

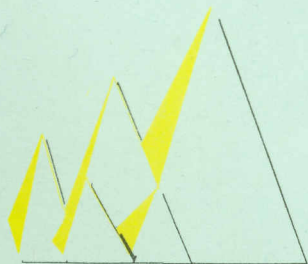


REPUBLICA DE COLOMBIA
Ministerio de Minas y Energía



Procesamiento de Minerales Auríferos

El Control Analítico
en el Procesamiento
de Minerales



Cartilla No. 1

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGIA

Directiva

Ministro:

Jorge Eduardo Cock Londoño

Viceministro de Minas:

Silvio Mejía Duque

Secretario General:

Eduardo Afanador Iriarte

Secretaria Privada:

Vivian Cock Ordoñez

Director Técnico de Minas:

Víctor Manuel Rivera Monsalve

Autor

Jorge Vásquez García

Colaboradores:

Manuel Acevedo López

María Chérie González C.

Lilian Rivera Peña

José David Castañeda H.

CONTENIDO

PRESENTACION	I
INTRODUCCION	II
1. El Procesamiento de Minerales	3
1.1 La Escogencia a Mano	3
1.2 La Concentración Gravimétrica	3
1.3 Procesamiento por Flotación	5
1.4 La Separación Magnética	6
1.5 La Separación Electroestática	7
2. Controles Analíticos en el Procesamiento de Minerales	8
3. Métodos Volumétricos	9
3.1 Determinación Volumétrica de Hierro y Zinc en Minerales	9
3.2 Determinación Volumétrica de Plomo en Minerales	11
3.3 Determinación Volumétrica de Cobre en Minerales	13
4. Determinación de Oro y Plata en: Minerales Concentrados, Soluciones, Amalgamas y Precipitados de Cianuración o en Aleaciones	14
4.1 Ensaye por Fusión	15
4.2 Acción de los Reactivos	16
4.3 Fases del Proceso	18
5. Análisis de Oro y Plata en Minerales	22
5.1 Reactivos	22
5.2 Materiales y Equipos	23
5.3 Procedimiento	23
6. Ejercicio para el Cálculo de Carga de Fundentes de (Flujo)	26
7. Comentarios Sobre el Método de Ensaye al Fuego	28

CONTENIDO

8.	Análisis de Oro en Amalgamas	28
9.	Análisis de Oro en Soluciones de Cianuración	29
10.	Análisis de Oro Fino en Barras de Oro	30

FIRGURAS

1.	Esquema de Mesa Concentradora	4
2.	Elementos de una Celda de Flotación del Tipo Agitación Mecánica	6
3.	Mezclado de Fundente y de la Muestra	23

PRESENTACION

La minería de metales preciosos ha sido históricamente una actividad de gran importancia para el país. La mayor parte del oro, es producido por la pequeña y mediana minería, aunque sin introducir los cambios requeridos en el sistema de procesamiento de los minerales que permitan incrementar el porcentaje de extracción que actualmente se obtiene.

EL MINISTERIO DE MINAS Y ENERGIA y la Empresa Minerales de Colombia, S.A., "MINERALCO", firmaron el Acuerdo No. 12, con el propósito de fomentar, difundir y hacer accesible la transferencia de tecnología hacia la pequeña y mediana minería en el área del procesamiento de los minerales auríferos, dentro de un marco de preservación ambiental.

En ese sentido el MINISTERIO DE MINAS Y ENERGIA, preparó este documento de PROCESAMIENTO DE MINERALES AURIFEROS, conformado por tres cartillas, con el deseo de que sirva como una guía para buscar el mejoramiento sustancial del rendimiento, mediante una mayor recuperación de los metales preciosos, ofreciendo técnicas que garanticen una verdadera racionalización de la operación minera.

Nuestra meta: "Preservar el medio ambiente sin detener el desarrollo minero."


JORGE EDUARDO COCK LONDOÑO
Ministro de Minas y Energía



INTRODUCCION

La industria Minero - Metalúrgica requiere constantemente del análisis químico para el procesamiento de los minerales y el aprovechamiento integral de los valores. La disponibilidad e implementación de métodos analíticos, acelera el avance tecnológico para la obtención no sólo de los metales preciosos sino de aquellos otros que los acompañan. Por otra parte, el auge en el procesamiento de minerales marginales y de bajo tenor en oro y plata, ha llevado a la necesidad de investigar y desarrollar métodos analíticos más eficientes y exactos para su detección y cuantificación.

Con base en la exposición precedente, el Ministerio ha elaborado esta cartilla, titulada " El control analítico en el procesamiento de Minerales ", en la que confía en su utilidad práctica para las personas e instituciones vinculadas a la minería Colombiana, como un instrumento al cual pueden recurrir en su trabajo cotidiano.

1 EL PROCESAMIENTO DE MINERALES

Los metales y minerales de importancia comercial se hallan sólo muy raras veces en el estado natural en las formas y grados de pureza que su utilización práctica exige, pues, casi sin excepción, forman mezclas físicas o químicas, o ambas con otras sustancias carentes de valor. La suma total de los tratamientos a los que se someten los minerales para separar y desechar sus fracciones carentes de valor se conoce con el nombre de procesamiento de minerales. Un concepto más amplio del procesamiento de minerales abarca los métodos químicos de tratamiento, y por lo tanto se extiende al campo de la metalurgia extractiva para llegar a la producción de metales comercialmente puros.

La situación más típica que justifique el procesamiento de minerales es la eliminación de la gran masa de minerales de desecho que contiene un mineral explotable, para formar un concentrado. En general, la producción de este concentrado es la fase más compleja y difícil del procesamiento de minerales, en vista de que en ella intervienen la liberación, el control de tamaño y el control de la composición.

La separación de los constituyentes útiles de un mineral de los que carecen de valor se realiza mediante:

1.1. La Escogencia a Mano. Este proceso es acaso el más antiguo que se conoce, ya que se remonta a los tiempos prehistóricos.

1.2 La Concentración Gravimétrica. Fue el método más importante de concentración hasta la década de 1920, con el advenimiento de la flotación. Aunque los concentradores por gravedad pueden no dar la precisión de separación que puede lograrse con la flotación, generalmente tienen menores costos.

En el procesamiento de minerales, la separación por gravedad tiene dos finalidades: separar minerales de la misma densidad por tamaños (**Clasificación**) o de distintas densidades, de acuerdo con su clase (**Concentración por Gravedad**). En estas operaciones los fluidos empleados pueden ser: aire, agua, líquidos más densos que el agua y, como su nombre lo indica, se emplea la fuerza de gravedad como fuerza principal de diferenciación. Es una característica de todos los dispositivos de

concentración por gravedad que las partículas se mantengan ligeramente apartadas, de manera que pueden moverse unas con relación a las otras, para que así logren separarse idealmente en capas de minerales densos y ligeros.

La forma en que se logra esta separación entre partículas proporciona un medio conveniente para clasificar los equipos: en el primer grupo, representado por los concentradores de impulsos, se aplica un movimiento oscilatorio esencialmente vertical a la corriente de sólidos y fluido. Tal es el caso de los Jigs o concentradores de impulsos por acción del diafragma o émbolo. Los concentradores de sacudimiento forman el segundo grupo. Estos aplican una fuerza cortante horizontal a la corriente de sólidos y fluido, haciendo vibrar la superficie que sustenta la corriente. Se incluyen en este grupo la mesa vibratoria y la batea del minero.

