



Universidad Nacional
SAN LUIS GONZAGA



[Reconocimiento-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

Esta licencia permite a otras combinar, retocar, y crear a partir de su obra, incluso con fines comerciales, siempre y cuando den crédito y licencia a las nuevas creaciones bajo los mismos términos. Esta licencia suele ser comparada con las licencias copyleft de software libre y de código abierto. Todas las nuevas obras basadas en la suya portarán la misma licencia, así que cualesquiera obras derivadas permitirán también uso comercial.

<http://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>



CONSTANCIA

N° 074-DI-FIMM-2025

El que suscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud de **TESIS** cuyo título es:

**“INFLUENCIA DEL PORCENTAJE DE AZUFRE QUE
CONTIENEN LOS MINERALES REFRACTARIOS EN LA
CUANTIFICACIÓN DEL ORO POR EL MÉTODO FIRE ASSAY”**

Presentado por:

MARTINEZ CONTRERAS ROSELLA MAYGUALINA

Que, se ha recibido del operador del programa informático evaluador de originalidad de la Facultad de Ingeniería de Minas y Metalurgia de la UNICA, el informe automatizado de originalidad, el mismo que concluye de la siguiente manera:

El documento de investigación APRUEBA los criterios de originalidad con un porcentaje de similitud de 15%.

Para dar fe, se adjunta al presente el reporte de similitud de las bases de datos de iThenticate. En Ica 17 de septiembre de 2025.

Atentamente,

.....
DR. VICTOR MANUEL FLORES MARCHAN
DIRECTOR DE INVESTIGACION DE LA FIMM

UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUIS GONZAGA”

VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN

Facultad de Ingeniería de Ingeniería de Minas y Metalurgia



Tesis:

“Influencia del porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios en la cuantificación del oro por el método fire assay”

Para optar el Título Profesional de Ingeniero Metalúrgico

Línea de investigación: Metalurgia extractiva de metales.

Autora: MARTÍNEZ CONTRERAS ROSELLA MAYGUALINA.

NASCA – PERÚ

2025

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a Dios, por brindarme la fortaleza y sabiduría necesarias para culminar esta etapa.

A mis padres, por su amor incondicional, por los valores que me han inculcado y por ser un pilar fundamental en mi formación personal y académica.

A mi familia, por su constante apoyo, comprensión y aliento en los momentos más exigentes de este proceso.



AGRADECIMIENTOS

Expreso mi más profundo agradecimiento a mis padres, cuyo esfuerzo, dedicación y apoyo incondicional han sido esenciales para alcanzar este objetivo. Su ejemplo de perseverancia y compromiso ha guiado mi camino y me ha motivado a dar lo mejor de mí.

Asimismo, agradezco a mi familia por su acompañamiento constante, por sus palabras de ánimo y por estar siempre presentes a lo largo de mi formación universitaria. Su respaldo ha sido clave para superar los desafíos que implicó esta etapa.

Este logro académico es también reflejo del amor, la paciencia y el apoyo que siempre me han brindado.



INDICE DE CONTENIDOS

	Pág.
PORTADA	01
DEDICATORIA	02
AGRADECIMIENTO	03
ÍNDICE DE CONTENIDOS	04
ÍNDICE DE TABLAS	05
ÍNDICE DE FIGURAS	06
RESUMEN	07
ABSTRACT	08
I. INTRODUCCIÓN	09
II. ESTRATEGIA METODOLOGICA	12
2.1. Antecedentes.	12
2.2. Marco teórico.	13
2.3. Marco conceptual.	22
2.4. Estrategia metodológica.	23
2.5. Procedimiento experimental.	23
III. RESULTADOS.	30
IV. DISCUSIÓN.	50
V. CONCLUSIONES	51
VI. RECOMENDACIONES.	52
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	53
VIII. ANEXOS.	54

INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Composición química del mineral.	30
Tabla 2. Composición mineralógica del mineral.	31
Tabla 3. Determinación de la ley de oro en mineral ferruginoso.	32
Tabla 4. Determinación de la ley de oro en mineral cuprífero.	33
Tabla 5. Determinación de la ley de oro en mineral cuarcífero.	34
Tabla 6. Determinación de la ley de oro en mineral mixto (con óxidos de hierro, cobre y cuarzo)	35
Tabla 7. Datos comparativos de la ley de oro obtenido en cada tipo de mineral.	36
Tabla 8. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 2% de azufre.	37
Tabla 9. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 4% de azufre.	38
Tabla 10. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 6% de azufre.	39
Tabla 11. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 8% de azufre.	40
Tabla 12. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 10% de azufre.	50
Tabla 13. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 12% de azufre.	51
Tabla 14. Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 14% de azufre.	52
Tabla 15. Efecto del azufre en la recuperación del oro durante el análisis.	53
Tabla 16. Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 8% de azufre.	54
Tabla 17. Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 10% de azufre.	55
Tabla 18. Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 12% de azufre.	56
Tabla 19. Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 14% de azufre.	57
Tabla 20. Efecto del azufre en la recuperación del oro con flux ácido y básico.	58

INDICE DE FIGURAS

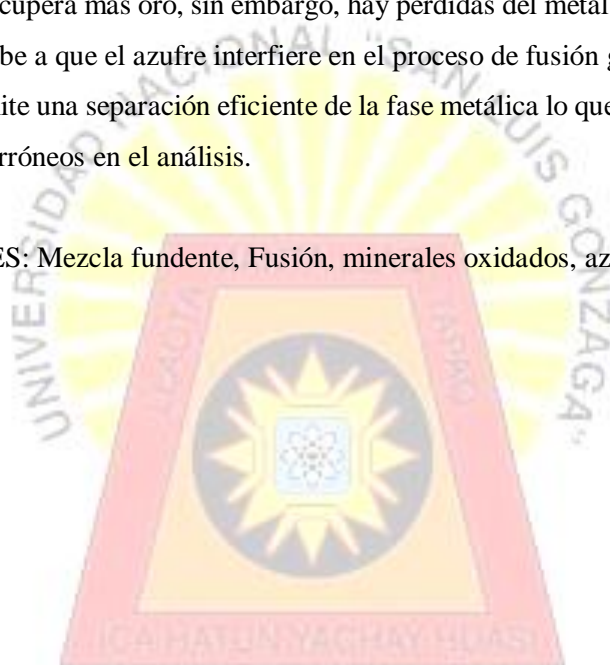
	Pág.
Figura 1. Mufla al rojo vivo durante la fusión del mineral aurífero.	15
Figura 2. Crisol de arcilla para análisis de oro.	26
Figura 3. Doré formado durante la copelación.	27
Figura 4. Color que adopta la Mufla eléctrica a 1100°C.	28
Figura 5. Cubicación del régulo.	29



RESUMEN

La presente investigación titulada **Influencia del porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios en la cuantificación del oro por el método fire assay**, es una investigación de tipo aplicada, por su nivel explicativo y por su diseño experimental, cuyo objetivo es determinar cómo influye la concentración de azufre en el mineral que se analiza mediante el método de la mufla eléctrica (fire assay), para demostrar la hipótesis planteada en la tesis se llevaron a cabo ensayos con un mineral mixto, al cual se le agregó progresivamente un porcentaje de azufre y se determinó su ley de oro, Los resultados obtenidos indican que conforme aumenta la concentración de azufre, varían los resultados obtenidos disminuyendo ya sea cuando se trabaja con una mezcla fundente ácida como con una básica. Si bien es cierto que con una mezcla fundente se recupera más oro, sin embargo, hay pérdidas del metal precioso que afecta los resultados. Esto se debe a que el azufre interfiere en el proceso de fusión generando sulfuros con el plomo que no permite una separación eficiente de la fase metálica lo que se traduce en pérdidas del oro y resultados erróneos en el análisis.

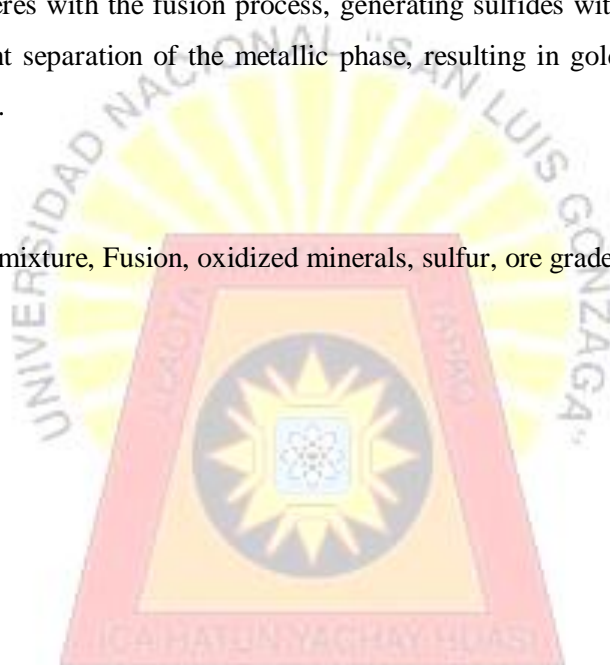
PALABRAS CLAVES: Mezcla fundente, Fusión, minerales oxidados, azufre, ley del mineral.



ABSTRACT

This research, entitled "Influence of the Percentage of Sulfur Contained in Refractory Minerals on Gold Quantification by the Fire Assay Method," is an applied investigation, both in its explanatory level and its experimental design. Its objective is to determine how the sulfur concentration in the mineral being analyzed by the electric muffle method (fire assay). To demonstrate the hypothesis posed in the thesis, tests were carried out on a mixed mineral, to which a percentage of sulfur was progressively added, and its gold grade was determined. The results obtained indicate that as the sulfur concentration increases, the results obtained vary, decreasing when working with both an acidic and a basic flux mixture. While it is true that more gold is recovered with a flux mixture, there are losses of the precious metal that affect the results. This is because sulfur interferes with the fusion process, generating sulfides with the lead, which does not allow for efficient separation of the metallic phase, resulting in gold losses and erroneous results in the analysis.

KEY WORDS: Flux mixture, Fusion, oxidized minerals, sulfur, ore grade.



I. INTRODUCCIÓN

La determinación de la ley de oro por fusión es un método muy usado en los laboratorios metalúrgicos y en torno a él se han hecho múltiples estudios, todos ellos tendientes a mejorar su exactitud, la cual se ve afectada por una serie de variables entre ellas, la presencia de altas concentraciones de azufre en la muestra que puede afectar negativamente al análisis, específicamente en la recuperación y precisión de los resultados ya que el azufre puede interferir en la formación de la fase metálica que contiene el oro, lo que resulta en una menor recuperación del oro deseado y en resultados de ensayo inexactos.

Las altas concentraciones de azufre en la muestra pueden influir de varias maneras en la exactitud del análisis, por ejemplo, durante la formación de escoria este no metal puede reaccionar con los componentes del fundente (tales como el óxido de plomo) formando sulfuros, lo que dificulta la formación de una fase metálica limpia y compacta. Esto puede llevar a una pérdida de oro en la escoria debido a la formación de sulfuros y la dificultad para separar el oro de la escoria puede resultar en una menor cantidad de oro recuperado, afectando la precisión del análisis. Por otro lado, la presencia de azufre y sus efectos en la separación del oro pueden llevar a resultados de ensayo que no reflejan la verdadera concentración de oro en la muestra.

