MEJORAMIENTO DEL CONTROL QUIMICO ANALITICO EN LA EXTRACCION METALURGICA DEL ORO Y DE LA PLATA EN LOS LABORATORIOS DEL GRUPO DE INVESTIGACION EN MINERALES BIOHIDROMETALURGIA Y AMBIENTE DE LA UIS

CARLOS ALBERTO PATIÑO PALLARES

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
2003

MEJORAMIENTO DEL CONTROL QUIMICO ANALITICO EN LA EXTRACCION METALURGICA DEL ORO Y DE LA PLATA EN LOS LABORATORIOS DEL GRUPO DE INVESTIGACION EN MINERALES BIOHIDROMETALURGIA Y AMBIENTE DE LA UIS

CARLOS ALBERTO PATIÑO PALLARES

Trabajo de grado para optar al título de
Químico

Director
Ing. M.Sc. JULIO ELIAS PEDRAZA R.

Codirector
Químico. JAIME CAMARGO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
2003

AGRADECIMIENTOS

- Al profesor Julio Elías Pedraza, por darme la oportunidad de trabajar en el Grupo de investigación en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS, y formar parte del proyecto “Mejoramiento de los procesos de beneficio de metales preciosos en el Sur de Bolívar”, mediante el cual pude desarrollar mi trabajo de grado.

- A mis compañeros de laboratorio, por ser un constante apoyo, aceptarme sin ningún prejuicio y compartir sus conocimientos con total desinterés.

- A todos los profesores del Grupo de Investigación en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS, por contribuir con sus conocimientos en mi desarrollo profesional.

DEDICATORIA

A mis padres Pedro y Elcida, por su apoyo incondicional ya que sin el no hubiese sido posible lograr éste triunfo.

A mis hermanos Francisco Javier, Carlos Julio, Aura Milena y Rafael Augusto por creer siempre en mi.

A Karina y Pipe, dos personas por las cuales seguir luchando.

A la familia Mantilla Mora por su colaboración incondicional y desinteresada durante toda mi permanencia en la universidad.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	1
1. CONTROL QUIMICO ANALITICO EN LA METALURGIA EXTRACTIVA DEL ORO	4
1.1. PROPIEDADES DEL ORO	4
1.1.1. Propiedades físicas	4
1.1.2. Propiedades químicas	5
1.2. PROCESOS HIDROMETALURGICOS PARA LA RECUPERACIÓN DEL ORO	6
1.2.1. El proceso de lixiviación por cianuración	6
1.2.1.1. Cianuración en botella	8
1.2.1.2. Cianuración diagnóstico	8
1.2.1.3. Cianuración en pilas	9
1.2.1.4. Cianuración en tinas	9
1.2.1.5. Cianuración por agitación	9
1.2.2. Procesos de recuperación	10
1.2.2.1. Adsorción con carbón activado	10
1.2.2.2. Cementación con zinc	12
1.3. TIPO DE MUESTRAS A ANALIZAR EN PROCESOS EXTRACTIVOS DEL ORO	12
1.3.1. Muestras de mineral y residuos sólidos	13
1.3.1.1. Determinación del contenido de oro y de plata	13
1.3.1.2. Determinación de oro en minerales por fracciones	

granulométricas 13

Pág.

1.3.1.3. Determinación de sales solubles en minerales 14
1.3.1.4. Determinación de la acidez en minerales 14
1.3.2. Muestras líquidas 14
1.3.2.1. Determinación de cianuro libre en soluciones acuosas 15
1.3.2.2. Determinación de oro y de plata en soluciones cianuradas 15
1.4. MUESTREO Y PREPARACION DEL MINERAL A ANALIZAR 16
1.4.1. Toma de incrementos en el muestreo 18
1.4.1.1. Muestreo aleatorio 18
1.4.1.2. Muestreo sistemático 18
1.4.1.3. Muestreo estratificado 18
1.4.2. Técnica de muestreo 19
1.5. DETERMINACION DE ORO Y DE PLATA 22
1.5.1. Método gravimétrico: El ensayo al fuego 22
1.5.2. Determinación volumétrica 23
1.5.3. Métodos espectrofotométricos 23
1.5.3.1. Fluorescencia de rayos X 23
1.5.3.2. Activación de neutrones 23
1.5.3.3. Absorción atómica 23
1.5.4. Método combinado: Ensayo al fuego y Absorción Atómica 24
1.6. ANÁLISIS CUANTITATIVO POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA 26
1.6.1. Calibración 26
1.6.2. Método de adición estándar 26
2. ENTRENAMIENTO EN EL MANEJO DE EQUIPOS Y CALIBRACIÓN 28
2.1. EQUIPOS UTILIZADOS 28

Pág.

2.1.1. Equipos de absorción atómica 28
2.1.2. Mufla 29
2.1.3. Titulador automático 29
2.1.4. Micropipetas 30
2.2. CALIBRACIÓN DE LOS EQUIPOS DE ABSORCIÓN ATÓMICA 30
2.2.1. Calibración del equipo de absorción atómica Buck Scientific 31
2.2.1.1. Curva de calibración 31
2.2.1.2. Señal mínima detectable (Sm) 32
2.2.1.3. Concentración mínima (Cm) 33
2.2.1.4. Límite de cuantificación (LOQ) 33
2.2.2. Calibración del equipo de absorción atómica Perkin Elmer 34
2.2.3. Análisis comparativo de los equipos de absorción atómica 34
2.3. CALIBRACION DE LA MUFLA 35
2.4. CALIBRACIÓN DEL TITULADOR 36
2.5. CALIBRACIÓN DE LAS MICROPIPETAS 36
3. MEJORAMIENTO DE LOS METODOS PARA LA DETERMINACIÓN DE Au Y Ag POR VIA SECA Y PARA LA TITULACION DE CIANURO 40
3.1. MEJORAMIENTO DE LA DETERMINACIÓN DE Au Y Ag POR VIA SECA 40
3.1.1. Ensayo al fuego (TECNICA 1) 42
3.1.2. Ensayo al fuego – absorción atómica (TECNICA2) 44
3.1.3. Resultados obtenidos en la determinación de Au y Ag 44
3.1.4. Comparación de las técnicas analíticas de ensayo al fuego 48
3.1.4.1. Porcentaje de exactitud de las series de ensayos 48
3.1.4.2. Variación del porcentaje de error con las series de ensayos 49

Pág.

3.1.4.3. Variación de la exactitud en la medición del tenor de oro en las series de ensayos 51
3.1.4.4. Variación de la precisión en la medición del tenor de oro en las series de ensayos 52
3.1.4.5. Aplicación de la prueba de la F (7) 55
3.1.4.6. Comparación de los porcentajes de error de las dos técnicas 56
3.2. MEJORAMIENTO DEL METODO DE TITULACIÓN DE CIANURO 58
4. CONTROL QUÍMICO ANALÍTICO EN LOS PROCESOS DE RECUPERACION HIDROMETALURGICA DEL ORO 60
4.1. CONTROL QUÍMICO DE MINERALES 62
4.1.1. Muestras individuales 62
4.1.2. Mezclas 64
4.1.2.1. Conformación de los diferentes compost 66
4.1.2.2. Realización de análisis químicos en compost 66
4.2. CONTROL QUIMICO DEL PROCESO DE LIXIVIACION 78
4.2.1. Consumo de cianuro durante el proceso de disolución de oro y de plata 80
4.2.2. Control químico de la disolución de Au y de Ag en las pruebas de cianuración 82
4.2.2.1. Soluciones cianuradas preparadas con solventes orgánicos (MIBK) 83
4.2.2.2. Análisis de muestras cianuradas por A.A. empleando patrones cianurados 102

Pág.

4.3. ANALISIS DE MUESTRAS DEL PROCESO DE ADSORCION CON CARBON ACTIVADO 126

4.3.1. Determinación de la concentración de Au y Ag empleando igual concentración de carbón tipo I y diferentes muestras 127

4.3.2. Determinación de la concentración de Au, Ag y Cu empleando una misma solución y diferente peso de carbón activado tipo I 135

4.3.2.1. Ensayo 1 135

4.3.3.2. Ensayo 2 141

4.3.2.3. Ensayo 3 149

4.3.3. Determinación de Au y Ag empleando igual concentración de carbón tipo II y diferentes muestras 151

4.3.3.1. Ensayo 1 152

4.3.4. Determinación del porcentaje de adsorción de oro y de plata con carbón activado tipo II 156

4.3.5. Determinación de la concentración de Au y Ag empleando una misma solución y diferente peso de carbón activado tipo II 158

4.4. ANALISIS DE MUESTRAS PROVENIENTES DEL PROCESO DE CEMENTACION CON ZINC 161

4.4.1. Variación de la relación de zinc a tiempo constante 162

4.4.2. Relación de Au / Zn constante con variación del tiempo 163

5. CONCLUSIONES 166

6. RECOMENDACIONES 168

BIBLIOGRAFIA 169

ANEXOS

LISTA DE TABLAS

Pág.

Tabla 1. Clasificación de las menas auríferas según el grado de lixiviabilidad 8
Tabla 2. Lecturas reportadas para la absorbancia de oro en el equipo de Absorción atómica Buck Scientific 30
Tabla 3. Valores promedios de absorbancia y concentración equipo de absorción atómica Buck Scientific 31
Tabla 4. Resultados de la calibración del equipo Buck Scientific para diferentes elementos 33
Tabla 5. Resultados de la calibración del equipo Perkin Elmer para diferentes elementos 34
Tabla 6. Peso medido para diferentes muestras de 500 ml de agua 36
Tabla 7. Resultados de la calibración de las micropipetas 38
Tabla 8. Detalles de las muestras utilizadas e el mejoramiento de la técnica de análisis 43
Tabla 9. Resultados primera serie de ensayos 45
Tabla 10. Resultados segunda serie de ensayos 45
Tabla 11. Resultados de la tercera serie de ensayos 45
Tabla 12. Resultados de la cuarta serie de ensayos 46
Tabla 13. Parámetros estadísticos primera serie de ensayos 46
Tabla 14. Parámetros estadísticos segunda serie de ensayos 47
Tabla 15. Parámetros estadísticos segunda serie de ensayos 47
Tabla 16. Parámetros estadísticos tercera serie de ensayos 47

Pág.

Tabla 17. Parámetros estadísticos cuarta serie de ensayos 47
Tabla 18. Porcentajes de error de tenores de oro 49
Tabla 19. Porcentajes de exactitud de tenores de oro 51
Tabla 20. Rango y coeficiente de variación de las series de ensayos 52
Tabla 21. Parámetros prueba de la F 56
Tabla 22. Porcentajes de error de los dos métodos utilizados 56
Tabla 23. Resultados de la determinación de cianuro libre 59
Tabla 24. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Nueva 62
Tabla 25. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Vieja 63
Tabla 26. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Quemada 63
Tabla 27. Tipos tecnológicos de mena Mina Nueva 65
Tabla 28. Tipos tecnológicos de mena Mina Vieja 65
Tabla 29. Tipos tecnológicos de mena Mina Quemada 65
Tabla 30. Peso de cada muestra para la conformación de los compost 66
Tabla 31. Tenores de oro y de plata de los tipos tecnológicos de mena 67
Tabla 32. Determinación cualitativa de sales solubles 69
Tabla 33. Valores de absorbancia patrones de hierro 70
Tabla 34. Concentración sales de hierro en los compost 71
Tabla 35. Valores de absorbancia patrones de cobre 71
Tabla 36. Concentración sales de cobre en los compost 72
Tabla 37. Valores de absorbancia patrones de zinc 73
Tabla 38. Concentración sales de zinc en los compost 74
Tabla 39. Acidez de los diferentes compost 74
Tabla 40. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost I 76
Tabla 41. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost II 76
Tabla 42. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost III 76

Pág.

Tabla 43. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost IV 77
Tabla 44. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost V 77
Tabla 45. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost VI 77
Tabla 46. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 100 Ty 80
Tabla 47. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 200 Ty 80
Tabla 48. Valores absorbancia de los patrones de oro 83
Tabla 49. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 85
Tabla 50. Valores de absorbancia de los patrones de oro 86
Tabla 51. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 87
Tabla 52. Valores de absorbancia de los patrones de oro 88
Tabla 53. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 91
Tabla 54. Valores de absorbancia de los patrones de oro (Duplicado) 91
Tabla 55. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado) 92
Tabla 56. Valores de absorbancia de los patrones de oro 93
Tabla 57. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 94
Tabla 58. Valores de absorbancia de los patrones de oro 96
Tabla 59. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 98
Tabla 60. Valores de absorbancia de los patrones de oro 99
Tabla 61. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK 100

Pág.

Tabla 62. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK (Duplicado) 101
Tabla 63. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=242,8nm 104
Tabla 64. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=267,6nm 105
Tabla 65. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=242,8nm 106
Tabla 66. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=267,6nm 107
Tabla 67. Valores de absorbancia patrones de oro Buck Scientific λ=242,8nm 109
Tabla 68. Valores de absorbancia patrones de oro Buck Scientific λ=267,6nm 110
Tabla 69. Absorbancia promedio patrones de oro 111
Tabla 70. Absorbancia de los blancos 113

Tabla 71. Límite de detección y cuantificación equipo Buck Scientific 113
Tabla 72. Valores de absorbancia patrones de oro 114
Tabla 73. Valores de absorbancia y concentración muestras 115
Tabla 74. Valores de absorbancia patrones de oro 116
Tabla 75. Valores de absorbancia y concentración muestras 116
Tabla 76. Valores de absorbancia patrones de oro 118
Tabla 77. Valores de absorbancia y concentración de oro 119
Tabla 78. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado) 119
Tabla 79.Valores de absorbancia y concentración de Au 200 mallas Ty 120

Pág.
Tabla 80. Valores de absorbancia y concentración de oro 122
Tabla 81. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado) 122
Tabla 82. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 100 Ty 123
Tabla 83. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 200 Ty 124
Tabla 84. Valores de absorbancia patrones de oro 128
Tabla 85. Valores de absorbancia y concentración de oro 129
Tabla 86. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado) 130
Tabla 87. Valores de absorbancia patrones de plata 130
Tabla 88. Valores de absorbancia y concentración de plata 131
Tabla 89. Valores de absorbancia y concentración de plata (Duplicado) 132
Tabla 90. Porcentaje de adsorción de oro y de plata sobre igual peso de carbón activado 133
Tabla 91. Valores de absorbancia patrones de oro 135
Tabla 92. Valores de absorbancia y concentración de oro 136
Tabla 93. Valores de absorbancia patrones de plata 137
Tabla 94. Valores de absorbancia y concentración de plata 138
Tabla 95. Valores de absorbancia patrones de cobre 139
Tabla 96. Valores de absorbancia y concentración de cobre 140
Tabla 97. Valores de absorbancia patrones de oro 141
Tabla 98. Valores de absorbancia y concentración de oro 142
Tabla 99. Valores de absorbancia patrones de plata 143
Tabla 100. Valores de absorbancia y concentración de plata 144
Tabla 101. Valores de absorbancia patrones de cobre 145
Tabla 102. Valores de absorbancia y concentración de cobre 146
Tabla 103. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón/ volumen solución 147

Pág.

Tabla 104. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón / volumen solución 150
Tabla 105. Valores de absorbancia patrones de oro 152
Tabla 106. Concentración inicial de oro de las soluciones cianuradas 153
Tabla 107. Valores de absorbancia y concentración de oro 153
Tabla 108. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado) 154
Tabla 109. Valores de absorbancia patrones de plata 154
Tabla 110. Valores de absorbancia y concentración de plata 155
Tabla 111. Valores de absorbancia y concentración de plata (Duplicado) 155
Tabla 112. Porcentaje de adsorción de oro y de plata sobre igual peso de carbón activado 156
Tabla 113. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón/ volumen solución 159
Tabla 114. Precipitación de oro proceso Merrill Crowe a un tiempo de 5 minutos y variación de la relación Au / Zn 162
Tabla 115. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe relación de Au/Zn 1/10 y variación del tiempo 164

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1. Esquema para la preparación de muestras minerales de oro y de plata 21

Figura 2. Curva de calibración para la determinación de oro en el equipo Buck Scientific 31

Figura 3. Porcentaje de error de las micropipetas 38

Figura 4. Esquema general de las técnicas de ensayo al fuego y absorción atómica para determinación de oro y plata en muestras minerales 41

Figura 5. Metodología seguida en la preparación de una muestra mineral para ensayo al fuego 44

Figura 6. Porcentaje de exactitud de las series de ensayos 48

Figura 7. Variación de los porcentajes de error con las series de ensayos 49

Figura 8. Variación del porcentaje de exactitud de los tenores de oro con las series de ensayos 51

Figura 9. Coeficiente de variación de la serie de ensayos 53

Figura 10. Variación del porcentaje de error con la técnica empleada 57

Figura 11. Diagrama de flujo del proceso hidrometalúrgico de extracción aurífera, resaltando los análisis químicos involucrados 61

Figura 12. Metodología general de los análisis químicos 67

Figura 13. Tenor de oro y de plata de los diferentes tipos tecnológicos de mena 68

Figura 14. Curva patrón para la determinación de hierro 70

Pág.

Figura 15. Curva patrón para la determinación de cobre 72
Figura 16. Curva patrón determinación de zinc 73
Figura 17. Acidez diferentes tipos tecnológicos de mena 75
Figura 18. Metodología general de las pruebas de cianuración 78
Figura 19. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 100 Ty 81
Figura 20. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 200 Ty 81
Figura 21. Curvas patrones para la determinación de oro 84
Figura 22. Curva patrón para la determinación de oro 86
Figura 23. Curva patrón determinación de oro 89
Figura 24. Curva patrón para la determinación de oro 92
Figura 25. Curvas patrones para la determinación de oro 94
Figura 26. Curvas patrones para la determinación de oro 96
Figura 27. Curva patrón para la determinación de oro 99
Figura 28. Adición estándar equipo Buck Scientific λ=242,8nm 104
Figura 29. Adición estándar equipo Buck Scientific λ= 267,6nm 105
Figura 30. Adición estándar equipo Perkin Elmer λ=242,8nm 107
Figura 31. Adición estándar equipo Perkin Elmer λ=267,6nm 108
Figura 32. Linealidad del método equipo Buck Scientific λ=242,8nm 109
Figura 33. Linealidad del método equipo Buck Scientific λ=267,6nm 110
Figura 34. Curva patrón para la determinación de oro 112
Figura 35. Curva patrón para la determinación de oro 115
Figura 36. Curva patrón para la determinación de oro 116
Figura 37. Curva patrón para la determinación de oro 118
Figura 38. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 100 Ty 124
Figura 39. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 200 Ty 125
Figura 40. Curva patrón para la determinación de oro 128
Figura 41. Curva patrón para la determinación de plata 130

Pág.

Figura 42. Porcentaje de adsorción de oro sobre igual peso de carbón activado Tipo I 133
Figura 43. Porcentaje de adsorción de plata sobre igual peso de carbón activado Tipo I 134
Figura 44. Curva patrón para la determinación de oro 136
Figura 45. Curva patrón para la determinación de plata 138
Figura 46. Curva patrón para la determinación de cobre 140
Figura 47. Curva patrón para la determinación de oro 142
Figura 48. Curva patrón para la determinación de plata 144
Figura 49. Curva patrón para la determinación de cobre 146
Figura 50. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I 148
Figura 51. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I 149
Figura 52. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I 150
Figura 53. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I 151
Figura 54. Curva patrón para la determinación de oro 153
Figura 55. Curva patrón para la determinación de plata 155
Figura 56. Porcentaje de adsorción de oro sobre igual peso de carbón activado Tipo II 157
Figura 57. Porcentaje de absorción de plata sobre igual peso de carbón activado Tipo II 158
Figura 58. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo II 159

Pág.

Figura 59. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo II 160
Figura 60. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe a un tiempo de 5 minutos 163
Figura 61. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe con relación Au/Zn de 1/10 y variación del tiempo 164

RESUMEN

TITULO: MEJORAMIENTO DEL CONTROL QUIMICO ANALITICO EN LA EXTRACCION METALURGICA DEL ORO Y DE LA PLATA EN LOS LABORATORIOS DEL GRUPO DE INVESTIGACION EN MINERALES BIOHIDROMETALURGIA Y AMBIENTE DE LA UIS. *

AUTOR: PATIÑO Pallares, Carlos Alberto. **
Palabras claves: Ensayo al fuego, Lixiviación, Sales solubles, Fracciones granulométricas.

Mejorar los procesos de análisis químico involucrados en la metalurgia extractiva del oro. En la actualidad los estudios metalúrgicos desarrollados en los laboratorios del Grupo de Investigaciones en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS (CIMBA), tienen que ver en muchos casos con el desarrollo minero y especialmente el mejoramiento de la explotación aurífera, se hace indispensable para éste centro de investigación la optimización y estandarización de sus métodos analíticos, para con ello, lograr una mayor eficiencia experimental y como resultado obtener datos más exactos y confiables.

El objetivo de ésta investigación fue mejorar cada uno de los métodos analíticos involucrados en el control del proceso metalúrgico de extracción de oro y de plata, como son su determinación por vía seca, la determinación de oro y de plata en soluciones cianuradas, la determinación de sales solubles y la acidez en los minerales auroargentíferos; empleando como base metodologías ya existentes y las normas ASTM. Como resultado se obtuvo el mejoramiento de cada una de las técnicas analíticas mencionadas, siendo adaptadas a las condiciones de los laboratorios del grupo de investigación.

Las técnicas de análisis químico empleadas en el CIMBA para la caracterización fisicoquímica de los minerales auroargentíferos, así como los análisis fisicoquímicos aplicados en los procesos metalúrgicos de extracción de oro y de plata, fueron revisados sistemáticamente y mejorados con el fin de brindar mejor soporte y apoyo técnico al sector minero regional y nacional.

* Trabajo de investigación.
** Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Director, Julio E. Pedraza R.

ABSTRACT

TITLE: CHEMO- ANALYTICAL CONTROL IMPROVEMENT FOR GOLD AND SILVER METALLURGIC EXTRACTION WITHIN THE LABORATORIES ATTACHED TO THE BIOHYDROMETALLURGY MINERAL AND ENVIROMENTAL INVESTIGATION GROUP OF THE UIS. *

AUTHOR: PATIÑO Pallares, Carlos Alberto. **
Key words: FIRE assay, Lixiviation, Soluble salts, Granulometric fractions.

Chemical analysis improvement for processes related to gold extraction metallurgy. At present, metallurgic studies developed by the Biohydrometallurgy Mineral and Enviromental Investigation Group of the UIS (CIMBA) are related to mining development; particularly, auriferous exploitation.This study points out the necessity of opyimizing and standardizing the group`s analytical methods so as to acquire a better experimental efficiency; and thus, to obtain more reliable data.

The purpose of this investigation was the improvement of all the analytical methods involved in metallurgic control process for gold and silver; specifically, dry-way determination, gold and silver determination within cyanuric solutions, determination of soluble salts, and auriferous/argentite minerals acidity. This was attained by using existing methodologies and ASTM standards. As a result, all the above mentioned methodologies were improved, and the investigation group laboratories adopted them as standard procedures.

The chemical analysis techniques utilized by the CIMBA group for physicochemical caracterization of auriferous/argentite minerals, as well as physicochemical analysis applied to gold and silver metallurgic extraction, were systematically revised and improved, in order to provide and updraded technical support to the nation´s mining sector.

* Investigation work.

** Sciences Faculty. Chemistry Dpt. Director, Julio E. Pedraza R.

INTRODUCCIÓN

Nuestro país cuenta con una inmensa cantidad de recursos naturales, muchos de los cuales son el sustento de parte de la población gracias a su explotación. La minería es uno de estos recursos y aunque de ella se adquieren ganancias y beneficios por parte de la población minera, no se pueden ocultar los problemas que de ella se generan, principalmente, por la inadecuada forma de explotación que acarrea problemas sociales y ambientales principalmente a causa de la falta de infraestructura, capacitación y apoyo a los mineros.

Debido a estos problemas que aquejan a la población minera de Santa Rosa del Sur, en el departamento de Bolívar, y gracias a la preocupación del Estado por este sector, se suscribió un convenio entre MINERCOL y la Universidad Industrial de Santander, bajo la responsabilidad del Grupo de Investigaciónes en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente, para desarrollar un proyecto interdisciplinario con el fin de implementar un sistema que permita mejorar el proceso de beneficio de los minerales auroargentíferos del Sur de Bolívar, hasta ahora de tipo artesanal.

Con los recursos de este convenio se pudo realizar un estudio de caracterización completo y detallado del mineral aurífero de Mina Nueva, Mina Vieja y Mina Quemada pertenecientes al asentamiento minero de San Pedro Frío del municipio de Santa Rosa del Sur, ubicado en la serranía de San Lucas. Tomando como base los resultados de caracterización tanto mineralógica como fisicoquímica y los de los procesos de recuperación hidrometalurgica del oro a nivel de laboratorio se diseñó y propuso una planta minero metalúrgica para los minerales de esta zona.

En lo referente a este trabajo de grado, en la modalidad de practica empresarial, se realizó un estudio detallado de los análisis químicos que se utilizan o aplican a los minerales que son sometidos a los procesos metalúrgicos de extracción aurífera; tratando de mejorar dichos procesos y además que se adapten a las condiciones del laboratorio del Grupo de Investigaciónes en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS. Los objetivos de este trabajo fueron los que a continuación se especifican.

- Objetivo general.

Analizar y mejorar cada uno de los métodos químicos analíticos involucrados en el control del proceso metalúrgico de extracción de oro y de plata realizado en los laboratorios del Grupo de Investigación en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS.

- Objetivos específicos.

  - Mejorar el método de determinación de oro y de plata por vía seca en minerales de acuerdo a sus propiedades, incorporando la espectrofotometría de absorción atómica.

  - Mejorar el método de determinación de oro y de plata en soluciones cianuradas involucradas en los procesos extractivos de metales preciosos mediante el empleo de la espectrofotometría de absorción atómica.

  - Mejorar el método para la determinación de sales solubles y la medición de la acidez en los minerales auroargentíferos.

En los capítulos siguientes de éste informe se presentan los resultados de cada una de las etapas metodológicas que se siguieron para el desarrollo de este trabajo de grado:

- Capacitación y revisión bibliográfica de la metalurgia extractiva del oro.
- Entrenamiento en el manejo de equipos y análisis químicos.
- Mejoramiento del método de determinación de oro y de plata en muestras sólidas.
- Realización de análisis químicos en muestras minerales.
- Realización de ensayos metalúrgicos.
- Control químico de muestras sólidas y líquidas provenientes de los procesos de extracción y recuperación de oro.

1. CONTROL QUÍMICO ANALÍTICO EN LA METALURGIA EXTRACTIVA DEL ORO

En este capítulo se presenta un resumen extractado de la bibliografía consultada y de la práctica seguida por el Grupo de Investigación en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS, en el estudio a nivel de laboratorio de la recuperación hidrometalurgica del oro a partir de sus minerales junto con el control químico analítico utilizado en este tipo de casos.

1.1. PROPIEDADES DEL ORO.

1.1.1. Propiedades físicas.

El oro es un metal suave de color amarillo, con la más alta ductilidad y maleabilidad que cualquier metal. El oro cristaliza en el sistema cúbico, sin embargo es muy raro encontrar cristales de oro (usualmente se encuentra como láminas o granos). El oro tiene alta conductividad eléctrica y térmica. El único isótopo natural del oro es el Au^{197}; sin embargo, se han producido artificialmente 19 isótopos que van desde Au^{185} al Au^{203}. Dichos isótopos son radiactivos, con tiempos de vida media que varían desde pocos segundos, a 199 días[3].

El oro puro y muchas aleaciones de oro no son magnéticas. Una aleación de oro y manganeso es algo magnética, y, aleaciones de oro con hierro, níquel o cobalto son ferromagnéticas [3].

El oro forma aleaciones con muchos metales. El mercurio moja las partículas de oro, formando amalgamas y es usado en las operaciones de extracción de oro para separar selectivamente el oro de las menas terrosas. El oro tiene una baja solubilidad en el mercurio (0.16%). El mercurio forma una solución sólida con el oro hasta un 16% Hg. Contenidos mayores de mercurio forman compuestos intermetálicos como Au_3Hg y Au_2Hg. El plomo fundido es un solvente muy bueno para el oro, y es usado como tal en el ensayo al fuego y en algunas operaciones secundarias de fusión [3].

1.1.2. Propiedades químicas.

El oro es el más inerte o noble de los elementos. Muestra gran estabilidad y resistencia a la corrosión. Ácidos de minerales simples a excepción del ácido selénico, no disuelven al oro. El ácido clorhídrico en presencia de oxidantes (tales como el ácido nítrico, oxígeno, iones cúpricos o férricos, y, dióxido de manganeso) disuelve al oro. La combinación de los ácidos clorhídrico y nítrico, agua regia, ataca vigorosamente al oro [3].

$$Au + 4\ HCl + HNO_3 \longrightarrow H(AuCl_4) + 2\ H_2O + NO$$

El oro se disuelve, como se muestra en la reacción anterior, en soluciones acuosas que contengan un agente oxidante y un ligante para el oro [3].

$$2\ Au + 2\ HCl + 6\ FeCl_3 \longrightarrow 2\ H(AuCl_4) + 6\ FeCl_2$$

Otro ejemplo del efecto ligante-oxidante, es la reacción principal de la extracción del oro a partir de sus menas en la disolución con cianuro y oxígeno como oxidante (la reacción de Elsner)[3].

$$4\ Au + 8\ KCN + O_2 + 2\ H_2O \longrightarrow 4\ K(Au(CN)_2) + 4\ KOH$$

El oro es el único metal que no es atacado a ninguna temperatura, ni por el oxígeno ni por el azufre. Sin embargo, a elevadas temperaturas reacciona con el teluro [3].

$$Au + 2\ Te \longrightarrow AuTe_2$$

El oro reacciona con todos los halógenos; a temperatura ambiente reacciona exotérmicamente con el bromo [3].

$$2\ Au + 3\ Br_2 \longrightarrow Au_2Br_6$$

1.2. PROCESOS HIDROMETALURGICOS PARA LA RECUPERACIÓN DEL ORO.

1.2.1. El proceso de lixiviación por cianuración.

La habilidad del cianuro para disolver minerales de oro ha sido conocida desde principios del siglo XIX, pero no fue comercialmente explotado hasta finales de 1890. Aún actualmente, la cianuración en varias formas continúa siendo el método dominante para la lixiviación del oro [6].

La cianuración consiste en términos generales en el tratamiento por percolación, o por agitación de las arenas, concentrados o residuos de amalgamación portadores de valores con una solución de cianuro. Esta sustancia tiene la propiedad de disolver el oro y la plata contenidos en el mineral, sea en forma libre, asociado o incluido en los sulfuros o en los silicatos, recuperándose los metales nobles de la solución por acción de precipitantes como zinc en polvo y viruta, carbón activado, aluminio o electrodeposición. Luego estos metales se purifican por medio de secado, fusión y afinación [6].

El proceso está gobernado por la reacción:

$$2\,Au + 4\,CN^- + O_2 + 2\,H_2O \longrightarrow 2\,Au(CN)^-_2 + 2\,OH^- + H_2O_2$$

o sea, cuando superficies frescas de oro se exponen a la acción de cianuro en una solución acuosa que contenga oxígeno libre, se forma un complejo aniónico y un hidróxido alcalino. Esto es posible debido a que las soluciones de cianuro alcalino atacan de preferencia los metales valiosos y no se combinan, al menos en cantidad muy apreciable, con los elementos secundarios, no valiosos. Esta propiedad de las soluciones de cianuro se llama “acción selectiva” [6].

A nivel industrial, hoy día se utilizan varios métodos de lixiviación, entre los cuales se puede citar la cianuración en pilas, la cianuración por percolación en bateas o tanques y la cianuración por agitación.

En los laboratorios y específicamente en los del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS, se utiliza con mucha

frecuencia la cianuración en botella, la cianuración diagnóstico y la cianuración por agitación.

1.2.1.1. Cianuración en botella. La cianuración en botella es una prueba de laboratorio que hace parte de la caracterización metalúrgica y permite establecer el grado de lixiviabilidad de las menas. La lixiviabilidad de una mena aurífera se establece de acuerdo con los porcentajes de oro y plata que pueden ser disueltos por el cianuro En la Tabla 1 se presenta la clasificación de una mena según el grado de lixiviabilidad [13].

Oro disuelto	Grado de lixiviabilidad
<65%	Dificilmente lixiviable
65 - 85%	Medianamente lixiviable
>85%	Altamente lixiviable

Tabla 1. Clasificación de las menas auríferas según el grado de lixiviabilidad.

La prueba consiste en poner en contacto 500g de mineral (-200 mallas Ty) con una solución de cianuro (2g/kg de mineral), a una densidad de pulpa de 33% en sólidos, en una botella que gira sobre su eje longitudinal durante 96 horas. Periódicamente se hace control y reposición del cianuro consumido.

1.2.1.2. Cianuración diagnóstico. La lixiviación diagnóstico es una prueba de laboratorio que permite conocer el tipo de asociación presente entre los metales preciosos y los minerales que componen la mena aurífera. Se realiza mediante cianuraciones y ataques ácidos intercalados para disolver selectivamente los minerales en los cuales se encuentra incluido el oro y la plata. La prueba reporta si el oro y la plata se encuentran libres o asociados, incluidos en óxidos, en sulfuros y/o en silicatos [13].

1.2.1.3. Cianuración en pilas. Consiste en lixiviar las menas que han sido minadas, trituradas y transportadas a plataformas impermeables para lixiviación por regado o inmersión y percolación de una solución a través de la mena apilada.

1.2.1.4. Cianuración en tinas. Consiste en sumergir la mena finamente triturada en solución de cianuro, en grandes tinas capaces de recibir miles de tonelada de mena. El grado de trituración y aglomeración deben ser justificados por una mejora en la recuperación del oro. El objetivo de la lixiviación de menas de oro en tinas, es reducir el tiempo de lixiviación e incrementar la extracción y contenido de oro en la solución preñada.

1.2.1.5. Cianuración por agitación. La cianuración por agitación es uno de los métodos de disolución de oro más utilizados debido a la elevada velocidad de reacción, las altas recuperaciones y a que funciona para una gran variedad de minerales, en contraposición tiene costos más altos de operación que la lixiviación en tinas.

El proceso de agitación funciona muy bien para minerales con tamaños inferiores a 150 mallas Ty. Si se manejan tamaños mayores, es difícil mantener el mineral en suspensión y el desgaste de las paletas de agitación por efecto de la abrasión es mayor.

Es común agregar cianuro directamente a la molienda, lográndose en esta etapa tasas de extracción del 30 al 85 % y reducción del tiempo de procesamiento.

1.2.2. Procesos de recuperación.

El oro de las soluciones procedentes de la lixiviación por cianuración puede ser recuperado por uno o alguna combinación de los procesos que se describen a continuación.

1.2.2.1. Adsorción con carbón activado. Los procesos de adsorción hacen uso de la capacidad especial de ciertos sólidos para que sustancias específicas de una solución se concentren en la superficie de los sólidos. Los sólidos adsorbentes por lo general se utilizan en forma granular y en gran variedad de tamaños, deben poseer ciertas propiedades relativas, según su aplicación posterior [19].

El carbón activado es un material altamente poroso con una superficie interna muy grande por unidad de masa. La adsorción de los complejos cianurados de oro en los poros de las partículas de carbón, implica la difusión en los poros y atracción de los sitios activos. La principal ventaja de este sistema es que el licor lixiviado no tiene que ser tratado previamente a la recuperación. Aún el sistema de carbón en columna, comúnmente usado en las plantas de lixiviación en pilas, la solución preñada a través de un lecho de carbón percola sin ningún pretratamiento.

Cuando las pulpas procedentes del proceso de lixiviación presentan dificultades de separación sólido-líquido se aplica el proceso “CIP (Carbon In Pulp)”; el cual consiste en la recuperación del oro disuelto en la pulpa por contacto con carbón activado granular, utilizando el sistema de agitación, durante el cual el carbón se va cargando de valores metálicos, mientras que la pulpa se va empobreciendo. Una variante del proceso CIP es el proceso

“CIL (Carbon In Leaching)”, en este sistema, el carbón es introducido al circuito en los tanques de cianuración, realizando la cianuración y la adsorción en forma simultanea; la pulpa y el carbón fluyen en contracorriente, en una manera similar al proceso CIP[19].

Las variables principales que afectan tanto la cinética como el equilibrio de este proceso son:

- Concentración de oro y pH. La capacidad de carga del carbón aumenta con la concentración de oro en solución y disminuye con el pH.
- Concentración de NaCN y temperatura. La concentración de NaCN libre y la temperatura tienen un efecto negativo en la capacidad de adsorción del carbón.
- Presencia de otros elementos. Una solución típica de cianuración contiene otros elementos además del oro. Estos por lo general, interfieren negativamente en el proceso de adsorción del oro.

Para obtener el oro del carbón en una solución más concentrada se emplea la técnica de elusión, la cual está basada en la transferencia de masa del oro, desde la superficie del carbón hasta una fase acuosa, transformándose en un compuesto soluble de oro, debido a un gradiente de concentración, favorable a altas temperaturas [19].

El oro cargado en el carbón es desorbido y luego obtenido por electrólisis de la solución resultante. No obstante, en algunas operaciones pequeñas de lixiviación en pilas donde el capital es limitado para invertir en instalaciones, el oro puede recuperarse mediante calcinación del carbón y fusión del residuo [19].

1.2.2.2. Cementación con Zinc. Este es otro proceso de precipitación de los valores presentes en la solución del procesamiento por agitación de minerales auroargentíferos, en donde la precipitación se efectúa con zinc en polvo (proceso Merrill Crowe).