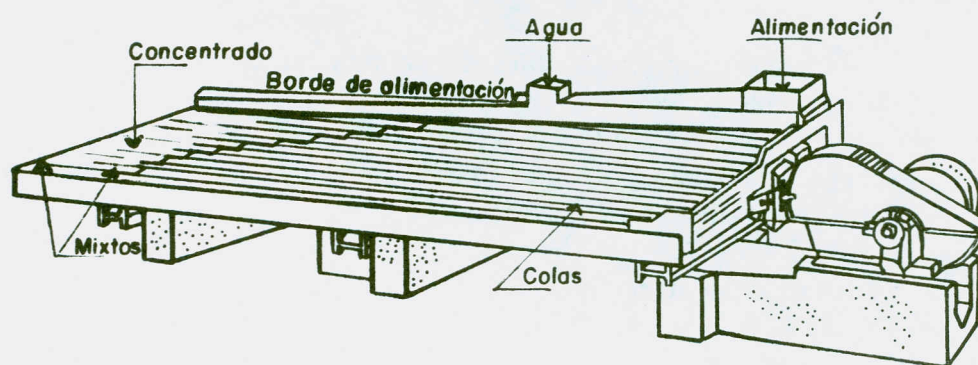


Fig. 1: Esquema de una mesa concentradora .

1.3 Procesamiento por flotación. La flotación es el método, más moderno, eficaz y de mayor aplicación, aunque también, en muchos aspectos, el más complejo de todos los procesos de concentración. En una suspensión acuosa de galena (sulfuro de plomo) y de otros minerales finamente molidos es posible producir unas condiciones tales, que las burbujas de aire se adhieran a las partículas de galena y en cambio, no lo hagan a los demás minerales. Ello da por resultado que estas burbujas consigan la flotación de la galena venciendo las fuerzas de gravedad, mientras los otros minerales son depresados (se van al fondo). Este es el llamado procedimiento de flotación, aplicable siempre que entre dos minerales o clases de minerales se registren diferencias químicas apreciables.

Un ejemplo, que puede servir de base para conocer el mecanismo del proceso de flotación lo ofrece una separación de la galena de una ganga silicosa. Los pasos a seguir en una operación de este tipo son los siguientes:

1.3.1 Molienda acuosa del mineral hasta un tamaño tal que asegure la liberación de los componentes (galena del cuarzo); regular el pH entre 8 y 9, con cal o carbonato de sodio.

1.3.2 Ajustar la densidad de la pulpa al 25% por peso (3 partes de agua por una de mineral).

1.3.3 Añadir el colector (Etil xantato de Potasio), o sea el reactivo que recubre selectivamente la galena, y el reactivo orgánico responsable de la espuma (espumante).

1.3.4 Agitar la mezcla y al mismo tiempo añadir aire de tal modo que la pulpa quede completamente impregnada de burbujas.

1.3.5 Retirar la espuma portadora de la galena y el estéril embobrecido en la parte inferior del aparato (celda de flotación).

Los elementos estructurales de una máquina típica de agitación mecánica son:

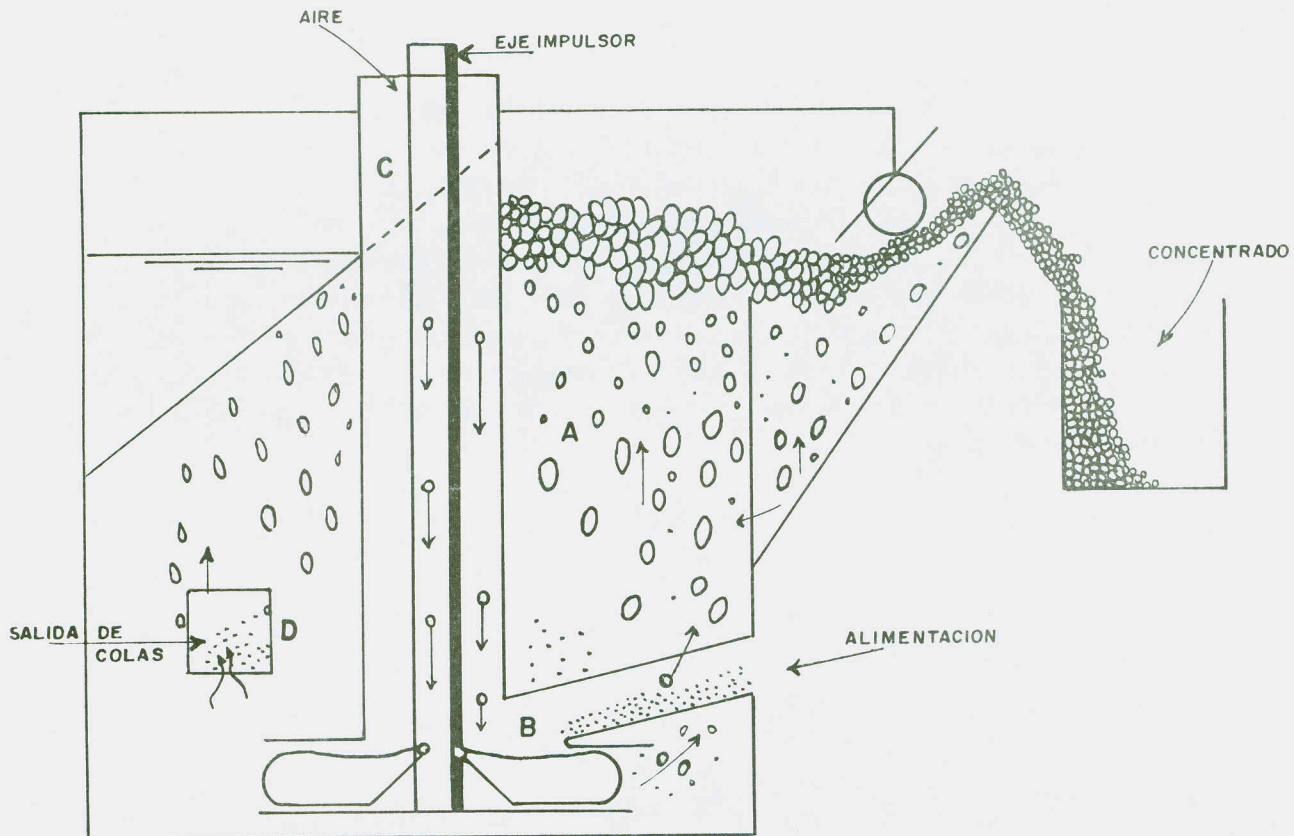


Fig. 2 : Elementos de una celda de flotación del tipo agitación mecánica

A= Cámara de agitación.

B= Agitador, generalmente de forma cruciforme, con aspas verticales o inclinadas.

C= Caja de cuña, que se conecta a A por ranuras inferiores y superiores.

D= Compuerta controlable de descarga.

1.4 La Separación Magnética. La propiedad de un material que determina su respuesta a un campo magnético es la susceptibilidad magnética. Con base en esta propiedad, los materiales pueden dividirse en dos grupos: materiales **Paramagnéticos**, o sea los atraídos por un campo magnético. Entre los fuertemente atraídos están el hierro y la magnetita; entre los normales están la hematita, la ilmenita, la pirrotita y otros. Materiales **Diamagnéticos**, son aquellos que son repelidos por un campo magnético, como son el feldespato y el cuarzo.

