

**UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE PREPARACIÓN Y ANÁLISIS DE
MUESTRAS, PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ORO, EN
UN LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL**

REALIZADO POR:

BR. JARIANNY YSABEL MANCILLA MORALES

**Trabajo de Grado presentado ante la Universidad de Oriente como
requisito parcial para optar al título de**

INGENIERO QUÍMICO

Puerto La Cruz, agosto de 2011

**UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE PREPARACIÓN Y ANÁLISIS DE
MUESTRAS, PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ORO, EN
UN LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL**

ASESORES

Ing. Químico Petra Martínez (M.Sc)
Asesor Académico

Ing. Químico Ronal Cueva
Asesor Industrial

Puerto La Cruz, agosto de 2011

**UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE PREPARACIÓN Y ANÁLISIS DE
MUESTRAS, PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ORO, EN
UN LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL**

JURADO CALIFICADOR

Ing. Quím. Petra Martínez (M.Sc)
Asesor Académico

Ing. Quím. Frank Parra
Jurado Principal

Ing. Quím. Alexis Cova (M.Sc)
Jurado Principal

Puerto La Cruz, agosto de 2011

RESOLUCIÓN

De acuerdo al Artículo 41 del Reglamento de Trabajo de Grado:

LOS TRABAJOS DE GRADO SON DE LA EXCLUSIVA PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD Y SÓLO PODRÁN SER UTILIZADOS A OTROS FINES CON EL CONSENTIMIENTO DEL CONSEJO DE NÚCLEO RESPECTIVO, EL CUAL LO PARTICIPARÁ AL CONSEJO UNIVERSITARIO.

DEDICATORIA

Primeramente este trabajo es dedicado a mi Creador y Padre Dios (Jehová), El único merecedor de toda gloria y de toda honra, según nos escogió en él antes de la fundación del mundo. El cual me ha ayudado y me ha llevado a completar esta etapa en mi vida.

A mis padres, Enrique y Haydee Mancilla, quienes con su esfuerzo y dedicación, me infundieron valores, enseñándome a perseverar, los cuales aun creen en mí y nunca dejaran de hacerlo.

A mi esposo Wilmer Oria, el cual Dios colocó en mi camino, y me ha enseñado a hacer las cosas con excelencia como para Dios y no para los hombre. A mi hijo (a) que viene en camino y es parte de este trabajo también.

AGRADECIMIENTOS

Primeramente le agradezco al Espíritu Santo de Dios, quien me ha guiado a toda verdad, me ha enseñado a ver las cosas como si ya fueron hechas, a aumentar mi fe.

A mi esposo Wilmer Oria, quien con su esfuerzo y valentía ha sabido enseñarme que si se puede, me ayudo a pensar las cosas de manera distinta y supo sacarme una sonrisa en los momentos de tristeza. Te amo.

Les agradezco a mis padres Enrique y Haydee Mancilla, quienes se esforzaron y son parte de este logro, enseñándome a culminar lo que empiezo, los amo.

A mis hermanos José, William, Branger, Robinson, María Eugenia, Dilza, Yaneth y Yairilys, donde cada uno son parte de este logro, y me siento agradecida de ser su hermana menor. A cada integrante de mi familia, tíos, tías, primos, primas, sobrinos, sobrinas, cuñados y cuñadas. Los amo.

A cada uno de mis hermanos en la fe, a los que oraron por mí y a los que estuvieron pendientes de cada detalle. A mi paito José García, junto con su esposa Nelly e hija Daniela, quienes me animaron y me enseñaron a ser constante.

A la Universidad de Oriente, en abrirme las puertas para aprender y desarrollar habilidades que desconocía, a cada profesor que dedico de su tiempo en enseñar y a saber valorar lo que tenemos en nuestras vidas.

A la profesora Petra Martínez, que con sus conocimientos y paciencia me enseñó a hacer las cosas con valentía y cada vez mejor. Gracias por su apoyo.

Al ingeniero Ronal Cueva, quien a pesar de sus ocupaciones, me dedicó tiempo y me llevo a aprender más acerca de la carrera ingeniería química.

A los chicos del Laboratorio Químico Industrial La Emilia, gracias por ayudarme.

RESUMEN

Se realizó la evaluación del proceso de preparación y análisis de muestras, para la determinación del contenido de oro, en un laboratorio químico industrial. Dicha evaluación consistió, primeramente en la reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras; luego se estudió la operatividad de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras, donde se examinó la humedad en función del tiempo, para los hornos de secado, mediante la construcción de las curvas de velocidad de secado, y se obtuvo un tiempo de secado de 4 h para las muestras analizadas. Se analizó a través del porcentaje de pérdidas, la etapa de trituración y pulverización; el tiempo recomendable de pulverización fue de 3 min, también se determinó la desviación estándar del proceso de cuarteo, siendo esta de 16,8335 g. Posteriormente se realizó un estudio de las condiciones de operación de los equipos pertenecientes al área de análisis de muestras, correspondiente a los procesos de fundición, copelación, gravimetría y absorción atómica. Durante el estudio, sólo los resultados obtenidos de la trituradora, el cuarteador, el pulverizador y la balanza microanalítica, fueron sometidos a un control estadístico, calculando su varianza y desviación estándar. Como etapa final, con la ayuda del departamento de planificación de la empresa, se realizó el manual de procedimientos del laboratorio químico industrial La Emilia.

TABLA DE CONTENIDO

RESOLUCIÓN	iv
DEDICATORIA	v
AGRADECIMIENTOS.....	vi
RESUMEN.....	viii
TABLA DE CONTENIDO	ix
CAPÍTULO 1	1
INTRODUCCIÓN	1
1.1 Reseña histórica de la empresa	1
1.2 Ubicación geográfica de la empresa	2
1.3 Planteamiento del problema.....	3
1.4 Objetivos	5
1.4.1 Objetivo general.....	5
1.4.2 Objetivos específicos.....	6
CAPITULO 2.....	7
MARCO TEÓRICO	7
2.1 Antecedentes	7
2.2 Yacimientos de minerales auríferos	9
2.2.1 Vetas y filones de cuarzo aurífero	9
2.2.2 Placeres o depósitos aluviales.....	9
2.2.3 Depósitos diseminados de oro.....	10
2.3 El oro, propiedades y usos.....	10
2.4 Análisis químico del oro.....	11
2.5 Etapas de preparación física de muestras de minerales	12
2.5.1 Secado de muestras.....	13
2.5.1.1 Terminología de secado.....	13

2.6 curvas de secado	17
2.7 Equipo de secado.....	19
2.8 Reducción de tamaño de la muestra (molienda)	21
2.8.1 Trituradoras	22
2.8.2 Pulverizadoras	24
2.9 Tamizado de muestras	25
2.10 Cuarteo de muestras	26
2.11 Etapas de análisis de muestras de minerales que contienen oro.....	27
2.11.1 Pesaje.....	27
2.11.2 Ensayo al fuego	28
2.11.3 Ataque químico en las muestras.....	37
2.11.4 Gravimetría	38
2.11.5 Absorción atómica	41
2.12 Técnicas analíticas de absorción atómica	42
2.12.1 Calibración de los métodos instrumentales	43
2.13 Características de funcionamiento de los instrumentos.....	45
2.13.1 Precisión	45
2.14 Ley minería.....	47
2.15 Manual de procedimientos	48
2.15.1 Estructura de un manual.....	48
CAPÍTULO 3	52
DESARROLLO DEL TRABAJO	52
3.1 Reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras que recibe el laboratorio.....	52
3.1.1 Procedimiento en la etapa de secado.....	53
3.1.2 Procedimiento de la etapa de trituración.....	54
3.1.3 Procedimiento de la etapa de cuarteo	56
3.1.4 Procedimiento de la etapa de pulverización	57
3.1.5 Procedimiento de la etapa de ataque químico.....	59

3.1.6 Procedimiento de la etapa de pesaje final	59
3.1.7 Procedimiento de la etapa de absorción atómica	60
3.2 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras: secado, trituración, cuarteo, pulverización y pesaje	61
3.2.1 Evaluación del horno de secado Quincy.....	61
3.2.2 Evaluación de la trituradora de mandíbula secundaria	65
3.2.3 Evaluación del cuarteador Jones.....	68
3.2.4 Evaluación del pulverizador de anillo.....	71
3.3 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de análisis de muestras: gravimetría y absorción atómica..	74
3.3.1 Evaluación del proceso de ensayo al fuego.....	74
3.3.2 Evaluación de la plancha del área de ataque químico.....	75
3.3.3 Evaluación de la microbalanza (pesaje final).....	76
3.3.4 Evaluación del equipo de absorción atómica (lectura final)	79
3.4 Análisis estadístico de la eficiencia de los procesos de preparación y análisis.....	81
3.4.1 Área de preparación mecánica	81
3.4.2 Área de análisis químico.....	85
3.5 Diseño de un manual de procedimientos, para un mejor funcionamiento del laboratorio químico industrial.....	86
3.6 tablas de resultados	86
CAPITULO 4	97
DISCUSIÓN DE RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	97
4.1 Reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras que recibe el laboratorio.....	97

4.2 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras: secado, trituración, cuarteo, pulverización y pesaje	100
4.2.1 Evaluación del horno de secado Quincy.....	100
4.2.2 Evaluación de la trituradora de mandíbula secundaria	103
4.2.3 Evaluación del cuarteador Jones.....	105
4.2.4 Evaluación del pulverizador de anillo.....	106
4.3 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de análisis de muestras, gravimetría y absorción atómica	108
4.3.1 Evaluación de la plancha del área de ataque químico.....	108
4.3.2 Evaluación de la microbalanza (pesaje final).....	109
4.3.3 Evaluación del equipo de absorción atómica (lectura final)	110
4.4 Análisis estadístico de la eficiencia de los procesos de preparación y análisis.....	112
4.5 Conclusiones	116
4.6 Recomendaciones.....	117
BIBLIOGRAFÍA.....	118
METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:.....	121

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 Reseña histórica de la empresa

La empresa Minería MS (Minerías del Sur) C.A, inscrita en el Registro Mercantil II de la Circunscripción Judicial del Distrito Federal y Estado Miranda, anotada en el libro de registros de comercio bajo el N° 73, Tomo 69-A- Pro, en fecha 17 de Junio de 1987 celebrando su ultima acta de la asamblea General extraordinaria de accionistas en fecha 13 de marzo del 2002, según consta en el Registro Mercantil Primero de la Circunscripción Judicial del Distrito Capital y Estado Miranda, inscrita en el registro de comercio bajo el N° 77, Tomo 40-A-Pro de fecha 15 de Marzo del 2002, esta es la titular de la concesión minera de oro de veta denominada El Placer, según consta en Aviso Oficial N° 260 de la fecha 18 de Junio de 1992 y publicado en la Gaceta Oficial de la Republica Bolivariana de Venezuela N° 35.008 en fecha 17 de Julio de 1992.

La concesión recibió varias prorrogas del título minero hasta el año 1997, cuando la compañía concesionaria sometió ante el Ministerio de Energía y Minas, una nueva solicitud de prórroga por diez años, solicitud reiterada en los años 2000 y 2001. Fue hasta el 23 de Octubre del 2002, donde el Ministerio de Energía y Minas accede a la reconsideración de Minería MS, C.A. Posteriormente el Ministerio de Energía y Minas, aprobó el traspaso de la concesión a la empresa Minería MS, C.A.

Minería MS, C.A, es una empresa privada que tiene como finalidad el desarrollo de la minería subterránea, en la rampa principal la cual va en el Nivel 65, donde está el frente de perforación, explotación del mineral aurífero, beneficiando sus resultados desde el punto de vista económico, tanto a la empresa como al personal que en ella labora así como a las mejoras de las condiciones de vida de las localidades adyacentes a la empresa, logrando con ellos el desarrollo de las actividades mineras de una manera tecnificada, rentable y segura para el aprovechamiento racional y sustentable de los recursos, consolidando la productividad legítima para un incremento de las reservas probadas.

Para finales del año 2008, la empresa Minería MS, pasa a ser posesión de Rusoro Mining, que es una empresa de capital ruso, que en Venezuela tiene su oficina principal en la urbanización El Rosal en Caracas. Tiene una posición significativa en todos los terrenos de los distritos mineros de oro en el estado Bolívar, Venezuela, por lo tanto posee varias unidades de trabajo ubicados en esta zona; dentro de esas unidades de trabajo se encuentra Minería M.S, la cual posee un laboratorio químico industrial, ubicado en la zona de la Emilia, en El Dorado.

1.2 Ubicación geográfica de la empresa

En la figura 1.1 se muestra la ubicación geográfica de Minería M.S. esta se encuentra ubicada al sur de Venezuela, en la ciudad del Dorado, en el estado Bolívar.

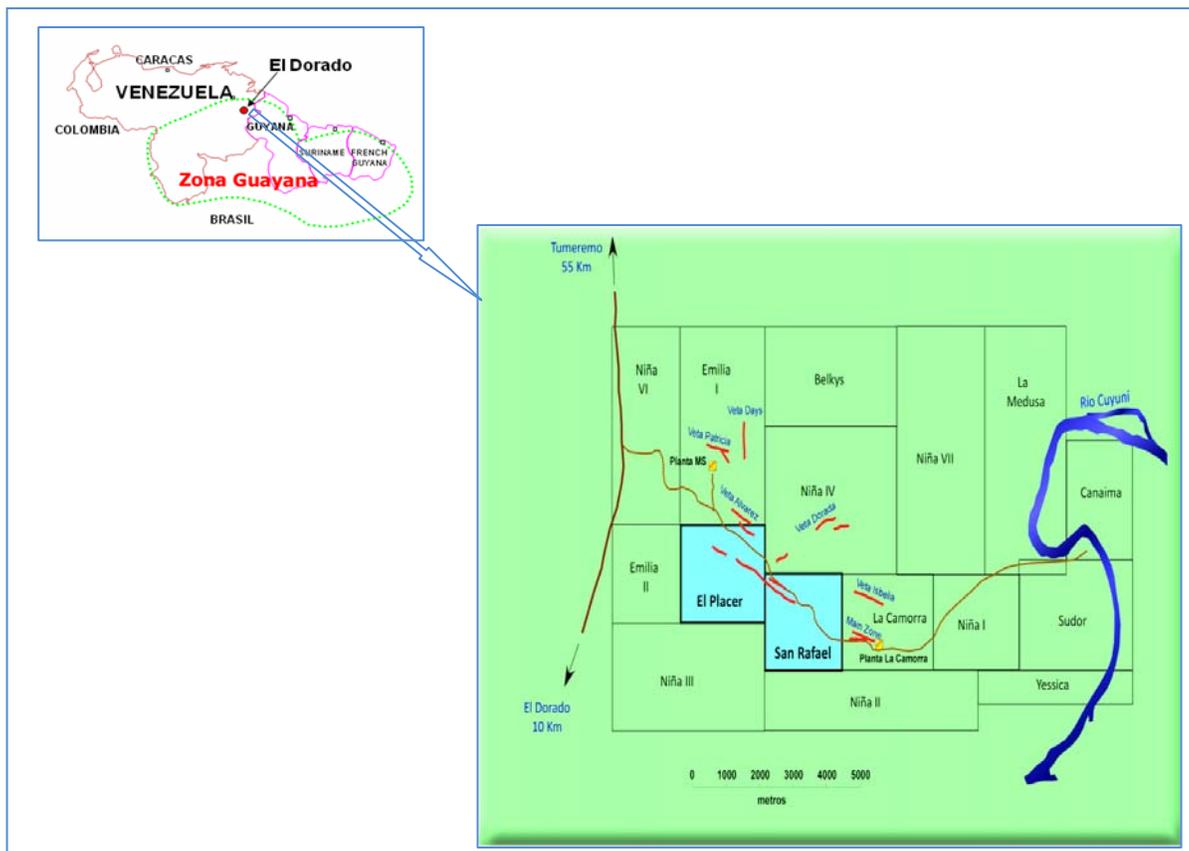


Figura 1.1 Ubicación geográfica de Minería M.S

1.3 Planteamiento del problema

El laboratorio químico industrial La Emilia, dispone de una sala de preparación de muestras y un área de análisis químico, donde se llevan a cabo los distintos procesos, estas áreas poseen los equipos necesarios para cumplir el fin esperado.

Actualmente en el laboratorio se analizan muestras, para determinar la cantidad de oro por vía seca en minerales de explotación minera. Las muestras de minerales llegan al área de recepción del laboratorio, donde se realiza su respectiva identificación y codificación, de acuerdo a la secuencia

establecida por el laboratorio. Seguidamente son llevadas al área de preparación mecánica, donde se someten a un proceso de secado, triturado, cuarteo y pulverizado, donde se espera que el resultado de esta preparación, sea un tamaño de partícula de 75 μm aproximadamente.

Luego pasan a la sala de análisis de muestras, en la cual está ubicada el área de pesaje. Aquí se toma una pequeña porción de la muestra inicial, y se prepara junto con distintos reactivos químicos (fundente, nitrato de plata y bórax), para ser llevada al proceso de fundición. El producto de la mezcla fundida es un botón de plomo, plata y oro en estado sólido; luego el botón es llevado a copelar (donde se elimina el plomo de la muestra), obteniéndose de este proceso, los dores de oro y plata que es la mezcla de estos metales nobles; posteriormente estos dores se llevan a la sala de análisis químico, donde se separa la plata y el resto de impurezas del oro, para luego calcular la cantidad de oro por los métodos de gravimetría o absorción atómica.

La cantidad del oro en la muestra de mineral debe ser lo más confiable posible, es por ello, que se debe contar con un buen control en cada una de las etapas del proceso, como lo son: recepción y codificación de muestras, secado, trituración, cuarteo, pulverización, pesaje, fundición, copelación, gravimetría y absorción atómica; para así garantizar la veracidad de los resultados. En la actualidad el laboratorio no dispone de un procedimiento de análisis estadístico, o alguna certificación que permita corroborar los resultados.

Con base a lo expuesto anteriormente, surgió la necesidad de realizar una evaluación del proceso de preparación y análisis de muestras de minerales, para la determinación del contenido de oro. Para ello se realizará en primer lugar la recopilación de los datos de funcionamiento de los

diferentes equipos; seguidamente se reproducirá un procedimiento experimental para la preparación y análisis de las muestras que recibe el laboratorio. Luego se analizarán las condiciones de operación de los equipos, estudiando la humedad del sólido en el proceso de secado, se calcularán las pérdidas por carga en el área de trituración y pulverización, se obtendrá la desviación estándar del proceso de cuarteo y se establecerán controles de operatividad en los diferentes equipos utilizados en el proceso de preparación y análisis de muestras. Como todo está enfocado en mejorar las condiciones de operación, se analizará estadísticamente la eficiencia de los procesos de preparación y análisis, y como etapa final se diseñará un manual de procedimiento, para un mejor funcionamiento en el laboratorio.

La importancia de este proyecto es que permitirá obtener resultados lo más confiables posible, generando una mayor credibilidad en las diferentes minas que envían sus muestras a analizar en el laboratorio, por lo que, los resultados de la cantidad de metal en la muestra de mineral sirven de base para el cálculo de las reservas de minerales contenidos en las zonas auríferas que están siendo explotadas actualmente.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

Evaluar el proceso de preparación y análisis de muestras, para la determinación del contenido de oro, en un laboratorio químico industrial, ubicado en El Dorado, estado Bolívar.

1.4.2 Objetivos específicos

1. Reproducir un procedimiento experimental para la preparación y análisis de las muestras que recibe el laboratorio.
2. Estudiar las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras: secado, trituración, cuarteo, pulverización y pesaje.
3. Estudiar las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de análisis de muestras: gravimetría y absorción atómica.
4. Analizar estadísticamente la eficiencia de los procesos de preparación y análisis.
5. Diseñar un manual de procedimiento, para un mejor funcionamiento del laboratorio químico industrial.

CAPITULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Guerra (2006), realizó la evaluación del método de espectrofotometría, método gravimétrico y el método de fluorescencia de rayos X, que se utiliza para la determinación del contenido de sílice en muestras de mineral de hierro, en la empresa CVG Ferrominera Orinoco C.A, encontrando que el método más idóneo para el análisis de estas muestras fue el de espectrometría, no solo porque reduce en un 50 % los costos de los reactivos empleados con respecto al método gravimétrico, sino también por la aceptabilidad de sus análisis. También construyó las curvas de calibración en función del tipo de material analizado y de las absorbancias, para las cuales fueron obtenidas las llamadas curvas de calibración promedio del método de espectrofotometría.

Martínez (2006), realizó una evaluación del sistema de preparación y análisis de muestras de azufre y petcoke en un laboratorio de minerales. Haciendo pruebas para analizar las condiciones de operación de los sistemas de homogeneizado, triturado y pulverizado, encontró que los homogeneizadores de muestras funcionaron adecuadamente, en el caso de los trituradores se observó que operan bajos las exigencias requeridas por el laboratorio, y para el pulverizador se obtuvo que el mejor tiempo de pulverizado fue de cuatro minutos. Estableció que es posible la normalización de todos los análisis efectuados al azufre y al petcoke, como lo son en la determinación del contenido de humedad superficial, porcentaje de humedad

residual, porcentaje de azufre, porcentaje de materia volátil y porcentaje de ceniza, aplicando las normas ASTM.

González (2004), realizó una evaluación de la preparación y análisis del mineral de hierro en un laboratorio de la gerencia de calidad. Identificó los procedimientos no normalizados y normalizados del sistema de calidad ISO 17025 en la preparación y análisis del mineral de hierro, seguidamente formuló balances de materia en las etapas de molienda y secado, en el proceso de preparación de las muestras. Luego estudió las condiciones de operación de los equipos en los procedimientos normalizados del sistema ISO 17025 para análisis químico de mineral de hierro. Como último elaboró el manual de procedimientos normalizados ISO 17025 para análisis químico del mineral de hierro.

Reyes (2002), realizó la evaluación de los procesos de muestreo, preparación y análisis de coque de petróleo realizado en un laboratorio de minerales. Estudiando las condiciones de operación de los equipos, el calorímetro y la máquina de HGI fueron sometidas a un control estadístico, obteniéndose los correspondientes gráficos de control de dichos equipos y se determinó si el tamaño de particular obtenido en los trituradores y pulverizadores era el requerido. También observó que los estándares aplicados para la operación de los equipos de preparación y análisis, se ajustan a las especificaciones técnicas del fabricante; el cumplimiento de los procedimientos de control y el uso de estándares certificados, permiten mantener el proceso bajo control estadístico. Finalizo con la elaboración del manual de procedimientos y de calidad del laboratorio.

La diferencia del presente trabajo, con respecto a los mencionados anteriormente, es que las muestras que serán analizadas contienen oro y el

proceso de preparación y análisis es diferente, ya que se incluye la fundición y copelación, que son procesos característico sólo del procesamiento del oro, y por lo tanto incluye una metodología distinta.

2.2 Yacimientos de minerales auríferos

Son cuerpos geológicos mineralizados, de los cuales se pueden extraer el oro como un metal nativo, formando aleaciones con el cobre, la plata, el osmio, el indio y otros elementos, en diferentes proporciones. Las diferentes formas en que se encuentra el mineral de oro en los yacimientos son:

2.2.1 Vetas y filones de cuarzo aurífero

Es una masa tubular de material mineral, depositada en fisuras, grietas o hendiduras de un cuerpo rocoso, y de composición distinta a la sustancia en que está incrustada. El contenido de oro en las vetas es muy variado, tanto que dentro de una misma veta se puede encontrar zonas ricas y zonas pobres.

