – Perú.
- 20.- Manzaneda J. (2002).Estadística Básica. Minera Yanacocha.
- 21.- Márchese A. (1996). Determinación cuantitativa de oro y plata por fundición. Método Fire assay .TECSUP. Perú.
- 22.-Mcguire M., (1989). Trial by Fire.A fire assay short course. Newmont. EE.UU.
- 23.- Miller J., & Miller C. (2002) Estadística y Quimiometría para química analítica. Editorial Prentice Hall. 4° edición. España.
- 24.- Misarich F., (1993). Metalurgia del Oro. Métodos análisis químico. 1° edición, Perú.
- 25.- Narva H., (1995). Manual de laboratorio químico de Minera Santa Rosa.
- 26.- Norma Técnica Peruana. N° 122.013:1974 (revisada 2012) Minerales no Ferrosos. Método de muestreo y de preparación de la muestra para los ensayos químicos y humedad.
- 27.- Norma Técnica Peruana N° 122.014:1974 (revisada 2012) Minerales No Ferrosos. Método para determinar el contenido de oro y plata.
- 28.- Norma Técnica Peruana N° 350.001:1970 (revisada 2012). Tamices de ensayo.

- 29.- Norma Técnica Peruana N° 342.704:1975. Oro. Método para la determinación de oro en oro refinado.
- 30.- Norma Técnica Peruana N° 342.705:1975. Oro. Método de análisis para determinar las impurezas.
- 31.- Norma Técnica Peruana ISO N° 11426:2002. Determinación de oro en aleaciones para joyería y orfebrería. Método de copelación. Ensayos al fuego.
- 32.- Norma Técnica Japonesa. JIS - M-8111:1963. Métodos para determinación de oro y plata en minerales.
- 33.- Perkin Elmer Corporation (1996). Atomic absorption spectroscopy. A.A. Winlab, software guide.
- 34.- Perkin Elmer Corporation (1980). Manual de absorción atómica - Perkin Elmer N° 403. Dpto. de investigaciones La Oroya. Perú.
- 35.- Perkin Elmer Corporation (1997). Manual de absorción atómica - Perkin Elmer N° 2380, editorial colombiana.
- 36.- Ramesh S.,Sunder P., Anjaiah K., Ramavathi Mathur, et al. National Geophysical Research Institute. Hyderabad. Determination of Gold in Rocks, Ores, and Other Geological Materials by Atomic Absorption Techniques. India.
- 37.- Rowland J. Trace Analysis of Gold by Atomic Absorption. Agilent Technologies.
- 38.- Rolden J. & Davis C. Producción y manejo de datos de composición química de alimentos en nutrición. Calidad de métodos analíticos. FAO. Recuperado el 20 de abril 2014 de:<http://www.fao.org/docrep/010/ah833s/ah833s15.htm>
- 39.-Skoog& Leary (2000). Análisis Instrumental. McGraw Hill.
- 40.-The Japan Society for analytical chemistry. (2002). Sample digestion methods for the determination of traces of precious metals by spectrometric techniques. Analytical Sciences. vol. 18.
- 41.-Vogel A.,(1960). Química Analítica Cuantitativa. Volumen I. Volumetría y Gravimetría. Editorial Kapelusz. Buenos Aires.
- 42.-Welcher F., the fire assay for gold and silver. Standard methods of chemical. Tomo I.