En el proceso de recuperación convencional Merrill Crowe, la solución rica es separada de los sólidos en la pulpa por espesamiento y/o filtración, seguida por clarificación en un filtro de arena diatomácea. Luego se le extrae el oxígeno de la solución mediante una torre de vacío. Finalmente se le agrega polvo de zinc para precipitar el oro [6].

El precipitado de oro se separa de la solución estéril mediante filtros-prensa o filtros de placas, luego éste se seca y se funde [6].

Una perfecta clarificación de la solución cianurada es el factor simple más importante para obtener una eficiente precipitación del oro; además de la remoción del oxígeno disuelto o desoxigenación, debido a que pequeñas trazas de oxígeno tienen un efecto negativo en la precipitación del oro; la adición de zinc en polvo, que está dada de acuerdo a la cantidad de oro disuelto en la solución y por último, la recuperación del precipitado zinc-oro, la cual se hace generalmente por filtración al vacío, son otros factores que se deben tener en cuenta durante el proceso [19].

1.3. TIPO DE MUESTRAS A ANALIZAR EN PROCESOS EXTRACTIVOS DEL ORO.

En el proceso metalúrgico extractivo de metales preciosos, se encuentran fundamentalmente dos tipos de muestras a analizar; las muestras sólidas

tanto de mineral como de colas de la cianuración, y las muestras líquidas de las soluciones cianuradas y de los efluentes de los procesos.

1.3.1. Muestras de mineral y residuos sólidos.

En este tipo de muestras se encuentran las muestras puntuales provenientes de las diferentes minas, además, de las muestras y mezclas preparadas en el laboratorio “compost”, las cuales se conforman de acuerdo a las propiedades que presenta el mineral, agrupando en un determinado compost varias muestras individuales con características similares.

1.3.1.1. Determinación del contenido de oro y de plata. El análisis principal requerido por las muestras de mineral es el ensayo al fuego, mediante el cual, se determina el contenido de oro y de plata de la muestra. De igual manera este análisis es realizado a las colas o residuos sólidos, desechos sólidos originados en el proceso de cianuración, los cuales son analizados para determinar el contenido de oro remanente, el cual no pudo ser disuelto por la solución cianurada.

1.3.1.2. Determinación de oro en minerales por fracciones granulométricas. Este ensayo se realiza con el fin de conocer cómo se distribuye el oro en las diferentes fracciones granulométricas a un determinado grado de molienda; además para determinar las mallas de corte para posibles tratamientos de clasificación y concentración por eliminación de gruesos y/o finos. El mineral a estudiar se muele a la granulometría deseada, se separa en fracciones granulométricas y se determina el tenor de oro y de plata en cada fracción.

1.3.1.3. Determinación de sales solubles en minerales. Los minerales auroargentíferos generalmente poseen dentro de su composición elementos perjudiciales para los procesos de cianuración, como por ejemplo sales de hierro, cobre y zinc. Si estas sales son solubles se pueden eliminar fácilmente mediante un lavado con agua antes de someter el mineral al proceso de lixiviación [11].

1.3.1.4. Determinación de la acidez en minerales. La velocidad de disolución del oro en soluciones cianuradas así como su estabilidad y consumo de cianuro, dependen del contenido de hidróxido de calcio, alcalinidad protectora, y del pH de la solución. Por ello la importancia del control del pH de la solución cianurada en las distintas etapas del proceso. Un pH elevado durante la cianuración asegura que el proceso se efectué de manera eficiente [11].

1.3.2. Muestras líquidas.

Las muestras líquidas a analizar en el proceso extractivo de metales preciosos proceden de las diferentes pruebas de cianuración que son realizadas, así como las procedentes de los procesos de adsorción y desorción con carbón activado y del proceso Merrill Crowe, procesos posteriores a la cianuración. La característica que poseen las muestras líquidas a analizar, es que todas se encuentran en una matriz cianurada y su análisis se realiza mediante la espectrofotometría de absorción atómica, con el fin de determinar la concentración de los metales de interés que se encuentran disueltos en la solución, oro y plata para este caso en particular. Un parámetro a tener en cuenta en este tipo de soluciones y que se debe controlar de manera constante es la concentración de cianuro libre.

1.3.2.1. Determinación de cianuro libre en soluciones acuosas. El término cianuro libre representa la concentración en la solución de cianógenos simples de metales alcalinos y alcalinotérreos, excluyendo los cianógenos dobles.

Puede expresarse en términos de NaCN ó KCN, se determina por titulación con una solución valorada de nitrato de plata.

$$2NaCN + AgNO_3 \longrightarrow AgNa(CN)_2 + NaNO_3$$

Cuando la solución cianurada no contenga zinc como complejo $Na_2Zn(CN)_4$ o contenga cobre como complejo $Na_2Cu(CN)_4$, la titulación debe efectuarse utilizando KI como indicador (solución de KI al 5% libre de álcalis), hasta la aparición de una opalescencia amarilla [11].

1.3.2.2. Determinación de oro y de plata en soluciones cianuradas. El oro y la plata en soluciones cianuradas pueden determinarse por absorción atómica aspirando directamente la solución. Las ventajas de este método son su bajo costo y un mínimo tiempo en su ejecución. Las desventajas se deben a su baja sensibilidad, especialmente para el oro (límite de detección 0.03µg/ml) y las interferencias que se manifiestan por la presencia de iones como: sodio, hierro, cobre, níquel y calcio; éste último tiende a la formación de carbonato de calcio insoluble.

La muestra debe filtrarse o centrifugarse para eliminar el material insoluble presente y la formación de carbonato de calcio puede prevenirse agregando a la solución EDTA en una concentración de 0.1%. La determinación de oro en soluciones cianuradas puede efectuarse por oxidación del complejo

$AuCN_2^-$ a $AuCl_4^-$ y extracción en solución de HCl aproximadamente 3M con MIBK.

La elección del solvente orgánico se debe a su elevado coeficiente de distribución, baja solubilidad en agua, fácil combustión y un gran incremento de la sensibilidad.

Entre los oxidantes posibles, ácido nítrico, agua de bromo, permanganato de potasio, etc., éste último es el más satisfactorio. Pueden determinarse concentraciones de 0.005 µg/ml de oro con sólo 100 ml de muestra[12].

1.4. MUESTREO Y PREPARACION DEL MINERAL A ANALIZAR.

Cuando se efectúa un muestreo de menas es importante tener en cuenta lo siguiente:

- Variedad de constituyentes minerales y su distribución irregular.
- Variedad de tamaños de grano de los minerales.
- Diferentes formas de partículas.
- Diferencias de textura y dureza de los minerales constituyentes.

Al muestrear se pretende tener una muestra representativa (una porción pequeña de un lote original, la cual contiene todos los componentes en la misma proporción tal como ellos existen en éste) para analizarla física o químicamente. La muestra tomada se somete a una serie de etapas de preparación que involucran operaciones de reducción de tamaño, homogeneización y cuarteo, hasta obtener la muestra final con la cantidad y granulometría adecuada para realizar las pruebas y/o análisis químicos [12].

La obtención y preparación de muestras representativas de minerales de oro y plata, implica el cumplimiento de requisitos tanto en los procedimientos como en los equipos utilizados en estos procesos. El incumplimiento de estos requisitos da origen a errores en términos de precisión y desvío (error sistemático), los cuales pueden ser significativos según el tipo de material muestreado y los métodos empleados. Estos desvíos son aún más significativos si el mineral contiene oro grueso, caso en el cual es necesario optimizar la etapa final de preparación de muestras e incluir, por ejemplo, el procesamiento de mayor cantidad de muestras, separación en fracciones, análisis en replicado y combinación de métodos analíticos con procesamientos de las muestras, ya sea por métodos de concentración gravimétricos o métodos hidrometalúrgicos [12].

La medición de leyes de cualquier material presenta dos tipos de errores: la precisión, que representa la dispersión de los datos respecto al valor promedio y el desvío que representa la diferencia entre el valor real de la ley del lote y el valor que se mide por el sistema de estudio.

Pequeñas cantidades de material pueden costar grandes sumas de dinero; por lo tanto los problemas de precisión y exactitud llegan a ser de gran importancia. Este es el caso de una primera evaluación minera, en la posterior operación de una planta concentradora o en la instalación de una fundición o refinería. En el caso del oro el muestreo es tan crítico que una mala operación puede llevar a que 1 ppm arriba haga explotar un yacimiento pobre y 1 ppm abajo hará despreciar un extraordinario yacimiento. Los errores de agrupamiento, segregación, etc., se van acumulando. Resultan al final abrumadores. Además el oro que contiene la muestra y el oro que está en la mena que lo rodea pueden tener diferentes valores. También el oro

presente en una pequeña sub-muestra que irá al análisis y el oro contenido en la muestra completa, pueden ser muy diferentes. Por otra parte las charpas o pepas de oro no se pueden moler por su maleabilidad y baja dureza y se untan o incrustan fácilmente, cubriendo los equipos de muestreo y preparación de muestras. Todos estos problemas se amplían a medida que la ley de oro disminuye, el depósito tiende a ser más marginal y la distribución de oro es muy errada.

1.4.1. Toma de incrementos en el muestreo.

La manera de tomar los incrementos en el muestro depende del tipo de material, del tipo de transporte y del objetivo del muestreo, diferenciándose de la siguiente manera.

1.4.1.1. Muestreo aleatorio. Se utiliza cuando se tiene poca información sobre el material a ser muestreado. Los incrementos son seleccionados de manera fortuita y todas las partes del material tienen la misma posibilidad de ser seleccionados.

1.4.1.2. Muestreo sistemático. Los incrementos se toman a intervalos regulares definidos con anticipación.

1.4.1.3. Muestro estratificado. Es una extensión del muestreo sistemático, dividiendo el material en grupos. Estos muestreos son tomados proporcionalmente a sus pesos. Ejemplo de este tipo de muestreos es el que se realiza en vagonetas.

La dimensión del incremento de muestreo está definido por el tipo de herramienta a utilizar en el muestreo y por la granulometría del material. Al realizar un muestreo se deben definir:

- Características del material.
- Propiedades a ser analizadas.
- Grado de certeza requerido.
- Tamaño de la muestra requerida para las pruebas.

1.4.2. Técnica de muestreo.

Consta de dos fases.

Fase I. Estimación preliminar, con los siguientes aspectos:

- Definición de las propiedades de interés.
- Identificación de los patrones de segregación.
- Establecimiento del control para evitar la segregación de las muestras durante el muestreo.
- Estimación de los parámetros fundamentales que entran en las expresiones para el cálculo del tamaño de la muestra.

Fase II. Operación definitiva.

- Determinación del tamaño de la muestra.
- Definición del número de incrementos.
- Modo operativo para la toma de incrementos.
- Modo operativo para el mezclado y homogeneización de los incrementos.

- Número de etapas de reducción de tamaño para la preparación de la muestra.

En la Figura 1 se presenta el esquema para la preparación de muestras minerales auroargentíferas.

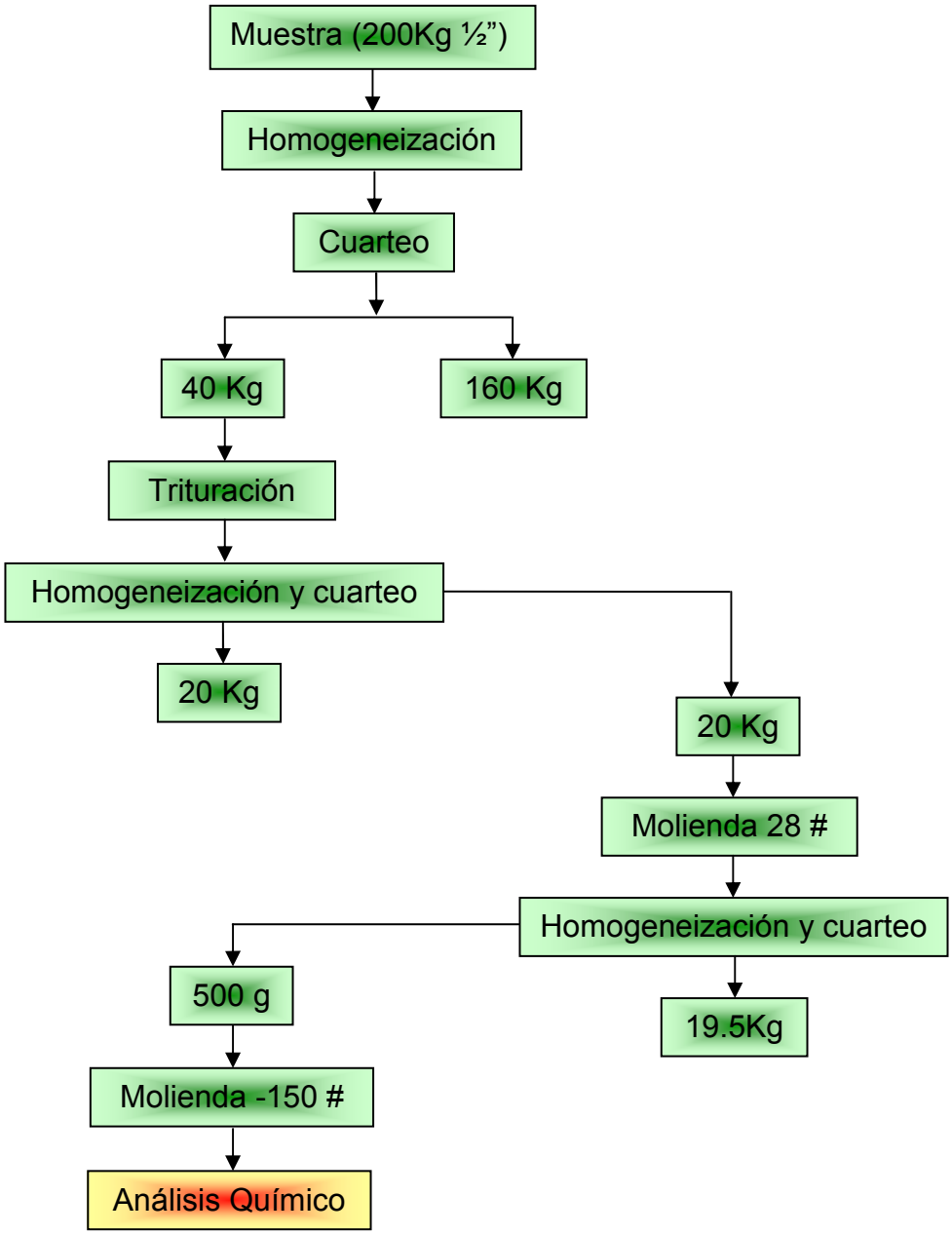

Figura 1. Esquema para la preparación de muestras minerales de oro y de plata

1.5. DETERMINACIÓN DE ORO Y DE PLATA.

1.5.1. Método gravimétrico: El ensayo al fuego.

Entre las diversas técnicas analíticas para la determinación de oro y de plata se encuentra la docimacia (vía seca).

El ensayo al fuego es el método tradicional empleado para la determinación de oro en menas, concentrados, metales, lamas de refinerías y otros materiales sólidos[3].

Es uno de los métodos más antiguos en la determinación de los metales nobles. Posee mayor exactitud, especialmente en medias y altas concentraciones y a mayor cantidad de muestra analizada disminuye el error por la posible heterogeneidad de la misma[2].

Este método por vía seca consiste en utilizar la elevada solubilidad de los metales nobles en una fase metálica de plomo líquido separándolos del resto de la muestra (ganga) que forma otra fase más o menos líquida de menor densidad (escoria)[2].

Esto se logra fundiendo la muestra con determinados reactivos, llamados fundentes, a temperaturas próximas a los 1100 ^{o}C. Los reactivos más comunes son: carbonato de sodio, litargirio, sílice y bórax. En menor grado: fluoruro de calcio, cloruro de sodio, harina o carbón como reductor y nitrato de potasio como oxidante[2].

1.5.2. Determinación volumétrica.

La determinación volumétrica del oro en solución está basada en la reducción del oro (III) a oro metálico mediante titulación de los reactivos de reducción. La reducción del oro (III) a Au (I) por exceso de yoduro y titulación del yodo liberado es otro método de determinación [3].

1.5.3. Métodos espectrofotométricos.

Estos métodos se usan especialmente con muestras que son insuficientes para determinaciones gravimétricas o volumétricas. El método simplemente consiste en convertir el oro a $(AuCl^4)^-$ o $(AuBr^4)^-$ y medir la absorbancia debido a estos iones. Las impurezas pueden interferir y se recomienda que el complejo aúrico sea extractado en un solvente orgánico antes de medir la absorbancia [3].

1.5.3.1. Fluorescencia de rayos X. Se ha usado en la determinación de oro. Sin embargo, no llegó a ser rutina para la determinación analítica [3].

1.5.3.2. Activación de neutrones. Este es el método más sensitivo para la determinación de oro. Es la técnica preferida para usar en concentraciones muy bajas de oro, como en el agua de mar [3].

1.5.3.3. Absorción atómica. La absorción atómica es una técnica valiosa para la determinación de pequeñas cantidades de oro. El fenómeno que estudia la espectrofotometría de absorción atómica (EAA) puede dividirse en dos procesos principales: 1. La producción de átomos libres de la muestra y 2. La absorción de la radiación de una fuente externa por estos átomos [5].

En la flama la absorción, de radiación por átomos libres (aquellos átomos del analito desprovistos de su ambiente químico pero no ionizados) involucra una transición de estos átomos desde el altamente poblado estado basal hasta un estado electrónico excitado. Aunque es posible que ocurran otras transiciones electrónicas, los espectros de absorción atómica de un elemento están constituidos por una serie de líneas de resonancia, todas con origen en el estado basal y con destino en diferentes estados excitados. Generalmente la transición entre el estado basal y el primer estado excitado, conocido como primera línea de resonancia, es la línea de mayor absortividad. La absortividad de un elemento disminuye conforme aumenta la diferencia de energías entre el estado basal y el excitado. La primera línea de resonancia del analito es la que se utiliza para el análisis, si ésta requiere alta sensibilidad y si todos los demás factores se mantienen constantes [5].

La absorción atómica es uno de los métodos de mayor difusión en la determinación de metales en muestras de menas, y en especial para el oro y la plata. Ello se debe a su relativo bajo costo, versatilidad, simplicidad de operación y especificidad. En el caso de soluciones acuosas pueden aspirarse directamente en llama, sin tratamiento previo o con alguna dilución. En el caso de sólidos se requiere una disolución con tratamiento ácido. Para bajas concentraciones o eliminación de interferencias por matriz se utiliza la extracción con solventes orgánicos.

1.5.4. Método combinado: Ensayo al fuego y Absorción Atómica.

Actualmente en los laboratorios del Grupo de Investigación en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente de la Universidad Industrial de Santander se pretende emplear el método por vía seca (ensayo al fuego), combinado con

la espectrofotometría de absorción atómica para determinar el contenido de oro y plata en muestras que presentan altos y bajos tenores. Una vez obtenido el doré[1], este es laminado y pesado, se somete a un ataque con ácido nítrico diluido (3:1) sobre una plancha con calentamiento suave, luego se ataca con ácido nítrico (1:1); todo esto para lograr la total transformación de la plata presente a nitrato de plata; se lava, seca y se pesa la laminilla, se le agrega otro poco de ácido (1:1) , nuevamente se lava, seca y se lleva a la balanza para determinar si hubo variación en el peso, si no lo hubo, la laminilla obtenida estará conformada solamente por oro; la cual es atacada con agua regia y sometida a calentamiento hasta su total disolución. Todo este procedimiento se lleva a cabo en un crisol de porcelana. Finalmente la solución obtenida se afora a un volumen de 50 o 100ml dependiendo del tamaño final de la laminilla; de esta forma la muestra esta lista para ser analizada en el espectrofotómetro de absorción atómica. A los doré con pesos relativamente grandes, superiores a 0.0008, se les determina el tenor de oro y plata por diferencia de peso, o sea, que estas muestras sólo son atacadas con ácido nítrico diluido. La dificultad que esta etapa presenta, es el largo tiempo empleado en los lavados con las diferentes soluciones de ácido nítrico. Éste se puede minimizar sometiendo directamente todas las laminillas al ataque con agua regia.

[1] Doré: Perla producto de la copelación compuesta por oro y plata.

1.6. ANÁLISIS CUANTITATIVO POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

La espectroscopia de absorción atómica proporciona un medio sensible de determinación de más de 60 elementos. El método se adapta bien a las mediciones de rutina por operadores poco entrenados[10].

1.6.1. Calibración.

Los métodos cuantitativos de absorción atómica están basados en curvas de absorbancia en función de la concentración. Éstas, en principio, son lineales. Sin embargo, se presentan desviaciones de la linealidad y los análisis nunca deben basarse en la medición de un solo patrón con la presunción de que sigue la ley de Beer. Además, la producción de un vapor atómico comprende suficientes variables incontrolables para garantizar la medición de la absorbancia de al menos una solución estándar en cada análisis. Cualquier desviación del estándar del valor de su calibración original se debe aplicar como una corrección a los resultados analíticos[10].

1.6.2. Método de adición estándar.

El método de adición estándar es utilizado ampliamente en la espectroscopia de absorción atómica. En este procedimiento, dos o más alícuotas de la muestra se transfieren a matraces volumétricos. Una se diluye directamente a un volumen y en el otro matraz se introduce una cantidad conocida de analito antes de la dilución al mismo volumen. La absorbancia de cada uno se mide (se recomiendan varias adiciones de estándar si no se está familiarizado con el método). Si hay una relación lineal entre la

absorbancia y la concentración (y esto se debe verificar experimentalmente) se aplican las siguientes relaciones:

$$A_x = \frac{K\, V_x\, c_x}{V_T} \qquad \text{Ec. (1)}$$

$$A_T = \frac{K\, V_x\, c_x}{V_T} + \frac{K\, V_s\, c_s}{V_T} \qquad \text{Ec. (2)}$$

en donde V_x y c_x son el volumen y la concentración de la solución del analito; V_s y c_s, son el volumen y la concentración del estándar, y V_T es el volumen total; Ax y A_T son las absorbancias de la muestra sola y de la muestra más estándar, respectivamente. [10]

Si se han hecho varias adiciones de estándar se puede trazar una gráfica de A_T contra c_s en la ecuación (2). La línea recta que resulta se puede extrapolar a A_T=0. Sustituyendo esta relación en la ecuación (2) y al reacomodarla se obtiene:

$$c_x = \frac{-c_s(V_s)_0}{V_x} \qquad \text{Ec. (3)}$$

en donde $(V_s)_0$ es el volumen extrapolado del estándar. El uso del método de adición de estándar tiende a compensar las variaciones causadas por las interferencias físicas y químicas en la solución del analito [10].

2. ENTRENAMIENTO EN EL MANEJO DE EQUIPOS Y CALIBRACIÓN

Esta etapa tuvo como fin conocer y adquirir confianza en el manejo de los equipos empleados y además realizar las pruebas necesarias para lograr su calibración.

Se debe tener presente que al iniciar cualquier tipo de investigación el analista debe conocer todos los instrumentos analíticos de que dispone, adquirir confianza en su manejo y por medio de su calibración tener más seguridad al momento de reportar los resultados.

2.1. EQUIPOS UTILIZADOS

En el desarrollo de este trabajo se emplearon los equipos y materiales con que cuenta el laboratorio del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente de la UIS. Las características de los equipos empleados se reportan a continuación.

2.1.1. Equipos de absorción atómica.

En lo referente a este trabajo de grado se emplearon los equipos de absorción atómica con que cuenta el laboratorio. Principalmente se determinó el contenido de metales preciosos, oro y plata, tanto a muestras de mineral como a muestras líquidas obtenidas a partir del tratamiento hidrometalurgico aplicado a dichas muestras minerales.

Las características de los equipos de absorción atómica con que cuenta el laboratorio son:

- **Equipo de absorción atómica Perkin Elmer**. Modelo 23-80, empleado en la determinación de Au, Ag y Cu en este trabajo de grado. Como combustible para estos análisis se empleó la mezcla aire / acetileno.

- **Equipo de absorción atómica Buck Scientific.** Modelo 210 VGP, empleado en la determinación de Au, Ag y Cu. El combustible utilizado para el análisis de los anteriores elementos fue la mezcla aire / acetileno.

Comparando las equipos de absorción atómica se puede decir, que el equipo de absorción atómica Buck Scientific reporta los resultados con mayor exactitud pero la inestabilidad que presenta en el análisis de los elementos de interés para el trabajo de grado lo hace menos preciso; en cambio el equipo de absorción atómica Perkin Elmer aunque es menos exacto, es muy estable y los datos reportados se hacen mas precisos y por lo tanto más confiables.

2.1.2. Mufla.

Marca Terrígeno, con indicador de temperatura digital. Temperatura máxima 1300 ^{o}C. Indispensable en el ensayo al fuego durante: 1. El proceso de tostación, en la cual se eliminan los sulfuros en las muestras sometiéndolas a temperaturas entre 500 a 600 ^{o}C, 2. En la fusión subsiguiente, en la cual se eleva la temperatura a 1100 ^{o}C, donde hay fusión total de la muestra, 3. En el proceso de copelación, donde la temperatura alcanza los 800 ^{o}C, obteniéndose el “dore” (perla de oro y de plata).

2.1.3. Titulador automático. Marca Titrinometrohom, con agitador magnético y electrodo de plata / sulfuro de plata, y adición de volumen en

microlitros. Este equipo se empleó en la titulación de las muestras cianuradas obtenidas en el proceso de lixiviación.

2.1.4. Micropipetas. Marca Brand, para la medición de volúmenes en microlitros y puntas de polietileno removibles. Estas se emplearon a lo largo de la investigación para la preparación de los diferentes patrones utilizados en la determinación de las concentraciones de los diferentes elementos analizados.

2.2. CALIBRACIÓN DE LOS EQUIPOS DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

A continuación se presenta el procedimiento para la calibración de los equipos de absorción atómica. En la Tabla 2 se reportan los datos de absorbancia para el blanco y los diferentes patrones, empleando el equipo de absorción atómica Buck Scientific.

CONCENT.	BLANCO	1 ppm	2,5 ppm	5 ppm	7,5 ppm	10 ppm
LECTURA ABSORBANCIA	0.0001	0.0232	0.061	0.1263	0.1869	0.2347
	0	0.0227	0.061	0.1268	0.1874	0.2337
	-0.0004	0.0233	0.061	0.1321	0.1871	0.2352
	-0.0007	0.0224	0.0614	0.13	0.1869	0.2362
	0.0001	0.0224	0.0645	0.1309	0.1835	0.238
	0.0004	0.0226	0.0642	0.1298	0.182	0.2389
	-0.0003	0.024	0.0643	0.1309	0.1833	0.2414
	-0.0002	0.024	0.0639	0.1292	0.1822	0.2446
	-0.0002	0.0244	0.0642	0.1298	0.1815	0.2437
	-0.0008	0.024	0.0649	0.1297	0.1806	0.2457
PROMEDIO	**-0.0002**	**0.0233**	**0.0630**	**0.1296**	**0.1841**	**0.2392**
DESV. EST.	**0.000371**	**0.000757**	**0.001693**	**0.001787**	**0.002658**	**0.004391**

Tabla 2. Lecturas reportadas para la absorbancia de oro en el equipo de Absorción atómica Buck Scientific

2.2.1. Calibración del equipo de absorción atómica Buck Scientific.

Se determinaron varios parámetros en la calibración de los equipos de absorción atómica como se muestra a continuación.

2.2.1.1. Curva de calibración. Para su realización, se toman de la Tabla 2 los valores promedios de absorbancia en el eje X y en el Y la concentración del patrón, con los cuales se elaboraron la Tabla 3 y la Figura 2.

CONC.(ppm)	ABSORB.
1	0,0233
2,5	0,063
5	0,1296
7,5	0,1841
10	0,2392

Tabla 3. Valores promedios de absorbancia y concentración equipo de absorción atómica Buck Scientific

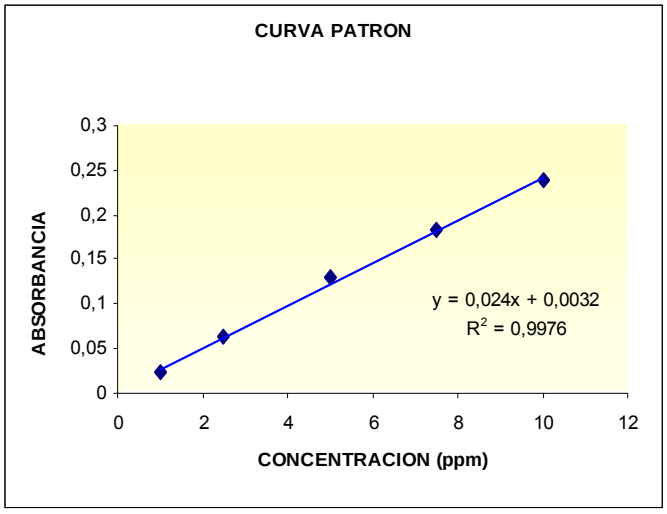

Figura 2. Curva de calibración para la determinación de oro en el equipo Buck Scientific

La ecuación obtenida de la curva de calibración mostrada en la Figura 2 es la siguiente:

$$\mathbf{Y = m\,X + Xb_1}$$

$$\mathbf{Y = 0.024\,X + 0.0032}$$

Donde:

Y = Absorbancia a una concentración X
X = Concentración
m = pendiente = 0.024
Xb1= corte con el eje y = 0.0032

Para estos datos se obtuvo una desviación estándar del blanco en absorbancia (Sb) = 0.000371 (Tabla 3), un coeficiente de correlación de datos (R^2), igual a 0,9976 (Figura 2), el cual indica una buena linealidad de la curva.

Con los datos anteriores, se calcularon los siguientes parámetros de comparación entre los dos equipos:

2.2.1.2. Señal mínima detectable (Sm): Indica la absorbancia mínima que puede detectar el equipo para cada elemento.

$$Sm = Xb1 + 3*Sb$$

Sm = 0.0032+ 3*0.000371 = **0,004313**

2.2.1.3. Concentración mínima (Cm): Es la concentración mínima que se puede analizar en el equipo, teniendo en cuenta la absorbancia del blanco.

$$Cm = (Sm-Xb1) / m$$

Cm = (0.004313 - 0.0032) / 0.024 = **0,046375**

2.2.1.4. Límite de cuantificación (LOQ): Es el valor de absorbancia mínima a partir de la cual la concentración se comporta linealmente.

$$LOQ = 10* Sb$$

LOQ = 10*0.000371 = **0.00371**

La calibración del equipo Buck Scientific para la determinación de las concentraciones de los otros elementos metálicos se realizó siguiendo el mismo procedimiento. Los resultados fueron los que se presentan en las Tablas 4.

PRUEBA	ELEMENTO	ECUACION	R^2	Sm	Cm	LOQ
1	Au	Y=0,024X + 0,0032	0,9976	0,004313	0,04638	0,00371
2	Ag	Y=0,1462X + 0,0057	0,9994	0,00068	0,00482	0,00235
3	Al	Y=0,0035X + 0,0105	0,9976	0,00043	0,27064	0,00316
4	Mn	Y=0,1063X + 0,0022	0,9885	0,00125	0,00854	0,02846
5	Pb	Y=0,031X + 0,0376	0,9980	0,00224	0,04137	0,00427
6	Cu	Y=0,0869X + 0,0149	0,9997	0,00012	0,00664	0,00192

Tabla 4. Resultados de la calibración del equipo Buck Scientific para diferentes elementos

2.2.2. Calibración del equipo de absorción atómica Perkin Elmer.

Se siguió el mismo proceso empleado para la calibración del equipo de absorción atómica Buck Scientific. Los resultados obtenidos se aprecian en la Tabla 5.

PRUEBA	ELEMENTO	ECUACION	R^2	Sm	Cm	LOQ
1	Au	Y=0,035X + 0,001	0.9896	0.01227	0.3496	0.0407
2	Ag	Y=0,0691X + 0,0034	1.0000	0.00099	0.0000	0.0099
3	Al	Y=0,0032X + 0,0039	0.9997	0.0036	0.69231	0.0090
4	Cu	Y=0,0485X + 0,0053	0.9998	0.00321	0.05595	0.00905

Tabla 5. Resultados de la calibración del equipo Perkin Elmer para diferentes elementos

En la calibración de los equipos para el análisis del aluminio se utilizó llama acetileno / óxido nitroso, y para los otros elementos acetileno / aire.

El equipo Perkin Elmer no se calibró para los elementos manganeso y plomo, ya que en el laboratorio no se dispone de las lámparas respectivas.

2.2.3. Análisis comparativo de los equipos de absorción atómica.

Tomando en cuenta los datos reportados en las tablas 4 y 5, se puede deducir:

Todos los elementos presentaron un comportamiento lineal con las concentraciones manejadas, independientemente del equipo usado.

Para la calibración de oro, se observa que el coeficiente de correlación en el equipo Buck Scientific está más cerca al valor de 1 que en el Perkin Elmer, lo

que indica un comportamiento más lineal y por consiguiente una mayor exactitud en las lecturas. Por el contrario en la calibración de los otros elementos, se obtuvo mejores resultados con el equipo Perkin Elmer.

Para todos los elementos se encontró que el límite de cuantificación reportado es menor utilizando el equipo Buck Scientific, esto se debe a que el equipo reporta datos con una cifra decimal más que el Perkin Elmer, lo cual indica que para la determinación de concentraciones en soluciones muy diluidas es recomendable usar el equipo con menor límite de cuantificación. Se observó el mismo comportamiento para los parámetros Sm y Cm.

Aunque en la determinación de concentraciones de oro se requiere mayor exactitud, debido a las pequeñas cantidades de este elemento en el mineral, se recomienda utilizar el equipo marca Perkin Elmer, ya que éste equipo presenta mayor estabilidad en el momento de reportar las lecturas y aunque la exactitud de este equipo es menor la diferencia entre ambos equipos no es significativa. En la lectura de concentraciones de otros elementos, es indiferente el equipo que se emplee, pues ambos equipos proporcionan una exactitud apropiada para cada uno de ellos.

2.3. CALIBRACIÓN DE LA MUFLA.

La calibración de la mufla se realizó empleando una termocupla, cuya punta se introdujo al interior de la mufla. La temperatura reportada por la termocupla se comparó con la reportada por la mufla y se determinó que las temperaturas coincidían.

2.4. CALIBRACIÓN DEL TITULADOR.

El titulador automático tiene un método de calibración para cada solución que se vaya a valorar. En el caso de la titulación de soluciones cianuradas se prepara una solución de $AgNO_3$ 0.1 Molar, la cual se estandariza empleando una solución de NaCl 0.1 Molar. Para la calibración se digita el peso de NaCl y el volumen de la alícuota de agua empleada en el equipo y éste arroja los resultados de la calibración en % de error y lo corrige automáticamente.

2.5. CALIBRACIÓN DE LAS MICROPIPETAS[25].

En el laboratorio se usaron tres micropipetas, una de 100-1000 μL, una de 200- 1000 μL y otra de 25-250 μL.

La Tabla 6, presenta los pesos en miligramos de 500 mililitros de agua.

PESO EN mg DE 500 ml DE AGUA (MICROPIPETA 200-1000μL)									
497.5	498.9	498.1	493.7	495.5	498.3	498.7	497.7	498.3	495

Tabla 6. Peso medido para diferentes muestras de 500 ml de agua

A continuación se muestran los cálculos realizados para la calibración de las micropipetas, tomando como base los resultados reportados en la Tabla 6.

- **Valor medio**

$\bar{X}$ = 497.17 mg.

- **Factor de corrección.**

ρ = 0.996233 mg/µL a 28 ºC

Z = 1/0.996233 = 1.003781 µL/mg

- **Volumen medio.**

$\bar{V}$ = $\bar{X}$ ± Z

$\bar{V}$ = 497.17*1.003781 = 499.05µL

- **% Error.**

%E = (abs.(499.05 - 500)/500)*100 = 0.1900 %

- **Desviación estándar.**

S = 1.7919 µL

- **Coeficiente de variación.**

CV%=(100 * S) / $\bar{V}$

CV% = (100*1.7919)/499.05 = 0.3577

Se hizo el mismo procedimiento con otros volúmenes para todas las micropipetas. Los resultados obtenidos se reportan en la Tabla 7 y en la Figura 3 que se presentan a continuación.

MICROPIPETA	PESO MEDIO(mg)	VOLUMEN MEDIO (µL)	VOLUMEN NOMINAL(µL)	% ERROR	DESVIACION ESTANDAR(µL)	COEFICIENTE VARIACION
200-1000 µL	152.03	152.6048	150	1.7366	0.9237	0.6030
	751.36	754.2011	750	0.5601	0.0106	0.0014
	1002.975	1006.7672	1000	0.6767	4.1612	0.4133
50-500 µL	175.45	176.1134	180	2.1592	6.1834	3.4978
	202.27	203.035	200	1.5174	0.9994	0.4904
	497.17	499.050	500	0.1900	1.7919	0.3577
100-1000 µL	200.45	201.2080	200	0.6040	0.9080	0.4513
	500.84	502.7338	500	0.5468	0.7691	0.1530
	800.84	803.8682	800	0.4835	1.5114	1.1880
	1005.3371	1005.3371	1000	0.5337	1.1851	0.1179

Tabla 7. Resultados de la calibración de las micropipetas

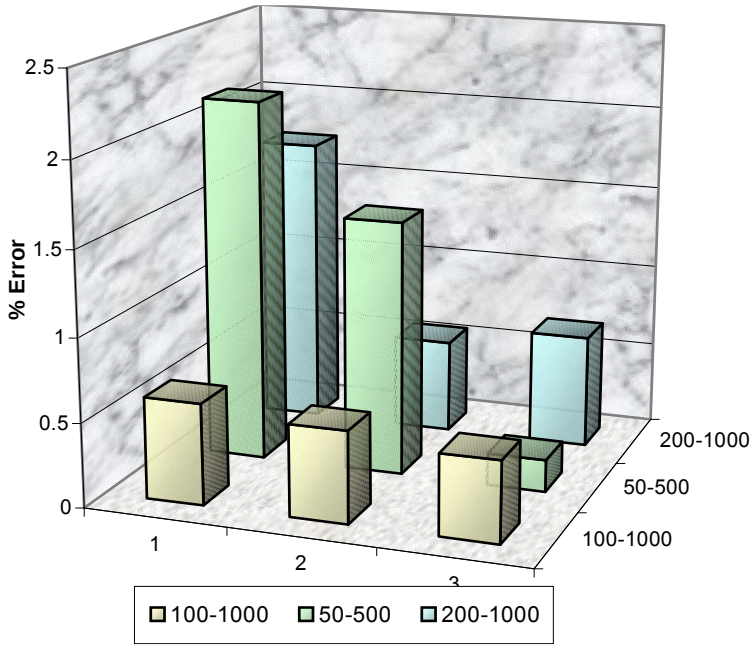

Figura 3. Porcentaje de error de las micropipetas

Según los datos reportados en la Figura 3, se observa que la micropipeta con mayor porcentaje de error fue la de 50-500µL. Esto hace pensar que a menores volúmenes, se ve incrementado el porcentaje de error.