2.2.2 Placeres o depósitos aluviales

Son aquellas que se presentan en forma de, limo, arena, arcilla, grava o material suelto depositado por corrientes de agua, que contienen muy pequeñas cantidades de oro nativo y otros minerales pesados. Los depósitos aluviales se localizan en las llanuras de inundaciones de los valles, de los ríos en medio de deltas o en donde los arroyos de montaña desaguan en lagos o pasan a fluir por un terreno más llano.

2.2.3 Depósitos diseminados de oro

Estos yacimientos han estado recientemente en explotación. Son cuerpos minerales de forma asimétrica o irregular, en donde el oro se encuentra en numerosas vetillas entrecruzadas o en forma diseminada, por lo general son cuerpos de dimensiones considerables que están vinculados principalmente a la actividad volcánica. Aquí el oro se encuentra distribuido muy irregularmente formando dentro del mismo cuerpo, zonas estériles.

2.3 El oro, propiedades y usos

El oro es un metal de color amarillo, el más dúctil y maleable de todos los metales; casi tan blando como el plomo, su peso específico es 19,25. Posee un peso atómico de 197,2; un punto de fusión de $1063\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, un punto de ebullición de $2530\text{ }^{\circ}\text{C}$, coeficiente de expansión lineal (40°C) $1,443 \times 10^{-5}$, una resistencia específica de 2,25 microhmios y un calor de fusión de 16,30 cal/g. (Bray, Bermúdez y Mosquera, 1968).

No se volatiliza con el alto calor de los hornos. No se altera en contacto con el aire, ni se combina con el oxígeno a ninguna temperatura; de todos los metaloides sólo le atacan a la temperatura ordinaria el cloro y el bromo. El mejor disolvente del oro es el agua regia (combinación de ácido nítrico con ácido clorhídrico), que lo convierte en cloruro. Los álcalis no tienen acción sobre el oro.

El oro puro en lingotes sirve como garantía de divisas. Como el oro es muy blando se utiliza casi siempre aleado con plata, cobre o níquel y con él se hacen objetos de joyería y monedas. En el oro chapado, se lamina una

aleación de oro sobre otro metal (generalmente como latón). (Leyensetter, 2006).

Debido a la gran resistencia a la corrosión, se aplica en odontología, en el acuñado de monedas y en el recubrimiento de otros metales. Los recubrimientos de oro encuentran muchas aplicaciones en el campo de la industria electrónica y para proteger componentes de vehículos espaciales. La aleación Au/Pt (70/30) (g/g) se emplea para fabricar hileras destinadas a la obtención de filamentos muy delgados de vidrio y fibras artificiales. (Pere, 1990).

2.4 Análisis químico del oro

En los programas de geología-minera, como en el control de los diversos procesos metalúrgicos, el análisis químico del oro es una práctica indispensable. Una de las diversas labores empleadas en la extracción de oro, dentro de la minería subterránea y/o en la minería a cielo abierto, se lleva a cabo a través del análisis de muestras de material extraído, esto es con el fin de evaluar el yacimiento en las diversas etapas de su extracción. Las muestras que son recibidas en un laboratorio de análisis químico, se le destinan diferentes propósitos y son tratados de acuerdo al análisis requerido por el geólogo o empresa solicitante. Los datos arrojados por el laboratorio, proporcionan una estimación acerca de su composición mineralógica, la mineralización y/o el tenor (g/ton) del yacimiento.

Los análisis realizados en los laboratorios de análisis químicos, son una de las claves principales para la toma de decisión, al momento de invertir en la explotación de un determinado yacimiento. Diversos estudios en material

aurífero pueden diferir en sus resultados, lo que requiere efectuar los análisis del tipo químico, analítico e instrumental en los laboratorios, estos reportan un menor rango de error. Los análisis de laboratorio constituyen uno de los pasos previos antes de invertir en un yacimiento, aunque luego se sigue efectuando regularmente pruebas, para medir el tenor de oro extraído o por extraer.

El laboratorio químico industrial La Emilia, ubicado en El Dorado, estado Bolívar y en el cual se realizó el presente trabajo, analiza muestras provenientes de: minas, cabeza (mineral sin proceso de concentración, sólo triturado), concentrados (mineral expuesto a un agente concentrador), colas (mineral que sobra al finalizar el proceso de concentración) y muestras de carbón activado (agente que actúa como recuperador de oro en la etapa de adsorción). Este laboratorio realiza análisis químico del tipo analítico, mediante el proceso de ensayo al fuego, con fin para gravimetría o para absorción atómica.

2.5 Etapas de preparación física de muestras de minerales

Una adecuada preparación de una muestra de mineral, garantiza que éste se encuentre distribuido uniformemente, en función del tamaño de muestra requerido para cada ensayo. Las muestras no deben estar, ni ser contaminadas, no deben contener elementos, compuestos o productos que puedan alterar el análisis o ensayo. Para esto se han implementado rutinas específicas e internacionalmente aceptadas para la preparación de muestras, ya sean: fragmentos de roca, testigos de perforación, sedimentos o arenas. Una adecuada preparación física de las muestras que contienen oro, proporciona un buen resultado de análisis químico. Debido a la heterogeneidad del material, el muestreo debe realizarse con equipos que

garanticen que la muestra sea la media del mineral y en consecuencia, se debe asegurar la mejor representatividad de la muestra.

2.5.1 Secado de muestras

El secado de materias sólidas se realiza generalmente por vía térmica con ayuda de diferentes aparatos y comprende no solamente la eliminación del agua, sino también la eliminación de restos de disolvente, como líquidos orgánicos. Según como se encuentre el líquido en el material, el proceso de secado puede realizarse fácilmente o presentar muchas dificultades. Puesto que cada sustancia está dotada de propiedades específicas determinadas, las condiciones de secado son también muy diversas. La forma y la textura del material, la velocidad del aire seco y su temperatura, son factores que influyen en la velocidad de secado.

2.5.1.1 Terminología de secado

Como es conveniente hacer referencia, se van a resumir a continuación ciertos términos que se utilizan para describir el contenido de humedad de las sustancias.

- **Sólido húmedo**

Sólido que contiene líquido en su interior, o también se dice del sólido que contiene humedad. Al secarse, la cantidad del sólido será la misma, lo que cambia es la cantidad del agua. (Geankoplis, 1998).

- **Sólido seco**

Sólido que contiene una cantidad muy pequeña de líquido en su interior, y aún así está seco.

- **Sólido totalmente seco**

Es aquel sólido que no contiene nada de líquido en su interior.

- **Humedad no límite**

Se refiere a la humedad contenida en una sustancia que ejerce una presión de vapor en el equilibrio, igual a la del líquido puro a la misma temperatura. Es la humedad superficial, la primera que se evapora, también denominada agua no ligada.

- **Humedad límite**

Se refiere a la humedad contenida en una sustancia que ejerce una presión de vapor en el equilibrio, menor que la del líquido puro a la misma temperatura. Esta humedad la tienen los sólidos que son higroscópicos, también se denomina agua ligada.

- **Humedad de equilibrio, X^***

Es el contenido de humedad de una sustancia que está en el equilibrio con una presión parcial dada del vapor. Es la humedad que el material contiene, una vez que alcance el equilibrio.

- **Contenido de humedad en base húmeda, W**

El contenido de humedad en base húmeda, es la relación entre la masa de agua, contenida en un sólido a la masa del sólido húmedo y se expresa como:

$$W = \frac{(mA)}{(mSh)} \quad (\text{Ec. 2.1})$$

Donde:

W: humedad en base húmeda (kg agua / kg Sh)

mA: masa de agua (kg de agua)

mSh: masa del sólido húmedo (kg Sh)

- **Contenido de humedad en base seca, X**

Es la relación entre la masa de agua, contenida en un sólido a la masa del sólido totalmente seco y se expresa como:

$$X = \frac{(mA)}{(mSts)} \quad (\text{Ec. 2.2})$$

Donde:

X: humedad en base seca (kg agua / kg Ss)

mSts: masa del sólido totalmente seco (kg Ss)

La masa del sólido húmedo se puede expresar como:

$$mSh = (mA + mSts) \quad (\text{Ec. 2.3})$$

Despejando mA de la ecuación 2.3, se obtiene:

$$mA = (mSh - mSts) \quad (\text{Ec. 2.4})$$

Al sustituir la ecuación 2.4 en las ecuaciones 2.1 y 2.2 y reordenándolas, se obtiene:

$$W = 1 - \frac{mSts}{mSh} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

$$X = \frac{mSh}{mSts} - 1 \quad (\text{Ec. 2.6})$$

Y por último se relaciona humedad en base húmeda y en base seca, obteniéndose:

$$W = \frac{(X)}{(1 + X)} \quad (\text{Ec. 2.7})$$

$$X = \frac{(W)}{(1 - W)} \quad (\text{Ec. 2.8})$$

- **Humedad libre, X**

Es la humedad contenida por una sustancia en exceso, de la humedad en el equilibrio. Se define como:

$$X_L = X_t - X^* \quad (\text{Ec. 2.9})$$

Donde:

X_L = humedad libre (kg agua/kg Ss)

X_t = humedad total (kg agua/kg Ss)

X^* = humedad de equilibrio (kg agua/kg Ss)

2.6 curvas de secado

Durante un experimento de secado por lotes, los datos que se obtienen, generalmente se expresan como peso total del sólido húmedo (S_h) a diferentes tiempos (t) en el periodo de secado, con los cuales se puede realizar un gráfico del contenido de humedad en función del tiempo, el cual será útil, para la determinación directa del tiempo necesario, en el secado discontinuo de grandes lotes de muestras, bajo las mismas condiciones de secado.

A medida que transcurre el tiempo en el proceso de secado, el contenido de humedad disminuye, generalmente como se muestra en la figura 2.1, que representa el caso en que los sólidos pierden humedad después de un corto período de tiempo, en el que se calienta el sólido húmedo hasta la temperatura de vaporización, luego la representación gráfica se hace lineal, posteriormente se curva hacia al eje de abscisas, que es cuando el material llega hasta su contenido de humedad de equilibrio y finalmente se hace horizontal. Esto indica que la velocidad de secado está sujeta a variar con el tiempo o el contenido de humedad, es decir, a medida que transcurre el tiempo en un secador, el contenido de humedad del sólido disminuye.

Para determinar experimentalmente la velocidad de secado de un material se procede a colocar una muestra en una bandeja. Si se trata de un

material sólido se debe llenar por completo la base de la bandeja, de manera que sólo quede expuesta a la corriente de aire de secado la superficie de dicho sólido. La pérdida de peso de humedad durante el secado puede determinarse a diferentes intervalos sin interrumpir la operación.

Los valores del sólido húmedo y del tiempo, se pueden convertir a datos de velocidad de secado por los siguientes procedimientos. Primeramente al obtenerse los datos de sólido húmedo en base seca, se determina el contenido de humedad en equilibrio, luego se procede a calcular el contenido de humedad libre para cada valor del sólido húmedo en base seca, se traza una gráfica del contenido de humedad libre en función del tiempo, tal como se muestra en la figura 2.1. Luego para obtener la curva de velocidad de secado a partir de esta gráfica, se miden las pendientes de las tangentes a la curva de la mencionada gráfica, lo cual proporciona valores de dX/dt para ciertos valores de t .

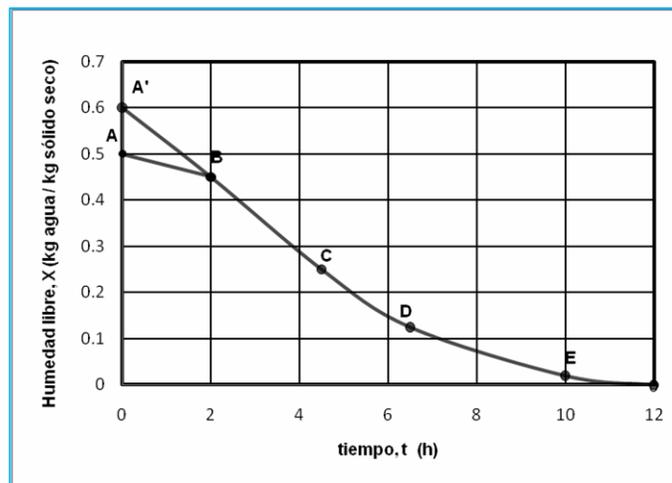


Figura 2.1 Humedad libre en función del tiempo

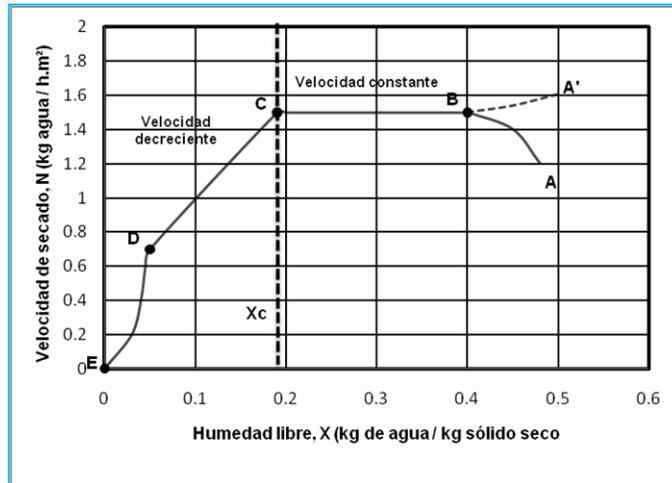


Figura 2.2 Curva de velocidad de secado en función del contenido de humedad libre

Se calcula entonces la velocidad N para cada punto con la expresión:

$$N = -\frac{L_s}{A} \cdot \frac{dX}{dt} \quad (\text{Ec. 2.10})$$

Donde:

N : velocidad de secado (kg agua evaporada / h.m²)

L_s : masa de sólido totalmente seco (kg Sts)

A : área superficial expuesta al secado (m²)

dX/dt : cambio de humedad libre en función del tiempo (kg agua / kg Sts . h)

2.7 Equipo de secado

Las operaciones de secado pueden clasificarse ampliamente según sean por lotes o continuas. Estos términos pueden aplicarse específicamente desde el punto de vista de la sustancia que se está secando. El producto que

se seca puede soportar temperaturas elevadas o bien requiere un tratamiento suave a temperaturas bajas o moderadas. Esto da lugar a que en el mercado exista un gran número de tipos de secaderos comerciales. Las diferencias residen fundamentalmente en la forma en que se mueven los sólidos a través de la zona de secado y en la forma en la que se transmite calor.

Los equipos de secado usados en la sala de preparación del laboratorio químico industrial La Emilia, son hornos de secado por circulación de aire, se utilizan para secar grandes cantidades de material. Las muestras a secar, se introducen en dichos secadores en bandejas sobre las que va el material. El ventilador aspira aire nuevo que se calienta al pasar a través del dispositivo de calefacción. El aire caliente pasa entre las bandejas sobre el material húmedo, se carga de humedad y finalmente sale por la chimenea. Una parte del aire caliente se envía de nuevo al ventilador para ser recirculado y el resto sale por la chimenea, mientras es reemplazado por aire nuevo.

A continuación se muestran las características de los equipos que se usan para el secado de las muestras de minerales, en el laboratorio químico industrial La Emilia:

- **Estufa de secado marca Quincy**

Este equipo está hecho de acero inoxidable; puertas blindadas; con una fuente de energía eléctrica; su interior está dividido por siete anaqueles; opera con una máxima temperatura de 176,66°C (350 F); contiene un regulador digital de temperatura, flujo de aire horizontal y aislamiento térmico del piso. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.1.

- **Horno de secado marca Grieve**

Este equipo posee un ventilador de recirculación de aire; un flujo horizontal de aire de lado a lado; su interior está dividido por diez anaqueles hechos de acero inoxidable; con persianas de posición ajustable para un graduable suministro de aire, facilitando el retorno; acceso lateral a un panel de control donde se ajusta la alimentación de aire de entrada; control digital de temperatura; opera con una máxima temperatura de 176,66°C (350 F); tiene un motor de arranque y controladores de calentamiento para apagar los calentadores si la energía se interrumpe al ventilador, su fuente de energía es eléctrica. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.2.

2.8 Reducción de tamaño de la muestra (molienda)

Es la operación unitaria en la que el tamaño medio de los sólidos es reducido a piezas más pequeñas. En la industria química la reducción de tamaño se efectúa normalmente para aumentar la superficie, ya que en la mayoría de las reacciones en las que intervienen partículas sólidas, la velocidad es directamente proporcional al área de contacto.

Por otra parte se puede conseguir una mezcla mucho más íntima de sólidos si el tamaño de las partículas es pequeño; además las propiedades de un material pueden depender en gran manera del tamaño de las partículas; por ejemplo, la reactividad química de las partículas finas es superior a la de las partículas gruesas. Es interesante la utilización de un cierto número de unidades de reducción de tamaño, cuando debe reducirse considerablemente el tamaño de las partículas, ya que generalmente no

resulta económico efectuar una gran relación de reducción en una sola máquina. (Coulson, 2003).

En el laboratorio químico industrial La Emilia, las muestras de minerales son pasadas a través de trituradoras de mandíbulas, primarias y secundarias, donde se espera un tamaño de partícula de 2 mm, estas trituradoras están compuestas por dos mandíbulas de hierro fundido, un volante pesado permite que trabajen suavemente; la trituración se obtiene por el roce de la mandíbula de movimiento excéntrico contra la mandíbula fija. Luego las muestras de minerales, pasan a través de pulverizadoras de anillo, reduciéndolas hasta un tamaño de partícula de 75 μm aproximadamente, estas pulverizadoras incorporan un mecanismo motorizado vibratorio, con adaptaciones para usar platos de diferentes tamaños.

El proceso de reducción de tamaño es extraordinariamente complejo. Los sólidos pueden romperse de muy diferentes formas, pero solamente cuatro de ellas se utilizan habitualmente en los equipos de reducción de tamaño: compresión, impacto, frotación o rozamiento, y corte; donde la compresión se utiliza para la reducción gruesa de sólidos duros, dando lugar a relativamente pocos finos; el impacto genera productos gruesos, medios o finos; la frotación conduce a productos muy finos a partir de materiales blandos no abrasivos. El corte da lugar a un tamaño definido de partícula, y a veces también de forma, con muy pocos o nada de finos. (McCabe, Smith y Harriott, 1999).

2.8.1 Trituradoras

Son aquellos equipos que se utilizan para la reducción de tamaño de grandes cantidades de sólidos, son unidades que operan a baja velocidad,

de los cuales existen varios tipos comunes. Los principales tipos son, las trituradoras de rodillos lisos y las dentadas, las primeras operan por compresión y pueden romper grandes trozos de materiales muy duros, como es el caso de la reducción primaria y secundaria de rocas y minerales. Las trituradoras dentadas trocean y separan la alimentación; pueden tratar alimentaciones blandas como carbón y huesos. En el laboratorio químico industrial La Emilia se encuentran las siguientes trituradoras:

- **Trituradora de mandíbula primaria marca Marcy Jaw Crusher**

Esencialmente constan de dos placas de hierro instaladas de tal manera que una de ellas se mantiene fija y la otra tiene un movimiento de acercamiento y alejamiento a la placa fija, durante el cual, se logra fragmentar el material que entra al espacio comprendido entre las dos placas (cámara de trituración). El nombre de estas trituradoras, viene del hecho de que la ubicación y el movimiento de las placas se asemejan a las mandíbulas de un animal, por eso, la placa fija suele llamarse mandíbula fija y la otra placa, mandíbula móvil; esta trituradora opera con un voltaje de 440 y gira a 1750 rpm. En la figura A.3, del anexo A, se muestra esta trituradora.

- **Trituradora secundaria marca Engineering LTD**

Este equipo es una trituradora de mandíbula que fragmenta el producto de la trituración primaria; opera con un voltaje de 220 y con 1740 rpm. Se espera que el material saliente de este equipo, tenga un tamaño de partícula de 2 mm aproximadamente. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.4.

2.8.2 Pulverizadoras

Es un equipo de reducción de tamaño, estos generalmente reducen el producto de las trituradoras hasta formar un polvo. Todas las pulverizadoras contienen un rotor que gira a alta velocidad en el interior de una carcasa cilíndrica. El eje generalmente es horizontal. Un anillo ligeramente cóncavo gira a alta velocidad, siendo la alimentación lanzada hacia el exterior por la acción de la fuerza centrífuga, bajo los anillos de trituración, cuya forma es parecida a la de conos truncados. Existe siempre una cierta separación entre los rodillos y el anillo, de forma que no se produzca desgaste de las superficies molturadoras, obteniéndose un funcionamiento silencioso.

- **Pulverizadora de anillo marca Lab Tech Essa**

Es una adaptación confiable y comprobada de las pulverizadoras de anillos tradicionales, el cual incorpora una plataforma vibratoria, que es manejada directamente por un eje a través de correas en forma de V, desde un motor trifásico de 2,2 KW. Son adecuadas para trabajo de laboratorio, también ofrece la posibilidad de uso de platos de mayor capacidad, para preparar grandes lotes de muestras homogéneas. Este modelo puede acomodarse con una gran variedad de anillos tradicionales, de discos giratorios y también con el plato de gran capacidad. Contemplan un mueble tipo estándar de fibra de vidrio. Opcionalmente podría incluir una caja de control montada en un pedestal, mueble de acero y abrazadera para contenedores. Posee una cubierta para disminución de ruido.

El molino se utiliza para pulverizar los minerales, las muestras metalúrgicas, o partículas similares. Normalmente, las muestras se pueden

moler hasta menos de 93 % pasante por el tamiz de malla 200, con un tamaño de partícula menor a 75 μm , en aproximadamente 3 min, dependiendo de su masa y las características físicas. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.7.

- **Pulverizadora de anillo marca Mixer Mill**

Esta pulverizadora tiene características similares a la pulverizadora expuesta anteriormente. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.7.

2.9 Tamizado de muestras

El tamizado es una operación unitaria, utilizada para separar mezclas sólidas, prácticamente se hace pasar una mezcla de partículas sólidas por un tamiz de diferentes tamaños. Las partículas de menor tamaño pasan a través de las aberturas del tamiz y las grandes quedan retenidas por el mismo. Por lo cual, para determinar el tamaño y realizar una distribución de las partículas de una muestra sometida a un proceso de reducción de tamaño, se realiza un análisis por tamizado.

En el laboratorio químico industrial La Emilia, para verificar el tamaño de partículas salientes de las trituradoras secundarias, se utilizan tamices de malla número 10 y malla número 200 para verificar el tamaño de partícula del producto de pulverización.

2.10 Cuarteo de muestras

La división manual o cuarteo, consiste en formar con la muestra un cúmulo (montón), procurando que no tenga lugar la segregación de los materiales por tamaño; tras lo cual se aplana la parte superior del cúmulo y se divide en cuatro partes iguales. (Buscarons, 2005).