El equipo para la separación magnética se divide en dos categorías: separadores magnéticos de baja intensidad y de alta intensidad, usándose los primeros para materiales paramagnéticos de alta susceptibilidad magnética y los segundos para

minerales paramagnéticos de baja susceptibilidad magnética. Ambas separaciones, de baja y alta intensidad magnética, pueden llevarse a cabo en húmedo o en seco.

1.5 Separación Electrostática. Se aplica como proceso de concentración sólo a un pequeño número de minerales; sin embargo, cuando es aplicable, ha demostrado tener gran éxito. Con frecuencia se le combina con los dispositivos de separación por gravedad y de separación magnética para separar los minerales no sulfurados entre sí. La separación gravimétrica se emplea para separar la sílice y producir un concentrado global, y luego se aplica una combinación de separación electrostática y magnética para separar los minerales de valor remanentes.

La separación electrostática tiene su aplicación más importante en el procesamiento de arenas de playa y depósitos aluviales que contienen minerales de titanio. En las arenas de playa, hay una concentración inicial por separación gravimétrica para eliminar la sílice, y en seguida de un proceso de secado, se utiliza la separación electrostática para separar el rutilo y el zircón.

Una característica esencial de las separaciones en el procesamiento de minerales es que nunca son perfectas. Para describir adecuadamente el alcance de la separación se utilizan dos parámetros: la recuperación y la razón de concentración (K).

La recuperación (R) mide la eficacia con la que el equipo separador ha extraído los valores presentes en el mineral alimentado. Representa la relación del peso del mineral o metal recuperado en el concentrado entre el 100% del mismo mineral o metal en la alimentación al proceso.

La recuperación puede calcularse de diferentes formas dependiendo de la disponibilidad de datos: conociendo los pesos del concentrado (C), de la alimentación (A) y de los tenores del mineral o metal en la alimentación (a), en el concentrado (c) y en el residuo (r).

$$R = \frac{C(a - r)}{A(c - r)} \times 100$$

Conociendo K , a y c.

$$R = \frac{c}{ka} \times 100$$

La relación de concentración (K) puede considerarse como el número de toneladas de alimentación requeridas para producir una tonelada de concentrado .

Puede obtenerse si se conoce los pesos del concentrado (C) y de la alimentación (A).

$$K = \frac{A}{C}$$

También si se conocen los tenores del concentrado (c), de la alimentación (a) y del residuo (r).

$$K = \frac{c-r}{a-r}$$

2 CONTROLES ANALITICOS EN EL PROCESAMIENTO DE MINERALES

El auge en el tratamiento de los minerales de bajo tenor en oro y plata, de minerales marginales y en el de residuos o colas provenientes de plantas de beneficio, ha llevado a la necesidad de mejorar, desarrollar y de investigar los métodos analíticos para su determinación y cuantificación. El ensaye al fuego y la espectrofotometría de absorción atómica han sido utilizados exitosamente en controles analíticos de los procesos minero-metalúrgicos (en los campos de la exploración, la explotación y del beneficio), para la preservación del medio ambiente, en problemas de arbitramento y con propósitos contables.

Los resultados de los análisis son tan exactos como lo sean los métodos empleados para el muestreo, preparación de la muestra y la ejecución del análisis químico .

El muestreo es el conjunto de operaciones que deben hacerse a un material, con el fin de obtener una pequeña porción que represente la composición de la cantidad total. El proceso de muestreo se divide en 3 operaciones principales:

2.1 Toma de Muestras. La muestra que se tome debe ser representativa, en cuanto a distribución del mineral, humedad, tamaño y forma de grano, grado de compactación, etc.

2.2 Reducción de la muestra. La reducción de la muestra se lleva a cabo in situ y dependiendo de la cantidad son trituradas y se muestrea por cuarteo hasta obtener una fracción apropiada para enviarse al laboratorio.

2.3 Preparación de los Minerales para Análisis Químico. Las muestras con un peso de 2 kilogramos se mezclan, se homogenizan y se reducen a 200 gramos en el partidore Jones. Una vez seca ($T_{\circ}=100 \pm 5^{\circ}\text{C}$), la muestra se muele en el pulverizador de discos a menos de 100 mallas (0,149 milímetros). El tamaño de partícula dependerá del análisis que se pretenda ya que, cuando se trata de minerales refractarios difíciles de atacar o fundir, es necesario moler los minerales a tamaños de partículas más fina.

La exactitud de los resultados en el análisis depende de la precisión y el cuidado con que se hayan llevado a cabo estas tres operaciones.

3 METODOS VOLUMETRICOS

Los métodos volumétricos comprenden las técnicas que implican las mediciones de volumen de un agente valorante. En estos métodos se mide el volumen necesario de una solución de concentración conocida que reacciona cuantitativamente en el componente de la solución de composición desconocida.

Los análisis más usuales en minerales son para hierro, zinc, plomo y cobre.

3.1 Determinación volumétrica de hierro y zinc en minerales.

Reactivos:

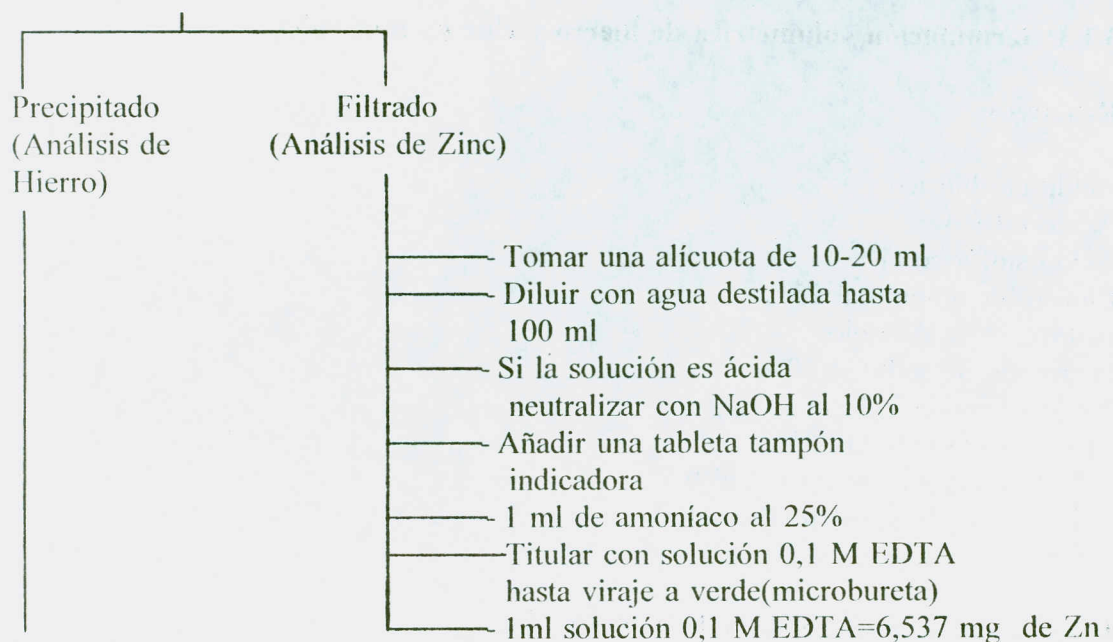
Acido clorhídrico
Acido nítrico
Acido sulfúrico (1 + 1)
Cloruro de amonio al 25%
Hidróxido de Amonio
Hidróxido de sodio al 10%
Tableta tampón indicadora
Amoníaco líquido al 25%
Indicador naranja de xilenol al 0,5%
Indicador ácido sulfosalicílico al 5%
Solución 0,1 de titriplex III, EDTA