La micropipeta que presentó el menor porcentaje de error en todos los rangos de volúmenes fue la de 100-1000μL. Esto se debe al poco uso que se le ha dado a la micropipeta, y además, a la reducción en el porcentaje de error debido a que su volumen es mayor.

3. MEJORAMIENTO DE LOS METODOS PARA LA DETERMINACIÓN DE Au Y Ag POR VIA SECA Y PARA LA TITULACION DE CIANURO

En esta etapa varias muestras minerales fueron sometidas a todos los procesos necesarios para lograr una muestra representativa y de las características granulométricas necesarias para poder determinar mediante el ensayo al fuego su tenor de oro y plata. Esto se logró una vez el método fue replanteado y adecuado a las características que presentó el mineral.

La titulación de cianuro se realizó con el fin de determinar la cantidad de cianuro consumida durante el proceso de cianuración, ya que éste se consume a medida que transcurre el tiempo de lixiviación.

3.1. MEJORAMIENTO DE LA DETERMINACIÓN DE Au Y Ag POR VIA SECA.

En la Figura 4 se muestra un diagrama general de las técnicas de determinación de oro y plata mediante el ensayo al fuego, En éste se aprecian la técnica tradicional (TECNICA 1) y la técnica que combina el ensayo al fuego y la absorción atómica(TECNICA 2).

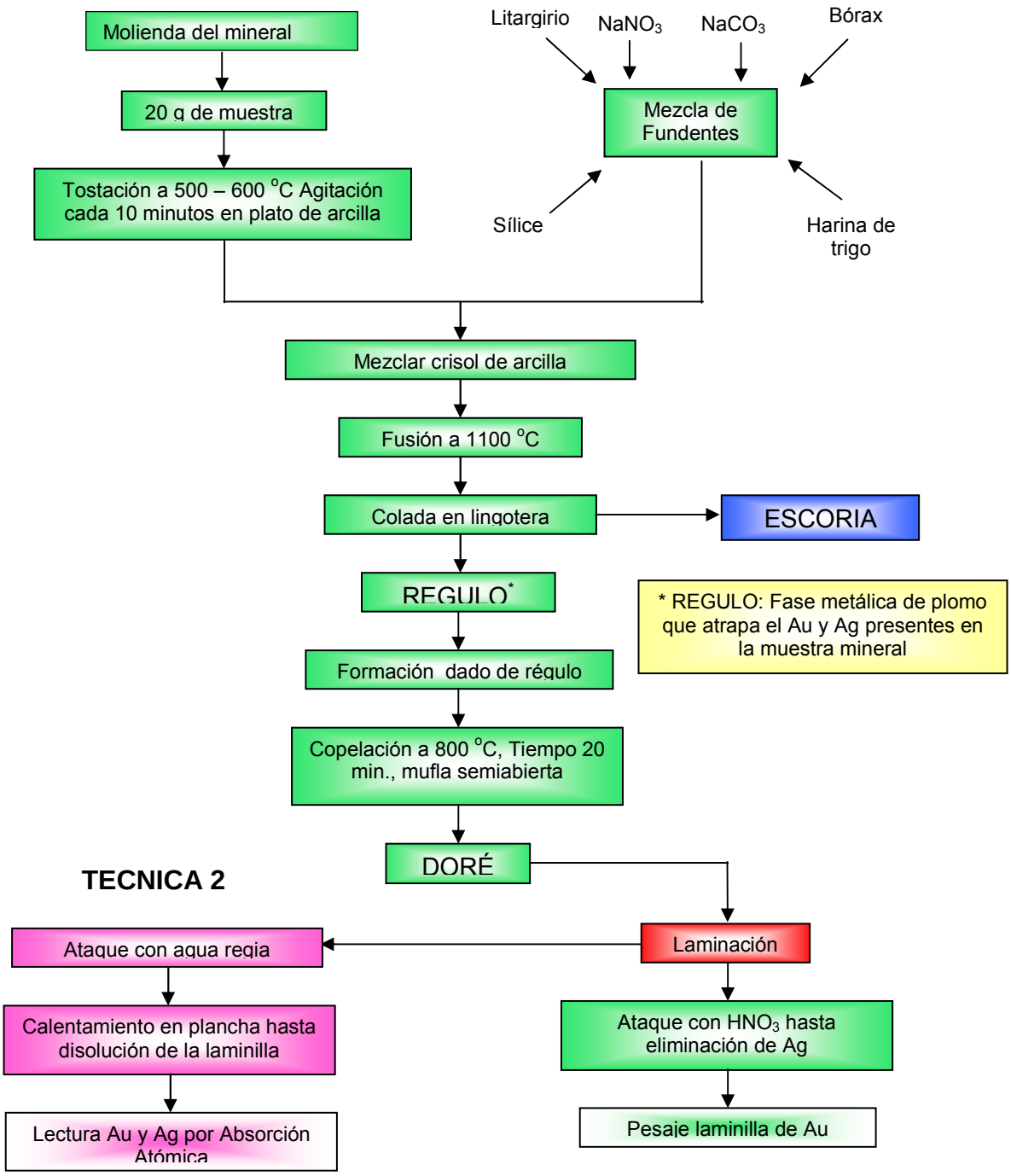

Figura 4. Esquema general de las técnicas de ensayo al fuego y absorción atómica para determinación de oro y plata en muestras minerales

3.1.1. Ensayo al fuego (TECNICA 1).

La importancia de este ensayo radica en la determinación de los tenores oro y plata de una muestra de mineral. En la realización de este ensayo se emplearán 20 g de muestra pulverizada y se utilizó el procedimiento descrito en el anexo 1.

El entrenamiento en esta técnica, involucró varias series de ensayos, debido a que fue necesario optimizar ciertas variables que influyen en los resultados finales. Además, como este ensayo no está totalmente normalizado y para su correcta realización se requiere de operarios con una buena experiencia en su ejecución, se hace necesario realizar varias pruebas para adquirir la destreza requerida en este tipo de análisis, pues, un error mínimo en los resultados pueden ocasionar pérdidas significativas al momento de reportar los resultados.

Fue necesario realizar cuatro series de ensayos con el fin de adquirir destreza en la técnica y así optimizar la misma.

Los resultados de tenores de oro y plata de la primera serie de ensayos, reportaron un alto porcentaje de error, motivo por el cual fue necesario realizar una segunda serie. En esta serie se incluyeron ensayos con dos muestras diferentes para evaluar la influencia del tenor en la exactitud y la precisión de la técnica.

Posteriormente, se ejecutó una tercera serie de ensayos con el fin de poner a punto la técnica utilizada.

La cuarta serie de ensayos, realizados sobre la muestra C, permitió evaluar el comportamiento de la técnica frente a una muestra sulfurada y de altos tenores de oro y plata.

Se seleccionaron para los ensayos tres muestras problema, provenientes del municipio de Vetas (Santander) las cuales fueron utilizadas para el desarrollo de un proyecto anterior en las instalaciones del laboratorio, cuyas características principales se reportan en la Tabla 8. De las muestras A y B, se tenía una cantidad suficiente de ensayos al fuego para confirmar los tenores de oro y de plata. De la muestra C no se tenía la certeza de que los tenores de oro y de plata fueran los reales, ya que no se contaba con una cantidad de ensayos suficientes para asegurar la veracidad de los resultados.

Muestras	Tenor Au (g/T)	Tenor Ag (g/T)	Observaciones
A	15	27.2	Bajos sulfuros
B	23	35.7	Bajos sulfuros
C	110.7	352.3	Bajos sulfuros

Tabla 8. Detalles de las muestras utilizadas e el mejoramiento de la técnica de análisis

El tratamiento requerido para obtener una muestra adecuada que pueda ser empleada en el ensayo al fuego se aprecia mejor en el diagrama de la Figura 5.

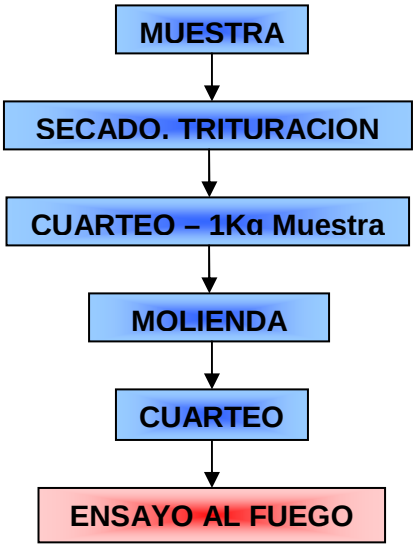

Figura 5. Metodología seguida en la preparación de una muestra mineral para ensayo al fuego

3.1.2. Ensayo al fuego – absorción atómica (TECNICA2).

En la técnica combinada, ensayo al fuego – absorción atómica, se procede de igual manera que en la técnica 1, la diferencia radica en que la laminilla de oro no es tratada con HNO_3 para disolver la plata, sino que se somete a una disolución total empleando agua regia para posteriormente determinar los tenores de oro y de plata mediante espectrofotometría de absorción atómica.

3.1.3. Resultados obtenidos en la determinación de Au y Ag.

Una vez elegidas las metodologías se procedió a realizar varias pruebas que permitieron la adquisición de la experiencia necesaria para presentar los resultados con la suficiente credibilidad.

Los resultados obtenidos se plasman en las tablas 9 a 12.

PRUEBA	MUESTRA	W Mineral(g)	TECNICA	W Regulo(g)	W Doré(g)	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)
1	A	15	1	20	0.067	19.33	10.83
2	A	15	1	19	0.064	11.99	16.14
3	A	15	1	26	0.092	28.00	18.50
4	A	20	1	25	0.126	22.80	25.26
5	A	20	1	25	0.146	21.00	37.50
6	A	20	2	27	0.078	0.77	0.79
7	A	20	2	25	0.139	23.61	31.90
8	A	20	2	25	0.104	14.63	23.37
9	A	20	2	24	0.114	17.30	25.20
10	A	20	2	24	0.106	16.70	21.80
11	A	20	2	28	0.106	18.90	19.60

Tabla 9. Resultados primera serie de ensayos

PRUEBA	MUESTRA	W Mineral(g)	TECNICA	W Regulo(g)	W Doré (g)	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)
12	A	15	2	20	0.077	26.09	10.74
13	A	15	2	17	0.096	17.31	32.11
14	B	20	1	27	0.181	29.00	46.50
15	B	20	1	26	0.183	34.65	41.44
16	B	15	2	20	0.119	28.20	36.50
17	B	15	1	17	0.121	0.24	79.70

Tabla 10. Resultados segunda serie de ensayos

PRUEBA	MUESTRA	W Mineral(g)	TECNICA	W Regulo(g)	W Doré (g)	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)
18	A	15	2	18	0.073	15.17	18.99
19	A	15	2	16	0.088	17.45	26.70
20	A	15	2	15	0.075	13.04	22.44
21	A	15	2	14	0.108	31.92	25.57
22	A	15	2	15	0.079	14.68	23.49
23	BLANCO	40 LITARG.	2	30	0.027	0.08	6.68
24	BLANCO	40 LITARG.	1	32	0.031	0.00	7.75

Tabla 11. Resultados de la tercera serie de ensayos

PRUEBA	MUESTRA	W Mineral(g)	TECNICA	W Regulo(g)	W Doré (g)	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)
25	C	15	1	15	0.190	126.66	314.66
26	C	15	2	18	0.178	118.66	432.00
27	C	15	1	18	0.182	121.00	400.80
28	C	15	1	16	0.184	122.66	410.65
29	C	15	1	14	0.198	132.00	408.00
30	C	15	1	17	0.173	115.31	426.08

Tabla 12. Resultados de la cuarta serie de ensayos

Con los datos obtenidos, se determinaron algunos parámetros estadísticos con el fin de calcular la exactitud y precisión de los resultados. Esto nos permite establecer el grado de confiabilidad de la metodología aplicada por el analista. Los parámetros estadísticos calculados se observan en las tablas 13 a 17.

MUESTRA	TENOR Au (g/T)	TENOR Ag(g/T)	% E. Au	% E. Ag	DESVIACION ESTANDAR	COEFICIENTE VARIAC. (%)	% EXACTITUD PROMEDIO
A	19.33	10.83	28.87	60.18	4.660	23.987	70.490
A	11.99	16.14	20.02	40.66			
A	28.00	18.50	86.67	31.99			
A	22.80	25.26	52.00	7.13			
A	21.00	37.50	40.00	37.87			
A	23.61	31.90	57.40	17.28			
A	14.63	23.37	2.47	14.08			
A	17.30	25.20	15.33	7.35			
A	16.70	21.80	11.33	19.85			
A	18.90	19.60	26.00	27.94			
PROMED.	19.43	23.01	34.01	26.43			

Tabla 13. Parámetros estadísticos primera serie de ensayos

Los parámetros estadísticos para la segunda serie de ensayos se calcularon de acuerdo a las muestras empleadas, así:

MUESTRA	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)	% E. Au	% E. Ag	DESVIACION ESTANDAR	COEFICIENTE VARIAC. (%)	% EXACTITUD PROMEDIO
A	26.09	10.74	73.93	60.51	6.208	28.610	55.330
A	17.31	32.11	15.40	18.05			
PROMED.	21.70	21.43	44.67	39.28			

Tabla 14. Parámetros estadísticos segunda serie de ensayos

MUESTRA	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)	% E. Au	% E. Ag	DESVIACION ESTANDAR	COEFICIENTE VARIAC. (%)	% EXACTITUD PROMEDIO
B	29.00	46.50	26.09	30.25	3.516	11.483	66.880
B	34.65	41.44	50.65	16.08			
B	28.20	36.50	22.61	2.24			
PROMED.	30.62	41.48	33.12	16.19			

Tabla 15. Parámetros estadísticos segunda serie de ensayos

MUESTRA	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)	% E. Au	% E. Ag	DESVIACION ESTANDAR	COEFICIENTE VARIAC. (%)	% EXACTITUD PROMEDIO
A	15.17	18.99	1.13	30.2	1.821	12.071	99.430
A	17.45	26.70	16.33	1.84			
A	13.04	22.44	13.07	17.51			
A	14.68	23.49	2.13	13.64			
PROMED.	15.09	22.91	8.17	15.80			

Tabla 16. Parámetros estadísticos tercera serie de ensayos

MUESTRA	TENOR Au(g/T)	TENOR Ag(g/T)	% E. Au	% E. Ag	DESVIACION ESTANDAR	COEFICIENTE VARIAC. (%)	% EXACTITUD PROMEDIO
C	126.66	314.66	14.42	10.68	5.933	4.835	89.15
C	118.66	432.00	7.19	22.62			
C	121.00	400.80	9.30	13.77			
C	122.66	410.65	10.80	16.56			
C	132.00	408.00	19.24	15.81			
C	151.31	426.08	4.16	20.94			
PROMED.	128.72	398.70	10.85	16.73			

Tabla 17. Parámetros estadísticos cuarta serie de ensayos

3.1.4. Comparación de las técnicas analíticas de ensayo al fuego.

Con los datos reportados en las tablas 13 a 17 se realizó un tratamiento estadístico que permitió calcular varios parámetros, como se muestra a continuación.

3.1.4.1. Porcentaje de exactitud de las series de ensayos. La Figura 6 muestra el porcentaje de exactitud de las series de ensayos realizadas.

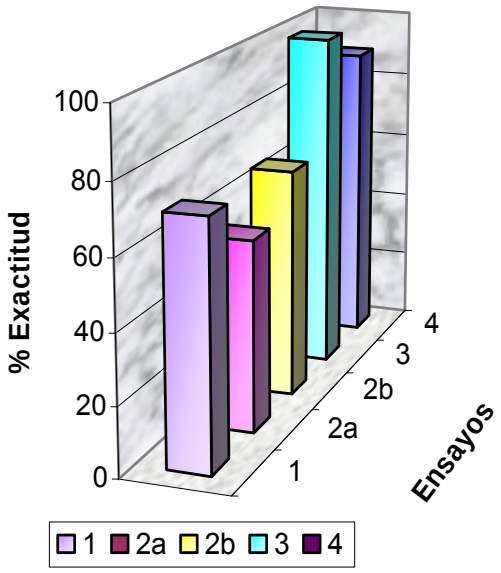

Figura 6. Porcentaje de exactitud de las series de ensayos

NOTA: Para efectos estadísticos, se eliminaron los ensayos que presentaron errores de procedimiento, lo que produjo valores en el tenor de oro muy altos o muy bajos en comparación con el tenor real.

Los ensayos eliminados fueron los siguientes:

Serie 1, ensayo 6 (Hubo pérdidas durante la colada).

Serie 2, ensayo 17 (Se combinaron los dos métodos).

Serie 3, ensayo 21 (Se presentaron problemas durante la colada).

3.1.4.2. Variación del porcentaje de error con las series de ensayos. En la Tabla 18 y la Figura 7 podemos apreciar el porcentaje de error de las series de ensayos.

SERIE	% ERROR
SERIE 1	34,01
SERIE 2a	44,67
SERIE 2b	33,12
SERIE 3	8,17
SERIE 4	10,85

Tabla 18. Porcentajes de error de tenores de oro

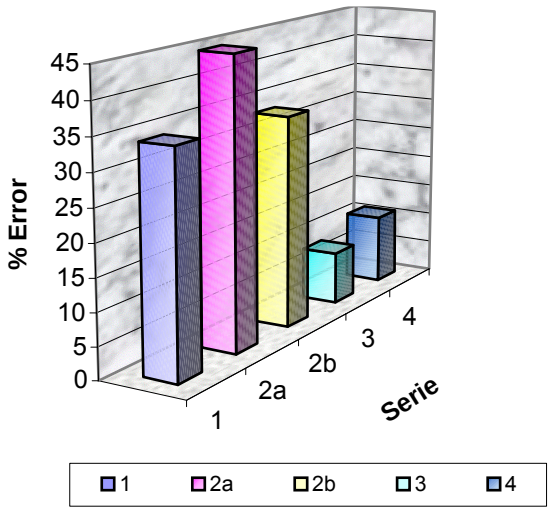

Figura 7. Variación de los porcentajes de error con las series de ensayos

El porcentaje de error promedio indica el margen de error que se tendría al hacer un ensayo al fuego, sin importar la cantidad de ensayos realizados.

En la Figura 7 se observa que durante las tres primeras series de ensayos se reportaron porcentajes de error mayores al 30%. El mayor porcentaje de error se obtuvo en la segunda serie de ensayos (2a y 2b), mientras que en las dos últimas series, 3 y 4, la exactitud de los ensayos mejoró notoriamente, obteniendo un porcentaje de error de 8.17% y 10.85%, respectivamente.

Comparando los porcentajes de error obtenidos para las series 1, 2a y 3, correspondientes a la muestra A, se tiene que en la primera serie hay un error del 34.01%. En la serie 2a se esperaba una disminución del error, pero se incrementó a 44.67%. Esto se debió a que en la primera serie se contó con la inspección de una persona experta en este tipo de ensayos, mientras que en la segunda no se tenía esta ayuda, lo que indicaría posibles errores durante el desarrollo del proceso. En la tercera serie de ensayos se observa una notable disminución en el error, llegando a 8.17%, causada por la combinación de varios factores: un mayor conocimiento de la técnica y mejoramiento de la misma, mayor atención en las etapas críticas del proceso y una mejor distribución de las tareas en el grupo de trabajo.

La serie 2b, correspondiente a los ensayos de la muestra B, fue realizada simultáneamente con la 2a y por lo tanto se esperaba una disminución del error. Sin embargo se obtuvo un error del 33.12%, debido a las mismas causas que la serie 2a.

La cuarta serie, conformada por los ensayos de la muestra C, presentó un ligero aumento del error (10.87%) con respecto a la tercera, contrario a lo que se esperaba. Hasta el momento no se tienen las herramientas para explicar la causa de este error, para ello es necesario evaluar la precisión de la serie.

3.1.4.3. Variación de la exactitud en la medición del tenor de oro en las series de ensayos. En la Tabla 19 y la Figura 8 se puede apreciar como varia la exactitud en la medición del tenor de oro con la serie de ensayos

SERIE	% EXACTITIUD
SERIE 1	70,49
SERIE 2a	55,33
SERIE 2b	66,88
SERIE 3	99,43
SERIE 4	89,15

Tabla 19. Porcentajes de exactitud de tenores de oro

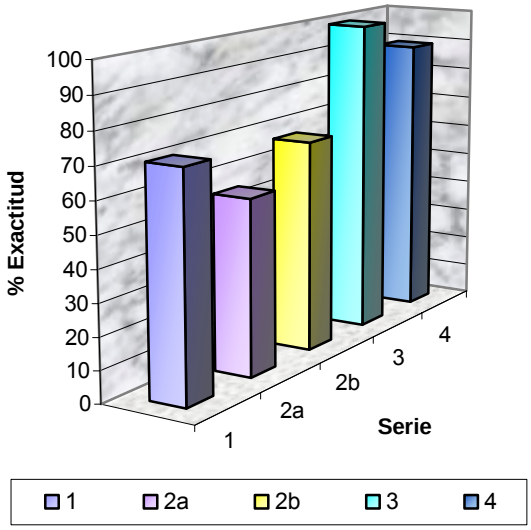

Figura 8. Variación del porcentaje de exactitud de los tenores de oro con las series de ensayos

Cuando se realiza un tratamiento estadístico de los datos, es importante evaluar el error y la exactitud, ya que mientras el porcentaje de error

promedio proporciona el rango de error que tiene un ensayo, el porcentaje de exactitud, evalúa los ensayos entre sí y establece el grado de cercanía del tenor determinado por un conjunto de ensayos con respecto al valor real.

En la primera serie de ensayos, se obtuvo una exactitud en la determinación de los tenores de oro del 70.93%. En la segunda serie de ensayos, a y b, contrario a lo que se esperaba se presento una disminución de la exactitud, debido posiblemente a errores de procedimiento. Al observar los resultados de la tercera serie, se observa una exactitud muy alta, cercana al 100%, acompañada del menor porcentaje de error promedio (8.17%), esto indica una buena aplicación de la técnica. Y se podría decir que a estas condiciones, realizando pocos ensayos se obtendrían datos confiables. Esto se puede apreciar en los datos reportados en la Tabla 19 y la Figura 8.

Para la cuarta serie de ensayos el porcentaje de exactitud disminuyó. Como no se presentaron errores de procedimiento, se podría pensar en la posibilidad de que el valor estimado como verdadero no sea representativo de la muestra. Esto se podrá fundamentar con la valoración de la precisión de la serie.

3.1.4.4. Variación de la precisión en la medición del tenor de oro en las series de ensayos.

SERIE	RANGO	COE. VARIAC. (%)
SERIE 1	59,820	23,987
SERIE 2a	40,461	28,610
SERIE 2b	21,067	11,483
SERIE 3	29,234	12,071
SERIE 4	13,601	4,835

Tabla 20. Rango y coeficiente de variación de las series de ensayos

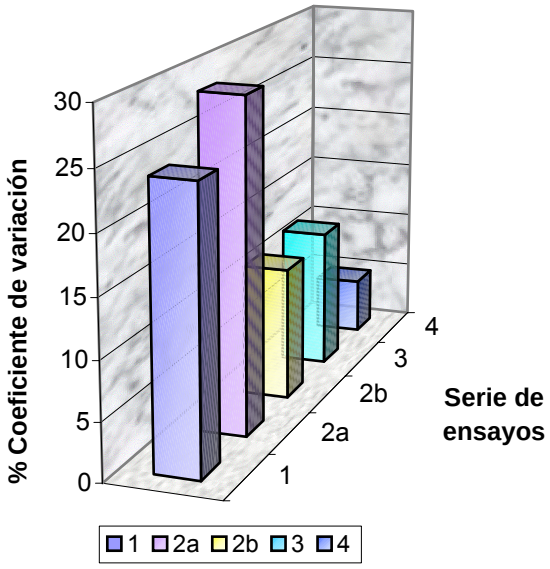

Figura 9. Coeficiente de variación de la serie de ensayos

Como se muestra en la Tabla 20 y la Figura 9, en los ensayos correspondientes a la muestra A, la tercera serie de ensayos reportó el menor rango y la menor desviación estándar, esto quiere decir que los datos correspondientes a esta serie son menos dispersos y por consiguiente más precisos.

La serie correspondiente a la muestra B, presentó mayor precisión que las series correspondientes a la muestra A, esto se debe a que la muestra B tiene una mayor cantidad de oro, lo cual permite una mayor reproducibilidad de los resultados.

Por último, la serie correspondiente a la muestra C, presento la mayor precisión. Esto corrobora que el tenor de oro tiene una gran influencia en la

precisión, ya que a mayor cantidad de oro, la técnica es menos sensible a las perdidas de este metal durante el ensayo.

Tomando en cuenta los resultados obtenidos para el error promedio, la exactitud y la precisión de la cuarta serie de ensayos, se puede resumir que:

Los datos de tenor de oro de esta serie se encuentran muy cercanos entre si, es decir son poco dispersos.

A este nivel de pruebas, se esperaría tener el más bajo porcentaje de error promedio y la exactitud más alta, ya que se adquirió experiencia en el manejo de la técnica, y no se cometieron errores durante la ejecución de la misma, sin embargo sucedió lo contrario.

De acuerdo a esto, se concluye que el tenor estimado para la muestra C, no es el verdadero. Si revisamos la procedencia de este valor, se tiene que para esta muestra, no existía una cantidad suficiente de datos reportados para asegurar que este valor fuera el real.

Se considera que se logró el objetivo del entrenamiento en los ensayos al fuego pues en la última serie de ensayos se obtuvo una buena exactitud acompañada de una buena precisión.

Comparación de las técnicas en la determinación de tenores de oro y plata

Para poder seleccionar que técnica de ensayo al fuego es la más apropiada, se tomaron en cuenta dos criterios: La prueba de la F y el porcentaje de error.

3.1.4.5. Aplicación de la prueba de la F (7).

Esta prueba permite comparar dos técnicas y evaluar si existen diferencias significativas entre ellas. Solo se puede aplicar para comparar tratamientos que se desarrollen con respecto a una sola muestra. Para este caso se seleccionó la muestra A, ya que de ella se disponía la mayor cantidad de datos.

Para esta prueba, se requiere calcular los siguientes parámetros:

$$F_{calculado} = \frac{S_I^{\,2}}{S_{II}^{\,2}}$$

Donde S_I y S_{II} son las desviaciones estándar de los datos obtenidos por las técnicas 1 y 2, siendo S_I la mayor desviación estándar y S_{II} la menor.

Grado de libertad = n - 1

Donde n es el número de datos de cada técnica.

Conociendo los grados de libertad, se ubica en una tabla el F tabulado.

Si el F calculado < F tabulado, no existen diferencias significativas entre las dos técnicas.

A continuación en la Tabla 21, se muestran los resultados de la prueba de la F:

ORO			
TECNICA	n	F CALCULADO	F TABULADO
Ensayo al fuego convencional	5	2,188881747	3,48
Ensayo al fuego - AA	11		
PLATA			
TECNICA	n	F CALCULADO	F TABULADO
Ensayo al fuego convencional	5	2,929063227	3,48
Ensayo al fuego - AA	11		

Tabla 21. Parámetros prueba de la F

3.1.4.6. Comparación de los porcentajes de error de las dos técnicas. La Tabla 22 muestra los porcentajes de error en las leyes de oro y de plata obtenidas mediante las dos técnicas.

METODO	% ERROR LEY DE ORO	% ERROR LEY DE PLATA
Tradicional	30,19	25,16
Agua regia	20,33	19,47

Tabla 22. Porcentajes de error de los dos métodos utilizados

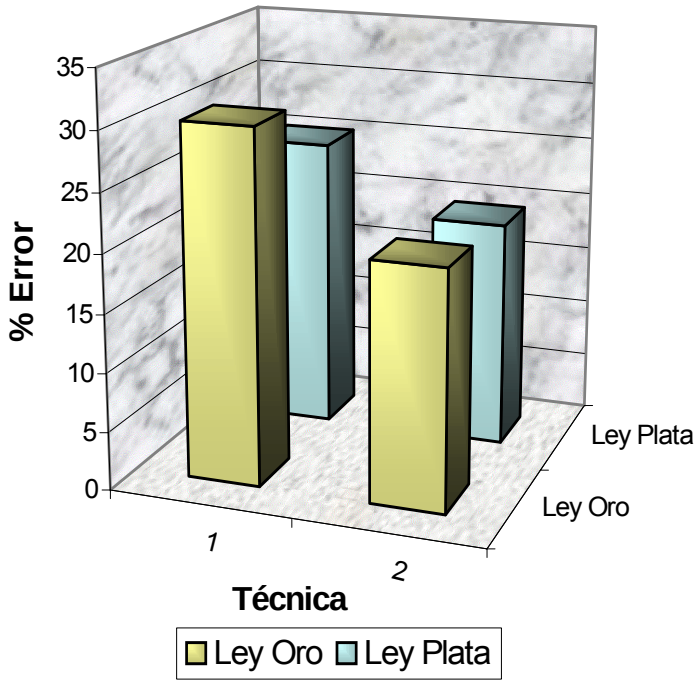

Figura 10. Variación del porcentaje de error con la técnica empleada

Teniendo en cuenta los parámetros anteriores reportados en la Tabla 22 y la Figura 10, se puede decir que:

Según los resultados de la prueba de la F, no existen diferencias significativas entre una técnica y otra, es decir que se pueden aplicar indiferentemente.

Al observar los porcentajes de error en la determinación de oro y plata, se deduce que el ensayo al fuego convencional presenta un mayor porcentaje de error en ambos casos (oro y plata), siendo más alto el error en el oro. Las causas de este comportamiento pueden ser:

Errores en la pesada del oro final, ya que la balanza no tiene la precisión adecuada para valores tan pequeños.

El lavado incorrecto del precipitado de plata, que se forma por la reacción entre la plata del doré y los iones nitrato en solución, puede incrementar el peso del botón de oro.

Al atacar el doré, la plata deja unos vacíos que hacen quebradizo el botón de oro, facilitando las pérdidas de oro durante el lavado.

Haciendo un análisis de resultados de los dos parámetros anteriores, se determinó usar el ensayo al fuego - absorción atómica para pesos de doré menores a 0.00080, ya que esta técnica mostró un mayor porcentaje de exactitud y precisión, factores importantes sobre todo cuando se trabajan cantidades pequeñas de oro y plata. Para pesos mayores, se recomendó usar ensayó al fuego convencional, ya que a pesar de tener un mayor porcentaje de error, resulta más económico y proporciona resultados confiables para pesos grandes.

3.2. MEJORAMIENTO DEL METODO DE TITULACIÓN DE CIANURO.

La titulación de cianuro se efectuó empleando 25 ml de la solución cianurada a la cual se le agregó una solución de yoduro de potasio al 5 % como indicador, esta solución se tituló con solución de nitrato de plata hasta la aparición de una opalescencia amarilla.

Al igual que con la digestión ácida, se incluyó este ensayo para conocer y aprender a manejar el titulador potenciométrico. Se tituló utilizando dos

técnicas: (**A**) Titulación manual y (**B**) titulación automática. Los resultados obtenidos se reportan en la Tabla 23.

MUESTRAS	METODO	Vol.(ml) $AgNO_3$	CONCENTRACION (M)
1	A	9,50	0,076
	B	9,26	0,074
2	A	9,40	0,075
	B	9,34	0,075
3	A	9,50	0,076
	B	9,34	0,075
4	A	9,50	0,076
	B	9,42	0,075

Tabla 23. Resultados de la determinación de cianuro libre

De los resultados obtenidos, se puede decir que el método de titulación manual es más preciso pero menos exacto que la del método de titulación automática, esto es debido a que el titulador automático hace adición de microlitros.

Se recomienda entonces utilizar el titulador automático para la determinación de cianuro en las pruebas posteriores.

4. CONTROL QUÍMICO ANALÍTICO EN LOS PROCESOS DE RECUPERACIÓN HIDROMETALURGICA DEL ORO.

En este capítulo se reportan y analizan los resultados del análisis de cada uno de los procesos químicos analíticos e hidrometalurgicos involucrados en la explotación de minerales auroargentíferos.

Se analizaron y adecuaron las pruebas de análisis químicos más convenientes y luego se practicaron los diferentes análisis a cada una de las muestras, adecuando cada uno de los procesos a las condiciones existentes en el laboratorio del Grupo de Investigaciones en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente.

Un esquema general del proceso metalúrgico de extracción aurífera se muestra en la Figura11. En ella se pueden observar los pasos a que es sometida una muestra de mineral aurífero, y además, se resaltan los análisis químicos involucrados durante el proceso.

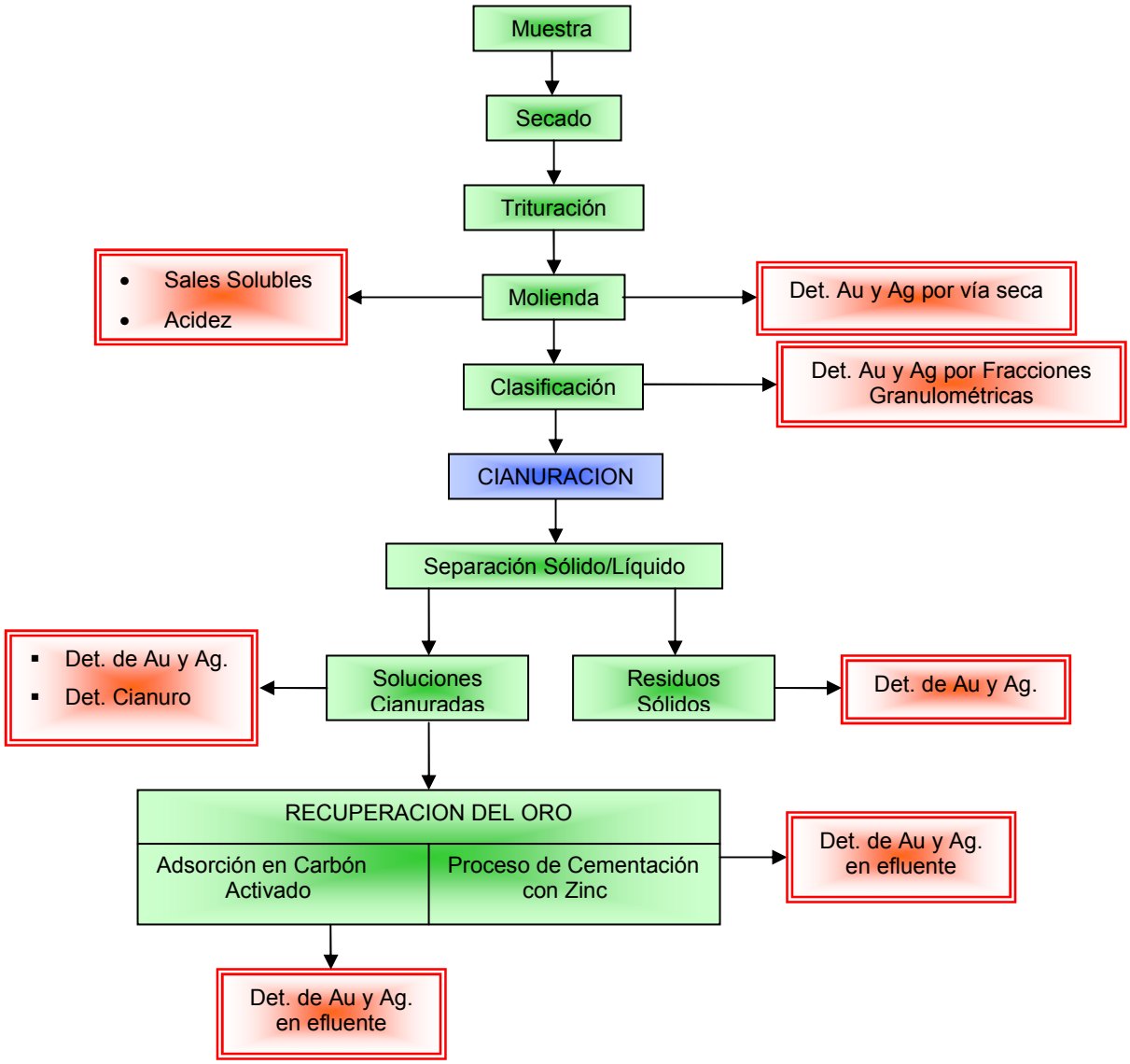

Figura 11. Diagrama de flujo del proceso hidrometalúrgico de extracción aurífera, resaltando los análisis químicos involucrados

4.1. CONTROL QUÍMICO DE MINERALES.

Entre las pruebas de control químico realizadas a las diferentes muestras se encuentran: sales solubles, determinación de la acidez, consumo de cianuro, determinación de oro y de plata y determinación de oro por fracciones granulométricas.