El cuarteo es la base fundamental de toda preparación y análisis de muestras, es uno de los pasos más importantes en el procesamiento de sólidos o suspensiones, este proceso siempre se realiza para reducir la primera muestra total, a una cantidad más pequeña, mientras la muestra mantiene todas sus propiedades físicas y químicas. Sólo entonces, se puede obtener un resultado de análisis confiable y significativo.

Entre las herramientas utilizadas en el laboratorio químico industrial La Emilia, para el proceso de cuarteo de muestras, se encuentra el cuarteador de rifles o cuarteador Jones, que se muestra en el anexo A, figura A.8, el cual se utiliza para separar en dos partes, la muestra de manera homogénea, durante las veces que sea necesaria para lograr una cantidad determinada, a fin de que el material sea uniforme y representativo. Entre los métodos manuales de mezclas y división, el cuarteo es el más aceptado.

Los cuarteadores están diseñados para reducir una cantidad de muestra a no más de la necesaria, de tal manera que pueda ser utilizada en los análisis granulométricos y/o químicos, conservándose la representatividad de las muestras. El fondo del buzón o tolva del equipo, está dividido en varios compartimientos de igual tamaño. El equipo está construido en acero inoxidable AISI 304 de 1 mm de espesor y consta fundamentalmente de la tolva descrita anteriormente y de tres bandejas

receptoras elaboradas en el mismo material, que permiten recoger la muestra ya dividida en dos, por la parte inferior del equipo.

La tercera bandeja, facilita al operador realizar reducciones sucesivas sin necesidad de cambiar de recipiente, para alimentar la tolva (entrada del cuarteador). La operación de homogeneización y división se realiza dos veces para cada muestra, adicionando nuevamente en la tolva el contenido de una de las bandejas, tomando luego de cada muestra la porción representativa que se procesa para el análisis de laboratorio. Estas muestras deben ser de 200 a 250 g aproximadamente, de acuerdo a la especificación establecida por el laboratorio.

2.11 Etapas de análisis de muestras de minerales que contienen oro

2.11.1 Pesaje

Esta etapa consiste en determinar el peso de una muestra por medio de una balanza o de otro instrumento equivalente. Un laboratorio de análisis de muestras de mineral, dispone de las balanzas analíticas adecuadas para los ensayos, y sostiene programas de calibración y verificación de equipo con pesas certificadas para su control, además de programas de mantenimiento minuciosos.

En esta área de pesaje, se toma una pequeña porción de la muestra bajo estudio (30 g), que es una medida estándar establecida directamente por el analista, esta porción es preparada junto con distintos reactivos químicos (fundente, nitrato de plata y bórax), colocados en unos crisoles (envase refractario de arcilla), para ser llevada al proceso de fundición. El

resto de muestra no utilizada, se conserva, y se les llama muestras de testigo o pulpa.

- **Balanza analítica marca Sartorius**

Este modelo, proporciona características, que ofrece una precisión que quizás otros modelos de báscula no puedan ofrecer. En un laboratorio, este instrumento es esencial, se cree que la mayor parte de los resultados analíticos que se buscan, depende de esta operación. Este modelo de balanza posee una plataforma de pesada hecha de acero inoxidable, patas de ajuste, la función de tara va a estar siempre disponible para su utilización, cuenta un reporte técnico de calibración y pantalla electrónica. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.9.

2.11.2 Ensayo al fuego

Se conoce con este nombre al método de determinación cuantitativa, por el cual los metales son separados de sus impurezas por acción del calor y reactivos específicos. Este método consiste en producir una fusión de la muestra usando reactivos fundentes para obtener dos fases líquidas: una escoria (residuos de óxidos metálicos) constituida por silicatos complejos y una fase metálica, constituida por plomo, el cual colecta los metales nobles de interés (Au y Ag). Los líquidos se separan en fases, debido a su respectiva miscibilidad y diferencia de densidad, y luego solidifican al enfriar. El plomo sólido (metales nobles colectados) es separado de la escoria como un régulo (fase metálica constituida por plomo, el cual colecta los metales nobles de interés Au y Ag).

Este régulo de plomo obtenido, es oxidado en caliente en copelas (pequeño crisol) de magnesita y absorbido por ellas, quedando en su superficie el botón de oro y plata, elementos, que se determinan posteriormente por métodos gravimétricos (por peso) o mediante espectrometría de absorción atómica (absorción atómica).

En el laboratorio químico industrial La Emilia, este proceso se separa en dos partes:

- **Fundición de las muestras**

La fundición es el proceso de obtener piezas a partir de licuación de metales (aleación) que luego pasará a un molde debidamente preparado donde se solidificará y tomará la forma deseada (colada). En el proceso de fundición de muestras, el metal fundido fluye por gravedad u otra fuerza dentro de un molde donde se solidifica y toma la forma de cavidad del molde. El término fundición se aplica también a la parte resultante de este proceso. Es uno de los más antiguos procesos que se remonta seis mil años atrás. El principio de la fundición es simple; se funde el metal a una temperatura ligeramente mayor que su punto de fusión, se vacía en un molde y se deja enfriar. En esta operación de fundición, se calienta primero el metal a una temperatura lo suficientemente alta para transformarlo completamente al estado líquido, después se vierte directamente en la cavidad del molde, el metal líquido se vacía simplemente hasta llenar la cavidad abierta.

Tan pronto como el material fundido en el molde empieza a enfriarse, y conforme desciende la temperatura lo suficiente (al punto de congelación de un metal puro), empieza la solidificación que involucra un cambio de fase del

metal, se requiere tiempo para completar este cambio de fase, porque es necesario disipar una considerable cantidad de calor. (Groover, 1997).

En el laboratorio químico industrial La Emilia, se utiliza el horno de crisoles marca Furnace, que se muestra en el anexo A, figura A.10, donde se funde el metal, sin entrar en contacto directo con los gases de combustión. Por esta razón se llaman hornos calentados indirectamente; los crisoles se colocan en el horno que usa combustible líquido para fundir la carga metálica. Cuando el metal se funde, el crisol se saca del horno y se usa como cuchara de colada.

Para efectuar un buen análisis por ensayo al fuego, es necesario que se adicione a la muestra una serie de reactivos en proporciones adecuadas y establecidas (fundentes), de modo tal que, se permita obtener tanto una escoria adecuada como un peso del régulo de plomo específico. Debido a que la temperatura que se usa es alta, ocurren varias reacciones entre los constituyentes de la muestra y los reactivos adicionales. Si la proporción de los fundente es adecuada, los resultados de fundición serán dos ó tres líquidos inmiscibles consistentes en una aleación de plomo metálico con oro y plata, una escoria conteniendo óxidos provenientes de la muestra y los reactivos adicionados, en forma ocasional una fase separada de sales de cloruros y sulfatos.

La formación de escoria es considerada necesaria para descomponer la muestra y permitir que el plomo mantenga colectado al oro y a la plata. Así, se necesita una escoria fluida para permitir una buena separación y recuperar el plomo metálico de la mezcla de reactivo y muestra. Las muestras para análisis generalmente son mezclas de minerales u otros

materiales que varían considerablemente en composición y, van desde el cuarzo puro a caliza, incluyendo óxidos y sulfuros.

Esto hace necesario conocer los distintos reactivos que se usan y el efecto global que tienen en la fusión. Los principales reactivos que se usan son los siguientes:

Fundente

Un fundente es una sustancia que al ser calentada, facilita el proceso de fundición, éste se pone en contacto con los minerales para rebajar su punto de fusión.

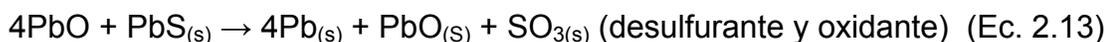
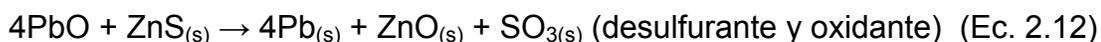
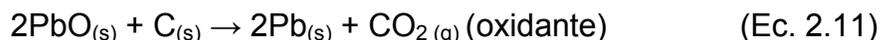
Litargirio

Se conoce con el nombre de litargirio a una de las formas del monóxido de plomo (PbO). Este reactivo tiene varias funciones en ensayo al fuego. Es así, que es un flujo básico que funde a 888 °C, formando varios tipos de silicatos y mezclas de ellas, todos con punto de fusión de alrededor de 750 °C (incluso en algunos casos a menores temperaturas). Estos silicatos cuando son mezclados en una escoria con otros componentes, tienden a bajar su punto de fusión. También es muy posible, puede formar plumbatos con los óxidos metálicos. Es un buen fundente, en exceso previene la reducción de otros metales como antimonio, bismuto, cobre, hierro, zinc.

Es el reactivo más importante en la fundición. Una parte del litargirio se reduce a plomo metálico mediante el almidón o cualquier otro reductor. Este plomo desempeña el papel de colector de oro y la plata contenida en el

mineral. El resto de litargirio actúa en parte oxidando las impurezas o bien pasa a formar la escoria en estado de silicato de plomo. (Misari, 1993).

Bajo estas condiciones las reacciones químicas involucradas son las siguientes:

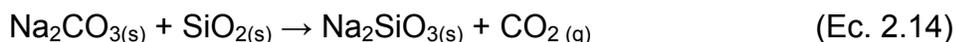


El litargirio comienza a volatilizarse a 800 °C; cuando se encuentra con mezclas de silicio, permite la formación de un eutéctico con punto de fusión de aproximadamente 700 °C.

Carbonato de sodio anhidro

Es un poderoso reactivo básico que actúa como fundente y que transforma los sulfuros alcalinos, a sulfatos en presencia de aire. Su punto de fusión es 851 °C. Es un poderoso fundente combinándolo con sílice del mineral y alúmina dando silicatos de sodio y aluminatos fusibles, con desprendimiento del CO₂. (Misari, 1993).

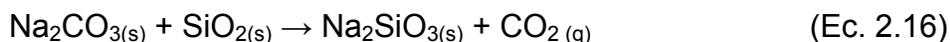
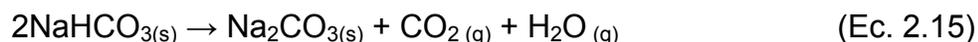
A la temperatura de fusión, este reactivo reacciona con la sílice de acuerdo con la siguiente reacción:



Este silicato de sodio resultante, funde a 1088 °C; sin embargo por cada cuatro partes de este compuesto que se mezcle con una de silicato de

calcio, se forma una mezcla eutéctica que funde a 950 °C. Cuando está fundido tiene la propiedad de retener en suspensión o disolver una gran cantidad de material ganga refractaria (materia inútil que acompaña a los minerales), eliminándose estos compuestos en la escoria.

El bicarbonato de sodio se comporta como el carbonato de sodio anhidro, puesto que por la acción del calor se desdobla de acuerdo con la siguiente ecuación:



La acción del bicarbonato de sodio produce grandes cantidades de gases, por cuya razón la mezcla fundente tiende a subirse, proyectando partículas de la masa fundida sobre las paredes del crisol o fuera de él. Se evitan agregando sal común en la fundición misma. El carbonato de potasio (punto de fusión 894 °C), tiene la misma función que el carbonato de sodio, pero su costo es mayor. En algunos casos se usa un carbonato mixto (NaKCO_3) que reduce el punto de fusión a 500 °C.

Sílice

Es un fundente ácido, escorificarte que se combina con los óxidos metálicos (del hierro principalmente), y al mismo tiempo forma silicatos, material predominante en todas las escorias. Su adición se controla en base a la cantidad de SiO_2 que contiene la muestra. Las reacciones involucradas son las siguientes:

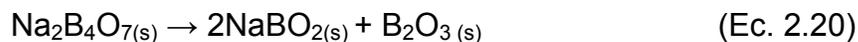




La sílice origina una mejor fluidez a la escoria y ayuda a proteger el crisol en el caso de corrosión que origina el litargirio. Un exceso de SiO_2 , por ejemplo adición extra de sílice a un material con alto contenido de sílice, provoca una escoria viscosa la que provoca pérdida de metales nobles por oclusión mecánica.

Bórax

Es un fundente ácido, con temperatura de fusión de 742°C . El bórax fundido disuelve, un gran número de óxidos metálicos, tanto ácidos como básicos, como por ejemplo: FeO , Al_2O_3 , Cr_2O_3 , etc. Como fundente de baja temperatura facilita la escorificación de los minerales y al mismo tiempo baja el punto de fusión de todas las escorias, y además disuelve grandes cantidades de sílice. Se explica el poder de disolución si se examina la fórmula del bórax constituida por dos moléculas de metaborato y una de anhídrido bórico:



Un exceso de bórax debe ser evitado porque la plata tiende a perderse hacia la escoria bajo estas condiciones. El bórax también hace la escoria menos viscosa y deja al plomo caer a través de ella. También es importante de considerar que la adición de bórax a la muestra produce una fusión quieta y ordenada, (sin proyecciones).

Harina

La harina de maíz común se utiliza como reductora y su adición regula el tamaño del régulo de plomo.

Nitrato potásico

El nitrato potásico se usa como oxidante en los minerales piritosos y carbonosos. El nitrato potásico tiene un punto de fusión de 340°C y, a temperaturas sobre 400°C comienza a descomponerse para reaccionar con los otros materiales, tanto oxidándolos directamente o generando oxígeno disponible para la oxidación. Algunas reacciones se muestran a continuación:



La adición de nitrato potásico provoca una variación del tamaño del régulo de plomo obtenido. Se prefiere siempre el nitrato potásico, al nitrato sódico por no ser higroscópico.

- **Copelación de muestras de oro**

Este proceso es aquel que tiene por objeto la oxidación del plomo y de las otras impurezas metálicas existentes, que mezcladas con mayor o menor cantidad de PbO, son absorbidas por un envase hecho de magnesio, de paredes porosas conocido como copela, son fabricadas de cenizas de hueso y magnesita. Se utilizan para separar el oro y la plata del plomo que ha

actuado como colector, y además de las otras impurezas metálicas que generalmente acompañan al botón auro-argentífero.

Para esta operación es indispensable que la copela este bastante caliente, para lo cual el horno de mufla es encendido conjuntamente con el horno de fundición. De esta manera mientras se funde el mineral, la mufla va tomando la temperatura necesaria que debe variar entre 800 °C y el punto de fusión de la plata y el oro, más o menos 1100 °C. El plomo funde a los 327 °C, pero solamente entre 800 y 850 °C aparece la superficie brillante y el plomo empieza a volatilizarse. Esta temperatura se denomina temperatura mínima de copelación o temperatura crítica, la cual aumenta con presencia de impurezas metálicas. (Misari, 1993).

Cuando en el interior de la mufla se observe un color rojo, indica que la temperatura es necesaria para comenzar esta operación, y en estas condiciones es colocado el botón de plomo auro-argentífero, el cual se llama así porque contiene todo el oro y la plata existentes en la cantidad de muestras tomada. Cuando se ha fundido y se observa su superficie brillante, se abre la puerta y se deja que se efectúa el proceso de copelación. El mayor y más efectivo control de la temperatura es la observación de los cristales de litargirio el cual es monóxido de plomo, que se depositan en los bordes de la copela a una temperatura de 800°C más o menos, es decir, a la temperatura crítica de copelación.

Algunas impurezas como cobre, hierro, cadmio, etcétera, son eliminadas totalmente por absorción de la copela, siempre que se encuentren en cantidades que no impidan la realización del proceso de copelación. En cambio otras, como el bismuto, arsénico, zinc, etc. se eliminan en parte por absorción de la copela y en parte por volatilización al estado de óxido. Según

las impurezas metálicas varían algunas propiedades reconocidas de inmediato, como son: dureza, maleabilidad, etc. Al ubicar el botón de plomo a fin de eliminar la escoria adherida, se puede observar:

Botón quebradizo: indica que contiene zinc, arsénico, antimonio, azufre, PbO (por fusión a baja temperatura). O bien que contiene más del 30 % de oro o plata.

Botón duro: indica que contiene cobre, en cantidad apreciable, hierro, etc.

Cuando se acerca el final de la copelación se forman irisaciones sobre la superficie del botón, que van desapareciendo, poco a poco y que se deben a capas tenues de óxido de plomo que recubren el botón de plata y oro. Llegan un momento en que estas desaparecen y unos instantes después se desprende un destello llamado relámpago y sigue brillando con viveza, esto indica que la operación ha terminado y que se encuentra con un botoncito que solamente contiene oro y plata. (Misari, 1993).

2.11.3 Ataque químico en las muestras

Es el proceso de limpieza de superficies, en la mayoría de los casos, metal, por abrasión de capas de óxido superficiales o capa pasiva. El ataque químico se hace por inmersión en soluciones acidas o alcalinas, o por medio de tratamientos con un gas de proceso adecuado. En un laboratorio de análisis de muestras de minerales, para determinar el contenido de oro, se lleva a cabo dos métodos de ataque químico

- **Proceso de partición**

Es la rotura o desprendimiento de la plata del oro, esto se hace por medio de ácido nítrico concentrado y diluido, el oro precipita como un compuesto poco soluble. Este precipitado se lava para quitar las impurezas, se transforma en un producto de composición conocida mediante el tratamiento térmico adecuado, y por último se pesa para un acabado por gravimetría para tenores altos. El resultado es expresado en g de oro/ton de muestra de mineral.

- **Proceso de digestión**

Es el proceso que consiste en usar agua regia que disuelve el oro y hace decantar la plata, y así tener una disolución de estos metales nobles y tener un acabado por absorción atómica para tenores bajos.

2.11.4 Gravimetría

Es la parte de la química analítica que estudia aquellos procedimientos analíticos basados en mediciones de peso. En el método gravimétrico de precipitación, el precipitado obtenido se pesa en una balanza de precisión, después de un lavado y un tratamiento térmico adecuado. Se basa en la relación del peso del precipitado, de composición conocida, con la cantidad del constituyente de interés en la muestra analizada. (Riaño, 2007).

Idealmente, un agente precipitante gravimétrico debe reaccionar específicamente, o al menos, selectivamente, con el analito (especie química cuya presencia o concentración se desea conocer) para dar un precipitado

cristalino fácilmente filtrable y lavable, de solubilidad baja, que no reaccione con los componentes atmosféricos y que tenga una composición conocida.

Entre los factores que favorecen la formación de precipitados cristalinos debe destacar: el empleo de disoluciones diluidas, la adición lenta y con agitación constante del reactivo precipitante, la precipitación en caliente y el ajuste del pH del medio de precipitación cuando la solubilidad del precipitado depende de éste. Sin embargo, en las condiciones normales de laboratorio, en lugar de los precipitados cristalinos muchas veces se forman sólidos coloidales, que no se pueden utilizar para el análisis gravimétrico porque sus partículas son demasiado pequeñas para filtrarlas fácilmente.

Después de la filtración, el precipitado se lava, preferentemente con una disolución que contenga un electrolito, que se elimine fácilmente al calentar el precipitado, y se calienta hasta peso constante. Algunos precipitados deben calcinarse para descomponer el sólido y formar un compuesto de composición conocida, que será la especie pesada. La temperatura elegida en cada caso depende del precipitado formado. (Sierra, 2007).

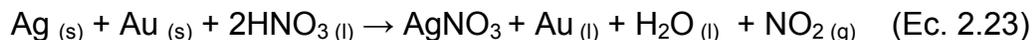
La preparación de la muestra muchas veces no requiere tratamiento, pero cuando la muestra es sólida hay que disolverla (por vía seca o húmeda). El reactivo debe añadirse lentamente, siempre se añade un exceso de éste, y así se disminuye la solubilidad por la presencia de ion común.

- **Lavado**

Es el paso donde se eliminan el resto de las impurezas. Es la fase más delicada de la gravimetría. El líquido o solución de lavado no ha de ser volátil,

que no aumente la superficie del precipitado y que no transforme al precipitado en coloide. Son disoluciones de lavado no volátiles: el agua, disolventes orgánicos, ácidos y sales anionicas y amoniaco como único álcali utilizable. Son disoluciones que no aumentan la superficie del precipitado: el agua, disolventes orgánicos (acetona, metanol, alcoholes de alto peso molecular). El líquido de lavado ha de dividirse en número de porciones lo más grande posible para eliminar las impurezas. La eficacia del lavado se puede comprobar químicamente ya que en las gravimetrías siempre se usa un exceso de agente precipitante. (Bermejo, Colon y Jaramillo, 2003).

El dore de plata y oro se coloca en unos crisoles de porcelana de 25 ml, se le agrega ácido nítrico al 20 %, y se calienta. En esta etapa ocurre la siguiente reacción:



- **Balanza micro analítica marca Sartorius**

Este equipo, posee platillo de pesada, protector contra corrientes de aire interno, anillo apantallador, placa apantalladora, nivel de burbuja, pata regulación, tapa protector contra corrientes de aire, interfaz de comunicación, interfaz de impresora, tecla de tara, tecla abrir protector en sentido contrario agujas reloj, teclado decimal, ajustes previo, tecla On/Off, tecla de conmutar para entrada de letra, tecla abrir protector en sentido agujas de reloj, teclas de función, lectura, dispositivo para la fijación de un seguro antirrobo. La balanza se compone de célula de pesada, unidad de indicación y manejo. Además de la alimentación de tensión de red o funcionamiento por baterías, la balanza dispone de interfaz para la conexión

de dispositivos adicionales, como por ejemplo: impresora, ordenador, interruptor universal, etc. Este equipo se puede apreciar en el anexo A, figura A.11.

2.11.5 Absorción atómica

Es un método para la detección y la determinación de elementos químicos, particularmente de elementos metálicos. Los compuestos para su examen, se tienen que romper en los átomos que los constituyen. Ello se realiza por pulverización en una llama a alta temperatura. Un rayo luminoso de cierta longitud de onda, producida por un tipo especial de lámpara, se dirige a lo largo del eje longitudinal de una llama plana y hacia un espectrofotómetro. Simultáneamente, la solución de la muestra es aspirada hacia el interior de la llama. Antes de la muestra entrar en la llama, la solución es dispersada formando una niebla de gotitas muy finas, que se evaporan en la llama dando inicialmente la sal seca y luego el vapor de la sal, la cual se disocia, por lo menos en parte, en átomos del elemento que se desea determinar. (Walton, 2005).

En un atomizador de llama, la disolución de la muestra es nebulizada mediante un flujo de gas oxidante, mezclado con el gas combustible donde se produce la atomización. Una serie de procesos encadenados tiene lugar en la llama. El primero es desolvatación, que es aquel proceso en el que se evapora el disolvente hasta producir un aerosol molecular sólido finamente dividido. Luego la disociación de la mayoría de estas moléculas produce un gas atómico. La mayoría de los átomos así formados se ionizan originando cationes y electrones. Una fracción de las moléculas, átomos e iones también se excitan por el calor de la llama, produciéndose así espectros de emisión moleculares, atómicos e iónicos.

- **Fuentes de radiación**

Los métodos analíticos basados en la absorción atómica son potencialmente muy específicos, ya que la línea de absorción atómica es considerablemente estrecha (de 0,002 a 0,005 nm) y la energía de transición electrónica es única para cada elemento. Para que exista una relación lineal entre la señal analítica (absorbancia) y la concentración, es necesario que la anchura de banda de la fuente sea estrecha respecto a la anchura de un pico de absorción. Sin embargo, incluso los monocromadores de buena calidad tienen anchura de banda efectiva, que es significativamente mayor que la anchura de las líneas de absorción atómica. En consecuencia, al hacer medidas de absorbancia atómica utilizando un espectrofotómetro normal equipado con una fuente de radiación continua, inevitablemente se obtienen curvas de calibrado no lineales.

