

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO

**ANALISIS DE ORO Y PLATA DE CONCENTRADOS GRAVIMETRICOS
AURIFEROS MEDIANTE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO
COBRE COMO COLECTOR**

Guido Ricardo Toapanta Cartagena

**Tesis de grado presentada como requisito para la obtención del título de
Ingeniero Químico**

Quito

Septiembre 2011

Universidad San Francisco de Quito
Colegio de Ciencias e Ingeniería
HOJA DE APROBACION DE TESIS

**Análisis de Oro y Plata de Concentrados Gravimétricos Auríferos mediante
Ensayo al Fuego utilizando Cobre como Colector**

Guido Ricardo Toapanta Cartagena

Ing. Gustavo Muñoz Rivadeneira, Ph.D.

Director de Tesis

Carlos Fabara, M.Sc.

Miembro del Comité de Tesis

Alexis Hidrobo, Ph.D.

Miembro del Comité de Tesis

Fernando Romo, M.Sc.

Decano del Colegio de Ciencias
e Ingeniería

Quito

Septiembre 2011

© Derechos de Autor

Guido Ricardo Toapanta Cartagena

RESUMEN

El ensayo al fuego es el método más utilizado para la determinación de oro y plata en menas y concentrados, por su simplicidad y confiabilidad de resultados. El método tradicional consiste en mezclar la muestra portadora de oro con una mezcla fundente para formar 2 fases; una fase metálica que contiene los metales preciosos y el metal colector, y una fase escoria, que contiene básicamente los óxidos y silicatos de los otros metales presentes en la muestra que se está analizando. Como material colector de los metales preciosos se ha utilizado plomo, debido a su bajo punto de fusión, a su maleabilidad, y a la facilidad con la que este puede oxidarse para separarlo de los metales preciosos. El plomo es un agente altamente contaminante, por lo que la sustitución de éste por otros agentes colectores de metales preciosos es de gran interés en el área del análisis metalúrgico. En esta investigación se presentan los resultados de una serie de ensayos al fuego utilizando hidróxido de cobre en polvo como agente colector. La muestra utilizada para este estudio consiste en un concentrado gravimétrico con 500 ppm de Au y 172 ppm de Ag, y una mezcla de sulfuros como pirita, calcopirita, galena y esfalerita. La muestra es tratada en un primera etapa de fundición con agentes desulfurantes, en cantidades adecuadas que permiten eliminar la fase mata, y en una segunda etapa de fundición con cantidades adecuadas de agentes fundentes y metal colector se tiene recuperaciones de oro y plata totales en una fase metálica compuesta básicamente por cobre, plata y oro.

ABSTRACT

The fire assay is the most widely used method for the determination of gold and silver from mineral ores and concentrates, for its simplicity and reliability of results. The traditional method involves mixing the sample of mineral concentrate with a fluxing agent mixture to form 2 phases; a metallic phase containing precious metals and the collector metal, and a slag phase, containing mainly oxides and silicates of other metals present in the sample being analyzed. As a collector of precious metals has been used lead, due to its low melting point, its malleability, and ease with which this can be oxidized to separate the precious metals. Lead is a highly polluting agent, so its replacement by other collector agents of precious metals is of great interest in the field of metallurgical analysis. This research presents the results of a series of tests with fire assay using copper hydroxide powder as a collector agent. The sample used for this study consists of a gravity concentrate with 500 ppm Au and 172 ppm Ag, and a mixture of sulphides such as pyrite, chalcopyrite, galena and sphalerite. The sample is treated with sulphurising agents to avoid the formation of matte. The results show that with the addition of sulphurising agents in appropriate amounts can eliminate the matte, and have total recoveries of gold and silver in a metallic phase composed essentially of copper, silver and gold.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por estar presente en cada instante de mi vida, por darme salud, vida y por haberme dado la familia grandiosa que tengo.

Agradezco a mis padres primero por haberme dado la vida, por ser un ejemplo a seguir, por estar conmigo en todo momento y por muchas cosas más, en fin son los mejores padres del mundo.

Agradezco a mi esposa por ser ahora mi nueva familia, por apoyarme, estar conmigo en todo momento y sobre todo por confiar en mí.

Agradezco a mi director de tesis por todos los conocimientos y apoyo brindados durante la realización de éste proyecto de tesis.

Agradezco a todos mis profesores por haberme brindado los conocimientos y experiencias que van a ser de mucha utilidad en mi vida.

INDICE GENERAL

CAPITULO	PAGINA
1	INTRODUCCION.....1
1.1	Antecedentes.....1
1.2	Objetivos.....15
1.2.1	Objetivo general15
1.2.2	Objetivos específicos15
2	PRINCIPIOS DE LA FUSION16
2.1	Fusión.....16
2.2	Fases Generadas en la Fusión16
2.2.1	Fase escoria.....16
2.2.2	Fase mata17
2.2.3	Fase speiss19
2.2.4	Fase metálica19
2.3	Estructura de las Escorias20
2.3.1	Oxidos básicos20
2.3.2	Oxidos ácidos.....21
2.3.3	Oxidos anfóteros23
2.4	Formación de Escorias25
2.5	Consideraciones para la Formación de Escorias26
2.6	Tipos de Fusión30
2.6.1	Fusión oxidante30
2.6.2	Fusión reductora.....31
3	FUNDAMENTOS DEL ENSAYO AL FUEGO.....32
3.1	Antecedentes.....32
3.2	Fusión de Concentrados.....32
3.3	Colectores utilizados en el Método de Ensayo al Fuego.....36
3.4	Dosificación de Fundentes.....37
3.4.1	Reactivos para la oxidación de sulfuros37
3.4.2	Reactivos para la formación de escorias39
3.4.3	Resumen de dosificación de reactivos40
3.5	Tratamiento de la Fase Metálica.....40
3.5.1	Ataque con ácido nítrico40
3.5.2	Ataque con ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno42
4	PARTE EXPERIMENTAL43
4.1	Antecedentes.....43
4.2	Preparación de Cobre Metálico por Métodos Electroquímicos43
4.2.1	Procedimiento44
4.2.2	Resultados44

4.3	Preparación de Hidróxido de Cobre por Precipitación.....	47
4.3.1	Procedimiento	47
4.3.2	Resultados	48
4.4	Concentrado de Pacto	48
4.5	Caracterización Química y Mineralógica del Concentrado de Pacto	49
4.6	Metodología para los Ensayos de Fusión	49
4.7	Ensayos de Fusión	61
5	ANÁLISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE METALES EN LAS FASES METALICA Y ESCORIA.....	100
5.1	Análisis de Fases Metálicas por medio de Ataque con Acido Nítrico	102
5.2	Análisis de Fases Metálicas por medio de Ataque con una Mezcla de H ₂ SO ₄ y H ₂ O ₂	106
6	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	112
ANEXO I	OXIDACION DE SULFUROS.....	117
I.1	Desulfuración de la Pirita	117
I.2	Desulfuración de la Wurtzita	118
I.3	Desulfuración de la Galena.....	119
I.4	Desulfuración de la Calcopirita	120
ANEXO II	FORMACION DE ESCORIAS	123
II.1	Escorificación de Cobre	123
II.2	Escorificación de Plomo.....	124
II.3	Escorificación de Cinc.....	124
II.4	Escorificación de Hierro	125
ANEXO III	TRATAMIENTO DE FASES METALICAS CON ACIDO NITRICO.....	127
ANEXO IV	RECUPERACION DE PLATA CON CLORURO DE SODIO DE LA SOLUCION REMANENTE AL ATAQUE CON ACIDO NITRICO.....	128
ANEXO V	TRATAMIENTO DE FASES METALICAS POR MEDIO DE UNA MEZCLA DE ACIDO SULFURICO Y PEROXIDO DE HIDROGENO.....	130
ANEXO VI	CALCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE REACTIVOS PARA OBTENCION DE COBRE METALICO	132
ANEXO VII	CALCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE REACTIVOS PARA OBTENCION DE HIDROXIDO DE COBRE	134

ANEXO VIII	DETERMINACION DE METALES POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA Y EAA.....	135
ANEXO IX	RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO TRADICIONAL DE DOS MUESTRAS REALIZADAS EN UN LABORATORIO EXTERNO.....	137
ANEXO X	TABLAS DE DATOS UTILIZADOS PARA LA REALIZACION DE CALCULOS PARA EL ANALISIS DEL CAPITULO 5.....	138
BIBLIOGRAFIA.....		143

INDICE DE FIGURAS

FIGURA	PAGINA
1.1 Producción de oro en el Ecuador durante el período 1998-2009 (Díaz, 2010).....	4
1.2 Precio internacional del oro durante el período 2001-2011 (Kitco, 2011).....	4
1.3 Producción de plata en el Ecuador durante el período 2002-2009 (Díaz, 2010).....	6
1.4 Precio internacional de la plata durante el período 2000-2011 (Kitco, 2011)	6
1.5 Fotografía del interior de un horno que muestra un régulo de plomo obtenido por fusión, el cual se encuentra sobre una copela.....	11
1.6 Fotografía de una copela con el doré de oro y plata recuperado por copelación	11
2.1 Fotografía de la fase escoria generada por fusión de una mezcla de óxidos de cobre y hierro, utilizando bórax como principal agente fundente.....	17
2.2 Fotografía de una fase mata generada en la fusión de un concentrado de sulfuros de cobre y hierro	18
2.3 Fotografía en la que se puede apreciar el corte transversal de un crisol de arcilla, en el cual la fase mata se ha depositado en la parte inferior, y la fase escoria en la parte superior	19
2.4 Fotografías de fases metálicas compuestas principalmente por cobre, oro y plata obtenidas durante esta investigación.....	21
2.5 Esquema de la estructura de la sílice sólida.....	22
2.6 Esquema de la estructura de sílice fundida	23
2.7 Estructura fibrosa de la sílice (Muñoz, 1993)	27
2.8 Estructura del $2\text{MO} \cdot \text{SiO}_2$ sólido (Muñoz, 1993)	27

2.9	Estructura del $2\text{MO}\cdot\text{SiO}_2$ fundido (Muñoz, 1993).....	28
2.10	Fotografía de una carga fundente que cumple con las consideraciones básicas de la formación de escorias, obteniendo así una mezcla bastante fluida	30
4.1	Preparación de cobre metálico en polvo por medio de sulfato de cobre y varillas de hierro en medio ácido.....	45
4.2	Formación de cobre metálico después de reaccionar sulfato de cobre en solución con hierro metálico en medio ácido.En el fondo del recipiente se puede apreciar el cobre metálico en polvo formado durante el proceso electroquímico.....	46
4.3	Cobre metálico en polvo recuperado.....	46
4.4	Polvo de cobre metálico recuperado	47
4.5	Espectro del concentrado de Pacto obtenido por difracción de rayos X	50
4.6	Fotografía de la parte externa del horno de fusión	52
4.7	Vista superior de la parte interna del horno de fusión.....	53
4.8	Fotografía del horno de fusión en funcionamiento	53
4.9	Fotografía del crisol que contiene la carga fundente, que indica la altura máxima de la carga fundente en el crisol para que no exista derrames en el horno.....	54
4.10	Fotografía de un crisol después de salir del horno.....	55
4.11	Fotografía de un crisol que contiene la carga fundida	56
4.12	Fotografía que contrasta un crisol a) con la carga fundida a temperatura ambiente y otro b) con la carga fundida después de sacarla del horno. Se observa también que los crisoles sufrieron fracturas debido al efecto del choque térmico.....	57
4.13	Corte transversal de un crisol en el cual se aprecian las fases mata y escoria generadas en la fusión	58
4.14	Fotografía en la cual se disuelve una fase metálica en ácido nítrico sobre una cama de arena.....	59
4.15	Fotografía en la cual se disuelve una fase metálica en una mezcla de ácido sulfurico y peróxido de hidrógeno sobre una cama de arena	59

4.16	Fotografía en la cual se observa la solución de nitrato de cobre y nitrato de plata recuperada por filtración	60
4.17	Fotografía del oro recuperado después de filtrar la solución de nitrato de plata y nitrato de cobre proveniente de la disolución de la fase metálica en ácido nítrico	60
4.18	Gráfica que presenta como varía la formación de la fase mata al aumentar la cantidad de cobre metálico.....	65
4.19	Fotografías de capas de sulfatos formadas sobre la fase escoria después de la primera etapa de fundición.....	81
4.20	Fotografía en la que se observa la inclinación del crisol dentro del horno.....	83
4.21	Fotografía de la ruptura de un crisol debido a la acción del NaHCO_3 sobre la sílice del crisol, y a la posición del crisol dentro del horno.....	85
4.22	Primer soporte probado en el horno hecho a partir de un material reciclado de arcilla refractaria	86
4.23	Soporte hecho a partir de un material reciclado de arcilla refractaria	86
4.24	Soporte hecho de un crisol de arcilla utilizado para la fundición	87
4.25	Soporte hecho a partir de cerámica de barbotina	87
4.26	Fotografía del horno de fusión en funcionamiento después de instalar la termocupla.....	89
4.27	Gráfica que muestra la variación de la temperatura dentro del horno con respecto al tiempo.....	90
4.28	Fase metálica compuesta de oro, cobre y plata obtenida en el Ensayo # 88.....	94
IV.1	Fotografía del cloruro de plata precipitado después de dos semanas de haber añadido el NaCl a la solución remanente de la fase metálica tratada con ácido nítrico.....	129
VIII.1	Fotografía de tres muestras de fase escoria durante la disgregación ácida.....	136
VIII.2	Fotografía de las soluciones de fase escoria obtenidas por medio de disgregación ácida siendo analizadas por EAA en el laboratorio del departamento de Ingeniería Química de la USFQ.....	136

INDICE DE TABLAS

TABLA	PAGINA
1.1	PRODUCCION NACIONAL DE ORO Y PLATA REPORTADA EN EL AÑO 2009 (Díaz, 2010).....8
2.1	CLASIFICACION DE LOS OXIDOS (Gilchrist, 1989)24
2.2	INFLUENCIA DE LA ADICION DE UN OXIDO BASICO EN LA ESTRUCTURA DE LOS SILICATOS (Schuhmann, 1968).....26
3.1	CLASIFICACION DE LOS SILICATOS (Lenehan y Murray-Smith, 1986).....34
3.2	CLASIFICACION DE LOS BORATOS (Lenehan y Murray-Smith, 1986).....35
3.3	DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA 100 g DE METAL PRESENTE.....40
4.1	REACTIVOS PARA PREPARACION DE COBRE METALICO Y CANTIDAD DE COBRE RECUPERADO.....45
4.2	PREPARACION DE HIDROXIDO DE COBRE48
4.3	COMPOSICION MINEROLOGICA DEL CONCENTRADO DE PACTO OBTENIDA POR DIFRACCION DE RAYOS X.....50
4.4	ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO DEL CONCENTRADO DE PACTO.....51
4.5	CARACTERISTICAS DEL HORNO DE FUSION.....52
4.6	ENSAYOS DE CALIBRACION DEL HORNO Y FORMACION DE ESCORIA63
4.7	ENSAYOS PARA FORMACION DE FASE METALICA POR MEDIO DE COBRE.....64
4.8	ENSAYOS DE FUSION PARA ELIMINACION DE FASE MATA POR MEDIO DE BICARBONATO DE SODIO.....68
4.9	ENSAYOS DE FUSION PARA ELIMINACION DE FASE MATA Y OBTENCION DE FASE METALICA POR MEDIO DE BICARBONATO DE SODIO Y NITRATO DE POTASIO69

4.10	ENSAYOS DE FUSION PARA OBTENCION DE FASES METALICAS	71
4.11	ENSAYOS DE FUSION PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE	73
4.11	ENSAYOS DE FUSION PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE (CONTINUACION).....	74
4.12	ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA FORMACION DE FASE METALICA	75
4.13	ENSAYOS DE FUSION EN TRES ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE.....	77
4.13	ENSAYOS DE FUSION EN TRES ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE (CONTINUACION).....	78
4.14	RECUPERACIONES DE ORO A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR.....	79
4.15	ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA FORMACION DE FASE METALICA.....	80
4.16	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE	82
4.17	RECUPERACION DE ORO A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR.....	82
4.18	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE UTILIZANDO CRISOLES CON MAYOR CANTIDAD DE SILICE EN SU COMPOSICIÓN.....	84
4.19	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE UTILIZANDO UN SOPORTE QUE PERMITA ASENTAR AL CRISOL SOBRE SU BASE.....	88
4.20	ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE REACTIVOS PARA LA DESULFURACION DE 60 g DE CONCENTRADO Y OBTENCION DE FASE METALICA	90
4.21	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE	92

4.22	CANTIDADES DE ORO OBTENIDAS A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR.....	94
4.23	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE.....	95
4.24	DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR.....	96
4.25	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE.....	98
4.25	ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE (CONTINUACION).....	99
5.1	DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ATAQUE CON ACIDO NITRICO.....	100
5.2	DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ACIDO SULFURICO Y PEROXIDO DE HIDROGENO COMBINADOS.....	101
5.3	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE ATAQUE CON HNO ₃	103
5.4	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE METALES EN LA FASE ESCORIA.....	104
5.5	RESUMEN DE LA DISTRIBUCION PROMEDIO DE METALES EN LA FASE ESCORIA Y EN LA FASE METALICA.....	105
5.6	RESUMEN DEL ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE ALGUNOS DE LOS METALES PRESENTES EN CADA MUESTRA DE MINERAL ANALIZADA.....	106
5.7	RESUMEN DE LAS CONCENTRACIONES PROMEDIO DE LOS METALES PRESENTES EN EL CONCENTRADO DE PACTO.....	106
5.8	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE UNA MEZCLA DE H ₂ O ₂ Y H ₂ SO ₄	108

5.9	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA.....	109
5.10	RESUMEN DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA Y EN LA FASE METALICA.....	110
5.11	RESUMEN DEL ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE ALGUNOS DE LOS METALES PRESENTES EN CADA MUESTRA DE MINERAL ANALIZADA	110
5.12	RESUMEN DE LAS CONCENTRACIONES PROMEDIO DE LOS METALES PRESENTES EN EL CONCENTRADO DE PACTO.....	111
IX.1	RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO PLOMO COMO COLECTOR EN GRAMOS DE METAL / TONELADA DE MINERAL.....	137
IX.2	RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO PLOMO COMO COLECTOR EN MILIGRAMOS DE METAL / 60 GRAMOS DE MINERAL.....	137
X.1	DATOS DE FASES METALICAS ANALIZADAS POR ATAQUE CON ACIDO NITRICO.....	138
X.2	DATOS DE FASES METALICAS ANALIZADAS POR ATAQUE CON UNA MEZCLA DE H ₂ O ₂ Y H ₂ SO ₄	138
X.3	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA ANALIZADA MEDIANTE ATAQUE CON HNO ₃	139
X.4	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA.....	140
X.5	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE ATAQUE CON UNA MEZCLA DE H ₂ O ₂ Y H ₂ SO ₄	141
X.6	ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA.....	142

CAPITULO 1

INTRODUCCION

1.1 Antecedentes

La actividad minera aurífera en el actual territorio del Ecuador se remonta a las poblaciones aborígenes preincaicas. Los primeros objetos de oro encontrados corresponden a culturas aborígenes del Período de Desarrollo Regional (500 AC – 500 DC). Se destacan por su trabajo y diversidad las culturas La Tolita, Jama-Coaque y Bahía, todas en las costas del Ecuador. Posteriormente, en el Período de Integración (600 – 1534 DC) las culturas Manteña, en la región costa, y Cañari, Capulí, Cosanga, y Píllaro III y IV, en la región interandina, representan las últimas culturas precolombinas destacándose por el desarrollo de técnicas delicadas para el trabajo en oro y plata (Paladines y Díaz, 2003).

Con el descubrimiento de América en 1492 por parte de Cristóbal Colón, y con el arribo de los españoles a lo que ahora es el territorio ecuatoriano, hubo gran interés en explorar y explotar minas subterráneas y lavaderos de oro. Los españoles empezaron a trabajar en el Ecuador en el año 1539 en los lavaderos del río Santa Bárbara, ubicado al oriente de la ciudad de Cuenca, fundada en el año de 1557, en la provincia del Azuay. En estos lugares, los indios y esclavos de color eran obligados a realizar trabajos forzados para la recuperación de metales. En el año 1554 se descubren las minas de oro en el cerro Nambija en la provincia de Zamora Chinchipe, y posteriormente otros depósitos, en los cuales se trabajó durante los siglos XVI y XVII. Debido al alto índice de muerte

de indios y esclavos de color en las minas, la actividad minera decae en el siglo XVIII, suspendiéndose ésta casi en su totalidad (Muñoz, 1993).

La actividad minera, en especial la extracción de oro en el Ecuador, se retoma en el siglo XIX, y se empieza a trabajar a nivel industrial. La empresa norteamericana South American Development Company (SADCO) se encargó de la explotación de un importante yacimiento en el área de Portovelo desde 1904 hasta 1950, implementando las mejores técnicas de seguridad, diseño de mina, y manejo ambiental de la época. Fue la primera mina subterránea que se explotó en Latinoamérica, y su planta de tratamiento de minerales fue una de las primeras en el mundo en realizar los procesos de cianuración alcalina y flotación con espuma para obtener concentrados de sulfuros de cobre, oro, plata, hierro, plomo, y cinc (Muñoz, 2011). Después de cerca de 50 años de trabajo, la SADCO cerró sus operaciones debido a presiones políticas nacionalistas. Inmediatamente se crea la Compañía Industrial Minera Asociada (CIMA) conformada por ex trabajadores de la SADCO y el Municipio de Zaruma, la cual se hizo cargo de este yacimiento desde el año 1950 hasta 1970. Con el cese de las operaciones de la empresa CIMA, el Instituto Ecuatoriano de Minería (INEMIN) obtuvo la concesión de este yacimiento (Díaz, 2010). La excesiva burocracia sumada a los elevados costos de producción hicieron que el depósito no sea rentable para el Estado, por lo que la concesión se cerró en el año 1992 (Muñoz, 1993).

En el Ecuador la cantidad de oro extraído ha ido variando con el transcurso de los años. En base a la información recopilada por la Agencia de Regulación y Control Minero (ARCOM) del Ministerio de Recursos No Renovables de la República del Ecuador, se puede observar en la Figura 1.1 la

producción anual de oro en el período 1998 – 2009. La producción de oro en el año 1998 fue de 1.47 toneladas métricas, y alcanzó las 3 ton en el 2001, seguido de un ligero descenso en la producción en el año 2002, con una producción de 2.75 ton. Para el año 2003 hubo un incremento hasta llegar a las 4.82 ton. En los años posteriores aumenta la producción, llegando a niveles de 5.13 ton en el 2004 y 5.34 ton en el 2005, seguido de un nuevo descenso en la producción, para llegar a 5.17 ton en el 2006 y 4.13 ton en el 2008, teniendo que el único aumento significativo de la producción de oro en este período se encuentra entre los años 2002 al 2003. Cabe resaltar que los valores presentados en la Figura 1.1 de la producción de oro son sólo los datos reportados de las empresas mineras que trabajan legalmente en el país, y que reportan su producción a los organismos de gobierno competentes. La Figura 1.2 presenta una gráfica en la cual se observa el precio internacional del oro durante el período 2001-2011. En esta figura se observa que éste ha ido incrementando a partir de septiembre del 2001 desde US\$ 271.50/oz hasta llegar a un valor de US\$ 1900.30/oz en septiembre del 2011 (Kitco, 2011). Al comparar la Figura 1.1 con la Figura 1.2 se observa que no existe una relación entre el incremento del precio del oro y la producción nacional reportada. Gran parte de la producción de oro y plata en el Ecuador se realiza de manera artesanal. Por esta razón la producción de oro depende principalmente de una serie de factores socioeconómicos, políticos, culturales, y de regulaciones legales, que hace que la producción artesanal no sea reportada a los organismos gubernamentales encargados de la contabilización de la producción nacional.

La plata es un subproducto de la recuperación aurífera, y su precio es bastante inferior al del oro, por lo que muchas veces no se paga por este metal

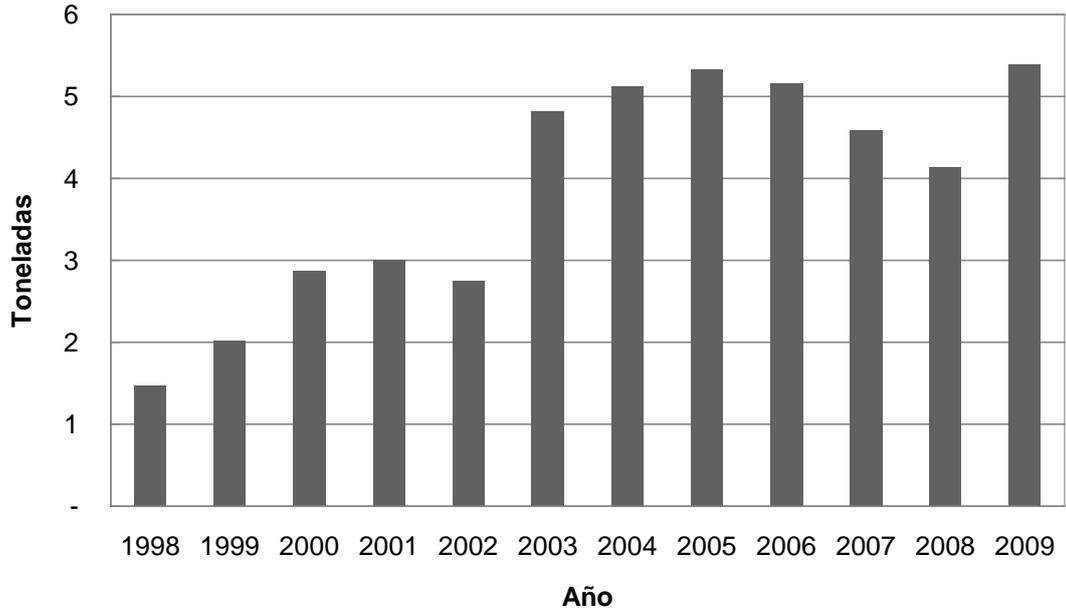


Figura 1.1. Producción de oro en el Ecuador durante el período 1998-2009 (Díaz, 2010).



Figura 1.2. Precio internacional del oro durante el período 2001-2011 (Kitco, 2011).

en los mercados locales. El precio internacional de la plata en junio del 2011 fue de US\$ 35.80/oz. Por esta razón, y debido al incremento de la minería informal o artesanal, es difícil mantener estadísticas completas de las actividades de producción de plata en el Ecuador, como se puede apreciar en la Figura 1.3. Esta figura indica que la producción de plata ha sido variable. En el año 2002, ésta fue de 96.34 kg, en el año 2004 aumentó a 371.96 kg, y en los años 2005 y 2006 disminuyó progresivamente hasta niveles de 283.2 y 158.83 kg respectivamente. En el año 2007 la producción de plata incrementó drásticamente a 448.96 kg, seguido de una disminución progresiva en los años 2008 y 2009 a niveles de 304.78 y 115.60 kg, respectivamente. La Figura 1.4 presenta una gráfica en la que se observa el precio de la plata durante el período 2000-2011. En esta figura se puede observar que éste no varió significativamente desde enero del 2000 hasta agosto del 2003 manteniéndose en un precio aproximado de US\$ 5.00/oz. Después de agosto de 2003, el precio de la plata empezó a aumentar paulatinamente hasta julio del 2008, alcanzando los US\$ 18.33/oz. A finales del 2009 el precio cayó a US\$ 9.17/oz, seguido de un aumento hasta julio del 2010 alcanzando otra vez los US\$ 18.33/oz. Desde finales del 2010 hasta abril del 2011 el precio de la plata aumentó, hasta llegar a valores de US\$ 48.70/oz, siendo el precio más alto alcanzado en el período 2000-2011 (Kitco, 2011). Al comparar las Figuras 1.3 y 1.4 se tiene que, al igual que en el caso del oro, no hay una relación directa entre la producción reportada y el precio de la plata. Lo esperado hubiera sido que la producción de plata aumente partir del año 2004, debido al aumento de su precio.

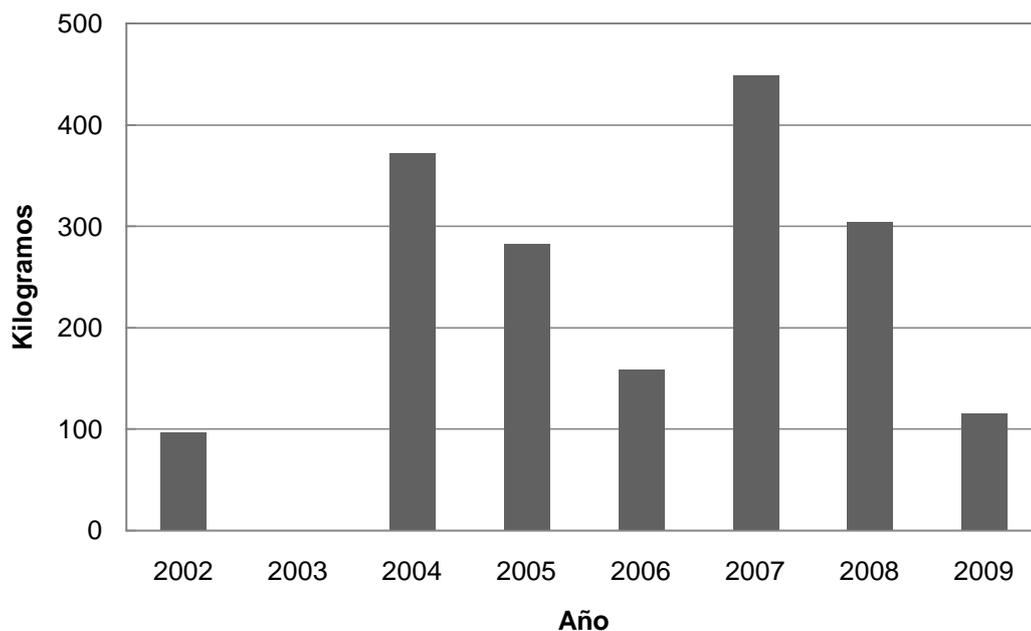


Figura 1.3. Producción de plata en el Ecuador durante el período 2002-2009 (Díaz, 2010).

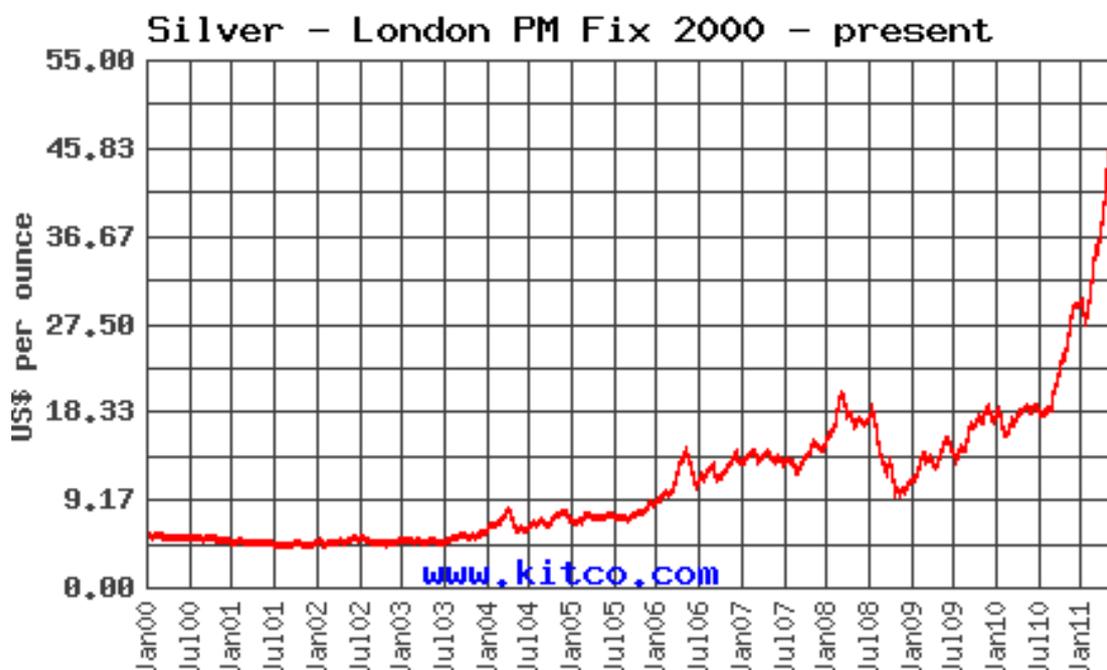


Figura 1.4. Precio internacional de la plata durante el período 2000-2011 (Kitco, 2011).