4.1.1. Muestras individuales.

Se contó con 46 muestras individuales traídas del asentamiento minero de San Pedro Frío del Municipio de Santa Rosa del Sur, departamento de Bolívar; distribuidas así:

- Mina nueva: 15 muestras
- Mina Vieja : 25 muestras
- Mina Quemada: 6 muestras

A las muestras individuales se les determinó el tenor de oro y de plata; los resultados obtenidos se consignan en las tablas 24 a 26.

MUESTRA	TENOR (g/Ton)		MUESTRA	TENOR (g/Ton)	
	Au	Ag		Au	Ag
FEO-SR-1	1,44	0,06	FEO-SR-363	5,57	3,42
FEO-SH-3	1,71	3,79	FEO-BO-3	6,95	25,05
FEO-SR-2	2,37	0,13	FEO-RP-1	8,00	42,08
FEO-AF-1	2,92	3,51	FEO-SH-2	8,00	20,08
FEO-MS-3	3,15	2,58	FEO-MS-4	10,00	37,75
FEO-MS-1	3,57	3,05	T2001-FEO-1	14,25	52,25
FEO-BO-2	4,00	24,50	FEO-RP-2	19,00	73,49
FEO-SH-1	4,64	21,60			

Tabla 24. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Nueva

MUESTRA	TENOR (g/Ton)		MUESTRA	TENOR (g/Ton)	
	Au	Ag		Au	Ag
FEO-AR-355	1,48	Trazas	FEO-JP-366	8,33	6,92
FEO-LT-2	2,56	4,19	FEO-JR-1	11,58	3,52
FEO-JJ-357	3,45	3,80	FEO-AR-352	13,48	7,77
FEO-JP-367	3,47	4,94	FEO-AR-351	14,80	18
FEO-JJ-3	3,89	4,69	FEO-JJ-2	17,41	3,84
FEO-JJ-356	3,94	5,82	FEO-JP-365	17,75	50,24
FEO-LT-3	3,98	13,27	FEO-AR-353	17,97	5,03
FEO-JJ-1	4,24	6,50	FEO-JP-364	24,47	76,15
FEO-AR-354	4,78	4,63	FEO-JCA-369	48,34	10,41
FEO-JCA-368	6,02	13,99	FEO-JG-2	83,60	20,64
FEO-Mcebo1	7,78	Trazas	FEO-JG-1	121,08	22,87
FEO-Mcebo2	7,93	Trazas	FEO-JM-1	145,00	32,87
FEO-LT-1	8,17	40,90			

Tabla 25. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Vieja.

MUESTRA	TENOR (g/Ton)		MUESTRA	TENOR (g/Ton)	
	Au	Ag		Au	Ag
FEO-MC-1	1,39	4,86	FEO-AR-1	6,39	Trazas
FEO-AR-3	3,16	8,09	FEO-HI-358	7,62	16,63
FEO-MA-362	5,97	2,28	FEO-HI-360	46,00	27,00

Tabla 26. Tenores de oro y de plata de las muestras de Mina Quemada.

Como se observa en la Tabla 24, en Mina Nueva se presenta mayor cantidad de plata en relación al contenido de oro; en Mina Vieja es diferente, las muestras analizadas presentan un mayor contenido de oro que de plata; en Mina Quemada no existe ningún tipo de correlación, ya que se presentan muestras en las cuales el contenido de oro es mayor y otras en las que el contenido de plata supera al de oro.

Además, los resultados obtenidos muestran algunas muestras muy ricas en cuanto al contenido de oro, como se puede observar en algunas muestras de Mina Vieja, al igual que otras muestras cuyo contenido de plata es muy rico, como es el caso de las muestras de Mina Nueva. Los valores reportados en las tablas 24, 25 y 26 nos permiten afirmar que las tres minas presentan una gran riqueza y se hace viable su explotación.

4.1.2. Mezclas.

Una vez analizadas las muestras individuales se procedió a realizar los diferentes compost o mezclas de muestras que presentaron las mismas características, ya que muestras con características similares presentan las mismas respuestas a los diferentes procesos a que puedan ser sometidas.

La conformación de mezclas es muy importante ya que en una planta se tratan muestras provenientes de diferentes sitios de explotación y al conocer las propiedades de cada una de las muestras estas se pueden agrupar de tal manera que permitan realizar un proceso de extracción más eficiente.

El análisis de caracterización macroscópica realizado inicialmente a las muestras estableció que se presentan dos grupos mineralógicos, los cuales pueden presentar un comportamiento diferente al ser sometidos al proceso metalúrgico de extracción, estos grupos son, el de las muestras oxidadas y arcillosas y el de las muestras sulfuradas, los cuales se presentan en cada una de las minas.

Las tablas 27, 28 y 29 muestran los tipos tecnológicos de mena que se conformaron.

I Mena oxidada y arcillosa Tenor Au <6 g/Ton	II Mena sulfurada Tenor Au >6 g/Ton
FEO-MS-1	
FEO-SR-1	FEO-RP-1
FEO-SH-1	FEO-RP-2
FEO-SH-3	FEO-SH-2
FEO-SR-2	T2001-FEO-1
FEO-MS-3	FEO-BO-3
FEO-BO-2	FEO-MS-4
FEO-AF-1	

Tabla 27. Tipos tecnológicos de mena Mina Nueva

III Mena oxidada y arcillosa Tenor de Au variable	IV Mena sulfurada Tenor de Au variable
FEO-Mcebo-1	
FEO-Mcebo-2	FEO-JR-1
FEO-JG-1	FEO-JM-1
FEO-JG-2	FEO-LT-1
FEO-JJ-1	FEO-LT-2
FEO-JJ-2	FEO-LT-3
FEO-JJ-3	FEO-JP-364
FEO-JJ-356	FEO-JP-365
FEO-JJ-357	FEO-JP-366
FEO-AR-351	FEO-JP-367
FEO-AR-352	FEO-JCA-368
FEO-AR-353	FEO-JCA-369
FEO-AR-354	
FEO-AR-355	

Tabla 28. Tipos tecnológicos de mena Mina Vieja

V Mena oxidada y arcillosa Tenor de Au variable	VI Mena sulfurada Tenor de Au variable
FEO-MC-1	
FEO-AR-1	FEO-MA-362
FEO-AR-3	FEO-HII-358
FEO-HI-360	

Tabla 29. Tipos tecnológicos de mena Mina Quemada

Como se observa en la Tabla 27, los tipos tecnológicos de mena para Mina Nueva están conformados de manera que existe relación con sus tenores de oro, para la mena oxidada y arcillosa el tenor de oro no supera los 6 g/Ton, mientras que para la mena sulfurada el tenor de oro es mayor que este valor.

En las menas conformadas para las minas Vieja y Quemada, las muestras que las conforman no presentan ninguna relación con el tenor de oro, existiendo muestras con bajos y altos tenores en cada una de las menas.

4.1.2.1. Conformación de los diferentes compost. Ya definidos los tipos tecnológicos de mena, se procedió a conformar los diferentes compost, para lo cual se tomó cantidades iguales de cada una de las muestras que conforman cada mena, luego se homogeneizaron para contar con muestras representativas a las cuales se le realizaron diversos análisis. En la Tabla 30 se indica el peso final de cada mezcla o compost.

Tipo tec. de mena	Mina Nueva		Mina Vieja		Mina Quemada	
	I	II	III	IV	V	VI
Peso muestra (g)	800	800	1259	1492	1840	1477

Tabla 30. Peso de cada muestra para la conformación de los compost

4.1.2.2. Realización de análisis químicos en compost. A cada uno de los compost o mezclas conformadas se les realizó diferentes análisis químicos, entre ellos el tenor de oro y de plata, la determinación de sales solubles, determinación de acidez y el análisis de oro por fracciones granulométricas. Un esquema general de estos procesos se muestra en la Figura 12.

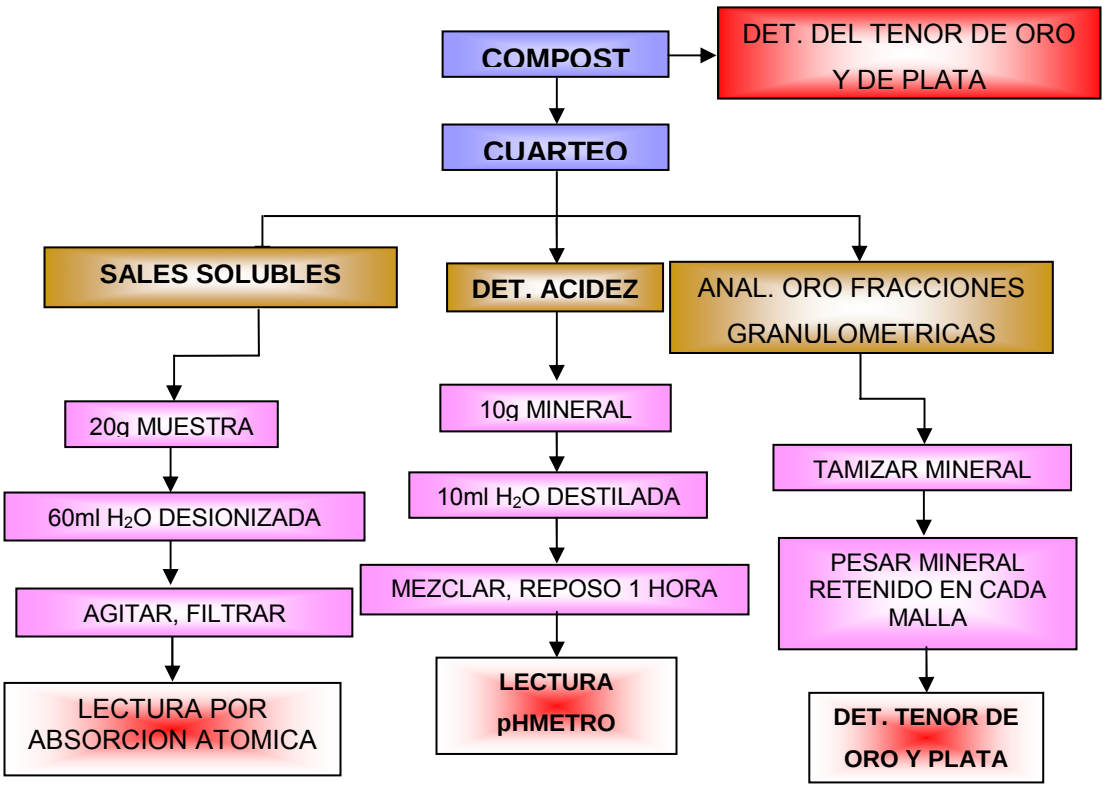

Figura 12. Metodología general de los análisis químicos

- **Determinación de los tenores de oro y de plata de los diferentes tipos tecnológicos de mena.** Mediante la técnica de ensayo al fuego se determinaron los tenores de oro y de plata de los diferentes tipos tecnológicos de mena. A continuación se presentan los resultados obtenidos.

TENOR (g/Ton)	TIPO TECNOLOGICO DE MENA					
	I	II	III	IV	V	VI
Oro	3,0	10,0	17,64	31,75	11,80	5,52
Plata	8,74	43,25	12,35	31,24	7,45	9,45
Au/Ag	0,34	0,23	1,43	1,02	1,58	0,58

Tabla 31. Tenores de oro y de plata de los tipos tecnológicos de mena

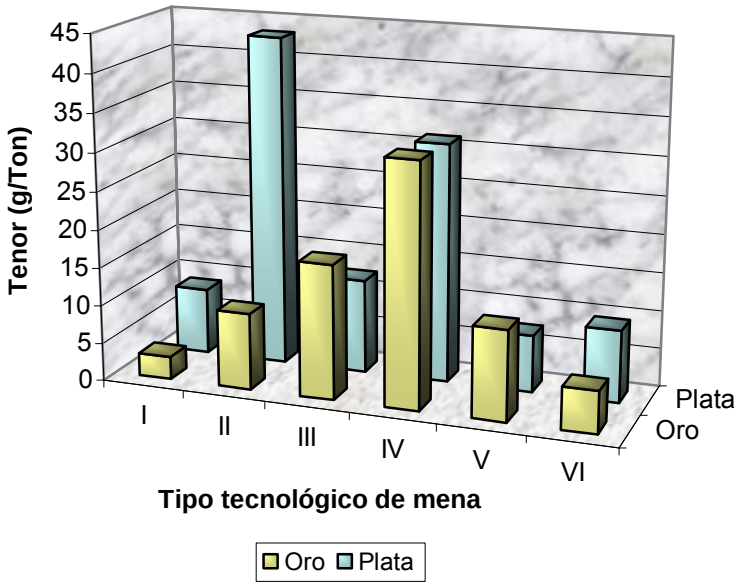

Figura 13. Tenor de oro y de plata de los diferentes tipos tecnológicos de mena

En la Figura13 se aprecian claramente los tenores de oro y de plata de los diferentes tipos tecnológicos de mena conformados para fines analíticos.

- **Determinación de sales solubles.** Es común encontrar en las menas auroargentíferas compuestos que son perjudiciales o dificultan el proceso de extracción, las sales solubles son un ejemplo claro, entre ellas se encuentran sales de hierro, cobre y zinc, las cuales dificultan el proceso de cianuración. Si estas sales son solubles, se pueden eliminar mediante un lavado del mineral con agua antes de que sea sometido al proceso cianuración.

El análisis de sales solubles se realizó inicialmente de manera cualitativa, pero con la finalidad de mejorar el método de determinación se propuso un procedimiento que permitió su determinación de manera cuantitativa empleando la espectrofotometría de absorción atómica como herramienta de análisis; los procedimientos para las dos formas de determinación se muestran en los anexos 2 y 3.

- **Determinación cualitativa de sales solubles.** La Tabla 32 presenta los resultados obtenidos en la determinación cualitativa de sales solubles.

COMPOST	Sales ferrosas	Sales férricas	Sales de cobre	Sales de zinc
I	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
II	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
III	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
IV	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
V	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
VI	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO

Tabla 32. Determinación cualitativa de sales solubles

El resultado de la determinación de sales solubles para los diferentes compost arrojó resultados negativos, lo anterior favorece el proceso de cianuración, pues como se dijo anteriormente su presencia dificulta el proceso ya que aumentan el consumo de cianuro y de oxígeno, necesarios para la disolución del oro y de la plata.

- **Determinación cuantitativa de sales de hierro.** Para la determinación de sales de hierro se empleo el espectrofotómetro de absorción atómica a una longitud de onda λ=248.3nm y un slip de 0,2.

Los resultados obtenidos en la determinación cuantitativa se presentan a continuación.

En la Tabla 33 se reportan los valores de absorbancia para los diferentes patrones de hierro empleados. Con los datos obtenidos se realizó la curva patrón mostrada en la Figura 14.

PATRONES	1 ppm	3 ppm	5 ppm
ABS.	0,011	0,029	0,050
	0,010	0,029	0,050
	0,010	0,028	0,050
ABS. PROM.	0,0103	0,0287	0,0500

Tabla 33. Valores de absorbancia patrones de hierro

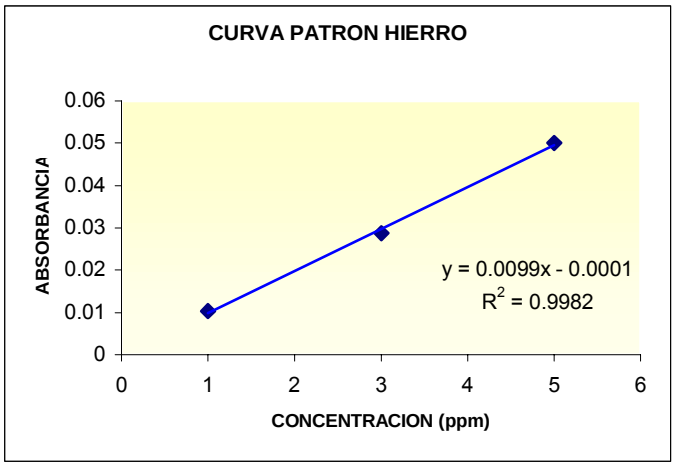

Figura 14. Curva patrón para la determinación de hierro

COMPOST	SALES SOLUBLES DE HIERRO		
	1er. Lavado	2do. Lavado	TOTAL (ppm)
I	0,007	0,006	0,013
II	0,007	0,002	0,009
III	0,003	0,001	0,004
IV	0,002	0	0,002
V	0,005	0,002	0,007
VI	0,006	0,001	0,007

Tabla 34. Concentración sales de hierro en los compost

En la Tabla 34 se observan los valores de concentración para las sales solubles de hierro, como se puede ver son valores muy bajos que se encuentran por debajo del límite de detección del equipo de absorción atómica y por lo tanto no son confiables. Por tal motivo podríamos confiar en los resultados del análisis cualitativo y reportar la ausencia de sales de hierro.

- **Determinación cuantitativa de las sales de cobre.** Para la determinación de sales de cobre se empleó el equipo de absorción atómica a una longitud de onda de λ= 324.8nm correspondiente a la primera línea de absorción y un slip de 0,7. En la Tabla 35 se aprecian los valores de absorbancia reportados por el equipo de absorción atómica para los diferentes patrones de cobre empleados, con cuyos datos se realizo la curva patrón mostrada en la Figura 15.

PATRONES	1 ppm	3 ppm	5 ppm
ABS.	0,012	0,035	0,061
	0,012	0,035	0,060
	0,013	0,035	0,060
ABS. PROM.	0,0123	0,0350	0,0603

Tabla 35. Valores de absorbancia patrones de cobre

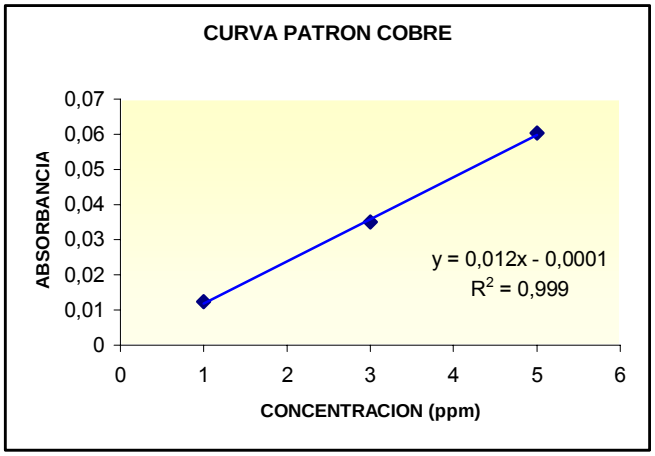

Figura 15. Curva patrón para la determinación de cobre

COMPOST	SALES SOLUBLES DE COBRE		
	1er. Lavado	2do. Lavado	TOTAL (ppm)
I	0,001	0	0,001
II	0	0	0
III	0	0	0
IV	0	0	0
V	0,002	0	0,002
VI	0	0	0

Tabla 36. Concentración sales de cobre en los compost

Como se observa en la Tabla 36, el análisis cuantitativo de las sales solubles de cobre no reportó ningún valor de concentración, excepto para los compost I y V, cuyos valores están por debajo del límite de detección del equipo.

- **Determinación cuantitativa de las sales de zinc.** En la determinación de zinc como en los casos anteriores se empleó el espectrofotómetro de absorción atómica, las condiciones de trabajo fueron, longitud de de onda λ= 213.9 y slit = 0,7. Los valores de absorbancia para los patrones se aprecian en la Tabla 37 y la respectiva curva patrón en la Figura 16.

PATRONES	0,25 ppm	0,50 ppm	1 ppm
ABS.	0,010	0,019	0,037
	0,010	0,019	0,037
	0,010	0,019	0,037
ABS. PROM.	0,010	0,019	0,037

Tabla 37. Valores de absorbancia patrones de zinc

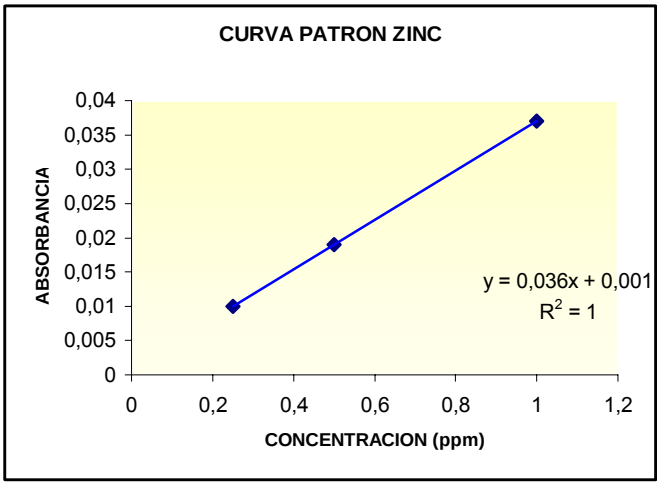

Figura 16. Curva patrón determinación de zinc

COMPOST	SALES SOLUBLES DE ZINC		
	1er. Lavado	2do. Lavado	TOTAL (ppm)
I	0	0	0
II	0	0	0
III	0	0	0
IV	0	0	0
V	0	0	0
VI	0	0	0

Tabla 38. Concentración sales de zinc en los compost

Como se observa en la Tabla 38, no se presentan sales de zinc en los compost analizados de manera cuantitativa.

Estos resultados, al igual que los resultados obtenidos para las sales solubles de hierro y cobre, permiten afirmar que el análisis cualitativo nos da una idea clara de lo que podemos encontrar cuando se pretende hacer un análisis más exacto como es el caso del análisis cuantitativo.

- **Determinación de la acidez.** La acidez es considerada como una variable útil en la determinación de la solubilidad de los minerales y la movilidad de sus iones. El conocimiento del pH de las pulpas es de gran importancia cuando ocurren procesos químicos, ya que de esta forma es posible controlar la formación de ciertas sustancias que pueden interferir durante el tratamiento. El procedimiento experimental para la determinación de la acidez se presenta en el anexo 4. A continuación se presenta el pH de los diferentes compost en la Tabla 39.

SOLUCION	pH compost					
	I	II	III	IV	V	VI
Agua destilada	5.25	5.45	5.35	4.35	6.4	7.0
Cloruro de calcio	4.5	4.9	4.375	4.05	6.3	6.2

Tabla 39. Acidez de los diferentes compost

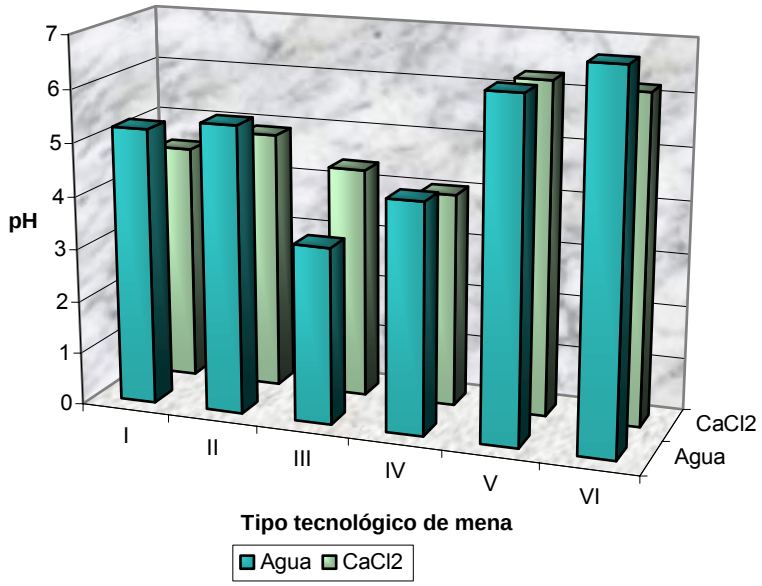

Figura 17. Acidez diferentes tipos tecnológicos de mena

En la Tabla 39 y en la Figura 17, se puede observar que la gran mayoría de compost son ácidos, lo cual hace necesario el uso de un agente regulador del pH, para adecuar la pulpa a unas condiciones que favorezcan la cianuración. También puede observarse el cambio en el pH al preparar las pulpas con cloruro de calcio, lo que nos indica la presencia de aluminio intercambiable, el cual es desplazado por el calcio.

- **Distribución de oro por fracciones granulométricas.** Este ensayo nos permite conocer la forma en que se distribuye el oro en las diferentes fracciones granulométricas a un determinado grado de molienda. El mineral a estudiar se muele a la granulometría deseada, se prepara en fracciones granulométricas y se determina el tenor de oro y de plata en cada fracción. El procedimiento experimental seguido en su determinación se presenta en el anexo 5.

En las tablas 40 a 45 se presenta el tenor y el porcentaje de oro y de plata en cada uno de los compost. El ensayo se realizó llevando el mineral a una granulometría de D_{80} 200 mallas Ty y separándolo en diferentes fracciones.

MALLA	COMPOST I				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	19,20	1,99	8,46	10,19	18,61
(-60 +100)	21,28	1,89	8,92	10,72	21,78
(-100 +200)	12,28	3,51	7,48	11,49	10,50
(-200)	47,24	5,37	9,10	67,60	39,04
Total	**100**	**3,00**	**8,74**	**100**	**100**

Tabla 40. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost I

MALLA	COMPOST II				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	23,03	9,98	45,41	20,80	25,00
(-60 +100)	23,46	6,21	22,45	13,20	12,50
(-100 +200)	14,47	8,99	31,24	11,80	10,94
(-200)	39,04	15,24	55,76	54,20	51,56
Total	**100**	**10,00**	**43,25**	**100**	**100**

Tabla 41. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost II

MALLA	COMPOST III				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	16,45	13,05	16,32	9,34	22,65
(-60 +100)	22,51	14,72	11,02	14,42	20,92
(-100 +200)	17,10	24,74	11,50	18,41	16,59
(-200)	43,94	30,24	10,75	57,83	39,84
Total	**100**	**17,64**	**12,35**	**100**	**100**

Tabla 42. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost III

MALLA	COMPOST IV				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	13,15	5,98	13,02	2,66	6,18
(-60 +100)	22,91	25,25	21,25	19,58	17,58
(-100 +200)	19,42	31,16	21,05	20,49	14,76
(-200)	44,52	38,00	38,25	57,27	61,48
Total	**100**	**31,75**	**31,24**	**100**	**100**

Tabla 43. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost IV

MALLA	COMPOST V				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	15,42	20,25	18,49	25,39	38,15
(-60 +100)	6,21	9,56	5,79	4,83	4,81
(-100 +200)	36,19	8,19	1,94	24,11	9,39
(-200)	42,18	13,31	8,44	45,67	47,64
Total	**100**	**11,80**	**7,45**	**100**	**100**

Tabla 44. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost V

MALLA	COMPOST VI				
	% Peso mineral	Tenor (g/Ton)		% Fraccion	
		Au	Ag	Au	Ag
(+60)	15,01	3,15	10,56	9,29	17,28
(-60 +100)	22,95	3,94	6,56	17,49	16,36
(-100 +200)	19,26	0,97	9,28	3,83	19,44
(-200)	42,78	8,42	10,06	69,40	46,91
Total	**100**	**5,52**	**9,45**	**100**	**100**

Tabla 45. Distribución granulométrica de oro y de plata en el compost VI

Los resultados obtenidos de la distribución granulométrica para los diferentes compost, arrojan que el mayor contenido de oro y de plata se encuentra en la fracción de finos, esto permite decir que la granulometría de -200 mallas Ty es la más adecuada para el proceso de extracción. Esto se debe a que el oro se presenta de manera muy fina y al liberarse con la molienda se concentra en la fracción de finos.

4.2. CONTROL QUIMICO DEL PROCESO DE LIXIVIACION.

La disolución del oro y de la plata presente en las muestras minerales se realizó mediante el proceso de lixiviación con cianuro, empleando dos técnicas, al cianuración en botella y la cianuración diagnóstico, las cuales se describen en la Figura 18.

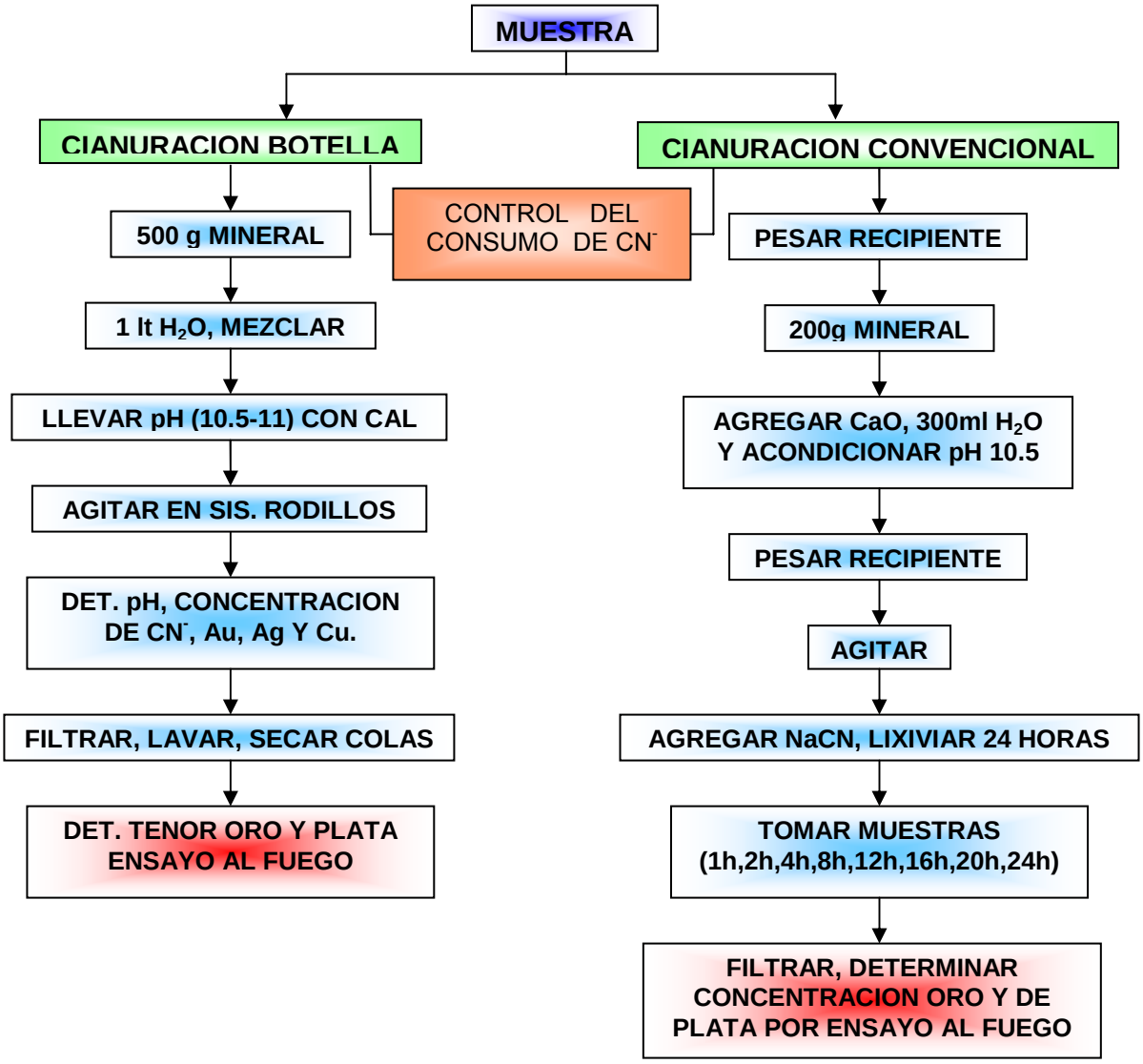

Figura 18. Metodología general de las pruebas de cianuración

Mediante la cianuración en botella se logró determinar el grado de lixivialidad del mineral, éste se determina comparando el porcentaje de extracción de oro con unos rangos establecidos; así, si el porcentaje de oro disuelto es menor del 65 %, la muestra es difícilmente lixiviable, entre el 65 – 85 % medianamente lixiviable y si es mayor del 85 % es altamente lixiviable.

La cianuración diagnóstico permite determinar la granulometría del mineral más adecuada para la cianuración; otra variable que se estudió fue el mecanismo de oxigenación.

4.2.1. Consumo de cianuro durante el proceso de disolución de oro y de plata.

Esta prueba nos permitió determinar el consumo de cianuro de sodio, para ello se tomaron muestras periódicamente del proceso de lixiviación en botella, se titularon con nitrato de plata para conocer el cianuro libre en la solución y con base en este valor determinar el cianuro consumido. Este ejercicio se realizó para las granulometrías D_{80} 100 Ty y D_{80} 200 Ty en cada uno de los compost elaborados.

Los resultados obtenidos se presentan en las tablas 46 y 47 y se aprecian en las figuras 19 y 20.

TIEMPO (h)	CONSUMO DE NaCN (Kg/Ton. Mineral)					
	COMPOST					
	I	II	III	IV	V	VI
0	0	0	0	0	0	0
4	0,50	1,09	0,70	0,79	0,98	0,80
8	1,06	1,66	1,01	1,21	1,45	1,50
16	1,76	2,60	1,64	1,93	2,13	2,16
24	2,23	3,17	2,19	2,64	2,83	2,56

Tabla 46. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 100 Ty

TIEMPO (h)	CONSUMO DE NaCN (Kg/Ton. Mineral)					
	COMPOST					
	I	II	III	IV	V	VI
0	0	0	0	0	0	0
4	1,37	1,23	0,91	1,31	1,37	1,11
8	2,26	2,32	1,74	2,14	1,76	1,73
12	2,77	2,90	2,30	2,73	1,98	2,01
16	3,10	3,20	2,60	3,02	2,27	2,21
24	3,67	3,78	3,12	3,67	2,82	2,65

Tabla 47. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 200 Ty

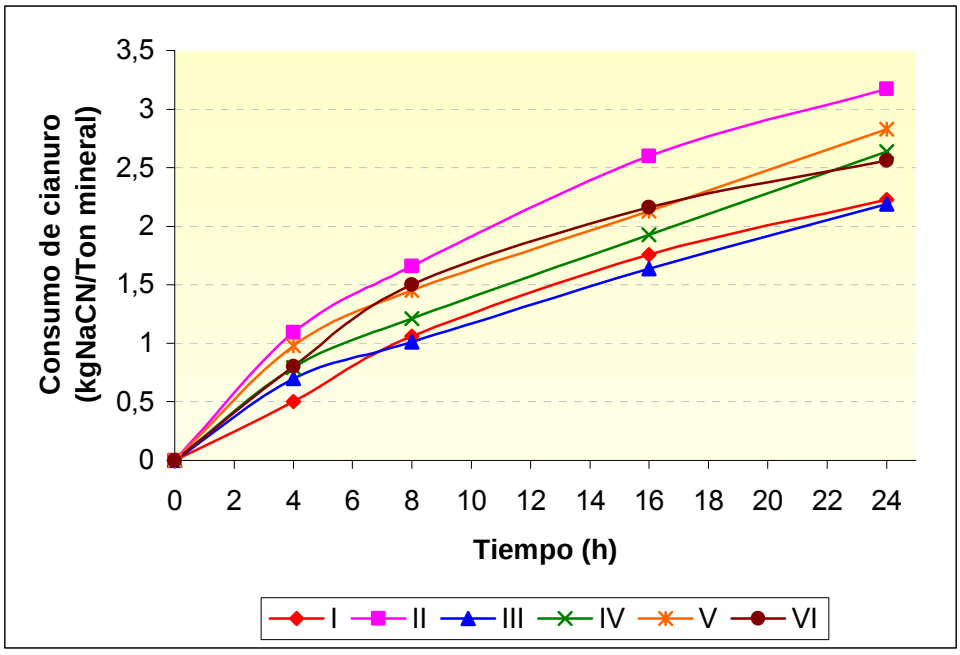

Figura 19. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 100 Ty

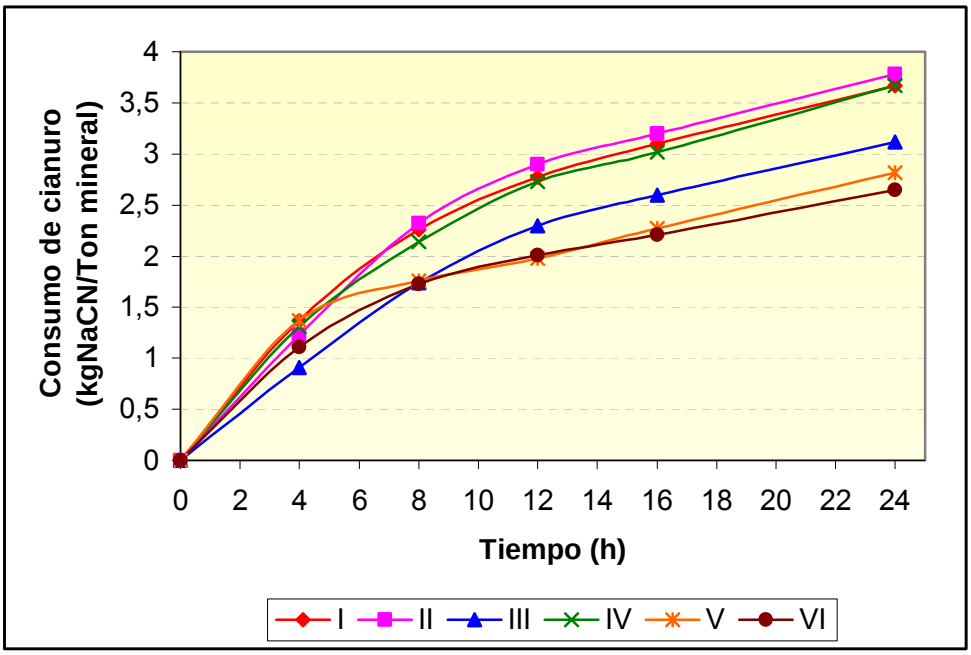

Figura 20. Consumo de NaCN a una granulometría D_{80} 200 Ty

De los resultados reportados en las tablas 46 y 47, se puede observar que los compost sulfurados (II y IV) son los que presentan mayor consumo de cianuro con respecto a los compost oxidados (I y III). Además se puede observar en las gráficas 19 y 20, que a una granulometría D_{80} 100 Ty se presenta un menor consumo de cianuro, esto se debe a que la disolución de oro es menor ya que la mayor cantidad de oro se encuentra en la fracción de finos, D_{80} 200 Ty.