2.12 Técnicas analíticas de absorción atómica

Desafortunadamente, muchos materiales de interés, tales como, suelos, tejidos, animales, plantas, derivados del petróleo y minerales, no son directamente soluble en los disolventes habituales, y con frecuencia requieren de un tratamiento previo laborioso para obtener una disolución del analito adecuada para la atomización. De hecho las etapas de descomposición y disolución a menudo consumen más tiempo e introducen más errores que la propia medida espectroscópica.

2.12.1 Calibración de los métodos instrumentales

- **Curvas de calibrado**

En cuanto la absorción atómica, Skoog, Holler, y Nieman, (2001), dicen que la absorbancia debe ser directamente proporcional a la concentración, por lo cual debería cumplirse la ley de Beer. Sin embargo, se encuentran frecuentemente desviaciones en la linealidad. Por consiguiente, se debería preparar periódicamente una curva de calibrado que cubra el intervalo de concentraciones correspondiente a la muestra. Además, en la atomización y en la medida de la absorbancia, existen un gran número de variables incontrolables que justifican la medida de una disolución patrón, cada vez que se realiza un análisis (incluso mejor si se utilizan dos patrones cubriendo un intervalo de concentraciones que englobe a la concentración del analito). Cualquier desviación del patrón respecto a la curva de calibrado original puede utilizarse para corregir el resultado analítico.

- **Método del patrón interno**

Es una sustancia que se añade a una serie de muestras, blancos y patrones de calibrado en una cantidad fija. También puede ser un componente mayoritario de las muestras y los patrones, pero que está una concentración dentro del rango de los valores que se obtienen, en este caso el calibrado es una representación gráfica del cociente entre la señal del analito y la señal del patrón interno en función de la concentración de analito de los patrones. Si se elige y se usa adecuadamente un patrón interno, se puede compensar algunos errores aleatorios o sistemáticos.

- **Método de duplicados**

Para compensar los errores que se producen en la preparación de las muestras, se realizan duplicados de muestras cada cierta cantidad de muestras, estos se añaden a la serie de muestra en distintos pasos de preparación mecánica, y cada uno tiene un objetivo en específico. El llamado duplicado de pulpa (DP) es adicionado por el pulverizador y es el doble de una de las muestras pulverizadas, tiene como objetivo evaluar la técnica del pulverizador; el duplicado de cuarteo (DC) lo adiciona el cuarteador y es tomar aproximadamente la misma cantidad dos veces de una misma muestra cuarteada, tiene como objetivo evaluar la técnica del cuarteador. Ambos DP y DC, de acuerdo a su muestra correspondiente, deben dar valores parecidos con un 10 % de desviación para DP y un 15 % de desviación para DC.

Al inicio de cada serie se coloca un blanco (COURSE BLANK), es un material estéril, mayormente cuarzo, posee todos los demás componentes, menos el analito, y se adiciona para verificar que no estén contaminado el equipo. También se adiciona un blanco de fundente (BLANK_BLANK) a la serie de muestras, que es un material compuesto por todos los materiales que se adicionas para fundición, menos la muestra de estudios, a través de esto se verifica que el horno de fundición no esté contaminado.

En general

- Análisis en duplicado para verificar la precisión
- Análisis de muestras estándares para verificar la exactitud.
- Análisis de blancos de reactivos para monitorear la contaminación.

2.13 Características de funcionamiento de los instrumentos

2.13.1 Precisión

Describe la reproductibilidad de los resultados; es decir, la concordancia entre los valores numéricos, de dos o más medidas replicadas o medidas que se han realizado exactamente de la misma forma. En general, la precisión de un método analítico se obtiene fácilmente mediante la simple repetición de la medida. Habitualmente se utilizan tres términos para describir la precisión de un conjunto de datos de replicados que incluye:

- **Desviación estándar**

La desviación estándar para una muestra de datos de tamaño limitado es una medida de dispersión alternativa, expresada en las mismas unidades de los datos de la muestra. (Skoog y colaboradores, 2001)

Viene dada por la ecuación:

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} \quad (\text{Ec. 2.24})$$

Donde:

S: desviación estándar

X_i : valor de cada una de las muestras

N: cantidad de muestras

\bar{X} : media de la muestra

- **Media de la muestra**

Es la media o promedio de un conjunto de finito de datos, está definida por:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{X_i}{N} \quad (\text{Ec. 2.25})$$

Donde:

X_i : valor de cada una de las muestras

N : cantidad de muestras

- **Varianza**

Proporciona medida estadísticamente significativa, de la precisión de los datos de una muestra, es el cuadrado de la desviación estándar (S^2), posee las unidades de los datos, pero al cuadrado. (Skoog et al. 2001).

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N - 1} \quad (\text{Ec. 2.26})$$

Donde:

S^2 : varianza

X_i : valor de cada una de las muestras

N : cantidad de muestras

- **Gráficos de control**

Una gráfica de control consiste en una línea central, un par de límites de control, uno de ellos colocado por encima de la línea central y otro por debajo, y en unos valores característicos registrados en la gráfica que representa el estado del proceso. Si todos los valores ocurren dentro de los límites de control, sin ninguna tendencia especial, se dice que el proceso está en estado controlado, sin embargo, si ocurren por fuera de los límites de control o muestran una forma peculiar, se dice que el proceso está fuera de control. (Kume, 1987).

2.14 Ley minería

Es una medida que describe el grado de concentración de recursos naturales valiosos, disponibles en una mena (minerales del que se puede extraer un elemento). Se utiliza para determinar la viabilidad económica de una operación de explotación minera: el costo de extraer recursos naturales desde su yacimiento se relaciona directamente con su concentración. Por ello el costo de extracción debe ser menor que el valor comercial del material que es extraído para que la operación sea económicamente factible. Las leyes de oro se expresan siempre en gramos por tonelada

Para las gemas, conocidas como metales preciosos, se expresan generalmente en una cantidad de material por tonelada de mena, mientras que para otros metales y los minerales industriales se expresan como porcentaje. Para efectos del laboratorio y con acabado por gravimetría se aplica la siguiente ecuación de la ley del oro:

$$\text{Ley de oro} = \frac{(\text{peso botón oro} \times 1000)}{\text{Peso tierra}} \quad (\text{Ec. 2.27})$$

Peso tierra es aquella muestra sin fundir.

Para acabado por absorción atómica, se aplica la siguiente ecuación de la ley del oro:

$$\text{(Ec. 2.28)} \quad \text{Ley de oro} = \frac{(\text{lectura} \times 10)}{\text{Peso tierra}}$$

2.15 Manual de procedimientos

Un manual es una recopilación en forma de texto, que recoge minuciosa y detalladamente las instrucciones que se deben seguir para realizar una determinada actividad, de una manera sencilla, para que sea fácil de entender, y permita al lector, desarrollar correctamente la actividad propuesta. Los procesos y los procedimientos, conforman uno de los elementos principales del sistema de control interno; por lo cual, deben ser plasmados en manuales prácticos que sirvan como mecanismo de consulta permanente, por parte de todos los trabajadores de la empresa, permitiéndoles un mayor desarrollo en la búsqueda del calidad.

2.15.1 Estructura de un manual

- **Objetivos**

Es el fin o meta que se pretende alcanzar con la utilización del procedimiento, y/o la necesidad que mejorará con la utilización del mismo;

expresándolo en forma resumida y concreta, en lenguaje sencillo y preciso. Haciendo que la actividad sea más rápida y sin complicaciones, mejorando la productividad de la organización.

- **Alcance**

Indica el ámbito de aplicación, desde el inicio hasta la finalización de un proceso. Indica el área, departamento, grupo o personal al que se aplica el procedimiento.

- **Referencia**

Se utiliza para indicar otro u otros documentos vinculados, ya sean procedimientos, normas y otros documentos a los cuales debe remitirse el lector para complementar la comprensión del procedimiento; pueden contener elementos regulatorios.

- **Unidades responsables**

Se indican los cargos o unidades administrativas que intervienen en el procedimiento y/o que son fundamentales para que el procedimiento se cumpla exitosamente, formalizando las responsabilidades del mismo en el cumplimiento de las diferentes fases del proceso.

- **Normas generales**

Son códigos normativos que ordenan el cumplimiento de disposiciones de diversas materias y grados de complejidad en una organización.

Describen las regulaciones, restricciones y lineamientos técnicos, legales y administrativos que regulan el cumplimiento del procedimiento. Deben escribirse siguiendo un orden lógico y secuencial. Deben redactarse en forma presente imperativo e impersonal.

- **Descripciones de actividades**

Describe los pasos a seguir para efectuar las acciones, en una secuencia lógica, interrelacionando las unidades con las actividades que cumplen.

Para ello, se consideran los siguientes criterios:

- La redacción debe ser fluida, con lenguaje sencillo, directo y comprensible, evitando ambigüedades.
- En cada paso se indica al responsable directo de la acción o actividad descrita, cumpliendo con la forma dada a continuación:
- Especificar en los pasos o acciones, cuando se requiera, la vinculación con otros procedimientos, formatos u otros documentos.

- **Otras actividades**

Este punto se utiliza para definir cualquier otra actividad que complementan el procedimiento.

- **Documentos de entrada**

Describe los documentos necesarios para iniciar las actividades.

- **Documentos de salida**

Describe los documentos resultantes de las actividades.

- **Glosario**

Describe las palabras que son necesarias para la comprensión total del procedimiento.

- **Anexo**

En esta sección se incluyen formatos, instructivos, tablas, gráficos u otros que soporten o complementen la información dada en el procedimiento.

- **Firmas de aprobación**

Todo procedimiento debe llevar firmas de revisión y aprobación en sus páginas.

CAPÍTULO 3

DESARROLLO DEL TRABAJO

Con la finalidad de lograr un trabajo más eficiente en el laboratorio químico industrial La Emilia, se realizaron una serie de pruebas a los procesos de preparación y análisis de muestras de minerales, para así garantizar a las diferentes minas que envían sus muestras a analizar al laboratorio, una mayor credibilidad en los resultados. La metodología aplicada, se basó en el análisis de funcionamiento de los distintos equipos que operan en estas áreas, como también el diseño de un manual de procedimientos, que incluye cada etapa del proceso. A continuación se detallan las etapas de procedimientos, utilizadas en cada objetivo planteado en este trabajo.

3.1 Reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras que recibe el laboratorio

Para el desarrollo de esta etapa, se realizó una recopilación general de todos los procedimientos, formatos e instrucciones que se ejecutan en el laboratorio químico industrial La Emilia. También se buscó información aplicada a un laboratorio de minerales, en diferentes bibliografías. A continuación se describe cada procedimiento experimental, empleado en el estudio de las condiciones de operación, de los diferentes equipos que operan en las áreas de preparación y análisis de muestras.

3.1.1 Procedimiento en la etapa de secado

- a. Utilizar una muestra de tamaño de partícula menor que 75 μm , procedente de una preparación diaria de la producción del laboratorio.
- b. Mezclar completamente la muestra y pesar 10 g.
- c. Pesar un número determinado de muestra, para realizar el análisis por duplicado.
- d. Colocar todas las bandejas con muestra en el horno de secado en diferentes niveles, en donde son sometidas a secado con aire caliente para remover el contenido de humedad superficial.
- e. Extraer y pesar una bandeja cada media hora, donde ésta debe ser desechada al terminar el proceso de pesaje.
- f. Calcular el contenido de humedad total de las muestras en base seca, a través de la ecuación 2.6.

Las muestras que no cumplieron con el tamaño de partícula expresado, deben pasarse por el tamiz Mesh N° 200.

Las bandejas con las muestras de minerales, una vez tomadas del horno de secado, deben ser pesadas rápidamente para evitar la reabsorción de humedad.

Debido a que no se conoce la masa del sólido totalmente seco, se aplicó el método de la estufa, calculando la humedad inicial, a continuación se describe el método.

Método de la estufa

- a. Tomar de la misma muestra ensayada, la cantidad de 1

- b. Someter la muestra al proceso de secado con temperatura y tiempo controlado, en un horno de menor capacidad.
- c. Luego del tiempo transcurrido, extraer la bandeja del horno utilizado y luego pesarla.
- d. El valor de masa obtenida es introducida en la ecuación 2.6, como masa de sólido totalmente seco (m_{Sts}), luego se despeja la humedad inicial (X_i) de dicha ecuación, utilizando la cantidad de 1 g como masa de sólido húmedo (m_{Sh}).

Una vez obtenido el valor de humedad inicial (X_i) a través del método de la estufa, se procede a calcular el valor general de la masa del sólido totalmente seco (m_{Sts}), con la misma ecuación 2.6, pero introduciendo como valor de masa de sólido húmedo la cantidad de 10 g.

3.1.2 Procedimiento de la etapa de trituración

- **Procedimiento de análisis I**
 - a. Tomar una porción de 2500 g de muestras rechazo, del material que fue triturado en la trituradora de mandíbula secundaria, procedente de una preparación diaria de la producción del laboratorio.
 - b. Someter el producto de trituración a secado, para eliminar la humedad superficial.
 - c. Pesar 200 g del material seco.
 - d. Someter el material seco a un proceso manual de tamizado, vaciándose el contenido del platillo sobre un tamiz Mesh N° 10.
 - e. Mover el material con una brocha hasta que se observe que no paso más contenido de la muestra a través de la malla.

- f. Pesar el material que quedó retenido en la malla N°10, luego pesar el material que quedó en el fondo.
- g. Proceder de la misma manera para nueve porciones más de muestras.
- h. Calcular el porcentaje de material pasante por la malla número 10, de la siguiente manera:

$$\% PMalla10 = \frac{(P_i - Pr_{et})}{P_i} \times 100 \quad (\text{Ec. 3.1})$$

Donde:

% PMalla 10: porcentaje de material pasante por la malla 10 (%)

P_i: peso de la muestra inicial (g)

Pr_{et}: peso retenido (g)

- i. Calcular el porcentaje de material retenido con la siguiente ecuación:

$$\% Ret = \frac{Pr_{et}}{P_{total}} \times 100 \quad (\text{Ec. 3.2})$$

Donde:

%Ret: porcentaje de material retenido

Pr_{et}: peso del material retenido (g)

P_{total}: peso total de la muestra tamizada (g)

- j. Registrar el peso en la hoja de trabajo.

Según lo establecido por el laboratorio, la muestra de minerales, a la salida de la trituradora de mandíbula secundaria, debe tener un tamaño de partícula menor a 2 mm, con un 80 % pasante por el tamiz de Mesh N° 10.

- **Procedimiento de análisis II**

- a. Tomar una porción de 500 g, del material que llega al laboratorio.
- b. Pasar el material en la trituradora de mandíbula secundaria.
- c. Pesar el material que quedó en la bandeja a la salida de la trituradora.
- d. Repetir este procedimiento para dos porciones más de muestras, una de 1000 g y la otra de 1500 g.
- e. Obtener el valor promedio de las pérdidas del material por acumulación, a través de la siguiente ecuación:

$$\text{Pérdidas} = M_{\text{entr}} - M_{\text{sal}} \quad (\text{Ec. 3.3})$$

Donde:

M_{entr} : masa de entrada (g)

M_{sal} : masa de salida (g)

3.1.3 Procedimiento de la etapa de cuarteo

- **Procedimiento de análisis**

- a. Tomar 10 porciones de 1000 g cada una aproximadamente, de las muestra denominadas rechazo, del material que fue triturado en la trituradora de mandíbula secundaria, procedente de una preparación diaria de la producción del laboratorio.
- b. Someter el producto de trituración a secado, para eliminar la humedad superficial.
- c. Someter el material seco a un proceso manual de tamizado, donde se utilizó un tamiz de Mesh N° 10, para obtener así un tamaño exacto de partícula de material a utilizar.

- d. Identificar los lados del cuarteador, como lado A y el otro como lado B.
- e. Identificar las gavetas correspondientes a cada lado, gaveta A y gaveta B.
- f. Pesar 800 g de cada porción de muestra que fue sometida al proceso manual de tamizado.
- g. Pasar cada porción de muestra de 800 g por el cuarteador.
- h. Pesar el material retenido en cada gaveta del cuarteador.
- i. Registrar los pesos en la hoja de trabajo.
- j. Repetir el procedimiento para cada una de las 10 porciones.

3.1.4 Procedimiento de la etapa de pulverización

- **Procedimiento de análisis I**

- a. Tomar 10 porciones de 25 g cada una, de la muestra denominada pulpa, del material que fue pulverizado en el pulverizador de anillo, procedente de una preparación diaria de la producción del laboratorio.
- b. Someter el producto de pulverización a secado, para eliminar la humedad superficial.
- c. Tarar la balanza, colocar el platillo de pesaje y tarar nuevamente.
- d. Tomar 10 porciones de 20 g cada una, del material que fue seco.
- e. Someter el material seco a un proceso manual de tamizado, vaciando el contenido del platillo sobre el tamiz de Mesh N° 200.
- f. Mover el material con una brocha hasta que se observe que no pase más contenido de la muestra a través del tamiz.
- g. Pesar el material que quedó retenido en la Mesh N° 200, luego pesar el material que quedó en el fondo.
- h. Proceder de la misma manera con todas las demás porciones de 20 g de muestra.

- i. Calcular el porcentaje de material pasante por la malla número 200 con la ecuación 3.1.
- j. Registrar el peso en la hoja de trabajo.

Según lo establecido por el laboratorio, la muestra de minerales a la salida del pulverizador, debe tener un tamaño de partícula menor a 0,075 mm, con un 93 % pasante por el tamiz de Mesh N° 200

- **Procedimiento de análisis II**

A través de este procedimiento se obtuvo el tiempo promedio de aplicación, en la etapa de pulverización.

- a. Tomar 1500 g de las muestras de desecho, del material que fue triturado, procedente de una preparación diaria de la producción del laboratorio.
- b. Someter el producto de trituración a secado, para eliminar la humedad superficial.
- c. Tarar la balanza, colocar el platillo de pesaje y tarar nuevamente.
- d. Pesar 6 porciones de 200 g cada una, del material seco.
- e. Colocar la muestra en el pulverizador de anillo y pulverizar por 30 s.
- f. Tomar el 10 % (20 g) de la muestra pulverizada.
- g. Someter el material pulverizado a un proceso manual de tamizado, vaciando el contenido del platillo sobre el tamiz de Mesh N° 200.
- h. Mover el material con una brocha hasta que se observe que no pase más contenido de la muestra a través de la malla.
- i. Pesar el material que quedó retenido en el tamiz y luego pesar el material que quedó en el fondo.

- j. Realizar cinco corridas adicionales, manteniéndose todos los parámetros iguales, menos el tiempo de tamizado que va variando cada 30 s.
- k. Registrar el peso en la hoja de trabajo.

3.1.5 Procedimiento de la etapa de ataque químico

- **Procedimiento de análisis**

Debido a que es importante mantener el control térmico de la plancha utilizada en esta área de ataque químico, ésta se sometió a una prueba de ebullición de agua.

- a. Preparar cinco beakers con 10 ml de agua destilada.
- b. Colocar las muestras en diferentes posiciones en la superficie de la plancha.
- c. Tomar el tiempo que dura el agua en hervir para cada beaker.
- d. Registrar el tiempo en la hoja de trabajo.
- e. Repetir el procedimiento dos veces más.
- f. Calcular el promedio de tiempo de ebullición del agua en cada posición.

3.1.6 Procedimiento de la etapa de pesaje final

- **Procedimiento de análisis**

La balanza utilizada en esta etapa, es la ultramicrobalanza premiun de Sartorius, de 0,001 de precisión. Debido a que los datos arrojados por ella

son los resultados que emite el laboratorio diariamente, se debe mantener un control específico de calibración de la misma, por lo que se realiza la siguiente prueba de calibración:

- a. En la mencionada balanza, pesar veinte veces cada una de las pesas patrones de 5, 10, 20 y 100 mg.
- b. Registrar el peso en la hoja de trabajo.
- c. Calcular la desviación estándar (S), para los datos obtenidos de cada una de las pesas patrones, con la ecuación 2.24.
- d. Comprobar la calibración de la balanza, comparando los valores de la media obtenidos, con los valores de pesas patrones de referencia, estudiando que tanto se desvían estos valores.

3.1.7 Procedimiento de la etapa de absorción atómica

Este método de espectrometría, es el más ampliamente utilizado en la determinación de elementos en muestras analíticas. Según Skoog 2001, dice que la absorción atómica debería cumplir la ley de Beer, donde la absorbancia debe ser directamente proporcional a la concentración. El equipo de absorción atómica posee internamente en su sistema, curvas de calibrado preparadas que cubren el intervalo de concentraciones correspondientes a las muestras analizadas, utilizando disoluciones patrones cada vez que se realiza un análisis, estas disoluciones cubren un intervalo que engloba a las concentraciones del analito. Por consiguiente se evaluaron estas curvas de calibrado de la siguiente manera:

- **Procedimiento de análisis**

- a. Tomar del sistema interno del equipo de absorción atómica, los valores de absorbancia para las concentraciones patrones, 2, 6 y 12

ppm y realizar la curva de calibrado de concentraciones medias (absorbancia en función de la concentración), luego tomar los valores de absorbancia para las concentraciones patrones, 10, 20 y 50 ppm y realizar la curva de calibrado de concentraciones altas.

- b. Tomar los valores de concentración y absorbancia, correspondiente a una corrida diaria de lectura, valores entre los rangos de la curvas de calibrado medias y altas y luego introducirlos en las curvas de calibrado ya realizadas.

3.2 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras: secado, trituración, cuarteo, pulverización y pesaje

Unas de las maneras de garantizar los resultados del contenido de oro en una muestra de minerales, es asegurar que los diferentes equipos utilizados en la sala de preparación, cumplen con las especificaciones requeridas de diseño. Para ello se procedió a realizar un estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras de minerales que contienen oro, bajo un control estadístico.

3.2.1 Evaluación del horno de secado Quincy

Para este equipo se procedió a la construcción de la curva de secado, donde se muestra la variación de la humedad con respecto al tiempo.

Se tomó una muestra de mineral perteneciente a una rutina diaria de trabajo, ésta se redujo hasta un tamaño de tamiz Mesh N° 200 (0,075 mm), se pesaron varias porciones de muestras de 10 g cada una y se colocaron en

unas bandejas previamente pesadas. Debido a que el horno no posee una balanza interna, se procedió a utilizar una cantidad de quince bandejas aproximadamente para el estudio. Cada 30 min se extraía una bandeja del horno de secado, se tomaba su peso y luego se desechaba; así se procedió hasta obtener un peso constante de muestra. Se obtuvo un tiempo de secado de 4 horas, todos los valores para el cálculo del contenido de humedad en muestras de minerales, se encuentran reportados en la tabla 3.1.