Procedimiento para análisis de hierro y zinc:

Muestra 0,5 - 1,0 g

- vaso de 250 ml
- 20 ml de HCl
- Calentar para descomponer y eliminar H_2S
- 20 ml de HNO_3 (1+1)
- Calentar
- 10 ml de H_2SO_4 (1+1)
- Calentar
- Evaporar completamente el H_2SO_4
- Enfriar
- 20 ml de H_2O
- Calentar para disolver la pasta
- Enfriar
- 10 ml de NH_4Cl al 25%
- Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml
- Lavado con 30 ml de agua
- Neutralizar con NH_4OH agregando 20 ml en exceso
- Enfriar
- Aforar con agua

1 -- Filtrar (filtro rápido, raya negra)



- 2--
- Lavar con agua caliente
 - Disolver con 15 ml de HCL (1+1)
 - Diluir con agua destilada hasta 100 ml
 - Ajuste de pH de 2,5
 - 1 ml de indicador ácido sulfosalicílico
 - Titular con solución 0,1 M EDTA hasta desaparecer la coloración roja (microbureta)
 - Si reaparece el color rojo continúa la titulación
 - 1 ml solución 0,1 M EDTA = 5,585 mg de Fe

NOTAS: 1 El material debe estar completamente seco.

2 Si se observa cobre, precipitar nuevamente el hierro.

3.2 Determinación volumétrica de plomo en Minerales

Reactivos:

Acido clorhídrico

Acido nítrico

Acido sulfúrico (1+3),(1+10)

Alcohol Etílico

Solución Buffer: Pesar 250 g de acetato de amonio, agregar 25 ml de ácido acético, llevar a 800 ml con agua. Ajustar pH a 5,5 con ácido acético y aforar a 1 Lt.

Acetato de Amonio

Acido acético glacial

Amoníaco líquido por lo menos 25%

Tartrato sodicopotásico

Tableta tampón indicadora

Solución 0,1 de Titriplex III, EDTA

Procedimiento de análisis para plomo:

Muestra 0.5 - 1.0 g

- Vaso de 250 ml
- 10 ml de HCl, 10 ml HNO₃
- Calentar hasta eliminar vapores nitrosos
- 10 ml de H₂SO₄ (1+3)
- Calentar
- Evaporar hasta aparición de humos blancos
- Calentar por 15 min. más
- 5 ml de H₂SO₄
- 30 ml de H₂O
- Calentar para disolver la pasta
- Enfriar
- 10 ml de alcohol etílico
- Reposar 1-2 horas

Filtrar (filtro fino, raya azul). Lavado con H₂SO₄ (1+10) y 2-3 veces con agua caliente.

Filtrado Precipitado

- El residuo se pasa al vaso de 250 ml, disolviendo con
- 30 ml de solución buffer y agua caliente
- (el papel filtro se deja en el embudo)
- Calentar la solución por unos 20 min.

Filtrar (sobre el filtro) (lavar con 10 ml de solución buffer y agua caliente)

Filtrado Precipitado

- Volumen de la solución = 100 ml
- 1 - 2 g de tartrato sodicopotásico
- 1 Tableta - Tampón indicadora
- 1 ml de amoníaco líquido; pH= 10-10,5
- Se calienta a 40°C
- Titular con solución 0,1 m EDTA hasta viraje de

rojo a verde - (microbureta)

1 ml solución 0,1 M EDTA=20,719 mg de Pb

3.3 Determinación volumétrica de cobre en Minerales.

Reactivos:

Acido clorhídrico

Acido nítrico

Acido sulfúrico (1+3)

Hidróxido de Amonio

Bifloruro de Amonio o Floruro de Amonio

Yoduro de Potasio

Solución indicadora de almidón: 1 g disuelto en 100 ml de agua destilada hirviendo

Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N: Pesar 12,4 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ disolver en agua y aforar a 1lt.

Procedimiento de análisis para cobre

Muestra 0.5 - 1.0 g

- 10 ml de HCl
- 10 ml de HNO_3
- Calentar hasta eliminar vapores nitrosos
- 3 ml de H_2SO_4 (1+3) y 10 ml de agua
- Calentar
- Evaporar hasta densos humos blancos
- Enfriar
- Agregar 50 ml de agua
- Calentar para disolver la pasta
- Neutralizar con NH_4OH , usando papel indicador
- 1 g de bifloruro de amonio
- 3 g de yoduro de potasio
- Agitar hasta disolución completa
- Empezar a titular con solución de tiosulfato 0,1 N (0,5 ml)
- Agregar 50 ml de solución de almidón (da color azul intenso)

Continuar la titulación hasta aparición de un color blanco de paja

1 ml solución tiosulfato 0,1 N= 0,06357 g de Cu

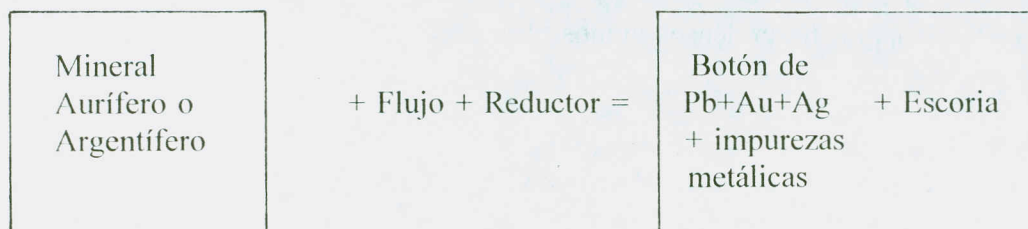
4 DETERMINACION DE ORO Y PLATA EN: MINERALES, CONCENTRADOS, SOLUCIONES, AMALGAMAS Y PRECIPITADOS DE CIANURACION O EN ALEACIONES

El ensaye al fuego ha sido el método por excelencia para las determinaciones de oro y plata, ya que combina una técnica muy eficiente de colección del metal - propiedad que tiene el plomo al estado de fusión de coleccionar el oro y la plata-, con el método de evaluar gravimétricamente el oro y la plata: de la aleación plomo-oro-plata, el plomo es separado de los metales preciosos por una cuidadosa fusión oxidante, llamada copelación, en la cual el plomo es oxidado y absorbido por la copela en un 98.5%; el resto, se volatiliza dejando libre el botón de oro y de plata.