4.2.2. Control químico de la disolución de Au y de Ag en las pruebas de cianuración.

El análisis de oro y de plata en las muestras líquidas se realizaron mediante las pruebas de cianuración en botella y cianuración diagnóstico empleando inicialmente un solvente orgánico (MIBK). Posteriormente se realizó la

prueba empleando patrones de cianuro. En los dos casos las muestras se analizaron por espectrofotometría de absorción atómica realizando varios ensayos buscando obtener reproducibilidad en los resultados.

4.2.2.1. Soluciones cianuradas preparadas con solventes orgánicos (MIBK). En esta etapa se realizaron las pruebas para la determinación de la concentración de muestras cianuradas empleando el método de extracción con solventes, utilizando MIBK como solución extractora y el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a λ=267,6nm y un Slit = 0,7. El procedimiento de la extracción con solventes orgánicos se muestra en el anexo 6.

En esta prueba se realizaron varias series de ensayos, y se prepararon muestras provenientes la cianuración en botella y la cianuración diagnóstico.

- **Cianuración en botella.** Se emplearon las muestras provenientes de la cianuración en botella para ser tratadas mediante el método de extracción con solventes. El procedimiento de la cianuración en botella se muestra en el anexo 7.

  - **ENSAYO 1.**

  ♣ **Determinación de oro.** Inicialmente empleamos dos patrones diferentes para comparar los resultados. Los valores de absorbancia de los patrones de oro se muestran en la Tabla 48. la Figura 21 muestra las curvas patrón obtenidas a partir de los valores de la Tabla48.

PATRONES(1)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,015	0,023	0,035	0,046
	0,014	0,02	0,036	0,049
	0,014	0,023	0,038	0,047
ABS. PROM.	0,0143	0,022	0,0363	0,0473

PATRONES(2)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,008	0,018	0,027	0,038
	0,008	0,017	0,025	0,038
	0,009	0,017	0,028	0,039
ABS. PROM.	0,0083	0,0173	0,0267	0,0383

Tabla 48. Valores absorbancia de los patrones de oro

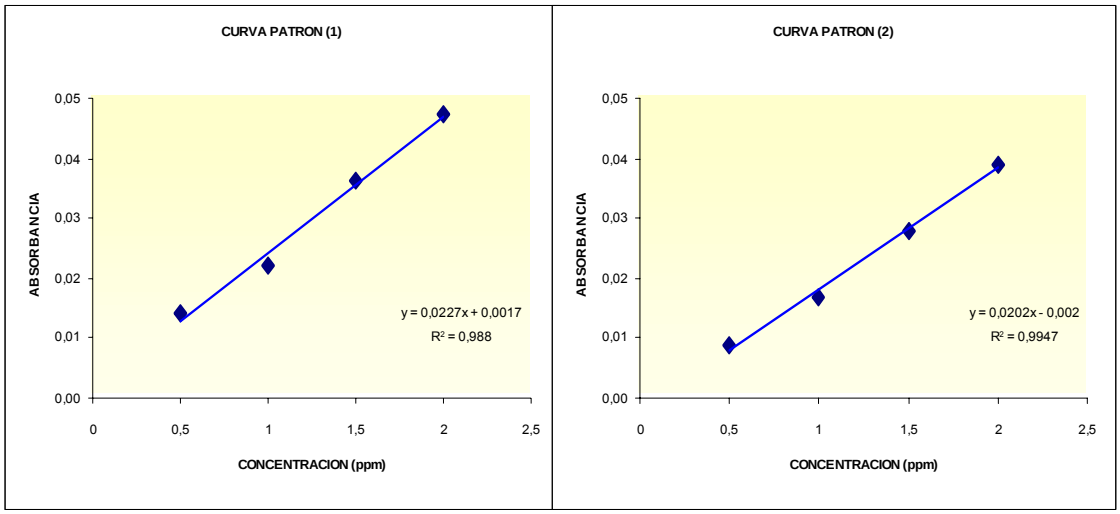

Figura 21. Curvas patrones para la determinación de oro

Una vez determinados los valores de absorbancia de los patrones y realizadas la gráficas patrón procedemos a determinar la concentración de oro en las diferentes muestras.

Los resultados obtenidos para cuatro diferentes muestras se presentan en la Tabla 49.

MUESTRAS	T. (h)	ABSORBANCIA			PROM.	CONC.1(ppm)	CONC.2(ppm)
C1	2	0,023	0,026	0,027	**0,0253**	**5,21**	**6,77**
	4	0,005	0,004	0,004	**0,0043**	**0,58**	**1,57**
	8	0,004	0,002	0,003	**0,0030**	**0,29**	**1,24**
	14	0,004	0,004	0,004	**0,0040**	**0,51**	**1,49**
	19	0,004	0,003	0,002	**0,0030**	**0,29**	**1,24**
	36	0,002	0,001	0,003	**0,0020**	**0,07**	**0,99**
	60	0,001	0,007	0,006	**0,0047**	**0,65**	**1,65**
C2	4	0,008	0,008	0,009	**0,0083**	**1,46**	**2,56**
	14	0,003	0,003	0,005	**0,0037**	**0,43**	**1,40**
	19	0,008	0,007	0,008	**0,0077**	**1,31**	**2,39**
	36	0,008	0,008	0,01	**0,0087**	**1,53**	**2,64**
	60	0,007	0,007	0,01	**0,0080**	**1,39**	**2,48**
C3	2	0,047	0,045	0,049	**0,0470**	**9,98**	**12,13**
	4	0,018	0,016	0,018	**0,0173**	**3,44**	**4,79**
	8	0,016	0,016	0,016	**0,0160**	**3,15**	**4,46**
	14	0,025	0,022	0,023	**0,0233**	**4,77**	**6,27**
	19	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**4,91**	**6,44**
	36	0,019	0,022	0,021	**0,0207**	**4,18**	**5,61**
	60	0,027	0,029	0,027	**0,0277**	**5,72**	**7,34**
C4	2	0,048	0,05	0,049	**0,0490**	**10,42**	**12,62**
	4	0,017	0,017	0,019	**0,0177**	**3,52**	**4,87**
	8	0,026	0,026	0,025	**0,0257**	**5,28**	**6,85**
	14	0,014	0,014	0,015	**0,0143**	**2,78**	**4,04**
	19	0,024	0,023	0,025	**0,0240**	**4,91**	**6,44**
	36	0,026	0,029	0,029	**0,0280**	**5,79**	**7,43**
	60	0,029	0,032	0,03	**0,0303**	**6,31**	**8,00**

Tabla 49. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

En el ensayo 1 se realizaron dos curvas patrón debido a la inestabilización del equipo de absorción atómica, ya que por ello no es posible estar seguro

de los resultados obtenidos, esto se evidencia en los resultados reportados en la tabla 49, en la cual se aprecia claramente que la mayoría de los resultados difieren apreciablemente.

El error más evidente es el que se presenta con la disminución de la concentración a medida que aumenta el tiempo de lixiviación, ya que en este proceso la concentración de oro en la solución debe aumentar con el tiempo y los resultados nos muestran lo contrario.

- **ENSAYO 2.**

♣ **Determinación de oro.** La Tabla 50 muestra los valores de absorbancia de los patrones de oro empleados en este ensayo. La Figura 22 muestra la curva patrón obtenida.

PATRONES	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0.006	0.014	0.022	0.034
	0.008	0.014	0.023	0.032
	0.009	0.013	0.024	0.035
ABS. PROM.	0.0077	0.0137	0.0230	0.0337

Tabla 50. Valores de absorbancia de los patrones de oro

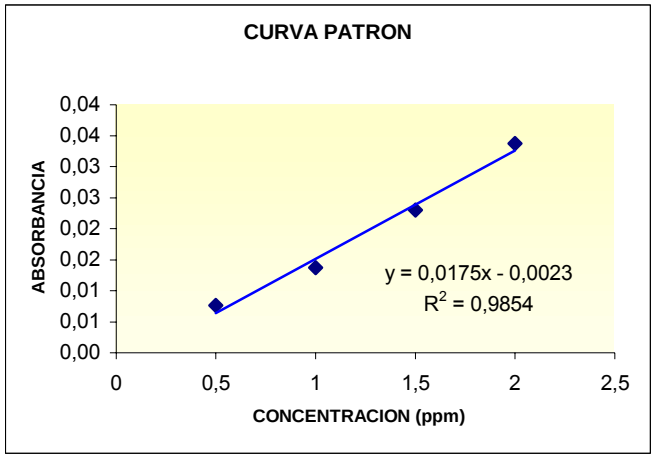

Figura 22. Curva patrón para la determinación de oro

Los datos obtenidos de absorbancia y concentración de oro en las diferentes muestras se reportan en la siguiente tabla.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.
C1	2	0,021	0,025	0,023	**0,023**	**7,229**
	4	0,004	0,008	0,007	**0,006**	**2,467**
	8	0,007	0,004	0,005	**0,005**	**2,181**
	14	0,006	0,005	0,003	**0,005**	**1,990**
C2	2	0,057	0,059	0,058	**0,058**	**17,229**
	4	0,011	0,011	0,009	**0,010**	**3,610**
	8	0,011	0,015	0,013	**0,013**	**4,371**
	14	0,011	0,011	0,009	**0,010**	**3,610**
C3	2	0,027	0,024	0,025	**0,025**	**7,895**
	4	0,011	0,013	0,013	**0,012**	**4,181**
	8	0,016	0,016	0,016	**0,016**	**5,229**
	14	0,012	0,012	0,011	**0,012**	**3,990**
C4	2	0,03	0,028	0,029	**0,029**	**8,943**
	4	0,018	0,02	0,018	**0,019**	**5,990**
	8	0,023	0,022	0,021	**0,022**	**6,943**
	14	0,014	0,016	0,012	**0,014**	**4,657**

Tabla 51. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

En el ensayo 2 se repitió la prueba bajo las mismas condiciones, el único parámetro que se vario fue el tiempo, ya que en el ensayo 1 los valores de concentración de oro permanecían casi constantes con el tiempo, por ello en el ensayo 2 se redujo el tiempo de lixiviación a 14 horas y se tomaron 4 muestras durante el ensayo.

Como se aprecia en la Tabla 51 los valores de concentración de oro nos muestran valores que no proporcionan seguridad, ya que los resultados obtenidos difieren de los resultados que arrojó el ensayo 1, por tal razón es prudente realizar otro ensayo para determinar si la técnica analítica es confiable o no.

Además en éste ensayo ocurre el mismo fenómeno que se presentó en el ensayo 1, ya que como se aprecia en la Tabla 51 los valores de concentración de oro disminuyen después de las primeras 2 horas de proceso en todas las muestras analizadas.

- **ENSAYO 3.** Este ensayo se desarrollo bajo las mismas condiciones de los ensayos anteriores, siendo el tiempo el único parámetro modificado, ya que la prueba se llevo a cabo por un periodo de 96 horas.

♣ **Determinación de oro.** Los resultados de absorbancia de los patrones y la curva patrón obtenida a partir de éstos, se aprecian en la Tabla 52 y la Figura 23 respectivamente.

PATRONES(1)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0.015	0.024	0.037	0.046
	0.016	0.023	0.036	0.047
	0.014	0.026	0.036	0.05
ABS. PROM.	0.0150	0.0243	0.0363	0.0477

Tabla 52. Valores de absorbancia de los patrones de oro

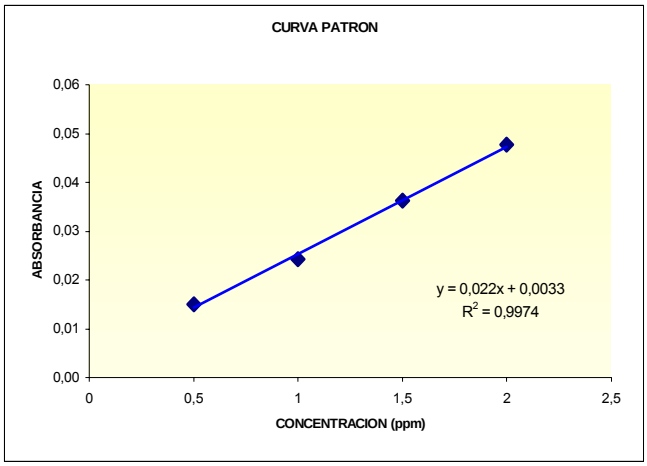

Figura 23. Curva patrón determinación de oro

Los datos obtenidos de absorbancia y concentración de oro se reportan en la Tabla 53.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.
C1	2	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,000**
	4	0,006	0,004	0,004	**0,0047**	**0,621**
	8	0,008	0,007	0,005	**0,0067**	**1,530**
	14	0,007	0,006	0,007	**0,0067**	**1,530**
	19	0,007	0,009	0,007	**0,0077**	**1,985**
	36	0,008	0,006	0,008	**0,0073**	**1,833**
	60	0,01	0,011	0,009	**0,0100**	**3,045**
	84	0,01	0,007	0,007	**0,0080**	**2,136**
	96	0,01	0,011	0,011	**0,0107**	**3,348**
C2	2	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**1,682**
	4	0,009	0,009	0,01	**0,0093**	**2,742**
	8	0,011	0,012	0,012	**0,0117**	**3,803**
	14	0,015	0,012	0,01	**0,0123**	**4,106**
	19	0,015	0,015	0,014	**0,0147**	**5,167**
	36	0,014	0,014	0,013	**0,0137**	**4,712**
	60	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**4,409**
	84	0,015	0,013	0,015	**0,0143**	**5,015**
	96	0,015	0,013	0,014	**0,0140**	**4,864**
C3	2	0,026	0,027	0,026	**0,0263**	**10,470**
	4	0,028	0,026	0,027	**0,0270**	**10,773**
	8	0,034	0,033	0,034	**0,0337**	**13,803**
	14	0,035	0,035	0,037	**0,0357**	**14,712**
	19	0,038	0,038	0,036	**0,0373**	**15,470**
	36	0,032	0,033	0,032	**0,0323**	**13,197**
	60	0,036	0,035	0,034	**0,0350**	**14,409**
	84	0,036	0,037	0,036	**0,0363**	**15,015**
	96	0,039	0,039	0,038	**0,0387**	**16,076**
C4	2	0,014	0,015	0,014	**0,0143**	**5,015**
	4	0,019	0,021	0,021	**0,0203**	**7,742**
	8	0,027	0,025	0,024	**0,0253**	**10,015**
	14	0,029	0,028	0,027	**0,0280**	**11,227**
	19	0,029	0,027	0,027	**0,0277**	**11,076**
	36	0,025	0,027	0,025	**0,0257**	**10,167**
	60	0,025	0,023	0,023	**0,0237**	**9,258**
	84	0,025	0,024	0,025	**0,0247**	**9,712**
	96	0,023	0,022	0,022	**0,0223**	**8,652**
C5	2	0,006	0,008	0,007	**0,0070**	**1,682**
	4	0,008	0,011	0,01	**0,0097**	**2,894**
	8	0,011	0,01	0,01	**0,0103**	**3,197**
	14	0,011	0,014	0,013	**0,0127**	**4,258**
	19	0,013	0,014	0,012	**0,0130**	**4,409**
	36	0,01	0,011	0,012	**0,0110**	**3,500**
	60	0,014	0,013	0,014	**0,0137**	**4,712**
	84	0,013	0,013	0,014	**0,0133**	**4,561**

CONTINUA HOJA SIGUIENTE

CONTINUA PAGINA ANTERIOR						
MUESTRAS	**TIEMPO (h)**	**ABSORBANCIA**			**PROMEDIO**	**CONCENT.**
C6	2	0	0	0	**0,0000**	**0,000**
	4	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**3,500**
	8	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**3,500**
	14	0,014	0,012	0,014	**0,0133**	**4,561**
	19	0,01	0,011	0,01	**0,0103**	**3,197**
	36	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**3,500**
	60	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**3,045**
	84	0,01	0,01	0,013	**0,0110**	**3,500**

Tabla 53. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

En la Tabla 53 podemos apreciar los resultados de absorbancia y concentración de oro de las muestras empleadas en el ensayo 3, en él se obtuvo una gran mejoría en los resultados, notando el aumento en la concentración de oro para cada muestra a medida que transcurre el tiempo de lixiviación lo cual evidencia el error que se presenta en los ensayos anteriores.

Para corroborar estos resultados se procedió a realizar un duplicado de la prueba empleando las muestras C3 y C4, y empleando además nuevos patrones. Los resultados obtenidos se presentan a continuación en la Tabla 54 y la respectiva curva patrón en la Figura 24.

PATRONES(1)	**0,5 ppm**	**1 ppm**	**1,5 ppm**	**2 ppm**
ABS.	0.011	0.021	0.03	0.042
	0.011	0.023	0.033	0.046
	0.012	0.022	0.029	0.044
ABS. PROM.	0.0113	0.0220	0.0307	0.0440

Tabla 54. Valores de absorbancia de los patrones de oro (Duplicado)

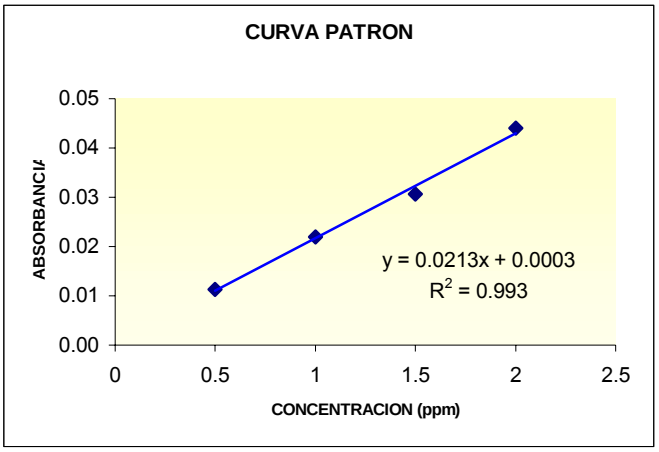

Figura 24. Curva patrón para la determinación de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.
C3	2	0,02	0,02	0,019	**0,0197**	**9,09**
	4	0,02	0,02	0,019	**0,0197**	**9,09**
	8	0,023	0,022	0,023	**0,0227**	**10,50**
	14	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**11,13**
	19	0,024	0,023	0,023	**0,0233**	**10,81**
	36	0,021	0,02	0,02	**0,0203**	**9,41**
	60	0,021	0,022	0,022	**0,0217**	**10,03**
	84	0,023	0,022	0,02	**0,0217**	**10,03**
	96	0,02	0,02	0,019	**0,0197**	**9,09**
C4	2	0,023	0,024	0,023	**0,0233**	**10,81**
	4	0,029	0,03	0,028	**0,0290**	**13,47**
	8	0,031	0,029	0,031	**0,0303**	**14,10**
	14	0,031	0,029	0,031	**0,0303**	**14,10**
	19	0,032	0,03	0,032	**0,0313**	**14,57**
	36	0,026	0,026	0,028	**0,0267**	**12,38**
	60	0,026	0,025	0,026	**0,0257**	**11,91**
	96	0,025	0,026	0,025	**0,0253**	**11,75**

Tabla 55. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado)

Como se aprecia en la Tabla 55, los resultados obtenidos en el duplicado para la concentración de oro no concuerdan con los datos obtenidos originalmente, y se aprecian diferencias considerables que no permiten confiar en los resultados, y además, no es posible confiar en la técnica, pues los resultados así lo indican.

- **Cianuración diagnostico.**

  - **ENSAYO 1.** Se procedió a realizar los análisis de las muestras provenientes de la cianuración diagnóstico mediante el mismo método, extracción con solventes (MIBK).

  ♣ **Determinación de oro.** En este análisis también se procedió de la misma manera que en la cianuración en botella, se emplearon inicialmente dos patrones para comparar la reproducibilidad de los resultados. Se empleó el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a λ=267,6nm y un Slit = 0,7. El procedimiento de la cianuración diagnóstico se muestra en el anexo 8.

Los resultados obtenidos fueron los consignados en la Tabla 56, con los cuales se elaboró las curvas patrón de la Figura 25.

PATRONES(1)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,006	0,014	0,022	0,034
	0,008	0,014	0,023	0,032
	0,009	0,013	0,024	0,035
ABS. PROM.	0,0077	0,0137	0,0230	0,0337

PATRONES(2)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,015	0,023	0,035	0,046
	0,014	0,02	0,036	0,049
	0,014	0,023	0,038	0,047
ABS. PROM.	0,0143	0,022	0,0363	0,0473

Tabla 56. Valores de absorbancia de los patrones de oro

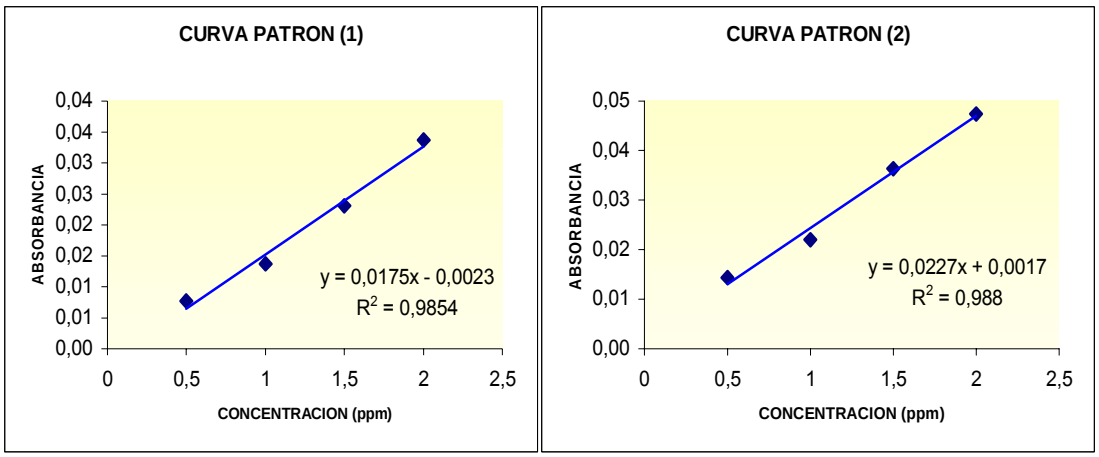

Figura 25. Curvas patrones para la determinación de oro

MUESTRAS	T (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONC.1(ppm)	CONC.2(ppm)
C1	½	0	0	0	**0,0000**	**0,000**	**0,00**
	1½	0,004	0,005	0,006	**0,0050**	**2,086**	**0,73**
	3	0,005	0,007	0,006	**0,0060**	**2,371**	**0,95**
	4	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**1,514**	**0,29**
C2	½	0,039	0,039	0,038	**0,0387**	**11,705**	**8,14**
	1½	0,002	0,003	0,003	**0,0027**	**1,419**	**0,21**
	3	0,013	0,01	0,012	**0,0117**	**3,990**	**2,20**
	4	0,01	0,008	0,009	**0,0090**	**3,229**	**1,61**
C3	½	0,051	0,05	0,05	**0,0503**	**15,038**	**10,71**
	1½	0,016	0,017	0,019	**0,0173**	**5,610**	**3,44**
	3	0,017	0,017	0,017	**0,0170**	**5,514**	**3,37**
	4	0,016	0,016	0,014	**0,0153**	**5,038**	**3,00**
C4	½	0,04	0,04	0,038	**0,0393**	**11,895**	**8,29**
	1½	0,006	0,005	0,006	**0,0057**	**2,276**	**0,87**
	3	0,005	0,005	0,006	**0,0053**	**2,181**	**0,80**
	4	0,01	0,01	0,011	**0,0103**	**3,610**	**1,90**
C5	½	0,044	0,045	0,042	**0,0437**	**13,133**	**9,24**
	1½	0,007	0,006	0,008	**0,0070**	**2,657**	**1,17**
	3	0,017	0,017	0,017	**0,0170**	**5,514**	**3,37**
	4	0,01	0,01	0,009	**0,0097**	**3,419**	**1,75**
C6	½	0,041	0,044	0,043	**0,0427**	**12,848**	**9,02**
	1½	0,005	0,007	0,007	**0,0063**	**2,467**	**1,02**
	3	0,002	0,002	0,002	**0,0020**	**1,229**	**0,07**
	4	0,006	0,007	0,007	**0,0067**	**2,562**	**1,09**

Tabla 57. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

En la tabla 57 se observa que los resultados obtenidos para la concentración de oro en las diferentes muestras provenientes de la cianuración diagnostico difieren unos de otros, al igual que los datos obtenidos para la cianuración en botella. Lo cual nos hace dudar del método. Además de la diferencia de resultados, también se observa la disminución en la concentración de las muestras a medida que transcurre el tiempo de lixiviación, esto nos permite desconfiar de la técnica empleada.

Se realizaron otros ensayos para determinar de esta manera si se podría tener confianza en el método de extracción con solventes, y además esperando la reproducibilidad de resultados.

- **ENSAYO 2.** Durante este ensayo el único parámetro que se modificó fue el tiempo, y la prueba se prolongó durante un periodo de 24 horas.

♣ **Determinación de oro.** Al igual que el ensayo anterior se procedió de la misma manera, empleando dos patrones y el equipo de absorción atómica Perkin Elmer bajo las mismas condiciones.

Los datos obtenidos para los patrones empleados se presentan en la Tabla 58 y en la Figura 26 podemos apreciar la curva patrón obtenida.

PATRONES(1)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,015	0,023	0,037	0,045
	0,016	0,026	0,038	0,047
	0,014	0,026	0,039	0,043
ABS. PROM.	0,0150	0,0250	0,0380	0,0450

PATRONES(2)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,015	0,03	0,045	0,061
	0,014	0,033	0,044	0,061
	0,016	0,033	0,046	0,058
ABS. PROM.	0,0150	0,0320	0,0450	0,0600

Tabla 58. Valores de absorbancia de los patrones de oro

A continuación se presentan las gráficas correspondientes.

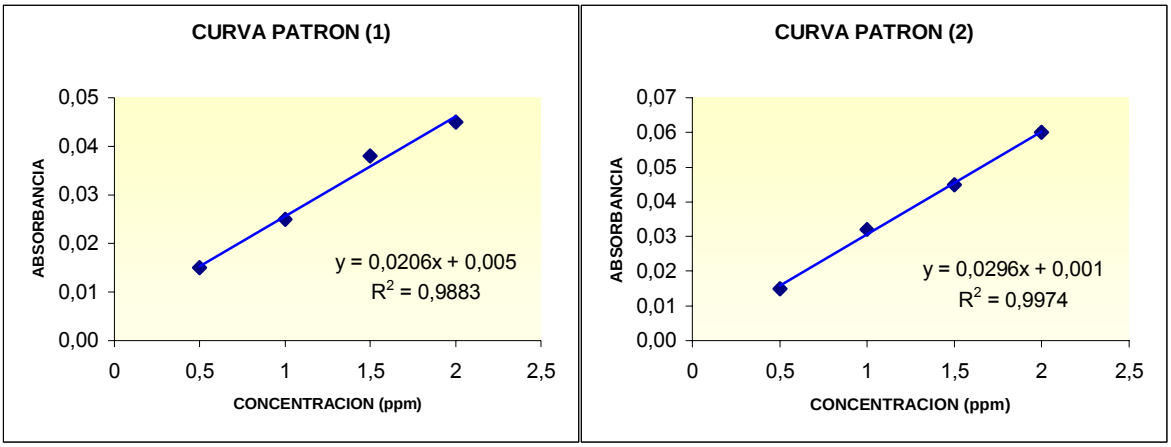

Figura 26. Curvas patrones para la determinación de oro

Los resultados obtenidos de absorbancia y concentración se presentan en la Tabla 59.

MUESTRAS	T. (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONC.1(ppm)	CONC.2(ppm)
C1	½	0,002	0,003	0,002	**0,0023**	**0,00**	**0,45**
	2	0,005	0,006	0,006	**0,0057**	**0,32**	**1,58**
	3	0,007	0,006	0,006	**0,0063**	**0,65**	**1,80**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,49**	**1,69**
	5	0,008	0,008	0,007	**0,0077**	**1,29**	**2,25**
	6	0,005	0,005	0,005	**0,0050**	**0,00**	**1,35**
	8	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,00**	**0,68**
	10	0,006	0,007	0,007	**0,0067**	**0,81**	**1,91**
	12	0,008	0,009	0,007	**0,0080**	**1,46**	**2,36**
	16	0,009	0,009	0,009	**0,0090**	**1,94**	**2,70**
	20	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,49**	**1,69**
	24	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,49**	**1,69**
C2	½	0,006	0,008	0,007	**0,0070**	**0,97**	**2,03**
	2	0,008	0,009	0,01	**0,0090**	**1,94**	**2,70**
	3	0,012	0,011	0,009	**0,0107**	**2,75**	**3,27**
	4	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**2,91**	**3,38**
	5	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**3,40**	**3,72**
	6	0,012	0,011	0,013	**0,0120**	**3,40**	**3,72**
	8	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**3,40**	**3,72**
	10	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**2,91**	**3,38**
	12	0,01	0,011	0,012	**0,0110**	**2,91**	**3,38**
	16	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**2,91**	**3,38**
	20	0,009	0,009	0,009	**0,0090**	**1,94**	**2,70**
	24	0,009	0,01	0,01	**0,0097**	**2,27**	**2,93**
C3	½	0,022	0,02	0,021	**0,0210**	**7,767**	**6,76**
	1½	0,029	0,03	0,032	**0,0303**	**12,30**	**9,91**
	3	0,038	0,036	0,036	**0,0367**	**15,37**	**12,05**
	4	0,029	0,028	0,03	**0,0290**	**11,65**	**9,46**
	5	0,027	0,029	0,027	**0,0277**	**11,00**	**9,01**
	6	0,029	0,027	0,028	**0,0280**	**11,17**	**9,12**
	8	0,02	0,021	0,022	**0,0210**	**7,77**	**6,76**
	10	0,018	0,016	0,018	**0,0173**	**5,99**	**5,52**
	12	0,013	0,014	0,014	**0,0137**	**4,21**	**4,28**
	16	0,014	0,014	0,014	**0,0140**	**4,37**	**4,39**
	20	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**2,91**	**3,38**
	24	0,012	0,013	0,013	**0,0127**	**3,72**	**3,94**
C4	½	0,008	0,008	0,008	**0,0080**	**1,46**	**2,36**
	1½	0,014	0,015	0,015	**0,0147**	**4,69**	**4,62**
	3	0,022	0,022	0,022	**0,0220**	**8,25**	**7,09**
	4	0,024	0,024	0,022	**0,0233**	**8,90**	**7,55**
	5	0,024	0,0024	0,024	**0,0168**	**5,73**	**5,34**
	6	0,024	0,026	0,026	**0,0253**	**9,87**	**8,22**
	8	0,024	0,025	0,025	**0,0247**	**9,55**	**8,00**
	10	0,024	0,024	0,023	**0,0237**	**9,06**	**7,66**
	12	0,021	0,021	0,021	**0,0210**	**7,77**	**6,76**
	16	0,019	0,019	0,019	**0,0190**	**6,80**	**6,08**
	20	0,017	0,019	0,018	**0,0180**	**6,31**	**5,74**
	24	0,017	0,017	0,017	**0,0170**	**5,83**	**5,41**

CONTINUA PAGINA SIGUIENTE

CONTINUA PAGINA ANTERIOR							
MUESTRAS	**T. (h)**	**ABSORBANCIA**			**PROMEDIO**	**CONC.1(ppm)**	**CONC.2(ppm)**
C5	½	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,49**	**1,69**
	1½	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,97**	**2,03**
	3	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**3,40**	**3,72**
	4	0,014	0,014	0,012	**0,0133**	**4,05**	**4,17**
	5	0,015	0,013	0,017	**0,0150**	**4,85**	**4,73**
	6	0,014	0,013	0,012	**0,0130**	**3,88**	**4,05**
	8	0,013	0,014	0,013	**0,0133**	**4,05**	**4,17**
	10	0,013	0,014	0,012	**0,0130**	**3,88**	**4,05**
	12	0,009	0,011	0,01	**0,0100**	**2,43**	**3,04**
	16	0,009	0,01	0,01	**0,0097**	**2,27**	**2,93**
	20	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**2,43**	**3,04**
	24	0,01	0,009	0,009	**0,0093**	**2,10**	**2,82**

Tabla 59. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

Como se observa en la Tabla 59, se hizo un seguimiento más continuo del proceso de lixiviación, tomando muestras durante 24 horas, cada cierto tiempo preestablecido.

De la Tabla 59 podemos apreciar también que los valores de concentración, tuvieron cierto grado de similitud, a diferencia del ensayo anterior, donde los resultados de la concentración fueron menos precisos, pero, los resultados no están de acuerdo con lo esperado en el proceso de lixiviación ya que para todos los ensayos, la concentración de oro en las muestras analizadas disminuyó conforme transcurrió el proceso, este hecho nos hace pensar en la presencia de posibles interferencias que afectan el proceso de disolución de oro en la solución cianurada.

- **ENSAYO 3.**

♣ **Determinación de oro.** En este ensayo se analizaron varias muestras, cada una de ellas por duplicado, para observar el grado de precisión entre cada una de las concentraciones reportadas.

PATRONES(1)	0,5 ppm	1 ppm	1,5 ppm	2 ppm
ABS.	0,019	0,032	0,047	0,06
	0,019	0,031	0,048	0,062
	0,019	0,033	0,049	0,064
ABS. PROM.	0,0190	0,0320	0,0480	0,0620

Tabla 60. Valores de absorbancia de los patrones de oro

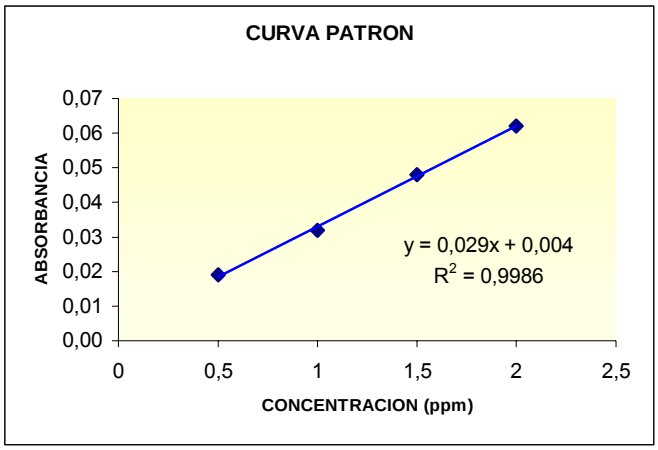

Figura 27. Curva patrón para la determinación de oro

La Tabla 60 y la Figura 27, muestran los valores de absorbancia de los patrones y la curva patrón respectivamente.

Los datos obtenidos para la concentración y absorbancia de las muestras se reportan en las tablas 61 y 62.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.
C1	4	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**1,03**
	8	0,008	0,008	0,009	**0,0083**	**1,49**
	16	0,006	0,007	0,007	**0,0067**	**0,92**
	24	0,008	0,007	0,007	**0,0073**	**1,15**
C2	4	0,011	0,011	0,012	**0,0113**	**2,53**
	8	0,014	0,016	0,013	**0,0143**	**3,56**
	16	0,016	0,014	0,015	**0,0150**	**3,79**
	24	0,015	0,015	0,015	**0,0150**	**3,79**
C3	4	0,033	0,033	0,031	**0,0323**	**9,77**
	8	0,033	0,034	0,033	**0,0333**	**10,11**
	16	0,035	0,033	0,033	**0,0337**	**10,23**
	24	0,034	0,033	0,033	**0,0333**	**10,11**
C4	4	0,04	0,04	0,041	**0,0403**	**12,53**
	8	0,042	0,041	0,042	**0,0417**	**12,99**
	16	0,044	0,042	0,042	**0,0427**	**13,33**
	24	0,04	0,041	0,041	**0,0407**	**12,64**
C5	4	0,019	0,02	0,019	**0,0193**	**5,29**
	8	0,02	0,02	0,02	**0,0200**	**5,52**
	16	0,021	0,021	0,021	**0,0210**	**5,86**
	24	0,02	0,021	0,02	**0,0203**	**5,63**
C6	4	0,013	0,014	0,013	**0,0133**	**3,22**
	8	0,012	0,013	0,014	**0,0130**	**3,10**
	16	0,011	0,012	0,015	**0,0127**	**2,99**
	24	0,013	0,012	0,012	**0,0123**	**2,87**

Tabla 61. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.
C1	4	0,005	0,007	0,007	**0,0063**	**0,80**
	8	0,006	0,007	0,006	**0,0063**	**0,80**
	16	0,006	0,007	0,006	**0,0063**	**0,80**
	24	0,007	0,005	0,006	**0,0060**	**0,69**
C2	4	0,015	0,016	0,015	**0,0153**	**3,91**
	8	0,014	0,015	0,015	**0,0147**	**3,68**
	16	0,016	0,013	0,013	**0,0140**	**3,45**
	24	0,015	0,016	0,013	**0,0147**	**3,68**
C3	4	0,032	0,032	0,031	**0,0317**	**9,54**
	8	0,035	0,034	0,035	**0,0347**	**10,57**
	16	0,034	0,033	0,033	**0,0333**	**10,11**
	24	0,034	0,033	0,033	**0,0333**	**10,11**
C4	4	0,042	0,041	0,041	**0,0413**	**12,87**
	8	0,041	0,041	0,041	**0,0410**	**12,76**
	16	0,04	0,04	0,042	**0,0407**	**12,64**
	24	0,04	0,04	0,038	**0,0393**	**12,18**
C5	4	0,019	0,02	0,019	**0,0193**	**5,29**
	8	0,023	0,023	0,023	**0,0230**	**6,55**
	16	0,023	0,023	0,023	**0,0230**	**6,55**
	24	0,022	0,023	0,023	**0,0227**	**6,44**

Tabla 62. Valores de absorbancia y concentración de Au en muestras con MIBK (Duplicado)

Como se aprecia en los datos reportados para la concentración de oro en las dos tablas 61 y 62, en este ensayo, se logró obtener una replica de la experiencia con un alto grado de similitud; la gran diferencia en relación a los ensayos anteriores consistió, en el tiempo de toma de las muestras, ya que en esta experiencia las muestras fueron tomadas de manera más espaciada durante un periodo de 24 horas.