Tabla 3.1 Valores para la determinación del contenido de humedad en muestras de minerales

Tiempo de Secado (h)	Peso de bandeja (g)	Peso a la salida del horno	
		Sólido más bandeja	Sólido menos bandeja (mSh) (g)
0,0	2,50	12,50	10,00
0,5	2,50	12,33	9,83
1,0	2,50	12,29	9,79
1,5	2,50	12,28	9,78
2,0	2,50	12,27	9,77
2,5	2,50	12,26	9,76
3,0	2,50	12,25	9,75
3,5	2,50	12,24	9,74
4,0	2,50	12,22	9,72

Para el cálculo del sólido totalmente seco de la muestra de minerales utilizadas, fue necesario conocer el valor de la humedad inicial del sólido a secar, por lo que se aplicó el método de la estufa. Se procedió de la siguiente manera:

Se tomó 1 gramo de la muestra original de análisis, se llevó a un horno de menor capacidad, a tiempo y temperatura controlados, de 3 h y 115 °C respectivamente, luego se obtuvo el valor de 0,98 g como sólido totalmente seco (mSts), luego con este dato y 1 gramo de sólido húmedo (mSh), se procedió a calcular el valor de la humedad inicial, utilizando la ecuación 2.6.

$$X_i = \frac{mSh}{mSts} - 1 = \frac{1,00}{0,97} - 1 = 0,0309 \quad \text{g agua/g Sts}$$

Se despejó de la ecuación 2.6, la masa del sólido totalmente seco (mSts), procediendo de la siguiente manera:

$$X_i = \frac{mSh}{mSts} - 1 \rightarrow mSts = \frac{mSh}{(X_i + 1)} = \frac{(10,00)}{(0,0309 + 1)} = 9,70 \text{ g}$$

Una vez conocido el valor del sólido totalmente seco y utilizando la ecuación 2.6, se calculó los valores de humedad en base seca, correspondiente a cada hora de trabajo, se procedió de la siguiente manera para el primer valor de sólido húmedo (mSh) de la tabla 3.1.

$$X_i = \frac{mSh}{mSts} - 1 = \frac{(10,00)}{(9,70)} - 1 = 0,0309 \text{ g agua/ g Ss}$$

Este procedimiento se repite para los demás valores de la tabla 3.1 y los resultados se muestran en la tabla 3.11.

Se tomó el último valor de X_i de la tabla 3.11, como valor de humedad de equilibrio y usando la ecuación 2.9, se calcularon los valores de humedad libre para cada hora de trabajo:

$$X_L = X_t - X^* = (0,0309 - 0,0021) \text{ g agua/g Ss} = 0,0288 \text{ g agua/g Ss}$$

Se repitió el procedimiento para cada valor y los resultados son mostrados en la tabla 3.11. También a través de estos valores de humedad libre se procedió a calcular lo Δx y Δt de la siguiente manera:

$$\begin{aligned}\Delta x &= (0,0113 - 0,0288) \text{ g agua/gSs} = - 0,0175 \text{ g agua/gSs} \\ \Delta t &= (0,5 - 0,0) \text{ h} = 0,5 \text{ h}\end{aligned}$$

Este procedimiento se repite para los demás valores de la tabla 3.11 y los resultados se muestran en la tabla 3.12.

Las bandejas utilizadas para el proceso de secado tienen 0,093 m de diámetro, con este valor y la ecuación del área para una circunferencia, se procedió a determinar el área de secado utilizada por las muestras de minerales:

$$A_c = \pi \cdot \frac{\text{Diametro}^2}{4} = \pi \cdot \frac{(0,093\text{m})^2}{4} = 0,006792\text{m}^2$$

Seguidamente se calculó la velocidad de secado para cada uno de los valores de la tabla 3.11, utilizando la ecuación 2.10.

$$N = -\frac{Ls}{A} \cdot \frac{dX}{dt} = -\frac{9,70}{0,006792} \cdot \frac{(-0,0175)}{0,5} = 50,0523 \text{ g agua evaporada/ h.m}^2$$

Estos cálculos de velocidad de secado, se repiten para cada muestra de mineral y los resultados se encuentran reportados en la tabla 3.12. Luego se construyeron las curvas de secado y de velocidad de secado en función de humedad libre, las cuales se encuentran en el capítulo 4.

3.2.2 Evaluación de la trituradora de mandíbula secundaria

Siguiendo el procedimiento experimental establecido en la sección 3.1.2, se realizaron pruebas de tamizado al material saliente de este equipo, para verificar la eficiencia del mismo y asegurar que estaba cumpliendo con las especificaciones establecidas por el laboratorio.

Cada porción se hizo pasar por el tamiz de Mesh N°10, se peso el material que quedó retenido en la malla, luego se tomó el peso del material retenido en el fondo y los resultados se muestran en la tabla 3.2.

Tabla 3.2 Peso del material reducido por la trituradora de mandíbula secundaria, retenido en el tamiz de Mesh N°10 y en el fondo

N° de corrida	Peso muestra (g)	Retenido en Mesh N° 10 (g)	Retenido fondo (g)
1	200,40	101,14	98,39
2	200,20	80,53	119,28

Tabla 3.2 Peso del material reducido por la trituradora de mandíbula secundaria, retenido en el tamiz de Mesh N°10 y en el fondo (continuación)

N° de corrida	Peso muestra (g)	Retenido en Mesh N° 10 (g)	Retenido fondo (g)
3	200,40	35,06	164,91
4	200,20	57,51	141,98
5	200,00	59,60	138,40
6	200,30	83,02	116,84
7	200,20	77,39	122,30
8	200,10	75,34	124,42
9	200,00	77,09	122,57
10	200,20	85,62	114,18

Con estos valores de la tabla 3.2, se procedió a calcular el porcentaje de material pasante por la malla número 10 con la ecuación 3.1, de la siguiente manera:

$$\% PMalla10 = \frac{(P_i - P_{ret})}{P_i} \times 100 = \frac{(200,40 - 101,14)}{200,40} \times 100 = 49,53\%$$

Estos cálculos se repitieron para cada muestra de mineral pasadas por el proceso de trituración y los resultados son reportados en la tabla 3.13.

Seguidamente se calculó el porcentaje de material retenido en la malla, utilizando los mismos datos de la tabla 3.2 y la ecuación 3.2, de la siguiente manera:

$$\% Ret = \frac{Pr_{et}}{P_{total}} \times 100 = \frac{101,14g}{200,40g} \times 100 = 50,47\%$$

A cada corrida de muestra de mineral se le aplicó el mismo procedimiento para calcular el porcentaje de material retenido y los resultados se encuentran reportados en la tabla 3.14.

Luego se procedió a calcular las pérdidas por acumulación de las trituradoras de mandíbula secundaria, empleando muestras de 500, 1000 y 1500 g. Estas fueron colocadas en la trituradora, luego se pesó el material a la salida de este equipo y los valores se encuentran reportados en la tabla 3.3.

Tabla 3.3 Datos para determinar las pérdidas por acumulación de la trituradora de mandíbula secundaria

Peso	Peso
muestra (g)	fondo (g)
500,00	493,20
1000,00	990,70
1500,00	1497,50

A partir de estos valores y utilizando la ecuación 3.3, se calculó el promedio de las pérdidas por acumulación en las trituradoras de la siguiente manera:

$$\text{Pérdidas} = M_{entr} - M_{sal} = (500,00 - 493,20) \text{ g} = 6,80 \text{ g}$$

Los resultados se encuentran reportados en la tabla 3.15 para las diferentes muestras.

3.2.3 Evaluación del cuarteador Jones

Para la evaluación del cuarteador, primeramente se identificaron sus lados y las bandejas correspondientes. Luego se tomaron diez porciones de 1000 g cada una, de muestras de rechazo proveniente de la preparación diaria del laboratorio y se sometieron a secado. Seguidamente se les realizó un análisis de tamizado utilizando un tamiz N° 10, para obtener un tamaño específico de partícula pasante por la tolva del cuarteador.

Luego se procedió a pesar 800 g de cada porción de muestra, posteriormente se pasó una sola vez cada porción por el cuarteador y finalmente se pesó el material retenido en cada bandeja previamente identificada. Estos valores se encuentran reportados en la tabla 3.4.

Tabla 3.4 Valores de material retenido en cada lado del cuarteador

N° de corrida	Peso muestra (g)	Retenido	
		lado A (g)	lado B (g)
1	800,00	395,50	401,60
2	800,00	418,10	378,10
3	800,00	414,90	383,60
4	800,10	437,80	359,80
5	800,00	398,50	399,40
6	800,10	400,40	394,80
7	800,00	403,40	392,30
8	800,00	406,30	392,10
9	800,00	439,00	357,40
10	800,10	433,90	362,30

Utilizando los valores de la tabla 3.4, se calculó la varianza y la desviación estándar para cada lado del cuarteador de la siguiente manera:

Para el lado A

Se calculó la media de los datos obtenidos en el material, utilizando la ecuación 2.25:

$$\bar{X} = \frac{(395,50 + 418,10 + 414,90 + 437,80 + 398,50 + 400,40 + 403,40 + 406,30 + 439,00 + 433,90)}{10}$$

$$\bar{X} = 414,78 \text{ g}$$

Se calculó la varianza, utilizando la ecuación 2.26 y los resultados de tabla 3.16:

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1} = \frac{(2538,096)}{9} = 282,0107 \text{ g}^2$$

Se calculó la desviación estándar utilizando la ecuación 2.24

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{2538,096}{9}} = 16,7932 \text{ g}$$

Para el lado B

Se calculó la media de los datos obtenidos en el material utilizando la ecuación 2.25:

$$\bar{X} = \frac{(401,60 + 378,10 + 383,60 + 359,80 + 399,40 + 394,80 + 392,30 + 392,10 + 357,40 + 362,30)}{10}$$

$$\bar{X} = 382,14 \text{ g}$$

Se calculó la varianza, también utilizando los resultados expresados en la tabla 3.16 y la ecuación 2.26, de la siguiente manera:

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1} = \frac{(2562,524)}{9} = 284,7249 \text{ g}^2$$

Se calculó la desviación estándar con la ecuación 2.24 y los datos de la tabla 3.16, de la siguiente manera:

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{2562,524}{9}} = 16,8738 \text{ g}$$

Se calculó el promedio de la desviación estándar de cada lado del cuarteador Jones:

$$S = \frac{(16,7932 + 16,8738)}{2} = 16,8335 \text{ g}$$

Los resultados se encuentran reportados en la tabla 3.17, luego se obtuvo el gráfico de desviación de cada lado del cuarteador, el cual está reportado en el capítulo 4.

3.2.4 Evaluación del pulverizador de anillo

- **Análisis I**

Siguiendo el procedimiento experimental establecido en la sección 3.1.4, se realizaron pruebas de tamizado al material saliente de este equipo, para verificar la eficiencia del mismo y asegurar que estaba cumpliendo con las especificaciones establecidas por el laboratorio.

Cada porción se hizo pasar por el tamiz de Mesh N°200, se pesó el material que quedó retenido en la malla, luego se tomó el peso del material que quedó en el fondo, estos resultados se muestran en la tabla 3.5.

Tabla 3.5 Peso del material reducido por la pulverizadora de anillo, retenido en el tamiz de Mesh N° 200 y en el fondo

N° de corrida	Peso muestra (g)	Retenido en Mesh N° 200 (g)	Retenido fondo (g)
1	20,01	6,41	13,60
2	20,01	2,68	17,18
3	20,00	1,93	17,83
4	20,00	4,05	15,90
5	20,00	1,98	17,71
6	20,01	1,32	18,47
7	20,01	1,43	18,36
8	20,00	1,86	17,81
9	20,00	2,17	17,59
10	20,01	1,34	18,28

Se procedió a determinar el porcentaje de material pasante por la malla número 200 con la ecuación 3.1, utilizando los datos de la tabla 3.5, de la siguiente manera para la corrida número uno:

$$\% PMalla200 = \frac{(P_i - Pr_{et})}{P_i} \times 100 = \frac{(20,01 - 6,41)}{20,01} \times 100 = 67,97\%$$

Estos cálculos se repiten para cada muestra de mineral y los resultados se encuentran reportados en la tabla 3.18. También con los datos de esta tabla, se construyó un gráfico de control, el cual se muestra en el capítulo 4.

Seguidamente se calculó el porcentaje de material retenido en la malla, utilizando los mismos datos de la tabla 3.5 y la ecuación 3.2, de la siguiente manera, para la corrida número uno:

$$\% Ret = \frac{Pr_{et}}{P_{total}} \times 100 = \frac{6,41g}{20,01g} \times 100 = 32,03\%$$

Se aplicó el procedimiento para las diferentes corridas y los resultados se muestran en la tabla 3.19.

- **Análisis II**

Según lo establecido por el laboratorio químico industrial La Emilia, las muestras de minerales deben ser pulverizadas en un tiempo específico, de un máximo de 1 min para muestras denominadas zaprolita (arcilla) y de 2 min para muestras tipo roca.

A través de este procedimiento de análisis, se obtuvo el tiempo promedio en la etapa de pulverización.

Se tomaron 1500 g de material de desecho, proveniente de un proceso diario de preparación y se sometió al proceso de secado, luego se pesaron seis porciones de 200 g cada uno del material seco, seguidamente se tomó una porción y se sometió a pulverizado por un tiempo de 30 s, luego al finalizar el pulverizado, se tomaron 20 g de la muestra, posteriormente se sometió a un proceso manual de tamizado.

Al finalizar el proceso de tamizado, se pesó el material retenido en el tamiz y el material que quedo en el fondo. Se repitió el procedimiento, incrementando el tiempo en 30 s para cada muestra y los resultados se muestran en la tabla 3.6

Tabla 3.6 Tiempos de pulverización para distintas corridas

Nº de corrida	Tiempo de pulverizado (min)	Peso muestra (g)	Retenido en Mesh Nº 200 (g)	Retenido fondo (g)
1	0:30	20,01	4,06	15,51
2	1:00	20,01	2,12	17,48
3	1:30	20,01	0,24	19,48
4	2:00	20,01	0,14	19,65
5	2:30	20,00	0,09	19,75
6	3:00	20,01	0,04	19,75

Se procedió a determinar el porcentaje de material pasante por la malla número 200 con la ecuación 3.1 y utilizando los datos de la tabla 3.6, para

diferentes tiempos de pulverizado, de la siguiente manera para la corrida número uno:

$$\% PM_{Malla200} = \frac{(P_i - P_{ret})}{P_i} \times 100 = \frac{(20,01 - 4,06)}{20,01} \times 100 = 79,71\%$$

Los resultados son expresados en la tabla 3.20. También con los datos de esta tabla, se construyó un gráfico de porcentaje de malla 200 en función del tiempo, el cual se muestra en el capítulo 4.

3.3 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de análisis de muestras: gravimetría y absorción atómica

3.3.1 Evaluación del proceso de ensayo al fuego

El proceso de ensayo al fuego se cumple en dos etapas, como principal está el proceso de fundición de muestras y el proceso de copelación. En el laboratorio químico industrial La Emilia, se aplica este método de ensayo al fuego, el cual incluye un horno de fundición con fuente de energía, combustible y tres hornos para copelar, con fuente de energía, eléctrica.

Al horno de fundición no se le aplicó ninguna evaluación estadística, ni un efectivo balance de energía, debido a que, este equipo posee muchas pérdidas no controladas al ambiente. Sólo se puede mencionar de este proceso, que el horno está operando en condiciones controladas de manipulación, se enciende primeramente con una llama suave, aumentado después poco a poco su fuerza. Este horno se conoce también como horno de crisoles, el cual requiere de una inspección diaria de sus paredes

internas, manejo adecuado de la temperatura de operación, como la revisión de los crisoles que se utilizan. Si no hay un control adecuado de estos parámetros, se generarían pérdidas, como roturas del crisol, derrame de muestras dentro del horno, entre otras.

Este horno posee los utensilios adecuados para completar el proceso de fundición, también se le realizan mantenimientos preventivos, y el operador está capacitado para manejar este equipo.

Para el proceso de copelación, se utilizan estufas metálicas, con calentamiento a través de resistencias térmicas, introducidas en las paredes de los hornos, que están compuestas por ladrillos refractarios. Con el paso del tiempo, es necesario cambiar las resistencias, ya que el proceso que ocurre dentro de estos hornos, producen plomo, lo cual hace deteriorar las resistencias a altas temperaturas de operación.

3.3.2 Evaluación de la plancha del área de ataque químico

La plancha se sometió a una prueba de ebullición de agua, para comprobar que su superficie se encontrara calentándose de una forma uniforme. La prueba y comprobación es importante ya que en esta etapa de ataque químico, las muestras son preparadas para su lectura o pesaje final. La evaluación se realizó de la siguiente manera.

Se prepararon cinco beakers con 10 ml de agua destilada, luego se colocaron en diferentes posiciones en la superficie de la plancha, se tomó el tiempo que dura el agua de cada beaker en hervir. Los valores obtenidos se encuentran reportados en la tabla 3.7.

Tabla 3.7 Tiempos que tarda en ebulir el agua, en cada punto de la superficie plancha

Número de corridas	Puntos en la plancha				
	Punto 1 (min)	Punto 2 (min)	Punto 3 (min)	Punto 4 (min)	Punto 5 (min)
1	3,10	3,02	2,45	2,45	2,13
2	2,40	2,39	2,31	2,39	2,25
3	2,43	2,50	2,35	2,59	2,09
Σ	7,93	7,91	7,11	7,43	6,47

Con los datos mostrados en la tabla 3.7, y utilizando la ecuación 2.25, se obtuvieron los tiempos promedios de cada punto, en la plancha de ataque químico. Se procedió de la siguiente manera:

Para el punto 1:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{X_i}{N} = \frac{7,93}{3} = 2,64 \text{ min}$$

De la misma manera se procedió para cada punto en la superficie la plancha, mostrándose los resultados en la tabla 3.21.

3.3.3 Evaluación de la microbalanza (pesaje final)

La evaluación de la balanza se realizó mediante una calibración, para ello se realizaron diariamente, 20 mediciones de cada pesa patrón (5, 10, 20 y 50 mg), calculándose la varianza y la desviación estándar del trabajo de este equipo. Los valores obtenidos se encuentran reflejados en la tabla 3.8.

Tabla 3.8 Valores de las masas de pesas patrones para determinarse la varianza y la desviación estándar de la microbalanza

N °				
Corrida	M=5 mg	M=10 mg	M=20 mg	M=50 mg
1	4,9981	10,1471	19,9690	50,1203
2	4,9951	10,1466	19,9685	50,1201
3	4,9979	10,1469	19,9690	50,1201
4	4,9958	10,1455	20,0234	50,1248
5	4,9951	10,1469	20,0015	50,1200
6	4,9964	10,1465	20,0265	50,1181
7	4,9980	10,1472	20,0107	50,1203
8	4,9963	10,1473	20,0256	50,1238
9	4,9954	10,1463	20,0246	50,1200
10	4,9949	10,1465	20,0247	50,1224
11	4,9950	10,1470	20,0229	50,1184
12	4,9953	10,1470	20,0240	50,1174
13	4,9938	10,1458	20,0234	50,1201
14	4,9958	10,1468	20,0251	50,1204
15	4,9961	10,1463	20,0247	50,1217
16	4,9963	10,1473	20,0236	50,1214
17	4,9954	10,1456	20,0231	50,1180
18	4,9951	10,1466	20,0267	50,1242
19	4,9963	10,1463	20,0243	50,1202
20	4,9943	10,1455	20,0236	50,1240
Σ	99,9164	202,9310	400,2849	1002,4157

A continuación se procedió a calcular la media de las muestras, utilizando los valores expresados en la tabla 3.8 y la ecuación 2.25.

Para pesa patrón de 5 mg

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{X}{N} = \frac{99,9164}{20} = 4,9958$$

Una vez obtenido este valor se procedió a calcular los valores de $(X_i - \bar{X})$ y $(X_i - \bar{X})^2$, para cada número de corrida, de los valores mostrados en la tabla 3.8, de la siguiente manera:

$$(X_i - \bar{X}) = (4,9981 - 4,9958) = 0,0023$$

$$(X_i - \bar{X})^2 = (0,0023)^2 = 52,90 \times 10^{-7}$$

Se realizó el mismo procedimiento para las demás corridas. Los resultados se encuentran reportados en las tablas 3.22, también allí se refleja la sumatoria de $(X_i - \bar{X})$ y $(X_i - \bar{X})^2$.

Utilizando los datos de la tabla 3.22, se procedió a calcular la varianza y desviación estándar para la misma pesa patrón de 5 mg, de la siguiente manera:

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1} = \frac{(2,5480 \cdot 10^{-5})}{19} = 6,70526$$

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{2,5480 \cdot 10^{-5}}{19}} = 0,0002589$$

Se realizó el mismo procedimiento para las demás pesas patrones. Los resultados de $(X_i - \bar{X})$ y $(X_i - \bar{X})^2$, para la pesa patrón 10 mg, se encuentran en la tabla 3.22 y para las pesas patrones de 20 y de 50 mg, se encuentran en la tabla 3.223. Luego con los resultados de sumatoria expresados en estas tablas, se procedió a determinar la varianza y desviación estándar de estas pesas patrones, mostrándose los valores en la tabla 3.24.

3.3.4 Evaluación del equipo de absorción atómica (lectura final)

La evaluación de este equipo se realizó tomando los valores de concentraciones patrones junto a su absorbancia, para realizar la curva correspondiente que se utilizó como base, para observar que tanto se desvían las demás lecturas comprendidas en este rango de valores. Seguidamente se tomaron los valores de concentración y absorbancia, correspondiente a una corrida diaria de lectura, valores entre los rangos de las curvas de calibrado, altas y medias. En la tabla 3.9 y 3.10 se muestran los resultados.

Tabla 3.9 Valores de concentración y absorbancia para ser introducidos en la curva de calibración media, del equipo de absorción atómica

Muestra	Concentración (mg/L)	Absorbancia
1	0,47	0,01
2	0,67	0,02
3	0,56	0,02
4	15,42	0,46
5	1,25	0,04
6	2,03	0,06
7	3,42	0,11
8	14,92	0,44
9	3,08	0,10
10	1,10	0,03

Tabla 3.10 Valores de concentración y absorbancia para ser introducidos en la curva de calibración alta, del equipo de absorción atómica

Muestra	Concentración (mg/L)	Absorbancia
1	30,78	0,3016
2	38,40	0,3814
3	45,38	0,4565
4	54,15	0,5589
5	28,72	0,5589
6	22,035	0,1780

Con los valores mostrados en el apéndice B, en las tablas B.13, se procedió a graficar la curva de calibración media y con los valores de la tabla 3.9 se procedió a verificar si los valores de absorbancia son proporcionales a los valores de concentración, tal como lo expresa la ley de Beer. Las gráficas producidas se encuentran expresadas en el capítulo 4.

3.4 Análisis estadístico de la eficiencia de los procesos de preparación y análisis

El estudio estadístico se realizó con la finalidad de comprobar la existencia o no de diferencias significativas en los resultados de medición provenientes de ambos procesos.

3.4.1 Área de preparación mecánica

En esta área se verificó la precisión que se aplica en el laboratorio en la preparación de las muestras de minerales. Los datos obtenidos de estos ensayos son empleados para determinar el error consistente en cada etapa.

- **Trituración**

Según lo establecido por el laboratorio y expuesto anteriormente, el material a la salida del triturador de mandíbula debe ser menor a 2 mm, con un 80% pasante del mineral molido a través del tamiz de tamaño correspondiente. Esta etapa es fundamental para obtener un correcto pulverizado de las muestras y a su vez contribuir con la vida útil de los equipos de pulverización. Por lo que se evaluó esta área realizando un

gráfico de control correspondiente al equipo bajo estudio, el cual se encuentra en el capítulo 4.