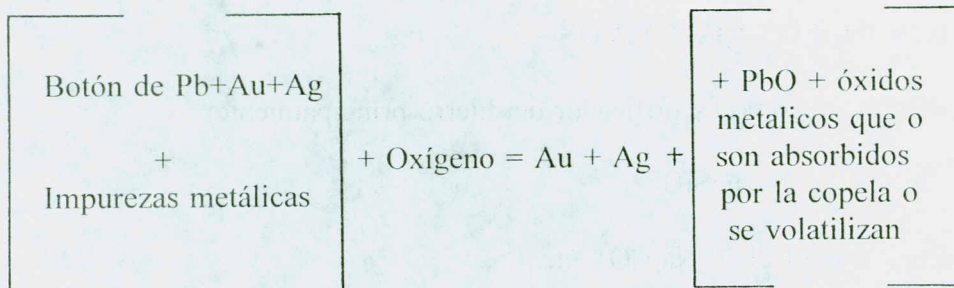
La plata se separa por disolución con ácido nítrico diluido (partición), quedando el oro para su cuantificación gravimétrica. La plata se calcula por diferencia tomando como base el peso de ambos y el peso de muestra empleado para el ensaye.

Se puede resumir el método de ensaye al fuego - fusión y copelación - en la siguiente forma esquemática:

FUSION: T^o = 950°C - 1050°C



COPELACION: T^o = 850°C - 900°C



4.1 ENSAYE POR FUSION

Por este proceso, los minerales se funden a $950 \pm 50^\circ\text{C}$ con reactivos que se clasifican como:

- Flujos ácidos, básicos o neutros y
- Agentes oxidantes, reductores, sulfurantes y desulfurantes.

REACTIVOS POR ENSAYE

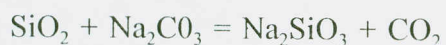
NOMBRE	FORMULA	PROPIEDADES
Sílice	SiO_2	Flujo ácido
Vidrio	$\text{XNa}_2\text{O}-\text{CaO}-2\text{SiO}_2$	Flujo ácido
Bórax	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Flujo ácido
Bicarbonato de Sodio	NaHCO_3	Flujo básico, desulfurante
Carbonato de Sodio	Na_2CO_3	Flujo básico, desulfurante
Litargirio	PbO	Flujo básico, desulfurante
Nitrato de Potasio	KNO_3	Agente oxidante, desulfurante
Harina	-	Agente reductor
Carbón	C	Agente reductor
Sal	NaCl	Cubierta protectora
Espatofluor	CaF_2	Flujo neutro

4.2 ACCION DE LOS REACTIVOS

Sílice - La Sílice actúa como escorificador del hierro principalmente:

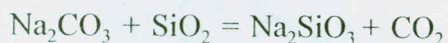


Reacciona además con el PbO; Na₂CO₃; etc.

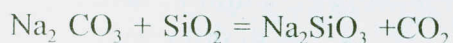


Bórax Anhidro - El bórax fundido disuelve un gran número de óxidos metálicos, como por ejemplo: FeO; Al₂O₃; Cr₂O₃; etc, y además disuelve grandes cantidades de sílice.

Carbonato de Sodio Anhidro - Se combina con la sílice del mineral formando silicato de sodio, con desprendimiento de CO₂, de acuerdo con la siguiente ecuación:



Bicarbonato de Sodio - Se comporta como el carbonato de sodio anhidro, puesto que por la acción del calor se desdobra de acuerdo con la siguiente ecuación:



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

Litargirio- Es el reactivo más importante en la fundición, una parte se reduce a plomo metálico mediante la harina o cualquier otro reductor. La función de este plomo es coleccionar el oro y la plata contenida en el mineral. El resto de litargirio actúa en parte oxidando las impurezas metálicas o bien pasa a formar la escoria al estado de silicato de plomo, o también para formar plumbatos con los óxidos metálicos.

Nitrato Potásico- Se usa como oxidante en los minerales piritosos.

Cloruro de Sodio- Se usa como cubierta de fundición, por ser muy fluido y no descomponerse al estado de fusión.

Crisoles - Para fundir el mineral con la mezcla de reactivos necesarios de que ya hemos hablado, se usan crisoles de arcilla refractaria (con alto contenido de alúmina).

Copela- Las copelas son fabricadas de cenizas de huesos y de magnesita. Se usan para separar el oro y la plata del plomo que ha actuado como colector, y además de las otras impurezas metálicas que generalmente acompañan al botón auro-argentífero.

Los reactivos que se utilizan en el ensaye varían de acuerdo con la composición de la muestra; si ésta es ácida, matriz silicosa, debe usarse un flujo básico como litargirio, carbonato de sodio, caliza; si es básica, debe usarse un flujo ácido como sílice o bórax.

El reductor para obtener el plomo colector a partir de litargirio, se puede obtener del mismo mineral o adicionarlo como reactivo, lo que da lugar a clasificar los minerales en los tipos:

Tipo 1. Minerales que tienen poder reductor. Son minerales que contienen sulfuros, arseniuros, antimoniueros, telurios, materia carbonosa, etc, que reducen parcialmente el litargirio durante la fusión.

Tipo 2. Minerales que tienen poder oxidante. Son minerales que contienen óxido férrico, bióxido de manganeso, etc., que oxidan al plomo y a los agentes reductores.

Tipo 3. Minerales neutros. Son minerales que contienen sílice, óxidos y carbonatos.

Los minerales del Tipo 1, se funden con reactivos oxidantes o desulfurantes y los del Tipo 2 y 3 con reductores.

Otro producto que se forma en el ensaye son las escorias y están compuestas por silicatos, boratos de óxido metálicos y litargirio, encontrándose disueltas formando un sólido vítreo o terroso. Las escorias ácidas son ricas en litargirio y pobres en sílice, bórax u otros componentes ácidos. En términos generales deben ser fluidas, no atacar el crisol, homogéneas y separarse fácilmente del botón de plomo sin contener glóbulos metálicos.

4.3 FASES DEL PROCESO

El proceso de oro y plata se efectúa en varias fases bien definidas:

Preparación de la Mezcla: Para preparar la mezcla del mineral y del flujo necesario para fundirlo, se debe hacer una clasificación de los minerales en 4 grupos: cuarcíferos, ferruginosos, cupríferos y complejos.

Minerales Cuarcíferos - Pertenecen a este grupo los minerales en los cuales predomina la sílice y los silicatos. El flujo usado para fundir 20 gramos de mineral es:

Litargirio	80 gramos
Carbonato de Sodio	50 gramos
Harina	2 gramos
Cubierta de fundición :	
Bórax	15 gramos
Cloruro de Sodio	15 gramos

Minerales Ferruginosos- Pertenecen a este grupo todos aquellos minerales en los cuales predomina el hierro, tanto oxidado como en forma de piritas. Si se encuentra al estado piritoso se calcina previamente para expulsar el azufre, empleando una temperatura entre 450°C y 500°C. El flujo usado para fundir 20 gramos de mineral es:

Litargirio	80 a 100 gramos
Sílice	30 gramos
Carbonato de sodio	20 gramos
Harina	2 gramos
Bórax	20 gramos
Cubierta de fundición :	
Cloruro de Sodio	15 gramos
Bórax	15 gramos

Si el mineral aporta mucho cuarzo, se disminuye la sílice en el flujo.

Minerales Cupríferos - A este grupo pertenecen todos los minerales que contienen cobre, ya sea oxidado o en forma de piritas de hierro. Si el mineral contiene calcopirita o sustancias volátiles como arsénico, antimonio, etc. se calcinan a temperaturas de 600°C - 650°C.

Si los tenores de cobre son inferiores al 12% se puede usar el flujo indicado

anteriormente, según predomine el Cuarzo o el hierro.