A pesar de ello, y aunque los resultados que arrojó el ensayo fueron bastante confiables, podemos observar en las tablas 61 y 62 que la concentración de oro, determinada para las diferentes muestras permanecen casi constantes con el transcurso del tiempo lo cual hace evidente la presencia de agentes

externos que imposibilitan la disolución del oro en la solución cianurada o la ineficiencia de la técnica de extracción mediante solventes orgánicos.

Haciendo un análisis de manera general del método de extracción con solventes, a partir de los datos obtenidos en todos los ensayos, pudimos comprobar el bajo grado de confiabilidad que ofrece, pues no se observa reproducibilidad en los resultados, salvo en el ensayo tres de la lixiviación diagnóstico, además, se presentan otro tipo de problema como son, la dificultad en la estabilización del equipo de absorción atómica en el momento de analizar las muestras y el bajo rango de linealidad que presenta la gráfica patrón, lo cual hace más arduo el análisis, ocasionando una pérdida considerable de tiempo ya que se deben realizar las diluciones a cada una de las muestras para lograr que éstas no se salgan del rango de la curva que ofrece la mayor confiabilidad.

Por lo tanto se consideró este método de análisis muy engorroso, debido a la cantidad de tiempo que se debe emplear en la preparación y análisis de la muestra y la baja confiabilidad que nos proporciona.

4.2.2.2. Análisis de muestras cianuradas por A.A. empleando patrones cianurados.

Una vez descartado el análisis de muestras cianuradas mediante la extracción con solventes orgánicos, se empleo el análisis de muestras cianuradas por espectrofotometría de absorción atómica utilizando patrones cianurados. En la preparación de dichos patrones se empleó una solución cianurada de 1000 ppm, luego se median volúmenes de 50 ml en varios balones aforados y se le adicionaba a cada uno la cantidad requerida de patrón de oro de 1000 ppm para obtener patrones entre 1 y 15 ppm.

El procedimiento empleado para el análisis de muestras cianuradas mediante el empleo de patrones cianurados por absorción atómica se presenta detalladamente en el anexo 9.

Inicialmente para esta etapa del proyecto se realizaron varias pruebas preliminares que nos permitieron determinar la linealidad del método, el límite de cuantificación, límite de detección de los equipos, para de esta manera estar más seguros del análisis y de los resultados obtenidos.

A continuación se muestra los resultados obtenidos en estas pruebas preliminares.

- **Adición estándar.**

Este método implica la adición de uno o más incrementos del mismo tamaño de la solución estándar a las alícuotas de la muestra. Es un trabajo previo para la preparación de materiales estándar.

A continuación se presentan los resultados para los dos equipos de absorción atómica que posee el laboratorio y a diferentes longitudes de onda.

- **Equipo Buck Scientific.** En este ensayo las condiciones del equipo fueron una longitud de onda λ=242,8nm y el Slit= 0,7, la muestra empleada fue la C4 diluida 1:1. Los valores reportados por el equipo se consignan en la Tabla 63.

VALOR	Blanco C4	C4+1ppmAu	C4+2ppmAu	C4+3ppmAu	C4+4ppmAu	C4+5ppmAu
ABS.	0,2178	0,2382	0,2504	0,2788	0,3006	0,3287
	0,2159	0,2374	0,2503	0,2748	0,2961	0,3304
	0,214	0,2355	0,2548	0,2734	0,2982	0,332
	0,2145	0,2364	0,2576	0,27	0,2965	0,334
	0,2102	0,2375	0,2562	0,2725	0,3032	0,3306
	0,2097	0,2387	0,2572	0,2728	0,3182	0,3244
	0,209	0,2406	0,2557	0,2739	0,3132	0,3269
	0,2095	0,2394	0,2563	0,2732	0,3163	0,3276
	0,2103	0,2403	0,2561	0,2764	0,3178	0,3239
	0,2094	0,2385	0,2563	0,2751	0,3089	0,3297
	0,2118		0,257	0,2781	0,3118	0,3244
	0,2138			0,2714	0,3089	0,328
	0,2123				0,3058	0,3276
PROMEDIO	**0,2122**	**0,2383**	**0,2564**	**0,2742**	**0,3073**	**0,3283**

Tabla 63. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=242,8nm

En la Figura 28 podemos observar la linealidad que presenta el método de adición estándar empleándole equipo de absorción atómica Buck Scientific a una longitud de onda λ=242,8nm.

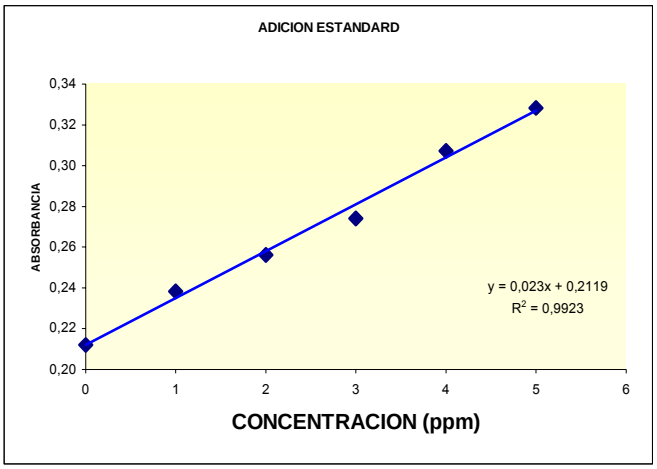

Figura 28. Adición estándar equipo Buck Scientific λ=242,8nm

Se realizó otra prueba de adición estándar, en ella se vario la longitud de onda en el equipo, empleando una longitud de onda λ=267,6nm; el resto de parámetros permanecieron constantes. Los resultados obtenidos se reportan en la Tabla 64. La Figura 29 corresponde a los datos consignados en la Tabla 64.

VALOR	Blanco C4	C4+1ppmAu	C4+2ppmAu	C4+3ppmAu	C4+4ppmAu	C4+5ppmAu
ABS.	0,1351	0,1498	0,1526	0,1755	0,1932	0,2005
	0,1343	0,1513	0,1531	0,1768	0,1942	0,2022
	0,131	0,1521	0,1535	0,1812	0,1931	0,2028
	0,1329	0,149	0,1528	0,1787	0,1911	0,2045
	0,1325	0,1472	0,1549	0,1786	0,1898	0,2063
	0,1325	0,1403	0,1651	0,1759	0,192	0,2034
	0,1319	0,1448	0,1629	0,176	0,1918	0,208
	0,1324	0,1413	0,1629	0,175	0,1899	0,2038
	0,1303	0,1457	0,1651	0,1792	0,1893	0,206
	0,1321	0,1443	0,1621	0,1776	0,1885	
PROMEDIO	**0,1325**	**0,1466**	**0,1585**	**0,1775**	**0,1913**	0,2042

Tabla 64. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=267,6nm

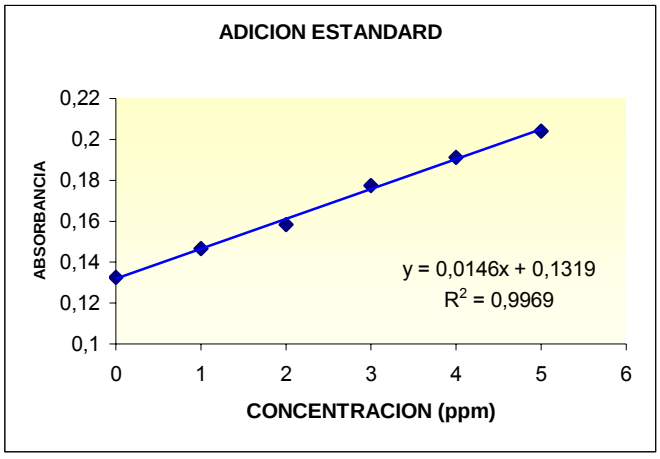

Figura 29. Adición estándar equipo Buck Scientific λ= 267,6nm

De las figuras 28 y 29 podemos apreciar claramente que, el mayor factor de correlación R^2 se presenta cuando el equipo de absorción atómica se trabaja a una longitud de onda λ= 267,6nm; esto significa que bajo estas condiciones se presenta una mayor linealidad, lo que nos proporciona mayor precisión en los resultados al momento de analizar muestras con concentraciones desconocidas.

- **Equipo Perkin Elmer.** Para esta prueba las condiciones del equipo fueron una longitud de onda λ=242,8nm y el Slit= 0,7, la muestra empleada fue la C4 diluida 1:1. La Tabla 65 reporta los datos de absorbancia y concentración de las diferentes adiciones, los cuales se emplearon para elaborar la Figura 30.

VALOR	Blanco C4	C4+1ppmAu	C4+2ppmAu	C4+3ppmAu	C4+4ppmAu	C4+5ppmAu
ABS.	0,098	0,106	0,118	0,13	0,138	0,153
	0,098	0,106	0,119	0,129	0,139	0,153
	0,099	0,106	0,119	0,128	0,142	0,151
	0,098	0,107	0,118	0,129	0,141	0,152
	0,097	0,107	0,117	0,129	0,139	0,152
	0,099	0,107	0,117	0,129	0,142	0,153
	0,098	0,105	0,118	0,13	0,142	0,153
	0,098	0,105	0,119	0,127	0,141	0,154
	0,098	0,107	0,12	0,128	0,14	0,153
	0,099	0,106	0,118	0,129	0,139	0,152
PROMEDIO	**0,0982**	**0,1062**	**0,1183**	**0,1288**	**0,1403**	**0,1526**

Tabla 65. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=242,8nm

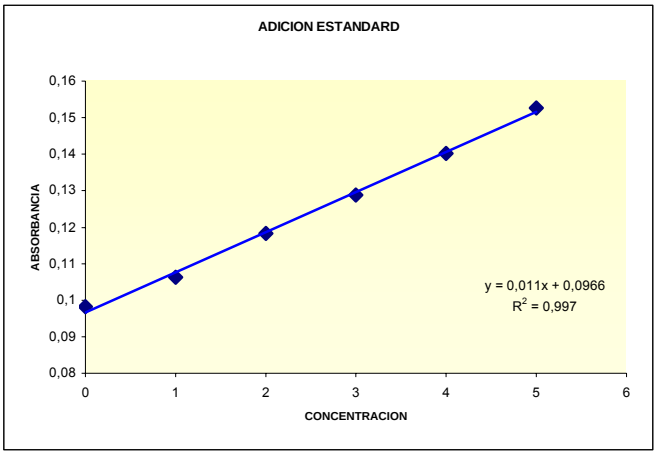

Figura 30. Adición estándar equipo Perkin Elmer λ=242,8nm

De igual manera se realizó otra prueba de adición estándar, en ella se vario la longitud de onda del equipo, empleando λ=267,6nm; sin variar los demás parámetros. Los resultados obtenidos se reportan en la Tabla 66 y la Figura 31 respectivamente.

VALOR	Blanco C4	C4+1ppmAu	C4+2ppmAu	C4+3ppmAu	C4+4ppmAu	C4+5ppmAu
ABS.	0,053	0,065	0,07	0,076	0,084	0,092
	0,055	0,065	0,069	0,076	0,084	0,091
	0,057	0,064	0,07	0,076	0,083	0,09
	0,055	0,064	0,069	0,077	0,083	0,092
	0,055	0,065	0,07	0,075	0,083	0,09
	0,055	0,064	0,069	0,076	0,082	0,09
	0,054	0,065	0,071	0,078	0,084	0,089
	0,055	0,065	0,07	0,076	0,082	0,089
	0,055	0,064	0,07	0,076	0,083	0,091
	0,055	0,065	0,07	0,076	0,083	0,09
PROMEDIO	**0,0549**	**0,0646**	**0,0698**	**0,0762**	**0,0831**	**0,0904**

Tabla 66. Resultados de absorbancia adición estándar muestra C4 λ=267,6nm

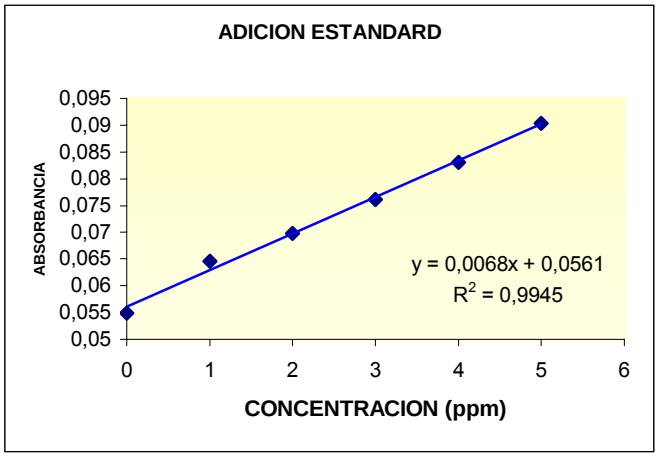

Figura 31. Adición estándar equipo Perkin Elmer λ=267,6nm

Como se aprecia en las Figuras 30 y 31, para el equipo Perkin Elmer presenta una mayor linealidad y factor de correlación R^2, a una longitud de onda λ=242,8nm.

Todo esto nos permite concluir que las mejores condiciones de operación de los equipos se presentan cuando se trabaja a una longitud de onda λ=267,6nm, para el equipo de absorción atómica Buck Scientific y λ=242,8nm para el equipo Perkin Elmer.

- **Linealidad del método.**

Se realizó esta prueba preparando patrones desde 0,3 hasta 15 ppm con el fin de determinar de que manera se afecta la linealidad con el aumento de la concentración de las muestras patrones y además con el objetivo de que las concentraciones de las muestras problema caigan en este rango evitando así la realización de diluciones, las cuales conllevan a error. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 67, la Figura 32 nos muestra la gráfica correspondiente.

0,3ppm Au	1ppm Au	2ppm Au	3ppm Au	4ppm Au	5ppm Au	6ppm Au	7ppm Au	10ppm Au	12,5ppm Au	15ppm Au
0,0119	0,0395	0,0716	0,1095	0,1415	0,1716	0,2109	0,2447	0,3384	0,4042	0,4866
0,0125	0,0401	0,0721	0,1084	0,1416	0,1747	0,2113	0,2435	0,3375	0,4026	0,4886
0,0123	0,04	0,072	0,1086	0,1416	0,1726	0,211	0,245	0,3376	0,4024	0,488
0,0118	0,0402	0,0723	0,1083	0,1415	0,176	0,2122	0,2433	0,3373	0,4013	0,4873
0,0116	0,0406	0,0732	0,1099	0,1416	0,1756	0,2112	0,2454	0,3342	0,3994	0,4876
0,0126	0,0398	0,0734	0,1123	0,1404	0,1777	0,2117	0,244	0,3321	0,405	0,4968
0,0123	0,0403	0,0742	0,1118	0,1393	0,1759	0,2115	0,244	0,3342	0,4013	0,493
0,0124	0,0408	0,0744	0,1101	0,1402	0,1756	0,2137	0,2454	0,3359	0,4018	0,495
0,0126	0,041	0,0748	0,1115	0,1396	0,1755	0,2133	0,2423	0,3334	0,4062	0,4942
0,0122	**0,0403**	**0,0731**	**0,1100**	**0,1408**	**0,1750**	**0,2119**	**0,2442**	**0,3356**	**0,4027**	**0,4908**

Tabla 67. Valores de absorbancia patrones de oro Buck Scientific λ=242,8nm

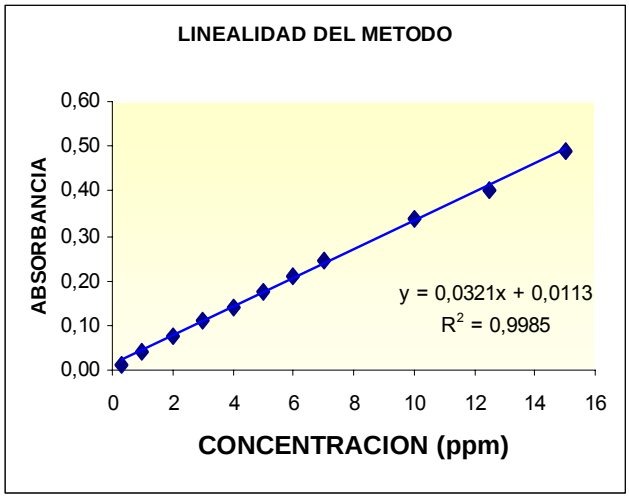

Figura 32. Linealidad del método equipo Buck Scientific λ=242,8nm

0,3ppm Au	1ppm Au	2ppm Au	3ppm Au	4ppm Au	5ppm Au	6ppm Au	7ppm Au	10ppm Au	12,5ppm Au	15ppm Au
0,0081	0,0231	0,043	0,0648	0,0845	0,1043	0,1251	0,1464	0,2037	0,2433	0,2928
0,0073	0,0229	0,0423	0,0649	0,0852	0,103	0,1256	0,1465	0,2038	0,2437	0,2939
0,0076	0,0232	0,042	0,0647	0,0839	0,1028	0,1232	0,1456	0,2048	0,2426	0,2938
0,0076	0,0233	0,0419	0,0641	0,0827	0,1026	0,1254	0,1468	0,2038	0,2447	0,2941
	0,0225	0,0425	0,0648	0,0825	0,1036	0,1248	0,1462	0,2045	0,2428	0,2937
	0,0226	0,0449	0,0633	0,0844	0,1045	0,126	0,1452	0,2054	0,2447	0,2924
	0,0229	0,0446	0,0625	0,0842	0,1037	0,1266	0,145	0,2041	0,2461	0,2944
	0,0235	0,0434	0,0621	0,085	0,1039	0,1258	0,1451	0,2021	0,2449	0,2956
	0,0233	0,0432	0,0634	0,0853	0,1044	0,1262	0,1457	0,2035	0,2455	0,2942
	0,0232	0,0448	0,0639	0,0852	0,1041		0,145	0,2033	0,2468	0,2944
0,0077	**0,0231**	**0,0433**	**0,0639**	**0,0843**	**0,1037**	**0,1255**	**0,1458**	**0,2039**	**0,2445**	**0,2939**

Tabla 68. Valores de absorbancia patrones de oro Buck Scientific λ=267,6nm

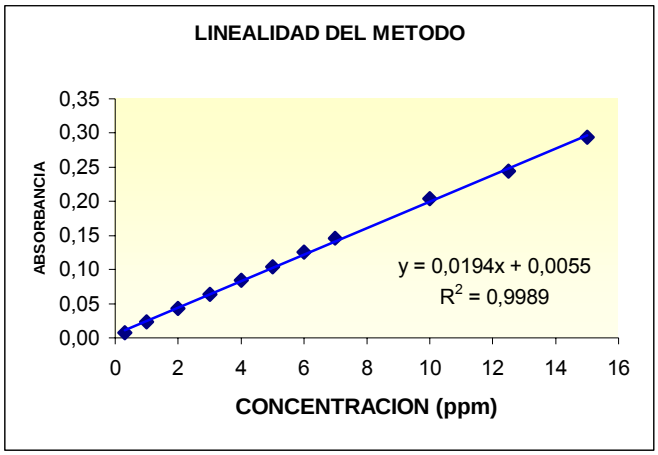

Figura 33. Linealidad del método equipo Buck Scientific λ=267,6nm

Podemos observar claramente en las figuras 32 y 33, la alta linealidad que presenta el análisis con el empleo de patrones cianurados, logrando factores de correlación R2 = 0.9985 para una longitud de onda λ=242,8nm y R2 = 0.9989 para λ=267,6nm. Como se aprecia no existe una diferencia significativa entre los dos valores obtenidos, lo que nos permite emplear

indistintamente cualquiera de las longitudes de onda durante el análisis de las muestras problema.

- **Determinación del límite de detección y cuantificación.**

Se realizó esta prueba para determinar el límite de detección y cuantificación del equipo de absorción atómica Buck Scientific.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 69 y la Figura 34.

PATRON (ppm)	ABS. PROM.
0	0
1	0,004
2,5	0,01
5	0,0183
7,5	0,0283
10	0,039
12,5	0,0486

Tabla 69. Absorbancia promedio patrones de oro

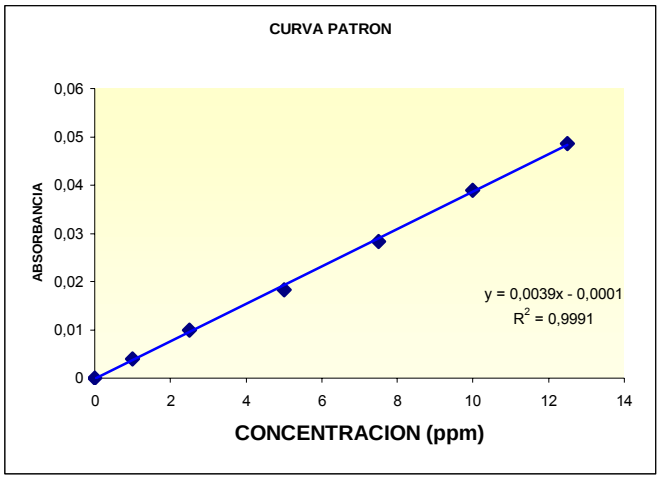

Figura 34. Curva patrón para la determinación de oro

A continuación calculamos las absorbancias de los blancos, soluciones de cianuro y agua que se emplearon, para comparar las dos soluciones y determinar otros parámetros.

AGUA	CIANURO
0	0
0	0
0,002	0
0	0
0,002	-0,001
0,001	-0,001
0,001	-0,001
0,001	0
0,001	0
0,001	-0,001
0,001	-0,001
0,002	0
0,002	0
0,002	-0,001
0,002	0
0,002	0
0,003	-0,001
0,002	-0,001
0,002	-0,001
0,002	-0,001
0,002	-0,001
0,003	0
0,003	-0,001
0,002	0
0,003	-0,001

Tabla 70. Absorbancia de los blancos

A partir de los datos obtenidos en la Tabla 70 calculamos los límites de detección y cuantificación del equipo, como se aprecia en la Tabla 71.

SOLUCION	AGUA	CIANURO
[ ]Au (ppm)	0,2564	0,156
DESVEST	0,0009	0,0005
LIM. DETEC.	0,6923	0,3910
LIM.CUANT.	2,3076	1,3035

Tabla 71. Límite de detección y cuantificación equipo Buck Scientific

Podemos apreciar que se presento un valor más bajo de los límites de detección y cuantificación en la solución cianurada, lo cual la hace más conveniente para el análisis.

- **Cálculo de la concentración de oro.**

Se realizó inicialmente el cálculo de la concentración de dos muestras, C1 y C4, las cuales presentan tenores de oro diferentes. Este cálculo se realizó empleando los dos equipos de absorción atómica existentes en el laboratorio y a longitudes de onda diferentes, de esta manera se evaluó si existían diferencias significativas en cuanto al empleo de un equipo en particular y al empleo una longitud de onda específica.

- **Equipo Perkin Elmer.** Se empleó este equipo a una longitud de onda de λ=267,6nm, y Slit = 0,7. Los resultados de absorbancia obtenidos para los patrones empleados se muestran en la Tabla 72 y la gráfica correspondiente se presenta en la Figura 35.

1ppm Au	2ppm Au	3ppm Au	4ppm Au	5ppm Au	6ppm Au	7ppm Au	10ppm Au	12,5ppm Au
0,008	0,015	0,021	0,028	0,036	0,043	0,05	0,071	0,088
0,008	0,014	0,022	0,029	0,037	0,043	0,049	0,07	0,088
0,008	0,015	0,021	0,029	0,036	0,043	0,05	0,07	0,089
0,008	0,014	0,021	0,029	0,036	0,043	0,049	0,071	0,087
0,008	**0,0145**	**0,0213**	**0,0288**	**0,0363**	**0,043**	**0,0495**	**0,0705**	**0,088**

Tabla 72. Valores de absorbancia patrones de oro

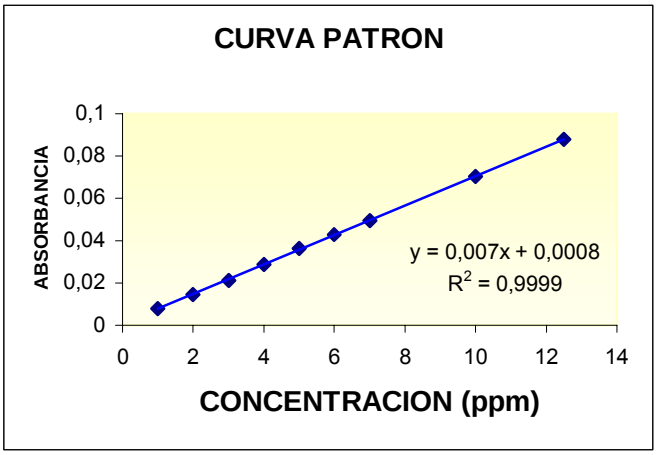

Figura 35. Curva patrón para la determinación de oro

La Tabla 73 muestra los valores de absorbancia y concentración de las dos muestras empleadas.

MUESTRAS	ABS.	ABS.PROM.	CONC.(ppm)
C1	0,011	0,0113	1,5
	0,012		
	0,011		
C4 1:1	0,056	0,0553	15,57
	0,055		
	0,055		

Tabla 73. Valores de absorbancia y concentración muestras

- **Equipo Buck Scientific.** Este equipo se empleo a una longitud de onda λ=242,8nm y Slit = 0,7. La Tabla 74 muestra los resultados de absorbancia obtenidos para los patrones empleados en la prueba. Con los datos reportados se realizó la curva patrón de la Figura 36.

0,3ppm Au	1ppm Au	2ppm Au	3ppm Au	4ppm Au	5ppm Au	6ppm Au	7ppm Au
0,004	0,014	0,026	0,038	0,051	0,063	0,076	0,086
0,005	0,014	0,026	0,038	0,05	0,061	0,075	0,087
0,004	0,015	0,026	0,037	0,05	0,062	0,074	0,087
0,004	0,014	0,026	0,038	0,05	0,062	0,075	0,086
0,004	0,014	0,026	0,038	0,049	0,062	0,074	0,085
0,0042	**0,0142**	**0,026**	**0,0378**	**0,05**	**0,062**	**0,0748**	**0,0862**

Tabla 74. Valores de absorbancia patrones de oro

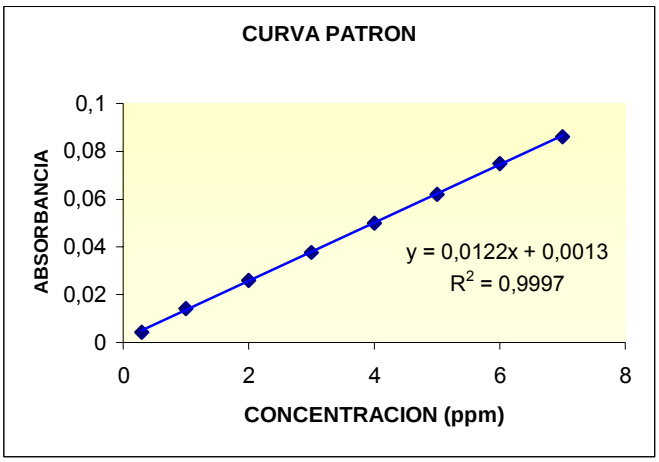

Figura 36. Curva patrón para la determinación de oro

La Tabla 75 presenta los valores de absorbancia y concentración obtenidos.

MUESTRAS	ABS.	ABS.PROM.	CONC.(ppm)
C1	0,018	0,019	1,45
	0,017		
	0,02		
	0,02		
C4 1:1	0,095	0,094	15,197
	0,094		
	0,093		
	0,094		

Tabla 75. Valores de absorbancia y concentración muestras

Como se observa en las tablas 74 y 75, se obtuvieron valores muy similares en las concentraciones de las muestras analizadas; obteniéndose una mayor diferencia en la muestra C4 debido fundamentalmente a la alta concentración que presenta, mientras que para la muestra C1 la diferencia no es significativa debido su baja concentración.

Estos resultados nos permiten el empleo de cualquiera de los equipos de absorción atómica, ya que bajo estas condiciones de trabajo nos arrojan prácticamente los mismos resultados.

- **Determinación de la concentración de oro en muestras cianuradas.**

Empleando patrones cianurados se procedió a analizar las muestras provenientes de la cianuración en botella y la cianuración diagnóstico.

El mineral empleado en estos procesos de cianuración fue sometido previamente a un proceso de pulverización alcanzando tamaños de partícula de 100 y 200 mallas.

- **Cianuración diagnostico.** Se empleo inicialmente mineral de 100 mallas para la prueba y el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda de λ=267,6nm. Los resultados de absorbancia obtenidos para los patrones se muestran en la Tabla 76.

PATRONES	1 ppm	2,5 ppm	5 ppm	7,5 ppm	10 ppm	12,5 ppm	15 ppm
ABS.	0,007	0,016	0,032	0,049	0,062	0,079	0,091
	0,008	0,016	0,031	0,047	0,062	0,078	0,09
	0,007	0,016	0,031	0,048	0,06	0,079	0,09
	0,007	0,016	0,031	0,048	0,061	0,078	0,091
ABS. PROM.	0,0073	0,016	0,0313	0,048	0,0613	0,0785	0,0905

Tabla 76. Valores de absorbancia patrones de oro

La Figura 37 muestra la curva patrón obtenida a partir de los datos de la Tabla 76.

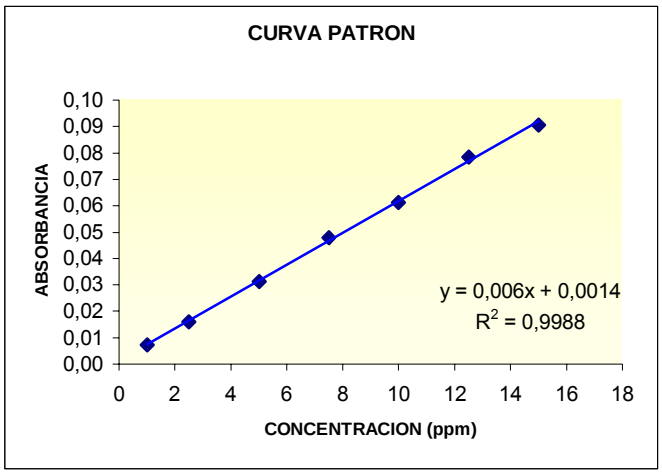

Figura 37. Curva patrón para la determinación de oro

A continuación en las tablas 77 y 78 se muestran los valores de absorbancia y concentración tanto de las muestras originales como de los duplicados de las muestras analizadas.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA				PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C1	4	0,011	0,011	0,012	0,011	**0,0113**	**1,64**
	8	0,012	0,011	0,012	0,012	**0,0118**	**1,73**
	16	0,013	0,012	0,012	0,012	**0,0123**	**1,81**
	24	0,009	0,01	0,011	0,01	**0,0100**	**1,43**
C2	4	0,012	0,012	0,013	0,012	**0,0123**	**1,81**
	8	0,041	0,042	0,043	0,043	**0,0423**	**6,81**
	16	NO HAY MUESTRA					
	24	0,036	0,034	0,035	0,035	**0,0350**	**5,60**
C3	4	0,084	0,085	0,085	0,085	**0,0848**	**13,89**
	8	0,087	0,087	0,086	0,086	**0,0865**	**14,18**
	16	0,085	0,085	0,084	0,084	**0,0845**	**13,85**
	24	0,074	0,074	0,073	0,073	**0,0735**	**12,02**
C4	4	0,071	0,07	0,07	0,07	**0,0703**	**11,48**
	8	0,073	0,072	0,072	0,072	**0,0723**	**11,81**
	16	0,076	0,078	0,077	0,077	**0,0770**	**12,60**
	24	0,067	0,065	0,066	0,065	**0,0658**	**10,73**
C5	4	0,04	0,04	0,04	0,04	**0,0400**	**6,43**
	8	0,042	0,042	0,043	0,043	**0,0425**	**6,85**
	16	0,045	0,045	0,046	0,046	**0,0455**	**7,35**
	24	0,044	0,044	0,045	0,045	**0,0445**	**7,18**
C6	4	NO HAY MUESTRA					
	8	0,025	0,025	0,025	0,025	**0,0250**	**3,93**
	16	0,024	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**3,77**
	24	0,026	0,027	0,025	0,026	**0,0260**	**4,10**

Tabla 77. Valores de absorbancia y concentración de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA				PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C1	4	0,012	0,012	0,013	0,013	**0,0125**	**1,85**
	8	NO HAY MUESTRA					
	16	0,016	0,017	0,017	0,016	**0,0165**	**2,52**
	24	0,011	0,011	0,009	0,01	**0,0103**	**1,48**
C3	4	0,084	0,084	0,083	0,084	**0,0838**	**13,73**
	8	0,089	0,088	0,089	0,088	**0,0885**	**14,52**
	16	0,086	0,086	0,086	0,086	**0,086**	**14,10**
	24	0,085	0,084	0,084	0,084	**0,0843**	**13,81**
C4	4	0,065	0,065	0,065	0,065	**0,0650**	**10,60**
	8	0,072	0,072	0,072	0,072	**0,0720**	**11,77**
	16	0,073	0,074	0,072	0,072	**0,0728**	**11,89**
	24	0,065	0,065	0,064	0,064	**0,0645**	**10,52**
C5	4	0,054	0,055	0,055	0,055	**0,0548**	**8,89**
	8	0,065	0,065	0,065	0,065	**0,0650**	**10,60**
	16	0,062	0,064	0,064	0,062	**0,0630**	**10,27**
	24	0,044	0,045	0,044	0,044	**0,0443**	**7,14**

Tabla 78. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado)

De las tablas 77 y 78 se observa que la única muestra que presentó una diferencia considerable y que puede llevar a errores enormes fue la muestra C5; en cuanto a las demás muestras los las diferencias no son del todo significativas y se encuentran dentro del mismo rango. Esta prueba también se realizó empleando mineral tamizado de malla 200 y analizando muestras de manera más continua durante un período de 24 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 79.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C3	1½	0,068	0,067	0,067	**0,0673**	**10,99**
	3	0,06	0,059	0,059	**0,0593**	**9,66**
	4	0,047	0,048	0,047	**0,0473**	**7,66**
	5	0,051	0,05	0,051	**0,0507**	**8,21**
	6	0,046	0,046	0,045	**0,0457**	**7,38**
	8	0,049	0,05	0,048	**0,0490**	**7,93**
	10	0,063	0,063	0,062	**0,0627**	**10,21**
	12	0,047	0,047	0,047	**0,0470**	**7,60**
	14	0,062	0,062	0,063	**0,0623**	**10,16**
	16	0,044	0,044	0,043	**0,0437**	**7,04**
	20	0,039	0,038	0,038	**0,0383**	**6,16**
	24	0,039	0,039	0,038	**0,0387**	**6,21**
C4	1½	0,03	0,03	0,03	**0,0300**	**4,77**
	4	0,049	0,048	0,047	**0,0480**	**7,77**
	5	0,063	0,062	0,062	**0,0623**	**10,16**
	6	0,066	0,066	0,067	**0,0663**	**10,82**
	8	0,064	0,065	0,066	**0,0650**	**10,60**
	10	0,078	0,077	0,079	**0,0780**	**12,77**
	12	0,067	0,067	0,067	**0,0670**	**10,93**
	16	0,064	0,065	0,066	**0,0650**	**10,60**
	20	0,066	0,067	0,065	**0,0660**	**10,77**
	24	0,044	0,044	0,044	**0,044**	**7,10**
C5	1½	0,045	0,045	0,047	**0,0457**	**7,38**
	3	0,04	0,038	0,039	**0,039**	**6,27**
	4	0,055	0,056	0,058	**0,0563**	**9,16**
	6	0,042	0,042	0,043	**0,0423**	**6,82**
	8	0,055	0,055	0,055	**0,0550**	**8,93**
	10	0,052	0,052	0,052	**0,0520**	**8,43**
	12	0,04	0,041	0,041	**0,0407**	**6,54**
	16	0,042	0,042	0,042	**0,0420**	**6,77**
	20	0,045	0,046	0,046	**0,0457**	**7,38**
	24	0,037	0,036	0,035	**0,0360**	**5,77**

Tabla 79.Valores de absorbancia y concentración de Au 200 mallas Ty

Se observa claramente en la Tabla 79, que los resultados obtenidos con un mineral más fino (malla 200), discrepan un poco de los resultados logrados con mineral más grueso (malla 100). Además podemos observar que la lixiviación del mineral se realiza durante las primeras horas del proceso, tiempo des pues el oro lixiviado parece retornar al mineral.

La causa de esta redisolución del oro se puede deber a la presencia de arcillas, las cuales actúan desfavorablemente en el proceso de cianuración enmascarando las partículas de oro y por consiguiente inhibiendo el proceso; en algunos casos algunas arcillas pueden lograr que el oro ya disuelto se precipite y de esta manera se vea disminuido el porcentaje de disolución.

- **Cianuración en botella.** Esta prueba se realizó con un mineral de malla 200, se realizó por duplicado para algunas muestras, empleando los mismos patrones de la cianuración diagnostico y las mismas condiciones en el equipo.