También se calculó la media del porcentaje de malla número 10, para el producto de trituración, utilizando los datos de la tabla 3.25 y la ecuación 2.25, de la siguiente manera:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{Xi}{N} = \frac{634,22}{10} = 63,42\%$$

Una vez obtenido este valor se procedió a calcular los valores de $(Xi - \bar{X})$ y $(Xi - \bar{X})^2$, para cada número de corrida, de los valores mostrados en la tabla 3.25, de la siguiente manera:

$$(Xi - \bar{X}) = (49,53 - 63,42) = -13,89$$

$$(Xi - \bar{X})^2 = (-13,89)^2 = 192,9060$$

Se realizó el mismo procedimiento para las demás corridas. Los resultados se encuentran reportados en las tablas 3.25, también allí se refleja la sumatoria de $(Xi - \bar{X})$ y $(Xi - \bar{X})^2$.

Utilizando los datos de la tabla 3.25, se procedió a calcular la varianza y desviación estándar del proceso de trituración, utilizando las ecuaciones 2.24 y 2.26, de la siguiente manera:

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(Xi - \bar{X})^2}{N - 1} = \frac{(749,3741)}{9} = 83,2638$$

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{749,3741}{9}} = 9,1249$$

Los resultados para el proceso de trituración, se encuentran reportados en la tabla 3.26.

- **Cuarteo**

Para este equipo se realizó la evaluación estadística, ya expresada en la sección 3.2.3.

- **Pulverización**

Según lo establecido por el laboratorio y expuesto anteriormente, el material a la salida de las pulverizadoras debe ser de un tamaño de partícula menor a 0,075 mm, con un 93% de material pasante por su tamiz correspondiente. Este tamaño de partículas para análisis del mineral se obtiene en las pulverizadoras de anillos. También es importante mencionar que este tamaño de partícula debe cumplirse ya que facilitaría un mejor proceso de fundición, donde los fundentes utilizados abarcarían mayor área de contacto con el material, por lo tanto se evaluó esta área realizando el gráfico de control correspondiente al equipo bajo estudio, el cual se encuentra expresado en el capítulo 4.

También se calculó la media del porcentaje de malla número 200, para el producto de pulverización, utilizando los datos de la tabla 3.27 y la ecuación 2.25, de la siguiente manera:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{X_i}{N} = \frac{874,18}{10} = 87,42\%$$

Una vez obtenido este valor se procedió a calcular los valores de $(X_i - \bar{X})$ y $(X_i - \bar{X})^2$, para cada número de corrida, de los valores mostrados en la tabla 3.27, de la siguiente manera:

$$(X_i - \bar{X}) = (67,97 - 87,42) = -19,45$$

$$(X_i - \bar{X})^2 = (-19,45)^2 = 378,4575$$

Se realizó el mismo procedimiento para las demás corridas. Los resultados se encuentran reportados en las tablas 3.27, también allí se refleja la sumatoria de $(X_i - \bar{X})$ y $(X_i - \bar{X})^2$.

Utilizando los datos de la tabla 3.27, se procedió a calcular la varianza y desviación estándar del proceso de pulverización, utilizando las ecuaciones 2.24 y 2.26, de la siguiente manera:

$$S^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1} = \frac{(567,4038)}{9} = 63,0449$$

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{567,4038}{9}} = 7,9401$$

Los resultados para el proceso de pulverización, se encuentran reportados en la tabla 3.28.

3.4.2 Área de análisis químico

El procedimiento de análisis químico representa una sección destinada a la captación de los valores analíticos, la cual determina si los resultados arrojados por el procedimiento son técnicamente válidos. Para establecer cualquier diferencia, el laboratorio químico industrial La Emilia, estudia la aceptación de los valores analíticos, utilizando como base materiales sólidos, de referencia certificados, identificados con las siguientes siglas:

- SQ28_(s) con concentración de 30,14 ppm
- OXE56_(s) con concentración de 0,611 ppm
- OXP50_(s) con concentración de 14,89 ppm
- DV01_(s) con concentración de 1,276
- OXP48_(s) con concentración de 3,55 ppm
- SI25_(s) con concentración de 1,801 ppm

También este laboratorio aplica los siguientes controles internos, cuarzo blanco sin el analito, (COURSE BLANK), duplicado de pulverizado (DP), duplicado de cuarteo (DC) y duplicado de alguna muestra tomada al azar. Estos controles fueron introducidos dentro de cada lote de muestras analizadas por el laboratorio, ellos permitieron comprobar la validez de los resultados.

3.5 Diseño de un manual de procedimientos, para un mejor funcionamiento del laboratorio químico industrial

A fin de lograr un mejor funcionamiento en el laboratorio, y una futura acreditación, se planteó como objetivo el diseño de un manual de procedimientos, que es la documentación del sistema de calidad, la cual es una actividad fundamental a realizar y que abarca de una forma organizada, todos los procedimientos empleados en el laboratorio.

Para la realización del manual, se revisaron todos los procedimientos existentes en el laboratorio, y se adecuaron cada uno de ellos a lo que realmente se está llevando a cabo en el laboratorio. La redacción del manual se realizó con la ayuda del departamento de planificación de la empresa, usando términos lo suficientemente claros y sencillos. El manual de procedimientos se encuentra en el apéndice C.

3.6 tablas de resultados

Tabla 3.11 Valores de humedad en base seca, obtenidos durante el secado de muestras de minerales

N°	Tiempo (h)	X_i (g agua/g Ss)	X_L (g agua/g Ss)
1	0,0	0,0309	0,0288
2	0,5	0,0134	0,0113
3	1,0	0,0093	0,0072
4	1,5	0,0082	0,0061
5	2,0	0,0072	0,0051
6	2,5	0,0062	0,0041
7	3,0	0,0052	0,0031
8	3,5	0,0041	0,0020
9	4,0	0,0021	0,0000

Tabla 3.12 Valores de velocidad de secado

ΔX	Δt	$\Delta X/\Delta t$	N (g agua evaporada/ h.m ²)
-0,0175	0,5	-0,0351	50,0523
-0,0041	0,5	-0,0082	11,7770
-0,0010	0,5	-0,0021	2,9443
-0,0010	0,5	-0,0021	2,9443
-0,0010	0,5	-0,0021	2,9443
-0,0010	0,5	-0,0021	2,9443
-0,0010	0,5	-0,0021	2,9443
-0,0021	0,5	-0,0041	5,8885
0,0000	0,5	0,0001	-0,1089

Tabla 3.13 Porcentaje de material que paso a través de malla número 10, para muestras de minerales

N° de corrida	% Malla N° 10
1	49,53
2	59,78
3	82,50
4	71,27
5	70,20
6	58,55
7	61,34
8	62,35
9	61,46
10	57,23

Tabla 3.14 Valores de los porcentaje de material retenido en la malla número 10

N° de corrida	% Material retenido en la malla
1	50,47
2	40,22
3	17,50
4	28,73
5	29,80
6	41,45
7	38,66
8	37,65
9	38,55
10	42,77

Tabla 3.15 Valores de las pérdidas por acumulación en la trituradora de mandíbula secundaria

N° de corrida	Pérdida por acumulación (g)
1	6,80
2	9,30
3	2,50
Promedio	6,20

Tabla 3.16 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente a cada lado del cuarteador Jones

N° de cuarteo	Lado A		Lado B	
	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$
1	-19,28	371,7184	19,46	378,6916
2	3,32	11,0224	-4,04	16,3216
3	0,12	0,0144	1,46	2,1316
4	23,02	529,9204	-22,34	499,0756
5	-16,28	265,0384	17,26	297,9076
6	-14,38	206,7844	12,66	160,2756
7	-11,38	129,5044	10,16	103,2256
8	-8,48	71,9104	9,96	99,2016
9	24,22	586,6084	-24,74	612,0676
10	19,12	365,5744	-19,84	393,6256
Σ		2538,096		2562,524

Tabla 3.17 Valores de la media, desviación estándar y de la varianza para cada lado del cuarteador Jones

Lados del cuarteador	\bar{X}	S	S ²
A	414,78	16,7932	282,0107
B	382,14	16,8738	284,7249
S		16,8335	

Tabla 3.18 Porcentaje de material que paso a través de la malla número 200, para muestras de minerales

N° de corrida	% Malla N° 200
1	67,97
2	86,61
3	90,35
4	79,75
5	90,10
6	93,40
7	92,85
8	90,70
9	89,15
10	93,30

Tabla 3.19 Valores de los porcentaje de material retenido en la malla número 200

N° de corrida	% Material retenido en la malla
1	32,03
2	13,39
3	9,65
4	20,25
5	9,90
6	6,60
7	7,15
8	9,30
9	10,85
10	6,70

Tabla 3.20 Porcentaje de material que paso a través de la malla número 200, para diferentes tiempos de pulverización en muestras de minerales

N° de corrida	Tiempo (min)	% Malla N° 200
1	0:30	79,71
2	1:00	89,41
3	1:30	98,80
4	2:00	99,30
5	2:30	99,55
6	3:00	99,80

Tabla 3.21 Valores de los tiempos promedios de cada punto en la plancha

Puntos en la plancha	Punto 1 (min)	Punto 2 (min)	Punto 3 (min)	Punto 4 (min)	Punto 5 (min)
\bar{X}	2,64	2,64	2,37	2,48	2,16

Tabla 3.22 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, para pesas patrones de 5 y 10 mg, usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente a la microbalanza

Pesas patrón	M = 5 mg		M = 10 mg	
	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^7)$	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^7)$
\bar{X}	4,9958		10,1466	
N ° Corrida				
1	0,0023	52,90	0,0005	2,50
2	-0,0007	4,90	0,0000	0,00
3	0,0021	44,10	0,0003	0,90
4	0,0000	0,00	-0,0011	12,10

Tabla 3.22 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, para pesas patrones de 5 y 10 mg, usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente a la microbalanza (continuación)

Pesas patrón	M = 5 mg		M = 10 mg	
	\bar{X}		\bar{X}	
	4,9958		10,1466	
N ° Corrida	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^7)$	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^7)$
5	-0,0007	4,90	0,0003	0,90
6	0,0006	3,60	-0,0001	0,10
7	0,0022	48,40	0,0006	3,60
8	0,0005	2,50	0,0007	4,90
9	-0,0004	1,60	-0,0003	0,90
10	-0,0009	8,10	-0,0001	0,10
11	-0,0008	6,40	0,0004	1,60
12	-0,0005	2,50	0,0004	1,60
13	-0,0020	4,00	-0,0008	6,40
14	0,0000	0,00	0,0002	4,00
15	0,0003	0,90	-0,0003	0,90
16	0,0005	2,50	0,0007	4,90
17	-0,0004	1,60	-0,0010	10,00
18	-0,0007	4,90	0,0000	0,00
19	0,0005	2,50	-0,0003	0,90
20	-0,0015	22,50	-0,0011	12,10
Σ		$2,5480 \cdot 10^{-5}$		$6,480 \cdot 10^{-6}$

Tabla 3.23 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, para pesas patrones de 20 y 50 mg usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente a la microbalanza

Pesas patrón	M = 20 mg		M = 50 mg	
\bar{X}	20.0142		50.1208	
N ° Corrida	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^5)$	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2 \cdot (10^7)$
1	-0,0452	204,30	-0,0005	2,50
2	-0,0457	208,80	-0,0007	4,90
3	-0,0452	204,30	-0,0007	4,90
4	0,0092	8,50	0,0040	160,00
5	-0,0127	16,10	-0,0008	6,40
6	0,0123	15,10	-0,0027	72,90
7	-0,0035	1,20	-0,0005	2,50
8	0,0114	13,00	0,0030	90,00
9	0,0104	10,80	-0,0008	6,40
10	0,0105	11,00	0,0016	25,60
11	0,0087	7,60	-0,0024	57,60
12	0,0098	9,60	-0,0034	115,60
13	0,0092	8,50	-0,0007	4,90
14	0,0109	11,90	-0,0004	1,60
15	0,0105	11,00	0,0009	8,10
16	0,0094	8,80	0,0006	3,60
17	0,0089	7,90	-0,0028	78,40
18	0,0125	15,60	0,0034	115,60
19	0,0101	10,20	-0,0006	3,60
20	0,0094	8,84	0,0032	102,40

Tabla 3.24 Valores de varianza y desviación estándar correspondiente a cada pesa patrón utilizada en el análisis de la microbalanza

Pesas patrón	\bar{X}	$\sum(X_i - \bar{X})^2$	$\sum (X_i - \bar{X})^2 / N - 1 = S^2. (10^8)$	S
M = 5 mg	4.9958	1.274E-06	6,70526	0.0002589
M = 10 mg	10.1466	3.240E-07	1,70526	0.0001306
M = 20 mg	20.0142	3.970E-04	2089,47	0.0045711
M = 50 mg	50.1208	4.338E-06	22,8316	0.0004778

Tabla 3.25 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente al proceso de trituración

N ° de corrida	% Malla N° 10	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$
1	49,53	-13,89	192,9060
2	59,78	-3,64	13,2844
3	82,50	19,08	364,2368
4	71,27	7,85	61,6810
5	70,20	6,78	45,9684
6	58,55	-4,87	23,6958
7	61,34	-2,08	4,3112
8	62,35	-1,07	1,1474
9	61,46	-1,97	3,8612
10	57,23	-6,19	38,2818
Σ	634,22		749,3741

Tabla 3.26 Valores de promedio, varianza y desviación estándar, correspondiente al proceso de trituración

\bar{X}	$\sum(X_i - \bar{X})^2$	$\sum(X_i - \bar{X})^2 / N - 1 = S^2$	S
63,42	749,3741305	83,2638	9,1249

Tabla 3.27 Valores de $(X_i - \bar{X})$, $(X_i - \bar{X})^2$ y la sumatoria de estos, usados para calcular la varianza y desviación estándar, correspondiente al proceso de pulverización

N ° de corrida	% Malla N° 200	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$
1	67,97	-19,45	378,4575
2	86,61	-0,81	0,6615
3	90,35	2,93	8,5849
4	79,75	-7,67	58,8289
5	90,10	2,68	7,1824
6	93,40	5,98	35,7999
7	92,85	5,43	29,5237
8	90,70	3,28	10,7584
9	89,15	1,73	2,9929
10	93,30	5,88	34,6138
Σ	874,18		567,4038

Tabla 3.28 Valores de promedio, varianza y desviación estándar, correspondiente al proceso de pulverización

\bar{X}	$\sum(X_i - \bar{X})^2$	$\sum(X_i - \bar{X})^2 / N - 1 = S^2$	S
87,42	567,4037818	63,0449	7,9401

CAPITULO 4

DISCUSIÓN DE RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Completados todos los procedimientos experimentales, recolección de datos y los cálculos correspondientes, en el laboratorio químico industrial La Emilia, precisos para evaluar los procesos de preparación y análisis de muestras; se procedió a la discusión de resultados de las etapas planteadas previamente, como se expone a continuación:

4.1 Reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras que recibe el laboratorio

Con la finalidad de realizar un trabajo ordenado en el laboratorio químico industrial La Emilia, asegurando las porciones necesarias de muestra de minerales a utilizar, realizando un manejo adecuado de los equipos utilizados en el laboratorio, así como la disposición del tiempo de trabajo, se realizó un procedimiento experimental para la efectiva evaluación del proceso de preparación y análisis, que se utiliza en la determinación de la cantidad de oro, contenido en las diferentes muestras de minerales que maneja el laboratorio. Con este procedimiento también se obtuvo un efectivo cumplimiento de las demás etapas del presente trabajo.

En la reproducción del procedimiento experimental, se realizó en primera instancia una recopilación de los datos de funcionamiento de los diferentes equipos, que forman parte del sistema de preparación y análisis de muestras en el laboratorio, obteniendo los datos de diseño de cada equipo

principal que se utilizan en estas áreas. Estos datos se muestran en el apéndice B, en las tablas del B.1 a la B.12, mostrando las características de operación de cada equipo, datos bibliográficos, control de funcionamiento y condiciones ambientales. Conociendo los datos de funcionamiento de cada equipo, se puede saber a que recurrir en caso de alguna variación de datos de diseño a datos experimentales.

Posteriormente se revisó cada procedimiento establecido en el laboratorio, rutinas de trabajo del personal que allí opera, las recomendaciones de seguridad como las actividades diarias de trabajo. Luego se realizó el procedimiento experimental, el cual se muestra en la figura 4.1, donde se observan todas las etapas empleadas en el proceso de preparación y análisis de muestras.

Con base al diagrama de flujo disponible, se procedió a realizar un formato de trabajo; comenzando con la primera etapa que es la recepción de muestras (codificación), a fin de obtener una mejor codificación de los lotes de muestras que llegan al laboratorio, donde se incluye la fecha de llegada, la empresa minera que envía las muestras, cantidad de muestras, por quien es recibida las muestras y la fecha de reporte de los resultados.

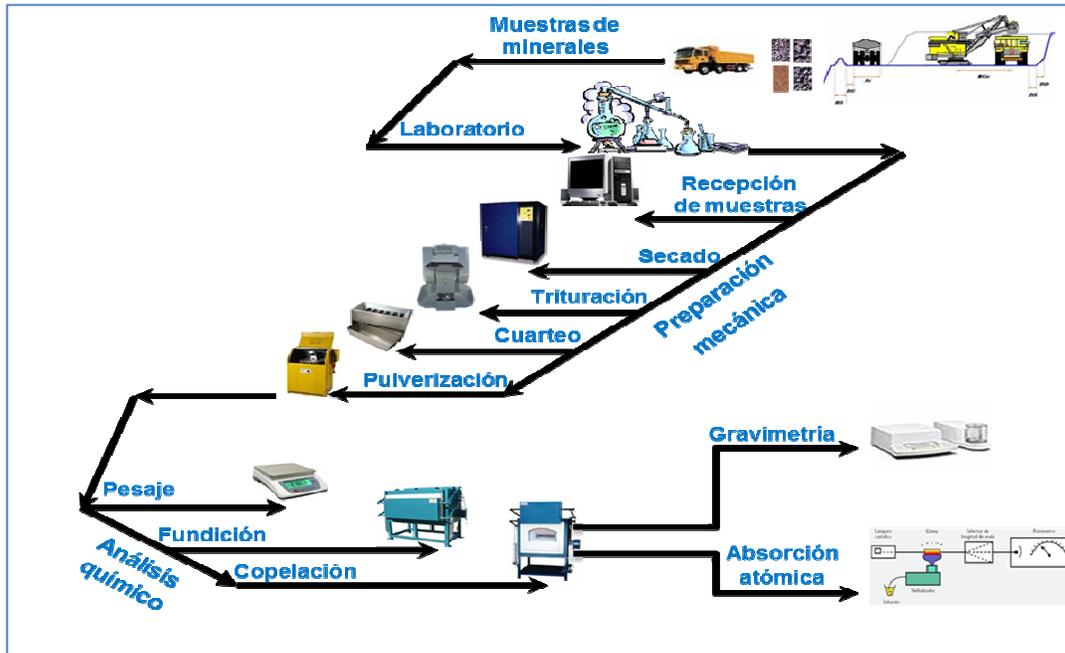


Figura 4.1 Diagrama de bloque del laboratorio industrial La Emilia. El Dorado.

Seguidamente después de la etapa de recepción, se encuentra la etapa de secado, donde se obtuvieron las curvas de secado en función del tiempo, las cuales permitirán obtener el tiempo que tardan las muestras en secarse. Luego se encuentran las etapas de trituración, cuarteo, pulverización, pesaje, fundición, copelación, ataque químico, espectrometría y absorción atómica, a las cuales también se les realizó su procedimiento experimental de evaluación. Obteniendo la media, varianza desviación estándar de los resultados emitidos por cada uno de los equipos pertenecientes a estas etapas de preparación y análisis de muestras.

4.2 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras: secado, trituración, cuarteo, pulverización y pesaje

4.2.1 Evaluación del horno de secado Quincy

En la figura 4.2 se puede observar la tendencia de la curva de secado en función del tiempo, donde se aprecia que la humedad libre va disminuyendo, siguiendo un comportamiento típico de materiales sólidos, se distingue que la curva presenta una velocidad decreciente, este descenso se relaciona con la pérdida significativa de humedad del sólido.

El mayor valor de humedad libre que se obtuvo fue de 0,0288 g agua/ gSs, la cual se encuentra por debajo de la humedad inicial del sólido 0,0309 g agua/ gSs y por encima de la humedad de equilibrio 0,0021 g agua/ gSs, la mayor pérdida de humedad está antes de la primera hora de secado. Este periodo de descenso es controlado por mecanismos internos de transferencia de masa, donde la resistencia está esencialmente en su interior. Para estas muestras se obtuvo un tiempo de secado de cuatro horas. Es importante mencionar que en la actualidad, en el laboratorio, el tiempo de secado que duran las muestras en este horno, es de tres a cuatro horas, dependiendo de la cantidad de humedad inicial con que lleguen las muestras al laboratorio.

Geankoplis (1998), hace recomendaciones para predecir las pérdidas de peso de humedad durante el proceso de secado, donde estas pérdidas pueden determinarse a diferentes intervalos de tiempo y la operación deben realizarse sin interrupciones; pero el horno de secado utilizado en el laboratorio químico industrial La Emilia, no posee la condición interna de

pesaje, si no que se tuvo que realizar el proceso, abriendo la estufa cada 30 min para tomar las bandejas y luego pesarlas.

También, resulta interesante mencionar la importancia que tienen para estos materiales un adecuado proceso de secado, ya que los posteriores procesos de preparación de muestras, requieren trabajar con materiales de baja humedad, y así mantener la vida útil de los equipos.

En la figura 4.3, se observan los cambios de velocidad de secado en función de la humedad libre, se muestra un comportamiento típico de secado de sólidos. Para el periodo de ajuste, existe un pronunciado descenso de velocidad de secado, con valores desde 11,78 g agua/ m².h hasta un valor de 2,94 g agua/ m².h. Seguidamente hay un corto periodo de velocidad constante, donde se llega a más baja humedad, manteniendo una pendiente cero, debido a que se redujo el tamaño del sólido en el horno y se aumento su área superficial.

Luego se presenta el periodo decreciente, es algo corto, lo que quiere decir que ya no hay suficiente agua en la superficie de las muestras de minerales y la velocidad de secado, disminuye con mayor rapidez, también se observa un aumento en este periodo de descenso y luego una caída, esto se debe a la heterogeneidad del material sólido de los suelos y también a las condiciones en que se realizó la prueba de secado.