La Tabla 1.1 indica la cantidad de oro y plata extraída por provincia en el Ecuador en el año 2009, teniendo a la provincia de El Oro en los sectores de la Esperanza, Minanca, Palacios, Sacachispas, todos estos cercanos a las poblaciones de Zaruma y Portovelo, y la provincia del Azuay en los sectores de la Bella Rica, Pambil, Mollopongo, Pinglio como los lugares que más producen oro en el Ecuador. Otras provincias en las que se extrae oro es la provincia de Pichincha en el sector 5 de Junio, y la provincia de Imbabura en el sector de El Corazón, entre otras (Díaz, 2010; Muñoz 2011).

En la prospección, exploración y explotación de yacimientos minerales auríferos, es importante el análisis de oro y plata para determinar la concentración de estos metales preciosos. La cantidad de oro y plata presente en el yacimiento mineral es uno de los factores que determinan la factibilidad de la explotación del mismo. En los laboratorios de análisis químico se utilizan diferentes métodos para la determinación cuantitativa de estos metales. Algunos laboratorios utilizan la técnica de digestión ácida de la muestra seguido de un análisis por medio de Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA). Otros centros de análisis utilizan colorimetría, aplicando esta técnica principalmente cuando se necesita realizar pruebas de campo. Esta es una técnica rápida y económica para la determinación de oro, ya que se realiza mediante una digestión de la muestra con bromuro de potasio, ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno, obteniendo oro disuelto en forma de AuBr_4^- el cual se retiene en una esponja activada de poliuretano; el mismo se eluye con acetona, y la concentración de oro en la muestra se determina mediante fotolorimetría por la formación de un complejo de color púrpura con la tiocetona de Mitchler

TABLA 1.1
PRODUCCION NACIONAL DE ORO Y PLATA REPORTADA
EN EL AÑO 2009 (Díaz, 2010)

PROVINCIA / METAL	ORO	PLATA
	Kg	Kg
Azuay	1,509	-
Bolívar	-	-
Cañar	-	-
Carchi	-	-
Chimborazo	-	-
Cotopaxi	-	-
El Oro	3,632	26.60
Esmeraldas	-	-
Guayas	-	-
Imbabura	89.00	-
Loja	6.00	89.00
Los Ríos	-	-
Manabí	-	-
Morona Santiago	-	-
Napo	-	-
Orellana	-	-
Pastaza	-	-
Pichincha	0.20	-
Santo Domingo de los Tsachilas	0.90	-
Sucumbíos	0.70	-
Tungurahua	-	-
Zamora Chinchipe	155.00	-
TOTAL	5,392.80	115.60

(4,4-Bis(dimetilamino) tiobenzofenona, TMK). Este método permite determinar concentraciones de oro de hasta 50 ppb (Tosiani et al., 2000). Otra técnica de análisis que se aplica es la fluorescencia de rayos X para elementos de alto peso atómico como el oro (Young, 1998). La mayoría de laboratorios comerciales determina la concentración de oro y plata por medio del método de ensayo al fuego, debido a que este método no necesita de aparatos costosos de análisis

como los otros métodos, y brinda resultados de una precisión y exactitud cercana al 99%.

El ensayo al fuego es una rama del análisis químico cuantitativo en el cual los metales preciosos presentes en menas y concentrados minerales son determinados utilizando altas temperaturas y reactivos fundentes (Bugbee, 1940).

El ensayo al fuego para el análisis de oro, plata y otros metales preciosos consta de dos partes. La primera consiste en la separación de los metales preciosos de los otros constituyentes de la mena o concentrado mediante fusión, con ayuda de un metal colector. La segunda parte del ensayo al fuego se encarga de la separación de los metales preciosos del metal colector, lo que se hace generalmente por medio de la copelación.

La fusión consiste en añadir a la muestra mineral una mezcla fundente para formar 2 fases; una fase metálica que contiene los materiales preciosos, y una fase escoria la cual contiene óxidos y sulfatos metálicos. En el método tradicional, la fase metálica se forma a partir de un óxido metálico en condiciones termodinámicas tales que, al fundirse, éste se reduzca, y la fase metálica colecte al oro y plata que se encuentran diseminados en el mineral. Para este método de análisis se utiliza plomo como colector, debido a su bajo punto de fusión (600.6 K), al buen desempeño del plomo como colector de oro y plata, al alto grado de solubilidad de estos metales en plomo fundido y a su alta insolubilidad con otras fases que se forman durante la fusión (Álvarez et al., 1993). Las fases, al enfriarse, forman capas fácilmente diferenciables y separables. En la parte inferior siempre se ubica la fase metálica debido a que su densidad es mayor

que la de las otras fases. En el ensayo al fuego tradicional, la fase metálica consiste en una aleación de plomo con los metales preciosos.

Una vez separada la fase metálica de las otras fases, se le da la forma de un cubo denominado régulo de plomo, el cual pasa al proceso de copelación. La copelación es un proceso que consiste en la separación completa del plomo de los metales preciosos por medio de una fusión oxidativa, en donde se coloca el régulo de plomo en una copela precalentada a una temperatura entre 1000 y 1050 K, donde el régulo de plomo se derrite, el plomo se oxida de acuerdo a la reacción [1.1], y este óxido se absorbe parcialmente en la copela, quedando separado un pequeño botón de oro y plata que se lo denomina doré (Álvarez et al., 1993). La copela es un crisol macizo de paredes porosas utilizado para la purificación de minerales, elaborado con magnesia (MgO), diatomita (SiO₂) y ceniza de hueso, materiales que brindan la porosidad adecuada para que se absorba el óxido de plomo.



En la Figura 1.5 se observa una fotografía del interior de un horno que muestra un régulo de plomo obtenido por fusión, el cual se encuentra sobre una copela. En la Figura 1.6 se puede apreciar una fotografía de una copela con el doré de oro y plata recuperado por copelación.

Los métodos tradicionales de análisis consideran al doré producto de la copelación como una aleación de oro y plata. Esta aleación es atacada con ácido nítrico diluido; de esta manera la plata se disuelve en forma de nitrato, y por medio de filtración se separa el oro que no es soluble en este ácido. Al tener



Figura 1.5. Fotografía del interior de un horno que muestra un régulo de plomo obtenido por fusión, el cual se encuentra sobre una copela.

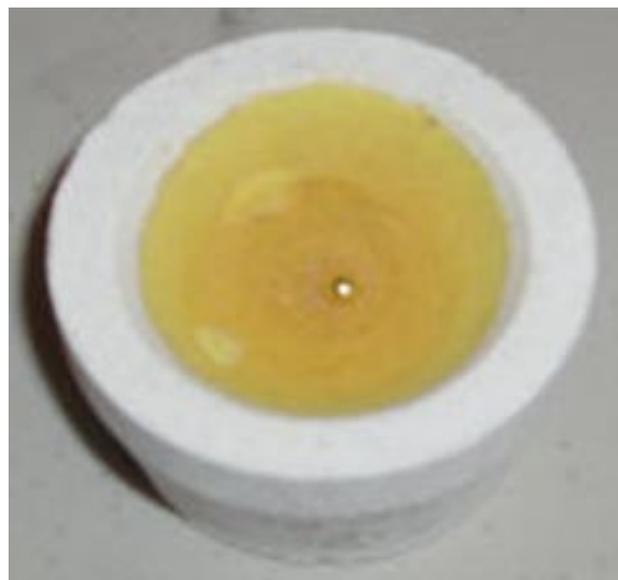


Figura 1.6. Fotografía de una copela con el doré de oro y plata recuperado por copelación.

inicialmente el peso de la aleación de oro y plata, y luego la del residuo insoluble después del ataque con ácido nítrico, al cual se le considera como oro puro; por diferencia de pesos, se determina la cantidad de plata presente en la muestra de mineral (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986).

Históricamente, en la extracción de oro y plata el ensayo al fuego ha sido uno de los métodos más aceptados para el análisis. También se utiliza en algunos metales del grupo del platino, debido a su exactitud y alta reproducibilidad en los resultados obtenidos (Assayers Canada Explained, 2009). Un aspecto desfavorable del ensayo al fuego es la liberación de vapores de plomo al ambiente durante la fase de copelación.

Considerando que en la copelación solo el 90% del plomo total presente en fase metálica se absorbe en la copela, y que el otro 10% se evapora al ambiente, se tiene que en un laboratorio en donde se realizan 600 copelaciones diarias se liberan al aire entre 3 y 4 kg de plomo vaporizado, niveles de plomo que son realmente altos (INGETEC S.A., 2011). El plomo, a pesar de tener altos rendimientos de colección es un contaminante que es descargado al ambiente sin control alguno (ECTV, 2009). El plomo se puede absorber por la piel y puede llegar a producir daños severos al organismo humano. La Administración Federal Ocupacional de Seguridad y Salud (OSHA) y la División Ocupacional de Seguridad y Salud de Nevada (OSH) de los Estados Unidos de América han establecido una serie de regulaciones aceptadas internacionalmente, las cuales establecen un límite máximo permitido de $50 \mu\text{g plomo}/\text{m}^3$ aire en un período de ocho horas para la exposición de una persona (Kern, 1994; Hernández y Palazuelos, 1995). Comúnmente en las áreas de muestreo y dosificación de fundentes se tiene plomo en el aire en concentraciones superiores a $1400 \mu\text{g}/\text{m}^3$,

y en los hornos de fusión a gas o eléctricos durante la fusión y copelación, la concentración de plomo puede alcanzar niveles de hasta $900 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (Kern, 1994; Hernández y Palazuelos, 1995). Usualmente los trabajadores que se encuentran en estas áreas por más de 30 días sin las debidas seguridades, son los más propensos a sufrir envenenamiento por plomo (Kern, 1994).

Los trabajadores sufren de envenenamiento con este elemento tóxico debido a la forma inadecuada de uso, mala manipulación, tiempos largos de exposición al mismo, y falta de conocimiento de empleados y empleadores en la manipulación de compuestos de plomo. El mayor peligro se da al inhalar el metal en forma de polvo. El envenenamiento por plomo presenta los siguientes síntomas: dolor de cabeza, vómito, diarrea, vértigo, migraña, insomnio, fatiga, cefalea, y psicosis. En los casos más graves suelen presentarse convulsiones; si se deja avanzar puede llegar hasta el coma, y terminar en la muerte (Kern, 1994; Hernández y Palazuelos, 1995).

Con estos antecedentes, se plantea la posibilidad de utilizar cobre (Cu) como colector en el método de ensayo al fuego. El cobre es un metal que funde a 1437 K, por lo que la formación de vapores de este elemento es difícil de lograr. El cobre es un oligoelemento esencial para la vida, ya que este elemento en el organismo promueve la formación de glóbulos rojos normales, los cuales ayudan a convertir el hierro a su forma férrica, el cual es la forma más útil del hierro en el organismo. Adicionalmente, ayuda a transportar hierro hacia y desde los tejidos. El cobre tiende a situarse en los órganos de alta actividad metabólica, incluyendo el hígado, cerebro, riñones y corazón. Además, 20 enzimas tienen funcionalidades que dependen del cobre. Entre las principales se encuentran la superóxido dismutasa (SOD), enzima que está presente en la

mayoría de las células humanas y que protege al cuerpo del daño de la oxidación. La lisil oxidasa que es la enzima involucrada en los mecanismos reticulantes necesarios para la estabilidad de los tejidos conectivos, y la citocromo oxidasa enzima que cataliza la reducción de oxígeno a agua, un paso esencial en la respiración celular (Zaninovic y Jankelevich, 2001).

La concentración media ponderada para el polvo y niebla de cobre en el tiempo, para una jornada laboral normal de trabajo de 8 horas y una semana laboral de 40 horas, a la que pueden estar expuestos la mayoría de trabajadores repetidamente día tras día, sin efectos adversos establecido por la OSHA es de 1 mg cobre/m³aire (Zaninovic y Jankelevich, 2001). Sin duda el cobre tiene una concentración permitida mucho más alta que la concentración permitida para el plomo. Esto no quiere decir que para actividades en las que se elaboran y manipulan productos de cobre, no sea necesario utilizar medidas de protección que resguarden a los trabajadores, sino que al contrario, se debe contar con equipos de protección individual como guantes, gafas y mascarillas por precaución y recaudo de los empleados.

Debido al aumento de la producción de oro en el Ecuador en los últimos años, y al continuo interés por empresas mineras en desarrollar nuevos proyectos comerciales de explotación de yacimientos minerales auríferos, es importante investigar sobre nuevos métodos de análisis o mejoras en los procedimientos ya existentes para la determinación de la concentración de oro y plata en menas y concentrados minerales de manera rápida, fácil, precisa y exacta.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general. El objetivo general de este proyecto es determinar las condiciones termodinámicas, reproducibilidad, y limitaciones de la utilización de cobre como colector, y analizar los rendimientos de colección de oro y plata en menas y concentrados polisulfurados por el método de ensayo al fuego.

1.2.2 Objetivos específicos. Durante el ensayo al fuego, los sulfuros presentes en el concentrado interfieren en la recuperación de los metales preciosos al formar la fase mata, ya que los metales preciosos se disuelven fácilmente en esta fase. Por esta razón, uno de los objetivos específicos es desarrollar un método para oxidar los sulfuros sin necesidad de tostar el concentrado mineral.

Como se mencionó anteriormente el método tradicional de ensayo al fuego consiste en la fusión seguida de la copelación. Otro objetivo es reemplazar la copelación por una disgregación ácida para disolver todos los metales a excepción del oro. A continuación la cantidad de oro se determinará por pesaje, mientras que la cantidad de plata y eventualmente cobre, y otros metales presentes se determinarán por EAA.

CAPITULO 2

PRINCIPIOS DE LA FUSION

2.1 Fusión

La fusión es la operación metalúrgica mediante la cual una carga compuesta por una mezcla de diferentes especies metálicas (óxidos, sulfuros, sulfatos, silicatos, entre otros) se lleva a su estado líquido por medio de altas temperaturas, teniendo en cuenta condiciones termodinámicas para que se formen dos o más fases, insolubles entre ellas, de manera que los productos sean fácilmente separables (Schuhmann, 1968; Coudurier et al., 1971).

2.2 Fases Generadas en la Fusión

En la fusión generalmente suelen generarse 4 fases las cuales son: escoria, mata, speiss, y metálica. Durante la fusión, estas fases en estado líquido se estratifican formando capas relativamente inmiscibles, y fácilmente separables, una vez que se han enfriado y se han solidificado.

2.2.1 Fase escoria. Son soluciones de óxidos de distintos orígenes, como también fluoruros, cloruros, silicatos, fosfatos, boratos, entre otros. La escoria es el líquido que posee la menor densidad por lo que se ubica en la parte superior de la mezcla fundida. Las densidades de algunas escorias comunes se encuentran entre 2.72 y 2.84 g/cm^3 cuando se encuentran a temperaturas entre 1823 y 1853 K (Oliveira et al., 1999). Las escorias por lo general son productos

de desperdicio y cumplen una función importante, ya que se encargan de coleccionar y retirar la mayor parte de producto que no se desea encontrar en el material valioso. Otra razón por la cual las escorias son importantes es porque sirven como protección térmica de la mezcla fundente, evitando la pérdida de calor de la misma (Schuhmann, 1968; Coudurier et al., 1971). La Figura 2.1 muestra una fotografía de una escoria generada por fusión utilizando bórax como principal agente fundente en una mezcla de óxidos de cobre y hierro.

2.2.2 Fase mata. Son soluciones de sulfuros metálicos, de los cuales los más comunes son los sulfuros de hierro, cobre, níquel, plomo y cinc. Las matas líquidas son bastante fluidas por lo que probablemente tienen viscosidades del



Figura 2.1. Fotografía de la fase escoria generada por fusión de una mezcla de óxidos de cobre y hierro, utilizando bórax como principal agente fundente.

mismo orden que los metales líquidos. Las matas en estado líquido suelen disolver fácilmente a los metales preciosos, especialmente al oro y la plata, por lo cual es una fase indeseable en procesos de recuperación de estos metales (Rosenqvist, 1983; de la Torre, 1988). Las matas pueden tener densidades entre 4.61 y 7.7 g/cm³, y al ser más pesadas que las escorias se depositan y solidifican por debajo de éstas (Blanco, 2011).

La Figura 2.2 muestra una fotografía de una fase mata generada por fusión de un concentrado de sulfuros, y en la Figura 2.3 se puede observar una fotografía de la ubicación de la fase escoria y fase mata luego de su solidificación, en función de sus densidades.



Figura 2.2. Fotografía de una fase mata generada en la fusión de un concentrado de sulfuros de cobre y hierro.

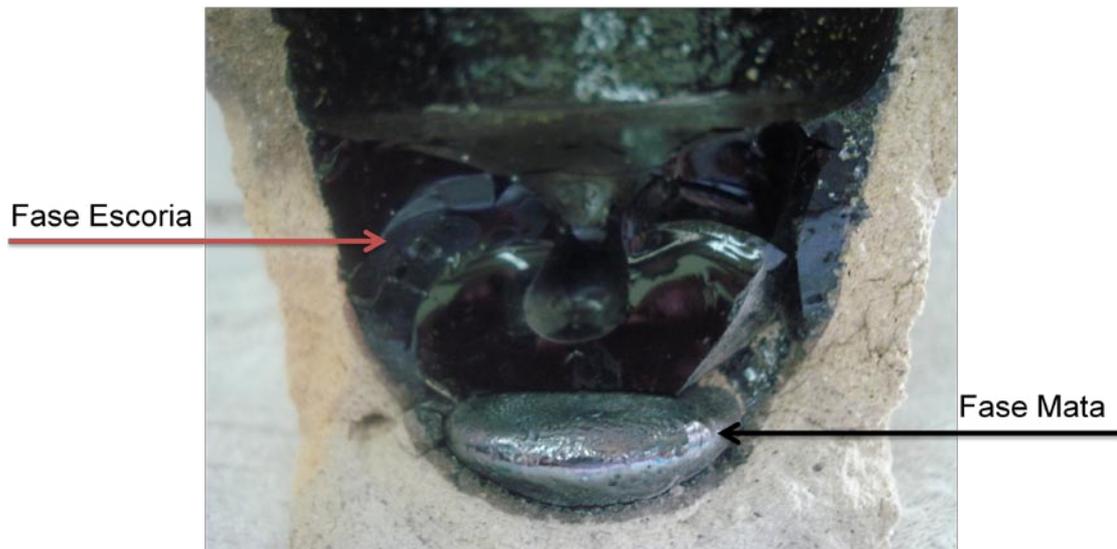


Figura 2.3. Fotografía en la que se puede apreciar el corte transversal de un crisol de arcilla, en el cual la fase mata se ha depositado en la parte inferior, y la fase escoria en la parte superior.

2.2.3 Fase speiss. La fase speiss está compuesta básicamente por soluciones de arseniuros y antimoniuros de metales pesados como son hierro, cobalto, níquel, cobre, entre otros. Tienen una densidad menor que la fase metálica, pero mayor que la fase escoria y la fase mata. Al igual que las fases mata éstas suelen disolver fácilmente a los metales preciosos, en especial al oro y al platino, por lo cual es una fase indeseable en procesos de recuperación de estos metales (Rosenqvist, 1983; de la Torre, 1988).

2.2.4 Fase metálica. La fase metálica está formada por metales puros, aleaciones de metales, o soluciones de no metales con metales. En estado líquido los metales poseen bajas viscosidades y altas tensiones superficiales, lo que resulta en un ángulo de contacto mínimo entre el metal líquido y las superficies de los materiales refractarios que los contienen, permitiéndoles fluir con mayor facilidad. La densidad de esta fase es mayor que la de las otras

fases, por lo que a ésta se la encuentra en la parte inferior de la mezcla fundida. Por ejemplo, la densidad del oro es 19.3 g/cm^3 , de la plata es 10.49 g/cm^3 , del cobre es 8.96 g/cm^3 , del plomo es 11.34 g/cm^3 , entre otros (Luque del Villar, y Sierra, 2011). Generalmente, ésta es la fase valiosa del proceso de fusión y la que se desea recuperar (de la Torre, 1988). En la Figura 2.4 se puede apreciar varias fases metálicas compuestas principalmente por cobre, oro y plata obtenidas durante esta investigación.

2.3 Estructura de las Escorias

La mayoría de las escorias están formadas principalmente por óxidos, los cuales están en forma abundante como parte de la ganga que se encuentra con los metales valiosos. Estos óxidos son SiO_2 , CaO , MgO , FeO , Al_2O_3 , MnO y P_2O_5 . Las escorias están formadas principalmente por tres tipos de óxidos: básicos, ácidos, y anfóteros (Schuhmann, 1968; Coudurier et al., 1971).

2.3.1 Óxidos básicos. Son óxidos formados por metales bivalentes como por ejemplo FeO , MgO , CoO , ZnO y PbO . Se forman al unirse el metal con oxígeno por medio de enlaces iónicos, dando lugar a la formación de redes cristalinas en tres dimensiones. Las redes cristalinas de estos óxidos se rompen durante la fusión, dando lugar a la formación de cationes rodeados por aniones de características menos rígidas (Schuhmann, 1968; Coudurier et al., 1971; Lenehan y Murray-Smith, 1986).



Figura 2.4. Fotografías de fases metálicas compuestas principalmente por cobre, oro y plata obtenidas durante esta investigación.

Algunos óxidos metálicos son menos iónicos que otros, por lo cual es importante conocer la proporción de enlaces iónicos, ya que por medio de éstos se puede medir la predisposición de los óxidos a disociarse como iones en estado líquido (de la Torre, 1988; Gilchrist, 1989).

2.3.2 Óxidos ácidos. Son óxidos que se encuentran unidos por enlaces covalentes formados por no metales, en donde los más importantes son el dióxido de sílice (SiO_2) y el trióxido de boro (B_2O_3). Adicionalmente existen ciertos metales que forman óxidos ácidos como es el caso de As_2O_5 , Sb_2O_5 , WO_3 , V_2O_5 , TiO_2 , y Bi_2O_5 . Estos óxidos en estado sólido forman redes tridimensionales al añadir a su estructura iones O^{2-} libres (Schuhmann, 1968; Lenehan y Murray-Smith, 1986).

El más importante de los óxidos ácidos es la sílice (SiO_2), el cual es un compuesto covalente no conductor. En estado sólido los átomos de sílice forman una estructura en forma de un hexágono, en donde cada átomo de sílice forma una estructura tetraédrica, como se muestra en la Figura 2.5 (Gilchrist, 1989).

Al fundirse la sílice, la forma de la estructura tridimensional sufre distorsiones, pero los tetraedros (SiO_4)⁴⁻ se mantienen hasta cierto límite dependiendo de la temperatura, como se muestra en la Figura 2.6.

Si se aumenta la temperatura hasta 1993 K se rompen ciertos puntos de la red tridimensional, formándose así asociaciones de iones de gran tamaño

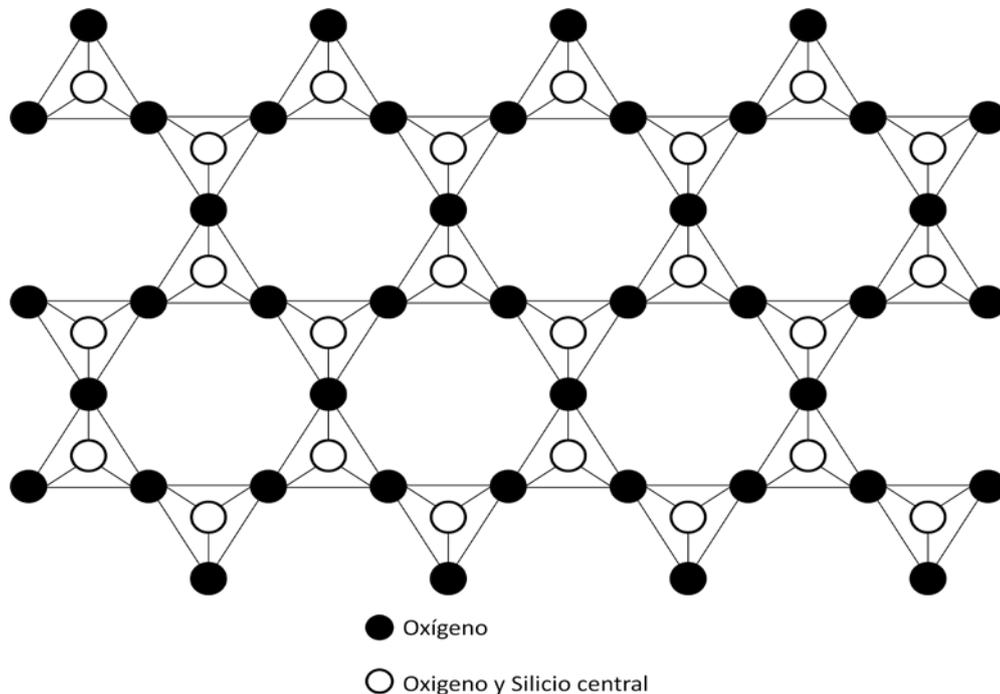


Figura 2.5. Esquema de la estructura de la sílice sólida.

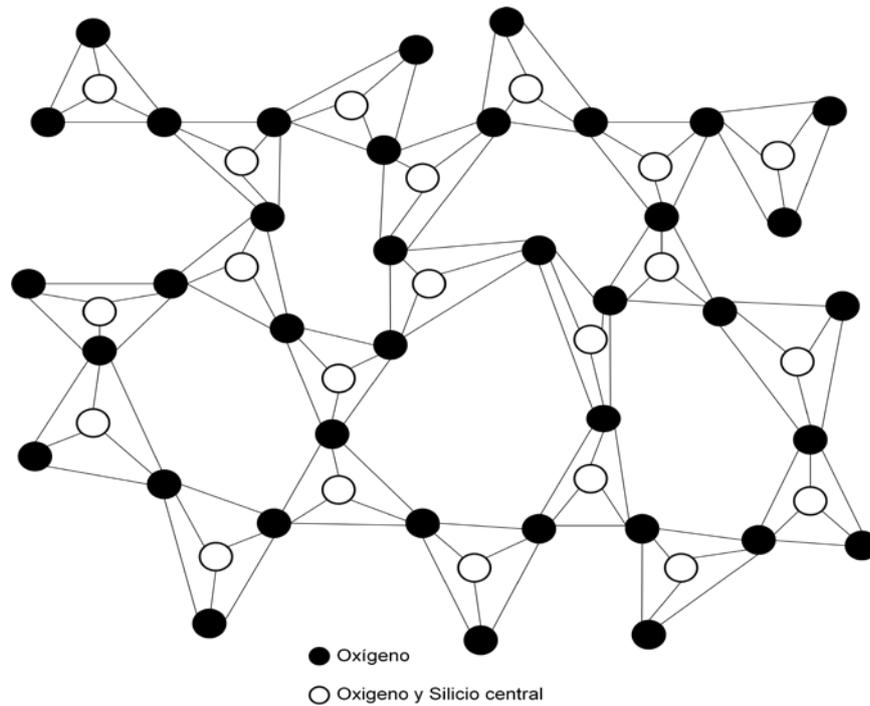


Figura 2.6. Esquema de la estructura de la sílice fundida

como $(\text{Si}_9\text{O}_{21})^{6-}$ y una pequeña cantidad de iones Si^{4+} como se indica en la reacción [2.1] (Gilchrist, 1989):



2.3.3 Óxidos anfóteros. Los óxidos anfóteros son aquellos que poseen propiedades tanto de los óxidos básicos, como de los óxidos ácidos, esto quiere decir que se comportan como ácidos frente a óxidos básicos y como bases frente a óxidos ácidos. Algunos de los óxidos anfóteros más importantes que se encuentran en yacimientos de metales preciosos son: Al_2O_3 , ZnO , SnO_2 , TiO_2 , As_2O_3 y Bi_2O_3 (Schuhmann, 1968; Coudurier y Wilkomirsky, 1971; Lenehan y Murray-Smith, 1986; Gilchrist, 1989).

La fuerza de atracción de un ión metálico hacia un ión de oxígeno es proporcional a la proporción z/A^2 , en donde z es la carga del ión metálico, y A es

igual a la suma de los radios iónicos (Gilchrist, 1989). La Tabla 2.1 presenta la clasificación de los óxidos en función de su acidez. En ésta también se observa que mientras menor es la fuerza de atracción, mayor es el carácter iónico. La atracción es mayor en los casos del fósforo y el silicio los cuales tienen iones pequeños que llevan grandes cargas eléctricas y estas de hecho atraen al oxígeno fuertemente formando aniones muy estables.

TABLA 2.1
CLASIFICACION DE LOS OXIDOS (Gilchrist, 1989)

Óxido	z/A^2	% de enlace iónico	Tipo de óxido
Na ₂ O	0.18	65	Básico
BaO	0.27	65	
SrO	0.32	61	
CaO	0.35	61	
MnO	0.42	47	
FeO	0.44	38	
ZnO	0.44	44	
MgO	0.48	54	
BeO	0.69	44	Anfótero
Cr ₂ O ₃	0.72	41	
Fe ₂ O ₃	0.75	36	
Al ₂ O ₃	0.83	44	
TiO ₂	0.83	41	
B ₂ O ₃	1.17	-	Ácido
SiO ₂	1.22	36	
P ₂ O ₃	1.66	28	

2.4 Formación de Escorias

Las escorias en su mayoría están formadas por óxidos ácidos y básicos, se forman por la ruptura de las redes tridimensionales de óxidos ácidos, por medio de los iones simples que se forman de la disociación de los óxidos básicos. Por ejemplo, si a la sílice que forma una red tridimensional se le adiciona un óxido básico como el óxido de calcio, el cual se disocia de acuerdo a la reacción [2.2]:



este óxido básico ingresará en las cadenas tridimensionales Si-O, generando varios cortes, haciendo que las redes se vayan rompiendo paulatinamente. En la Tabla 2.2 se puede observar que el número de vértices destruidos depende de la fracción molar del óxido metálico, es decir, depende de la relación entre O/Si. Cuando la concentración molar del óxido metálico es menor al 12%, se sabe que todavía existen enlaces tridimensionales. Cuando la concentración molar del óxido metálico es mayor al 12% hay un mejor rompimiento de las cadenas tridimensionales, dando lugar a la formación de varios iones de grandes tamaños, que luego van disminuyendo de tamaño hasta llegar a iones pequeños de $(\text{SiO}_4)^{4-}$. Esto hace que se produzcan variaciones en las características de la fase líquida, disminuyendo la viscosidad y aumentando la conductividad iónica. Esto quiere decir que cuando se añade mayor cantidad de óxido metálico la relación entre O/Si es mayor (Muñoz, 1993).