Debido a estos problemas se requiere realizar un pretratamiento de la muestra que puede ser una tostación que se emplea para eliminar o reducir el azufre antes de realizar el ensayo Fire Assay. Lo expuesto plantea la necesidad de una investigación sobre la presencia de azufre en una muestra de mineral aurífero a fin de evitar la disminución del metal durante la recuperación del oro afectando la exactitud de los resultados. En resumen, es importante considerar el contenido de azufre de la muestra y, si es necesario, realizar un pretratamiento adecuado para minimizar su impacto en el análisis.

Planteamiento del problema.

Uno de los métodos más antiguos para la cuantificación del oro es el método de fusión el cual se aplica tanto a minerales auríferos oxidados como a minerales sulfurados, siendo estos últimos los que ofrecen mayores dificultades debido a la refractariedad de los minerales, los mismos que poseen una determinada cantidad de azufre en su composición, que para neutralizarlo durante las reacciones de fusión se exige un cuidadoso procedimiento para seleccionar los reactivos que deben de conformar el flux (mezcla fundente). Cuando se habla de la cantidad de azufre, se está hablando desde el punto de vista químico, de la cantidad de sulfuros que deben estar presentes en las muestras que se van a tratar por vía seca, mediante el método de la mufla eléctrica, es decir por fusión, esta concentración va a tener una influencia decisiva en los resultados a obtener ya

que hay que tratar y anular sulfuros entre los cuales están las piritas que en este tipo de muestras es abundante y exige una mayor cantidad de reactivo que debe actuar con él para fundirlo.

Problema de investigación.

Problema general.

¿El porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios influyen en la cuantificación del oro por el método fire assay?

Problemas específicos

- ¿Qué concentración promedio de azufre contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay?
- ¿Cómo varia la exactitud del análisis con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario?

Objetivos del estudio.

Objetivo General.

Determinar cómo influye el porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios en la cuantificación del oro por el método fire assay.

Objetivos específicos

- Determinar la concentración promedio de azufre que contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay.
- Determinar cómo varia la exactitud del análisis con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario.

Hipótesis de la investigación.

Hipótesis general.

El porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios influyen directamente en la cuantificación del oro por el método fire assay

Hipótesis específicas

- La concentración promedio de azufre contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay es alta.
- La exactitud del análisis varia directamente con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario.

Variabes:

Variable independiente:

Porcentaje de azufre en minerales refractarios.

Variable dependiente.

Cuantificación del oro.

Justificación e importancia de la investigación.

Justificación teórica:

Teóricamente la presente investigación tiene como justificación el hecho que en ella se aborda el estudio de la concentración de azufre en el mineral refractario y de la influencia de ello en la cuantificación del oro, así como en la formulación de la mezcla fundente que acompaña al mineral en el proceso de fusión.

Justificación metodológica:

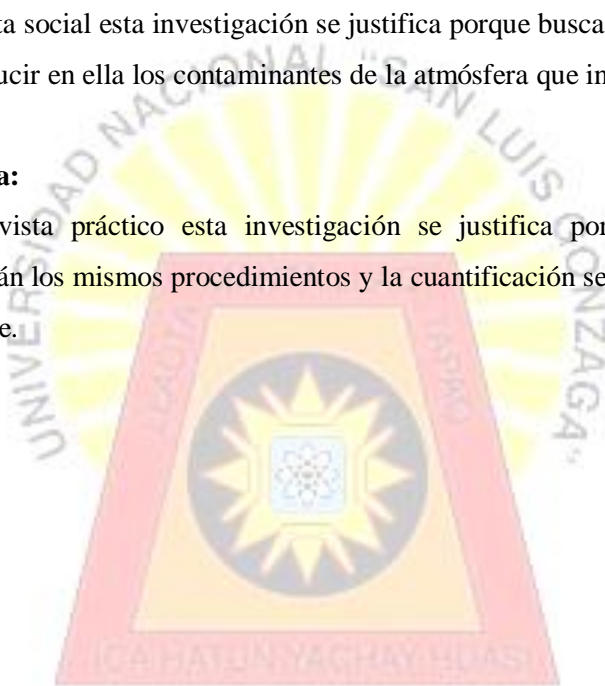
La metodología empleada en esta investigación está basada en el método científico, demostrando las hipótesis cuantitativamente, mediante ensayos de laboratorio que permitirán cuantificar la concentración del azufre y del oro presentes en la muestra.

Justificación social:

Desde el punto de vista social esta investigación se justifica porque busca que modificar la carga a analizar a fin de reducir en ella los contaminantes de la atmósfera que inciden sobre la salud de la población.

Justificación práctica:

Desde el punto de vista práctico esta investigación se justifica porque para las pruebas experimentales se harán los mismos procedimientos y la cuantificación será más precisa después de neutralizar el azufre.



II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

2.1. Antecedentes. A nivel internacional:

G. Toapanta, [1] propone en su tesis realizar el análisis de oro y plata de acuerdo con el método de ensayo al fuego, pero empleando como colector no al plomo, que generalmente es usado en casi todos los ensayos por este método, sino el cobre, empleando el óxido de cobre el cual durante el ensayo a altas temperaturas va a permitir coleccionar los metales preciosos formando con ellos una amalgama tal como sucede con el plomo. Metodológicamente la investigación se clasifica por su tipo dentro de las investigaciones aplicadas, esto debido a que ella busca que solucionar problemas específicos del análisis del oro, analizando de manera minuciosa el efecto término en la separación de las fases en la muestra que se está fundiendo, por su nivel explicativa y por su diseño experimental ya que durante los ensayos experimentales se manipulará la variable independiente: Influencia de la temperatura en la cuantificación del oro. La población de la investigación estuvo conformada por el mineral de oro que es analizado por vía seca y la muestra estuvo conformada por mineral aurífero obtenido de la cancha de minerales de las plantas dedicadas a la cianuración. Según el autor con el cobre se obtiene resultados similares al obtenido con plomo.

A. Salazar, [2] presentó su tesis en la que hace una evaluación del método de determinación de oro por ensayo al fuego, cuyo objetivo fue estudiar los fundamentos y la mecánica del análisis al fuego, para lo cual el autor, previamente hace los análisis respectivos para determinar la composición química del mineral y de acuerdo con ello elaborar la mezcla fundente que permitirá la mayor recuperación del oro en el régulo metálico. El autor concluye que el conocimiento previo del tipo de mineral (análisis químico y/o mineralogía) permite comprender los resultados de los ensayos, preparando las muestras de manera adecuada y obtener buenos resultados.

A nivel nacional:

W. Antezana, [3], presentó su tesis que tuvo como objetivo demostrar que el cobre es un colector efectivo para el análisis del oro, incluso mejor que el plomo usado en forma habitual cuando se realiza el ensayo en mufla eléctrica. La investigación es de tipo aplicada, de nivel explicativa y de diseño experimental. La secuencia de los ensayos se llevó a cabo analizando primero el mineral, para caracterizarlo y luego en función a ello se elaboraron las mezclas fundentes, obteniéndose excelentes resultados de análisis.

J. Condori y A. Pacco [4], presentaron su tesis sobre el análisis del oro por vía seca optimizando el método para mejorar la confiabilidad de resultados de laboratorio químico de minerales, en ella se busca que implementaran un sistema de aseguramiento de la calidad mediante la validación y montaje de las técnicas para la determinación de oro en minerales, para ello se pretende que la secuencia de análisis de oro por este método siga una secuencia establecida, que involucre primero el análisis rápido del mineral para saber si la muestra es ácida o básica, luego la preparación del flux y finalmente el análisis propiamente dicho bajo las condiciones establecidas. Los autores realizaron ensayos bajo estas condiciones, lo que les permitió obtener resultados excelentes que reflejan el 99,9% del metal reportado por métodos instrumentales.

A nivel local.

En las Universidades locales no existe información virtual sobre tesis que aborden este tema.

2.2. Marco teórico.

2.2.1. Determinación del oro por fusión del mineral.

Los ensayos realizados para determinar la ley del oro mediante el uso de temperaturas que van desde 1 000°C hasta 1100°C, se conocen con el nombre de ensayo al fuego o fire assay, el cual constituye un método gravimétrico clásico, que se desarrolla por vía seca, empleando reactivos sólidos llamados fundentes cuya función es separar los metales de la ganga. Su empleo está normado y recibe el nombre de análisis de oro en mufla eléctrica. es muy utilizado para cuantificar los metales preciosos, especialmente oro y plata en minerales. Este ensayo se basa en la propiedad que tienen los metales nobles de solubilizarse con facilidad en el plomo fundido a elevadas temperaturas, formando una fase metálica de mayor densidad que se deposita en el fondo del crisol de fundición, permitiendo así la separación de otra fase con menor densidad constituida por la ganga. El hecho que el oro y la plata sean solubles en el plomo fundido generando una fase densa constituida por metales hace posible la separación de la aleación Plomo-oro-plata de los componentes menos densos de la fundición que constituye la ganga, la cual además es insoluble en la fase metálica, por lo que se separa con gran facilidad.

La mezcla fundente (flux) durante la fusión debe permitir la descomposición total de la muestra, la fusión total del plomo y la formación de una escoria muy fluida. Durante la fusión los óxidos metálicos constituyen los óxidos básicos y los óxidos no metálicos como ácidos y por tanto las reacciones son del tipo ácido - base. Además, la escoria que se forma contiene óxidos no metálicos, sílice y bórax. Además, hay que tener especial

cuidado en el peso del plomo recuperado el mismo que no debe ser menor de 25 gramos ni mayor de 35 gramos.

La metodología empleada para analizar el oro por fusión consta de varias etapas fundamentales en las cuales se producen una serie de reacciones químicas, tendientes a formar óxidos metálicos y óxidos no metálicos, a continuación se describen estas etapas de manera concisa.

Fusión o escorificación.

El mineral aurífero que conforma la muestra se mezcla con el flux (mezcla fundente) y se lleva a la mufla eléctrica a temperaturas entre los 1 000°C y los 1 100°C, durante una hora tiempo en el cual la muestra sólida y los fundentes colocados en el crisol, pasan a un estado líquido, lo que indica la fusión de toda la masa sólida contenida en el crisol.

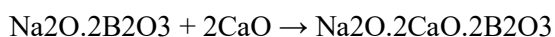
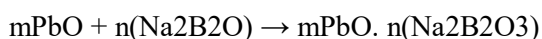
La fusión se lleva a cabo en tres etapas, las cuales a continuación pasaremos a detallar:

Calentamiento.

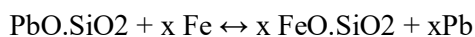
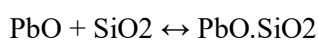
A partir de los 300°C las sales inorgánicas agregadas en la mezcla fundente comienzan a descomponerse formando los respectivos óxidos básicos y óxidos ácidos, una de estas sales que en primer lugar se funde es el bórax que se vierte en la parte superior como tapa después de haber colocado en el crisol la muestra mezclada con los fundentes. El motivo por el cual se pone esta cubierta de bórax es para evitar que se forme espuma y se derrame la muestra dentro de la mufla al elevarse la temperatura. La naturaleza química del bórax es ácida y al combinarse con componentes básicos forma boratos que se funden a menor temperatura; Cuando la muestra adquiere esta temperatura el óxido de plomo o litargirio (PbO) reacciona con los metales conformando la fase metálica y simultáneamente en el crisol se forma la escoria o ganga. Cuando los reactivos agregados bórax y nitrato de sodio están a 308°C, se descomponen inmediatamente dando como resultado óxidos básicos y ácidos tal como se indica en las siguientes reacciones químicas:



De esta manera se da inicio a la formación de los boratos y silicatos que conforman la ganga:



A estas temperaturas por otro lado las escorias toman la forma de silicatos y boratos, así como:



Durante esto la fase metálica se forma con los óxidos básicos o metálicos, mientras que los óxidos ácidos o no metálicos conforman la ganga.