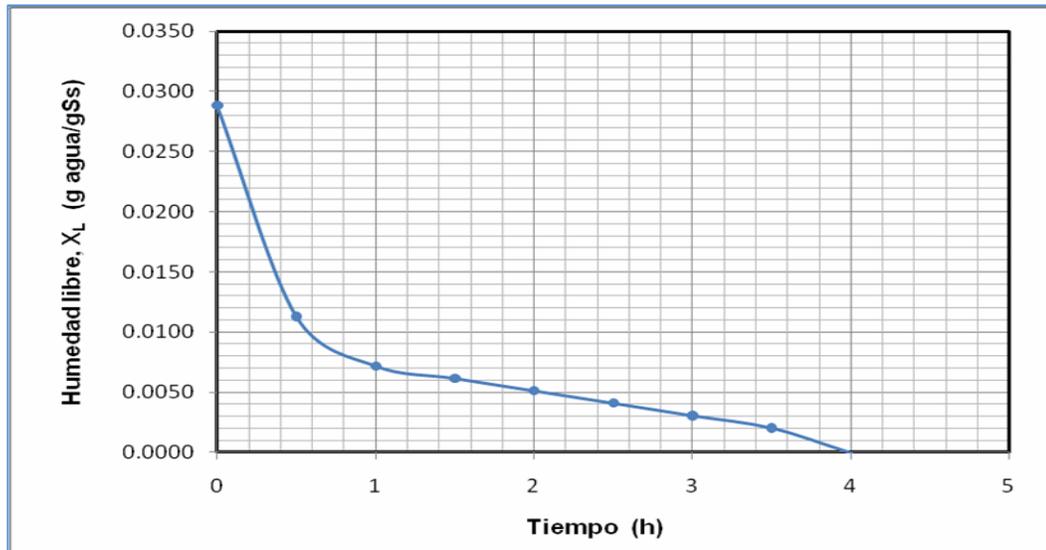


Figura 4.2 Curva de humedad libre en función del tiempo de secado de muestras de minerales

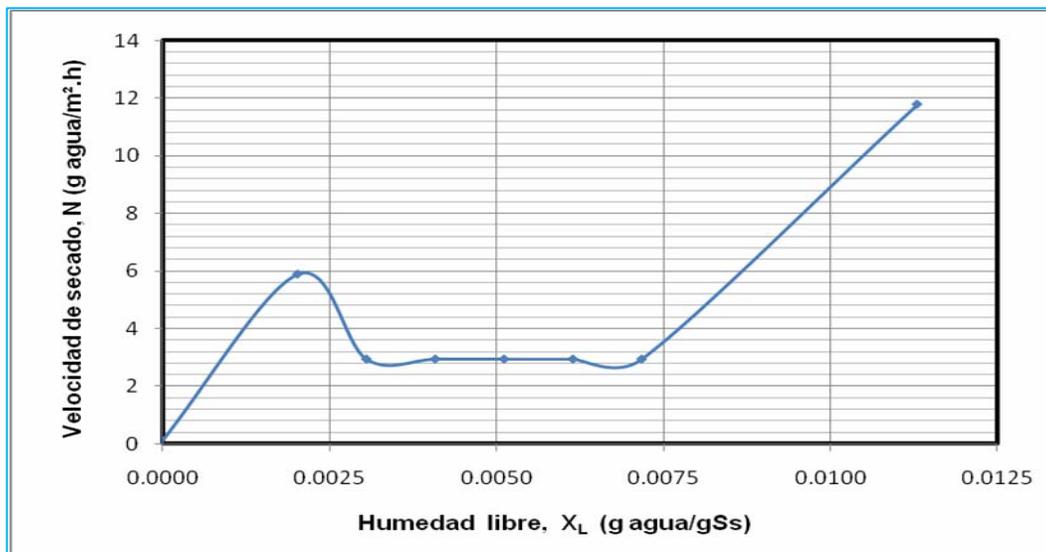


Figura 4.3 Curva de velocidad de secado de muestras de minerales en función de la humedad libre

4.2.2 Evaluación de la trituradora de mandíbula secundaria

Para este equipo se construyó un gráfico de control, mostrada en la figura 4.4, con límite superior e inferior de trabajo, fijados por el laboratorio y que dependen de la cantidad de material pasante por las mandíbulas de la trituradora. Este gráfico servirá para mantener el control de operación en la trituradora de mandíbula secundaria.

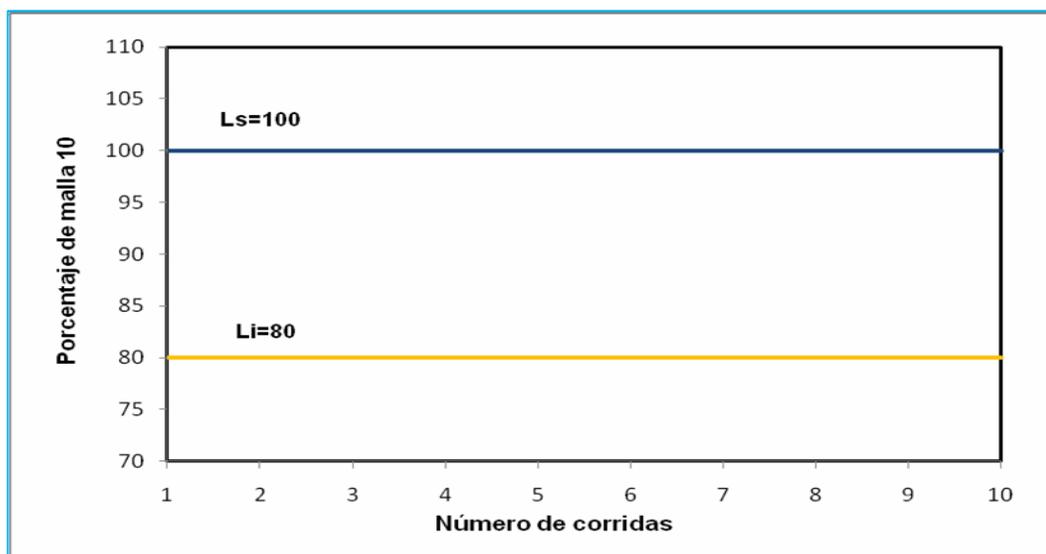


Figura 4.4 Gráfico de control para la trituradora de mandíbula secundaria

En la figura 4.5, se muestra que existe muy poca tendencia de los porcentajes de material pasante por la malla número 10, por encima del límite fijado (80 %), presentando la mayoría de puntos, fuera de este. Al investigarse las razones porque los valores se encontraban fuera de los límites, se encontró que el equipo se desajusta, debido a que las correas de las mandíbulas se abren, y hace que las muestras pasen de una forma muy rápida por las mandíbulas, durante el proceso de trituración, reduciendo el

tiempo de quiebre del material y teniendo un menor contacto entre las partículas, obteniendo tamaños superiores de material triturado, con respecto al requerido.

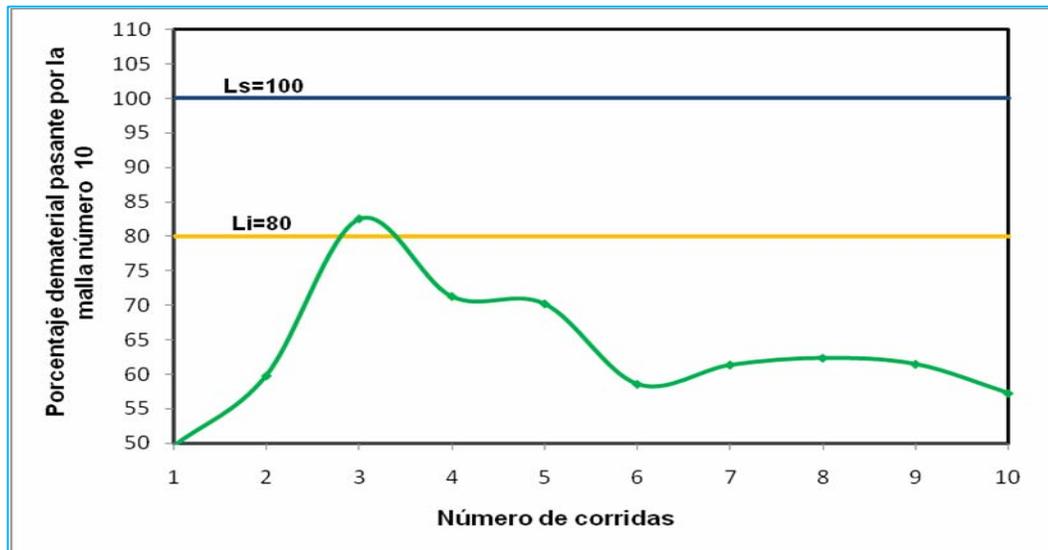


Figura 4.5 Gráfico de control de la trituradora de mandíbula secundaria, incluyendo los porcentajes de material pasante por la malla número 10 para una serie de corridas

A la trituradora de mandíbula, también se le calculó el porcentaje de material retenido en la malla, comprendiéndose este entre 17 y 60 %, estos altos valores se deben a lo mencionado anteriormente, de que hay un deterioro en el equipo y también del tiempo de uso que ya tiene la trituradora de mandíbula secundaria. Por otro lado, se sabe que todas las trituradoras en su interior retienen una cantidad de material durante un proceso de trituración, por lo que se determinó la cantidad acumulada de material para este tipo de equipo, obteniendo un valor de 6,20. Por lo tanto se le debe sumar esta cantidad de material retenido a la cantidad de material a triturar.

4.2.3 Evaluación del cuarteador Jones

En la figura 4.6 se puede observar que las distribuciones de masa de un lado del cuarteador con respecto al otro, son relativamente cercanas, eso indica que el cuarteador está operando en favorables condiciones, y los valores de masa obtenidos para cada lado, se encuentran cercanos a la mitad de la masa total utilizada, que para este caso fue de 800 g, pero las diferencias se deben, a que la mayoría de muestras contienen diminutas partículas de sólidos, y estas se pierden con más rapidez al ambiente. En las corridas número 9 y 10, se observa más este fenómeno, donde los valores de masa allí distribuidos para cada lado del cuarteador, se desvían más, de la media aritmética, siendo esta de 414,78 g para el lado A y 382,14 g para el lado B.

También es importante mencionar que la principal función de un cuarteador es, homogenizar la muestra y dividirla en partes más pequeñas, pero debido a la poca diferencia de la desviación estándar entre los lados, 16,7932 para el lado A y 16,8738 para el lado B, se puede decir que al cuartear un material, se puede tomar cualquiera de las dos muestras obtenidas durante un cuarteo sencillo, sea la del lado A o la del lado B, ya que no representa una incidencia significativa en los resultados analíticos.

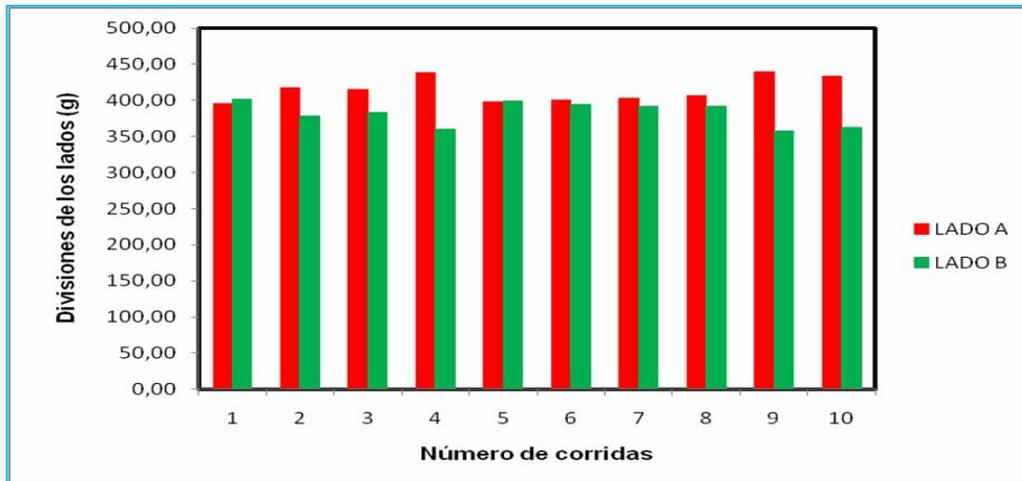


Figura 4.6 Masas divididas por el cuarteador Jones, tanto para el lado A como para el lado B

4.2.4 Evaluación del pulverizador de anillo

Para este equipo se construyó un gráfico de control, mostrada en la figura 4.7, con límite superior e inferior de trabajo, fijados por el laboratorio. Este gráfico servirá para mantener el control de operación en el pulverizador de anillo.

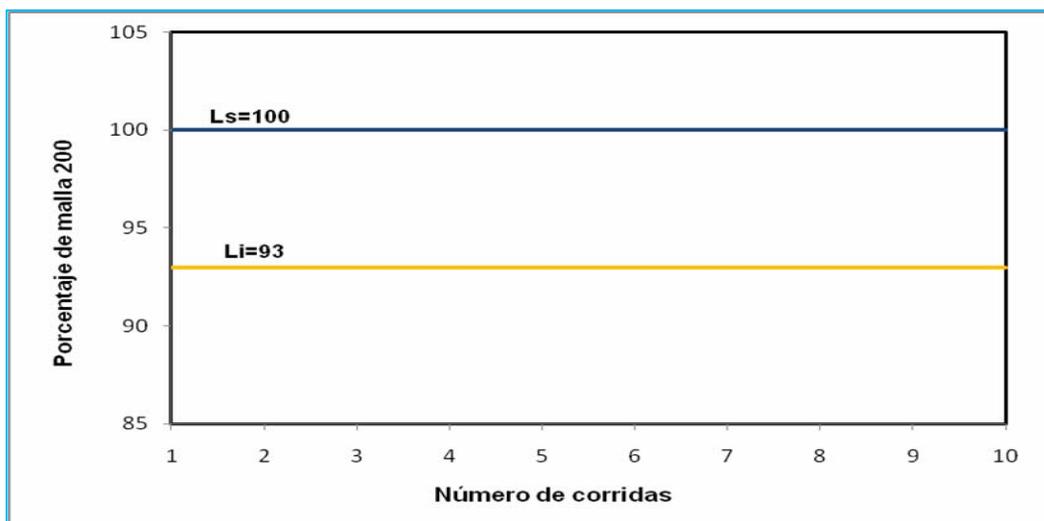


Figura 4.7 Gráfico de control para el pulverizador de anillo

En la figura 4.8 se puede observar que la tendencia de los valores del porcentaje de material pasante por la malla número 200, están cercanos al valor requerido por el laboratorio (93 %), esto puede ser ocasionado por la calidad de los anillos con que opera el pulverizador, lo que indica que este equipo, está cumpliendo con los parámetros de trabajo requeridos, solo que se recomienda mejorar las condiciones de la trituradora para que el producto que sale de ella, tenga un adecuado tamaño al momento de pasar a la etapa de pulverización y se evite un desgaste del pulverizador. Otro cálculo que se realizó al pulverizador de anillo, fue el porcentaje de material retenido, ya que este tipo de equipo, tiende a acumular material en su interior, en forma de polvo. En los valores de porcentaje de material retenido, se puede observar que se encuentran en rango aceptable de no mayor al 33 % del material.

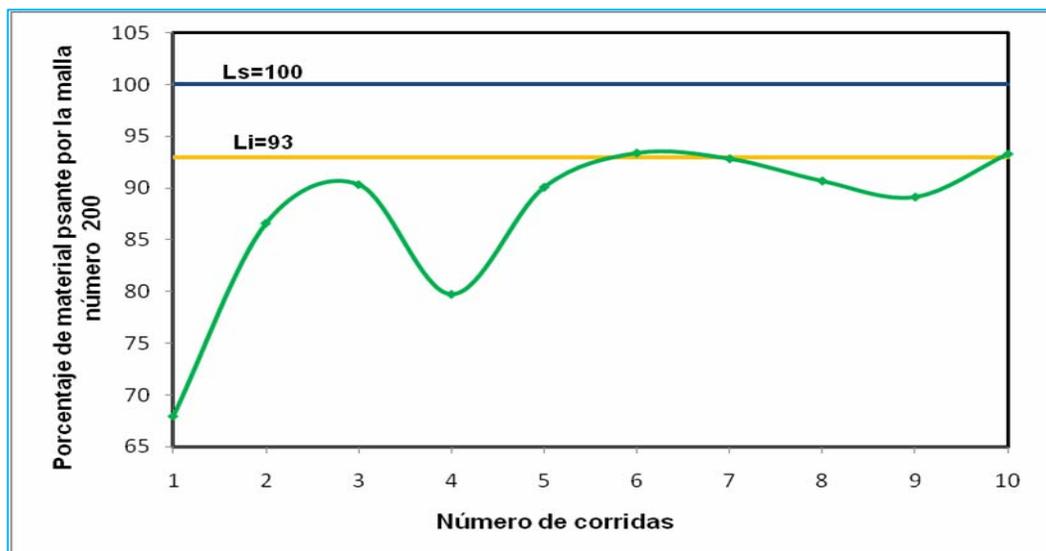


Figura 4.8 Gráfico de control de la pulverizadora de anillo, incluyendo los porcentajes de material pasante por la malla número 200, para una serie de corridas

En la figura 4.9 se observa que a medida que aumenta el tiempo de pulverizado, aumenta el porcentaje de material pasante por la malla número

200, es decir un adecuado tiempo de pulverización, garantiza el tamaño de partícula requerido, pero es interesante mencionar que las muestras de minerales son heterogéneas y no poseen las mismas características en distintos lugares que es realizado el muestreo, por ende, dependiendo del tipo de muestra, se asigna un tiempo adecuado de pulverización. Otro factor importante, es que la mayoría de los minerales en contacto con otros minerales, por mucho tiempo, cambian sus propiedades.

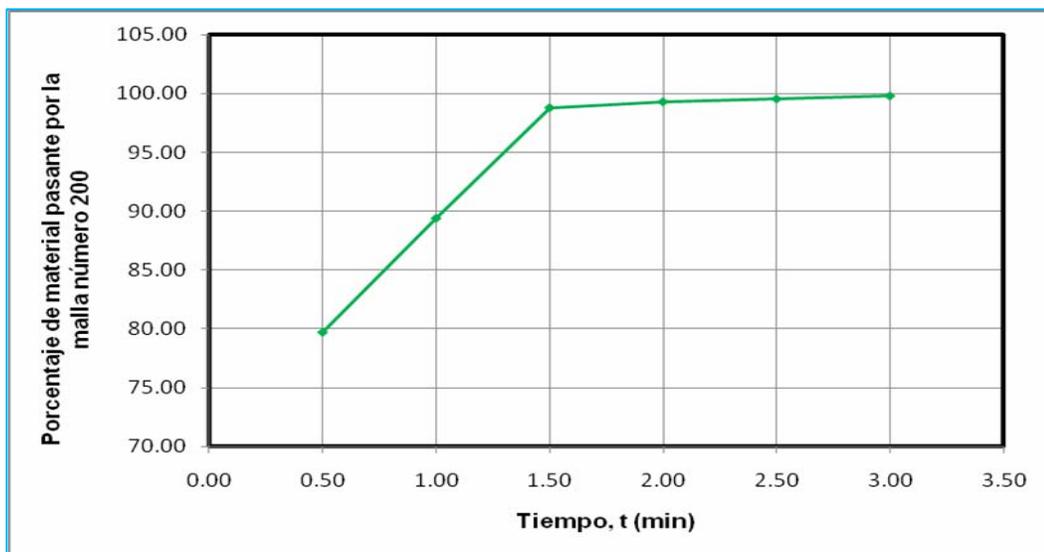


Figura 4.9 Porcentaje de material pasante por la malla número 200, en función del tiempo

4.3 Estudio de las condiciones de operación de los equipos utilizados en el proceso de análisis de muestras, gravimetría y absorción atómica

4.3.1 Evaluación de la plancha del área de ataque químico

El producto del proceso de copelación, son botones sólidos, los cuales son pasados al área de ataque químico, donde son preparados para la lectura o pesaje final, dependiendo de esto, sea para gravimetría o absorción

atómica, se debe mantener un eficiente control de temperatura en las planchas a utilizar en el área de ataque químico. Los botones se preparan con agua regia para diluir todo el botón o con ácido nítrico, para disolver la plata del botón e impurezas.

Debido a que las soluciones a utilizarse, actúan bajo un control térmico, lo que indica que la superficie total de la plancha, donde ocurre el ataque, debe tener una temperatura uniforme. El tiempo promedio que tardó el agua en hervir, fue más de dos minutos en cada punto de la plancha. Siendo muy cercanos todos los tiempos promedios, comprobando que hay uniformidad de calor en toda la superficie de la plancha.

4.3.2 Evaluación de la microbalanza (pesaje final)

La microbalanza analítica, utilizada en la determinación del peso de oro contenido en las muestras de minerales, requiere un control permanente, ya que existe una serie de factores que pueden desequilibrar el equipo, como son la vibración del suelo, condiciones no adecuadas del ambiente, más de un operador trabajando en el área, etc. Que deben estar en constante revisión a fin de que se garanticen los resultados analíticos arrojados por el equipo.

Durante la evaluación de este equipo se realizaron pruebas de varianza, para veinte corridas de peso que se ejecutaron a pesas patrones conocidas (5, 10, 20 y 50 mg). Los resultados expresados en la tabla 3.23, muestra los valores de varianza y desviación estándar. Donde se observa que para la pesa patrón de 5 mg, la varianza fue de $6,70526 \times 10^{-8} \text{ mg}^2$, y el valor de desviación estándar fue 0,0002589 mg, este valor de desviación estándar significa que es una medida que posee ese valor, con respecto a la

distancia del promedio usual de cualquier punto respecto a la media, que para este caso de pesa patrón 5 mg, la media fue de 4,9958 mg. También las medias de cada pesa patrón utilizada, dieron muy cercanas, con bajas desviaciones estándares. Comprobando así que la balanza se encuentra calibrada, y está arrojando valores confiables y veraces.

4.3.3 Evaluación del equipo de absorción atómica (lectura final)

En la figura 4.10, se puede observar que se cumple con la ley de Beer, ya que la tendencia de la gráfica es recta, mostrándose los valores de concentración y absorción (puntos rojos). La ley de Beer se cumple aun más para la curva media de calibrado, que es la más utilizada en el laboratorio, ya que en el equipo de absorción atómica, se trabajan con valores medios de concentración, solo en casos especiales se trabaja con valores altos. La figura 4.9, muestra que el equipo está arrojando valores veraces y confiables, pero en la curva de valores altos, figura 4.11, se muestra lo contrario. Esto se debe a que, el equipo al trabajar con valores altos, el mechero es modificado, y el bloqueo del nebulizador interno del equipo, causa valores erráticos y no reproductibles.