TABLA 2.2

INFLUENCIA DE LA ADICION DE UN OXIDO BASICO EN LA ESTRUCTURA DE LOS SILICATOS (Schuhmann, 1968)

Relación O/Si	FORMULA	ESTRUCTURA
2/1	SiO ₂	Tetraedros: forman red hexagonal
5/2	MO·2SiO ₂	Laminar: Un vértice se rompe
3/1	MO·SiO ₂	Fibroso: Dos vértices se rompen
7/2	3MO·2SiO ₂	2(SiO ₄) ⁶⁻ : Tres vértices se rompen
4/1	2MO·SiO ₂	(SiO ₄) ⁴⁻ : Cuatro vértices se rompen

Al necesitarse una fase líquida poco viscosa se desea tener una composición de iones (SiO₄)⁴⁻ predominante, para lo cual la composición del ortosilicato 2MO·SiO₂ es la adecuada con una relación de Oxígeno/Silicio de 4/1. En la Figura 2.7 se muestra la estructura fibrosa de la sílice, la cual tiene dos vértices destruidos por cada tetraedro.

La Figura 2.8 indica la estructura de la sílice, en donde, todos los vértices de la red hexagonal están destruidos. Además, se observa que los tetraedros se encuentran separados por iones metálicos, y en la Figura 2.9, se puede observar la estructura de los silicatos sólidos, sin una estructura ordenada, debido al aumento de la temperatura.

2.5 Consideraciones para la Formación de Escorias

La escoria debe tener una composición adecuada que se encargue de la recolección y eliminación de forma efectiva de diferentes elementos e impurezas

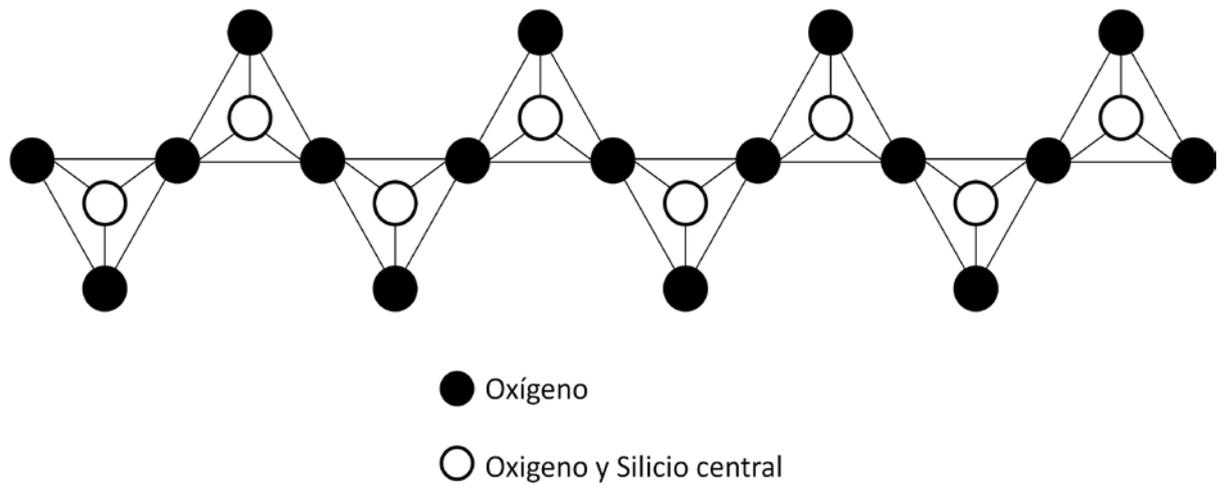


Figura 2.7: Estructura fibrosa de la sílice (Muñoz, 1993).

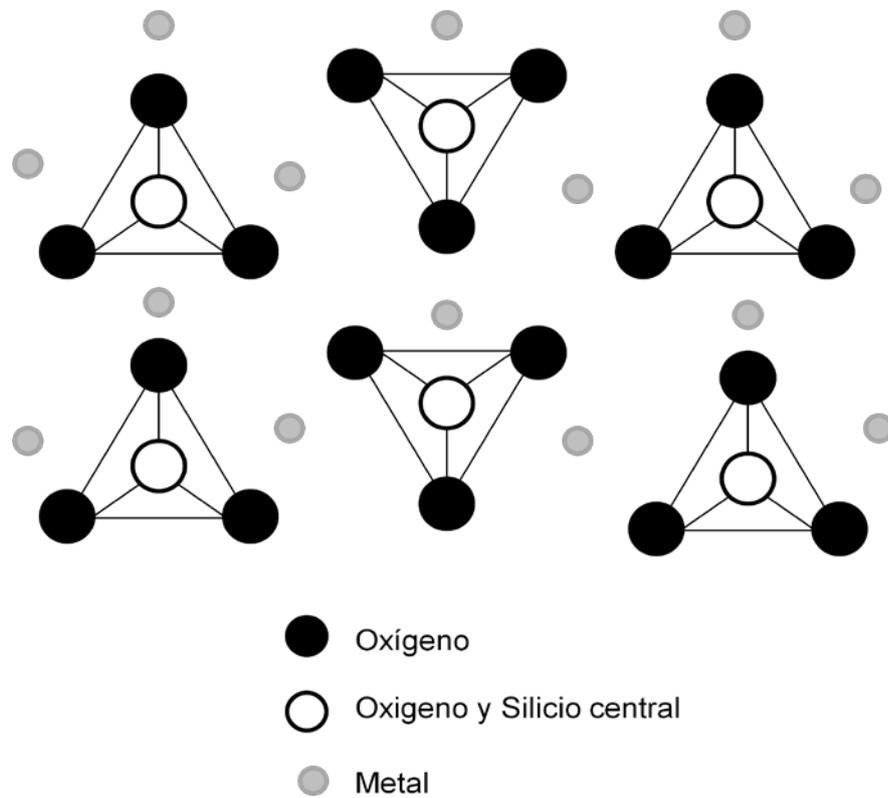


Figura 2.8: Estructura del $2MO \cdot SiO_2$ sólido (Muñoz, 1993).

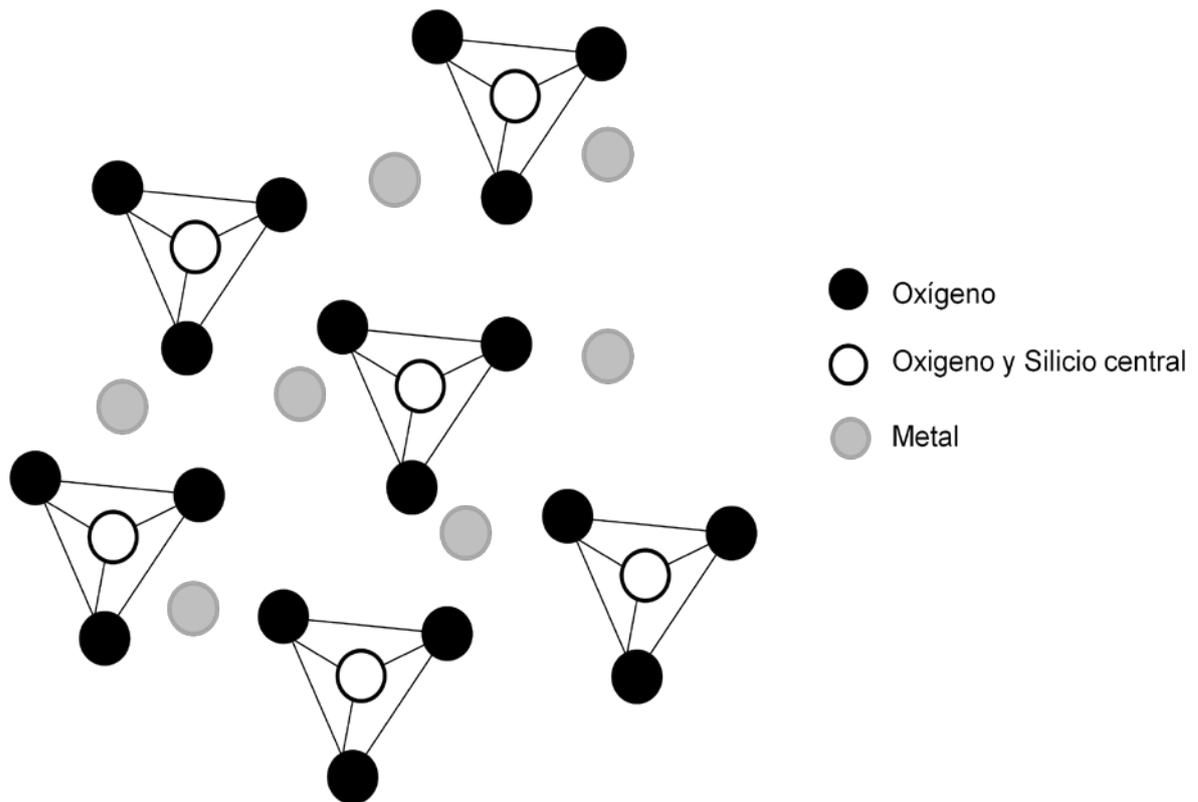


Figura 2.9: Estructura del $2MO \cdot SiO_2$ fundido (Muñoz, 1993).

que no interesan en la fase metálica, y que se encuentran en el mineral de análisis interfiriendo en la recuperación del metal precioso (Schuhmann, 1968). Algunas de las consideraciones importantes para la formación de escorias son: temperatura, composición, viscosidad y densidad.

Para la eliminación de impurezas, la temperatura de fusión es importante y depende básicamente de la composición de la carga. La fase escoria suele ser la fase más difícil de fundir debido a la presencia de sílice, la cual funde a una temperatura de 1993 K (Bolufer, 2009). Mientras mayor es la cantidad de sílice, la escoria tiende a ser menos fusible, por lo que a cargas ácidas o con gran cantidad de sílice se añade una mezcla fundente para disminuir la temperatura de fusión de las escorias hasta aproximadamente 1173 K (Schuhmann, 1968).

Otro parámetro a considerar es la viscosidad de la carga en estado líquido. La viscosidad de una escoria depende básicamente de su composición y temperatura. La viscosidad es una propiedad difícil de medir experimentalmente a altas temperaturas. Si aumenta la temperatura la viscosidad de una escoria de composición específica tiende a disminuir. En cuanto a la composición, si la cantidad de sílice aumenta se producen escorias más viscosas. El aumentar el contenido de óxidos básicos contribuye a la disminución de la energía de activación, lo que disminuye la temperatura de fusión de la escoria, y por ende, se tienen escorias menos viscosas (Schuhmann, 1968; Coudurier y Wilkomirsky, 1971).

Las densidades de las escorias son muy importantes, ya que la escoria al estar formada en su mayor parte por óxidos hace que ésta sea la más liviana, permitiendo de esta manera la separación de las fases en la fusión por medio de sedimentación de las fases más pesadas que son: fase mata, fase speiss y fase metálica, en orden ascendente (de la Torre, 1988).

También debe tomarse en cuenta la composición de la escoria, ya que debe ser lo menos corrosiva hacia el material refractario, siendo aconsejable la utilización de escorias básicas para materiales refractarios básicos y escorias ácidas para refractarios ácidos (Schuhmann, 1968).

La Figura 2.10 muestra una fotografía de una carga que cumple con las consideraciones básicas para la formación de escorias. En esa fotografía se tiene que con las proporciones adecuadas de la mezcla fundente se llega a tener escorias bastante fluidas, lo que permite una buena separación de las fases que se generan durante la fusión.



Figura 2.10. Fotografía de una carga fundente que cumple con las consideraciones básicas de la formación de escorias, obteniendo así una mezcla bastante fluida.

2.6 Tipos de Fusión

En metalurgia extractiva existen diferentes tipos de fusión de los cuales los más importantes son: fusión oxidante y fusión reductora.

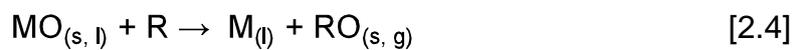
2.6.1 Fusión oxidante. La fusión oxidante es un proceso exotérmico que tiene como objetivo originar una oxidación de compuestos metálicos por medio de un cambio de fase (de sólido a líquido), y la adición de reactivos oxidantes tales como el aire, oxígeno, óxidos metálicos, entre otros. Una de las aplicaciones

más comunes de la fusión oxidante es la desulfuración de matas. La reacción [2.3] es un ejemplo de fusión oxidante que ilustra el proceso de desulfuración:



en donde MS es el sulfuro metálico y MO es el óxido metálico que se forma (Rovira, 1982).

2.6.2 Fusión reductora. La fusión reductora es un proceso endotérmico en donde un óxido metálico se reduce, el cual puede estar en estado sólido o líquido, a metal en estado líquido, como se indica en la reacción [2.4]:



en donde MO es el óxido metálico, R es el agente reductor y M es el metal en la forma líquida. Los agentes reductores más comunes son: carbono, monóxido de carbono, hidrógeno, aluminio y magnesio (Rovira, 1982).

CAPITULO 3

FUNDAMENTOS DEL ENSAYO AL FUEGO

3.1 Antecedentes

Los minerales polisulfurados generalmente contienen una mezcla de varios metales tales como cobre, hierro, plomo, cinc y arsénico en forma de sulfuros. Los sulfuros más comunes que se encuentran en los yacimientos auríferos son la calcopirita (CuFeS_2), pirrotita (FeS), pirita (FeS_2), galena (PbS), esfalerita (ZnS), y arsenopirita (AsFeS). Durante el ensayo al fuego, estos sulfuros interfieren en la recuperación de los metales preciosos al formar la fase mata, ya que los metales preciosos se disuelven fácilmente en esta fase. Por esta razón es necesario oxidar a los sulfuros, previo al análisis de ensayo al fuego.

3.2 Fusión de Concentrados

Para la fusión de concentrados es necesaria la adición de una mezcla fundente, es decir, de reactivos químicos que ayuden a la formación de una escoria líquida a la temperatura mínima de fusión de los escorificantes.

La determinación de una dosificación óptima de la mezcla fundente requiere de un análisis mineralógico del material que se va analizar. Un mineral que contenga una ganga ácida requerirá una mezcla fundente básica, al igual

que un mineral con una ganga básica necesitará una mezcla fundente ácida (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986).

Los principales fundentes o reactivos de fusión utilizados para la recuperación de oro y plata son: sílice, bórax, bicarbonato de sodio, nitrato de potasio y una fuente de carbono como reductor.

La sílice (SiO_2) es un reactivo de fusión fuertemente ácido, que se combina con los óxidos metálicos para formar silicatos, los cuales son fundamentales en la mayoría de escorias. La sílice forma cinco clases de silicatos los cuales se clasifican de acuerdo a la relación de oxígeno en la base u óxidos metálicos con el oxígeno del ácido o sílice (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987). La Tabla 3.1 indica las relaciones de oxígeno entre el ácido y base, y la clasificación de los silicatos. El objetivo de la sílice como constituyente en la mezcla fundente es el de formar la fase escoria.

El bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) es un fundente ácido, activo y muy fusible, se funde en su propia agua de cristalización, al calentarlo se hincha por la eliminación de agua, se funde formando un vidrio viscoso a 800 K, y se vuelve un líquido muy fluido sobre los 1000 K. El bórax disuelve a la mayoría de óxidos metálicos por lo que el propósito del borax en la mezcla fundente es ayudar en la formación de escoria. En pocas cantidades, disminuye la temperatura para la formación de escoria y genera una fusión ordenada y tranquila. La disolución de óxidos metálicos por medio de bórax se lleva a cabo en dos etapas: primero el bórax se funde a una forma vidriosa transparente, que consiste de una mezcla de metaborato de sodio y anhídrido bórico, como se observa en la reacción [3.1]:

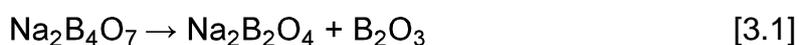


TABLA 3.1

CLASIFICACION DE LOS SILICATOS (Lenehan y Murray-Smith, 1986)

Nombre	Fórmula	Relación de Oxígeno Acido : Base
Subsilicato	4MO·SiO ₂	1:2
Monosilicato	2MO·SiO ₂	1:1
Sesquisilicato	4MO·3SiO ₂	1.5:1
Metasilicato	MO·SiO ₂	2:1
Trisilicato	2MO·3SiO ₂	3:1

El anhídrido bórico reacciona con el óxido metálico para formar un borato metálico como se indica en la reacción [3.2]:

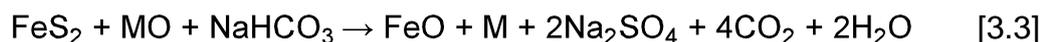


Se conocen cinco clases de boratos, estos tienen una clasificación similar a los silicatos y se presenta en la Tabla 3.2 (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987).

La mezcla fundente se añade para tener una escoria constituida principalmente de borosilicatos, los cuales a su vez existen en forma de metasilicatos y metaboratos, ya que estos disuelven los óxidos metálicos y forman escorias fusibles y de menor viscosidad a las temperaturas de trabajo del horno de fusión (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986).

El bicarbonato de sodio (NaHCO₃) es un reactivo de fusión fuertemente alcalino, y se utiliza en el ensayo al fuego debido a su bajo costo y a su pureza. Al estar en presencia de aire oxida los sulfuros a sulfatos, por esta razón el bicarbonato de sodio, al igual que el carbonato de sodio, puede ser considerado

como un fundente oxidante y desulfurante. Los sulfatos son producidos con mayor facilidad en presencia de un agente oxidante como un óxido metálico. Esta formación de sulfato se aprecia en la reacción [3.3], en el tratamiento de la pirita:



El nitrato de potasio (KNO_3) es un energético agente oxidante, se funde a 630 K, a mayores temperaturas sufre ruptura de enlaces, liberando oxígeno. El oxígeno que se libera reacciona oxidando al sulfuro y muchos de los metales, en especial plomo y cobre. Es utilizado en el ensayo al fuego especialmente para la oxidación de sulfuros, arseniuros y antimoniuros. La oxidación de sulfuros metálicos a óxidos por medio de nitrato de potasio se aprecia en la reacción [3.4] (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987):



TABLA 3.2

CLASIFICACION DE LOS BORATOS (Lenehan y Murray-Smith, 1986)

Nombre	Formula	Relación de Oxígeno Ácido : Base
Ortoborato	$3\text{MO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$	1:1
Piroborato	$2\text{MO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$	1.5:1
Sesquiborato	$3\text{MO} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$	2:1
Metaborato	$\text{MO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$	3:1
Tetraborato	$2\text{MO} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$	6:1

3.3 Colectores utilizados en el Método de Ensayo al Fuego

El análisis por ensayo al fuego de una muestra de concentrado gravimétrico, consiste en fundir a temperaturas en un rango de 1400 - 1500 K a la carga con la ayuda de una mezcla fundente, generalmente constituida por bórax, carbonato de sodio, nitrato de potasio y un colector.

El colector es comúnmente un metal, una sal u óxido metálico que se coloca en conjunto con los fundentes. Este metal debe tener la capacidad de disolver los metales preciosos y coleccionarlos de manera eficaz formando la fase metálica, para posteriormente separarlos por medio de otros procesos.

Los colectores de oro más importantes son plomo, estaño, plata y cobre (Smith, 1987). El plomo es el colector más utilizado para el análisis por ensayo al fuego, al ser muy efectivo en la colección del oro y principalmente por su baja temperatura de fusión la cual está cerca de los 600 K. Se lo utiliza como litargirio u óxido de plomo (PbO), por lo que se requiere un proceso de metalización de PbO a Pb, por medio de la adición de un reductor. El estaño se lo utiliza en forma de óxido estannoso (SnO₂). Es un buen colector de metales preciosos, sin embargo el tratamiento de la fase metálica para la posterior separación de metales preciosos presenta serias dificultades debido a la poca solubilidad del estaño en ácidos minerales, lo que hace ineficiente su utilización. De todos los colectores el mejor que se conoce es la plata, ya que forma aleaciones con oro en cualquier proporción. El problema de la plata es que se oxida fácilmente a óxido de plata, además que la utilización de este metal es bastante costosa y por razones económicas no resulta rentable. Sin embargo, se la utiliza como colector junto con el plomo, y se lo añade a la carga como una solución de nitrato de plata. El cobre es un buen colector de los metales preciosos, ya que

cumple las mismas funciones que los metales anteriores (Smith, 1987). Un aspecto que puede presentar dificultades al utilizar cobre como colector es su alta temperatura de fusión, que se encuentra cerca de los 1440 K.

La utilización de metales colectores es muy importante especialmente en minerales de baja concentración, ya que en este tipo de minerales los metales preciosos se encuentran dispersos y en muy pocas cantidades, siendo muy difícil la sedimentación y formación de la fase metálica (Smith, 1987).

El ensayo al fuego sin la adición de un colector se aplica en concentrados que tengan cantidades de oro superiores a los 300-500 g/ton, y que no contengan sulfuros, ya que éstos son los que dificultan la formación de la escoria, al producir la fase mata en la fusión (Marsden y House, 1992).

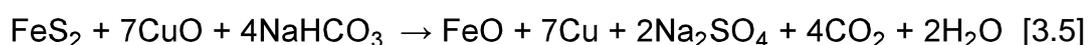
3.4 Dosificación de Fundentes

La dosificación teórica de fundentes que se debe añadir tanto para la oxidación de sulfuros como para la escorificación de óxidos se determina considerando la estequiometría de las reacciones que se llevan a cabo con cada sulfuro y óxido metálico presente en la mena o concentrado mineral.

3.4.1 Reactivos para la oxidación de sulfuros. Para llevar a cabo el método de análisis de oro por ensayo al fuego es necesario tratar previamente a los sulfuros para lograr la formación de las fases escoria y metálica, y minimizar la formación de la mata, que tiende a disolver los metales preciosos. El pretratamiento consiste en la oxidación de los sulfuros metálicos por medio de la

utilización de agentes desulfurantes como el bicarbonato de sodio (NaHCO_3) y el nitrato de potasio (KNO_3).

El NaHCO_3 en presencia de óxido de cobre reacciona directamente con el sulfuro para formar óxido metálico, cobre metálico, sulfato de sodio, dióxido de carbono y agua. El proceso de desulfuración de la pirita se ilustra en la reacción [3.5] (Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987):



El nitrato de potasio a temperaturas mayores a 630 K se descompone liberando oxígeno el cual oxida los sulfuros metálicos a óxidos metálicos. Un ejemplo claro en el que se utiliza KNO_3 para la oxidación de sulfuros es el proceso de desulfuración de la pirita, el cual se aprecia en la reacción [3.6] (Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987).



La acción combinada del bicarbonato de sodio con el nitrato de potasio, tiene resultados favorables en la desulfuración de concentrados minerales. La desulfuración de la pirita combinando estos agentes se describe en la reacción [3.7] (Bugbee, 1940; Lenehan y Murray-Smith, 1986; Smith, 1987):



De manera similar se pueden escribir las reacciones de desulfuración para los otros sulfuros. Los cálculos teóricos de dosificación de estos agentes oxidantes de sulfuros se realizan considerando la estequiometría de las reacciones que se llevan a cabo con cada sulfuro metálico. Estos cálculos se presentan en el Anexo I.

3.4.2 Reactivos para la formación de escorias. Una vez oxidados los sulfuros se procede a la formación de escorias, la cual consiste en la formación de boratos y silicatos. Se sugiere la formación de metaboratos y metasilicatos debido a que son los más fluidos, y al ser menos viscosos permiten el paso de los metales preciosos y el metal colector con mayor facilidad hasta la parte inferior del crisol para formar la fase metálica (Lenehan y Murray-Smith, 1986). Los agentes oxidantes y fundentes para la formación de escorias son principalmente bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), y sílice (SiO_2), los cuales en proporciones adecuadas reaccionan con los óxidos metálicos para formar metasilicatos y metaboratos. Un ejemplo de este proceso es la escorificación del óxido de hierro, el cual se ilustra en la reacción [3.8]:



Los cálculos teóricos de dosificación de la mezcla fundente para la escorificación de los óxidos metálicos se realizan tomando en cuenta la estequiometría de la formación de los respectivos metaboratos y metasilicatos, a partir de los óxidos metálicos. Estos cálculos se presentan en el Anexo II.

3.4.3 Resumen de dosificación de reactivos. La Tabla 3.3 resume las cantidades teóricas necesarias para la escorificación de 100 gramos de metal presente obtenidos por medio de los cálculos realizados en base a las reacciones propuestas en los Anexos I y II. En los cálculos para la determinación de dosificación de reactivos se asume que el metal se encuentra en forma de óxido.

3.5 Tratamiento de la Fase Metálica

Alternativamente a la copelación, en este proyecto se utilizaron dos métodos para la separación de los metales preciosos de la fase metálica: a) ataque con ácido nítrico, y b) ataque con una mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno.

3.5.1 Ataque con ácido nítrico. Este método consiste en el tratamiento de la fase metálica con solución diluida de ácido nítrico (25 – 35 % w/w) caliente, y libre de cloruros, en donde toda la fase metálica es solubilizada, a excepción del oro. El oro metálico es separado de la solución por filtración, y posteriormente

TABLA 3.3

DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA 100 g DE METAL PRESENTE

Metal 100 g	Sílice SiO₂ (g)	Bórax Na₂B₄O₇·10H₂O (g)	Bicarbonato de sodio NaHCO₃ (g)	Nitrato de Potasio KNO₃ (g)
Cobre	63.09	200	1058.27	209.36
Hierro	107.61	341.09	1804.83	448.06
Plomo	19.34	61.29	81.08	30.19
Cinc	61.27	194.22	256.92	95.67

es secado y pesado. El procedimiento de este método se resume en el Anexo III. El oro metálico que se recupera se encuentra en polvo, por lo que para obtener un botón de oro de color amarillo y de brillo metálico, el polvo se funde en un crisol con bórax, sílice y carbonato de sodio, logrando obtener un botón de oro.

A la solución remanente del ataque con ácido nítrico se agrega ácido clorhídrico o cloruro de sodio para formar un precipitado de cloruro de plata (AgCl), se filtra la solución, y el AgCl se lava varias veces con agua. El precipitado de cloruro de plata se coloca en un vaso de precipitación, en donde se añade una solución de hidróxido de sodio hasta alcanzar un pH de 12, y de esta manera formar hidróxido de plata, posteriormente se añade una fuente de carbono (azúcar) hasta que la plata precipita por completo. Este procedimiento se resume en el Anexo IV.

Otro método es añadir al precipitado de cloruro de plata polvo de cinc o hierro, para producir la cementación de la plata por medio de las reacciones [3.7] y [3.8]:



Para llevar a cabo las reacciones de precipitación de la plata, y para disolver el exceso de Zn o Fe, se añade una solución de ácido sulfúrico al 10% y se agita en caliente por dos horas aproximadamente. La plata que se obtiene se deja

secar, y después se funde en un crisol con bórax, sílice, y carbonato de sodio para tener un botón de plata (Muñoz, 1993).

3.5.2 Ataque con ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno. El método consiste en atacar a la fase metálica con 10 mL de una solución de ácido sulfúrico de pH 1 y 10 mL de peróxido de hidrógeno concentrado. El peróxido de hidrógeno es el oxidante para la plata y el cobre presentes en la fase metálica, y el ácido sulfúrico proporciona el ligando SO_4^{2-} para estos metales. Al reaccionar estos agentes con la fase metálica se observa efervescencia hasta que la fase metálica se disuelve por completo. En caso de que se detenga la efervescencia y no se haya disuelto la fase metálica por completo, es necesario añadir el ácido y el peróxido en las mismas cantidades iniciales, hasta que la fase metálica desaparezca y se recupere oro sólido y un precipitado de sulfato de plata, quedando en solución el sulfato de cobre. A continuación se retira el oro sólido y el sulfato de plata de la solución por filtración, y se lava varias veces con agua destilada, y se seca. Una vez seco se pesa y se obtiene un peso del papel, del sulfato de plata y del oro. Se coloca el sulfato de plata y el oro en un vaso de precipitación y se pesa el papel filtro solo. Al vaso con los metales preciosos se añade ácido nítrico diluido para formar nitrato de plata y recuperar el oro insoluble. El oro es separado de la solución por filtración, se lava varias veces con agua, se deja secar, y se pesa teniendo así la cantidad de oro presente en la muestra. Al tener el peso del precipitado de oro y sulfato de plata por diferencia, se determina la cantidad de sulfato de plata presente en la muestra de mineral y por estequiometría se determina la cantidad de plata existente en la misma. Este procedimiento se detalla en el Anexo V.

CAPITULO 4

PARTE EXPERIMENTAL

4.1 Antecedentes

El cobre que será utilizado como colector en las pruebas de ensayo al fuego debe estar en forma de polvo, para que se distribuya en toda la carga fundente, y realice de mejor manera su función colectora el momento que éste se funde. Por estas razones se decidió preparar en el laboratorio cobre metálico e hidróxido de cobre en polvo. Los métodos de preparación de estos reactivos se detallan a continuación.

4.2 Preparación de Cobre Metálico por Métodos Electroquímicos

La obtención de cobre metálico en polvo se realiza utilizando sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y hierro metálico. Al sulfato de cobre se disuelve en agua, y una vez disuelto se añade ácido sulfúrico (H_2SO_4) hasta alcanzar un pH de 2. En esta solución se coloca una varilla de hierro para que se lleve a cabo la reacción de oxido-reducción [4.1]:



en donde el cobre precipita en forma metálica mientras que el hierro se disuelve en la solución ácida. La energía libre de Gibbs estándar para esta reacción es $-152.23 \frac{\text{KJ}}{\text{mol}}$, siendo ésta una reacción espontánea.

4.2.1 Procedimiento. Se colocan 13 L de agua en un recipiente de 20 litros de capacidad. Posteriormente se coloca 1 kilogramo de sulfato de cobre pentahidratado, y se agita hasta que el sulfato de cobre se disuelve completamente en el agua. Una vez disuelto el sulfato de cobre se añade 77.21 gramos de ácido sulfúrico al 33%, para tener un pH aproximado de 2. A continuación se coloca una varilla de hierro, con un peso aproximado de 560 gramos, y se deja reaccionar. Los cálculos realizados para la obtención de las cantidades necesarias para que reaccione 1 kg de sulfato de cobre y forme cobre metálico se encuentran en el Anexo VI. Una vez formado el cobre metálico, se retiran las varillas de hierro, se filtra la solución, y se seca el precipitado. El proceso se realizó por duplicado y los datos se presentan en la Tabla 4.1 como Pruebas 1 y 2.

4.2.2 Resultados. En la Tabla 4.1 se detallan las cantidades de reactivos que se colocó en el recipiente para la preparación de cobre metálico y la cantidad de producto obtenido.

De la reacción electroquímica se obtuvo un total de 500 g de cobre metálico a partir de 2 kg de sulfato de cobre pentahidratado después de aproximadamente 2 semanas. El valor teórico de cobre a recuperar era de 509.02 g de Cu, teniendo de esta manera un porcentaje de recuperación del 98.22%.