Fusión propiamente dicha

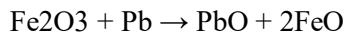
La fusión del mineral propiamente dicha se desarrolla a una temperatura de 1 000°C, por lo que las reacciones químicas se intensifican produciéndose reacciones de oxidación-reducción entre todos los metales y no metales presentes en la muestra fundida, el plomo capta los metales nobles, reacciona el carbonato y bórax con los constituyentes ácidos y básicos generando una mayor cantidad de escoria desprendiéndose un gran volumen de gases, entre los cuales predominan el dióxido de carbono, el dióxido de azufre y el monóxido de nitrógeno. La oxidación de los metales es posible gracias a la presencia en el medio de oxígeno.

La pirita que es un compuesto sulfuroso, durante esta etapa en las diversas reacciones que se suceden actúan como reductores fuertes como se puede observar en las reacciones que a continuación se exponen:

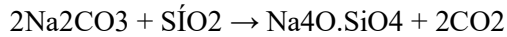


Figura1. Mufla al rojo vivo durante la fusión del mineral aurífero.

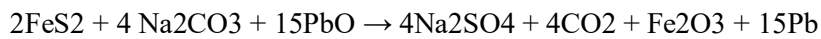
Durante esta etapa en simultáneo los minerales oxidados (aquellos que contienen especies mineralógicas en cuya estructura está presente el oxígeno) entran en reacción con el plomo, como se muestra en la siguiente reacción:



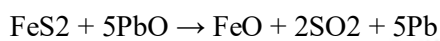
Cuando se alcanza la temperatura de 950°C el carbonato de sodio se descompone liberando dióxido de carbono (CO₂) y cuando reacciona con el dióxido de sílice forma silicatos y aluminatos que funden a bajas temperaturas:



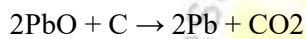
Bajo estas condiciones sucede que el carbonato de sodio y el litargirio reaccionan convirtiendo los sulfuros en sulfatos:



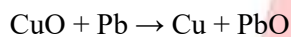
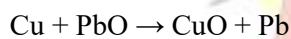
Si a la mezcla fundente no se le ha agregado carbonato entonces no se forma sulfatos, como en el caso siguiente:



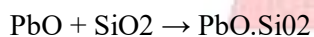
A altas temperaturas se quema la harina que contiene la mezcla fundente y se convierte en carbono (carbón) el cual es un reductor que reacciona con los óxidos metálicos formando dióxido de carbono y dejando libre el metal, en la reacción que a continuación se detalla se expresa esta reacción:



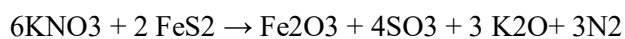
La presencia de ciertas impurezas metálicas se reduce y se juntan con el plomo fundido constituyendo precisamente eso, las impurezas, tal como se expresa en las siguientes ecuaciones:



Considerando que el óxido de plomo (litargirio) es reductor y capta los metales, también se producen silicatos que se funden con facilidad:



En estas condiciones de temperatura las reacciones de oxidación deben llevar a los compuestos a la escoria, así tenemos al nitrato potásico:



Fin de la fusión.

Cuando la fusión termina la temperatura es de 1100°C en la cual el plomo fundido capta todo el oro y la plata incluyendo las trazas de estos metales. Después de una hora a esta temperatura se da por concluida la etapa de fusión, se abre la mufla y con una pinza extensible larga con mucho cuidado se coge el crisol y se saca de la mufla, con movimientos circulares y con especial cuidado se agita el contenido del crisol para luego vaciarlo en los huecos de la lingotera, la cual es un dispositivo hecho de hierro fundido donde al caer el material fundido, la parte metálica de mayor densidad se localiza en la

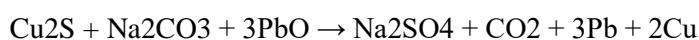
parte inferior y la ganga que es más ligera se localiza en la parte superior. Una vez fuera de la mufla se deja enfriar durante unos minutos al aire y conforme desciende la temperatura del material fundido, la ganga comienza a romperse resquebrajándose, luego con un martillo se retira toda la ganga para liberar el metal el mismo que con golpes de martillo se le da la forma de un cubo. Este cubo se coje con la pinza y se coloca en el escorificador.

Sustancias químicas que se agregan a la mezcla fundente (flux)

NOMBRE	FORMULA	PROPIEDADES
Sílice	SiO ₂	Reactivo ácido
Bórax	Na ₂ B ₄ O ₇ .H ₂ O	Reactivo ácido
Bórax-Glass	Na ₂ B ₄ O ₂	Reactivo ácido
Carbonato de sodio	Na ₂ CO ₃	Reactivo básico, desulfurante
Carbonato de potasio	K ₂ CO ₃	Reactivo básico, desulfurante
Litargirio	PbO	Reactivo básico, desulfurante
Nitrato de potasio	KNO ₃	Reactivo oxidante, desulfurante
Harina	C ₅ H ₁₀ O ₃	Reactivo reductor
Carbón	C	Reactivo reductor
Plomo	Pb	Reactivo reductor
Hierro	Fe	Reactivo reductor, desulfurante
Sal	NaCl	Cubierta protectora

Escorificación.

Para separar los metales que interfieren en el análisis del oro, tales como el cobre, bismuto, zinc, se realiza la escorificación, la cual tiene la finalidad de transferir estos metales a la escoria dejando solo el plomo, oro y plata en el botón. La escorificación se realiza en un patillo de arcilla donde se coloca el regulo con plomo impuro, bórax y plomo granulado; y en la mufla se lleva a 900°C. Este proceso se lleva a cabo en presencia de oxígeno, el cual cataliza la oxidación de los metales durante la fusión del plomo. Durante este proceso se logra que los metales oxidados pasen a la escoria que posee un color verde debido a la presencia de boratos y silicatos de metales de alcalinos. Finalizado el proceso de la escorificación, el material fundido se vierte en la lingotera y se separa se elimina la escoria o ganga y la parte metálica con el martillo se le da la forma de un cubo y se lleva a copelación. La reacción química que se produce en este proceso se expresa en la ecuación siguiente:

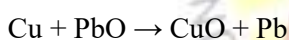


Copelación.

Este proceso se lleva a cabo colocando en una copela el botón de plomo, oro y plata que se obtiene en la escorificación y se lleva a la mufla a 900°C, a esta temperatura y en presencia de oxígeno del aire los metales se oxidan y se absorben en la copela, después de unos 20 minutos se abre la puerta de la mufla para que entre un mayor flujo de aire y acelerar de esta manera las reacciones de oxidación. Este proceso dura entre 30 y 45 minutos, se considera concluida cuando se ve un destello propio del botón de oro y plata. La temperatura alcanzada en este momento es de 875°C, temperatura a la cual funde el litargirio.

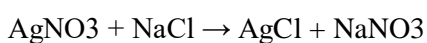
Como resultado de la copelación se obtiene el botón oro-plata que se denomina doré, que es la aleación entre estos dos metales. El resto de los componentes del régulo tales como el plomo y los metales que conformaban las impurezas, en parte son absorbidos por la copela y en parte se volatilizan, quedando sobre ella, solo el oro y la plata.

Durante este proceso (copelación) las impurezas metálicas que quedan en el régulo (Cu, Fe y Cd) se oxidan en el proceso y son absorbidos como tales. La presencia no deseada de estos metales perjudica el análisis, ocasionando pérdidas en la concentración del oro y la plata y necesariamente deben ser eliminados durante el proceso de escorificación. En tanto el bismuto, el arsénico, antimonio y zinc son eliminados durante la copelación en parte absorbidos y en parte volatilizados como óxidos.



Partición.

Este proceso se lleva a cabo por la vía húmeda empleando ácido nítrico para atacar el dore y convertir la plata en nitrato de plata dejando libre al oro que no es atacado por el ácido. El doré se saca de la copela con una pinza, se limpia con un cepillo duro y se coloca en un crisol de 30 mL de capacidad al cual se le agrega ácido nítrico en solución de 1:1, luego se agrega 5 mL de ácido concentrado para disolver la plata totalmente, en ocasiones hay que repetir el ensayo hasta eliminar totalmente la plata, el ensayo se hace en caliente sobre la plancha, En cada uno de los ataques que se realizan con el ácido nítrico se elimina la solución con mucho cuidado a fin de no perder el oro, se enjuaga con agua destilada y se continua atacando si es necesario. Para comprobar que toda la plata se eliminó se va controlando con una solución de cloruro de sodio, si la solución resultante se vuelve blanca quiere decir que aún hay plata que está disolviéndose. La ecuación en este caso es la siguiente:



La reacción de copelación puede expresarse de la siguiente manera:



Una vez concluida la partición el oro y se le agrega unas gotas de hidróxido de amonio para eliminar las trazas de cloruro de plata. Luego se lava dos veces más con agua desionizada y luego se seca cuidadosamente en la mufla o en una plancha a 200°C y seguidamente el oro se lleva a 500°C para templearlo durante unos 20 minutos y luego se enfría y pesa en una balanza micro química, 0,00001 (con 5 decimales)

El cálculo del oro se hace con la fórmula siguiente:

$$\text{Au (g/T)} = \text{Peso del Au (Mg)} \times 1000 / \text{Peso de la muestra (g)}$$

2.2.2. Acción de los Reactivos.

Mezcla de fundentes

A fin de determinar el fundente ideal para cualquier tipo de muestra se requieren conocimientos sobre los diferentes tipos de minerales y conocimientos elementales de los procesos pirometalúrgicos. Los principales reactivos utilizados en el proceso de ensayo son los siguientes (McGuire, 1998):

Litargirio. Es un material fácilmente fundible, considerado como fundente básico, el cual también actúa como agente desulfurante y oxidante. Funde a la temperatura de 883°C y cuando es reducido actúa como proveedor del plomo metálico, necesario para coleccionar los metales nobles. El Litargirio posee una gran afinidad por la sílice y cuando el mineral no la contiene en una cantidad apropiada, el PbO atacará las paredes del crisol rompiéndolo o eventualmente agujerándolo

Carbonato de Sodio. Es un poderoso fundente del tipo básico, el cual funde a la temperatura de 852°C, es un invariable constituyente de una mezcla de fundente o flujo para minerales del tipo silicosos. En la presencia de la sílice el carbonato de sodio forma silicato de sodio, con la respectiva evolución de dióxido de carbono. Estos silicatos reaccionan al mismo tiempo con otros tipos de minerales oxidados básicos formando silicatos complejos. En el ensaye a fuego, el carbonato de sodio en conjunto con el óxido de plomo y el bórax contribuyen a la formación de un medio en el cual se forman complejos metálicos boratados y silicatos, los cuales exponen a los metales nobles a la acción extractante del plomo. Así mismo, es considerado como un agente desulfurante y oxidante.