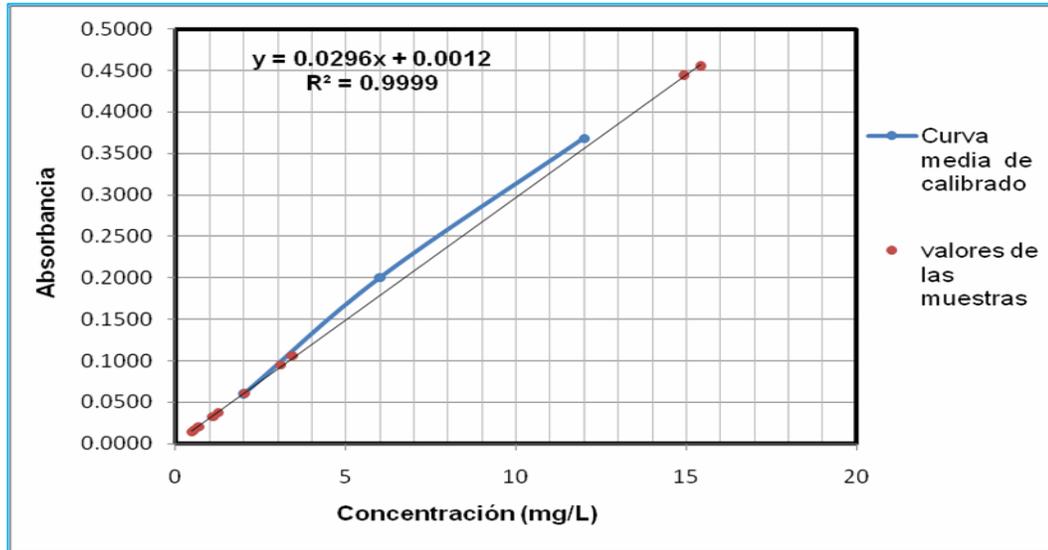


Figura 4.10 Curva de calibración para valores medios, del equipo de absorción atómica

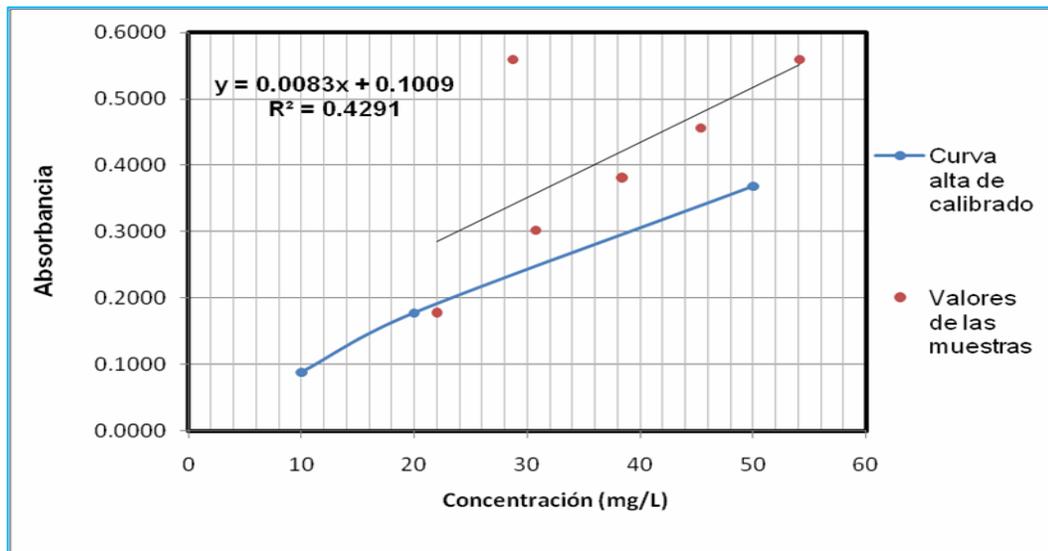


Figura 4.11 Curva de calibración para valores altos, del equipo de absorción atómica

Dentro de las condiciones internas operativas de este equipo, se establece un ajuste matemático de la curva de calibración del mismo. De allí que el equipo debe ser chequeado permanentemente con los estándares de trabajo, seleccionados previamente, según el rango de variación de las muestras analizadas. En el proceso de absorción atómica, el equipo toma los valores desviados del estándar y los ajusta a su valor nominal, calculando una nueva ecuación que genera por consiguiente una nueva curva de calibración. De esta forma se garantizan las condiciones operativas del equipo y por ende la confiabilidad y veracidad de todos los resultados analíticos, arrojados por él, en la determinación del contenido de oro, en las muestras de minerales.

En este equipo se realizó una prueba de calibrado para una serie de muestras, es decir, se tomaron los valores de concentración y absorbancia altos y medios, arrojados por el equipo, los cuales fueron introducidos en las curvas de calibrado.

4.4 Análisis estadístico de la eficiencia de los procesos de preparación y análisis

Con el objetivo de evaluar la eficiencia de los procesos de preparación y análisis en la determinación del contenido de oro en muestras de minerales, implementados por el laboratorio, se procedió a aplicar un análisis de varianza al porcentaje de malla de los procesos de trituración y pulverización.

- **Proceso de trituración**

En la figura 4.12 se observan que tan lejos o cerca están los valores de porcentaje de material pasante por la malla número 10, con respecto a los

valores de la media. Para una desviación estándar de 9,12 y una varianza de 83,2638, se muestra que la mayoría de valores están cercanos a la media, haciéndose pequeña la desviación estándar e indicando una distribución más homogénea.

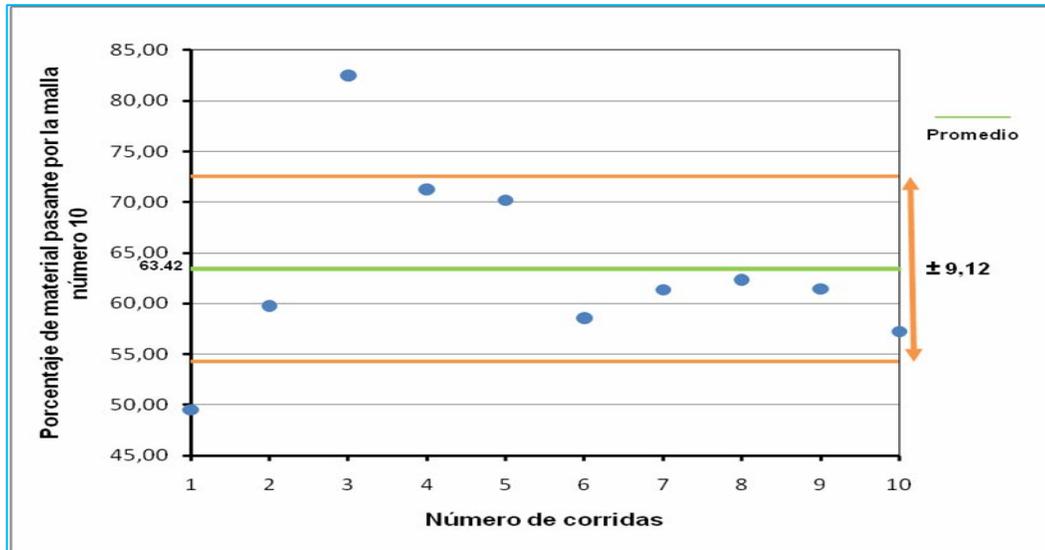


Figura 4.12 Porcentajes de material pasante por la malla número 10, con respecto al promedio de los resultados

- **Proceso de cuarteo**

Se observa en la figura 4.13, que los valores de masa distribuidos para el lado A del cuarteador, la mayoría están por encima del valor de la mitad del material utilizado, que para este caso es de 800 g, y la mayoría de estos valores están medianamente cercanos a la media. El análisis estadístico de varianza y desviación estándar para el proceso de cuarteo, dio como resultado 16,79 de desviación estándar y 282,0177 de varianza para el lado A.

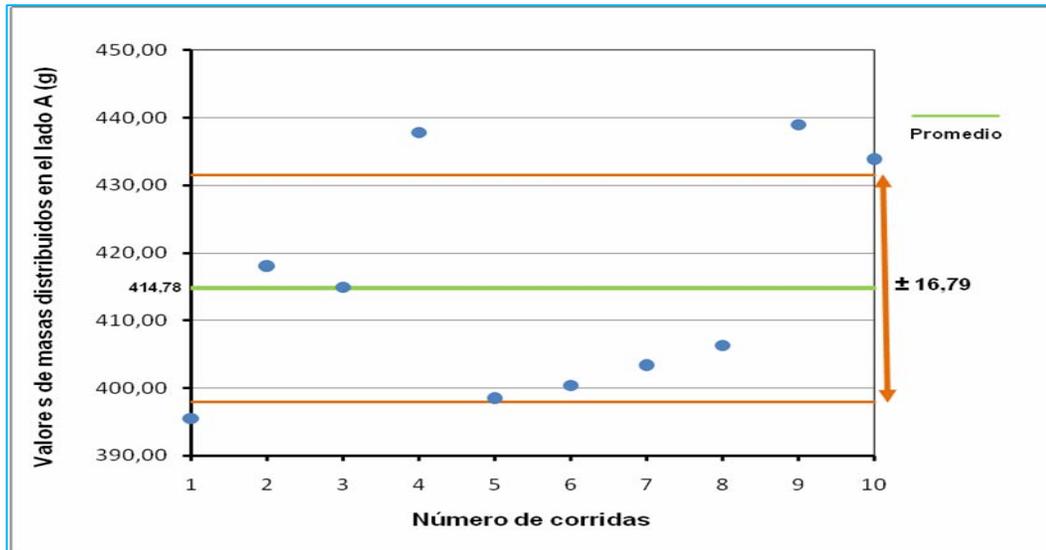


Figura 4.13 Valores de masa del lado A con respecto al promedio de los resultados

En la figura 4.14 se observa que los valores de masa distribuidos para el lado B, la mayoría están por debajo de la mitad del valor del material utilizado, lo que indica que a pesar de que hay una muy cercana distribución entre los lados del cuarteador, va a haber menor distribución para el lado donde se agregue la muestra a la tolva del cuarteador. El análisis estadístico de varianza y desviación estándar para el proceso de cuarteo, dio como resultado 16,87 de desviación estándar y 284,72 de varianza para el lado B.

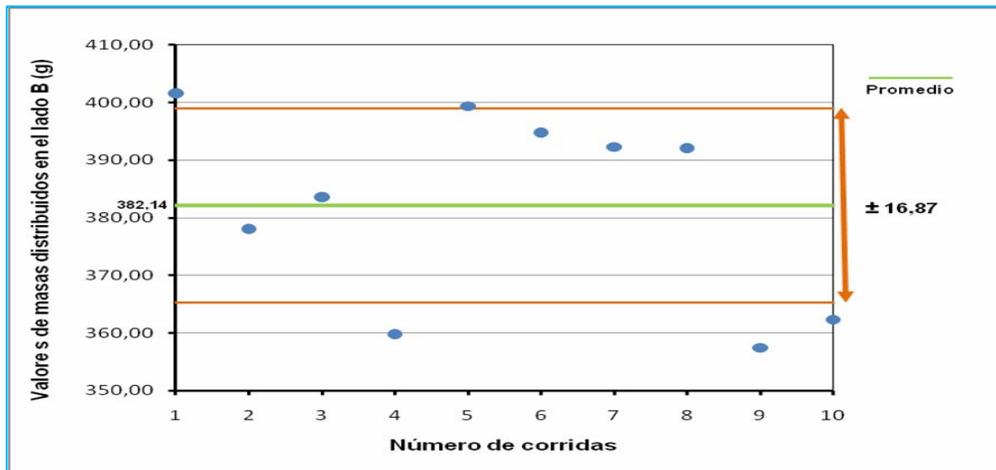


Figura 4.14 Valores de masa del lado B con respecto al promedio de los resultados

- **Proceso de pulverización**

En la figura 4.14 se observa que la mayoría de valores están cercanos a la media, por lo que, hay una distribución más homogénea entre los valores de material pasante por la malla número 200 y la desviación estándar se hace pequeña.

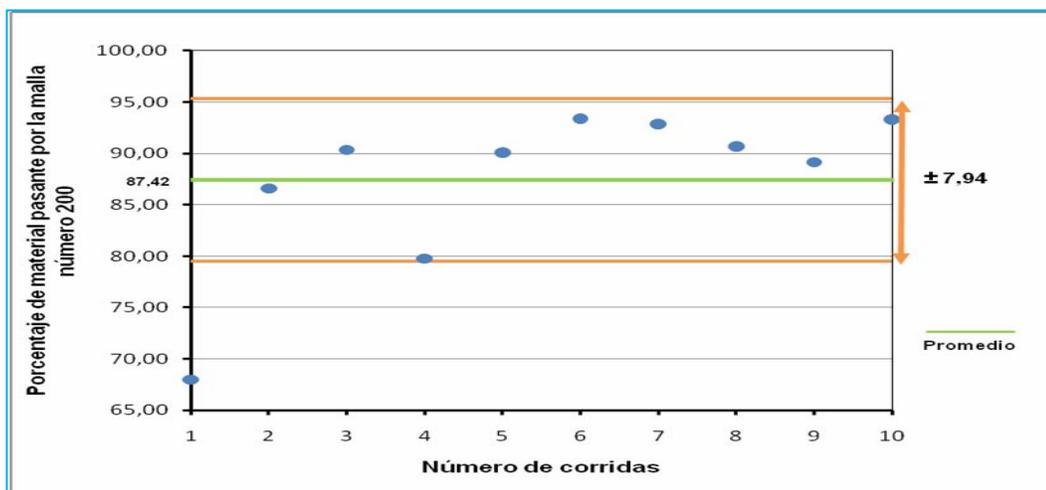


Figura 4.15 Porcentajes de material pasante por la malla número 200 con respecto a la media de los resultados

El análisis estadístico de varianza y desviación estándar para el proceso de pulverización, dio como resultado 7,94 de desviación estándar y 63,04 de varianza.

4.5 Conclusiones

1. Los procedimientos experimentales obtenidos para el proceso de preparación y análisis, se realizaron con base a la revisión de cada procedimiento establecido en el laboratorio, rutinas de trabajo del personal que allí opera, recomendaciones de seguridad, así como las actividades diarias de trabajo.
2. Se obtuvo cuatro horas de tiempo de secado para las muestras de minerales analizadas, tiempo muy parecido al que operan los hornos en el laboratorio, que es de tres a cuatro horas.
3. El mayor descenso de humedad, en las muestras de minerales analizadas en el proceso de secado, ocurre antes de la primera hora de secado
4. El proceso de cuarteo para muestras de minerales, opera adecuadamente, lográndose una equilibrada división de muestras.
5. Los valores finales, del porcentaje de material pasante por la malla número 10, pertenecientes a las trituradoras, se encuentran fuera de las especificaciones establecidas por el laboratorio.
6. Las pulverizadoras operan en condiciones adecuadas, arrojando valores de porcentaje de material pasante por la malla número 200, muy cercanos al 93 %, que es el valor establecido por el laboratorio.
7. Para la obtención de mejores resultados en el proceso de pulverización, el tiempo ideal para muestras tipo roca, debe ser de 3 min.

8. La balanza microanalítica está operando en óptimas condiciones, donde los valores de desviación estándar dieron cercanos a cero, para cada pesa patrón utilizada.
9. En el análisis estadístico de los procesos de trituración y pulverizado, la mayor desviación estándar fue del proceso de trituración, siendo ésta de 9,1249.
10. Los equipos del proceso de análisis, se ajustan a las especificaciones exigidas por el laboratorio, asegurando mayor precisión de los resultados en la cantidad de oro contenido en las muestras de minerales.
11. Se diseñó un manual de procedimientos, siguiendo los procesos que operan actualmente en el laboratorio químico industrial La Emilia, logrando un trabajo más eficiente en el laboratorio.

4.6 Recomendaciones

1. Adquirir los instrumentos de medición de temperatura necesarios para mantener un control de las condiciones operativas de los hornos de secado, fundición y copelación.
2. Desarrollar un programa permanente de capacitación para todo el personal del laboratorio en cuanto al mantenimiento de los equipos, a fin de que todos cuenten con una preparación adecuada.
3. Adquirir otra balanza analítica para el área de pesaje, para así agilizar el trabajo de esta etapa.
4. Introducir despacio el material en las trituradoras, para un mejor aprovechamiento de las mandíbulas de este equipo.
5. El producto de las trituradoras y pulverizadores, deben ser constantemente evaluadas, para mantener un mejor control.
6. Evaluar el método de trabajo del laboratorio químico industrial La Emilia, a través de una norma certificada.

BIBLIOGRAFÍA

Bermejo, M.J., Colom, M.F. y Jaramillo, J.A. (2da Ed.). (2003). *Manual del auxiliar del laboratorio*. España: Editorial MAD, S.L.

Bray, J.L, Bermúdez, D. y Mosquera J.M. (2da Ed.). (1968). *Metalurgia extractiva de los materiales no ferrosos*. España: Editorial Interciencias.

Buscarons, F. (2005). *Análisis inorgánico cualitativo sistemático*. España: Editorial Reverté, S.A.

Coulson, J.M. y Richardson, J.F. (Tomo II). (2003). *Ingeniería Química, Operaciones Básicas*. España: Editorial Reverté, S.A.

Geankoplis Christie J. (3ra Ed.). (1998). *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. México: Editorial continental, S.A.

González, J. (2004). *Evaluación de la preparación y análisis del mineral de hierro para la implementación de procedimientos de ensayos del sistema de calidad ISO 17025 en un laboratorio de la gerencia de calidad de CVG Ferrominera Orinoco C.A.* Tesis de grado, departamento de Ingeniería Química, Universidad de Oriente, Puerto La Cruz.

Groover, M. (1ra Ed.). (1997). *Fundamentos de manufactura moderna, material, procesos y sistemas*. México: Editorial Pearson Prentice Hall.

Guerra, F.J. (2006). *Evaluación del método espectrofotometría en la determinación del contenido de sílice en muestras de mineral de hierro de la*

CVG Ferrominera Orinoco C.A. Tesis de grado, departamento de Ingeniería Química, Universidad de Oriente, Puerto La Cruz.

Kume, H. (1987). *Herramientas estadísticas básicas para el mejoramiento de la calidad*, Colombia: Editorial Norma.

Leyensetter, A. (2006). *Tecnología de los oficios metalúrgicos*. España: Editorial Reverté, S.A.

Martínez, G. (2006). *Evaluación del sistema de preparación y análisis de muestras de azufre y petcoke bajo la norma COVENIN ISO 9001:2000 y ASTM en un laboratorio de minerales*. Tesis de grado, departamento de Ingeniería Química, Universidad de Oriente, Puerto La Cruz.

McCabe, W., Smith, J. y Harriott, P. (4ta Ed.). (1999). *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química*. España: Editorial McGraw-Hill.

Misari, F. (1993). *Metalurgia del oro*. Perú: Centro de estudios y promoción en ciencias de la tierra, (CEPECT).

Pere, S. (1990). *Metales resistentes a la corrosión*. España: Editorial Marcombo, S.A.

Reyes, J. (2002). *Evaluación del muestreo preparación y análisis de muestras de coque de petróleo para la implementación del sistema de calidad ISO 9002 en un laboratorio de minerales*. Tesis de grado, departamento de Ingeniería Química, Universidad de Oriente, Puerto La Cruz.

Riaño, N. (2007). (2da Ed.). *Fundamentos de química analítica básica, análisis cuantitativo*. Colombia: Editorial Universidad de Caldas.

Skoog, D.A., Holler, F.J. y Nieman, T.A. (5ta Ed.). (2001). *Principios de análisis instrumental*. España: Editorial McGraw-Hill.

Walton, H. y Reyes, J. (2005). *Análisis químico instrumental moderno*. España: Editorial Reverté, S.A.

**METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y
ASCENSO:**

TÍTULO	EVALUACIÓN DEL PROCESO DE PREPARACIÓN Y ANÁLISIS DE MUESTRAS, PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ORO, EN UN LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL
SUBTÍTULO	

AUTOR (ES):

APELLIDOS Y NOMBRES	CÓDIGO CULAC / E MAIL
Mancilla M., Jarianny Y.	CVLAC: 17.221.765 E MAIL: jari2846@hotmail.com
	CVLAC: E MAIL:
	CVLAC: E MAIL:
	CVLAC: E MAIL:

PALÁBRAS O FRASES CLAVES:

Oro

Copelación

Fundición

Secado

Contenido de oro

Varianza

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

ÀREA	SUBÀREA
Ingeniería y Ciencias Aplicadas	Ingeniería Química

RESUMEN (ABSTRACT):

Se realizó la evaluación del proceso de preparación y análisis de muestras, para la determinación del contenido de oro, en un laboratorio químico industrial. Dicha evaluación consistió, primeramente en la reproducción de un procedimiento experimental para la preparación y análisis de muestras; luego se estudió la operatividad de los equipos utilizados en el proceso de preparación de muestras, donde se examinó la humedad en función del tiempo, para los hornos de secado, mediante la construcción de las curvas de velocidad secado, y se obtuvo un tiempo de secado de 4 h para las muestras analizadas. Se analizó a través del porcentaje de pérdidas, la etapa de trituración y pulverización; el tiempo recomendable de pulverización fue de 3 min, también se determinó la desviación estándar del proceso de cuarteo, siendo esta de 16,8335 g. Posteriormente se realizó un estudio de las condiciones de operación de los equipos pertenecientes al área de análisis de muestras, correspondiente a los procesos de fundición, copelación, gravimetría y absorción atómica. Durante el estudio, sólo los resultados obtenidos de la trituradora, el cuarteador, el pulverizador y la balanza microanalítica, fueron sometidos a un control estadístico, calculando su varianza y desviación estándar. Como etapa final, con la ayuda del departamento de planificación de la empresa, se realizó el manual de procedimientos del laboratorio químico industrial La Emilia.

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:**CONTRIBUIDORES:**

APELLIDOS Y NOMBRES	ROL / CÓDIGO CVLAC / E_MAIL				
Petra Martínez	ROL	CA	AS(X)	TU	JU
	CVLAC:	V-4.902.046			
	E_MAIL	Petramartinez97@gmail.com			
	E_MAIL				
Ronal Cueva	ROL	CA	AS	TU(X)	JU
	CVLAC:	E-84.420.418			
	E_MAIL	ronalcueva@hotmail.com			
	E_MAIL				
Frank Parra	ROL	CA	AS	TU	JU(X)
	CVLAC:	V-8.265.531			
	E_MAIL	frankparrag@gmail.com			
	E_MAIL				
Alexis Cova	ROL	CA	AS	TU	JU(X)
	CVLAC:	V-11.905.328			
	E_MAIL	alexiscovab@gmail.com			
	E_MAIL				

FECHA DE DISCUSIÓN Y APROBACIÓN:

2011	08	16
AÑO	MES	DÍA

LENGUAJE. SPA

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

ARCHIVO (S):

NOMBRE DE ARCHIVO	TIPO MIME
Evaluación_contenido_de_Oro.doc	Aplication/ msword

CARACTERES EN LOS NOMBRES DE LOS ARCHIVOS: A B C D E F G H
I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z. a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v
w x y z. 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9.

ALCANCE

ESPACIAL: _____ (OPCIONAL)

TEMPORAL: _____ (OPCIONAL)

TÍTULO O GRADO ASOCIADO CON EL TRABAJO:

Ingeniero Químico

NIVEL ASOCIADO CON EL TRABAJO:

Pregrado

ÁREA DE ESTUDIO:

Departamento de ingeniería química

INSTITUCIÓN:

Universidad de Oriente. Núcleo de Anzoátegui

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

DERECHOS

De acuerdo al artículo 41 del Reglamento de Trabajo de Grado:

“Los Trabajos de Grado son exclusiva propiedad de la Universidad y solo podrán ser utilizados a otros fines con el consentimiento del Consejo de Núcleo respectivo, quien lo participará al Consejo Universitario”

Mancilla M., Jarianny Y.

AUTOR

Ing. Petra Martínez, (M.Sc.)

TUTOR

Ing. Frank Parra

JURADO

Ing. Alexis Cova, (M.Sc.)

JURADO

Ing. Químico Ronal Cueva

ASESOR INDUSTRIAL

Ing. Yraima Salas

POR LA SUBCOMISION DE TESIS