TABLA 4.1

REACTIVOS PARA PREPARACION DE COBRE METALICO Y CANTIDAD DE COBRE RECUPERADO

Reactivos y Producto	Prueba 1	Prueba 2	Total (g)
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1 kg	1 kg	2 kg
H_2O	13 L	13 L	26 L
Fe	668 g	578 g	1246 g
H_2SO_4	77.21 g	77.21g	154.42 g
$\text{Cu}_{\text{recuperado}}$	246 g	254 g	500 g

La Figura 4.1 presenta una fotografía en la cual se puede observar dos varillas de hierro cubiertas por la solución de sulfato de cobre. En el fondo del recipiente se puede apreciar la acumulación de cobre metálico que se ha formado por la reacción electroquímica.



Figura 4.1. Preparación de cobre metálico en polvo por medio de sulfato de cobre y varillas de hierro en medio ácido.

La Figura 4.2 muestra la acumulación de cobre en las varillas de hierro formando una capa gruesa de difícil separación sobre éstas. Por medio de este método se observa que no todo el cobre recuperado se encuentra en polvo. Las Figuras 4.3 y 4.4 son fotografías del cobre metálico recuperado después del proceso electroquímico.



Figura 4.2. Formación de cobre metálico después de reaccionar sulfato de cobre en solución con hierro metálico en medio ácido. En el fondo del recipiente se puede apreciar el cobre metálico en polvo formado durante el proceso electroquímico.



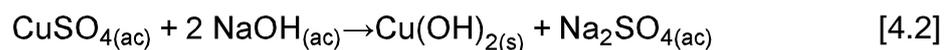
Figura 4.3. Cobre metálico en polvo recuperado.



Figura 4.4. Polvo de cobre metálico recuperado.

4.3 Preparación de Hidróxido de Cobre por Precipitación

Durante el avance de la investigación se decidió probar con hidróxido de cobre, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, en los ensayos, y determinar si era factible su utilización como colector. El hidróxido de cobre se obtiene por medio de una reacción de precipitación, en donde, intervienen sulfato de cobre e hidróxido de sodio en solución, llevándose a cabo la reacción [4.2]:



4.3.1 Procedimiento. Se disuelve un kilogramo de sulfato de cobre en 10 litros de agua. En otro recipiente se disuelve 320.62 gramos de hidróxido de sodio en 3 litros de agua. Una vez disueltos ambos reactivos se mezclan en un solo recipiente en donde reaccionan y forman el precipitado de $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Se filtra la solución, y al precipitado obtenido se lava cuatro veces con agua destilada para eliminar los remanentes de sulfato de sodio. Se deja secar en la estufa por 12 h a una temperatura de 350 K aproximadamente. Este proceso se repitió en ocho ocasiones, con el fin de abastecerse de suficiente $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Los cálculos

realizados para la obtención de las cantidades necesarias de reactivos para que reaccione 1 kg de sulfato de cobre con hidróxido de sodio y forme hidróxido de cobre se encuentran en el Anexo VII.

4.3.2 Resultados. En la Tabla 4.2 se detallan las cantidades de reactivos que se colocaron para la preparación de 2 lotes de hidróxido de cobre, y se encuentran en la tabla como Pruebas 1 y 2. Por medio del método de precipitación se recuperó 638.2 gramos de hidróxido de cobre en polvo, y se recuperó esta cantidad en aproximadamente 48 h. La cantidad de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ es suficiente para llevar a cabo 60 fundiciones. Los seis lotes adicionales se prepararon utilizando las cantidades descritas en la Tabla 4.2.

4.4 Concentrado de Pacto

El concentrado utilizado en esta investigación fue un material donado por una empresa artesanal minera que realizaba trabajos de prospección en el área de Pacto, ubicada a 70 km al noroccidente del Distrito Metropolitano de Quito. Este material fue molido varias veces mediante una trituradora de mandíbulas, posteriormente fue concentrado por un sistema de canalones y luego fue

TABLA 4.2

PREPARACION DE HIDROXIDO DE COBRE

Reactivos y Producto	Prueba 1	Prueba 2	Total (g)
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1 kg	1 kg	2 kg
H_2O	13 L	13 L	26 L
NaOH	321 g	321 g	642 g
$\text{Cu}(\text{OH})_2$	325.8 g	312.4 g	638.2g

sometido a diferentes pruebas de cianuración. Este material presentó características refractarias por lo que las recuperaciones de oro eran mínimas por el método de cianuración (Muñoz, 2003).

4.5 Caracterización Química y Mineralógica del Concentrado de Pacto

Los resultados de la caracterización química y mineralógica del concentrado de Pacto se obtuvieron por medio de espectrofotometría de absorción atómica (EAA), ensayo al fuego, y difracción de rayos X de muestras del concentrado realizados en el Departamento de Metalurgia Extractiva (DEMEX) de la Escuela Politécnica Nacional (EPN). Los análisis de EAA, y ensayo al fuego realizados en un laboratorio externo se utilizaron como un sistema de control. Mediante el análisis por difracción de rayos X de una muestra del concentrado se obtuvo el espectro que se presenta en la Figura 4.5, a partir del cual se puede establecer que la composición mineralógica del concentrado es principalmente sílice. La composición completa del concentrado de Pacto se presenta en la Tabla 4.3. En la Tabla 4.4 se determinan los elementos presentes en el concentrado en base a los análisis químicos cuantitativos.

4.6 Metodología para los Ensayos de Fusión

Los ensayos de fusión del concentrado de Pacto se realizaron en un horno de construcción local (Landázuri, 2007), el cual se ilustra en la Figura 4.5. El horno consta de dos partes principales: una cámara de fusión y un soporte que sostiene la cámara. Tanto la carcasa que cubre la cámara de fusión y el

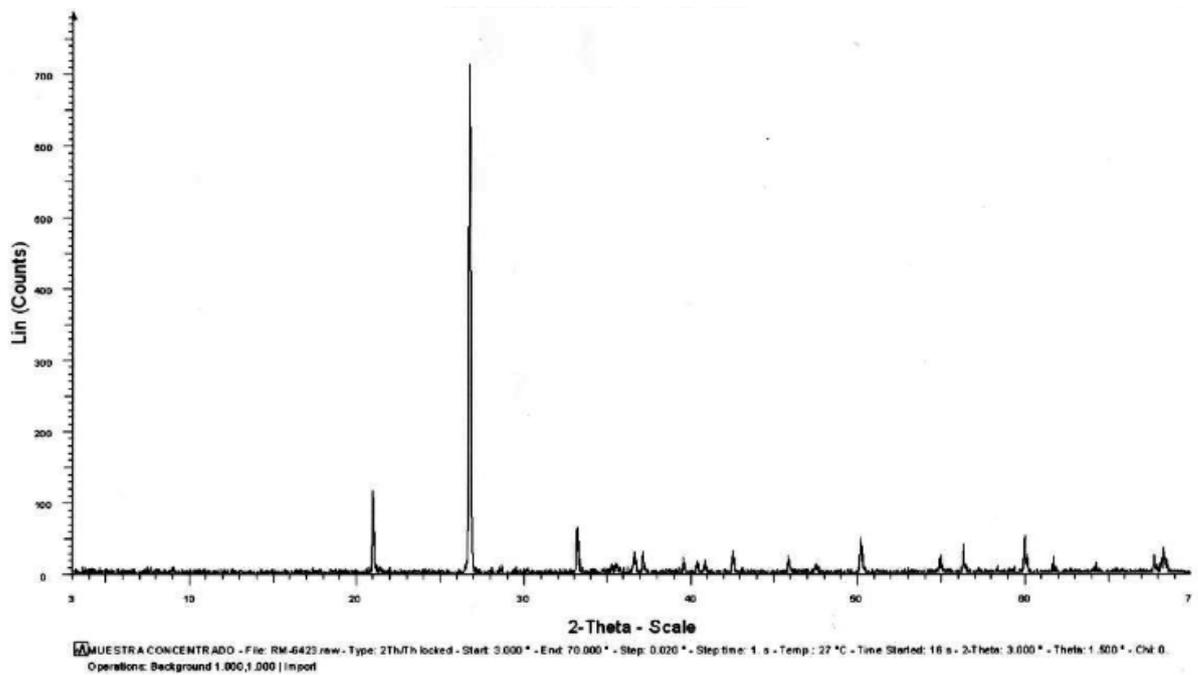


Figura 4.5. Espectro del concentrado de Pacto obtenido por difracción de rayos X.

TABLA 4.3

**COMPOSICION MINERALOGICA DEL CONCENTRADO DE PACTO
OBTENIDA POR DIFRACCION DE RAYOS X**

MINERAL	FORMULA	%
Cuarzo	SiO ₂	71
Pirita	FeS ₂	10
Grupo Plagioclasa	(Na,Ca)Al(Si,Al)Si ₂ O ₈	5
Muscovita	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂	2
Hematita	Fe ₂ O ₃	2
Caolinita	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄	4
Magnetita	Fe ₃ O ₄	2
Arsenopirita	FeAsS	2
Calcita	CaCO ₃	2

TABLA 4.4

ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO DEL CONCENTRADO DE PACTO

ELEMENTO	CONTENIDO
Oro	529.17 ppm
Plata	163.67 ppm
Silicio	35.87%
Hierro	26.13%
Azufre	5.73%
Aluminio	1.88%
Calcio	1.16%
Arsénico	0.92%
Sodio	0.44%
Carbono	0.24%
Plomo	0.14%
Potasio	0.14%
Cobre	0.02%
Cinc	0.01%

soporte son metálicos. La cámara de fusión está formada de un recubrimiento de cemento refractario Concrax 1500, seguido de una capa de cemento aislante CORAL 80. La tapa de la cámara de fusión fue fabricada con cemento aislante en su totalidad, la misma que se aprecia en la Figura 4.6. El horno posee una entrada de gas con un venterol, un mechero, válvula de gas industrial, y utiliza gas doméstico como combustible. En condiciones óptimas de operación se puede alcanzar 1440 K, temperatura adecuada para llevar a cabo la fusión del concentrado. La cámara de fusión tiene un soporte interno hecho del mismo material refractario del horno, que sirve para sostener el crisol. La Tabla 4.5 presenta las características principales del horno de fusión utilizado para este proyecto.

TABLA 4.5
CARACTERISTICAS DEL HORNO DE FUSION

Altura total [m]	1.15
Altura de la cámara de fusión [m]	0.65
Diámetro del horno [m]	0.50
Soporta crisoles de capacidad [L]	1-2
Temperatura máxima [°K]	1400-1500
Espesor de la sección aislante [cm]	10
Espesor de la sección refractaria [cm]	10
Diámetro de apertura de cámara [cm]	30

Las Figuras 4.6 y 4.7 muestran fotografías de como luce el horno externa e internamente. En la figura 4.6 se puede apreciar las partes del horno.



- A. Tapa
- B. Venterol
- C. Mechero
- D. Alimentación de gas
- E. Soporte de la cámara
- F. Vista externa de la cámara de fusión

Figura 4.6. Fotografía de la parte externa del horno de fusión.



Figura 4.7. Vista superior de la parte interna del horno de fusión.

La Figura 4.8 muestra una fotografía del horno en funcionamiento, en el cual se puede observar un crisol siendo colocado dentro del horno, con ayuda de una pinza metálica apropiada para ese procedimiento.



Figura 4.8. Fotografía del horno de fusión en funcionamiento.

La mezcla fundente y el mineral se colocan en un crisol hecho de arcilla. Mezcla fundente se denomina a la carga que contiene el agente desulfurante, agente oxidante, agente fundente y colector. La Figura 4.9 presenta una fotografía de un crisol que contiene la carga fundente colocado sobre una balanza analítica, en esta fotografía también se observa la altura máxima de la carga fundente en el crisol para evitar derrames en el horno, es decir, máximo las $\frac{3}{4}$ partes del mismo, ya que el bórax al fundirse tiende a hincharse. Los crisoles de arcilla utilizados para la fusión son de fabricación artesanal con material de la zona de Chordeleg, provincia del Azuay, y su fabricante asegura que son refractarios, y resisten las altas temperaturas de un horno de fundición. Los crisoles son económicos, pero no siempre soportan fundiciones consecutivas, por lo que al no ser reutilizables evitan la contaminación cruzada.



Figura 4.9. Fotografía del crisol que contiene la carga fundente, que indica la altura máxima de la carga fundente en el crisol para que no exista derrames en el horno.

La principal desventaja de estos crisoles es que al estar sometidos a cambios bruscos de temperatura tienden a romperse, al igual que se consumen debido a la acción del bicarbonato de sodio que actúa como agente formador de escoria, al reaccionar el óxido de sodio proveniente del bicarbonato con la sílice del crisol.

El crisol que contiene la mezcla a fundir, es decir, la carga fundente y el concentrado mineral, se coloca en el horno hasta que la mezcla está completamente líquida y fluida. El crisol con la mezcla fundida se retira del horno, y se deja en reposo hasta que se enfríe.

La Figura 4.10 presenta una fotografía de un crisol luego de salir del horno.



Figura 4.10. Fotografía de un crisol después de salir del horno.

La Figura 4.11 ilustra un crisol que contiene la carga fundida. En la misma fotografía se puede apreciar la diferencia de temperatura en la mezcla, con un color amarillo intenso se aprecia la fase escoria, este color se debe a que al ser la capa más liviana alcanza una mayor temperatura en menos tiempo. La fase metálica se presenta con un color anaranjado, que indica una menor temperatura ya que se trata de una fase más densa.

La Figura 4.12 indica una fotografía que contrasta un crisol con la carga fundida después de sacarla del horno y otro con la carga fundida a temperatura ambiente. En esta fotografía también se puede observar que hubo derrames de la mezcla en ambos por un lado del crisol. Esto se debe a la inclinación de éste dentro del horno. Además, se puede apreciar que los crisoles sufrieron fracturas debido al efecto del choque térmico al cual se ven afectados, ya que pasan de una temperatura de 1423 K a una temperatura de 298 K.

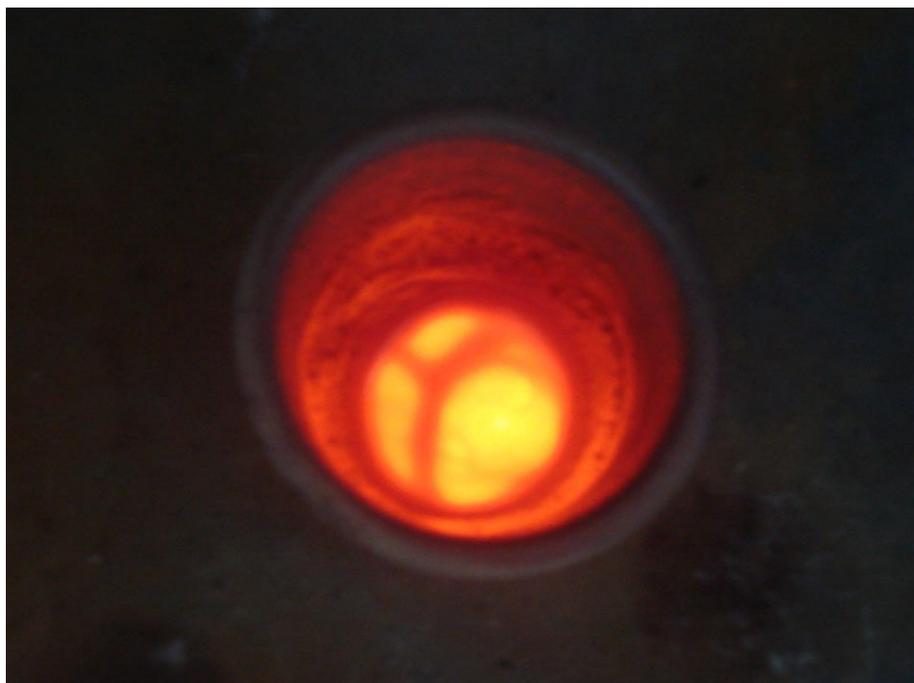


Figura 4.11. Fotografía de un crisol que contiene la carga fundida.

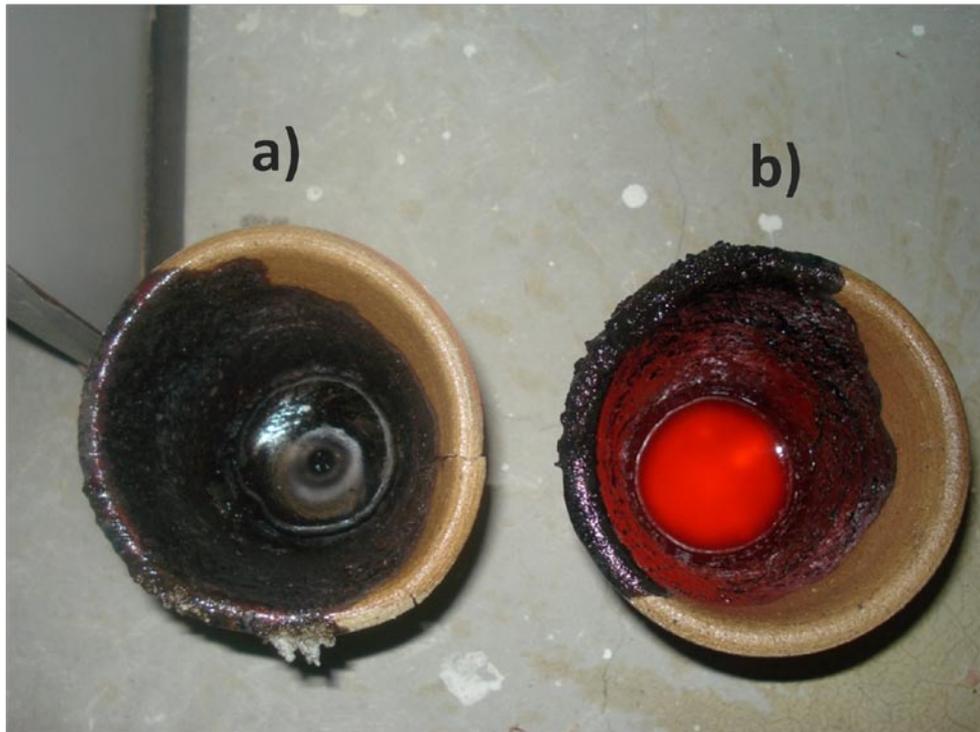


Figura 4.12. Fotografía que contrasta un crisol a) con la carga fundida a temperatura ambiente y otro b) con la carga fundida después de sacarla del horno. Se observa también que los crisoles sufrieron fracturas debido al efecto del choque térmico.

A continuación, con el golpe de un martillo se rompe el crisol transversalmente, la vista transversal se muestra en la Figura 4.13. De esta manera se pueden fácilmente apreciar, separar, y recuperar las diferentes fases generadas en el proceso de fusión. Para separar las fases que se formaron, se aplican fuerzas de impacto, por ejemplo por medio de la ayuda de un martillo. La fase escoria es fácilmente reconocible, por sus características vidriosas, generalmente de color verde, negro o marrón, dependiendo de los óxidos metálicos que contenga. Una buena escoria generalmente es bastante brillante, y siempre se ubica en la parte superior de la mezcla fundida y solidificada. La fase mata generalmente es del color de los sulfuros, gris o plomo si se tratan de

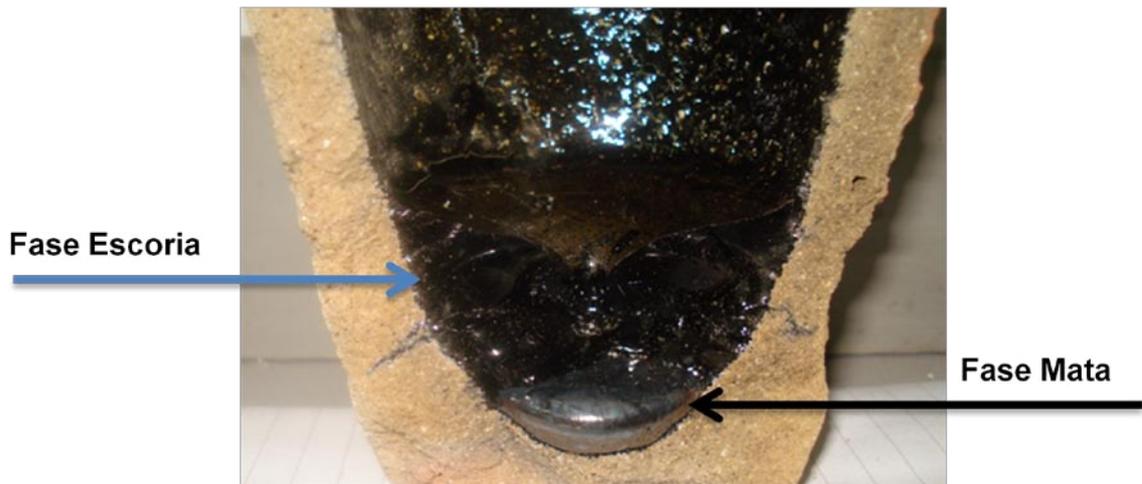


Figura 4.13. Corte transversal de un crisol en el cual se aprecian las fases mata y escoria generadas en la fusión.

sulfuros de cobre y/o plomo, y gris verdoso o dorado si se trata de sulfuros de hierro y/o cobre. Como es de esperarse, cuando hay mezclas de éstos, predomina el color del sulfuro que se encuentra en mayor cantidad. Al golpear la mata, ésta tiende a pulverizarse, debido a la poca maleabilidad y ductilidad de los sulfuros. La fase metálica, a diferencia de las anteriores es maleable y dúctil, por lo que fuerzas de impacto producirán que ésta se deforme.

La fase metálica recuperada es atacada con ácido nítrico diluido para disolver el cobre y la plata en forma de nitratos, y así recuperar el oro sólido insoluble. Se filtra la solución de nitratos solubles recuperando el oro sólido por medio de un embudo y papel filtro, el oro contenido en el papel filtro se coloca en un secador y una vez eliminado el agua presente se pesa, después se retira el oro y se pesa el papel filtro, determinando por diferencia la cantidad de oro presente. La concentración de plata y cobre se determina por medio de espectrofotometría de absorción atómica (EAA) de la solución remanente después de recuperar el oro.

La Figura 4.14 muestra una fotografía de la fase metálica durante la disgregación en ácido nítrico diluido. El calentamiento se realiza sobre una hornilla eléctrica, y para asegurar una mejor distribución de calor, se coloca el vaso de precipitación con la solución ácida sobre una cama de arena.

La Figura 4.15 muestra una fotografía de la fase metálica durante la disgregación con una mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno. El calentamiento de la mezcla se realiza de igual manera que en la disgregación con ácido nítrico.



Figura 4.14. Fotografía en la cual se disuelve una fase metálica en ácido nítrico sobre una cama de arena.



Figura 4.15. Fotografía en la cual se disuelve una fase metálica en una mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno sobre una cama de arena.

En la Figura 4.16 se observa la solución de nitratos recuperada por filtración, mientras que el oro sólido permanece retenido en el papel filtro. Esta solución será analizada posteriormente por EAA para determinar la concentración de plata, cobre, y otros metales que se encuentren presentes.

En la Figura 4.17 se ilustra una fotografía del oro recuperado después de filtrar la solución de nitrato de plata y nitrato de cobre proveniente de la disolución de la fase metálica en ácido nítrico.



Figura 4.16. Fotografía en la cual se observa la solución de nitrato de cobre y nitrato de plata recuperada por filtración.

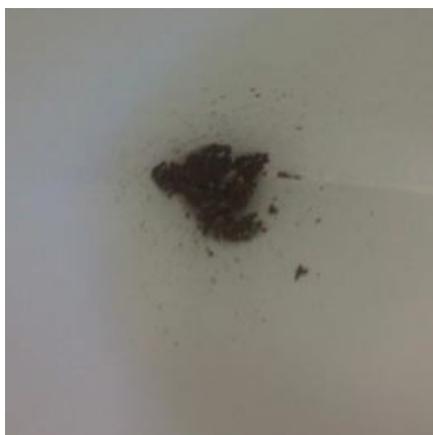


Figura 4.17. Fotografía del oro recuperado después de filtrar la solución de nitrato de plata y nitrato de cobre proveniente de la disolución de la fase metálica en ácido nítrico.

En la fotografía de la Figura 4.17 se aprecia que el oro metálico recuperado no presenta el color amarillo ni el brillo característico de los metales. Los metales brillan debido a que cuando la luz cae sobre ellos, ésta es absorbida casi en su totalidad en forma de ondas electromagnéticas por los electrones de enlace, saltando de un orbital a otro permitiendo cambios de energía los cuales corresponden a toda la gama de frecuencias en la región visible del espectro. Las ondas electromagnéticas generan corrientes eléctricas en la superficie del metal, éstas de inmediato remiten la luz fuera del metal en una sola dirección generando brillo cuando la superficie del metal es lisa. El oro recuperado esta en polvo por esta razón el empaquetamiento de las partículas no es ordenado, por lo cual reflejan la luz en diferentes direcciones, dando una apariencia opaca (Nuffield Advanced Chemistry, 2003).

4.7 Ensayos de Fusión

Los ensayos realizados al comienzo de esta investigación fueron básicamente para conocer al horno de fusión, desarrollar destrezas en el manejo del mismo y de sus implementos, para su calibración, y para conocer si las condiciones termodinámicas en el horno eran las adecuadas para llevar a cabo las pruebas de fusión, es decir, alcanzar una temperatura mayor a 1357 K, temperatura de fusión del cobre, metal que se utilizará como colector.

La bibliografía indica que la utilización de la dosificación teórica de reactivos genera escorias viscosas, poco fluidas y opacas, por lo que la mezcla fundente óptima que se debe añadir se determina mediante pruebas experimentales (Muñoz, 1993). En las primeras pruebas lo que se deseaba era

la obtención de una escoria brillante y de cantidades tales que no generen derrames de la mezcla contenida en el crisol dentro del horno. En la Tabla 4.6 se indican las condiciones y resultados de las pruebas iniciales realizadas con este objeto.

De estos ensayos se tiene que las proporciones óptimas de mineral y bórax son 60 y 100 g respectivamente para tener una escoria de buenas características, es decir, una escoria fluida, poco viscosa, brillante, y con las cuales no haya derrames de la mezcla en el horno el momento de la fundición.

Una vez determinadas las cantidades de mineral y bórax que permiten la formación de una escoria con buenas características, se realiza una nueva serie de pruebas para tratar de formar la fase metálica por medio de la adición de cobre para la colección de metales preciosos, y determinar cómo influye la variación de la cantidad de cobre (Cu) en la formación de fase metálica. El primer ensayo se realizó con 2 g de Cu, y en los ensayos posteriores se fue subiendo la cantidad de cobre en intervalos de 2 g hasta llegar a una cantidad final de colector de 10 gramos. Estos ensayos se realizaron por duplicado, y se presentan en la Tabla 4.7.

De todos los ensayos realizados en la Tabla 4.7 se puede determinar que la adición de cobre en la carga fundente ayuda a que se formen las fases escoria y mata. El cobre proporciona la masa necesaria para coleccionar y acarrear los metales preciosos junto con los sulfuros metálicos hacia la parte inferior de la mezcla fundida. Sin la presencia de Cu había solamente formación de fase escoria. En estos ensayos no hubo formación de fase metálica debido a que los metales preciosos y el cobre posiblemente quedaron disueltos en la fase mata.

TABLA 4.6

ENSAYOS DE CALIBRACION DEL HORNO Y FORMACION DE ESCORIA

#	Composición de la carga fundente (g)							T (h:min)	Observaciones
	Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	FC		
1	0	152	---	---	---	---	---	0:38	Fundición para calibración y desarrollo de destrezas en la utilización del horno. Prueba para determinación del tiempo de fundición del bórax.
2	40	80	---	---	---	---	---	2:00	Escoria poco fluida, viscosa, no tan brillante. Hubo solamente formación de fase escoria. Fundición para calibración y desarrollo de destrezas en la utilización del horno.
3	101	150	---	---	---	---	---	1:05	Escoria de color negro, bastante vidriosa. Hubo solamente formación de fase escoria. La mezcla se derramó del crisol.
4	60	100	---	---	---	---	---	1:35	Escoria brillante y vidriosa. Hubo solamente formación de fase escoria. No hubo derrames en el horno.

#: Número de ensayo;

FC: Fuente de Carbono

T: Tiempo total de fundición;

TABLA 4.7

ENSAYOS PARA FORMACION DE FASE METALICA POR MEDIO DE COBRE

#	Composición de la carga fundente (g)							T (h:m)	Observaciones
	Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	FC		
5	60	100	---	---	---	2	---	0:32	No hubo buena separación de la fase escoria de la fase mata.
6	60	100	---	---	---	4	---	0:35	No hubo buena separación de la fase escoria de la fase mata.
7	60	100	---	---	---	6	---	0:31	Hubo formación de fase escoria y de 18.34 g fase mata fácil de separar. La fase escoria no se peso en ningún ensayo de esta tabla debido a que una cantidad considerable de esta fase queda adherida al crisol, por lo que se consideró innecesario su pesaje.
8	60	100	---	---	---	8	---	0:40	Formación de fase escoria y de 20.15 g fase mata. Las 2 fases se separan fácilmente.
9	60	100	---	---	---	10	---	0:25	Se obtuvo la formación de dos fases, una fase escoria y 20.57 g de fase mata. Las 2 fases se separan fácilmente.
10	60	100	---	---	---	2	---	0:37	Formación de las dos fases pero éstas eran difíciles de separar.
11	60	100	---	---	---	4	---	0:41	Se dio la estratificación de las fases pero la mata era muy difícil separar de la escoria.
12	60	100	---	---	---	6	---	0:30	Hubo formación de fase escoria y de 19.22 g de mata. Las 2 fases se separan fácilmente.
13	60	100	---	---	---	8	---	0:50	Hubo formación de fase escoria y de 18.50 g de mata. Las 2 fases se separan fácilmente.
14	60	100	---	---	---	10	---	0:45	Hubo formación de fase escoria y de 20.99 g de mata. Las 2 fases se separan fácilmente. La mezcla se fundió completamente a los 30 min.

#: Número de ensayo;

FC: Fuente de Carbono

T: Tiempo total de fundición;

En la Figura 4.18 se observa cómo influye la adición de diferentes cantidades de cobre metálico en la formación de la fase mata, manteniéndose constante las cantidades de bórax y mineral establecidas por medio de los ensayos realizados en la Tabla 4.6. Con esta figura se puede establecer que cantidades de Cu en un rango entre 6–10 g son suficientes para tener formación de dos fases en la fusión. Al tener una cantidad de cobre menor a 6 gramos no se tiene la formación de dos fases bien definidas, esto puede ser debido a que el concentrado mineral tiene un alto contenido de sílice, generando escorias bastante viscosas, que impiden que los metales preciosos y sulfuros metálicos fluyan con facilidad hacia la parte inferior de la mezcla líquida, requiriéndose mayor cantidad de Cu para formar dos fases de fácil separación.