Bórax. Es un material extremadamente viscoso cuando se funde, pero al fuego rojo se torna fluido y de un carácter fuertemente ácido, disolviendo y fundiendo prácticamente todos los óxidos metálicos ya sean básicos o ácidos. En adición, el hecho de que funde a la temperatura de 742 ° C, facilita la formación de las grasas para coleccionar impurezas de la muestra, aparte de ayudar a bajar la temperatura de fusión de las mismas.

Silica. Es un material que funde a la temperatura de 1750 ° C y es uno de los materiales fundentes de carácter ácido más fuertes, utilizados en el proceso de ensaye a fuego; se

combina con los minerales oxidados para formar grasas y compuestos silicosos, es el fundamento o base de todas las grasas formadas. Así mismo, es utilizado con la finalidad de proveer un material ácido que reaccione con los materiales básicos que constituyen el mineral. Protege el crisol de la acción corrosiva del Litargirio. Si es usado en exceso puede ocasionar pérdidas de metales nobles y en algunas ocasiones formamos compuestos como los del tipo mate.

Harina. Este material (harina de trigo) se usa como agente reductor, sin embargo, puede ser sustituido por otros materiales. El material que contiene actúa reduciendo una parte del Litargirio a plomo metálico quien colectará los metales preciosos.

Nitrato de Potasio. Comúnmente conocido como sal nitro, es utilizado principalmente para efectuar la oxidación de los sulfuros presentes en los diferentes tipos de minerales. El empleo en exceso de este material afecta al proceso de fundición de la muestra ya que provoca que el mineral hierva en el crisol, haya derrames y por lo tanto tengamos pérdidas de material fundido.

2.2.3. Alta concentración de azufre en el mineral de oro.

Una gran concentración de azufre en muestras de mineral de oro analizadas por vía seca puede causar problemas en la recuperación del oro, especialmente si el azufre está presente como sulfuros. Durante el análisis del oro en muestras de mineral la oxidación de estos sulfuros puede generar gases que interfieren con la precisión de la determinación del oro, además de afectar otros procesos metalúrgicos.

Dentro de los problemas que causa el azufre, podemos citar la interferencia en la determinación de oro, donde el azufre, especialmente en forma de sulfuros, puede oxidarse durante el análisis, liberando dióxido de azufre (SO₂) y otros gases. Estos gases pueden interferir con la precisión de las técnicas analíticas utilizadas para determinar el contenido de oro, como la absorción atómica o el ensayo al fuego. El otro problema que genera es la afectación de los problemas metalúrgicos, donde el azufre, y en particular los sulfuros, pueden dificultar la recuperación del oro en procesos como la cianuración. La presencia de sulfuros puede aumentar el consumo de cianuro, reducir la eficiencia de disolución del oro y generar problemas de lixiviación. También su presencia en altas concentraciones permite la formación de compuestos indeseables ya que la oxidación del azufre puede llevar a la formación de sulfatos, que pueden causar corrosión y afectar la estabilidad de los equipos de procesamiento.

Para evitar estos problemas es necesario realizar análisis del azufre para identificar y cuantificar la presencia de azufre en las muestras de mineral de oro para poder tomar medidas adecuadas. Estos análisis incluyen: el análisis químico cuantitativo donde se emplean técnicas como la espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS) o la

cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) pueden ser utilizadas para identificar los minerales de azufre presentes y su concentración. El análisis mineralógico que emplea los métodos de microscopía óptica y electrónica, así como otras técnicas de difracción de rayos X, pueden revelar la naturaleza de los minerales que contienen azufre y su distribución en la muestra. El análisis de azufre total, que se puede realizar mediante los métodos como la combustión con infrarrojos o la combustión con absorción atómica para determinar la cantidad total de azufre en la muestra.

Cuando una muestra de mineral contiene un alto porcentaje de azufre hay que tener las siguientes consideraciones:

- La presencia de sulfuros puede variar significativamente en diferentes tipos de depósitos de oro, por lo que es importante realizar un análisis exhaustivo de la muestra antes de planificar cualquier proceso de beneficio.
- Los resultados del análisis del azufre deben ser interpretados en el contexto de la mineralogía del yacimiento y los procesos de beneficio previstos.
- Se pueden aplicar técnicas de tratamiento previo para reducir o eliminar la interferencia del azufre en el análisis y procesamiento del oro, como la tostación o la flotación selectiva.

Tradicionalmente se ha utilizado para tratar minerales refractarios de oro y plata la tostación de tipo oxidante, la cual es una técnica confiable para descomponer compuestos a base carbón y mejorar la eficiencia de lixiviación del oro, además de ser muy adaptable; esta técnica se aplicada a los concentrados de flotación, estos generan azufre, el cual promueve la formación de calcina porosa, esta última puede ser tratada por cianuración; sin embargo, la técnica también tiene desventajas, entre ellas tenemos el alto consumo de energía, productos que contaminan el medio ambiente (gases que contienen azufre, arsénico, antimonio y mercurio); además el tostado excesivo fomenta la encapsulación física y el cierre de fisuras y poros que puede conducir al incremento del estado refractario; si las condiciones de incineración no se controlan adecuadamente, mejorará la actividad de los compuestos a base carbón y disminuirá aún más la tasa de lixiviación del oro; la temperatura de tostado de los minerales de oro no puede exceder los 700 °C, de lo contrario el oro formará una aleación con el arsénico presente y se volatilizará fácilmente; el proceso es sensible a la presencia de pequeños contenidos de antimonio y plomo en el concentrado, pues su presencia reducen la permeabilidad necesaria de la calcina; se considera un proceso de alto costo, por lo que implementación en condiciones de altos volúmenes debería ser evaluada en términos de rentabilidad; actualmente existen proceso de tostación diferentes al oxidante entre ellos tenemos la tostación reductora y la

tostación sulfurante, además de una serie de nuevas técnicas aplicadas a la tostación oxidante. Otra técnica de tostación no tradicional evaluada es vía microondas, en este caso los resultados mostraron que el efecto del tratamiento está relacionado con la potencia de microondas, el tiempo de procesamiento y las características de la muestra. El carbono es absorbente de la energía de microondas, por lo que puede calentarse y oxidarse rápidamente este método tiene ventajas, como la rápida velocidad de descarbonización, la alta velocidad de calentamiento y el bajo consumo de energía en comparación con el tostado convencional, sin embargo, estos beneficios por el momento solo están disponibles en escala laboratorio por la restricción de equipos.

2.3. Marco conceptual.

Análisis por vía seca:

Método de análisis de minerales que no requiere el uso de soluciones líquidas. Se enfoca en procesos físicos y químicos a altas temperaturas para separar y determinar el contenido de oro.

Copelación:

Proceso metalúrgico en el que se somete una muestra a altas temperaturas para separar los metales nobles (como el oro y la plata) de otros metales, formando una esfera llamada doré.

Fundición:

Proceso de fusión de un mineral o metal para obtener un producto líquido que puede ser moldeado o tratado posteriormente.

Doré:

Esfera metálica que contiene oro y plata, obtenida en la copelación, antes de la refinación.

Refinación:

Proceso de purificación del metal doré para separar el oro de otros metales presentes, como plata, cobre, etc.

Concentración gravitacional:

Método para separar minerales basándose en sus diferentes densidades, utilizando la gravedad para que los minerales más pesados se sedimenten más rápido que los más ligeros.

Concentración magnética:

Método para separar minerales que son atraídos por un imán, como algunos minerales de hierro que pueden acompañar al oro.

Concentración eléctrica:

Método para separar minerales basados en su conductividad eléctrica.

Batea:

Recipiente cónico, generalmente de metal o plástico, utilizado para separar oro de sedimentos mediante la concentración gravitacional.

Molienda:

Proceso de trituración de la roca mineralizada hasta convertirla en polvo, aumentando la superficie de contacto para facilitar la extracción del oro.

Cianuración:

Proceso químico que utiliza una solución de cianuro para disolver el oro presente en el mineral molido.

Yacimiento:

Lugar geológico donde se encuentran minerales en concentraciones significativas.

Ganga:

Material estéril que acompaña al mineral de interés en un yacimiento.

Pit final:

Volumen de extracción de un yacimiento a cielo abierto que representa el mayor valor económico posible.

Mineral de oro:

Material natural que contiene oro en estado puro o en aleación, a menudo con telururos.

Orogénico:

Se refiere a la formación de montañas y, por extensión, al tipo de yacimientos de oro que se forman en esas zonas.

Espectroscopía de absorción atómica:

Técnica analítica que mide la absorción de luz por los átomos de un elemento para determinar su concentración en una muestra.

Microsonda electrónica:

Técnica analítica que permite analizar la composición química de minerales a nivel microscópico.

Cianuro:

Compuesto químico utilizado en la extracción de oro, que requiere un manejo cuidadoso debido a su toxicidad.

2.4. Estrategias metodológicas

Tipo, nivel y diseño de la investigación.

Por su tipo esta investigación es aplicada, por su nivel es explicativa y por el diseño es una investigación experimental.

Población y muestra.

La Población estuvo constituida por muestras de mineral aurífero oxidadas obtenidas de las canchas de minerales de las plantas hidrometalúrgicas de Nasca.

Muestra:

La muestra estuvo conformada por los minerales de oro oxidados de la cancha de minerales de la planta Mercurio de Nasca.

Técnicas de recolección de información.

Las técnicas a empleadas fueron las del análisis cuantitativo.

Instrumentos de recolección de información.

Los instrumentos fueron los análisis químicos

Técnicas de análisis e interpretación de datos.

Los datos reportados en los análisis realizados fueron seleccionados, tabulados, interpretados y discutidos de acuerdo con los objetivos planteados en la tesis.

2.5. Procedimiento experimental.

Generalidades.

Para los ensayos necesarios para demostrar la hipótesis planteada en la tesis se utilizará mineral de oro oxidado al cual se le ha ido agregando paulatinamente un cierto porcentaje en peso de pirita para evaluar justamente la influencia de la concentración de sulfuros y su influencia en la exactitud de la determinación de la ley de oro.

Recolección de muestras.

La recolección de las muestras de mineral de oro oxidado se hizo en la cancha de minerales de la planta Mercurio de Nasca, localizada en el distrito de Vista Alegre de Nasca, planta procesa sulfuros de cobre mediante flotación, sin embargo, hay que aclarar que los minerales que llegan a la cancha contienen también minerales oxidados que están asociados al cuarzo y al oro nativo. Se recolecto un total de 40 kg de muestra en sacos de yute de 10 kg en los cuales se echó mineral de diferente granulometría, desde trozos relativamente grandes hasta material pulverizado, para luego trasladarlo al laboratorio metalúrgico.

Tratamiento físico del mineral.

En primer lugar el mineral recolectado en el laboratorio metalúrgico se trata físicamente lo que significa que es sometido a tamizado primero para retirar el mineral que tiene un diámetro de partícula menor a $\frac{1}{2}$ " , luego se procedió al chancado en una chancadora de quijadas hasta obtener una granulometría de $\frac{1}{2}$ " , que es el tamaño de partícula que es recibido por el molino de bolas. En el molino de bolas se reduce el tamaño hasta la malla # -200 con la cual se harán las respectivas corridas y los análisis del mineral.

Obtención de la muestra representativa

De la muestra pulverizada a malla # – 200 que ha sido depositada sobre una superficie limpia y plana donde se le ha mezclado adecuadamente con palas hasta obtener una muestra homogénea, se tomó una porción de aproximadamente 5 kilogramos, la cual se coloca sobre una manta de plástico donde se mezcla moviendo la manta desde sus extremos unas 15 veces. Luego se apila la muestra formando un cono que se achata con la pala hasta obtener una torta de 5 cm de espesor que se parte en cuatro con una regla separando luego dos partes de la torta (las situadas una frente a la otra), con las que quedan se vuelve a formar el cono y la torta y se repite el procedimiento hasta obtener una porción de aproximadamente 500 gramos.