Los minerales que contienen tenores de cobre entre 12% y 30% se funden con el siguiente flujo:

Litargirio	200 gramos
Sílice	30 gramos
Carbonato de Sodio	20 gramos
Harina	2 gramos
Bórax	20 gramos
Cubierta de fundición :	
Cloruro de Sodio	15 gramos
Bórax	15 gramos

Antes de poner esta cubierta, el mineral y los fundente mezclarlos con :

Bicarbonato de Sodio	6 gramos
Bórax	3 gramos
Sílice	2 gramos

Esta mezcla actúa como un buen escorificador del cobre, eliminándose así gran parte de este metal en la escoria.

Si el mineral contiene más del 30% del cobre, debe tomarse la mitad de la muestra a ensayar, con la misma cantidad de flujo indicado. Otra alternativa sería lixiviar el mineral calcinado con una solución de ácido sulfúrico diluido y luego fundirla con un flujo similar al usado para minerales ferruginosos. Este método fue implantado en el laboratorio de ensayos al fuego de la División Regional Minera de Medellín, Ministerio de Minas y Energía y probado con éxito en concentrados cupríferos de la Mina El Roble, Chocó y de la mina Alisales, Nariño.

Minerales Complejos - A este grupo pertenecen los minerales que contienen compuestos de arsénico, de antimonio, galena, blenda, de bismuto, de telurio, etc.

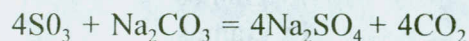
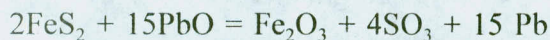
La muestra debe someterse a una calcinación fuerte, temperatura de 600°C - 650°C; luego variando las cantidades de litargirio y de bórax (estas sustancias disuelven la mayor parte de los óxidos metálicos anotados), se eliminan las impurezas en la escoria. Cuando los minerales contienen galena no se calcinan debido a su bajo punto de fusión, sino que para oxidar se agrega nitrato de potasio.

4.3.1 Fundición - Durante la fundición de los minerales a los que se les ha agregado el flujo correspondiente, intervienen reacciones de reducción y reacciones de

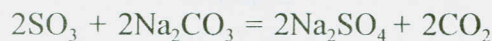
oxidación.

Reacciones de Reducción- Los sulfuros como la Pirita - FeS_2 ; la Calcopirita - CuFeS_2 ; la arsenopirita - FeAsS ; la estibina Sb_2S_3 ; la galena - PbS ; la blenda - ZnS y otros reducen el litargirio a plomo metálico. Las diferentes reacciones experimentan ciertas variaciones, según sea el flujo de fundición utilizado, como se observa considerando la pirita como ejemplo:

- 1- En presencia de litargirio y carbonato de sodio



- 2- En presencia de cantidades menores de litargirio y de carbonato de sodio.



- 3- En presencia de litargirio y ausencia de carbonato de sodio, no se forma sulfato



En presencia de litargirio y carbonato de sodio los diferentes sulfuros reducen el litargirio a plomo metálico en las siguientes proporciones:

1 gramo de pirita reduce	12,24 gramos de Pb
1 gramo de blenda reduce	8,16 gramos de Pb
1 gramo de estibina reduce	7,17 gramos de Pb

Reacciones de Oxidación - Es indispensable la oxidación de las impurezas para que forme la escoria con los reactivos de la fundición y no contamine el botón de plomo. La oxidación puede realizarse en la fundición misma agregando sal de nitro (KNO_3); al calcinar el mineral con el nitrato de potasio se tiene:

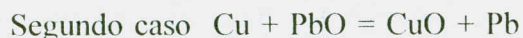




La oxidación mediante la calcinación es el método más empleado para las determinaciones de oro y de plata; con ella se consigue no sólo oxidar las impurezas metálicas, sino eliminar al mismo tiempo todas las impurezas volátiles, como azufre, arsénico, antimonio, etc., al estado de SO_2 ; As_2O_3 ; Sb_2O_3 , etc.

4.3.2 Copelación - La copelación es quizás el punto más importante del ensaye y tiene por objeto la oxidación del plomo y de las otras impurezas metálicas existentes, que mezcladas con mayor o menor cantidad de PbO , si la temperatura es apropiada, es absorbido por la copela (98.5%) y parte se volatiliza (1.5%). Queda como residuo un botoncito brillante, formado por metales no oxidables, como son el oro, la plata y el platino.

Las impurezas metálicas que acompañan al botón de plomo auro-argentífero pueden ser oxidadas directamente por el oxígeno del aire para cuyo objeto, al iniciarse la copelación, se entreabre un poco la puerta de la mufla, o bien son oxidadas por intermedio del PbO :



Es importante considerar las siguientes observaciones en el proceso de copelación:

- 1- Cuando se hacen varias copelaciones al mismo tiempo deben meterse primero los botones más grandes para compensar el tiempo de copelación.
- 2- Las copelas no deben moverse después de que se les ha colocado el plomo.
- 3- La temperatura debe regularse con la puerta de la mufla.
- 4- La temperatura de la copela debe estar sobre el punto de congelación del litargirio.
- 5- Los botones que contienen cobre pueden se copelados a temperaturas más baja que las que contienen plomo puro y valores, ya que el óxido cúprico baja el punto de congelación del litargirio.
- 6- Terminada la copelación, la copelas se dejan en la mufla unos cuantos

minutos. El tiempo dependerá del tamaño del botón.

- 7- Si la temperatura final es baja, el botón se solidifica sin "brillantez" (botón brillante y plateado), reteniendo plomo.
- 8- Cuando el botón es de oro se necesita una temperatura final más alta que cuando es de plata.
- 9- Cuando el botón es quebradizo indica que contiene zinc, arsénico, antimonio, azufre, PbO (por fundición a baja temperatura); o bien que contiene más de 30% de oro o plata.
- 10- Cuando el botón es duro indica que contiene cobre, en cantidad apreciable, hierro, etc.
- 11- El botón puede contener aparte del oro y la plata, platino, paladio, iridio, rodio, osmio y rutenio.
- 12- Los botones que contienen platino en cantidad considerable se aplastan y no relampaguean; son de color gris acero y opacos.

Las Pérdidas por Copelación - Se deben a pérdidas por volatilización, cuando se trabaja con temperaturas demasiado elevadas; al arrastre de partículas por las sustancias volátiles y a las pérdidas por absorción y retención en las escorias formadas, debido a las impurezas metálicas que contiene el botón de plomo auro-argentífero.

Las primeras se reducen a un mínimo despreciable controlando la temperatura de copelación de 850°C-900°C.

En cuanto a las segundas, se evitan eliminando las impurezas en la fundición o antes de ella, por medio de la calcinación, de flujos especiales, oxidación con nitro.

5 ANALISIS DE ORO Y PLATA EN MINERALES

5.1. REACTIVOS

Carbonato de Sodio - Na_2CO_3

Bórax - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

Litargirio - PbO

Nitro - KNO_3

Litargirio - PbO

Nitro - KNO_3

Harina

Acido Nítrico diluido

Fundente: Combinar los siguientes reactivos en las proporciones que se indican hasta obtener una mezcla homogénea:

5,5 kg de Na_2CO_3	(29,73%)
3,5 kg de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	(18,92%)
8,5 kg de PbO	(45,95%)
1,0 kg de Harina	(5,40%)

5.2 MATERIALES Y EQUIPO

Crisol de arcilla refractaria, capacidad 20 a 25 gramos de muestra.