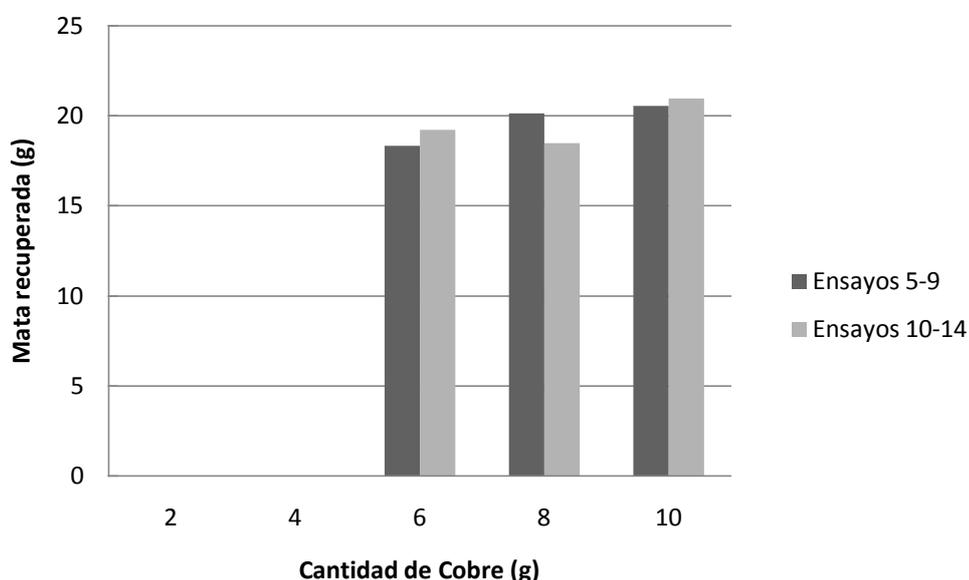


Figura 4.18. Gráfica que presenta como varía la formación de la fase mata al aumentar la cantidad de cobre metálico.

Debido a la presencia de la fase mata fue necesario la realización de diferentes ensayos con la ayuda de agentes desulfurantes, con el fin de oxidar los sulfuros metálicos presentes en el concentrado mineral. En la Tabla 4.8 se muestran los diferentes ensayos realizados con ayuda del bicarbonato de sodio (NaHCO_3) como desulfurante, en los cuales se fue añadiendo a intervalos de 2 g hasta llegar a 10 g. En vista que con la adición de 10 g de NaHCO_3 la disminución de la fase mata no fue significativa, se continuó añadiendo este reactivo en intervalos de 5 g hasta llegar a 25 g. De igual manera al no disminuir y/o desaparecer la fase mata, se realizó un último intento aumentando la cantidad de bicarbonato a 40 y 50 g, cantidades con las cuales tampoco se tuvo resultados positivos. La cantidad de bórax de los ensayos presentados en la Tabla 4.8 se disminuyó a 80 g con el fin de que no haya derrames dentro del horno. Posteriormente, cuando la cantidad de bicarbonato era mayor a 15 g, se realizaron los ensayos en dos etapas de fusión: en la primera etapa se disminuyó la cantidad de bórax a 40 g con el fin de que no haya derrames en el horno y en la segunda etapa se añadió 40 g de bórax después de aproximadamente 30 minutos de fundición. Adicionalmente, se empieza a probar a partir del Ensayo 20 con hidróxido de cobre ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) como colector, en lugar de cobre, para probar la acción de éste como agente colector.

De estos ensayos se tiene que la acción del NaHCO_3 no es suficiente para la eliminación o disminución de la fase mata. También se determina que el $\text{Cu}(\text{OH})_2$ sirve como colector, ya que éste en la fusión forma óxido de cobre (CuO) y agua. Posteriormente, el CuO con ayuda de una fuente de carbono se reduce a Cu metálico, metal que acarrea hacia la parte inferior del crisol a los

metales preciosos y los sulfuros metálicos, teniendo la formación de dos fases fácilmente separables.

En vista de que en todos los ensayos presentados en la Tabla 4.8 utilizando solamente NaHCO_3 como desulfurante, no hubo eliminación o disminución significativa de la fase mata, se realizan una nueva serie de ensayos para oxidar los sulfuros, utilizando combinaciones de NaHCO_3 y nitrato de potasio (KNO_3), para aprovechar también la acción oxidante del KNO_3 .

Para estos nuevos ensayos la fusión se realizó en dos etapas, en la primera se adicionó el mineral junto con el NaHCO_3 y KNO_3 para lograr oxidar los sulfuros, con ayuda de bórax para escorificar y bajar la temperatura de fusión. En la segunda etapa, una vez formada una mezcla líquida, se adiciona Cu o $\text{Cu}(\text{OH})_2$ junto con otra cantidad de bórax para mejorar la escorificación.

Los ensayos realizados en dos etapas se resumen en la Tabla 4.9. En estos ensayos se logró la disminución de la fase mata y la aparición de la fase metálica al añadir en una primera etapa 25 g de NaHCO_3 , 35 g de KNO_3 , y 40 g de bórax a 60 g de mineral. Una vez fundida esta mezcla después de aproximadamente 25 minutos se continúa con la segunda etapa en la que se añade 6 g de Cu y 40 g de bórax adicionales, lo que genera la formación de una capa de sulfatos sobre la fase escoria, una vez que la mezcla se enfría. En el ensayo 31 hubo la formación de una fase metálica de buenas características que pesaba 6.71 g. Se intento recuperar oro y plata por medio de disgregación ácida e hidroquinona pero este método no resulto y no se pudo recuperar los metales preciosos presentes en la fase metálica.

TABLA 4.8

ENSAYOS DE FUSION PARA ELIMINACION DE FASE MATA POR MEDIO DE BICARBONATO DE SODIO

# ¹	EF ²	Composición de la carga fundente (g)							T ⁴ (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	FC ³		
15	1	60	80	2	---	---	6	---	0:39	Formación de fase escoria y 19.28 g de fase mata fácil de separar.
16	1	60	80	4	---	---	6	---	0:34	Formación de fase escoria y 19.10 g de fase mata fácil de separar.
17	1	60	80	6	---	---	6	---	0:44	Formación de fase escoria y 18.21 g de fase mata fácil de separar.
18	1	60	80	8	---	---	6	---	0:35	Formación de fase escoria y 17.37 g de fase mata fácil de separar.
19	1	60	80	10	---	---	6	---	0:48	Formación de fase escoria y 18.08 g de fase mata fácil de separar.
20	1	60	80	15	---	10	---	---	0:27	Adición de todo el bórax directamente. No hubo formación de dos fases de fácil separación.
21	1	60	40	20	---	10	---	---	0:23	Adición de 40 g de Bórax sobre la mezcla líquida para mejorar la escorificación. La mezcla se fundió completamente después de 23 minutos de fundición. A partir de este ensayo no se pesaron las matas, ya que el NaHCO ₃ no cumplió el objetivo de desulfurar la muestra por completo.
	2	---	40	---	---	---	---	---	0:23	Hubo formación de dos fases escoria y mata de fácil separación.
22	1	60	40	25	---	10	---	---	0:40	La mezcla se fundió completamente después de 40 minutos.
	2	---	40	---	---	---	---	---	0:25	Hubo formación de dos fases: escoria y mata de fácil separación.
23	1	60	50	40	---	10	---	---	0:38	Se fundió completamente la carga después de 38 minutos de fundición.
	2	---	30	---	---	---	---	---	0:20	Adición de 30 g de borax sobre la mezcla líquida para mejor escorificación. Hubo formación de dos fases escoria y mata de fácil separación.
24	1	60	40	50	---	10	---	---	0:30	La mezcla se fundió completamente después de 30 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	---	---	---	0:40	Se agregó 40 g de Bórax sobre la mezcla líquida para mejorar la escorificación. Hubo formación de fases escoria y mata de fácil separación.

1. #: Número de ensayo;
2. EF: Etapas de Fusión;
3. FC: Fuente de Carbono
4. T: Tiempo total de fundición

TABLA 4.9

ENSAYOS DE FUSION PARA ELIMINACION DE FASE MATA Y OBTENCION DE FASE METALICA POR MEDIO DE BICARBONATO DE SODIO Y NITRATO DE POTASIO

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)							T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	FC*		
25	1	60	80	25	25	---	6	---	0:35	Adición de todo el bórax directamente. Hubo formación de dos fases: escoria y 19.1021g de mata de fácil separación.
26	1	60	40	---	50	---	---	---	0:20	Mezcla líquida transcurridos 20 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	---	6	---	0:30	La adición de los reactivos en la segunda fase de todos los ensayos de esta tabla se realizó sobre la mezcla líquida. Con esta carga hubo disminución notable de la fase mata. Mata de 2.8916 g.
27	1	60	40	25	35	---	---	---	0:20	Mezcla completamente líquida transcurridos 20 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	---	6	---	0:45	Estratificación de sulfatos en la superficie. Obtención de 0.14 g de fase metálica de lo cual se recupero 3 mg de oro.
28	1	60	40	25	40	---	---	---	0:24	Mezcla completamente líquida transcurridos 24 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	---	6	---	0:35	Formación de fase metálica de 0.23 g de lo cual se recupero 1.5 mg de oro.
29	1	60	80	0	60	---	6	---	0:45	Se adicionó solo KNO ₃ para conocer si este reactivo solo ayudaba a disminuir la mata. No hubo formación de fase mata ni fase metálica.
30	1	60	40	25	35	---	---	---	0:35	Mezcla completamente líquida transcurridos 35 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	12	---	---	1:00	No se formó fase metálica.
31	1	60	40	25	40	---	---	---	0:29	Mezcla completamente líquida transcurridos 29 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	12	---	---	0:19	Hubo formación de fase metálica dentro de la mata. Fase metálica de 6.71 g.
32	1	60	40	25	35	---	---	---	0:15	No se llevo a cabo la segunda fase de fundición debido a la ruptura del soporte que sostiene al crisol en el horno. Prueba fallida.
33	1	60	40	25	40	---	---	---	0:15	Mezcla completamente líquida transcurridos 15 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	20	---	---	0:35	No hubo formación de mata, pero la separación de la fase metálica de la escoria no fue buena.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

Una vez lograda la formación de fase metálica se recurre a la variación de las cantidades de cobre o hidróxido de cobre para la recuperación de una fase metálica en mayor cantidad, para mejorar la cantidad de metales preciosos colectados, debido a que en los ensayos 27 y 28 hubo una recuperación de solamente el 10% del oro contenido en el mineral. En la Tabla 4.10 se presentan las pruebas realizadas con la variación de cobre e hidróxido de cobre como colectores y variaciones en la adición del KNO_3 . Todos estos ensayos se realizaron en 2 etapas. En la primera etapa se fundió el mineral junto con una mezcla fundente de bórax, NaHCO_3 y KNO_3 , hasta tener un contenido líquido. En la segunda etapa al contenido líquido se adicionó bórax, y las cantidades de Cu o $\text{Cu}(\text{OH})_2$ y harina como reductor.

De los ensayos 34 y 35 que se presentan en la Tabla 4.10, se obtuvieron recuperaciones de oro de aproximadamente 50%, al utilizar en la primera etapa una mezcla fundente de 30 g de NaHCO_3 , variaciones de KNO_3 entre 35-40 g, y 40 g de bórax sobre 60g de mineral, y con la adición sobre la mezcla líquida en una segunda etapa de fundición de 15 g de $\text{Cu}(\text{OH})_2$, 2 g de harina como fuente de carbono para que reduzca el $\text{Cu}(\text{OH})_2$, y 40 g de bórax. En estos ensayos hubo también la aparición de la capa de sulfatos de color blanca sobre la fase escoria de fácil separación, pero todavía existía la presencia de fase mata, pero en menor cantidad.

TABLA 4.10

ENSAYOS DE FUSION PARA OBTENCION DE FASES METALICAS

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)							T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	FC*		
34	1	60	40	30	35	---	---	---	0:42	Mezcla completamente líquida después de 42 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	15	---	2	0:33	Hubo formación de 1.34 g de fase metálica de la que se recuperó 15.6 mg de oro.
35	1	60	40	30	40	---	---	---	0:37	Mezcla completamente líquida después de 37 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	15	---	2	0:58	Hubo formación de 0.82 g fase metálica dentro de la fase mata. De donde se recuperó 9.8 mg de oro.
36	1	60	40	30	35	---	---	---	0:20	Mezcla completamente líquida después de 20 minutos de fundición. La mezcla se fundió en solo 20 minutos debido a que el horno estaba caliente cuando se realizó este ensayo.
	2	---	50	---	---	---	10	2	0:19	No se formó fase metálica.
37	1	60	40	30	40	---	---	---	0:22	Mezcla completamente líquida después de 22 minutos de fundición.
	2	---	50	---	---	---	10	2	0:24	Hubo formación de fase metálica dispersa dentro de la fase mata.
38	1	60	40	30	35	---	---	---	0:34	Mezcla completamente líquida después de 34 minutos de fundición.
	2	---	50	---	---	30	0	2	0:29	No hubo formación de fase mata, pero la fase metálica estuvo dispersa en la fase escoria y fue difícil su separación.
39	1	60	40	30	35	---	---	---	0:24	Mezcla completamente líquida después de 24 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	30	0	4	0:34	No hubo formación de fase mata, pero la fase metálica estuvo dispersa en la escoria y no se pudo recuperar por completo.
40	1	60	40	30	35	---	---	---	0:45	Mezcla completamente líquida después de 45 minutos de fundición.
	2	---	41	---	---	---	10	6	1:10	No hubo una buena fundición ya que el gas estaba por acabarse.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

Para los ensayos de la Tabla 4.11 se mantuvieron constantes todas las cantidades de reactivos utilizadas anteriormente, pero se sometió a una etapa extra de fundición para lograr una fase metálica más abundante y fácil de separar. La tercera etapa consistía en la remoción de la capa de sulfatos formada encima de la fase escoria, y una vez separada esta capa, se añadió cierta cantidad de hidróxido de cobre, harina y bórax, y se sometió a fusión. Las condiciones de fundición y resultados obtenidos se presentan en la Tabla 4.11.

Después de toda la serie de ensayos realizados durante esta investigación, en el ensayo 46 finalmente se obtuvo una recuperación del 98.48% (ver Tabla 4.11) del oro presente en la muestra de mineral analizado. El porcentaje de oro obtenido en el ensayo 46 se calcula en función de la cantidad de oro promedio de dos muestras analizadas en un laboratorio externo. Los detalles de los cálculos se pueden ver en el Anexo VIII. Se obtuvo esta recuperación de oro por medio de tres etapas de fundición. La primera etapa de fundición se realizó con el objeto de oxidar los sulfuros presentes en el mineral, en donde se añadió a 60 g de mineral 40 g de bórax, 25 g de NaHCO_3 , y 35 g de KNO_3 , una vez que la mezcla está completamente líquida comienza la segunda etapa de fundición en la que se añade sobre la mezcla líquida 12 g de $\text{Cu}(\text{OH})_2$, 2 g de harina como fuente de carbono y 40 g de bórax como escorificante, cuando esta carga se ha fundido se retira del horno y se deja enfriar. Una vez fría la mezcla se retira la capa de sulfatos formada sobre la fase escoria y en una tercera etapa de fundición sobre la mezcla fría se añade 15 g de $\text{Cu}(\text{OH})_2$, 2 g de Harina y 40 g de bórax para disminuir la temperatura de fusión y se coloca en el horno. La dosificación con la que se obtuvo esta recuperación se resume en la Tabla 4.12.

TABLA 4.11

ENSAYOS DE FUSION PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
41	1	60	80	25	35	---	---	---	---	0:46	La mezcla no se fundió ya que se trabajó sin venterol porque no hubo energía eléctrica en el laboratorio. Prueba fallida.
42	1	60	40	25	35	---	---	---	---	1:00	Se colocó 40 g de Bórax, 25 NaHCO ₃ y 35 g de KNO ₃ para tratar 60 g de mineral. Mezcla completamente líquida después de 1 hora de fundición
	2	---	40	---	---	15	---	---	5	1:10	A la mezcla líquida se añadió 12g de Cu(OH) ₂ , 2 g de harina y 40 g Bórax. Se obtuvo 4.4105 g de fase metálica dentro de fase mata. Recuperación de 8.8 mg de oro.
43	1	60	50	25	35	---	---	---	---	0:45	Mezcla líquida después de 45 minutos de fundición. El tiempo de fundición de la 1ra fase va disminuyendo en algunos ensayos debido a que el horno se encuentra caliente.
	2	---	40	---	---	15	---	---	5	0:50	No hubo formación de fase metálica debido a que la mezcla no se fundió por completo, y el crisol no resistió por más tiempo dentro del horno.
44	1	60	50	25	35	---	---	---	---	0:35	Mezcla líquida después de 35 minutos de fundición.
	2	---	40	---	---	20	---	---	10	1:15	No hubo formación de fase mata, pero tampoco de fase metálica debido a que la mezcla no se fundió por completo, al igual que el ensayo anterior.
45	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:35	Se empieza a trabajar con tres fases de fundición. En la 1ra fase se agrega mineral + bórax + KNO ₃ + NaHCO ₃ . Esta mezcla estuvo completamente líquida transcurridos 35 minutos de fusión.
	2	---	40	---	---	---	6	---	---	0:25	En la 2da fase se adiciona bórax + Cu/Cu(OH) ₂ sobre la mezcla líquida y se funde hasta estar líquida. Una vez fría la mezcla se retira del crisol la capa de sulfatos formada sobre la fase escoria.
	3	---	40	---	---	15	---	---	4	1:15	En la 3ra fase se añade bórax + Cu(OH) ₂ + Harina a la mezcla remanente en el crisol de la fase anterior. A partir de aquí todos los ensayos en esta tabla se realizan en tres fases como se describe en este ensayo.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.11

**ENSAYOS DE FUSION PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE
(CONTINUACION)**

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
46	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:25	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 25 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	3	0:30	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	15	---	---	2	1:10	Al romper el crisol se encontró 8.66 g de fase metálica. De la fase metálica se recuperó 32.5 mg de oro.
47	1	60	40	25	35	---	---	---	---	1:00	Fundición incompleta por ruptura del crisol. Prueba fallida
48	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:40	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 40 minutos.
	2	---	40			11	---	---	2	0:30	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	50	20	0	0	12	2	2	1:10	Hubo formación de fase metálica de peso 7.2177g y una recuperación de oro de 4.8 mg
49	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:30	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 30 minutos.
	2	---	40	---	---	---	10	---	2	0:30	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	50	---	---	---	10	---	2	1:24	La mezcla no se fundió completamente, ya que el crisol no resistió por más tiempo en el horno y empezó a fundirse. Prueba fallida
50	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:30	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 30 minutos.
	2	---	40	---	---	---	10	---	6	1:30	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	---	5	---	2	0:48	Hubo formación de 4.0807 g de fase metálica contenida dentro de la fase mata, y una recuperación de 16.5 mg de oro.
51	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:35	La mezcla se fundió por completo después de permanecer 35 minutos dentro del horno.
	2	---	40	---	---	---	10	---	4	0:40	Hubo ruptura del crisol por lo que no se procedió a la 3ra fase de fundición. Prueba fallida
52	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:20	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 20 minutos.
	2	---	40	---	---	15	---	---	4	0:40	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	15	---	---	4	0:45	Al romper el crisol se encontró 4.5665 g de fase metálica y se recuperó 16.8 mg de oro

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.12

ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA FORMACION DE FASE METALICA

Fusión	Mezcla Fundente (g)					
	Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Harina
Etapa 1	60	40	25	35	---	---
Etapa 2	---	40	---	---	12	2
Etapa 3	---	40	---	---	15	4

En varios de los ensayos que se llevaron a cabo en la Tabla 11, el crisol no resistió la tercera etapa de fundición, es decir el tiempo suficiente dentro del horno para fundir la mezcla completamente. La ruptura del crisol puede ser debido a que la llama del horno está en contacto directo solamente con un lado del crisol, lo que ocasiona un deterioro mayor sobre ese lado hasta que se rompe y la mezcla se derrama, echando a perder todo el ensayo. También la ruptura del crisol posiblemente se debe al NaHCO₃ que se agrega en la mezcla fundente, puesto que este reactivo consume la sílice del crisol escoriificándola, debido a que dentro del horno éste pasa a Na₂CO₃ el cual reacciona con la sílice formando silicatos de sodio con desprendimiento de CO₂.

Los ensayos que se presentan en la Tabla 4.13, fueron pruebas en las que se adicionó sílice (SiO₂) en la mezcla para tratar de disminuir este efecto del NaHCO₃ con la sílice del crisol, para que de esta manera resista más tiempo dentro del horno. Los ensayos que se presentan en la Tabla 4.13 fueron realizados utilizando el método y la dosificación presentada en la Tabla 4.12, variando solamente por la adición de la sílice a la mezcla fundente.

En la mayoría de los ensayos que se presentan en la Tabla 4.13 hubo formación de fase metálica. En el laboratorio se realizó análisis de las fases metálicas obtenidas, y se recuperó las cantidades de oro presentes en 60 gramos de mineral, estas cantidades se resumen en la Tabla 4.14.

Las fases metálicas recuperadas presentan cantidades variadas de oro. Esto se debe a que de los ensayos que se presentan en la Tabla 4.13 en algunos el hidróxido de cobre añadido en la tercera fase se fundió completamente, en otros no se fundió por completo y en otros se rompió el crisol. Específicamente, en los ensayos 54 y 55 las mezclas estaban completamente líquidas, poco viscosas y bastante fluidas. Esto se debe a que el crisol resistió por más tiempo dentro del horno hasta que la mezcla se fundió por completo sin quedar residuos sólidos. En los ensayos restantes hubo residuos sólidos de hidróxido de cobre y partes de la mezcla que no se fundieron. El hidróxido de cobre al no fundirse por completo no tuvo la masa suficiente para coleccionar y arrastrar todo el oro y plata presentes en las muestras analizadas, lo que dio como resultado fases metálicas con contenidos bajos en oro.

TABLA 4.13

ENSAYOS DE FUSION EN TRES ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
53	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:25	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 25 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:40	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	15	---	3	4	1:05	Hubo formación de 2.44 g de fase metálica compacta, y se recuperó de ella 27.1 mg de oro.
54	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:20	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 20 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:30	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	14	---	3	4	1:05	Hubo formación de 10.58 g de fase metálica la cual se encontraba dentro de la fase mata, y una recuperación de 30.1 mg de oro.
55	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:20	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 20 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:40	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	15	---	3	4	1:10	Hubo formación de 10.37 g de fase metálica, de lo que se recuperó 30.5 mg de oro. Pero el tiempo de fusión aumentó considerablemente
56	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:22	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 22 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:25	Ruptura del crisol dentro del horno. El crisol no resistió el tiempo suficiente para fundir la mezcla. Prueba fallida.
57	1	60	40	25	35	---	---	---	---	0:24	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 24 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	4	2	1:25	En esta fase, aumento el tiempo de fusión debido a la sílice, pero hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	14	---	3	4	1:14	Hubo formación de 4.12 g de fase metálica dispersa en la fase escoria. Se recuperó 9.2 mg de oro.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.13

**ENSAYOS DE FUSION EN TRES ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE
(CONTINUACION)**

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
58	1	60	40	25	35		---	4		0:30	La mezcla estuvo líquida pero bastante viscosa.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:45	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	14	---	3	4	1:00	Hubo formación de 6.83 g de fase metálica, y de ésta se recuperó 17 mg de oro.
59	1	60	40	25	35	---	---	4	---	0:40	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 40 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	---	2	0:50	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	14	---	3	4	1:00	Hubo formación de 6.21 g de fase metálica, y de ésta se recuperó 6.5 mg de oro.
60	1	60	40	25	35		---	5	---	0:45	La mezcla estuvo totalmente líquida después de 45 minutos.
	2		40	---	---	12	---	3	2	0:35	El crisol no resistió y se rompió dentro del horno. Prueba fallida.
61	1	60	40	25	35		---	5	---	0:25	La mezcla estuvo líquida pero estaba bastante viscosa después de 25 minutos.
	2	---	40	---	---	12	---	3	2	0:40	En esta fase de fusión hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	3	---	40	---	---	14	---	3	4	1:00	Hubo formación de 5.32 g de fase metálica, y de ésta se recuperó 5.6 mg de oro.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.14

RECUPERACIONES DE ORO A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR

Ensayo #	Recuperación de Oro (mg)	% Recuperación de Oro (mg)
53	27.1	80.22%
54	30.1	89.11%
55	30.5	90.29%
57	9.2	27.24%
58	17	50.33%
59	6.5	19.24%
61	5.6	16.58%

*El % de recuperación de oro se calculó en base al resultado de un análisis realizado por el método de ensayo al fuego tradicional en un laboratorio externo.

En la Tabla 4.15 se plantea un nuevo método de fusión en dos etapas, debido a que la segunda etapa de fundición del método que se presenta en la Tabla 4.12 era innecesaria, pues se pensaba que esta fase ayudaba a la oxidación de sulfuros, pero en realidad no cumplía ninguna función, solo aumentaba el tiempo de trabajo. Definiéndose este nuevo método de la siguiente manera: en la primera etapa se coloca 60 g de mineral, 40 g de bórax, 25 g de KNO_3 y 20 g de NaHCO_3 junto con 3 g de sílice. La segunda etapa consiste en remover la capa de sulfatos formada sobre la fase escoria, que resulta de la primera etapa de fundición. Una vez removida esta capa se adiciona 15 g de $\text{Cu}(\text{OH})_2$, 3 g de harina, y 40 g de bórax; para formar la fase metálica. Los ensayos con esta metodología se presentan en la Tabla 4.16.

De los ensayos realizados en la Tabla 4.16, con la dosis de carga fundente de la primera fase hubo buena oxidación de sulfuros, teniendo como resultado una capa de sulfatos sobre la fase escoria. El añadir la sílice a la

mezcla fundente solo aumentó notablemente el tiempo de fundición, mas no ayudó a que el crisol no se rompa durante la fundición.

Se conoce que la capa formada sobre la fase escoria son sulfatos formados por la acción de los agentes desulfurantes, ya que esta capa tiene una apariencia cristalina blanca, la cual al aplicar fuerzas de impacto se pulveriza fácilmente formando un polvo cristalino de color blanco grisáceo, características propias de los sulfatos de hierro, plomo, cinc, sodio, aluminio, entre otros. También las densidades de los sulfatos se encuentran en un rango entre 1.89-2.67 g/mL, es decir, densidades menores que las densidades de las escorias, razón por la cual se ubican sobre éstas. Adicionalmente, se comprobó que esta capa se trataba de sulfatos al colar una carga fundida en la lingotera después de la primera fase de fundición. Una vez fría se obtuvo una fase escoria recubierta de esta capa cristalina de color blanco, a ésta se colocó en un vaso precipitación y se agregó agua, después de varios minutos esta capa de cristales blancos se disolvió completamente quedando solamente la fase escoria. Con este hecho se comprueba que se trata de sulfatos, puesto que éstos son altamente solubles en agua. En la Figura 4.19 se puede apreciar fotografías de las capas de sulfatos que se forman sobre la fase escoria.

TABLA 4.15

ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE FUNDENTES PARA FORMACION DE FASE METÁLICA

Fusión	Mezcla Fundente (g)						
	Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Harina	SiO ₂
Etapa 1	60	40	25	35	---	---	3
Etapa 2	---	40	---	---	15	2	---



Figura 4.19. Fotografías de capas de sulfatos formadas sobre la fase escoria después de la primera etapa de fundición.

Los resultados de los análisis de las fases metálicas obtenidas en los ensayos de la Tabla 4.16, se presentan en la Tabla 4.17. De estos resultados se tiene que los porcentajes de recuperación de oro no son reproducibles, esto se debe a que no se está fundiendo completamente la mezcla en la segunda parte de la fundición, lo cual sugiere aumentar el tiempo de fundición en la segunda fase. Esto no se ha llevado a la práctica debido a la frecuente ruptura de los crisoles dentro del horno especialmente en ésta fase. De todos estos ensayos se destaca la recuperación del 82.59% del oro presente en la fase metálica recuperada en el ensayo 63.

La ruptura de los crisoles ocasiona daños en el horno, pérdida de la mezcla líquida que se encuentra dentro del crisol y tiempo. Por eso se solicitó al fabricante un lote de crisoles con un 10% más de sílice en su composición. Todos los ensayos realizados con estos nuevos crisoles se pueden observar en la Tabla 4.18.

TABLA 4.16

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
62	1	60	40	25	35	12	---	8	2	0:55	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	14	---	---	4	2:40	Formación de fase metálica dispersa con un peso de 7.93 g, de lo cual se recuperó 11.1 mg de oro.
63	1	60	40	25	35	0	---	---	---	1:13	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:30	Formación de fase metálica dispersa con un peso de 6.19 g, de lo cual se recuperó 27.9 mg de oro.
64	1	60	40	25	35	---	---	3	---	1:02	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	14	---	---	3	1:00	Formación de 5.93 g de fase metálica, a partir de la cual se recuperó 10.1 mg de oro.
65	1	60	40	25	35	---	---	3	---	1:20	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	14	---	---	3	1:50	Formación de 6.08 g de fase metálica, recuperando de ella 10.2 mg de oro.
66	1	60	40	25	35	---	---	3	---	1:00	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	14	---	---	2	1:20	Formación de 7.11 g de fase metálica, por medio de la cual se obtuvo 20.4 mg de oro.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.17

RECUPERACION DE ORO A PARTIR DE 60 g DE MINERAL POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR

Ensayo #	Recuperación de oro (mg)	% Recuperación de oro*
62	11.1	32.86%
63	27.9	82.59%
64	10.1	29.90%
65	10.2	30.20%
66	20.4	60.39%

*El % de recuperación de oro se calculó en base al resultado de un análisis realizado por el método de ensayo al fuego tradicional en un laboratorio externo.

De los ensayos que se presentan en la Tabla 4.18, se tiene que a pesar de haber aumentado sílice en la composición del crisol, éstos continúan rompiéndose. Es posible que se deba a la posición del crisol dentro del horno al momento de la fundición. En todas las fundiciones el crisol está inclinado y la llama golpea directamente y solo a un lado del crisol, como se observa en la Figura 4.20. Esto genera un desgaste hasta que el crisol se rompe, derramándose la mezcla líquida, tal como se aprecia en la Figura 4.21.



Figura 4.20. Fotografía en la que se observa la inclinación del crisol dentro del horno.

TABLA 4.18

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE UTILIZANDO CRISOLES CON MAYOR CANTIDAD DE SILICE EN SU COMPOSICION

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
67	1	60	40	25	30	---	---	---	---	0:50	Hubo formación de capa de sulfatos sobre la fase escoria.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:15	En todos los ensayos se removió la capa de sulfato. No hubo formación de fase metálica ya que la mezcla no se fundió completamente.
68	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:43	Hubo formación de capa de sulfatos sobre la fase escoria.
	2	---	30	---	---	15	---	---	3	1:28	No hubo formación de fase metálica ya que la mezcla no se fundió completamente.
69	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Hubo formación de capa de sulfatos sobre la fase escoria.
	2	---	40	---	---	15	---	---	4	1:47	No hubo formación de fase metálica ya que la mezcla no se fundió completamente.
70	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Hubo formación de capa de sulfatos sobre la fase escoria.
	2	---	40	---	---	15	---	---	5	1:46	Ruptura del crisol dentro del horno, no resistió la temperatura. Prueba fallida.
71	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Hubo formación de capa de sulfatos sobre la fase escoria.
	2	---	40	---	---	15	---	---	4	1:35	El crisol no resistió y la mezcla se regó dentro del horno, dañando el soporte. Prueba fallida.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8



Figura 4.21. Fotografía de la ruptura de un crisol debido a la acción del NaHCO_3 sobre la sílice del crisol, y a la posición del crisol dentro del horno.

Por esta razón se empezó a buscar la manera en la que el crisol pueda asentarse sobre su base, para que haya una distribución uniforme de la llama alrededor del crisol. Después de investigar sobre materiales y su resistencia al fuego directo y a temperaturas de aproximadamente 1473 K, se probó varias opciones, algunas de las cuales se observan en las Figuras 4.22- 4.25.