Pesado de la muestra

Para realizar los distintos ensayos para cuantificar la concentración de los componentes de la muestra se pesa la cantidad estipulada en los métodos de ensayo. Para las pruebas de fusión se pesa muestras de 30 g que corresponden a un assay ton, y se vierten en el crisol de arcilla refractaria.

Preparación del flux (mezcla fundente)

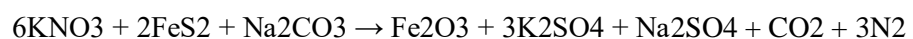
La muestra inicial de mineral aurífero con la que se ha trabajado es oxidada, por lo que la mezcla fundente o flux que se prepara es acorde con este tipo de mineral que es previamente determinada por análisis químico. La muestra es oxidada o básica cuando está libre de sulfuros y generalmente está conformada por minerales oxidados, contienen óxidos de hierro, dióxido de manganeso y que tiene la propiedad de oxidar el plomo y a los agentes reductores como el carbono, el plomo, el hierro, la harina. En este caso se formula como fundente principal una mezcla que contiene nitrato de potasio o de sodio y sulfato de sodio y sulfato de potasio, bórax, dióxido de sílice, entre otros. En esta mezcla fundente el nitrato de potasio es un agente oxidante muy energético cuyo punto de fusión es 339°C, a altas temperaturas se descompone generando oxígeno el cual, oxida los sulfuros y también a los metales básicos entre ellos al cobre y plomo. Este reactivo también reacciona con carbón de la siguiente manera:



Cuando reacciona con los sulfuros, se obtienen los siguientes productos:



La reacción del nitrato de potasio con la pirita se sucede a acuerdo con la siguiente reacción:



La reacción del nitrato de potasio con el plomo metálico es como sigue:



Procedimiento experimental:

MATERIALES, EQUIPOS Y REATIVOS.

- a. Materiales.
 - Minerales auríferos.
 - Crisoles de arcilla para fusión
 - Escorificadores
 - Copelas.
 - Agua destilada.



Figura 2. Crisol de arcilla para análisis de oro.

- b. Equipos.
 - Mufla eléctrica.
 - Cocinilla con termostato regulable.
 - Balanza microquímica
 - Balanza tecno química
 - Campana extractora.

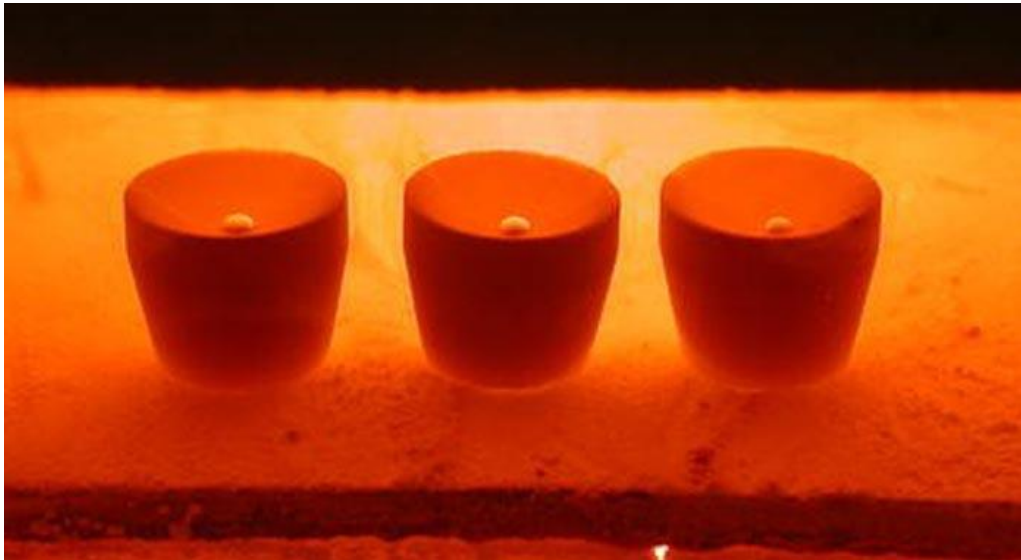


Figura 3. Doré formado durante la copelación.

c. Reactivos.

- Litargirio
- Carbonato de sodio
- Sulfato de sodio
- Bórax
- Nitrato de potasio
- Cloruro de sodio
- Carbón
- Ácido nítrico Q.P.
- Ácido clorhídrico Q.P.
- Ácido sulfúrico Q.P.
- Hidróxido de amonio.

d. ANÁLISIS DE ORO

(Método de la mufla eléctrica)

PROCEDIMIENTO

1. Pesar 25 gramos de muestra tamizada a malla -200 ponerla en un crisol de arcilla y mezclarla con la mezcla fundente preparada.
2. Colocar el crisol en la mufla eléctrica a 900°C, ir subiendo la temperatura hasta 1100°C. proceso que dura de 50 - 60 minutos (se conoce que ya ha fundido el mineral cuando el crisol se ve transparente).
3. Sacar de la mufla y vaciar su contenido a la lingotera y dejarlo enfriar (previamente se calienta la lingotera para que no salte la escoria al vaciar).



Figura 4. Color que adopta la Mufla eléctrica a 1100°C

4. Se separa la escoria del metal, con un martillo, y al régulo metálico se le da forma cúbica.
5. Se escorifica y se vacía etc. como en el caso anterior (cuando hay Bi ó As es recomendable escorificar dos veces).
6. Se coloca el cubo de metal en una copela que de antemano ha sido calentada durante 15 a 20 minutos a 1000°C.



Figura 5. Cubicación del régulo

7. Se copela a 950°C.
8. Sacar la copela de la mufla y enfriar totalmente (cuando es solo para plata, pesar el botón después de frío, reportar en onz/Ton cuando no tiene nitrato de plata).
9. El botón de plata que también contiene el oro, limpiarlo con una brocha especial y colocarlo en un crisol de porcelana, agregar ácido nítrico (1:7) si el botón es grande, ó (1:5) si es pequeño y calentar lentamente hasta que no haya mayor ataque a la plata. Bajarlo.
10. Descartar con bastante cuidado la solución, agregar ácido nítrico (1:1) y seguir atacando a calor lento, hasta que toda la plata haya reaccionado, si es necesario se puede decantar y echar ácido 1:1 y seguir el mismo proceso. Tener cuidado de no atacar a calor fuerte por que el oro se sedimenta en pequeñas partículas que al lavar o decantar se pierden y los resultados salen errados.
11. Decantar la solución cuidadosamente. Lavar el oro 3 veces por decantación como agua amoniacal caliente (1:7).
12. Agregar más o menos 5 cc de amoniaco y calentar suavemente. Bajarlo y decantar y lavar dos veces con agua caliente por decantación.
13. Secar el crisol en la plancha y después llevarlo al horno por 20".
14. Enfriar, pesar el botón de oro y expresar el resultado en gramos por toneladas o por la forma que soliciten.

CALCULO.

$$\text{Au} = \text{Peso del oro obtenido en g} \times 40\,000 = \text{g/t}$$

También se puede calcular:

$$\text{Au} = (\text{Peso del oro obtenido en g} \times 1000\,000) / \text{Peso de la muestra en g} = \text{g/t}$$

III. RESULTADOS

3.1. Resultado del análisis de la muestra.

Tabla 1

Composición química del mineral

Componente	Concentración, %
Níquel, Ni	0,27
Aluminio, Al	0,14
Sílice, Si	4,87
Hierro, Fe	5,68
Cobre, Cu	5,21
Plomo, Pb	0,12
Zinc, Zn	0,33
Azufre, S	2,29
Oro, Au *	483g/t
Plata, Ag*	45 g/t

Fuente: Datos experimentales.

* Análisis por Espectrofotometría de Absorción atómica.

La tabla 1 muestra los resultados del análisis químico cuantitativo realizado al mineral oxidado con contenido de oro mediante métodos de análisis clásico e instrumental (EAA), según los reportes de laboratorio esta muestra contiene 483g/t de oro y 4,87% de sílice, 5,68% de hierro, 5,21% de cobre y un contenido total de azufre de 2,29%.

Tabla 2

Composición mineralógica del mineral

Componente	Concentración
Calcopirita	+
Cuprita	++
Azurita	++
Hematita	++
Magnetita	+++
Crisocola	+
Malaquita	++
Blenda	+
Galena	+
Pirita	+
Silice	+++

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 2 muestra los resultados del análisis mineralógico cualitativo realizado al mineral oxidado con contenido de oro mediante métodos observacionales, según los reportes de laboratorio esta muestra contiene en mayor proporción óxidos de hierro y de cobre y en menor cantidad minerales sulfurados como la pirita, calcopirita, blenda y galena. Por su alto contenido de óxidos de hierro y de cobre, así como de cuarzo, el mineral se puede clasificar como ferruginoso, cuprífero o cuarcífero

3.2. Determinación de la ley de oro por el método de fusión.

Tabla 3
Determinación de la ley de oro en mineral ferruginoso

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	50
Sílice	10
Sulfato de sodio	20
Harina	2
Bórax	10
Clavo	3
Nitrato de potasio	5
Bórax*	10 g
Cloruro de sodio*	10g
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,26
02	14,25
03	14,24
04	14,24
05	14,25
Promedio	14,25

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra de 30g: 14,5mg

* Reactivos de cubierta

La tabla 3 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral oxidado considerado ferruginoso por su contenido de óxidos de hierro (5,68%), empleando un flux con 50g de litargirio y 20g de sulfato de sodio entre otros componentes, como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,25mg de oro del total que contenía la muestra mineral de 30 g (14,50mg).

Tabla 4
Determinación de la ley de oro en mineral cuprífero

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	60
Sílice	10
Sulfato de sodio	20
Harina	2
Bórax	10
Clavo	3
Nitrato de potasio	5
Bórax*	10 g
Cloruro de sodio*	10g
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,13
02	14,12
03	14,13
04	14,13
05	14,13
Promedio	14,13

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

* Reactivos de cubierta

La tabla 4 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral oxidado considerado cuprífero por su contenido de óxidos de cobre (5,21%), empleando un flux con 60g de litargirio y 20g de sulfato de sodio entre otros componentes, como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,13mg de oro del total que contenía la muestra mineral de 30g (14,50mg).

Tabla 5
Determinación de la ley de oro en mineral cuarcífero

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	80
Sulfato de sodio	20
Harina	2
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,00
02	13,99
03	13,98
04	13,99
05	13,99
Promedio	13,99

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra de 30g: 14,50mg

* Reactivos de cubierta

La tabla 5 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral oxidado considerado cuarcífero por su contenido de óxido de sílice (4,87%), empleando un flux con 80g de litargirio y 20g de sulfato de sodio entre otros componentes, como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 13,99mg de oro del total que contenía la muestra mineral de 30g (14,50mg).