Crisol de Porcelana

Payonera metálica

Pinzas para crisoles de arcilla

Mufla con control de temperatura ($1100^\circ\text{C} \pm 100^\circ\text{C}$)

Copelas - preparación : mezclar una parte de cemento y tres partes de ceniza de hueso (a un tamaño de 100 mallas), y luego humedecer con agua.

Balanza semianalítica con precisión de ± 1 mg

Balanza microanalítica con precisión de ± 1 μg (microgramo)

5.3 PROCEDIMIENTO

- **Preparación de la Mezcla** - Pesar 100 - 110 gramos de fundente y agregarlos al crisol de arcilla; agregar 20 gramos del mineral problema y mezclar perfectamente. Cubrir con la cubierta indicada.

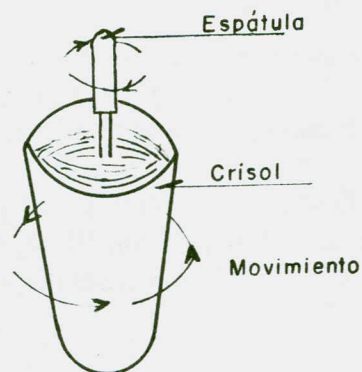


Fig : 3 Mezclado del fundente y de la muestra

5.3.1 Fundición - Colocar los crisoles en la mufla a 900° C - 950°C, procurando que el calentamiento no sea muy rápido. Se da por terminada esta operación cuando la fusión está enteramente tranquila, lo que ocurre al cabo de 30 - 35 minutos. Se saca el crisol de la mufla, darle un movimiento de agitación y golpearlo suavemente para asentar el plomo fundido; vaciar lentamente en una payonera caliente y dejar enfriar.

Separar la escoria del plomo y martillar el botón hasta eliminar la escoria y obtener un cubo de 1,0 - 1,5 cm de lado y un peso de 30 gramos.

5.3.2 Incuartación - Esta operación consiste en agregarle plata químicamente pura a los análisis de oro, porque las aleaciones de oro y plata son insolubles en ácido nítrico, cuando la proporción de oro y plata es inferior a 1:3 (una parte de oro por 3 de plata). La incuartación puede hacerse en esta parte del proceso adhiriendo la plata al botón de plomo, o ser agregada a la copela en el momento de ser colocada en la mufla.

5.3.3 Copelación - El botón de plomo auro-argentífero es puesto en la copela para eliminar así el plomo y las impurezas metálicas que suelen acompañarlo. Para realizar la copelación es necesario calentar las copelas en la mufla a 950°C - 1.000°C durante 20-30 minutos y colocar los plomos en la copela (el plomo funde a 327°C, pero solamente entre 800°C - 850°C aparece la superficie brillante y empieza a volatilizarse; esta temperatura se denomina temperatura mínima de copelación o temperatura crítica). El mayor y más efectivo control de la temperatura es la observación de los cristales de litargirio que se depositan en los bordes de la copela a una temperatura de 850°C.

Cuando se acerca al final de la copelación se forman irisaciones sobre la superficie del botón, que van desapareciendo poco a poco y que se deben a capas tenues de óxido de plomo que recubren el botón de oro y plata. Cuando termine la copelación aumentar la temperatura por encima de 850°C para asegurar la eliminación completa del plomo.

Enfriar lentamente las copelas del horno para que la plata (que es generalmente la más abundante), antes de solidificarse desprenda el botón de oro y plata (doré). Cepillar y laminar para pesarlo en la balanza microanalítica (mg Au+Ag).

5.3.4 Separación del Oro y la Plata- El botón de oro y plata es laminado a fin de ofrecer una mayor superficie para el ataque con HNO₃ diluido (1:5) en el crisol de porcelana, calentando sin llegar a la ebullición, hasta disolver la plata. La reacción que ocurre es:



Cuando haya terminado el desprendimiento de burbujas, se agregan unas gotas de HNO_3 concentrado, para asegurar la completa eliminación de la plata en forma de nitrato de plata. Decantar la solución y lavar el oro con agua destilada caliente - repetir esta operación 4 veces. Secar el botón y calcinar el oro, enfriar y pesar en la balanza microanalítica, mg Au.

5.3.5 Cálculos - Restar el peso del oro al del doré (Au-Ag), ambos en miligramos, para obtener el peso de la plata.

$$\text{Au o Ag g/t} = \frac{A}{B} \times 10^3$$

Donde: A= Peso del oro o de la plata en miligramos

B= Peso de la muestra en gramos

Ejemplo : Recordemos que pesamos 20 gramos de muestra ; supongamos que el botón doré (Au+Ag) pesó 0,62 mgs y que el oro puro pesó en la balanza microanalítica 0,42 mgs.

Si en 20 grs de mineral hay \longrightarrow 0,42 mg de oro
 en 10^6 grs (1 ton) \longrightarrow x

$$x = \frac{0,42 \text{ mgs Au} \times 10^6 \text{ gr}}{20 \text{ grs}}$$

Convirtiendo a gramos los 0,42 miligramos de oro:

$$x = \frac{0,42 \text{ mgs Au} \times 1 \text{ gr} \times 10^6}{1000 \text{ mgrs} \times 20}$$

$x = 21$ gramos de oro por tonelada

Peso de la plata: $0,62 - 0,42 = 0,20$ miligramos

Si en 20 grs de mineral hay \longrightarrow 0,20 mgrs de plata
 en 10^6 grs = 1 ton \longrightarrow Y

$$Y = \frac{0,20 \text{ mgs Ag} \times 10^6 \text{ gr}}{20 \text{ gr}}$$

Convirtiendo a gramos los 0,20 miligramos de plata:

$$Y = \frac{0,20 \text{ mgs Ag} \times 1 \text{ gr} \times 10^6}{1000 \text{ mgrs} \times 20 \text{ gr}}$$

Y = 10 gramos de plata por tonelada

NOTA : Siempre que se pesen 20 gramos de mineral problema para calcular los gramos de oro y de plata por tonelada, basta multiplicar los pesos respectivos de los botones en miligramos por 50.

6 EJERCICIO PARA EL CALCULO DE LA CARGA DE FUNDENTES (FLUJO)

Un conocimiento de la composición aproximada de los constituyentes de una mena es requerido para el cálculo óptimo de la composición del flujo.

Por ejemplo, si la composición de una mena típica es:

SiO ₂	88,0%
Al ₂ O ₃	5,0%
FeS ₂	3,0%
MgO.....	1,0%
K ₂ O.....	0,8%
FeO.....	0,9%
MnO.....	0,6%
TiO ₂	0,5%
CaO.....	0,2%

Calcular la cantidad de litargirio indispensable para fundir 100 gramos de la mena. Igualmente, el carbón necesitado para reducir el litargirio.