Los ensayos realizados con estos nuevos soportes se encuentran en la Tabla 4.19, en estos ensayos se probó la resistencia del soporte al fuego directo, a altas temperaturas y al peso del crisol, como también el determinar si de esta manera los crisoles soportan tiempos más prolongados dentro del horno.



Figura 4.22. Primer soporte probado en el horno hecho a partir de un material reciclado de arcilla refractaria.



Figura 4.23. Soporte hecho a partir de un material reciclado de arcilla refractaria.



Figura 4.24. Soporte hecho de un crisol de arcilla utilizado para la fundición.



Figura 4.25. Soporte hecho a partir de cerámica de barbotina.

TABLA 4.19

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE UTILIZANDO UN SOPORTE QUE PERMITA ASENTAR AL CRISOL SOBRE SU BASE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
72	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	En esta tabla todos los ensayos se realizaron con un nuevo soporte para el crisol. Hubo formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:50	La distribución de calor fue más uniforme. El crisol resistió más tiempo dentro del horno, pero por falta de combustible la mezcla no se fundió completamente, por lo que no hubo formación de fase metálica.
73	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Hubo formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:25	Hubo formación de 4.81 g de fase metálica y eliminación completa de la fase mata.
74	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Hubo formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:00	Hubo formación de fase metálica.
75	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:39	Se rompió el crisol después de la primera fase para comprobar que no hay formación de fase metálica una vez oxidados los sulfuros.
76	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Se realizó lo mismo que en la prueba 75 y se comprobó que no hay formación de fase metálica, sin la adición de hidróxido de cobre.
77	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	Se realizó lo mismo que en la prueba 75 y se comprobó que no hay formación de fase metálica, sin la adición de hidróxido de cobre.
78	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:35	El hidróxido de cobre no se fundió completamente, no hubo formación de fase metálica.
79	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:35	El crisol no resistió, se coló en la lingotera y hubo formación de capa de sulfatos alrededor de la fase escoria una vez que se enfrió, sin formación de fase metálica. Prueba fallida.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

De todos estos ensayos se tiene que el soporte es útil y necesario, ya que ayuda a tener una distribución uniforme de la llama alrededor del crisol, también se comprobó que el crisol asentado sobre su base puede permanecer por más tiempo dentro del horno sin romperse. Además, se determinó que el soporte adecuado que soporta el fuego directo, altas temperaturas y el peso del crisol es el que se observa en la Figura 4.23.

Los ensayos 75-77 que se presentan en la Tabla 4.19 demostraron que con la primera etapa de fundición, sin la adición de un agente colector no hay formación de fase metálica, esa etapa se realiza únicamente para oxidar los sulfuros a sulfatos.

En vista que, en varios ensayos el hidróxido de cobre no se fundió completamente, se decidió instalar en el horno una termocupla, la cual se aprecia en la Figura 4.26, para determinar si el horno estaba alcanzando una temperatura de 1357 K, temperatura a la cual se funde el cobre.



Figura 4.26. Fotografía del horno de fusión en funcionamiento después de instalar la termocupla.

La Figura 4.27 presenta una gráfica de la variación de la temperatura de la cámara de fusión del horno con respecto al tiempo, en la cual se observa que el horno llega a una temperatura de 1361 K después de una hora de encendido, alcanzando la temperatura necesaria para fundir al cobre.

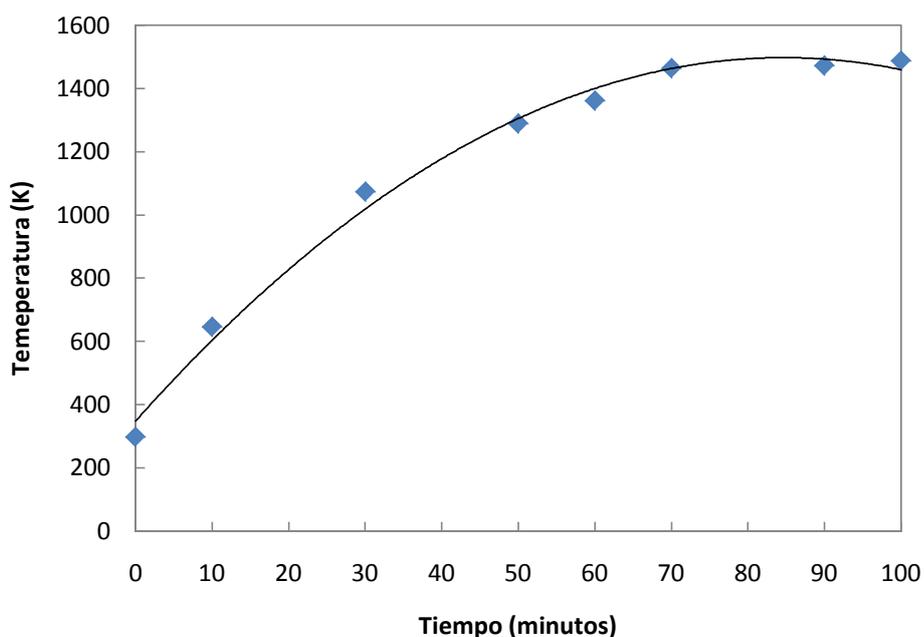


Figura 4.27. Gráfica que muestra la variación de la temperatura dentro del horno con respecto al tiempo.

TABLA 4.20

ETAPAS DE FUNDICION Y DOSIFICACION DE REACTIVOS PARA LA DESULFURACION DE 60 g DE CONCENTRADO Y OBTENCION DE FASE METALICA

Fusión	Mezcla Fundente (g)					
	Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Harina
Etapa 1	60	40	20	25	0	0
Etapa 2	0	40	0	0	15	3

Teniendo el soporte apropiado para colocar el crisol y una termocupla para poder monitorear la temperatura, se realizan las pruebas correspondientes en dos etapas. En los ensayos presentados en la Tabla 4.21 se trató de bajar al máximo la cantidad de bicarbonato de sodio, considerando que este agente es el que posiblemente consume la sílice del crisol escoriificándola e influyendo en su ruptura. Con la dosificación presentada en la Tabla 4.20 hay reproducibilidad de fases metálicas con altos contenidos de metales preciosos, siempre y cuando el hidróxido de cobre que se añade en la segunda fase se funda por completo.

En todos los ensayos que se muestran en la Tabla 4.21 se obtienen fases metálicas con un peso promedio de 4.3 g, de las cuales se obtuvieron recuperaciones de oro y plata satisfactorias.

La determinación de la concentración de plata es importante para esta investigación, ya que, de todos los análisis realizados de las fases metálicas anteriores no se pudo determinar la presencia de plata. Se supuso que la dosificación de agentes desulfurantes era muy fuerte y estaba oxidando a la plata. Esta hipótesis fue descartada al realizar los análisis de las fases metálicas obtenidas en la Tabla 4.21. Estos análisis tuvieron el mismo procedimiento que se dio a las fases metálicas analizadas anteriormente, lo único que cambió fue el tiempo de reposo que se dio después de haber añadido el cloruro de sodio a la solución remanente del proceso de recuperación del oro. A diferencia de los análisis anteriores esta vez se dejó reposar la solución por 48 horas, después de añadir y mezclar el cloruro de sodio. En este tiempo todo el cloruro de plata (AgCl) se sedimentó sobre la base del recipiente que lo contenía. Este tiempo

TABLA 4.21

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
80	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:40	Hubo formación de fase metálica.
81	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:30	Hubo formación de fase metálica pero el hidróxido de cobre no se fundió completamente.
82	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:00	Formación de fase metálica de buenas proporciones.
83	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:00	El crisol se trizó después de la primera fase de fundición por lo que se rompió dentro del horno, pero al romper completamente el crisol se encontró formación de fase metálica.
84	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:10	Formación de buena fase metálica.
85	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar. No se realizó la 2da etapa, por ruptura del crisol. Prueba fallida.
86	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:05	Hubo formación de fase metálica
87	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar. No se realizó la 2da fase, por ruptura del crisol. Prueba fallida.
88	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:25	Formación de 4.3g de fase metálica.
89	1	60	40	12	25	---	---	---	---	0:45	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:10	Formación de 3.3g de fase metálica.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

de reposo nunca se proporcionó a las soluciones de los análisis anteriores, ya que se esperaba una sedimentación inmediata del cloruro de plata. Esto no iba a suceder puesto que la cantidad de plata presente en una muestra de 60 g es demasiado pequeña. En la Tabla 4.22 se muestran los porcentajes de recuperación de oro de las fases metálicas obtenidas a partir de los ensayos de la Tabla 4.21, no se determinó la cantidad de plata presente, porque era muy difícil rescatar el precipitado, pues éste formaba una capa muy fina que se sedimentaba en la base del recipiente que lo contenía .

Los resultados obtenidos en la Tabla 4.22 han mejorado notablemente en comparación a los resultados anteriores, ya que se tuvieron porcentajes de recuperación de oro mayores al 80%. Se requiere mejorar la recuperación de plata, puesto que los porcentajes de plata obtenidos son menores al 50%. La no recuperación de todo el oro contenido en las muestras de concentrado y las bajas cantidades recuperadas de plata en estos ensayos, se deben a que no se fundió por completo la mezcla, debido a que los crisoles presentaron rupturas, y no podían soportar más tiempo dentro del horno. En la Figura 4.28 se puede observar una de las fases metálicas recuperadas en la fusión de la cual se tuvo una recuperación del 94.43% del oro.

Tomando en cuenta los últimos resultados y definiendo finalmente la composición de la carga propuesta en la Tabla 4.20 como la más adecuada para el análisis por ensayo al fuego teniendo hidróxido de cobre como colector, se realizan los últimos ensayos con esta metodología, ya que con la dosificación de agentes desulfurantes, agentes fundentes y mineral de esta carga en dos etapas, existe reproducibilidad de fases metálicas con alto contenido de oro y plata. Estos ensayos se indican en la Tabla 4.23.

TABLA 4.22

**CANTIDADES DE ORO OBTENIDAS A PARTIR DE 60 g DE MINERAL,
OBTENIDAS POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO
UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR**

Ensayo #	Recuperación de oro (mg)	% Recuperación de oro*
80	24.4	72.23%
81	22.9	67.79%
82	9.9	29.31%
83	13.6	40.26%
84	32.2	95.32%
86	28.9	85.55%
88	31.9	94.43%
89	29.1	86.15%
Promedio	24.1	71%

*El % de recuperación de oro se calculó en base al resultado de un análisis realizado por el método de ensayo al fuego tradicional en un laboratorio externo.



Figura 4.28. Fase metálica compuesta de oro, cobre y plata obtenida en el Ensayo # 88

TABLA 4.23

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
90	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:40	Hubo formación de 4.38 g de fase metálica
91	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:45	Hubo formación de 3.24 g de fase metálica.
92	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:35	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:05	No hubo formación de fase metálica debido a ruptura del crisol dentro del horno
93	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:00	No hubo formación de fase metálica debido a ruptura del crisol dentro del horno
94	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:45	Hubo formación de 2.18 g de fase metálica.
95	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:25	No se fundió completamente el hidróxido de cobre por lo que no hubo fase metálica.
96	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:20	No se fundió completamente el hidróxido de cobre por lo que no hubo fase metálica.
97	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:40	Hubo formación de 5.93 g de fase metálica.
98	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:00	No hubo formación de fase metálica debido a ruptura del crisol dentro del horno.
99	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:50	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	1:40	Hubo formación de 3.08 g de fase metálica

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

La dosificación de agentes desulfurantes utilizados en la primera etapa de fundición para los últimos ensayos resultaron en la oxidación de los sulfuros presentes en el concentrado, formando una capa de sulfatos de fácil separación en la parte superior de la fase escoria. En la segunda etapa de fundición hubo formación de fases metálicas con un peso promedio de 3.6 g, de los cuales se obtuvo porcentajes de recuperación de oro cercanos al 96% y presencia de plata cercanos al 92%, todos estos resultados se presentan en la Tabla 4.24.

Los análisis para determinar la concentración de plata se realizaron por medio de EAA, debido a que la recuperación de plata por medio de cloruro de sodio se dificulta, ya que la concentración de plata en una muestra de 60 g de mineral es pequeña. Para el procedimiento de recuperación de Ag por medio de cloruro de sodio dirigirse al Anexo IV. Además, el precipitado de cloruro de plata que se forma después de añadir cloruro de sodio a la solución resultante de la recuperación de oro, tarda aproximadamente 48 horas en sedimentarse. Adicionalmente, el precipitado de cloruro de plata forma una capa muy fina sobre la base del recipiente que lo contiene, lo cual dificulta aún más su recuperación.

TABLA 4.24

DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO COBRE COMO COLECTOR

Ensayo #	Recuperación de Oro (mg)	% Recuperación de Oro	Recuperación de plata (mg)	% Recuperación de Plata
90	30.7	90.9%	-	-
91	31	91.8%	-	-
94	33.0	97.7%	9.1	81.4%
97	32.3	95.6%	8.7	77.8%
99	31.9	94.4%	9.4	84.1%
Promedio	31.78	94.1%	9.07	81.1%

*El % de recuperación de oro se calculó en base al resultado de un análisis realizado por el método de ensayo al fuego tradicional en un laboratorio externo.

En vista de que los crisoles continuaban rompiéndose en la segunda etapa de fundición, se supuso que la ruptura de los crisoles se debía a que se retiraban los crisoles del horno inmediatamente después de la primera etapa de fundición, y se los dejaba enfriar a temperatura ambiente, el choque térmico ocasionaba que los crisoles se trizen, y no resistan el tiempo suficiente dentro del horno para que se funda el cobre en la segunda etapa. Para comprobar esto, se realizaron los últimos ensayos los cuales se presentan en la Tabla 4.25, en donde, una vez culminada la primera etapa de fundición se dejó enfriar los crisoles dentro del horno hasta el día siguiente, para a continuación proceder con la segunda etapa de fundición.

Los ensayos que se muestran en la Tabla 4.25, tuvieron como resultado fases metálicas con altos contenidos de oro y plata. Esto se debe a que en la mayoría de los ensayos se tuvo mezclas completamente líquidas, poco viscosas y bastante fluidas. También se demostró que el choque térmico era la principal causa de la ruptura de los crisoles dentro del horno en la segunda etapa. Al dejar enfriar los crisoles dentro del horno después de la primera etapa se evitaba que éstos se trizen, y esto permitió tener a los crisoles por más tiempo dentro del horno en la segunda etapa sin que se rompan. Con estos últimos ensayos se definieron los tiempos de fundición de la siguiente manera: para la primera etapa de fundición el crisol debe permanecer dentro del horno desde que se enciende por aproximadamente 40 minutos, y se lo debe dejar enfriar hasta el día siguiente para evitar el choque térmico. Para la segunda etapa el crisol debe permanecer dentro del horno por aproximadamente 3 horas desde que se enciende el horno.

TABLA 4.25

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
100	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:45	Debido a que los crisoles continuaban rompiéndose, decidió dejar enfriar el crisol con la mezcla fundida dentro del horno hasta el día siguiente después de culminada la 1ra fase; para que no haya un cambio brusco de la temperatura y no se ocasionen daños en el crisol. Este procedimiento se realizó en todos los ensayos de esta tabla. Hubo formación de capa de sulfatos de fácil separación.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:40	Hubo formación de 3.09 g de fase metálica, la cual contenía 33.1 mg de oro y 9.1 mg de plata.
101	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:02	Ruptura del crisol dentro del horno. El crisol resistió la temperatura por más tiempo. Hubo formación de fase metálica dispersa.
102	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:55	El crisol se dejó enfriar dentro del horno hasta el día siguiente. Hubo formación de capa sulfatos pero el crisol se encontraba roto.
103	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	El crisol se dejó enfriar dentro del horno hasta el día siguiente. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:40	Hubo formación de 4.29 g de fase metálica, la cual contenía 33.6 mg de oro y 10.67 mg de plata.
104	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:38	Hubo formación de 3.00 g de fase metálica, la cual contenía 32.5 mg de oro y 10.5 mg de plata.
105	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:35	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	2:55	Hubo formación de 3.63 g de fase metálica, la cual contenía 31.9 mg de oro y 9.87 mg de plata
106	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:30	Hubo formación de 4.72 g de fase metálica, la cual contenía 30.8 mg de oro y 9.8 mg de plata.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

TABLA 4.25

ENSAYOS DE FUSION EN DOS ETAPAS PARA COLECCION DE ORO Y PLATA CON HIDROXIDO DE COBRE (CONTINUACION)

#*	EF*	Composición de la carga fundente (g)								T* (h:min)	Observaciones
		Mineral	Bórax	NaHCO ₃	KNO ₃	Cu(OH) ₂	Cu	SiO ₂	FC*		
107	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	El crisol se dejó enfriar dentro del horno hasta el día siguiente. Hubo formación de capa sulfatos pero el crisol se encontraba roto.
108	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:40	El crisol se dejó enfriar dentro del horno hasta el día siguiente. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:15	Hubo formación de 3.65 g de fase metálica, la cual contenía 32.9 mg de oro y 8.7 mg de plata.
109	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:38	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:20	Hubo formación de 2.36 g de fase metálica, la cual contenía 31.1 mg de oro y 10.8 mg de plata.
110	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:09	Hubo formación de 4.90 g de fase metálica, la cual contenía 33.9 mg de oro y 10.03 mg de plata.
111	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	El crisol se dejó enfriar dentro del horno hasta el día siguiente. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:30	Hubo formación de 2.85 g de fase metálica, la cual contenía 32.8 mg de oro y 9.97 mg de plata.
112	1	60	40	20	25	---	---	---	---	0:30	El crisol se dejó enfriar dentro del horno. Formación de capa de sulfatos fácil de separar.
	2	---	40	---	---	15	---	---	3	3:10	Hubo formación de 4.85 g de fase metálica, la cual contenía 33.9 mg de oro y 11.2 mg de plata.

*Para ver el significado de las abreviaciones de los títulos dirigirse a la Tabla 4.8

CAPITULO 5

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE METALES EN LAS FASES METALICA Y ESCORIA

Las cantidades de oro y plata presentes en 60 g de concentrado se presentan en las Tablas 5.1 y 5.2. Al realizar un balance mineralógico de la fase metálica y fase escoria de cada muestra se tiene que hay un porcentaje de recuperación de oro y plata del 100%. Esto se comprueba al no haber presencia de metales preciosos en la fase escoria.

TABLA 5.1

DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ATAQUE CON ACIDO NITRICO

Ensayo #	Recuperación de Oro (mg)	% Recuperación de Oro	Recuperación de plata (mg)	% Recuperación de Plata
103	33.6	100%	10.5	100%
105	31.9	100%	9.8	100%
109	31.1	100%	11.2	100%
110	33.8	100%	10.1	100%
111	32.8	100%	9.9	100%

TABLA 5.2**DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE ORO Y PLATA DE 60 g DE MINERAL POR MEDIO DE ACIDO SULFURICO Y PEROXIDO DE HIDROGENO COMBINADOS**

Ensayo #	Recuperación de Oro (mg)	% Recuperación de Oro	Recuperación de plata (mg)	% Recuperación de Plata
100	33.1	100%	9.1	100%
104	32.5	100%	10.5	100%
106	30.8	100%	9.8	100%
108	32.9	100%	8.7	100%
112	33.8	100%	11.2	100%

Con el fin de determinar el rendimiento del cobre como colector de oro y plata, se llevó a cabo un análisis de reproducibilidad de diez fases metálicas y sus respectivas escorias. Las fases metálicas y escorias se recuperaron de los ensayos que se presentan en la Tabla 4.25. Los análisis se realizaron de la siguiente manera: 5 fases metálicas tomadas aleatoriamente fueron analizadas por medio de ataque con HNO_3 , utilizando el método descrito en la sección 3.5.1, con el fin de determinar las cantidades de oro y plata recuperados. Las 5 fases metálicas restantes se analizaron por ataque con H_2SO_4 y H_2O_2 , utilizando el procedimiento descrito en la sección 3.5.2. El análisis de las fases escorias de cada ensayo se realizó por medio de disgregación ácida y posteriormente mediante espectrofotometría de absorción atómica. El procedimiento se detalla en el Anexo VIII. El análisis de las escorias se efectuó con la finalidad de determinar si existía presencia de metales preciosos en las escorias, y para cerrar el balance metalúrgico de metales entre fase metálica y fase escoria.

5.1 Análisis de Fases Metálicas por medio de Ataque con Acido Nítrico

Este método consiste en la disolución de las fases metálicas por medio de ataque con ácido nítrico, para el procedimiento de disolución de las fases metálicas mediante ataque con HNO_3 dirigirse al Anexo III.

En la Tabla 5.3 se presenta el análisis de reproducibilidad de la distribución de los metales en 5 fases metálicas recuperadas de los ensayos presentados en la Tabla 4.25. En la Tabla 5.3 se encuentran las cantidades, concentraciones y porcentajes de cada metal presente en la fase metálica. Las concentraciones de todos los metales se establecieron mediante espectrofotometría de absorción atómica, a excepción del oro el cuál se determinó por pesada.

La Tabla 5.4 a diferencia presenta el análisis de reproducibilidad de la distribución de los metales en las fases escorias de las fases metálicas analizadas en la Tabla 5.3. En Tabla 5.4 se encuentran también las cantidades, concentraciones y porcentajes de cada metal presente en la fase escoria. Para el análisis de escorias se tomó una cantidad de la fase escoria pulverizada y se realizó disgregación ácida, para la metodología de la disgregación ácida dirigirse al Anexo VIII.

La solución de fase escoria generada por disgregación ácida y la solución de fase metálica filtrada se analizaron por EAA, y se determinaron las concentraciones de todos los metales presentes en la fase escoria y fase metálica, registrando tres lecturas para cada metal de cada solución. A partir de las lecturas registradas se realizó un análisis estadístico, para conocer en que proporciones se distribuyen los metales en las fases generadas de la fusión, y para de ésta manera cerrar el balance mineralógico. Adicionalmente, en las

Tablas 5.3 y 5.4 se observan las desviaciones estándar y los coeficientes de variación de los datos obtenidos para cada metal, teniendo reproducibilidad en los datos obtenidos, en vista que los porcentajes del coeficiente de variación (CV) son aceptables hasta aproximadamente un 5%.

TABLA 5.3

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE ATAQUE CON HNO₃

ENASAYO #	RESULTADOS	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO ^{***} (Au) (mg)
103	PROMEDIO	4.24	0.00391	0.00281	0.00232	10.7	33.6
	DESVIACION ESTANDAR	1.7x10 ⁻³	1.5x10 ⁻⁴	1.6x10 ⁻⁴	4.1x10 ⁻⁵	3.9x10 ⁻¹	---
	CV ^{**} (%)	0.0435	3.87	5.85	1.77	3.62	---
	% DE METAL EN FM [†]	43.4	0.07	0.87	13.2	100	100
105	PROMEDIO	3.54	0.0204	0.00861	0.00125	9.87	31.9
	DESVIACION ESTANDAR	1.0x10 ⁻³	6.0x10 ⁻⁴	9.8x10 ⁻⁵	5.4x10 ⁻⁵	1.7x10 ⁻¹	---
	CV ^{**} (%)	0.0291	2.96	1.15	4.36	1.72	---
	% DE METAL EN FM [†]	36.2	0.301	2.84	4.51	100	100
109	PROMEDIO	2.32	0.00311	0.00331	0.00102	10.8	31.1
	DESVIACION ESTANDAR	3.7x10 ⁻⁴	1.5x10 ⁻⁴	7.6x10 ⁻⁵	3.3x10 ⁻⁵	3.3x10 ⁻¹	---
	CV ^{**} (%)	0.0161	4.88	2.27	3.21	3.02	---
	% DE METAL EN FM [†]	23.7	0.0501	1.06	5.64	100	100
110	PROMEDIO	4.86	0.00133	0.00781	0.00206	10.0	33.90
	DESVIACION ESTANDAR	2.9x10 ⁻⁴	6.5x10 ⁻⁵	1.4x10 ⁻⁴	5.1x10 ⁻⁵	4.1x10 ⁻¹	---
	CV ^{**} (%)	0.006	4.91	1.72	2.48	4.11	---
	% DE METAL EN FM [†]	49.7	0.0201	2.28	7.60	100	100
111	PROMEDIO	2.209	0.00449	0.0013	0.00449	9.97	32.80
	DESVIACION ESTANDAR	4.6x10 ⁻⁴	1.6x10 ⁻⁴	6.0x10 ⁻⁵	1.9x10 ⁻⁴	1.7x10 ⁻¹	---
	CV ^{**} (%)	0.0211	3.55	4.54	4.19	1.71	---
	% DE METAL EN FM [†]	22.6	0.0701	0.401	19.1	100	100

FM[†]: Fase metálica

CV^{**}: Coeficiente de Variación.

ORO^{***}: Se tiene un solo valor del peso del Au por lo que no se puede determinar la desviación estándar ni el CV.

TABLA 5.4

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE METALES EN LA FASE ESCORIA

ENASAYO #	TIPO DE ANALISIS	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO (Au) (mg)
103	PROMEDIO	5.54	5.89	0.318	0.0151	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	1.2×10^{-2}	7.9×10^{-3}	4.9×10^{-3}	2.1×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ² (%)	0.221	0.131	1.54	1.35	---	---
	% DE METAL EN FE ²	56.6	99.9	99.1	86.8	0.00	0.00
105	PROMEDIO	6.24	6.79	0.294	0.0261	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	4.5×10^{-3}	1.3×10^{-1}	4.3×10^{-3}	1.6×10^{-3}	0.00	0.00
	CV ² (%)	0.0701	1.91	1.45	5.97	---	---
	% DE METAL EN FE ²	63.8	99.7	97.2	95.5	0.00	0.00
109	PROMEDIO	7.47	5.83	0.313	0.0171	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	5.4×10^{-3}	9.4×10^{-3}	1.1×10^{-2}	6.2×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ² (%)	0.0701	0.161	3.41	3.65	---	---
	% DE METAL EN FE ²	76.3	99.9	98.9	94.4	0.00	0.00
110	PROMEDIO	4.92	7.38	0.336	0.0251	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	4.7×10^{-4}	8.3×10^{-2}	6.9×10^{-3}	2.1×10^{-3}	0.00	0.00
	CV ² (%)	0.000101	0.0112	0.0206	0.0846	---	---
	% DE METAL EN FE ²	50.3	99.9	97.7	92.4	0.00	0.00
111	PROMEDIO	7.57	6.05	0.328	0.019	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	3.1×10^{-3}	7.1×10^{-2}	2.9×10^{-3}	7.6×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ² (%)	0.0411	1.17	0.875	3.99	---	---
	% DE METAL EN FE ²	77.4	99.9	99.6	80.9	0.00	0.00

FE²: Fase Escoria

CV²: Coeficiente de Variación.

A partir de estas tablas se tiene que hay una recuperación del 100% del oro y la plata presente en la fase metálica teniendo una metalización del 35% del Cu. Esto quiere decir que aproximadamente 3.44 g de cobre son suficientes para recuperar todo el oro y la plata presentes en 60 g de mineral. En la fase metálica se tiene también presencia del 0.1% de hierro, 1.5% de plomo y 10% de cinc. La mayor cantidad de estos metales se encuentra en la fase escoria, esto se puede observar en la Tabla 5.5.

La Tabla 5.5 muestra un resumen de la distribución de los metales en la fase escoria y en la fase metálica de cada ensayo. Teniendo en la fase metálica en mayor cantidad los metales preciosos y el metal colector, y en la fase escoria el restos de metales como también presencia del metal colector.

La Tabla 5.6 presenta las cantidades y concentraciones totales de los metales presentes en la fase escoria y en la fase metálica de cada ensayo analizado. También se tiene la desviación estándar promedio de todos los ensayos analizados y sus cantidades promedio, a partir de las cuales se calculó el coeficiente de variación. Teniendo que éste es menor al 5% por lo cual se demuestra reproducibilidad de los análisis.

En la Tabla 5.7 se encuentra un resumen del contenido de oro y plata presente en el mineral analizado por medio de ensayo al fuego, utilizando hidróxido de cobre como colector, como también los contenidos de algunos de los metales presentes en el mineral, los cuales se determinaron por medio del espectrofotómetro de absorción atómica del Departamento de Química e Ingeniería Química de la Universidad San Francisco de Quito.

TABLA 5.5

RESUMEN DE LA DISTRIBUCION PROMEDIO DE METALES EN LA FASE ESCORIA Y EN LA FASE METALICA

Fase	% Cu	% Fe	% Pb	% Zn	% Ag	% Au
Metálica	35.1	0.1	1.5	10.0	100	100
Escoria	64.9	99.9	98.5	90.0	0.00	0.00
Total	100	100	100	100	100	100

TABLA 5.6

RESUMEN DEL ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE ALGUNOS DE LOS METALES PRESENTES EN CADA MUESTRA DE MINERAL ANALIZADA

#	Cu+ Cu añadido** (gr.)	Fe (ppm)	Pb (ppm)	Zn (ppm)	Ag (mg) en 60gr. de mineral	Au (mg) en 60gr. de mineral
103	9.7847	6.564	0.321	0.028	10.67	33.60
105	9.7831	6.815	0.302	0.028	9.87	31.90
109	9.7825	6.837	0.316	0.028	10.80	31.10
110	9.7779	6.384	0.344	0.027	10.03	33.90
111	9.7801	6.051	0.329	0.028	9.97	32.80
Promedio	9.7817	6.530	0.323	0.028	10.3	32.7
Desviación Estandar	0.00240	0.292	0.0138	0.0004	0.387	1.04
CV***	0.0245	4.47	4.29	1.43	3.77	3.20

: Número de Ensayo

Cu + Cu añadido** : es igual al Cu presente en el concentrado mineral más el Cu añadido como colector

CV*** : Coeficiente de Variación.

TABLA 5.7

RESUMEN DE LAS CONCENTRACIONES PROMEDIO DE LOS METALES PRESENTES EN EL CONCENTRADO DE PACTO

Metal	Contenido
Oro	545 ppm
Plata	172 ppm
Cobre	0.02%
Hierro	26.9%
Plomo	0.14%
Cinc	0.01%

5.2 Análisis de Fases Metálicas por medio de Ataque con una Mezcla de H₂SO₄ y H₂O₂

Este método consiste en la disolución de las fases metálicas por medio de ataque con ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno.

En la Tabla 5.8 se presenta el análisis de reproducibilidad de la distribución de los metales en las 5 fases metálicas restantes obtenidas en la Tabla 4.25. En la Tabla 5.8 se encuentran las cantidades, concentraciones y porcentajes de cada metal presente en la fase metálica. Las concentraciones de todos los metales se establecieron mediante EAA, a excepción del oro y la plata los cuales se determinaron por pesaje.

La Tabla 5.9 a diferencia presenta el análisis de reproducibilidad de la distribución de los metales en las fases escorias de las fases metálicas analizadas en la Tabla 5.8. En Tabla 5.9 se encuentran también las cantidades, concentraciones y porcentajes de cada metal presente en la fase escoria. Para el análisis de escorias se tomó una cantidad de la fase escoria pulverizada y se realizó disgregación ácida, para la metodología de la disgregación ácida dirigirse al Anexo VIII.