Tabla 6

Determinación de la ley de oro en mineral mixto
(con óxidos de hierro, cobre y cuarzo)

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,39
02	14,39
03	14,37
04	14,38
05	14,38
Promedio	14,38

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 483mg

* Reactivos de cubierta

La tabla 6 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto considerado que posee alta concentración de hierro (5,68%) de cobre (5,21%) y de cuarzo (4,87%), empleando un flux con 90g de litargirio y 30g de sulfato de sodio entre otros componentes, como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,38mg de oro del total que contenía la muestra mineral de 30g (14,50mg).,

Tabla 7

Datos comparativos de la ley de oro obtenido en cada tipo de mineral

Tipo de mineral	Resultado obtenido, mg	% de recuperación
Ferruginoso	14,25	98,3
Cuprífero	14,13	97,5
Cuarcífero	13,99	96,5
Mixto	14,38	99,2
Concentración de oro en la muestra (EAA)		14,50

Fuente: Datos de las tablas 1, 3-6

La tabla 7 muestra los datos comparativos de la cantidad de oro recuperado en cada uno de los análisis considerando la muestra como ferruginosa, cuarcífera, cuprífera y mixta, como se observa la mayor recuperación se hizo con la mezcla fundente correspondiente al mineral mixto, con un 99,2% (14,38mg) de los 14,50mg de oro que contiene la muestra tratada.



3.3. Ensayos con aumento progresivo de azufre (pirita) en la composición del mineral.

Tabla 8

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 2% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,38
02	14,38
03	14,39
04	14,37
05	14,38
Promedio	14,38

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 0,6g

* Reactivos de cubierta

La tabla 8 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto, con un agregado del 2% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,38mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 2% en peso de azufre no afectó la recuperación del oro.

Tabla 9

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 4% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,36
02	14,37
03	14,36
04	14,35
05	14,36
Promedio	14,36

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 1,2g

* Reactivos de cubierta

La tabla 9 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 4% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,36mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 4% en peso de azufre afecta levemente la recuperación del oro.

Tabla 10

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 6% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,25
02	14,24
03	14,25
04	14,26
05	14,25
Promedio	14,25

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 1,8g

* Reactivos de cubierta

La tabla 10 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 6% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,25mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 4% en peso de azufre afecta también levemente la recuperación del oro.

Tabla 11

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 8% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,07
02	14,07
03	14,08
04	14,06
05	14,07
Promedio	14,07

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 2,4g

* Reactivos de cubierta

La tabla 11 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 8% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 14,07mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 8% en peso de azufre afecta de manera significativa la recuperación del oro.

Tabla 12

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 10% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	13,91
02	13,90
03	13,92
04	13,91
05	13,91
Promedio	13,91

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 3,0g

* Reactivos de cubierta

La tabla 12 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 10% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 13,91mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 10% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro.

Tabla 13

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 12% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	13,56
02	13,56
03	13,54
04	13,56
05	13,57
Promedio	13,56

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 3,6g

* Reactivos de cubierta

La tabla 13 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 12% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 13,56mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 12% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro.

Tabla 14

Determinación de la ley de oro del mineral con agregado del 14% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Sulfato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	12,87
02	12,86
03	12,87
04	12,87
05	12,88
Promedio	12,87

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 4,2g

* Reactivos de cubierta

La tabla 14 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 14% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 12,87mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 12% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro.

Tabla 15

Efecto del azufre en la recuperación del oro durante el análisis

% de azufre	Recuperación del oro, mg
2	14,38
4	14,36
6	14,25
8	14,07
10	13,91
12	13,56
14	12,87

Fuente: Datos de las tablas 8 – 14

La tabla 15 muestra los datos resumidos del efecto que causa el azufre en la recuperación del oro durante el análisis por fusión, como se observa, conforme aumenta el porcentaje de azufre en la muestra es menor la concentración de oro que se recupera, lo que quiere decir que la exactitud de los resultados obtenidos por el método Fire Assay, se ve afectada por la concentración del azufre.



Tabla 16

Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 8% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Carbonato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,32
02	14,33
03	14,32
04	14,32
05	14,32
Promedio	14,32

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 2,4g

* Reactivos de cubierta

La tabla 16 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con agregado del 8% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) y que se ha cambiado el sulfato de sodio por el carbonato de sodio como se observa, con dicha mezcla fundente se recuperó 14,32mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 8% en peso de azufre afecta significativamente la recuperación del oro a pesar de la modificación de la mezcla fundente por una básica a fin de neutralizar el azufre.

Tabla 17

Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 10% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Carbonato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	14,23
02	14,23
03	14,23
04	14,22
05	14,23
Promedio	14,23

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 3,0g

* Reactivos de cubierta

La tabla 17 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 10% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente a la cual se le ha cambiado el sulfato de sodio por el carbonato de sodio se recuperó 14,23mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 10% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro, a pesar de la modificación de la mezcla fundente por una básica a fin de neutralizar el azufre.

Tabla 18

Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 12% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Carbonato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	13,97
02	13,96
03	13,98
04	13,97
05	13,97
Promedio	13,97

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 3,6g

* Reactivos de cubierta

La tabla 18 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 12% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente a la cual se le cambió el sulfato de sodio por el carbonato de sodio, se recuperó 13,97mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 12% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro, a pesar de la modificación de la mezcla fundente por una básica a fin de neutralizar el azufre.

Tabla 19

Determinación de la ley de oro con flux básico y con agregado del 14% de azufre.

Composición de la mezcla fundente	
Componente	Cantidad agregada, g
Litargirio	90
Carbonato de sodio	30
Harina	2
Clavo	3
Nitrato de potasio	10
Bórax*	10
Cloruro de sodio*	10
Ley de oro determinada	
N° ensayo	Concentración, mg
01	13,77
02	13,75
03	13,76
04	13,76
05	13,76
Promedio	13,76

Fuente: Datos experimentales.

Concentración de oro en la muestra: 14,50mg

Concentración inicial de azufre en la muestra: 0,69mg

Cantidad agregada de azufre: 4,2g

* Reactivos de cubierta

La tabla 19 muestra los resultados de la determinación de la ley de oro en un mineral mixto con un agregado del 14% en peso de azufre (con relación al peso de la muestra que es de 30g) como se observa con dicha mezcla fundente se recuperó 13,76mg de oro del total que contenía la muestra (14,50mg), la adición de un 12% en peso de azufre afecta considerablemente la recuperación del oro, a pesar de la modificación de la mezcla fundente por una básica a fin de neutralizar el azufre.

Tabla 20

Efecto del azufre en la recuperación del oro con flux ácido y básico

% de azufre	Recuperación del oro, mg	
	Flux ácido	Flux básico
8	14,07	14,32
10	13,91	14,23
12	13,56	13,97
14	12,87	13,76

Fuente: Datos de las tablas 16 – 19

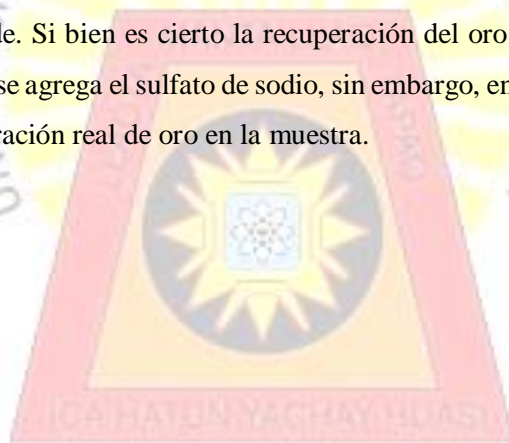
Concentración de oro en la muestra tratada: 14,50mg

La tabla 20 muestra los datos comparativos del efecto que causa el azufre en la recuperación del oro durante el análisis por fusión empleando un flux ácido y un flux básico, como se observa, conforme aumenta el porcentaje de azufre en la muestra es menor la concentración de oro que se recupera sobre todo con un flux ácido y mayor si el flux es básico, lo que quiere decir que la exactitud de los resultados obtenidos por el método Fire Assay, se ve afectada por la concentración del azufre en cualquiera de los casos..



IV. DISCUSIÓN

El análisis del oro a partir de minerales oxidados por el método de vía seca, por fusión, es un proceso similar al que se lleva a cabo industrialmente cuando se recupera oro por métodos pirometalúrgicos, en la planta el exceso de azufre en la carga que ingresa a los hornos va a afectar la recuperación del metal y es necesario realizar ciertos pretratamientos que tiene como fin la obtención de un mineral oxidado libre de azufre (sulfuros) con lo que se busca una mayor recuperación de oro. En el caso del análisis por fusión sucede lo mismo ya que una alta concentración de azufre interfiere en el análisis ya que los sulfuros formados interfieren en la separación de la fase metálica, lo que se manifiesta en una recuperación deficiente del metal y resultados inexactos de la ley del oro. Los ensayos realizados empleando como muestra el mineral oxidado de oro al cual se ha agregado paulatinamente un mayor porcentaje de azufre han demostrado que la presencia de una alta concentración de azufre en el mineral interfiere en la recuperación del oro, lo que incide en resultados que indican una ley menor de oro en la muestra. Esto sucede en los ensayos en los cuales se emplea una mezcla fundente básica en la cual se agrega carbonato de sodio con el fin de neutralizar los sulfuros que a altas temperaturas se forman en la muestra que se funde. Si bien es cierto la recuperación del oro es mayor con relación a la mezcla fundente a la cual se agrega el sulfato de sodio, sin embargo, en ambos casos los resultados son menores a la concentración real de oro en la muestra.



V. CONCLUSIONES

1. Se ha determinado experimentalmente que el porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios influyen directamente en la cuantificación del oro por el método fire assay, conforme aumenta el contenido de azufre en la muestra es menor cantidad de oro que se cuantifica.
2. La concentración promedio de azufre que contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay es de 2 a 4%.
3. La exactitud de los resultados del análisis disminuye conforme varía el contenido de azufre en el mineral refractario.



VI. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda verificar los resultados obtenido en estos análisis mediante espectrofotometría de absorción atómica. De esta manera también se podría comprobar el grado de exactitud del método Fire assay, llevados a cabo empleando las mezclas fundentes señaladas en la tesis.
2. Se recomienda estudiar otras formulaciones de la mezcla fundente con el fin de establecer posibles variaciones en los resultados o la verificación de estos.