1- Cálculo para la oxidación de los sulfuros metálicos (FeS₂)



$$\begin{array}{l} 120 \text{ —————} > 1562,3 \\ 3 \text{ —————} > X \end{array}$$

X = 39,0 gramos de litargiro (PbO) ó 36,26 grs de Pb

- 2- La cantidad de plomo necesitado para coleccionar los metales preciosos de 100 gramos de mena, son 100 gramos los que se acostumbra usar; por lo tanto se necesita una adición de:

100 - 36,26 = 62,74 gramos de plomo, ó, 68,1 gramos de litargiro
 Por consiguiente la masa total de litargiro es:
 39,0 + 68,1 = 107,1 gramos

3- **Cantidad de carbón**



$$\begin{array}{l} 446,4 \text{ —————} > 12 \\ 68,1 \text{ —————} > X \\ X = 1,83 \text{ gramos de carbón} \end{array}$$

De una manera similar se calcula las cantidades de carbonato de sodio, bórax y sílice necesitados para completar la carga de fundentes (flujo). Estas cifras son:

COMPOSICION MENA		FUNDENTES PARA 100 GRS. DE MENA				
COMPUESTO	CONCENTRAC. %	CARBONATO DE SODIO GRAMOS	BORAX GRAMOS	SILICE GRAMOS	LITARGIRO GRAMOS	CARBON GRAMOS
SiO ₂	88.0	202.1	127.9	—	—	—
Al ₂ O ₃	5.0		9.87	5.89		
FeS ₂	3.0	5.33				
MgO	1.0		1.66	0.99		
K ₂ O	0.8					
FeO	0.9		1.68	1.00		
MnO	0.6		0.57	0.34		
TiO ₂	0.5		0.63	0.38		
CaO	0.2					
TOTAL	100	207.4	148.1	11.6	107.1	1.8

7. COMENTARIOS SOBRE EL METODO DE ENSAYE AL FUEGO

Para ensayos rutinarios es mejor partir de 20-25 gramos de muestra con lo cual la masa de flujo se reduce proporcionalmente a la que aparece anteriormente y el botón de plomo resultante debe tener un peso aproximado de 20-25 gramos.

Una carga de fundentes derivada totalmente del cálculo de la composición de la mena y de las reacciones piroquímicas envueltas, en algunos casos no dará los mejores resultados y habrá que modificar el flujo en busca de la máxima eficiencia del ensaye. Estas modificaciones serán empíricas y estarán sustentadas por la experiencia y el juicio del analista ensayador.

La sensibilidad del método de ensaye al fuego es hasta 0,5 ppm (0,5 gr de oro por tonelada), y para tenores menores que resultan de investigaciones y estudios exploratorios se debe combinar la técnica del ensaye al fuego, colección del botón Pb-Au-Ag, con la disolución y lectura en

absorción atómica. Así se pueden analizar minerales hasta 0,2 ppm para oro y 0,05 ppm para plata, empleando una llama de aire - acetileno y longitudes de onda a 328,1 nm para plata y 242,3 nm para oro.

8 ANALISIS DE ORO EN AMALGAMAS

Para determinar el contenido de oro en amalgamas con porcentajes altos de plata y cobre, se pesa en la balanza analítica 0,5 gramos de amalgama; luego se envuelve en una lámina de plomo puro y se echa en un crisol de arcilla, con el siguiente flujo:

Litargirio.....15 gramos
Carbonato de Sodio.....20 gramos
Harina..... 1 gramos
Bórax.....12 gramos

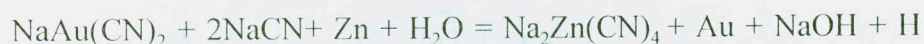
Se sigue el procedimiento indicando para el análisis de oro en minerales.

Cálculo - Las leyes de oro en las amalgamas se expresan en tanto por ciento, mediante la siguiente fórmula:

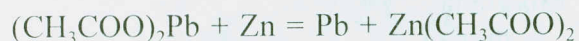
$$\frac{\text{Peso oro} \times 100}{\text{Peso amalgama}} = \text{Porcentaje de oro}$$

9 ANALISIS DE ORO EN SOLUCIONES DE CIANURACION

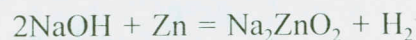
Se usa el método de precipitación o de Chiddy, el cual se basa en la precipitación del oro y la plata de las soluciones de cianuración por la acción del zinc en polvo, en presencia de acetato de plomo. La precipitación se verifica de acuerdo con la reacción:



El acetato de plomo reacciona con el zinc según la reacción:



El oro y la plata de la solución se precipitan debido al par galvánico plomo - zinc; además el plomo reducido sirve de colector del oro y la plata. Si no se agrega acetato de plomo, la precipitación es muy lenta debido a la dificultad de formarse el otro par galvánico hidrógeno - Zinc, de la reacción del zinc con la soda de la solución:



Procedimiento .- Se toman 250 cc de la solución de cianuro, se añaden 35 cc de solución de acetato de plomo saturada (debe tenerse en cuenta la concentración del acetato), 1-2 gramos de zinc en polvo; luego se agita vigorosamente, se calienta hasta que vaya a empezar la ebullición y en este momento se agrega 30 cc de ácido clorhídrico y se hierve hasta que se disuelva el zinc. El plomo reducido se aglomera formando una masa esponjosa que contiene el oro y la plata precipitados de la solución. Esta esponja se presiona contra las paredes del beaker (vaso), con ayuda de una espátula hasta la eliminación del ácido; se lava varias veces con agua débilmente alcalina y se le trata de dar forma de cubo (por presión), para proceder a la copelación.

Si se analiza oro solamente, antes de copelar se incuarta y se calcula su contenido en mgrs/litro:

Peso botón oro mgrs x 100CC

cc de solución tomados x Lt.

10 ANALISIS DE ORO FINO EN BARRAS DE ORO

Aparte de presentarse la barra ya fundida, también puede presentarse el oro en forma libre o en forma de amalgama, una vez eliminado el mercurio por destilación. Como quiera que sea, se procederá a pesar exactamente la cantidad de oro total antes de la fusión.

Para la fundición se usará crisoles de grafito y el siguiente flujo por cada 100 gramos de oro:

Carbonato de Sodio.....30 gramos
Bórax.....20 gramos

Una vez terminada la fusión, se vacía el contenido en una lingotera, previamente calentada para evitar adherencias de oro en el molde. La barra de oro una vez limpia y seca, se lleva a un taladro mecánico, con el fin de perforarla (viruteado) en varios puntos que permitan la obtención de una muestra representativa.

Se pesan 0,250 gramos de la muestra viruteada, los cuales se colocan en una hoja de plomo laminado, más 3 veces su peso de plata pura (0,750 gramos). Luego se procede a la etapa de copelación.

El botón de oro y la plata se ataca con ácido nítrico 1 a 4, posteriormente se hacen 2 ataques con ácido nítrico concentrado. Luego de lavar, secar y calcinar se pesa el oro.

Cálculo- La ley se expresa en milésimas, en tanto por ciento o en quilates .

Por ejemplo, supóngase que se pesó 0,25 grs de viruta de oro y que se ha obtenido un botón final de oro puro de 0,2403 grs.

Luego:

En 25 gr —————>hay 0,2403 gr de oro fino
100 gr —————>X

$$x = 96,12\% \text{ ó } 961,2 \text{ milésimas de oro fino} \\ \text{ó } 23,07 \text{ quilates}$$

En los certificados de estos análisis se anota también el contenido de oro fino del oro total analizado, en base al peso de oro inicial o de la barra fundida.