La solución de fase escoria generada por disgregación ácida y la solución de fase metálica filtrada se analizaron por EAA, y se determinaron las concentraciones de todos los metales presentes en la fase escoria y fase metálica, registrando tres lecturas para cada metal de cada solución. A partir de las lecturas registradas al igual que en la sección 5.3 se realizó un análisis estadístico, para conocer en que proporciones se distribuyen los metales en las fases generadas de la fusión, y para de ésta manera cerrar el balance mineralógico. También en las Tablas 5.8 y 5.9 se observan las desviaciones estándar y los coeficientes de variación de los datos obtenidos para cada metal.

Por medio de los datos presentados en las Tablas 5.8 y 5.9 se pudo determinar que hay una recuperación del 100% del oro y la plata presente en la fase metálica teniendo una metalización del 39% del cobre. Esto quiere decir

que 3.82 g de Cu son suficientes para recuperar todo el oro y la plata presentes en 60g de mineral. En la fase metálica se tiene también presencia del 0.6% de hierro, 1.3% de plomo y 7.5% de cinc. La mayor cantidad de estos metales se encuentra en la fase escoria, como se aprecia en la Tabla 5.10.

TABLA 5.8

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE UNA MEZCLA DE H₂SO₄ Y H₂O₂

ENASAYO #	TIPO DE ANALISIS	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO ^{***} (Au) (mg)
100	PROMEDIO	3.04	0.0321	0.00121	0.00333	9.11	33.1
	DESVIACION ESTANDAR	8.2x10 ⁻⁴	8.3x10 ⁻⁴	2.5x10 ⁻⁵	1.8x10 ⁻⁴	0.00	---
	CV ^{**}	0.0271	2.58	2.13	5.39	0.00	---
	% DE METAL EN FM [†]	31.1	0.563	0.561	10.1	100	100
104	PROMEDIO	2.96	0.0521	0.00281	0.00231	10.5	32.5
	DESVIACION ESTANDAR	1.3x10 ⁻³	1.5x10 ⁻³	4.0x10 ⁻⁵	5.2x10 ⁻⁵	0.00	---
	CV ^{**}	0.0421	2.79	1.46	2.25	0.00	---
	% DE METAL EN FM [†]	30.2	1.00	0.891	7.56	100	100
106	PROMEDIO	4.68	0.0201	0.00801	0.00291	9.80	30.8
	DESVIACION ESTANDAR	1.3x10 ⁻³	8.2x10 ⁻⁴	9.4x10 ⁻⁵	9.9x10 ⁻⁵	0.00	---
	CV ^{**}	0.0281	4.10	1.17	3.36	0.00	---
	% DE METAL EN FM [†]	47.8	0.371	3.79	9.43	100	100
108	PROMEDIO	3.61	0.0311	0.00211	0.00221	8.70	32.9
	DESVIACION ESTANDAR	5.8x10 ⁻⁴	1.0x10 ⁻³	1.1x10 ⁻⁴	2.9x10 ⁻⁵	0.00	---
	CV ^{**}	0.0161	3.29	5.30	1.33	0.00	---
	% DE METAL EN FM [†]	36.9	0.591	0.811	6.89	100	100
112	PROMEDIO	4.80	0.0281	0.00171	0.00121	11.2	33.9
	DESVIACION ESTANDAR	1.3x10 ⁻³	9.5x10 ⁻⁴	2.9x10 ⁻⁵	4.2x10 ⁻⁵	0.00	---
	CV ^{**}	0.0271	3.41	1.72	3.69	0.00	---
	% DE METAL EN FM [†]	49.1	0.591	0.621	3.65	100	100

FM[†]: Fase metálica

CV^{**}: Coeficiente de Variación.

ORO^{***}: Se tiene un solo valor del peso del Au por lo que no se puede determinar la desviación estándar ni el CV.

TABLA 5.9

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA

ENASAYO #	TIPO DE ANALISIS	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO (Au) (mg)
100	PROMEDIO	6.74	5.67	0.203	0.0291	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	8.9×10^{-3}	5.5×10^{-2}	4.8×10^{-3}	4.1×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ^{**}	0.133	0.961	2.36	1.42	---	---
	% DE METAL EN FE ⁺	69.0	99.4	99.4	89.9	0.00	0.00
104	PROMEDIO	6.82	5.14	0.308	0.0281	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	9.1×10^{-3}	1.3×10^{-1}	7.3×10^{-3}	1.0×10^{-3}	0.00	0.00
	CV ^{**}	0.133	2.48	2.36	3.65	---	---
	% DE METAL EN FE ⁺	69.8	99.0	99.1	92.4	0.00	0.00
106	PROMEDIO	5.10	5.38	0.203	0.0281	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	3.3×10^{-2}	1.7×10^{-1}	1.1×10^{-2}	5.3×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ^{**}	0.639	3.15	5.32	1.86	---	---
	% DE METAL EN FE ⁺	52.2	99.6	96.2	90.6	0.00	0.00
108	PROMEDIO	6.17	5.31	0.262	0.0291	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	5.1×10^{-3}	2.4×10^{-1}	5.7×10^{-3}	3.7×10^{-4}	0.00	0.00
	CV ^{**}	0.0831	4.46	2.18	1.26	---	---
	% DE METAL EN FE ⁺	63.1	99.4	99.2	93.1	0.00	0.00
112	PROMEDIO	4.98	4.67	0.273	0.0301	0.00	0.00
	DESVIACION ESTANDAR	1.1×10^{-2}	3.3×10^{-1}	6.7×10^{-3}	1.3×10^{-3}	0.00	0.00
	CV ^{**}	0.213	7.06	2.44	4.11	---	---
	% DE METAL EN FE ⁺	50.9	99.4	99.4	96.4	0.00	0.00

FE⁺: Fase Escoria

CV^{**}: Coeficiente de Variación.

La Tabla 5.10 muestra los porcentajes de los metales presentes tanto en la fase escoria como en la fase metálica obtenidos al realizar un balance metalúrgico de estas dos fases.

La Tabla 5.11 presenta las cantidades y concentraciones totales de los metales presentes en la fase escoria y en la fase metálica de cada ensayo analizado. También se tiene la desviación estándar promedio de todos los ensayos analizados y sus cantidades promedio, a partir de las cuales se calculó

el coeficiente de variación. Teniendo que éste es menor al 5% por lo cual se demuestra reproducibilidad de los análisis.

En la Tabla 5.12 se encuentra un resumen del contenido de oro y plata presente en el mineral analizado por medio de ensayo al fuego, utilizando hidróxido de cobre como colector, como también los contenidos de algunos de los metales presentes en el mineral, los cuales se determinaron por EAA en el laboratorio del Departamento de Química e Ingeniería Química de USFQ.

TABLA 5.10

RESUMEN DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA Y EN LA FASE METALICA

Fase	% Cu	% Fe	% Pb	% Zn	% Ag	% Au
Metálica	39.0	0.6	1.3	7.5	100	100
Escoria	61.0	99.4	98.7	92.5	0.00	0.00
Total	100	100	100	100	100	100

TABLA 5.11

RESUMEN DEL ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE ALGUNOS DE LOS METALES PRESENTES EN CADA MUESTRA DE MINERAL ANALIZADA

#*	Cu+ Cu añadido** (gr.)	Fe (ppm)	Pb (ppm)	Zn (ppm)	Ag (mg) en 60gr. de mineral	Au (mg) en 60gr. de mineral
100	9.7807	5.70	0.260	0.032	9.10	33.10
104	9.7821	5.79	0.284	0.030	10.50	32.50
106	9.7803	5.40	0.284	0.031	9.80	30.80
108	9.7809	5.34	0.264	0.031	8.70	32.90
112	9.7839	5.37	0.274	0.031	11.20	33.90
Promedios	9.7816	5.52	0.273	0.031	9.9	32.6
Desv. Estd.	0.00129	0.187	0.0099	0.000564	0.909	1.03
CV***	0.0132	3.39	3.6	1.80	4.22	3.15

: Número de Ensayo

Cu + Cu añadido **: es igual al Cu presente en el mineral más el Cu añadido como colector

CV***: Coeficiente de Variación.

TABLA 5.12

RESUMEN DE LAS CONCENTRACIONES PROMEDIO DE LOS METALES PRESENTES EN EL CONCENTRADO DE PACTO

Metal	Contenido
Oro	543 ppm
Plata	165 ppm
Cobre	0.02%
Hierro	24.9%
Plomo	0.12%
Cinc	0.01%

Con los resultados presentados en este capítulo se puede concluir que la recuperación de oro y plata es total al utilizar hidróxido de cobre como colector en el método de ensayo al fuego, teniendo en la fase metálica cantidades mínimas de otros metales. Se determina también que los agentes desulfurantes utilizados eliminaron la mayor cantidad de sulfuros en la primera etapa de fundición, ya que la mayor cantidad de los metales que no nos interesan se encuentran en la fase escoria.

Adicionalmente en el Anexo X se encuentran los datos de las fases metálicas obtenidas de los ensayos que se presentan en la Tabla 4.25, así también, las cantidades de fases escoria disgregadas para el análisis en absorción atómica, y tablas más detalladas que contienen los valores de las lecturas registradas por EAA de cada muestra.

CAPITULO 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se investigó sobre el ensayo al fuego, y la reproducibilidad, facilidad y limitaciones del cobre como colector, para determinar los rendimientos de colección de oro y plata de concentrados gravimétricos auríferos sulfurados sin un pretratamiento de tostación, para de esta forma tener un método alternativo al ensayo al fuego tradicional, que sea fácil, rápido y económico.

El primer paso fue probar como colectores para el método de ensayo al fuego cobre metálico e hidróxido de cobre. Por medio de varias pruebas se observó que tanto el Cu metálico como el $\text{Cu}(\text{OH})_2$ sirven como colectores para la recuperación de metales preciosos. La preparación de cobre metálico en polvo requiere de más tiempo, y la separación del cobre formado sobre el hierro es más compleja, asimismo, todo el cobre metálico formado no resulta estar en polvo. Por esta razón se empezó a probar con hidróxido de cobre en los ensayos en lugar de cobre metálico, debido a que el hidróxido de cobre se obtiene de una manera relativamente rápida por medio de precipitación en comparación al cobre metálico. Además, todo el $\text{Cu}(\text{OH})_2$ que se recupera se encuentra en polvo lo que ayuda a tener una mezcla homogénea antes de fundirla, teniendo una mayor recuperación de metales preciosos.

El siguiente paso fue determinar experimentalmente las cantidades de los agentes desulfurantes y fundentes que se deben añadir al concentrado para la

oxidación de sulfuros y formación de fases metálicas con alto contenido de metales preciosos, para esto fueron necesarios cerca de 210 fundiciones. Después de realizar estas fundiciones, y probar con diferentes cantidades de agentes desulfurantes y fundentes se definió la dosificación de la carga en 2 etapas de fundición. La primera etapa se realiza para desulfurar el concentrado y consiste en añadir a 60 g de mineral, 40 g de bórax, 20 g de NaHCO_3 , y 25 g de KNO_3 . La segunda etapa empieza al remover la capa de sulfatos que se forma sobre la fase escoria, y posteriormente se procede a añadir 40 g de bórax, 15 g de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ y 3 g de harina en el crisol que contiene la fase escoria, ésta es la etapa de metalización. La harina se utiliza como agente reductor del $\text{Cu}(\text{OH})_2$, ya que es una fuente de carbono y sirve para reducir el hidróxido de cobre a cobre metálico, para que de esta manera éste colecte los metales preciosos.

La condiciones de trabajo son importantes en el ensayo al fuego al utilizar cobre como colector, por esta razón después de varias pruebas se determinó que, para la primera etapa de fundición el crisol con la carga debe permanecer dentro del horno de fusión durante aproximadamente 40 minutos desde que éste se enciende. En este tiempo la mezcla se encuentra completamente líquida, pero es necesario dejar enfriar el crisol dentro del horno hasta el siguiente día, para evitar que el crisol se trize debido al choque térmico. Para la segunda etapa de fundición la carga debe permanecer dentro del horno durante aproximadamente 3 horas desde que se enciende el horno. El tiempo de fusión de la segunda etapa puede variar, ya que el choque térmico no es el único factor que influye en la ruptura del crisol dentro del horno, se debe también a que el NaHCO_3 añadido durante la primera etapa de fundición consume la sílice del crisol, escorificándola y generando un desgaste en el crisol hasta que se rompe.

Por esta razón es necesario revisar cada cierto tiempo como se va desarrollando la segunda fase de fundición.

La dosificación de agentes desulfurantes en la primera etapa de fundición de los ensayos oxidan satisfactoriamente los sulfuros metálicos presentes en el concentrado mineral, y forman una capa de sulfatos de fácil separación sobre la fase escoria, disminuyendo la formación de la mata. La segunda etapa de fundición proporciona formación de fases metálicas con peso promedio de 4 g, de los cuales se obtiene porcentajes de recuperación de oro y plata superiores a la media. Los porcentajes de recuperación de oro y plata al utilizar cobre en forma de hidróxido de cobre como colector en ensayo al fuego, son comparables a los porcentajes de recuperación cuando se utiliza plomo como colector en el método de ensayo al fuego tradicional, por esta razón es recomendable la utilización de cobre como colector.

Al utilizar Cu metálico o $\text{Cu}(\text{OH})_2$ como agentes colectores, en ambos casos se metaliza el 35% del Cu siendo esto suficiente para colectar la totalidad del oro y plata presente en el concentrado.

Además, el ensayo al fuego con cobre como colector forma fases metálicas de un peso promedio de 4 g, a diferencia del ensayo al fuego con plomo que forma fases metálicas de un peso promedio de 25 g. A pesar de que las fases metálicas con Cu son notablemente más pequeñas se tiene porcentajes de obtención de metales preciosos iguales, que lo hacen aceptable como método de análisis. Además, el tratamiento de las fases metálicas formadas por plomo para la recuperación de oro y plata, requieren de una nueva fundición en una copela teniendo una reacción de oxidación para que el plomo metálico se oxide a óxido de plomo y se absorba en la copela dejando un

pequeño botón de oro y plata, liberándose en este proceso 10% del plomo añadido en forma PbO gaseoso. En el tratamiento de las fases metálicas formadas por cobre, oro y plata, la fase metálica se disuelve en ácido nítrico, o en una mezcla de H_2SO_4 y H_2O_2 . Con HNO_3 se recupera un precipitado de oro puro, esta disgregación con HNO_3 se realiza también con el botón recuperado en la copela. Con una mezcla de H_2SO_4 y H_2O_2 se recupera un precipitado de oro y sulfato de plata, los cuales posteriormente se disuelven en HNO_3 para determinar por pesada la cantidad de oro y por estequiometría la cantidad de plata presentes. La fase metálica formada por cobre al ser de menor peso requiere de menor cantidad de reactivos para su tratamiento generando menor cantidad de gases venenosos, contrario a cuando se tratan fases metálicas formadas por plomo. Lo cual nos permite decir que los métodos utilizados para reemplazar la copelación son válidos.

A partir del análisis de reproducibilidad se puede asegurar que el cobre añadido como hidróxido de cobre tiene muy buenos resultados como colector, ya que con él se tiene una colección del 100% del oro y plata presente en la muestra de concentrado analizada. Esto se constata al no haber presencia de oro ni plata en las escorias, indicando también que el método de desulfuración realizado en la primera fase de fundición por medio de nitrato de potasio y bicarbonato de sodio es satisfactorio, ya que oxida la mayor cantidad de los sulfuros presentes.

Todos los últimos ensayos realizados brindan suficientes argumentos para la utilización de cobre en forma de hidróxido de cobre como colector en el método de ensayo al fuego, dejando a un lado la utilización de plomo. Si este se aplica en laboratorios, y/o en la industria, beneficiaría a los trabajadores que

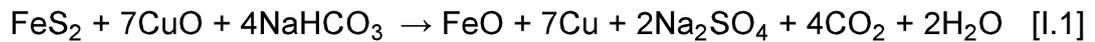
realizan el análisis a diario. Por otro lado se evita el proceso de tostación para la oxidación de sulfuros de los concentrados y el proceso de copelación en el método de ensayo al fuego.

Como recomendación es importante la utilización de un soporte para el crisol dentro del horno, ya que con éste el crisol resiste por más tiempo dentro del horno permitiendo que la mezcla se funda por completo.

Otra recomendación importante sería el conseguir un proveedor que fabrique crisoles que sean más resistentes a la acción del bicarbonato de sodio, y sean más resistentes al efecto del choque térmico.

ANEXO I
OXIDACION DE SULFUROS

I.1 Desulfuración de la Pirita



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de FeS_2 hay 1 mol de Fe

Según la ecuación química [I.1]

1 mol de FeS_2 reaccionan con 4 moles de NaHCO_3

$$1 \text{ mol de Fe} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 55.85 \text{ g de Fe}$$

$$4 \text{ moles de NaHCO}_3 \times \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} = 336 \text{ g NaHCO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Fe reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 336 \text{ g NaHCO}_3}{55.85 \text{ g de Fe}} = 601.61 \text{ g de NaHCO}_3$$



Por estequiometría se conoce que:

En 2 moles de FeS_2 hay 2 moles de Fe

Según la ecuación química [I.2]

2 moles de FeS_2 reaccionan con 6 moles de KNO_3

$$2 \text{ moles de Fe} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 111.7 \text{ g de Fe}$$

$$6 \text{ moles de KNO}_3 \times \frac{39.1 \text{ g KNO}_3}{1 \text{ mol KNO}_3} = 234.6 \text{ g KNO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Fe reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 234.6 \text{ g KNO}_3}{111.7 \text{ g de Fe}} = 210.03 \text{ g de KNO}_3$$

I.2 Desulfuración de la Wurtzita



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de ZnS hay 1 mol de Zn

Según la ecuación química [I.3]

1 mol de Zn reacciona con 2 moles de NaHCO₃

$$1 \text{ mol de Zn} \times \frac{65.39 \text{ g Zn}}{1 \text{ mol Zn}} = 65.39 \text{ g de Zn}$$

$$2 \text{ moles de NaHCO}_3 \times \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} = 168 \text{ g NaHCO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Zn reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Zn} \times 168 \text{ g NaHCO}_3}{65.39 \text{ g de Zn}} = 256.92 \text{ g de NaHCO}_3$$



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de ZnS hay 1mol de Zn

Según la ecuación química [I.4]

1 mol de Zn reacciona con 1.6 moles de KNO_3

$$1 \text{ mol de Zn} \times \frac{65.39 \text{ g Zn}}{1 \text{ mol Zn}} = 65.39 \text{ g de Zn}$$

$$1.6 \text{ moles de } \text{KNO}_3 \times \frac{39.1 \text{ g } \text{KNO}_3}{1 \text{ mol } \text{KNO}_3} = 62.56 \text{ g } \text{KNO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Zn reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Zn} \times 62.56 \text{ g } \text{KNO}_3}{65.39 \text{ g de Zn}} = 95.67 \text{ g de } \text{KNO}_3$$

I.3 Desulfuración de la Galena



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de PbS hay 1mol de Pb

Según la ecuación química [I.5]

1 mol de PbS reaccionan con 2 moles de NaHCO_3

$$1 \text{ mol de Pb} \times \frac{207.2 \text{ g Pb}}{1 \text{ mol Pb}} = 207.2 \text{ g de Pb}$$

$$2 \text{ moles de } \text{NaHCO}_3 \times \frac{84 \text{ g } \text{NaHCO}_3}{1 \text{ mol } \text{NaHCO}_3} = 168 \text{ g } \text{NaHCO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Pb reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Pb} \times 168 \text{ g } \text{NaHCO}_3}{207.2 \text{ g de Pb}} = 81.08 \text{ g de } \text{NaHCO}_3$$



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de PbS hay 1 mol de Pb

Según la ecuación química [I.6]

1 mol de PbS reaccionan con 1.6 moles de KNO_3

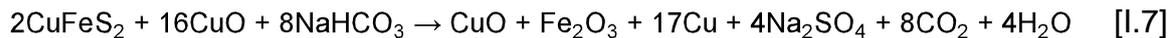
$$1 \text{ mol de Pb} \times \frac{207.2 \text{ g Pb}}{1 \text{ mol Pb}} = 207.2 \text{ g de Pb}$$

$$1.6 \text{ moles de KNO}_3 \times \frac{39.1 \text{ g KNO}_3}{1 \text{ mol KNO}_3} = 62.56 \text{ g KNO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Zn reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Pb} \times 62.56 \text{ g KNO}_3}{207.2 \text{ g de Pb}} = 30.19 \text{ g de KNO}_3$$

I.4 Desulfuración de la Calcopirita



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de CuFeS_2 hay 1 mol de Cu

Según la ecuación química [I.7]

1 mol de CuFeS_2 reaccionan con 8 moles de NaHCO_3

$$1 \text{ mol de Cu} \times \frac{63.5 \text{ g Cu}}{1 \text{ mol Cu}} = 63.5 \text{ g Cu}$$

$$8 \text{ moles de NaHCO}_3 \times \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} = 672 \text{ g NaHCO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Cu reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Cu} \times 672 \text{ g NaHCO}_3}{63.5 \text{ g de Cu}} = 1058.27 \text{ g de NaHCO}_3$$

En 1 mol de CuFeS_2 hay 1 mol de Fe

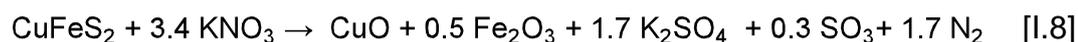
1 mol de CuFeS_2 reaccionan con 8 moles de NaHCO_3

$$1 \text{ mol de Fe} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 55.85 \text{ g de Fe}$$

$$8 \text{ moles de NaHCO}_3 \times \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} = 672 \text{ g NaHCO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Cu reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 672 \text{ g NaHCO}_3}{55.85 \text{ g de Fe}} = 1203.22 \text{ g de NaHCO}_3$$



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de CuFeS_2 hay 1 mol de Cu

Según la ecuación química [I.8]

1 mol de CuFeS_2 reaccionan con 3.4 moles de KNO_3

$$1 \text{ mol de Cu} \times \frac{63.5 \text{ g Cu}}{1 \text{ mol Cu}} = 63.5 \text{ g Cu}$$

$$3.4 \text{ moles de KNO}_3 \times \frac{39.1 \text{ g KNO}_3}{1 \text{ mol KNO}_3} = 132.94 \text{ g KNO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Cu reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Cu} \times 132.94 \text{ g KNO}_3}{63.5 \text{ g de Cu}} = 209.35 \text{ g de KNO}_3$$

En 1 mol de CuFeS_2 hay 1 mol de Fe

1 mol de CuFeS_2 reaccionan con 3.4 moles de KNO_3

$$1 \text{ mol de Fe} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 55.85 \text{ g de Fe}$$

$$3.4 \text{ moles de KNO}_3 \times \frac{39.1 \text{ g KNO}_3}{1 \text{ mol KNO}_3} = 132.94 \text{ g KNO}_3$$

Por lo tanto, 100 g de Fe reaccionan con

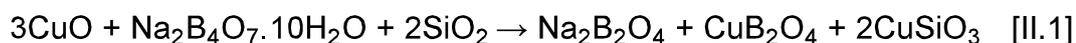
$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 132.94 \text{ g KNO}_3}{55.85 \text{ g de Fe}} = 238.03 \text{ g de KNO}_3$$

ANEXO II

FORMACION DE ESCORIAS

II.1 Escorificación de Cobre

Formación de un metasilicato y un metaborato



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de CuO hay 1mol Cu

Según la ecuación química [II.1]

3 moles de Cu reaccionan con 1 mol $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

$$3 \text{ moles de Cu} \times \frac{63.5 \text{ g Cu}}{1 \text{ mol Cu}} = 190.5 \text{ g Cu}$$

$$1 \text{ mol de Bórax} \times \frac{381 \text{ g Bórax}}{1 \text{ mol Bórax}} = 381 \text{ g de Bórax}$$

Por lo tanto, 100 g de Cu reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Cu} \times 381 \text{ g Bórax}}{190.5 \text{ g Cu}} = 200 \text{ g de Bórax}$$

Según la ecuación química [II.1]

3 moles de Cu reaccionan con 2 moles de SiO_2

$$2 \text{ moles de SiO}_2 \times \frac{60.1 \text{ g SiO}_2}{1 \text{ mol SiO}_2} = 120.2 \text{ g SiO}_2$$

Por lo tanto, 100 g de Cu reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Cu} \times 120.2 \text{ g SiO}_2}{190.5 \text{ g Cu}} = 63.09 \text{ g de SiO}_2$$

II.2 Escorificación de Plomo

Formación de un metasilicato y un metaborato



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de PbO hay 1mol Pb

Según la ecuación química [II.2]

3 moles de Pb reaccionan con 1 mol $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

$$3 \text{ moles de Pb} \times \frac{207.2 \text{ g Pb}}{1 \text{ mol Pb}} = 621.6 \text{ g de Pb}$$

$$1 \text{ mol de Bórax} \times \frac{381 \text{ g Bórax}}{1 \text{ mol Bórax}} = 381 \text{ g de Bórax}$$

Por lo tanto, 100 g de Pb reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Pb} \times 381 \text{ g Bórax}}{621.6 \text{ g Pb}} = 61.29 \text{ g de Bórax}$$

Según la ecuación química [II.2]

3 moles de Pb reaccionan con 2 moles de SiO_2

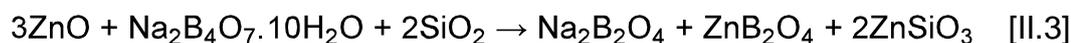
$$2 \text{ moles de SiO}_2 \times \frac{60.1 \text{ g SiO}_2}{1 \text{ mol SiO}_2} = 120.2 \text{ g SiO}_2$$

Por lo tanto, 100 g de Pb reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Pb} \times 120.2 \text{ g SiO}_2}{621.6 \text{ g Pb}} = 19.34 \text{ g de SiO}_2$$

II.3 Escorificación de Cinc

Formación de un metasilicato y un metaborato



Por estequiometría se conoce que:

En 1 mol de ZnO hay 1mol Zn

Según la ecuación química [II.3]

3 moles de Zn reaccionan con 1 mol $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

$$3 \text{ moles de Zn} \times \frac{65.39 \text{ g Zn}}{1 \text{ mol Zn}} = 196.17 \text{ g de Zn}$$

$$1 \text{ mol de Bórax} \times \frac{381 \text{ g Bórax}}{1 \text{ mol Bórax}} = 381 \text{ g de Bórax}$$

Por lo tanto, 100 g de Zn reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Zn} \times 381 \text{ g Bórax}}{196.17 \text{ g Zn}} = 194.22 \text{ g de Bórax}$$

Según la ecuación química [II.3]

3 moles de Zn reaccionan con 2 moles de SiO_2

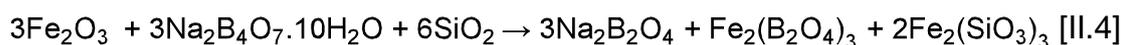
$$2 \text{ moles de SiO}_2 \times \frac{60.1 \text{ g SiO}_2}{1 \text{ mol SiO}_2} = 120.2 \text{ g SiO}_2$$

Por lo tanto, 100 g de Zn reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Zn} \times 120.2 \text{ g SiO}_2}{196.17 \text{ g Zn}} = 61.27 \text{ g de SiO}_2$$

II.4 Escorificación de Hierro

Formación de un metasilicato y un metaborato



Por estequiometría se conoce que:

En 3 moles de Fe_2O_3 hay 6 moles de Fe

Según la ecuación química [II.4]

6 moles de Fe reaccionan con 3 mol $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

$$6 \text{ moles de Fe} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 335.1 \text{ g de Fe}$$

$$3 \text{ mol de Bórax} \times \frac{381 \text{ g Bórax}}{1 \text{ mol Bórax}} = 1143 \text{ g de Bórax}$$

Por lo tanto, 100 g de Fe reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 1143 \text{ g Bórax}}{335.1 \text{ g Fe}} = 341.09 \text{ g de Bórax}$$

Según la ecuación química [II.4]

3 moles de Zn reaccionan con 2 moles de SiO_2

$$6 \text{ moles de SiO}_2 \times \frac{60.1 \text{ g SiO}_2}{1 \text{ mol SiO}_2} = 360.6 \text{ g SiO}_2$$

Por lo tanto, 100 g de Fe reaccionan con

$$\frac{100 \text{ g Fe} \times 360.6 \text{ g SiO}_2}{335.1 \text{ g Fe}} = 107.61 \text{ g de SiO}_2$$

ANEXO III

TRATAMIENTO DE FASES METALICAS CON ACIDO NITRICO

- Pesar la muestra y colocarla en un vaso de precipitación de 250 mL
- Añadir 25 mL de HNO_3 y 25 mL de H_2O .
- Tapar los vasos de precipitación con lunas de reloj.
- Colocar en calentamiento en un baño de arena hasta que la fase metálica este disuelta por completo.
- Una vez disuelta la fase metálica al fondo del vaso se recupera el oro presente en 60 g de mineral.
- Filtrar el contenido del vaso de precipitación para separar el oro de la solución de nitrato de cobre y nitrato de plata formado.
- Lavar con agua destilada.
- Secar en la estufa el papel filtro con el oro.
- Una vez seco pesar el papel filtro con el oro recuperado.
- Con un pincel hacer caer el oro recuperado en un frasco.
- Finalmente pesar el papel filtro solo y por diferencia obtener el peso del oro recuperado.

ANEXO IV

RECUPERACION DE PLATA CON CLORURO DE SODIO DE LA SOLUCION REMANENTE AL ATAQUE CON ACIDO NITRICO

- A la solución de nitrato de cobre y nitrato de plata obtenida después de filtrar el oro, por el método que se menciona en el Anexo 4, añadir 1 g de NaCl.
- Agitar hasta que la mezcla sea homogénea.
- Dejar precipitar el cloruro de plata formado por 48 horas mínimo.
- Filtrar el AgCl formado.
- Lavar con agua destilada.
- Colocar el cloruro de plata en un vaso de precipitación.
- Añadir una solución de hidróxido de sodio hasta alcanzar un pH 12.
- Añadir 2 gramos de azúcar hasta que se la plata precipite.
- Filtrar la plata.
- Lavar con agua destilada.
- Secar en la estufa el papel filtro con la plata.
- Una vez seco pesar el papel filtro con la plata recuperada.
- Con un pincel hacer caer la plata recuperada en un frasco.
- Finalmente pesar el papel filtro solo y por diferencia obtener el peso de la plata recuperada.

La Figura IV.1 muestra una fotografía del cloruro de plata formado después de dos semanas de haber añadido el cloruro de sodio en la solución

remanente al tratamiento de la fase metálica con ácido nítrico, y después de haber retirado el oro sólido. En esta fotografía también se observa que se formó una capa muy fina de AgCl_2 en la base del recipiente de difícil recuperación.