VII. FUENTES DE INFORMACIÓN.

- [1] G. Toapanta, “Análisis de oro y plata de concentrados gravimétricos auríferos mediante ensayo al fuego utilizando cobre como colector”, Tesis, Ecuador, Universidad San Francisco de Quito, 2019.
- [2] A. Salazar. “Evaluación del método de determinación de oro por ensayo al fuego”, Tesis, México, Universidad Autónoma de Coahuila, 2020.
- [3] C. Patiño, “Mejoramiento del control químico analítico en la extracción metalúrgica del oro y de la plata en los laboratorios del grupo de investigación en minerales biohidrometalurgia y ambiente”. Artículo, Colombia, Universidad Nacional de Bogotá, 2019.
- [4] G. Toapanta, “Análisis de oro y plata de concentrados gravimétricos auríferos mediante ensayo al fuego utilizando Cobre como colector”, Tesis, Ecuador, Universidad San Francisco de Quito, Ecuador, 2015
- [5] L. Coudurier y Wilkomireky, “Fundamentos de los procesos metalúrgicos”, Tesis, Chile, Departamento de Metalurgia Extractiva, Universidad de Concepción, 1971
- [6] G. Muñoz, “Recuperación de oro por fusión a partir de concentrados polisulfurados de menas ecuatorianas”, Tesis, Ecuador, Escuela Politécnica Nacional, Quito, 2018
- [7] Antezana W. “Análisis de oro y plata en horno mufla utilizando cobre como colector en la corporación minera ANANEA”, Tesis, Perú, Universidad Nacional del Altiplano, Puno, 2018.
- [8] J. Condori, A.Pacco “Implementación de un sistema de aseguramiento de la calidad en ensayos por vía seca, para mejorar la confiabilidad de resultados de laboratorio químico de minerales”. Tesis, Perú, Universidad Nacional de San Agustín, Arequipa, 2019.
- [9] J. Gamboa, “Informe de prácticas profesionales, Determinación cuantitativa de oro y plata por ensayo al fuego en la Unidad Santa María –Compañía Minera Poderosa, Ayacucho, 2014”, Tesis, Preú, Universidad Nacional del Centro, 2015.
- [10] E, Ruiz, “Informe de prácticas preprofesionales, laboratorio fritmin E.I.R.L Nazca”, Informe de Práctica Profesional, Universidad Nacional de Ayacucho, 2018

VIII. ANEXOS

MÉTODOS DE ANÁLISIS DEL MINERAL

a) **Determinación de FeO.**

PROCEDIMIENTO:

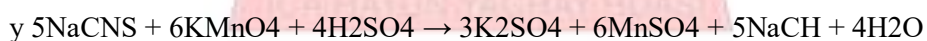
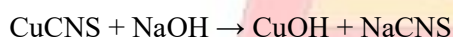
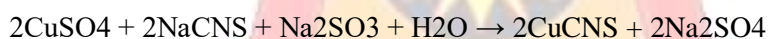
- De la muestra representativa seleccionada, se pesa 7 g con una aproximación de 0,0001 g, se disuelve el mineral pesado en 200mL de ácido sulfúrico N (195mL de agua y 5mL de ácido sulfúrico concentrado) en un matraz aforado de 250mL, se lleva a volumen con agua destilada y se homogeniza.
- Se toma 25mL de la solución, mediante pipeta y se pasa a un frasco cónico de 250mL, se agrega 25mL de ácido sulfúrico N y se titula con solución de permanganato de potasio 0,1N hasta obtener coloración rosa pálida permanente.
- Se repite con otras dos porciones de 25mL de la solución preparada.
- Las titulaciones efectuadas deben concordar en 0,1mL.
- Se calcula el tanto por ciento de óxido de hierro en la muestra analizada teniendo en cuenta que:

1mL de KMnO_4 0,1N = 0,05884 g de FeO

b) **Determinación del cobre.**

Este método se basa en la precipitación del cobre como tiocianato cuproso, el cual se descompone después de filtrar con sulfito de sodio al 7-8% hirviendo y después de lavar el filtro con agua caliente, la solución se hace ácida con H_2SO_4 (1:1) y se titula con solución valorada de permanganato de potasio hasta color rosa permanente.

Durante el desarrollo del método se producen las siguientes reacciones químicas:



La solución del sulfocianuro cuproso en la manipulación de este método es posible que sufra una incompleta.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar de 0,5 a 2,0 gramos de muestra preparada a malla -100, y ponerla en un Erlenmeyer de 300mL.
2. Agregar 10-15mL de ácido nítrico y atacar a bajo calor, cuando ha cesado de desprender vapores nitrosos, agregar 0,1 g de clorato de potasio y seguir atacando a bajo calor, hasta que el volumen de la solución se reduzca a unos 7mL aproximadamente.

3. Agregar 5-10mL de ácido clorhídrico y continuar el ataque hasta que quede 7mL aproximadamente.
4. Agregar 5mL de ácido sulfúrico, seguir atacando hasta que comience a desprenderse vapores blancos, mantener en la plancha caliente hasta que se obtenga una masa pastosa, bajar y enfriar.
5. Agregar cuidadosamente 30mL de agua y calentar hasta ebullición, hervir por 5 minutos, bajar.
6. Filtrar en caliente, usando filtro N°2 ó 4, recibiendo el filtrado en un Erlenmeyer de 300mL. Lavar bien el recipiente usado para el ataque, limpiándolo si es preciso con una varilla protector de goma en su extremo para arrastrar todo el sólido que pudiera quedar en él. Lavar el precipitado 5 veces con pequeñas porciones de agua caliente, descartar el residuo del filtro.
7. Neutralizar la solución con hidróxido de amonio, hasta que aparezca precipitado de hierro, agregar HCl gota a gota hasta que desaparezca el precipitado, agregar dos gotas de exceso, lavar las paredes del frasco con agua caliente.
8. Agregar 10-20mL de solución de sulfito de sodio al 10 % y calentar.
9. Agregar 5-10mL de solución de sulfito de sodio al 10% y hervir unos minutos más. Agregar más sulfito si el color rojo persiste. El precipitado debe ser blanco lechoso.
10. Filtrar la solución en caliente, usando papel filtro N°5 (o doble papel filtro N°2 o N°4). Pasar todo el precipitado con agua caliente a un Erlenmeyer de 300mL. Descartar el filtrado.
11. Colocar debajo del embudo el frasco de 300mL. Disolver el precipitado de CuSCN, con solución caliente de NaOH al 7% lavando dos veces, removiendo bien el precipitado.
12. Lavar 6 veces con pequeñas porciones de agua caliente. Descartar el residuo que queda en el papel filtro.
13. Dejar enfriar la solución. Agregar 25mL de ácido sulfúrico (1:1) al frasco y titular con solución valorada de permanganato de potasio.
14. Hacer una prueba en blanco usando los mismos reactivos. Descontar el blanco de la titulación.

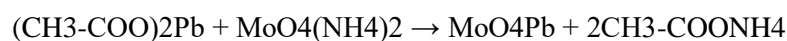
$$\%Cu = \frac{\text{Gasto} \times \text{factor de la solución} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

c. **Plomo - método del molibdato de amonio.**

FUNDAMENTO.

El plomo al estado de acetato se precipita con una solución estándar de molibdato de amonio. El final de la reacción se reconoce ensayando una gota del líquido con una gota de solución de ácido tánico (Indicador externo) que da un color amarillo en cuanto hay exceso de molibdato de amonio.

REACCION:



PROCEDIMIENTO.

1. Pesar de 0,5 a 2,5 gramos de muestra pulverizada a malla -100, en vaso de 250mL o 400mL.
2. Agregar de 10 a 15mL de ácido nítrico y atacar en la plancha a bajo calor, hasta que cese al desprendimiento de vapores nitrosos; después agregar aproximadamente 0,01 gramos de clorato de potasio y continuar atacando a bajo calor, hasta que quede aproximadamente en unos 7mL.
3. Agregar 10mL de ácido clorhídrico y seguir atacando en la plancha a bajo calor hasta que quede en unos 7mL aproximadamente. Bajar y dejar enfriar ligeramente.
4. Agregar de 10 a 15mL de ácido sulfúrico y colocar nuevamente en la plancha, primero a calor lento para que no salpique y después a calor fuerte esfumar hasta fuerte desprendimiento de humos blancos, durante 15 - 20 minutos. Bajar. Enfriar.
5. Diluir a 100mL con agua destilada. Hervir durante 10 minutos. Bajar, enfriar en la bandeja de refrigeración, durante 45 minutos.
6. Filtrar en papel filtro Whatman N°40 de 11 o 12 cm. (según la cantidad de precipitado) que contenga pulpa de papel. Pasar todo el precipitado del vaso al filtro, lavando dos veces al vaso con agua fría. Lavar el precipitado del filtro 5 veces con agua fría, sin llenar el embudo. Descartar el precipitado.
7. Colocar el papel filtro con el precipitado en vaso de 400mL (en el vaso original). Agregar después 200mL de agua destilada caliente y seguir hirviendo durante 15 minutos.
8. Titular en caliente con solución valorada de Molibdato de Amonio, usando solución de ácido tánico al 0,5% como indicador externo.
9. Calcular el % de Pb.

$$\% \text{ Pb} = (\text{Gasto} \times \text{factor de la solución} \times 100) / \text{Peso de la muestra.}$$

d. Plata- método de escorificación y copelación.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar 0,1 A.T. (Assay Ton) de muestra preparada a malla -100 en escorificador de 2,5 que contenga 25 g de plomo granulado.
2. Agregar 2-3 g de bórax y mezclar bien con espátula.
3. Cubrir con unos 15 g de plomo granulado y encima cubrir con 4-5 gramos de Bórax.
4. Escorificar en la mufla eléctrica a 1100 °C. Primero con la puerta cerrada. Tan pronto se funda el plomo, se abre la puerta de la mufla para admitir aire a medida que la oxidación avanza, se forma alrededor del plomo un anillo de escoria. Se cierra la puerta unos minutos más para que toda la escoria quede líquida con el aumento del calor. Todo este proceso dura aproximadamente 30 minutos.
5. Vaciar el contenido de los escorificadores a los moldes. Dejarlo enfriar. Romper la escoria con un martillo y limpiar el botón por martilleo, dándole la forma de un cubo.
6. Los cubos deben tener un aproximado de 20-25 g, si posee mayor peso es necesario volver a escorificar. Cuando las muestras poseen mucho cobre, también es necesario hacer doble escorificación.

COPELACION.

1. Se calientan las copelas previamente enumeradas, unos 20 minutos antes de introducir los cubos de plomo (a unos 900°C)
2. Colocar los cubos de plomo con la pinza apropiada.
3. Tan pronto como se ha terminado de colocar los botones, se cierra la puerta de la mufla manteniendo la temperatura. (Unos 5 minutos).
4. Después que ha fundido se abre la puerta de la mufla y se deja bajar la temperatura hasta 800°C cuidando que el litargirio que se forma no se solidifique sobre la Ag
5. El Pb es absorbido por la copela y parte volatizado y a veces es necesario colocar corriente de aire.
6. Alrededor del botón de plata debe quedar unas plumillas de litargirio, lo que demuestra una buena copelación.
7. El tiempo de copelación es también aproximadamente 30 minutos.
8. Sacar las copelas de la mufla, dejarlas enfriar y pesar los botones de plata.
9. Reportar en onzas por toneladas (ó en la forma que indique).

CALCULO.

Cuando se pesa el mineral en Assay Ton, el peso de los botones de plata en miligramos, da directamente el resultado en onzas por toneladas.

- 1.0 Assay Ton da onze/Ton
- 0.5 Assay Ton x 2 da onze/Ton
- 0.2 Assay Ton x 5 da onze/Ton
- 0.1 Assay Ton x 10 da onze/Ton

e. Oro – método de la mufla eléctrica.