Los resultados se presentan en las tablas 80 y 81.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C3	2	0,057	0,057	0,056	**0,0567**	**9,21**
	4	0,074	0,073	0,073	**0,0733**	**11,99**
	8	0,087	0,086	0,087	**0,0867**	**14,21**
	14	0,07	0,07	0,071	**0,0703**	**11,49**
	36	0,108	0,108	0,107	**0,1077**	**17,71**
	84	0,082	0,081	0,081	**0,0813**	**13,32**
	96	0,055	0,056	0,056	**0,0557**	**9,04**

CONTINUA PAGINA SIGUIENTE

CONTINUA PAGINA ANTERIOR						
MUESTRAS	**TIEMPO (h)**	**ABSORBANCIA**			**PROMEDIO**	**CONCENT.(ppm)**
C4	2	0,065	0,065	0,064	**0,06**	**10,54**
	4	0,076	0,078	0,078	**0,08**	**12,66**
	8	0,076	0,076	0,076	**0,08**	**12,43**
	14	0,085	0,085	0,083	**0,08**	**13,82**
	19	0,099	0,098	0,1	**0,10**	**16,27**
	36	0,114	0,112	0,11	**0,11**	**18,43**
	60	0,083	0,082	0,081	**0,08**	**13,43**
	84	0,111	0,109	0,108	**0,11**	**17,99**
	96	0,068	0,069	0,069	**0,07**	**11,21**
C5	2	0,019	0,019	0,019	**0,02**	**2,93**
	4	0,037	0,038	0,032	**0,04**	**5,71**
	8	0,04	0,04	0,04	**0,04**	**6,43**
	14	0,034	0,034	0,034	**0,03**	**5,43**
	20	0,032	0,03	0,03	**0,03**	**4,88**
	37	0,031	0,031	0,031	**0,03**	**4,93**
	61	0,03	0,03	0,03	**0,03**	**4,77**
	84	0,032	0,03	0,031	**0,03**	**4,93**

Tabla 80. Valores de absorbancia y concentración de oro

MUESTRAS	**TIEMPO (h)**	**ABSORBANCIA**			**PROMEDIO**	**CONCENT.**
C3	2	0,06	0,06	0,061	**0,0603**	**9,82**
	4	0,065	0,065	0,065	**0,0650**	**10,60**
	8	0,066	0,065	0,066	**0,0657**	**10,71**
	19	0,06	0,059	0,06	**0,0597**	**9,71**
	36	0,058	0,058	0,057	**0,0577**	**9,38**
	60	0,057	0,058	0,058	**0,0577**	**9,38**
	84	0,054	0,054	0,055	**0,0543**	**8,82**
C4	2	0,051	0,051	0,05	**0,0507**	**8,21**
	4	0,041	0,042	0,04	**0,0410**	**6,60**
	8	0,051	0,051	0,05	**0,0507**	**8,21**
	14	0,056	0,054	0,054	**0,0547**	**8,88**
	19	0,057	0,057	0,058	**0,0573**	**9,32**
	36	0,057	0,058	0,057	**0,0573**	**9,32**
	60	0,061	0,061	0,06	**0,0607**	**9,88**
	84	0,063	0,064	0,064	**0,0637**	**10,38**
	96	0,065	0,066	0,066	**0,0657**	**10,71**

Tabla 81. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado)

De los valores obtenidos de concentración de oro en la prueba de cianuración en botella podemos apreciar como aumentan los valores a medida que aumenta el tiempo, aproximadamente hasta las 36 horas, a partir de este momento se observa como los valores en la concentración empiezan a disminuir.

- **Porcentaje de disolución de oro a diferentes mallas.**

Se estudió el proceso de cianuración a distintas mallas, 100 y 200 Ty, con el fin de determinar a que tamaño de partícula se presenta la mejor disolución del oro.

Se realizaron pruebas de cianuración por duplicado para cada uno de los tipos tecnológicos de mena. Los datos obtenidos se reportan en las tablas 82 y 83, y corresponden a un promedio de los resultados que arrojaron las cianuraciones a iguales condiciones.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE DISOLUCION DE ORO					
	Tipos tecnológicos de mena					
	I	II	III	IV	V	VI
0	0	0	0	0	0	0
4	68,15	52,24	76,88	65,31	62,60	82,88
8	70,12	61,25	86,49	69,72	73,67	88,69
16	64,26	67,96	88,41	74,50	77,13	90,21
24	65,81	71,76	93,53	74,91	80,56	91,67

Tabla 82. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 100 Ty

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE DISOLUCION DE ORO					
	Tipos tecnológicos de mena					
	I	II	III	IV	V	VI
0	0	0	0	0	0	0
1,5	62,40	46,76	77,13	39,09	60,00	48,00
4	76,20	72,95	86,61	73,24	81,08	77,55
8	86,22	80,14	92,86	79,15	93,82	91,43
12	85,50	81,85	92,75	77,55	94,20	90,00
16	84,36	82,45	93,25	75,09	96,32	88,95
24	87,26	95,77	92,54	78,99	96,46	96,36

Tabla 83. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 200 Ty

Las figuras 38 y 39 nos muestran más claramente el comportamiento de las diferentes menas a diferentes granulometrías.

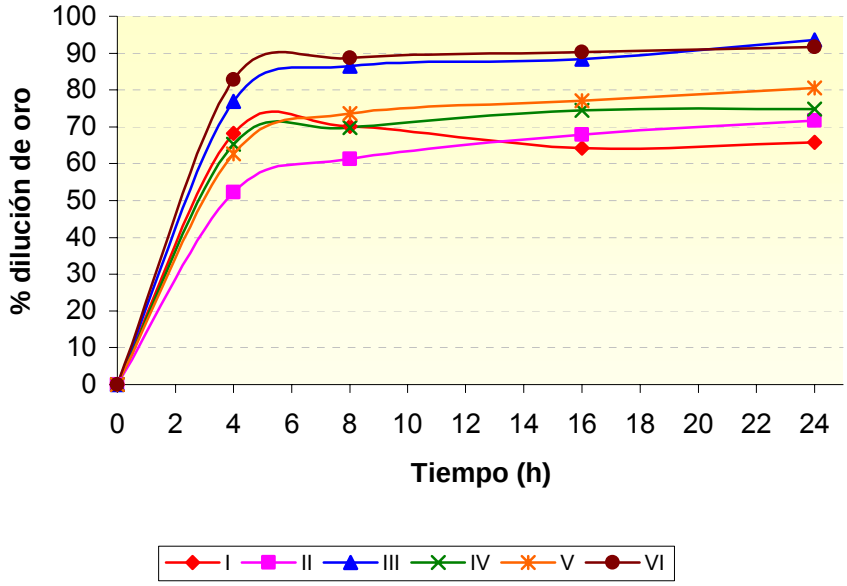

Figura 38. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 100 Ty

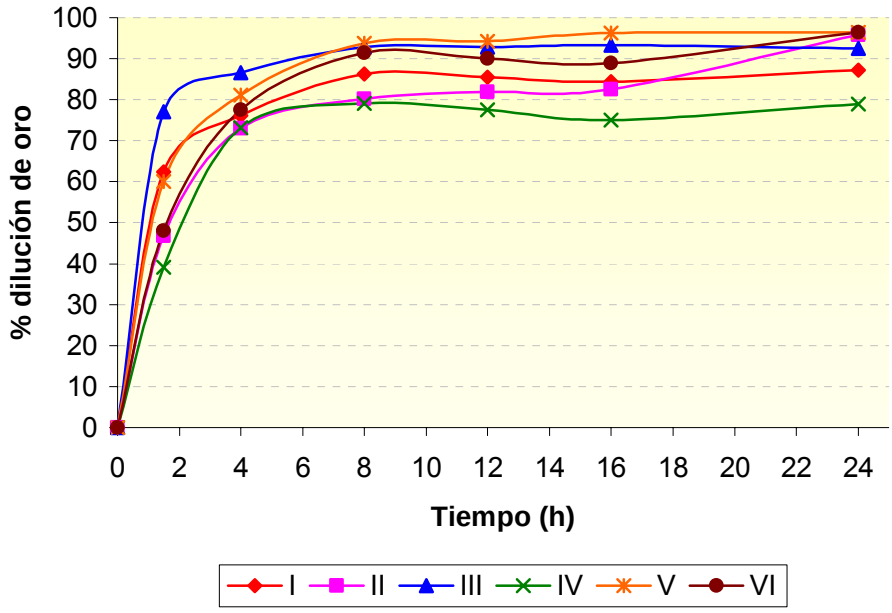

Figura 39. Porcentaje de disolución de oro a D_{80} 200 Ty

Como se aprecia en las tablas 82 y 83, y en y en las Figuras 38 y 39, al disminuir el tamaño del mineral se aumenta el porcentaje de disolución del oro, principalmente en las primeras horas de la cianuración en todos los tipos tecnológicos de menas a excepción del tipo de mena IV.

Comparando la disolución del oro una vez transcurridas las 24 horas que duró el proceso de cianuración vemos que para el mineral de granulometría D_{80} 200 Ty se obtuvieron porcentajes de disolución mayores del 90% para los tipos tecnológicos de mena II, III, V y VI; para las menas I y IV los porcentajes de disolución fueron un poco más bajos, siendo la mena IV la que menor porcentaje de disolución presentó con un 78.99% de disolución.

Para la granulometría D_{80} 100 Ty, los porcentajes de disolución fueron menores para las menas I, II y V; mientras que para las menas III, IV y VI los porcentajes de disolución fueron muy parecidos a los obtenidos con una granulometría D_{80} 200 Ty.

Además, se puede observar que la disolución del oro durante las 4 primeras horas del proceso de cianuración es muy rápida, luego la velocidad de disolución comienza a decaer alcanzando un buen porcentaje de disolución al cabo de 8 horas, de este tiempo en adelante el porcentaje de disolución del oro permanece constante y en algunos casos decrece un poco.

Para la granulometría D_{80} 200 mallas, se observa que el porcentaje de disolución del oro para las menas oxidadas I, III y V es más alto que el obtenido para las menas sulfuradas II, IV y VI. La razón de esta diferencia en los porcentajes de disolución podría radicar en que para las menas oxidadas el oro se encuentra de forma libre lo cual proporciona una mayor superficie para la reacción, mientras que en las menas sulfuradas una parte del oro se encuentra asociado a sulfuros lo cual aumenta el tiempo de reacción entre el oro y la solución cianurada, además, las menas sulfuradas presentan minerales cianicidas lo cual hace más lento el procesote disolución.

4.3. ANALISIS DE MUESTRAS DEL PROCESO DE ADSORCION CON CARBON ACTIVADO.

La prueba de adsorción con carbón activado se realizó de manera consecutiva a las pruebas de cianuración con el fin de separar el oro y plata de la solución cianurada. Las pruebas realizadas tuvieron el objetivo de determinar el tiempo de exposición entre el carbón activado y la solución

cianurada, la cantidad adecuada de carbón activado y el tipo de carbón que mejores resultados de adsorción presente.

El método empleado fue el carbón en pulpa, CIP, en el cual se emplearon dos tipos de carbones cuyas especificaciones son las siguientes:

- Carbón I. Carbón de granulometría fina (-16/+40) y velocidad de carga alta, de origen japonés.

- Carbón II. Carbón de granulometría gruesa (-6/+12) y velocidad de carga media, de origen norteamericano.

Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente ya que a altas temperaturas se puede presentar desorción del oro desde el carbón; además se trabajó a pH alcalino y con la concentración de cianuro proveniente del proceso de lixiviación.

A continuación se presentan los resultados obtenidos en las diferentes pruebas realizadas.

4.3.1. Determinación de la concentración de Au y Ag empleando igual concentración de carbón tipo I y diferentes muestras. En esta prueba se utilizó una relación de peso carbón / volumen de solución de 1.5 g/L. Se empleó el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda λ = 267.6nm y un Slit= 0.7.

- **Determinación de oro.** Para la determinación de oro se emplearan patrones que van desde 1ppm a 15 ppm, los resultados de absorbancia

obtenidos se presentan en la Tabla 84 y su respectiva curva patrón en la Figura 40.

PATRONES	1 ppm Au	2,5 ppm Au	5 ppm Au	7,5 ppm Au	10 ppm Au	15 ppm Au
ABS.	0,007	0,018	0,033	0,05	0,066	0,096
	0,007	0,018	0,033	0,05	0,066	0,095
	0,007	0,018	0,033	0,05	0,066	0,096
ABS. PROM.	0,0070	0,018	0,0330	0,05	0,0660	0,0957

Tabla 84. Valores de absorbancia patrones de oro

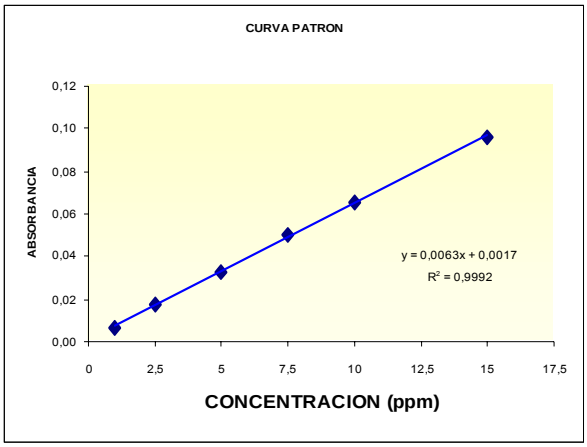

Figura 40. Curva patrón para la determinación de oro

Las muestras se analizaron por duplicado y los resultados se aprecian en las tablas 85 y 86.

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C7	0	0,065	0,065	0,065	**0,0650**	**10,05**
	½	0,023	0,023	0,023	**0,0230**	**3,38**
	1	0,018	0,018	0,018	**0,0180**	**2,59**
	1½	0,013	0,014	0,013	**0,0133**	**1,85**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,32**
	3	0,007	0,006	0,007	**0,0067**	**0,79**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,68**
C8	0	0,076	0,075	0,076	**0,0757**	**11,74**
	½	0,024	0,023	0,024	**0,0237**	**3,49**
	1	0,016	0,016	0,016	**0,0160**	**2,27**
	1½	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**1,63**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,32**
	3	0,007	0,008	0,007	**0,0073**	**0,89**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,68**
C9	0	0,067	0,067	0,067	**0,0670**	**10,37**
	½	0,019	0,018	0,019	**0,0187**	**2,69**
	1	0,014	0,014	0,014	**0,0140**	**1,95**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,32**
	3	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,84**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,68**

Tabla 85. Valores de absorbancia y concentración de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C7	0	0,061	0,061	0,061	**0,0610**	**9,41**
	½	0,025	0,025	0,025	**0,0250**	**3,70**
	1	0,018	0,018	0,018	**0,0180**	**2,59**
	1½	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**1,79**
	2	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**1,48**
	3	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,84**
	4	0,007	0,006	0,006	**0,0063**	**0,74**
C8	0	0,077	0,077	0,078	**0,0773**	**12,01**
	½	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**3,54**
	1	0,018	0,017	0,018	**0,0177**	**2,53**
	1½	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**1,79**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,32**
	3	0,008	0,008	0,008	**0,0080**	**1,00**
	4	0,007	0,006	0,007	**0,0067**	**0,79**

CONTINUA PAGINA SIGUIENTE

CONTINUA PAGINA ANTERIOR						
MUESTRAS	**TIEMPO (h)**	**ABSORBANCIA**			**PROMEDIO**	**CONCENT.(ppm)**
C9	0	0,072	0,072	0,072	**0,0720**	**11,16**
	½	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**3,54**
	1	0,016	0,016	0,016	**0,0160**	**2,27**
	1½	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**1,63**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,32**
	3	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,84**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,68**

Tabla 86. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado)

En las tablas 85 y 86 podemos observar la forma en que disminuye la concentración de oro de la solución cianurada conforme aumenta el tiempo de contacto entre la solución cianurada y el carbón activado. Se aprecia que luego de un tiempo de 4 horas la concentración de las soluciones alcanzan un valor de menos de 1 ppm.

- **Determinación de plata.** A continuación se muestran en la Tabla 87 los resultados obtenidos para la adsorción con carbón activado de plata. Se empleó el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda λ = 328.1nm y un Slit = 0.7. La curva patrón correspondiente se muestra en la Figura 41.

PATRONES	**0,5ppm Ag**	**1 ppm Ag**	**1,5 ppm Ag**	**2 ppm Ag**
ABSORBANCIA	0.031	0.061	0.089	0.118
	0.031	0.061	0.089	0.118
	0.031	0.061	0.089	0.118
ABS. PROMEDIO	0.0310	0.061	0.0890	0.118

Tabla 87. Valores de absorbancia patrones de plata

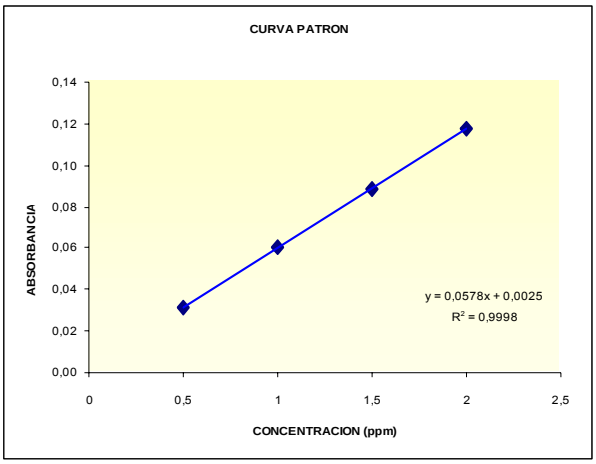

Figura 41. Curva patrón para la determinación de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C7	0	0,246	0,246	0,246	**0,2460**	**4,04**
	½	0,126	0,128	0,127	**0,1270**	**2,15**
	1	0,108	0,109	0,108	**0,1083**	**1,83**
	1½	0,117	0,117	0,117	**0,1170**	**1,98**
	2	0,09	0,09	0,09	**0,0900**	**1,51**
	3	0,091	0,091	0,091	**0,0910**	**1,53**
	4	0,079	0,079	0,079	**0,0790**	**1,32**
C8	0	1,251	1,251	1,251	**1,2510**	**21,60**
	½	0,491	0,49	0,49	**0,4903**	**8,44**
	1	0,419	0,419	0,419	**0,4190**	**7,21**
	1½	0,377	0,377	0,377	**0,3770**	**6,48**
	2	0,368	0,368	0,369	**0,3683**	**6,33**
	3	0,363	0,364	0,363	**0,3633**	**6,24**
	4	0,372	0,372	0,372	**0,3720**	**6,39**
C9	0	0,671	0,671	0,671	**0,6710**	**11,57**
	½	0,25	0,251	0,248	**0,2497**	**4,28**
	1	0,232	0,233	0,232	**0,2323**	**3,98**
	1½	0,22	0,22	0,22	**0,2200**	**3,76**
	2	0,196	0,195	0,195	**0,1953**	**3,34**
	3	0,2	0,201	0,2	**0,2003**	**3,42**
	4	0,215	0,215	0,215	**0,2150**	**3,68**

Tabla 88. Valores de absorbancia y concentración de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
C7	0	0,029	0,029	0,029	**0,0290**	**4,13**
	½	0,025	0,025	0,025	**0,0250**	**3,59**
	1	0,018	0,018	0,018	**0,0180**	**2,48**
	1½	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**1,68**
	2	0,011	0,011	0,011	**0,0110**	**1,37**
	3	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,73**
	4	0,007	0,006	0,006	**0,0063**	**0,62**
C8	0	0,143	0,143	0,143	**0,1430**	**22,32**
	½	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**3,43**
	1	0,018	0,017	0,018	**0,0177**	**2,42**
	1½	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**1,68**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,21**
	3	0,008	0,008	0,008	**0,0080**	**0,89**
	4	0,007	0,006	0,007	**0,0067**	**0,68**
C9	0	0,084	0,084	0,084	**0,0840**	**12,95**
	½	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**3,43**
	1	0,016	0,016	0,016	**0,0160**	**2,16**
	1½	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**1,52**
	2	0,01	0,01	0,01	**0,0100**	**1,21**
	3	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,73**
	4	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,57**

Tabla 89. Valores de absorbancia y concentración de plata (Duplicado)

En las tablas 88 y 89 se observa como al igual que para el oro la adsorción de la plata por parte del carbón activado se hace de manera rápida y efectiva durante las primeras horas de contacto entre el carbón y la solución cargada, pero luego la adsorción se hace lenta. Vemos como en un tiempo de 4 horas un porcentaje mayor al 50% de la plata es adsorbida desde la solución cianurada a la superficie del carbón activado, además, podemos apreciar que en la prueba de duplicado la cantidad de plata adsorbida fue mayor que en la prueba inicial para un mismo tiempo de absorción.

Es importante anotar que todas las muestras analizadas para la determinación de plata fueron diluidas de 1:10 veces ya que el rango de los patrones fue muy bajo, de 0.5 a 2.0 ppm, lo cual hizo necesaria esta dilución.

A continuación en la Tabla 90 se reportan los porcentajes de adsorción de oro y de plata de los diferentes compost sobre el carbón activado tipo I.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE ADSORCION - CARBON I					
	COMPOST VII		COMPOST VIII		COMPOST IX	
	Oro	Plata	Oro	Plata	Oro	Plata
0	0	0	0	0	0	0
½	61,63	44,92	68,48	57,93	70,02	29,83
1	71,39	52,67	77,88	63,68	79,02	59,93
1 ½	78,92	54,77	83,51	63,99	83,72	64,26
2	83,44	61,54	86,55	65,31	85,97	63,83
3	89,58	63,93	89,86	65,69	90,04	67,46
4	90,59	62,7	91,51	66,08	91,62	65,49

Tabla 90. Porcentaje de absorción de oro y de plata sobre igual peso de carbón activado

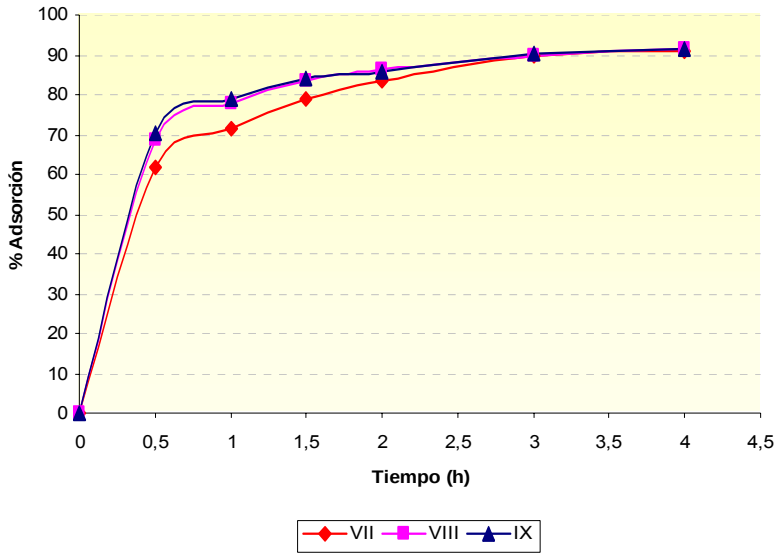

Figura 42. Porcentaje de adsorción de oro sobre igual peso de carbón activado Tipo I

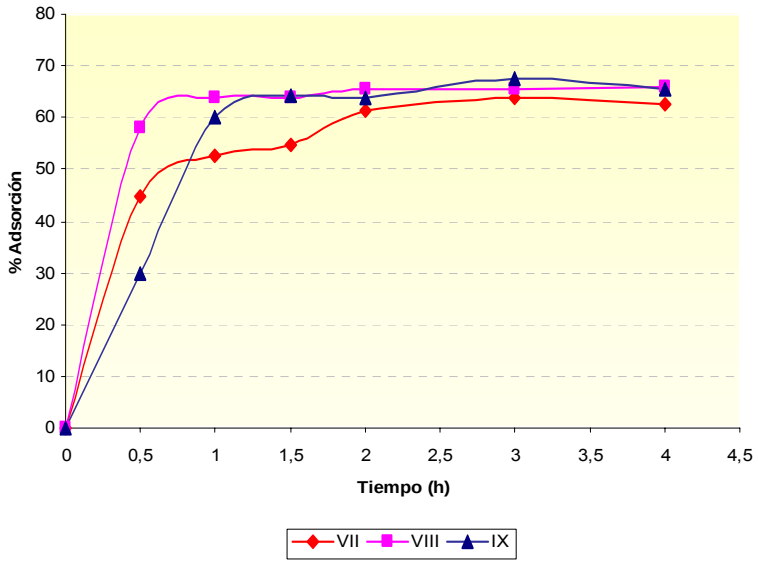

Figura 43. Porcentaje de adsorción de plata sobre igual peso de carbón activado Tipo I

Como se observa en la Figura 42, al igual que en la Tabla 90 el porcentaje de adsorción de oro sobre el carbón activado tipo I, es mayor al 90 % en todas las muestras analizadas; además el tiempo de contacto entre el carbón y la solución es de 4 horas, el cual es un tiempo relativamente bajo. El motivo por el cual se logró en este ensayo un porcentaje de adsorción como el obtenido en un tiempo tan corto es quizá el bajo contenido de oro presente en la solución cianurada en relación a la carga de carbón activado empleada.

En la Figura 43, el porcentaje de adsorción de plata fue bajo ya que no alcanzó el 70%, esto se debió quizá a que la cantidad de carbón no fue suficiente para adsorber toda la plata presente en la solución.

4.3.2. Determinación de la concentración de Au, Ag y Cu empleando una misma solución y diferente peso de carbón activado tipo I.

Esta prueba se realizó empleando el compost IX, ya que este reúne los minerales de las tres minas en estudio. En este ensayo se emplearon diferentes relaciones de carbón activado, inicialmente las relaciones empleadas fueron 2 g/L, 5 g/L y 10 g/L.

Los resultados obtenidos se muestran a continuación.

4.3.2.1. Ensayo 1. Se determinaron las concentraciones de oro, de plata y de cobre contenidas en la solución de cianuro y adsorbidas por el carbón activado.

- **Determinación de oro.** La concentración de oro remanente en la solución cianurada a medida que transcurre el tiempo, fue calculada en el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda de λ = 267,6nm. Los resultados de absorbancia para los patrones se observan en la Tabla 91y la curva patrón correspondiente en la Figura 44.

PATRONES	1 ppm Au	3 ppm Au	6 ppm Au	9 ppm Au	12 ppm Au	15 ppm Au
ABSORBANCIA	0.007	0.023	0.046	0.068	0.092	0.113
	0.007	0.023	0.045	0.068	0.091	0.113
	0.007	0.023	0.045	0.068	0.091	0.113
ABS. PROMEDIO	0.0070	0.023	0.0453	0.068	0.0913	0.1130

Tabla 91. Valores de absorbancia patrones de oro

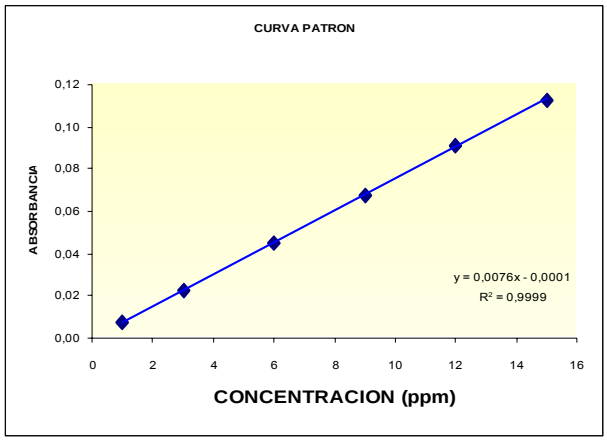

Figura 44. Curva patrón para la determinación de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	¼	0,041	0,041	0,041	**0,0410**	**5,41**
	½	0,031	0,031	0,031	**0,0310**	**4,09**
	1	0,017	0,017	0,017	**0,0170**	**2,25**
	1½	0,012	0,012	0,012	**0,0120**	**1,59**
	2	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,93**
	3	0,005	0,005	0,005	**0,0050**	**0,67**
	4	0,004	0,004	0,004	**0,0040**	**0,54**
	6	0,003	0,004	0,004	**0,0037**	**0,50**
	8	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,41**
B	¼	0,081	0,082	0,081	**0,0813**	**10,71**
	½	0,014	0,014	0,014	**0,0140**	**1,86**
	1	0,004	0,004	0,004	**0,0040**	**0,54**
	1½	0,002	0,002	0,002	**0,0020**	**0,28**
	2	0,001	0,001	0,001	**0,0010**	**0,14**
	3	0,003	0,002	0,002	**0,0023**	**0,32**
	4	0	0	0	**0,0000**	**0,01**
	6	0,003	0,002	0,002	**0,0023**	**0,32**
	8	0	0	0	**0,0000**	**0,01**
C	¼	0,03	0,031	0,03	**0,0303**	**4,00**
	½	0,004	0,004	0,004	**0,0040**	**0,54**
	1	0,003	0,002	0,002	**0,0023**	**0,32**
	1½	0,002	0,002	0,002	**0,0020**	**0,28**
	2	0,001	0,002	0,002	**0,0017**	**0,23**
	3	0,001	0,001	0,002	**0,0013**	**0,19**
	4	0	0	0	**0,0000**	**0,01**
	6	0	0	0	**0,0000**	**0,00**
	8	0	0	0	**0,0000**	**0,00**

Tabla 92. Valores de absorbancia y concentración de oro

La Tabla 92 corresponde a los valores de absorbancia y concentración de oro calculados y como se observa , el tiempo de exposición entre el carbón activado y la solución cianurada fue de ocho horas, pero se puede apreciar que transcurridas cuatro horas la totalidad del oro disuelto fue adsorbido por el carbón activado en los ensayos B y C, aunque para la solución A donde la cantidad de carbón activado es menor, 2 gramos, no es posible adsorber la totalidad del oro, aunque el porcentaje que permanece en la solución es muy bajo.

- **Determinación de plata.** La determinación de la concentración de plata disuelta en la polución durante el proceso de adsorción se determinó con el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda λ = 328,1nm. Los datos obtenidos para la absorbancia de los patrones se reportan en la Tabla 93 y la curva patrón elaborada a partir de sus datos en la Figura 45.

PATRONES	1ppm Ag	2ppm Ag	5 ppm Ag	7,5 ppm Ag	10 ppm Ag
ABS.	0.061	0.122	0.301	0.433	0.557
	0.061	0.122	0.301	0.434	0.559
	0.061	0.122	0.301	0.437	0.551
ABS. PROM.	0.0610	0.122	0.3010	0.4347	0.5557

Tabla 93. Valores de absorbancia patrones de plata

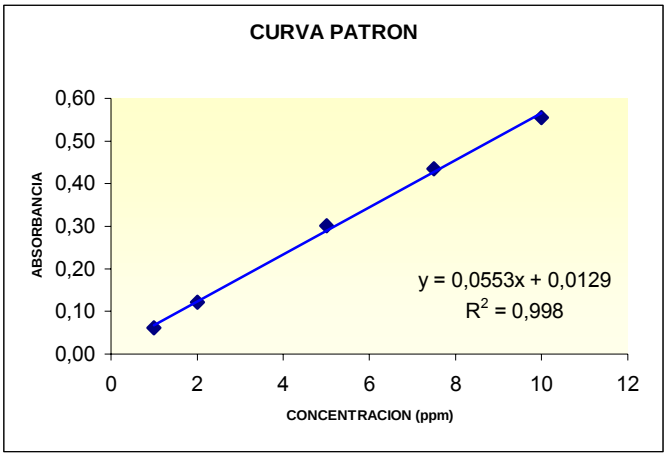

Figura 45. Curva patrón para la determinación de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA		PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	¼	0,408	0,408	0,408	**7,14**
	½	0,336	0,336	0,336	**5,84**
	1	0,267	0,266	0,2665	**4,59**
	1½	0,227	0,225	0,226	**3,85**
	2	0,203	0,203	0,203	**3,44**
	3	0,186	0,186	0,186	**3,13**
	4	0,19	0,191	0,1905	**3,21**
	6	0,184	0,184	0,184	**3,09**
	8	0,183	0,183	0,183	**3,08**
B	¼	0,573	0,573	0,573	**10,13**
	½	0,177	0,178	0,1775	**2,98**
	1	0,107	0,107	0,107	**1,70**
	1½	0,081	0,081	0,081	**1,23**
	2	0,068	0,068	0,068	**1,00**
	3	0,064	0,063	0,0635	**0,92**
	4	0,065	0,065	0,065	**0,94**
	6	0,062	0,061	0,0615	**0,88**
	8	0,061	0,062	0,0615	**0,88**
C	¼	0,279	0,277	0,278	**4,79**
	½	0,074	0,073	0,0735	**1,10**
	1	0,04	0,04	0,04	**0,49**
	1½	0,029	0,029	0,029	**0,29**
	2	0,025	0,025	0,025	**0,22**
	3	0,023	0,023	0,023	**0,18**
	4	0,022	0,022	0,022	**0,16**
	6	0,021	0,021	0,021	**0,15**
	8	0,022	0,021	0,0215	**0,16**

Tabla 94. Valores de absorbancia y concentración de plata

Durante el tiempo de contacto entre la solución y el carbón activado y a pesar del aumento en el peso de éste último no fue posible remover la totalidad de la plata de la solución cianurada, aunque como se observa en la Tabla 94, a medida que aumenta el peso de carbón la concentración de plata que permanece en la solución se hace más pequeña, alcanzando valores cercanos a cero. Además podemos observar que la mayor parte de la plata es adsorbida durante la primera hora ½ del proceso.

- **Determinación de cobre.** Las medidas de la concentración de cobre remanente en la solución cianurada durante el proceso de adsorción con carbón activado se realizaron en el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda λ = 222,6nm. Los resultados de absorbancia obtenidos para los patrones se presentan en la Tabla 95 y la Figura 46 presenta la curva patrón correspondiente.

PATRONES	5ppm Cu	10ppm Cu	15 ppm Cu	20 ppm Cu	30 ppm Cu
ABS.	0,007	0,014	0,021	0,028	0,041
	0,007	0,014	0,021	0,028	0,041
	0,007	0,014	0,022	0,028	0,04
ABS. PROM.	0,0070	0,014	0,0213	0,0280	0,0407

Tabla 95. Valores de absorbancia patrones de cobre

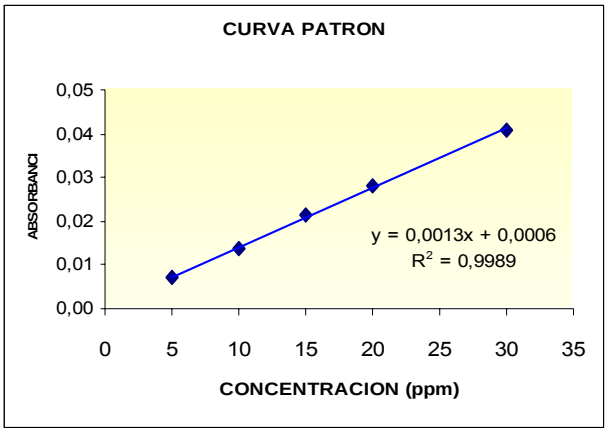

Figura 46. Curva patrón para la determinación de cobre

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA		PROMEDIO	CONCENT.
A	¼	0,03	0,03	**0,03**	22,62
	½	0,029	0,03	**0,0295**	22,23
	1	0,036	0,036	**0,036**	27,23
	2	0,029	0,027	**0,028**	21,08
	3	0,029	0,029	**0,029**	21,85
	4	0,028	0,028	**0,028**	21,08
	6	0,029	0,029	**0,029**	21,85
	8	0,03	0,03	**0,03**	22,62
B	¼	0,028	0,027	**0,0275**	20,69
	½	0,027	0,027	**0,027**	20,31
	1	0,036	0,037	**0,0365**	27,62
	2	0,026	0,025	**0,0255**	19,15
	3	0,026	0,026	**0,026**	19,54
	4	0,025	0,025	**0,025**	18,77
	6	0,026	0,027	**0,0265**	19,92
	8	0,028	0,029	**0,0285**	21,46
C	¼	0,04	0,038	**0,039**	29,54
	½	0,029	0,029	**0,029**	21,85
	1	0,037	0,036	**0,0365**	27,62
	2	0,025	0,026	**0,0255**	19,15
	3	0,026	0,025	**0,0255**	19,15
	4	0,027	0,026	**0,0265**	19,92
	6	0,027	0,026	**0,0265**	19,92
	8	0,029	0,028	**0,0285**	21,46

Tabla 96. Valores de absorbancia y concentración de cobre

Contrario a lo que sucede con el oro y la plata el carbón activado no presenta ninguna afinidad por el cobre, como se observa en la Tabla 96, pues éste no es adsorbido por el carbón y permanece en su totalidad disuelto en la solución cianurada. Quizás una de las causas sea que la superficie de adsorción que posee el carbón activado se encuentra ocupada por los elementos más nobles, como son el oro y la plata.

4.3.3.2. Ensayo 2. En este ensayo se emplearon las mismas condiciones del ensayo 1 y se determinaron los elementos oro, plata y cobre.

- **Determinación de oro.** Los datos de absorbancia para los patrones de oro determinados con el equipo de absorción atómica Perkin Elmer a una longitud de onda λ= 267.6nm y un Slit = 0.7 se reportan en la Tabla 97 y la gráfica correspondiente a la curva patrón en la Figura 47.