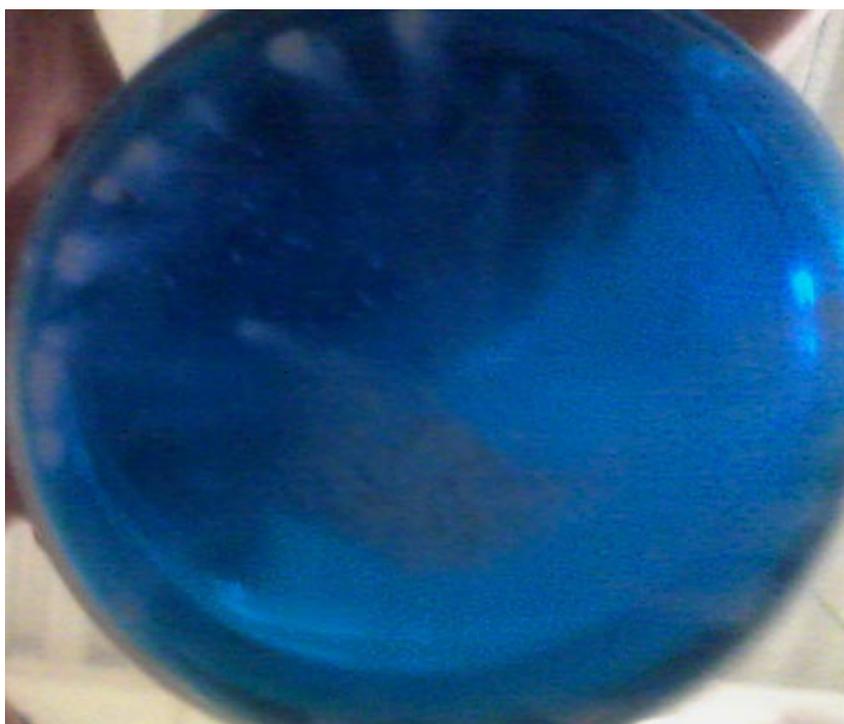


Figura IV.1. Fotografía del cloruro de plata precipitado después de dos semanas de haber añadido el NaCl a la solución remanente de la fase metálica tratada con ácido nítrico.

ANEXO V

TRATAMIENTO DE FASES METALICAS POR MEDIO DE UNA MEZCLA DE ACIDO SULFURICO Y PEROXIDO DE HIDROGENO

- Pesar la muestra y colocarla en un vaso de precipitación de 250 mL
- Añadir 10 mL de H_2SO_4 y 10 mL de H_2O_2 .
- Tapar los vasos de precipitación con lunas de reloj.
- Colocar en calentamiento en un baño de arena hasta que la fase metálica se haya disuelto por completo.
- Una vez disuelta la fase metálica, del fondo del vaso se recupera el oro y sulfato de plata presentes en 60 g de mineral.
- Filtrar el contenido del vaso de precipitación para separar el oro y sulfato de la plata de la solución de sulfato de cobre formada.
- Lavar con agua destilada.
- Secar en la estufa el papel filtro con el oro y sulfato de plata.
- Una vez seco pesar el papel filtro con el oro y sulfato de plata recuperados.
- Con un pincel hacer caer el oro y sulfato de plata recuperados en otro vaso de precipitación.
- Añadir 25 mL de HNO_3 y 25 mL de H_2O .
- Tapar los vasos de precipitación con lunas de reloj.
- Colocar en calentamiento en un baño de arena hasta que la fase metálica se haya disuelto por completo.

- Una vez disuelto el sulfato de plata, del fondo del vaso se recupera el oro insoluble en este ácido.
- Filtrar el contenido del vaso de precipitación para separar el oro de la solución de nitrato de plata formada.
- Lavar con agua destilada.
- Secar en la estufa el papel filtro con el oro.
- Una vez seco pesar el papel filtro con el oro recuperado.
- Con un pincel hacer caer el oro recuperado en un frasco.
- Finalmente pesar el papel filtro solo y por diferencia obtener el peso del oro recuperado.

ANEXO VI

CALCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE REACTIVOS PARA OBTENCION DE COBRE METALICO

A continuación se detallan los cálculos realizados para obtener las cantidades de reactivos necesarios para la preparación de 509.02 g cobre metálico en polvo a partir de 2kg de sulfato de cobre.

$$2000\text{g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \times \frac{63.5 \text{ g Cu}}{249.5 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 509.02 \text{ g Cu}$$

Por lo tanto se necesitan 2000 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ para obtener 509.02 g de Cu.

Para determinar la cantidad de agua que se necesita para disolver 2000 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ se asume que se desea tener 20 g de Cobre por un litro de solución.

$$509.02 \text{ g Cu} \times \frac{1 \text{ L solución}}{20 \text{ g Cu}} = 25.45 \text{ L H}_2\text{O}$$

Con este cálculo se tiene que se necesita 25.45 litros de agua para disolver 2 kg de sulfato de cobre. Una vez disuelto el sulfato de cobre se debe bajar el pH de la solución a 2 para que la reacción se lleve a cabo espontáneamente, esto se hizo por medio de ácido sulfúrico al 33% y la cantidad del mismo se determinó de la siguiente manera:

$$\frac{98 \text{ g H}_2\text{SO}_4(100\%)}{1 \text{ mol H}_2\text{SO}_4} \times \frac{0.02 \text{ mol H}_2\text{SO}_4}{1 \text{ L soln}} \times 13 \text{ L soln} = 25.48 \text{ g de H}_2\text{SO}_4(100\%)$$

$$\frac{25.48 \text{ g de H}_2\text{SO}_4(100\%)}{0.33_{\text{H}_2\text{SO}_4(33\%)}} = 77.21 \text{ g de H}_2\text{SO}_4(33\%)$$

Por lo tanto para tener una solución de pH 2 se necesita añadir 77.21 g de H_2SO_4 por cada 13 litros de solución. Una vez lista la solución se debe colocar el

hierro. La cantidad de hierro necesaria para que se dé la reacción se obtuvo de la siguiente manera:

$$509.02 \text{ g Cu} \times \frac{1 \text{ mol Cu}}{63.5 \text{ g Cu}} \times \frac{1 \text{ mol Fe}}{1 \text{ mol Cu}} \times \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} = 447.69 \text{ g Fe}$$

Entonces se necesita 447.69 g Fe para obtener 509.02 g de Cu por estequiometría. Este es el cálculo teórico pero en la práctica se colocó hierro en exceso.

A partir de la cantidad de cobre obtenido se pudo determinar el porcentaje de recuperación:

$$\% \text{ de recuperación} = \frac{\text{Cu real}}{\text{Cu teórico}} \times 100$$

$$\% \text{ de recuperación} = \frac{500 \text{ g Cu}}{509.02 \text{ g Cu}} \times 100$$

$$\% \text{ de recuperación} = 98.22\%$$

ANEXO VII

CALCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE REACTIVOS PARA OBTENCION DE HIDROXIDO DE COBRE

Para determinar las cantidades necesarias para la preparación de hidróxido de cobre se realizaron los cálculos que se presentan a continuación.

$$\frac{1 \text{ mol CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{2 \text{ mol NaOH}} \times \frac{249.5 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{40 \text{ g NaOH}} = 3.119 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / \text{g NaOH}$$

$$1000 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \times \frac{\text{g NaOH}}{3.119 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 320.62 \text{ g NaOH}$$

Para hacer reaccionar 1000 gramos de sulfato de cobre se necesitan 320.62 gramos de hidróxido de sodio.

ANEXO VIII

DETERMINACION DE METALES POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA Y EAA

- Pesar 0.2g de muestra en un vaso de precipitación.
- Añadir 30 cm³ de agua destilada.
- Añadir 10 cm³ de HCl y 5 cm³ de HNO₃.
- Calentar el vaso de precipitación en un baño de arena hasta casi sequedad, tapado con una luna de reloj.
- Dejar enfriar por 10 min.
- Añadir 10 cm³ de HCl y 5 cm³ de HNO₃.
- Calentar en baño de arena a temperatura media, hasta sequedad total.
- Dejar enfriar por 10 min.
- Agregar y lavar el vaso de precipitación con HCl al 5%.
- Trasvasar el contenido del vaso de precipitación a un matraz de 100 cm³ y aforar con una solución de HCl al 5%.
- Realizar las lecturas en el espectrofotómetro de absorción atómica.

La Figura VIII.1 es una fotografía de tres muestras siendo disgregadas por ácidos, y la Figura VIII.2 muestra una fotografía de las soluciones preparadas después de haber disgregado las fases escoria por el método detallado en este anexo. También se observa el Espectrofotómetro de Absorción Atómica utilizado del laboratorio del departamento de Ingeniería Química de la Universidad San Franciscos de Quito utilizado en esta investigación.



Figura VIII.1. Fotografía de tres muestras de fase escoria durante la disgregación ácida.



Figura VIII.2. Fotografía de las soluciones de fase escoria obtenidas por medio de disgregación ácida siendo analizadas por EAA en el laboratorio del departamento de Ingeniería Química de la USFQ.

ANEXO IX

RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO TRADICIONAL DE DOS MUESTRAS REALIZADAS EN UN LABORATORIO EXTERNO

En la Tablas IX.1 y IX.2 se tiene los resultados de los análisis de oro y plata obtenidos por ensayo al fuego con plomo como colector realizados en el Departamento de Metalurgia Extractiva de la Escuela Politécnica Nacional.

Tabla IX.1

RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO PLOMO COMO COLECTOR EN GRAMOS DE METAL / TONELADA DE MINERAL

Muestra	Oro [g/ton]	Plata [g/ton]
GT-1	563.0	141.0
GT-2	495.33	186.34

Tabla IX.2

RESULTADOS DE LOS ANALISIS DE ORO Y PLATA OBTENIDOS POR ENSAYO AL FUEGO UTILIZANDO PLOMO COMO COLECTOR EN MILIGRAMOS DE METAL / 60 GRAMOS DE MINERAL

Muestra	Oro [mg / 60 g]	Plata [mg/ 60 g]
GT-1	33.78	8.46
GT-2	29.72	11.18

ANEXO X

TABLAS DE DATOS UTILIZADOS PARA LA REALIZACION DE CALCULOS PARA EL ANALISIS DEL CAPITULO 5

En las Tablas X.1 y X.2 se presentan los pesos de las fases escoria analizadas, también los pesos de las fases metálicas, volúmenes de aforo utilizados y factores de dilución utilizados. A partir de éstos datos se realizaron los cálculos con los cuales obtuvo algunos de los valores que se presentan en las Tablas X.3-X.7.

TABLA X.1

DATOS DE FASES METALICAS ANALIZADAS POR ATAQUE CON ACIDO NITRICO

Ensayo #	Peso FE analizada (mg)	Aforo (L)	Factor de Dilución para Fe	Peso Fase Metálica (gr.)
103	226.2	1	1/10	4.2897
105	250.8	1	1/10	3.6262
109	237.1	1	1/10	2.359
110	247.4	1	1/10	4.9035
111	226.1	1	1/10	2.2521

TABLA X.2

DATOS DE FASES METALICAS ANALIZADAS POR ATAQUE CON UNA MEZCLA DE H₂O₂ Y H₂SO₄

Ensayo #	Peso FE analizada (mg)	Aforo (L)	Factor de Dilución para Fe	Peso Fase Metálica (gr.)
100	218.6	1	1/10	3.0885
104	229.3	1	1/10	3.0022
106	200.1	1	1/10	4.7206
108	203.4	1	1/10	3.6528
112	208.6	1	1/10	4.8549

En las Tablas X.3 y X.4 se tienen las cantidades promedio de cada metal presente en la fase metálica y en la fase escoria, también los porcentajes del metal presentes en estas fases, la desviación estándar de las lecturas registradas para cada metal y el coeficiente de variación de cada ensayo.

TABLA X.3

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA ANALIZADA MEDIANTE ATAQUE CON HNO₃

ENASAYO #	# ^{****}	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO ^{**} (Au) (mg)
103	1	4.245	0.0038	0.0026	0.00233	10.50	33.6
	2	4.242	0.0041	0.0029	0.00227	11.20	---
	3	4.246	0.0038	0.0029	0.00237	10.30	---
PROMEDIO		4.244	0.0039	0.0028	0.00232	10.67	33.6
DESVIACION ESTANDAR		1.70x10 ⁻³	1.51x10 ⁻⁴	1.63x10 ⁻⁴	4.11x10 ⁻⁵	3.86x10 ⁻¹	---
CV^{***}		0.04	3.87	5.85	1.77	3.62	---
% METAL EN FM[†]		43.4	0.07	0.87	13.23	100	100
105	1	3.543	0.0212	0.0087	0.00119	9.80	31.9
	2	3.542	0.0198	0.0086	0.00123	10.10	---
	3	3.545	0.0201	0.0085	0.00132	9.70	---
PROMEDIO		3.543	0.0204	0.0086	0.00125	9.87	31.9
DESVIACION ESTANDAR		1.03x10 ⁻³	6.02x10 ⁻⁴	9.84x10 ⁻⁵	5.44x10 ⁻⁵	1.70x10 ⁻¹	---
CV^{***}		0.029	2.955	1.146	4.361	1.723	---
% METAL EN FM[†]		36.2	0.30	2.84	4.51	100	100
109	1	2.317	0.0030	0.0033	0.00102	11.20	31.1
	2	2.317	0.0030	0.0035	0.00098	10.80	---
	3	2.318	0.0033	0.0033	0.00106	10.40	---
PROMEDIO		2.317	0.0031	0.0033	0.00102	10.80	31.1
DESVIACION ESTANDAR		3.74x10 ⁻⁴	1.51x10 ⁻⁴	7.59x10 ⁻⁵	3.27x10 ⁻⁵	3.27x10 ⁻¹	---
CV^{***}		0.016	4.878	2.269	3.202	3.024	---
% METAL EN FM[†]		23.7	0.05	1.06	5.64	100	100
110	1	4.860	0.0013	0.0077	0.00211	10.10	33.9
	2	4.859	0.0013	0.0078	0.00199	9.50	---
	3	4.859	0.0014	0.0080	0.00208	10.50	---
PROMEDIO		4.859	0.0013	0.0078	0.00206	10.03	33.90
DESVIACION ESTANDAR		2.87x10 ⁻⁴	6.53x10 ⁻⁵	1.35x10 ⁻⁴	5.10x10 ⁻⁵	4.11x10 ⁻¹	---
CV^{***}		0.006	4.911	1.719	2.475	4.096	---
% METAL EN FM[†]		49.7	0.02	2.28	7.60	100	100
111	1	2.209	0.0045	0.0014	0.00467	9.90	32.80
	2	2.209	0.0047	0.0013	0.00423	10.20	---
	3	2.210	0.0043	0.0012	0.00457	9.80	---
PROMEDIO		2.209	0.0045	0.0013	0.00449	9.97	32.80
DESVIACION ESTANDAR		4.55x10 ⁻⁴	1.60x10 ⁻⁴	5.97x10 ⁻⁵	1.88x10 ⁻⁴	1.70x10 ⁻¹	---
CV^{***}		0.021	3.553	4.541	4.194	1.705	---
% METAL EN FM[†]		22.6	0.07	0.40	19.09	100.00	100.00

FM[†]: Fase Metálica

Oro^{**}: oro sólido determinado por pesaje.

CV^{***}: Coeficiente de Variación

#^{****}: Número de lecturas registradas de cada metal por medio de EAA.

TABLA X.4

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA

ENASAYO #	# ^{***}	COBRE (Cu) (g)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO (Au) (mg)
103	1	5.545	5.897	0.312	0.016	0.00	0.00
	2	5.552	5.900	0.324	0.015	0.00	0.00
	3	5.524	5.882	0.318	0.015	0.00	0.00
PROMEDIO		5.540	5.893	0.318	0.015	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		1.20x10 ⁻²	7.87x10 ⁻³	4.90x10 ⁻³	2.05x10 ⁻⁴	0.00	0.00
CV^{**}		0.22	0.13	1.54	1.35	---	---
% METAL EN FE⁺		56.62	99.93	99.13	86.77	0.00	0.00
105	1	6.239	6.901	0.299	0.027	0.00	0.00
	2	6.246	6.870	0.293	0.028	0.00	0.00
	3	6.235	6.612	0.289	0.024	0.00	0.00
PROMEDIO		6.240	6.794	0.294	0.026	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		4.46x10 ⁻³	1.30x10 ⁻¹	4.25x10 ⁻³	1.57x10 ⁻³	0.00	0.00
CV^{**}		0.07	1.91	1.45	5.97	---	---
% METAL EN FE⁺		63.78	99.70	97.16	95.49	0.00	0.00
109	1	7.462	5.834	0.298	0.017	0.00	0.00
	2	7.461	5.846	0.319	0.018	0.00	0.00
	3	7.473	5.823	0.322	0.016	0.00	0.00
PROMEDIO		7.465	5.834	0.313	0.017	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		5.44x10 ⁻³	9.39x10 ⁻³	1.07x10 ⁻²	6.24x10 ⁻⁴	0.00	0.00
CV^{**}		0.07	0.16	3.41	3.65	---	---
% METAL EN FE⁺		76.31	99.95	98.94	94.36	0.00	0.00
110	1	4.919	7.268	0.336	0.023	0.00	0.00
	2	4.918	7.458	0.328	0.024	0.00	0.00
	3	4.919	7.423	0.345	0.028	0.00	0.00
PROMEDIO		4.919	7.383	0.336	0.025	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		4.71x10 ⁻⁴	8.27x10 ⁻²	6.94x10 ⁻³	2.12x10 ⁻³	0.00	0.00
CV^{**}		0.0001	0.0112	0.0206	0.0846	---	---
% METAL EN FE⁺		50.30	99.98	97.72	92.40	0.00	0.00
111	1	7.569	6.145	0.324	0.018	0.00	0.00
	2	7.568	5.979	0.328	0.019	0.00	0.00
	3	7.575	6.017	0.331	0.020	0.00	0.00
PROMEDIO		7.571	6.047	0.328	0.019	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		3.09x10 ⁻³	7.10x10 ⁻²	2.87x10 ⁻³	7.59x10 ⁻⁴	0.00	0.00
CV^{**}		0.041	1.174	0.875	3.986	---	---
% METAL EN FE⁺		77.41	99.93	99.60	80.91	0.00	0.00

FE⁺: Fase Escoria

CV^{**}: Coeficiente de Variación

#^{***}: Número de lecturas registradas de cada metal por medio de EAA.

En las Tablas X.5 y X.6 se tienen las cantidades promedio de cada metal presente en la fase metálica y en la fase escoria, también los porcentajes del metal presentes en estas fases, la desviación estándar de las lecturas

registradas por EAA de cada metal y el coeficiente de variación de cada ensayo en cada fase.

TABLA X.5

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE METALICA MEDIANTE ATAQUE CON UNA MEZCLA DE H₂O₂ Y H₂SO₄

ENASAYO #	# ^{****}	COBRE (Cu) (gr.)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA ^{**} (Ag) (mg.)	ORO ^{**} (Au) (mg.)
100	1	3.038	0.032	0.0012	0.0033	9.10	33.10
	2	3.036	0.031	0.0012	0.0034	---	---
	3	3.037	0.033	0.0011	0.0030	---	---
PROMEDIO		3.037	0.032	0.0012	0.0033	9.10	33.10
DESVIACION ESTANDAR		8.16x10 ⁻⁴	8.29x10 ⁻⁴	2.45x10 ⁻⁵	1.76x10 ⁻⁴	---	---
CV^{***}		0.027	2.581	2.130	5.391	---	---
% METAL EN FM[†]		31.1	0.563	0.56	10.10	100	100
104	1	2.959	0.050	0.0028	0.0022	10.50	32.50
	2	2.957	0.053	0.0028	0.0023	---	---
	3	2.960	0.053	0.0027	0.0023	---	---
PROMEDIO		2.959	0.052	0.0028	0.0023	10.50	32.50
DESVIACION ESTANDAR		1.25x10 ⁻³	1.45x10 ⁻³	4.03x10 ⁻⁵	5.19x10 ⁻⁵	---	---
CV^{***}		0.042	2.791	1.456	2.251	---	---
% METAL EN FM[†]		30.2	1.00	0.89	7.56	100	100
106	1	4.680	0.020	0.0080	0.0029	9.80	30.80
	2	4.678	0.019	0.0079	0.0031	---	---
	3	4.681	0.021	0.0081	0.0029	---	---
PROMEDIO		4.680	0.020	0.0080	0.0029	9.80	30.80
DESVIACION ESTANDAR		1.32x10 ⁻³	8.18x10 ⁻⁴	9.39x10 ⁻⁵	9.88x10 ⁻⁵	---	---
CV^{***}		0.028	4.103	1.174	3.356	---	---
% METAL EN FM[†]		47.8	0.37	3.79	9.43	100	100
108	1	3.611	0.032	0.0022	0.0022	8.70	32.90
	2	3.610	0.030	0.0020	0.0022	---	---
	3	3.610	0.031	0.0022	0.0021	---	---
PROMEDIO		3.610	0.031	0.0021	0.0022	8.70	32.90
DESVIACION ESTANDAR		5.79x10 ⁻⁴	1.03x10 ⁻³	1.13x10 ⁻⁴	2.87x10 ⁻⁵	---	---
CV^{***}		0.016	3.289	5.301	1.330	---	---
% METAL EN FM[†]		36.9	0.59	0.81	6.89	100	100
112	1	4.801	0.029	0.0017	0.0012	11.20	33.90
	2	4.802	0.028	0.0017	0.0012	---	---
	3	4.799	0.027	0.0018	0.0011	---	---
PROMEDIO		4.801	0.028	0.0017	0.0012	11.20	33.90
DESVIACION ESTANDAR		1.31x10 ⁻³	9.48x10 ⁻⁴	2.94x10 ⁻⁵	4.24x10 ⁻⁵	---	---
CV^{***}		0.027	3.407	1.722	3.689	---	---
% METAL EN FM[†]		49.1	0.59	0.62	3.65	100	100

FM[†]: Fase Metálica

Oro^{**} y plata^{**} determinados por pesaje.

CV^{***}: Coeficiente de Variación

#^{****}: Número de lecturas registradas de cada metal por medio de EAA.

TABLA X.6

ANALISIS DE REPRODUCIBILIDAD DE LA DISTRIBUCION DE LOS METALES EN LA FASE ESCORIA POR MEDIO DE DISGREGACION ACIDA

ENASAYO #	# ^{***}	COBRE (Cu) (mg)	HIERRO (Fe) (ppm)	PLOMO (Pb) (ppm)	CINC (Zn) (ppm)	PLATA (Ag) (mg)	ORO (Au) (mg)
100	1	6.731	5.695	0.205	0.029	0.00	0.00
	2	6.749	5.596	0.196	0.030	0.00	0.00
	3	6.751	5.723	0.207	0.029	0.00	0.00
PROMEDIO		6.744	5.671	0.203	0.029	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		8.99×10^{-3}	5.45×10^{-2}	4.78×10^{-3}	4.10×10^{-4}	0.00	0.00
CV^{**}		0.133	0.961	2.361	1.415	---	---
% METAL EN FE[†]		68.95	99.437	99.44	89.90	0.00	0.00
104	1	6.817	5.123	0.298	0.027	0.00	0.00
	2	6.817	4.987	0.311	0.028	0.00	0.00
	3	6.836	5.298	0.315	0.030	0.00	0.00
PROMEDIO		6.823	5.136	0.308	0.028	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		9.05×10^{-3}	1.27×10^{-1}	7.26×10^{-3}	1.03×10^{-3}	0.00	0.00
CV^{**}		0.133	2.479	2.356	3.648	---	---
% METAL EN FE[†]		69.75	99.00	99.11	92.44	0.00	0.00
106	1	5.069	5.382	0.188	0.029	0.00	0.00
	2	5.088	5.178	0.213	0.028	0.00	0.00
	3	5.145	5.593	0.208	0.028	0.00	0.00
PROMEDIO		5.101	5.384	0.203	0.028	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		3.26×10^{-2}	1.69×10^{-1}	1.08×10^{-2}	5.25×10^{-4}	0.00	0.00
CV^{**}		0.639	3.147	5.321	1.857	---	---
% METAL EN FE[†]		52.15	99.63	96.21	90.57	0.00	0.00
108	1	6.176	5.312	0.262	0.029	0.00	0.00
	2	6.164	5.593	0.255	0.030	0.00	0.00
	3	6.171	5.013	0.269	0.029	0.00	0.00
PROMEDIO		6.170	5.306	0.262	0.029	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		5.12×10^{-3}	2.37×10^{-1}	5.72×10^{-3}	3.68×10^{-4}	0.00	0.00
CV^{**}		0.083	4.463	2.181	1.264	---	---
% METAL EN FE[†]		63.09	99.41	99.19	93.11	0.00	0.00
112	1	4.973	4.512	0.267	0.032	0.00	0.00
	2	4.979	5.134	0.282	0.030	0.00	0.00
	3	4.998	4.376	0.269	0.029	0.00	0.00
PROMEDIO		4.983	4.674	0.273	0.030	0.00	0.00
DESVIACION ESTANDAR		1.06×10^{-2}	3.30×10^{-1}	6.65×10^{-3}	1.25×10^{-3}	0.00	0.00
CV^{**}		0.213	7.060	2.439	4.112	---	---
% METAL EN FE[†]		50.93	99.41	99.38	96.35	0.00	0.00

FE[†]: Fase Escoria

CV^{**}: Coeficiente de Variación

#^{***}: Número de lecturas registradas de cada metal por medio de EAA.

BIBLIOGRAFIA

Álvarez A., Miranda S., y Rodríguez J., 1993, CERTIFICACIÓN QUÍMICA DEL PRODUCTO FINAL DE LAS PLANTAS DE ORO (DORÉ), Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM), Varona No. 12028, Boyeros, Ciudad de La Habana, Cuba, 150 pp.

Assayers Canada Services Explained, 2009, GOLD AND PRECIOUS METAL ANALYSIS BY FIRE ASSAY, Obtenido en línea el 22 de septiembre de 2009, Disponible en: <http://www.assayers.com/assayers/gold.html>

Blanco E., 2010, LA DENSIDAD Y EL PESO ESPECIFICO DE LOS MINERALES: COMO SE MIDEN, Obtenido en línea el 26 de mayo de 2011, Disponible en: http://www.profes.net/rep_documentos/Propuestas_2%C2%BA_ciclo_ES_O/2E%20P%20fisicas%20minerales%20La%20densidad%20y%20el%20peso%20especifico%20de%20los%20minerales,%20como%20se%20mide.PDF

Bugbee E., 1940, A TEXTBOOK OF FIRE ASSAYING, Tercera edición, Colorado School of Mines Press, Golden, Colorado, 204 pp.

Bolufer P., 2009, LOS NUEVOS VIDRIOS, Técnica Industrial 279, Instituto Químico de Sarriá, Barcelona, España, pp 43-44.

Coudurier L., y Wilkomirsky I., 1971, FUNDAMENTOS DE LOS PROCESOS METALURGICOS, Departamento de Metalurgia Extractiva, Universidad de Concepción, Chile, pp 272-291.

Díaz C., 2010, RECOPIACION DE DATOS ESTADÍSTICOS DE MINERIA EN EL ECUADOR AÑO 2009, Agencia de Regulación y Control Minero (ARCOM), Quito, Ecuador.

de la Torre E., 1988, APUNTES SOBRE PIROMETALURGIA, Curso de Maestría en Ciencias Aplicadas, Universidad Católica de Lovania, Bélgica.

ECTV, 2009, LA MINERÍA EN EL ECUADOR, Obtenido en línea el 22 de septiembre de 2009, Disponible en: http://www.ecuadortv.ec/ectvpro_gramas.php?c=2217

Fire Assay, 2009, WHAT IS FIRE ASSAYING?, Obtenido en línea el 22 de septiembre de 2009, Disponible en: http://www.mine-engineer.com/mining/assay_2.htm

Gilchrist J., 1989, EXTRACTION METALLURGY, Third Edition, Pergamon Press, Oxford, 431 pp.

Hernández M., y Palazuelos E., 1995, INTOXICACION POR PLOMO: PREVENCIÓN Y CONTROL, Morelos, México, INSP, pp 25-45.

INGETEC S.A., 2011, AUDITORIA AMBIENTAL Y EVALUACIONES AMBIENTALES DE LAS OPERACIONES DE MINERA YANACocha EN CAJAMARCA – PERÚ CONTRATO C-03-015, Obtenido en línea el 11 de mayo de 2011, Disponible en:

[http://intranet2.minem.gob.pe/.../3.1%20QUÓMICOS%20Y%20REACTIVO S%20rev%20f2.doc](http://intranet2.minem.gob.pe/.../3.1%20QUÓMICOS%20Y%20REACTIVO%20S%20rev%20f2.doc) -

Kern MD., 1994, LEAD POISONING IN PRECIOUS METALS REFINERY ASSAYERS: A FAILURE TO NOTIFY WORKERS AT HIGH RISK, American Journal of Industrial Medicine, Vol. 25, Issue 5, pp 759-767.

Kitco, 2011, HISTORICAL CHARTS, Obtenido en línea el 21 de Abril de 2011, Disponible en: <http://www.kitco.com/charts/historicalgold.html>

Landazuri A., 2007, DISEÑO Y CONSTRUCCION DE HORNO DE CRISOL PARA FUSION DE METALES POR INDUCCIÓN. Tesis de Grado, Universidad San Francisco de Quito, Quito, 104 pp.

Lenehan W.C., y Murray-Smith R. de L., 1986, ASSAY AND ANALYTICAL PRACTICE IN THE SOUTH AFRICAN MINING INDUSTRY, The South African Institute of Mining and Metallurgy, Johannesburg, pp 41-230.

Luque del Villar F., y Sierra J., 2011, PRACTICAS MINERALOGICAS II (NO-SILICATOS), Obtenido en línea el 26 de mayo de 2011, Disponible en: http://www.ucm.es/info/crismine/Mine_nosilicat/Guion_visu.htm

Marsden J., y House I., 1992, THE CHEMISTRY OF GOLD EXTRACTION, Ellis Horwood Limited, West Sussex, England, 680 pp.

Muñoz G., 1993, RECUPERACION DE ORO POR FUSION A PARTIR DE CONCENTRADOS POLISULFURADOS DE MENAS ECUATORIANAS, Tesis de grado, Escuela Politécnica Nacional, Quito, 153 pp.

Muñoz G., 2011, Comunicación Personal.

Nuffield Advanced Chemistry, 2003, METALLIC STRUCTURES AND BONDING, The Nuffield Foundation, Obtenido en línea el 11 de Julio de 2011, Disponible en: http://www.chemistry-react.org/go/Faq/Faq_3723.html%0D

Oliveira F., et al., 1999, TENSION SUPERFICIAL, VISCOSIDAD Y DESIDAD DE ALGUNAS ESCORIAS, Revista de Metalurgia, Madrid, España, pp 91-99.

Paladines A., y Díaz X., 2003, ECUADOR, LA MINERÍA DEL ORO, El libro de la minería del oro en Iberoamérica, Espí J.A. editor, Red XIII-V CITED, Madrid, España, pp 277-284.

Rosenqvist T., 1983, PRINCIPLES OF EXTRACTIVE METALLURGY, Second Edition, Mc Graw-Hill Inc. New York, 528 pp.

Schuhmann Jr., 1968, INGENIERÍA METALURGICA, Tomo I, Centro Regional de Ayuda Técnica, Agencia para el Desarrollo Internacional, México, pp 325-348.

Smith E., 1987, THE SAMPLING AND ASSY OF THE PRECIOUS METALS, Met-Chem, Research, Inc., Boulder, Colorado, 492 pp.

Tosiani T., Torres M., y Mendoza W., 2000, ANÁLISIS DE ORO EN MUESTRAS GEOLÓGICAS: MÉTODO COLORIMÉTRICO PARA SER UTILIZADO EN EL CAMPO, Volumen 25, Interciencia, Caracas, Venezuela, pp 342-345.

Young R., 1998, ANALYSIS FOR GOLD, Obtenido en línea el 26 de Mayo de 2011, Disponible en: <http://www.topnews.in/expert-analysis-gold-and-silver-futures-trading-2200863.pdf>

Zaninovic X., y Jankelevich A., 2001, EL COBRE Y LA SALUD, COOPER International Cooper Association, Ltd., Santiago, Chile, pp 1-3.