PROCEDIMIENTO

1. Pesar 0,5 A.T. para concentrados de Pb, Zn, y Cu y 1,0 A.T. para cabezas y colas, de muestra preparada a malla -100 en crisol de 30 gramos, que contenga 65 gramos de flux (Usar de 85 - 90 g de flux para 1,0 A.T)
2. Agregar un poquito de nitrato de plata y mezcla bien con ayuda de una espátula, poner un clavo de 5" y cubrir con 25 g de flux. Si no se usa clavo, usar 10 g de nitrato de potasio. Para mineral paco no usar clavos ni nitrato, si no usar 5 gramos de harina.
3. Colocar el crisol en la mufla eléctrica a 900°C, ir subiendo la temperatura hasta 1100°C proceso que dura de 50 - 60 minutos (se conoce que ya ha fundido el mineral cuando el crisol se ve transparente).
4. Sacar de la mufla y vaciar al molde de forma cónica y dejarlo enfriar (calentar previamente el molde en la parte de la mufla 2-3 minutos para que no salte la escoria al vaciar).
5. Separar la escoria del metal, valiéndose de un martillo, moldear el metal dándole forma cúbica.
6. Escorificar y vaciar etc. como en el caso anterior (cuando hay Bi ó As es recomendable escorificar dos veces).
7. Colocar el cubo de metal en una copela que de antemano ha sido calentada durante 15 a 20 minutos a 1000°C.
8. Proceder a la copelación como en caso anterior.
9. Sacar la copela de la mufla y enfriar totalmente (cuando es solo para plata, pesar el botón después de frío, reportar en onz/Ton cuando no tiene nitrato de plata).
10. El botón de plata que también contiene el oro, limpiarlo con una brocha especial y colocarlo en un crisol de porcelana, agregar ácido nítrico (1:7) si el botón es grande, o (1:5) si es pequeño y calentar lentamente hasta que no haya mayor ataque a la plata. Bajarlo.
11. Descartar con bastante cuidado la solución, agregar ácido nítrico (1:1) y seguir atacando a calor lento, hasta que toda la plata haya reaccionado, si es necesario se puede decantar y echar ácido 1:1 y seguir el mismo proceso. Tener cuidado de

no atacar a calor fuerte porque el oro se sedimenta en pequeñas partículas que al lavar o decantar se pierden y los resultados salen errados.

12. Decantar la solución cuidadosamente. Lavar el oro 3 veces por decantación como agua amoniacal caliente (1:7).
13. Agregar más o menos 5 cc de amoniaco y calentar suavemente. Bajarlo y decantar y lavar dos veces con agua caliente por decantación.
14. Secar el crisol en la plancha y después llevarlo al horno por 20".
15. Enfriar, pesar el botón de oro y expresar el resultado en onzas por toneladas o por la forma que soliciten.

f. Azufre en minerales.

PROCEDIMIENTO

1. Pesar 0.5 gramos de muestra en un vaso de 400mL.
2. Agregar 0,01 g de clorato de potasio, 25mL de agua de bromo y 15mL de ácido nítrico y atacar lentamente en plancha con asbesto y llevar sequedad.
3. Agregar 5mL de HCl y atacar lentamente hasta sequedad. retirar de la plancha.
4. Agregar 70mL de solución de carbonato de sodio al 10% y hervir por 15 minutos. Bajarlo.
5. Filtrar en vaso de 600mL usando papel filtro N°2 de 12,5 cm (o N°40 de 12,5 cm)
6. Neutralizar la solución con ácido clorhídrico usando anaranjado de metilo como indicador y agregar 5mL en exceso.
7. Llevar a ebullición. Agregar 25mL de solución caliente de cloruro de bario al 10 % y hervir durante 5-10 minutos. Bajarlos y dejarlos en reposo toda la noche (para precipitar es recomendable que ambas soluciones estén a la misma temperatura de lo contrario salta el precipitado).
8. Filtrar en papel filtro N°42 usando un poco de pulpa de papel y lavar 10-12 veces con agua caliente.
9. Pasar el papel con el precipitado a un crisol de arcilla, secar y calcinar a 800°C durante 2 horas.
10. Enfriar y pesar como BaSO₄

CALCULO:

$$\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100$$
$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

g. Sílice.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar 1,0 gramos de muestra en un crisol de níquel, mezclar con 8-10 gramos de

- fundente Na_2O_2 - NaOH y cubrir con una pequeña capa del fundente.
2. Fundir en el horno al rojo oscuro (700°C) cerca de 5 minutos.
 3. Vaciar la masa fundida un molde de Hierro apropiado o en una cápsula de níquel o cápsula apropiada expresamente.
 4. Lavar el crisol de níquel en una cacerola, con agua caliente o con HCl (1:1) alternando con agua caliente procurando sacar todas las partículas adheridas al crisol con una varilla de goma.
 5. Pasar la masa del molde de fierro a la cacerola y disolverlo todo, agregando agua si es necesario. Cuando todo se ha disuelto, agregar HCl hasta que la solución se ponga clara.
 6. Evaporar a sequedad. Después de seco dejar unos 10-15 minutos más en la plancha (para que oxide el hierro).
 7. Enfriar agregar 5mL de HCl 30mL de agua caliente y calentar hasta disolver todas las sales solubles.
 8. Filtrar la solución caliente a través de un papel filtro N°40, lavando bien la cacerola y recibiendo el filtrado en vaso de 400mL, lavar el precipitado 2 veces con HCl (1:1) caliente y 8 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO.
 9. Colocar el papel filtro que contiene el precipitado, en un crisol de arcilla y secar en la plancha. Calcinar en la mufla eléctrica al rojo brillante 1500°C por 1 o 2 horas.
 10. Enfriar y pesar el residuo como sílice.
 11. Hacer una prueba en blanco, usando los mismos reactivos.

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{Peso residuo calcinado} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Colocar el filtrado que se reservó en un frasco volumétrico de 200mL y diluir a la marca con agua destilada, agitar bien y tomar 100mL para Fe, Ca y Mg los otros 100mL para la determinación del aluminio.

Si se quiere evitar diluciones tomar otra muestra exclusivamente para Al y trabajar de idéntica manera, separando el SiO_2 y continuando para el Al.

h. Hierro.

PROCEDIMIENTO.

1. La solución que se pipetea de la dilución (100mL) o (la solución contenida en el vaso si el proceso es directo) agregar 3 gramos de cloruro de amonio y 30mL de hidróxido de amonio y hervir durante 8 minutos.

2. Filtrar en caliente a través de papel filtro N °4 recibiendo el filtrado en vaso de 600mL. Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO PARA EL ENSAYO DE Ca y Mg.
3. Pasar el precipitado de Fe al vaso original extendiendo el papel en el filo del vaso y lavar con un chorro fino de agua y con solución caliente de HCl (1:1) 3 veces y lavar con agua 3 veces. Disolver todo el precipitado con HCl (no usar mucha agua para el lavado).
4. Calentar a ebullición y agregar cloruro estañoso gota a gota hasta reducir todo el Fe. (hasta que la solución quede clara) agregar 2 gotas de exceso).
5. Diluir a 200mL con agua fría y enfriar después agregar 15mL de solución fosfosulfúrica, 10mL de solución de cloruro mercúrico y 3 gotas de digenilamina como indicador.
6. Titular con solución valorada de bicromato de potasio. Hacer los cálculos para Fe₂O₃.

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Fe} \times 1.4298$$

i. Óxido de calcio.

PROCEDIMIENTO.

1. Calentar a ebullición el filtrado que se reservó de la determinación del Fe y agregar 25mL de solución de oxalato de amonio al 5% y hervir durante 10 min.
2. Dejar que el precipitado se sedimente. (Dejarlo unas cuantas horas en lugar caliente).
3. Filtrar la solución caliente a través de papel filtro N°5 recibiendo el filtrado en vaso de 600mL. Lavar el precipitado 8 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO PARA LA DETERMINACION DE MAGNESIO (estar seguro de haber lavado bien el precipitado de oxalato de calcio).
4. Pasar el precipitado a un vaso de 400mL con el papel filtro, agregarle 200mL de agua caliente y 20mL de H₂SO₄ diluido (1:1) y calentar a ebullición durante cinco minutos.
5. Titular la solución caliente con solución valorada de KMnO₄ (1mL = 0.005 g de CaO). Descontar el valor de la prueba en blanco.
6. Calcular el % CaO o hacer los cálculos correspondientes si se desea reportar como Ca.

$$\% \text{CaO} = \frac{\text{mL de KMnO}_4 \text{ gastados} \times 0.005 \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

mL de KMnO_4 gastados x f de Ca x 100

% Ca = -----

Peso de muestra

j. Aluminio.

PROCEDIMIENTO.

1. Solución reservada para la alúmina, se calienta a ebullición y se pasa gas H_2S por 20 minutos. Dejar que el precipitado se asiente.
2. Filtrar en papel filtro N°5 recibiendo el filtrado en vaso de 600mL lavar el precipitado 3 veces con agua caliente.
3. Hervir el filtrado hasta expulsar todo el H_2S .
4. Agregar 5mL de HNO_3 y evaporar a un volumen de 60mL.
5. Diluir a 100mL con agua destilada, agregar hidróxido de amonio, pero evitar la precipitación de hierro como hidróxido.
6. Agregar 6mL de HCl 25mL de solución de fosfato de sodio (10%) 30mL de solución de tiosulfato de sodio (al 10%) 20mL de ácido acético (1:1) y diluir con agua a 400mL. Hervir por 30 minutos.
7. Filtrar en papel filtro N°40 y lavar 6 veces con agua caliente. Descartar el filtrado.
8. Colocar el papel con el precipitado en un crisol de arcilla, secar en la plancha y después de secar, calcinar en la mufla eléctrica al rojo brillante por una hora.
9. Enfriar y pesar el residuo como AlPO_4 .
10. Descartar la prueba en blanco que se han hecho siguiendo el método y usando los mismos reactivos.
11. Hacer los cálculos y reportar como Al_2O_3 ($\text{AlPO}_4 \times 0,4178 = \text{Al}_2\text{O}_3$) si se reporta como Al será ($\text{AlPO}_4 \times 0,22195 = \text{Al}$)
% $\text{Al}_2\text{O}_3 = (\text{Peso AlPO}_4 \times 0,4178 \times 100) / \text{Peso de la muestra}$

Matriz de consistencia

Título		Influencia del porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios en la cuantificación del oro por el método fire assay,							
Línea de investigación		Metalurgia extractiva de metales							
Autor (a)		Martínez Contreras Rosella Maygualina							
					Metodología				
Problema principal	Hipótesis principal	Objetivo principal	Variable independiente.	Indicadores	Método de investigación	Población	Tipo de investigación	Técnicas de recolección de datos	Técnica estadística para tratamiento de datos
¿El porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios influyen en la cuantificación del oro por el método fire assay?	El porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios influyen directamente en la cuantificación del oro por el método fire assay	Determinar cómo influye el porcentaje de azufre que contienen los minerales refractarios en la cuantificación del oro por el método fire assay.	Porcentaje de azufre en minerales refractarios.	Peso del azufre	El método empleado en la presente investigación es el método científico, ya que para su desarrollo se ha planteado el problema, la hipótesis que se tiene que validar mediante la comprobación experimental	La población estará conformada por mineral oxidado alto contenido de azufre que se encuentran en las canchas de minerales de las plantas hidrometalúrgicas de Nasca	Aplicada	Técnicas analíticas	Los datos obtenidos se seleccionarán, se tabularán, interpretarán y discutirán.
				Muestra					
- ¿Qué concentración promedio de azufre contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay? - ¿Cómo varía la exactitud del análisis con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario?	- La concentración promedio de azufre contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay es alta. - La exactitud del análisis varía directamente con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario.	- Determinar la concentración promedio de azufre que contienen los minerales refractarios de oro que se tratan por el método fire assay. - Determinar cómo varía la exactitud del análisis con la variación del contenido de azufre en el mineral refractario	Cuantificación del oro.	g/t de oro en la muestra	50 kilogramos de mineral cuprífero oxidado con contenido de azufre.	El diseño de la investigación es experimental puro con dos grupos pre y post test, con el siguiente esquema: E A O1 x O2 C A O3 O4 Donde: A Sujetos X Experimento O1 y O3 Pre Test O2 y O4 Post Test E Grupo experimental C Grupo control	Pruebas experimentales		