PATRONES	1 ppm Au	2,5 ppm Au	5 ppm Au	7,5 ppm Au	10 ppm Au	12,5 ppm Au
ABSORBANCIA	0.009	0.022	0.041	0.062	0.079	0.099
	0.009	0.022	0.041	0.062	0.079	0.099
	0.009	0.022	0.041	0.062	0.079	0.099
ABS. PROMEDIO	0.0090	0.022	0.0410	0.062	0.0790	0.0990

Tabla 97. Valores de absorbancia patrones de oro

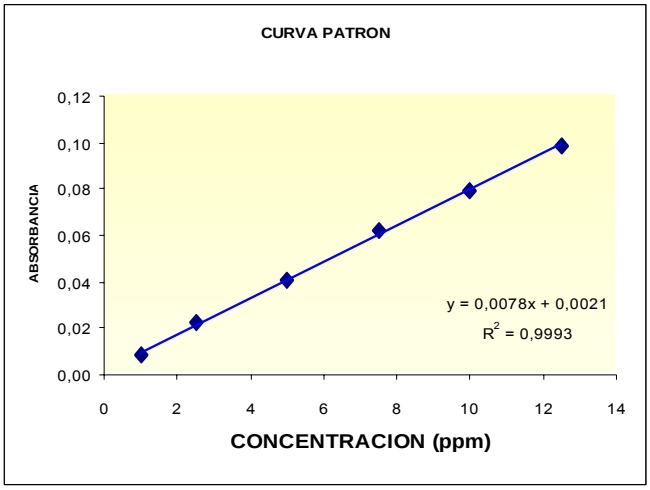

Figura 47. Curva patrón para la determinación de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	0	0,083	0,083	0,083	**0,0830**	**10,37**
	½	0,08	0,08	0,08	**0,0800**	**9,99**
	1	0,017	0,017	0,017	**0,0170**	**1,91**
	2	0,005	0,005	0,005	**0,0050**	**0,37**
	3	0,004	0,004	0,004	**0,0040**	**0,24**
	4	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,12**
	6	0,001	0,001	0,001	**0,0010**	**-0,14**
B	0	0,085	0,085	0,085	**0,0850**	**10,63**
	½	0,082	0,082	0,082	**0,0820**	**10,24**
	1	0,007	0,007	0,007	**0,0070**	**0,63**
	2	0,006	0,006	0,006	**0,0060**	**0,50**
	3	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,12**
	4	0,002	0,002	0,002	**0,0020**	**-0,01**
	6	0,001	0,001	0,001	**0,0010**	**-0,14**
C	0	0,061	0,061	0,061	**0,0610**	**7,55**
	½	0,013	0,013	0,013	**0,0130**	**1,40**
	1	0,008	0,008	0,008	**0,0080**	**0,76**
	2	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,12**
	3	0,003	0,003	0,003	**0,0030**	**0,12**
	4	0,001	0,001	0,001	**0,0010**	**-0,14**
	6	0,002	0,002	0,002	**0,0020**	**-0,01**

Tabla 98. Valores de absorbancia y concentración de oro

De los resultados obtenidos y presentados en la Tabla 98, se puede observar que para los tres análisis, transcurrido cierto tiempo todo el oro presente en la solución cianurada es adsorbido. Para el montaje A, la cual presenta un peso de carbón activado igual a 2g el oro en su totalidad es adsorbido después de 6 horas de contacto entre la solución y el carbón activado. En los montajes B y C los cuales poseen un peso de carbón activado de 5 y 10g respectivamente el oro es adsorbido después de cuatro horas de contacto.

De este ensayo podemos concluir que las mejores condiciones para la adsorción se presentan cuando se emplean 2g de carbón activado, y aunque el tiempo de adsorción es mayor, los beneficios económicos serán favorables, pues la cantidad de carbón activado empleada es menor.

Cabe anotar que si se quiere disminuir el tiempo de adsorción dejando de lado el factor económico debemos emplear una cantidad mayor de carbón activado lo que reduciría el tiempo considerablemente.

- **Determinación de plata.** Se trabajó bajo las mismas condiciones experimentales del ensayo 1. Los resultados obtenidos de absorbancia para los patrones se muestran en la Tabla 99 y la curva patrón en la Figura 48.

PATRONES	1ppm Ag	2ppm Ag	5 ppm Ag	7,5 ppm Ag	10 ppm Ag
ABS.	0.031	0.06	0.147	0.215	0.278
	0.031	0.06	0.147	0.214	0.279
	0.031	0.06	0.147	0.216	0.277
ABS. PROM.	0.0310	0.06	0.1470	0.2150	0.2780

Tabla 99. Valores de absorbancia patrones de plata

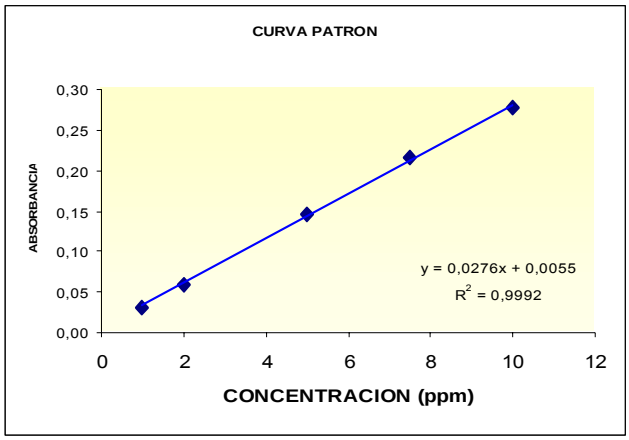

Figura 48. Curva patrón para la determinación de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	0	0,29	0,293	0,29	**0,2910**	**10,34**
	½	0,286	0,287	0,285	**0,2860**	**10,16**
	1	0,108	0,108	0,109	**0,1083**	**3,73**
	2	0,099	0,099	0,099	**0,0990**	**3,39**
	3	0,058	0,058	0,058	**0,0580**	**1,90**
	4	0,044	0,045	0,044	**0,0443**	**1,41**
	6	0,041	0,042	0,041	**0,0413**	**1,30**
B	0	0,289	0,288	0,287	**0,2880**	**10,24**
	½	0,286	0,285	0,287	**0,2860**	**10,16**
	1	0,078	0,079	0,078	**0,0783**	**2,64**
	2	0,068	0,067	0,067	**0,0673**	**2,24**
	3	0,051	0,052	0,051	**0,0513**	**1,66**
	4	0,046	0,046	0,046	**0,0460**	**1,47**
	6	0,039	0,039	0,039	**0,0390**	**1,21**
C	0	0,218	0,218	0,217	**0,2177**	**7,69**
	½	0,099	0,099	0,099	**0,0990**	**3,39**
	1	0,082	0,082	0,082	**0,0820**	**2,77**
	2	0,172	0,175	0,173	**0,1733**	**6,08**
	3	0,083	0,084	0,083	**0,0833**	**2,82**
	4	0,04	0,04	0,04	**0,0400**	**1,25**
	6	0,039	0,039	0,039	**0,0390**	**1,21**

Tabla 100. Valores de absorbancia y concentración de plata

En la Tabla 100 se observa la alta afinidad que presenta el carbón activado por la plata, ya que de manera similar al ensayo 1 la gran mayoría de esta fue adsorbida en un tiempo de contacto de 6 horas para las tres soluciones con diferentes pesos de carbón.

Con los datos obtenidos en esta tabla podemos reafirmar el peso de carbón empleado en el montaje A, como el más aconsejable, ya que este peso de carbón es capaz de adsorber la totalidad del oro y aproximadamente un 90% de la plata presente en la solución.

➢ **Determinación de cobre.** Los resultados de absorbancia para los patrones empleados se presentan en la Tabla 101. La curva patrón se presenta en la Figura 49.

PATRONES	5ppm Cu	10ppm Cu	15 ppm Cu	20 ppm Cu	30 ppm Cu
ABS.	0.007	0.014	0.019	0.025	0.038
	0.007	0.013	0.019	0.025	0.038
	0.007	0.013	0.019	0.025	0.038
ABS. PROM.	0.0070	0.0133	0.0190	0.0250	0.0380

Tabla 101. Valores de absorbancia patrones de cobre

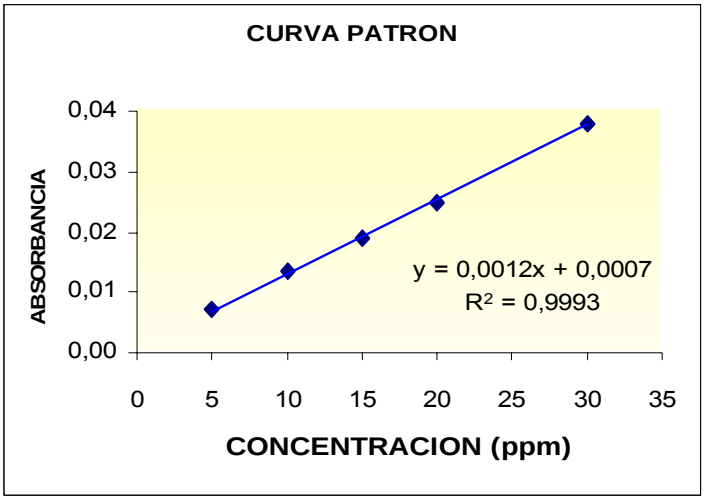

Figura 49. Curva patrón para la determinación de cobre

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	¼	0,033	0,033	0,033	**0,0330**	**26,92**
	½	0,028	0,029	0,028	**0,0283**	**23,03**
	1	0,031	0,03	0,03	**0,0303**	**24,69**
	2	0,031	0,031	0,031	**0,0310**	**25,25**
	3	0,028	0,028	0,028	**0,0280**	**22,75**
	4	0,031	0,031	0,03	**0,0307**	**24,97**
	6	0,029	0,029	0,028	**0,0287**	**23,31**
B	¼	0,03	0,031	0,03	**0,0303**	**24,69**
	½	0,031	0,03	0,03	**0,0303**	**24,69**
	1	0,033	0,034	0,034	**0,0337**	**27,47**
	2	0,029	0,029	0,029	**0,0290**	**23,58**
	3	0,031	0,031	0,03	**0,0307**	**24,97**
	4	0,03	0,029	0,03	**0,0297**	**24,14**
	6	0,03	0,031	0,031	**0,0307**	**24,97**
C	¼	0,021	0,022	0,021	**0,0213**	**17,19**
	½	0,033	0,032	0,032	**0,0323**	**26,36**
	1	0,03	0,03	0,03	**0,0300**	**24,42**
	2	0,031	0,031	0,031	**0,0310**	**25,25**
	3	0,029	0,029	0,029	**0,0290**	**23,58**
	4	0,03	0,03	0,03	**0,0300**	**24,42**
	6	0,028	0,028	0,027	**0,0277**	**22,47**

Tabla 102. Valores de absorbancia y concentración de cobre

De la misma manera que en el ensayo 1 en la Tabla 102 se observa la poca adsorción que ofrece el carbón activado hacia el cobre, ya que la concentración de cobre en la solución cianurada permanece casi constante a lo largo del tiempo que dura el análisis.

A continuación en la Tabla 103 se reportan los porcentajes de adsorción del carbón activado sobre el oro y la plata cuando se emplean diferentes relaciones de peso de carbón / volumen de solución.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE ADSORCIÓN - CARBON I					
	2,0 g/L		5,0 g/L		10,0 g/L	
	Oro	Plata	Oro	Plata	Oro	Plata
0	0	0	0	0	0	0
½	3,71	1,75	3,62	0,71	81,49	55,93
1	81,59	63,98	94,09	74,22	89,98	63,94
2	96,42	67,25	95,29	78,11	98,47	20,89
3	97,65	81,61	98,91	83,77	98,47	63,31
4	98,89	86,39	100	85,66	100	83,74
6	100	87,45	100	88,14	100	84,21

Tabla 103. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón/ volumen solución

Como podemos observar en la Tabla 103, para los tres casos todo el oro es adsorbido sin importar la carga de carbón activado, la única diferencia se presenta en el tiempo empleado por el carbón para adsorber la totalidad del oro, así cuando la carga es de 2 g/L se emplean 6 horas para adsorber todo el oro, mientras que para los casos en que la carga es de 5 g/L y 10 g/L el tiempo empleado es de 4 horas. Además podemos observar que a pesar de emplear cantidades altas de carbón activado y un tiempo de contacto es mayor, no es posible que éste adsorba toda la plata presente en la solución.

A continuación en la Figuras 50 y 51 se puede observar claramente el comportamiento del carbón activado tipo I en la adsorción del oro y de la plata.

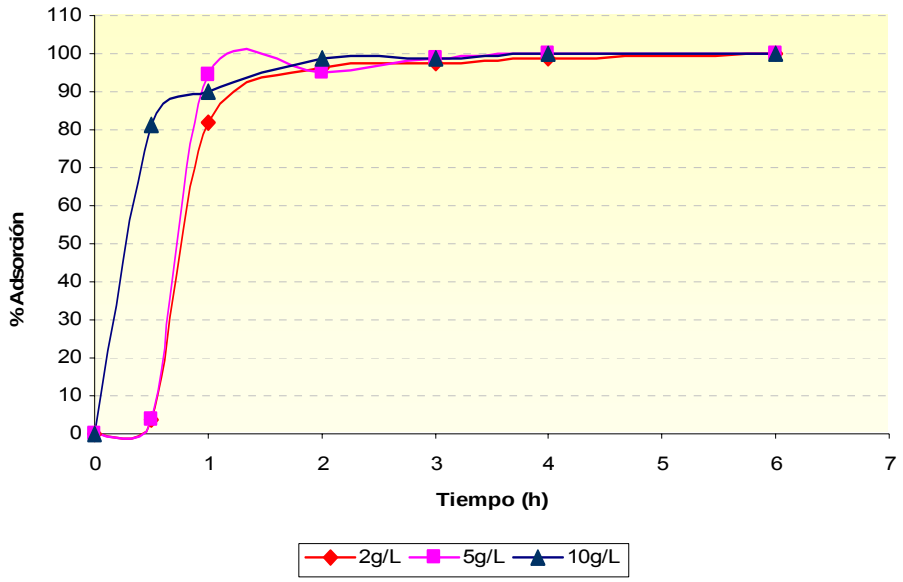

Figura 50. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I

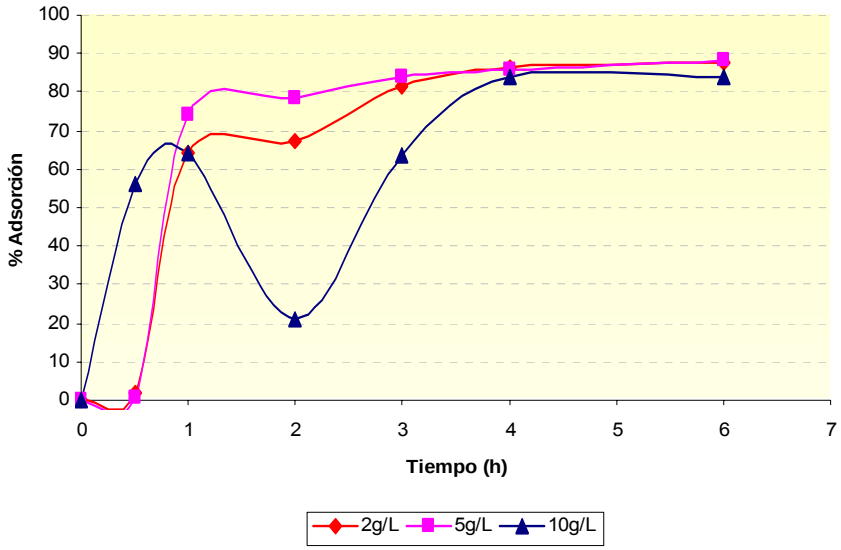

Figura 51. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I

En la Figura 51, para la muestra IX se observa una caída en el porcentaje de adsorción de plata correspondiente al tiempo de 2 horas, esta caída se debió quizá a interferencias presentes en la muestra tomada o un posible error en la medición, sin embargo, hay que tener en cuenta que el carbón adsorbe en todas las muestras un porcentaje mayor al 80% de plata, y además en ésta muestra un porcentaje del 55% de plata fue adsorbido a la media hora de iniciado el proceso, fenómeno que no se presentó con las demás muestras.

4.3.2.3. Ensayo 3.

➢ **Determinación de oro y de plata.** Esta prueba se repitió empleando una solución más cargada de oro y otros pesos de carbón. La solución empleada

presentó un tenor de oro de 17.07 g/Ton. Y un tenor de plata de 20.76 g/Ton.; las relaciones de peso de carbón / volumen de solución empleadas fueron de 1.33 g/L, 2.4 g/L, 3.33g/L y 6.66 g/L. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla104.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE ADSORCION - CARBON I							
	1,33 g/L		2,4 g/L		3,33 g/L		6,66 g/L	
	Oro	Plata	Oro	Plata	Oro	Plata	Oro	Plata
0	0	0	0	0	0	0	0	0
½	51,27	33,04	81,52	63,41	83,56	71,47	94,14	53,99
1	72,58	47,83	90,65	71,36	94,86	83,43	96,10	92,75
1 ½	80,23	54,38	93,09	70,18	97,19	87,29	96,79	94,49
2	87,94	54,23	95,49	79,11	98,31	89,17	97,38	95,05
3	90,96	61,66	96,06	80,79	96,56	89,85	97,36	95,42
4	92,45	62,54	91,79	83,01	99,51	89,52	99,47	95,49
6	93,24	64,71	98,16	84,49	96,54	90,00	99,47	95,66
8	93,92	64,51	99,56	86,15	99,48	89,94	99,47	95,54

Tabla 104. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón / volumen solución

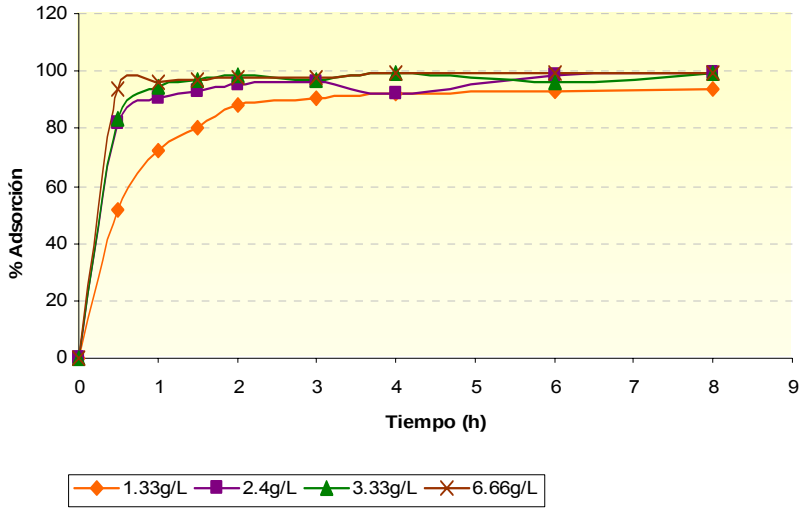

Figura 52. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I

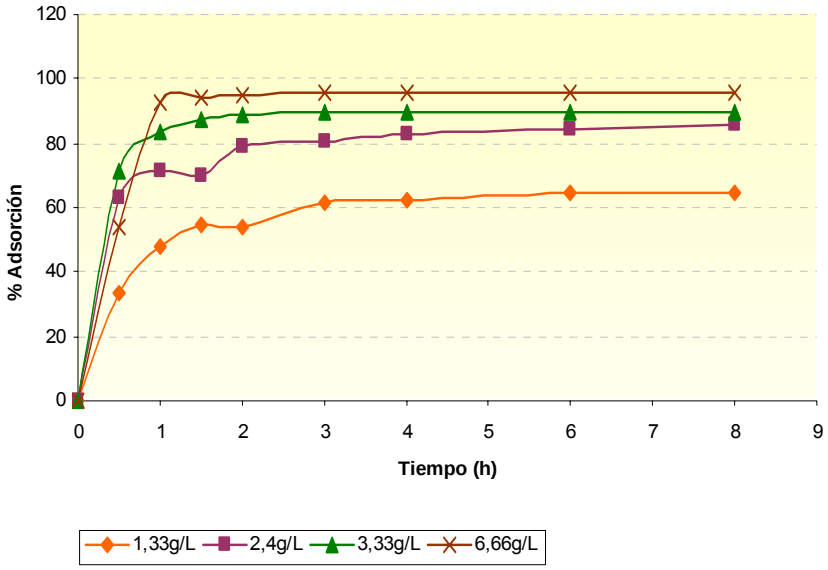

Figura 53. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo I

En las Figuras 52 y 53 se puede observar claramente el comportamiento del carbón activado Tipo I en la adsorción de oro y de plata.

4.3.3. Determinación de Au y Ag empleando igual concentración de carbón tipo II y diferentes muestras.

Con el fin de determinar el mejor tipo de carbón activado para la adsorción, se realizaron pruebas con carbón que presentaba una granulometría mayor, pretendiendo de esta manera mejorar los resultados obtenidos en las experiencias anteriores donde el carbón activado empleado era más fino.

El análisis se llevo a cabo bajo las mismas condiciones experimentales de los ensayos anteriores, la única variación fue el empleo de carbón activado con mayor granulometría, Tipo II, del cual se empleó una relación de 5.0 g/L. Este ensayo se realizó en soluciones cianuradas de diferente concentración de oro y de plata y se estableció un tiempo de contacto de 2 horas entre el carbón activado y la solución cargada.

4.3.3.1. Ensayo 1. Se realizó un ensayo en le cual se determinó la concentración de oro y de plata adsorbida por el carbón activado Tipo II.

➢ **Determinación de oro.** En la Tabla 105 se presentan los valores de absorbancia determinados para los patrones de oro y la Figura 54, presenta la curva patrón.

PATRONES	1 ppm Au	2,5 ppm Au	5 ppm Au	7,5 ppm Au	10 ppm Au	12,5 ppm Au
ABSORBANCIA	0.009	0.02	0.04	0.059	0.079	0.094
	0.009	0.02	0.04	0.058	0.079	0.096
	0.009	0.019	0.042	0.059	0.077	0.097
ABS. PROMEDIO	0.0090	0.0197	0.0407	0.0587	0.0783	0.0957

Tabla 105. Valores de absorbancia patrones de oro

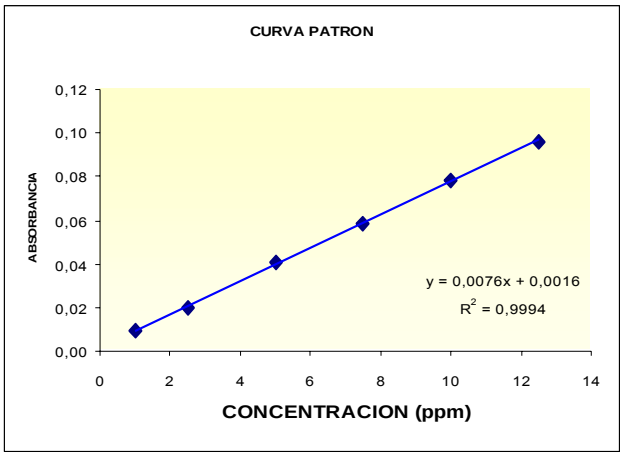

Figura 54. Curva patrón para la determinación de oro

La Tabla 106 muestra las concentraciones iniciales de oro en las dos soluciones empleadas en el ensayo.

SOLUCION	[Au] Inic. (ppm)
A	11,23
B	10,97

Tabla 106. Concentración inicial de oro de las soluciones cianuradas

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	½	0,066	0,065	0,067	**0,0660**	**8,47**
	1	0,046	0,046	0,046	**0,0460**	**5,84**
	1½	0,028	0,029	0,028	**0,0283**	**3,52**
	2	0,013	0,015	0,014	**0,0140**	**1,63**
B	½	0,054	0,054	0,055	**0,0543**	**6,94**
	1	0,038	0,039	0,037	**0,038**	**4,79**
	1½	0,021	0,022	0,02	**0,021**	**2,55**
	2	0,01	0,009	0,01	**0,0097**	**1,06**

Tabla 107. Valores de absorbancia y concentración de oro

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	½	0,069	0,068	0,068	**0,0683**	**8,78**
	1	0,048	0,047	0,046	**0,0470**	**5,97**
	1½	0,031	0,032	0,031	**0,0313**	**3,91**
	2	0,015	0,015	0,016	**0,0153**	**1,81**
B	½	0,056	0,056	0,055	**0,0557**	**7,11**
	1	0,042	0,04	0,041	**0,0410**	**5,18**
	1½	0,024	0,024	0,024	**0,0240**	**2,95**
	2	0,013	0,012	0,012	**0,0123**	**1,41**

Tabla 108. Valores de absorbancia y concentración de oro (Duplicado)

En las tablas 107 y 108, se muestran los valores de concentración de las soluciones cargada de oro con el transcurso del tiempo, podemos observar que en este ensayo el tiempo de adsorción del oro por parte del carbón activado se redujo considerablemente, lográndose absorber la mayor parte del oro en un tiempo de 2 horas. Esta reducción en el tiempo de adsorción se debe posiblemente a la relación entre peso de carbón / volumen de solución empleada, 5g/L, y a que la solución empleada poseía una concentración de oro y de plata muy baja para la cantidad de carbón empleada.

- **Determinación de plata.** Al igual que para la determinación de oro, las condiciones del equipo de absorción atómica y experimentales no se modificaron con respecto al ensayo anterior en la determinación de plata. Los resultados obtenidos para los patrones de plata se muestran en la Tabla 109. La Figura 55 nos muestra la curva patrón obtenida.

PATRONES	1ppm Ag	2ppm Ag	5 ppm Ag	7,5 ppm Ag	10 ppm Ag
ABSORBANCIA	0.029	0.057	0.133	0.202	0.266
	0.029	0.056	0.131	0.203	0.265
	0.029	0.056	0.13	0.204	0.269
ABS. PROMEDIO	0.0290	0.0563	0.1313	0.2030	0.2667

Tabla 109. Valores de absorbancia patrones de plata

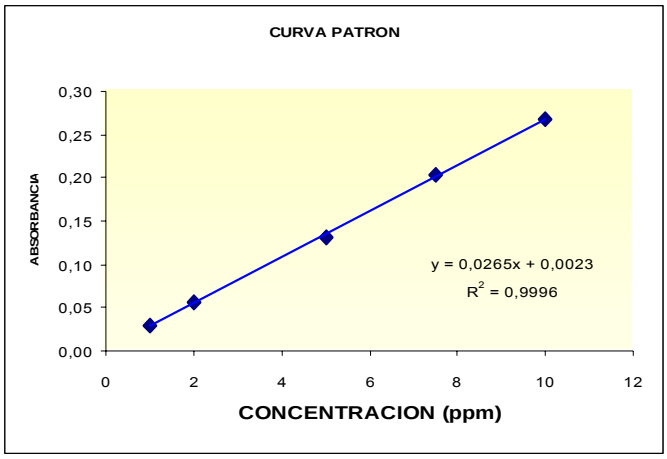

Figura 55. Curva patrón para la determinación de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	½	0,245	0,246	0,244	**0,2450**	**9,16**
	1	0,214	0,212	0,211	**0,2123**	**7,93**
	1½	0,174	0,171	0,173	**0,1727**	**6,43**
	2	0,136	0,138	0,138	**0,1373**	**5,10**
B	½	0,226	0,228	0,222	**0,2253**	**8,42**
	1	0,198	0,2	0,203	**0,2003**	**7,47**
	1½	0,157	0,159	0,161	**0,159**	**5,91**
	2	0,123	0,121	0,12	**0,1213**	**4,49**

Tabla 110. Valores de absorbancia y concentración de plata

MUESTRAS	TIEMPO (h)	ABSORBANCIA			PROMEDIO	CONCENT.(ppm)
A	½	0,24	0,24	0,239	**0,2397**	**8,96**
	1	0,207	0,21	0,208	**0,2083**	**7,77**
	1½	0,169	0,17	0,168	**0,1690**	**6,29**
	2	0,134	0,135	0,135	**0,1347**	**4,99**
B	½	0,221	0,221	0,220	**0,2207**	**8,24**
	1	0,195	0,195	0,192	**0,1940**	**7,23**
	1½	0,155	0,155	0,156	**0,1553**	**5,77**
	2	0,118	0,119	0,118	**0,1183**	**4,38**

Tabla 111. Valores de absorbancia y concentración de plata (Duplicado)

En las tablas 110 y 111 se observa que el tiempo de adsorción no es suficiente para que el carbón activado atrape toda la plata contenida en la solución. En ensayos anteriores veíamos que se requerían al menos seis horas para poder adsorber la plata, y el carbón activado de mayor granulometría aunque no la absorbe toda en un tiempo de dos horas retiene un porcentaje mayor al 50%, porcentaje de adsorción que no se lograba con el carbón activado fino en un tiempo tan bajo.

4.3.4. Determinación del porcentaje de adsorción de oro y de plata con carbón activado tipo II.

El porcentaje de adsorción de oro y de plata alcanzado por el carbón activado tipo II se reporta en la Tabla 112. Los resultados consignados corresponden al promedio de los valores de concentración de los ensayos realizados.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE ADSORCION - CARBON II			
	Solución A		Solución B	
	Oro	Plata	Oro	Plata
0	0	0	0	0
½	23,17	12,40	35,95	18,59
1	47,39	24,08	54,54	28,12
1 ½	66,92	38,49	74,93	42,87
2	84,69	51,21	88,73	56,64

Tabla 112. Porcentaje de adsorción de oro y de plata sobre igual peso de carbón activado

En la Tabla 112 se puede observar que el porcentaje de adsorción de oro y de plata alcanzado por el carbón activado grueso, tipo II, esta por debajo de los porcentajes de extracción alcanzados por el carbón activado fino, tipo I.

Este resultado se observa en un tiempo de contacto de 2 horas, el cual puede no ser suficiente a pesar de haber empleado una relación de peso de carbón / volumen de solución, alto. Este resultado lo podemos apreciar mejor en las Figuras 56 y 57.

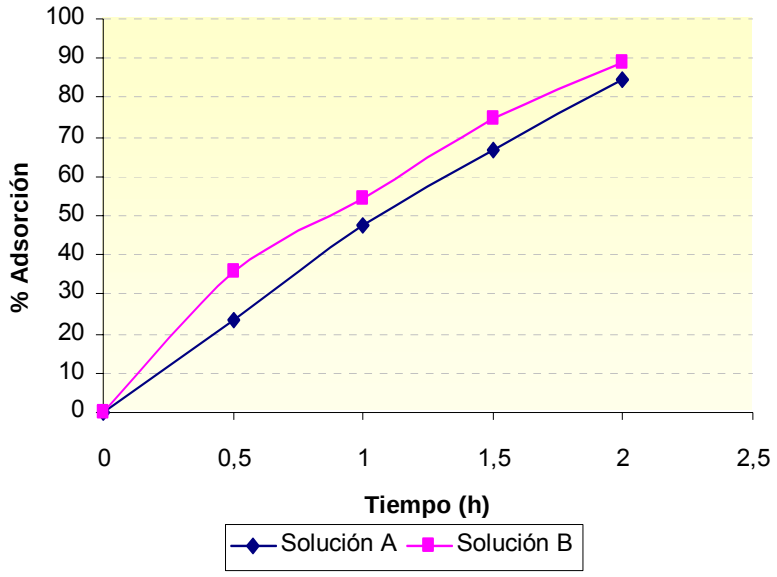

Figura 56. Porcentaje de adsorción de oro sobre igual peso de carbón activado Tipo II

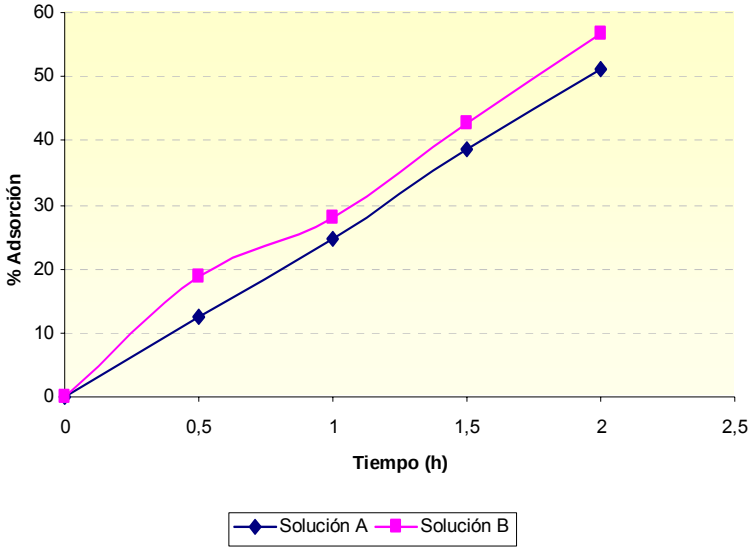

Figura 57. Porcentaje de adsorción de plata sobre igual peso de carbón activado Tipo II

4.3.5. Determinación de la concentración de Au y Ag empleando una misma solución y diferente peso de carbón activado tipo II.

En la realización de esta prueba se empleó una solución cianurada con una concentración de oro de 15.08 g/Ton y 8.80 g/Ton de plata. Las relaciones entre peso de carbón / volumen de solución, empleadas en la prueba fueron de 2.4 g/L y 3.5g/L. Los resultados obtenidos se consignan en la Tabla 113.

TIEMPO (h)	PORCENTAJE DE ADSORCION - CARBON II			
	2,4 g/L		3,5 g/L	
	Oro	Plata	Oro	Plata
0	0	0	0	0
1	42,03	73,08	50,26	28,37
2	56,83	79,83	65,31	40,13
4	71,69	84,39	83,62	54,98
6	82,61	85,69	88,03	63,56
8	87,57	85,98	89,92	67,13

Tabla 113. Adsorción de oro y de plata de la solución cianurada a diferentes relaciones de peso carbón/ volumen solución

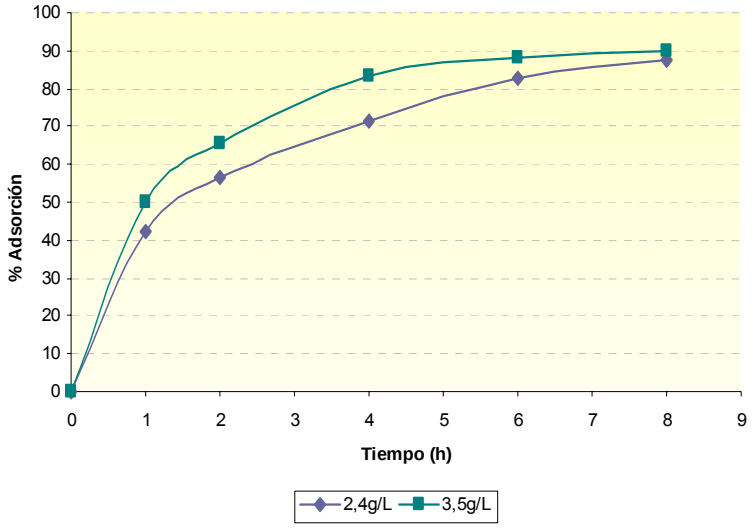

Figura 58. Porcentaje de adsorción de oro sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo II

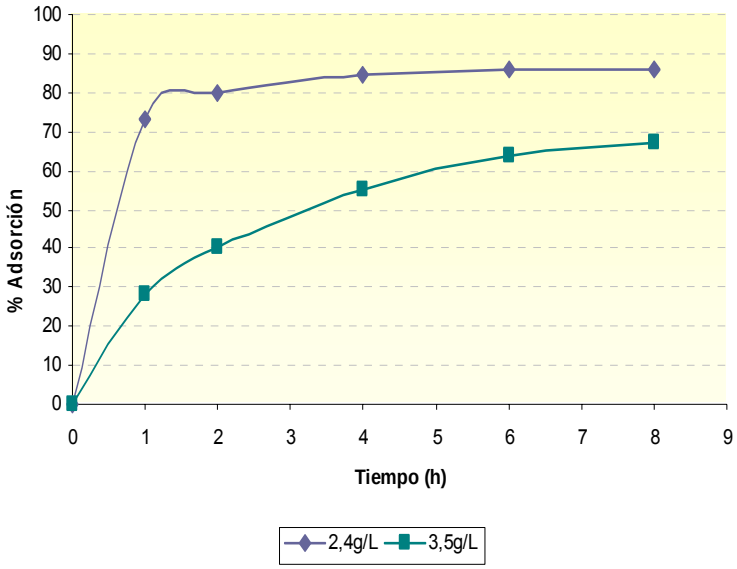

Figura 59. Porcentaje de adsorción de plata sobre diferentes relaciones de carbón activado Tipo II

Como se puede apreciar en la Tabla 113 y las Figuras 58 y 59, los porcentajes de adsorción de oro obtenidos son menores que los obtenidos con la utilización de la misma cantidad del carbón activado Tipo I. Este resultado puede deberse a las características presentadas por el carbón tipo II, ya que al poseer mayor tamaño de partícula el área superficial de adsorción disminuye.

El comportamiento presentado por el carbón Tipo II sobre la solución cianurada empleada en el ensayo, nos muestra que este posee una velocidad y porcentaje de adsorción más baja que la presentada por el carbón Tipo I bajo las mismas condiciones experimentales.

4.4. ANALISIS DE MUESTRAS PROVENIENTES DEL PROCESO DE CEMENTACION CON ZINC.

En este proceso se somete la solución a un pretratamiento con el fin de ajustar las condiciones para la precipitación del oro, así, la muestra es sometida a un proceso de clarificación y desoxigenación.

Las pruebas para la desorción mediante el proceso Merril Crowe, se llevaron a cabo bajo las siguientes condiciones experimentales:

- Eliminación de partículas en suspensión mediante la filtración en microfiltro, ya que estas partículas pueden recubrir el zinc y disminuir su reactividad.

- Disminución del nivel de oxígeno en la solución a 1 ppm, mediante el empleo de una bomba de vació, agitación e inyección de nitrógeno durante un tiempo de 20 minutos. La reducción del nivel de oxígeno se debe a que éste elemento pasiva la superficie del zinc y produce una redisolución del oro precipitado.

- Ajustar la concentración de cianuro en la solución a una concentración de 1000 ppm, pues por debajo de esta concentración la velocidad de cementación es menor.

La cantidad de zinc y el tiempo de reacción fueron las variables estudiadas con el fin de establecer las condiciones que permitieran la mayor precipitación de oro.

Se llevaron a cabo dos experiencias y los resultados obtenidos se presentan a continuación.

4.4.1. Variación de la relación de zinc a tiempo constante.

En este ensayo se emplearon diferentes relaciones de Au / Zn en un tiempo fijo de 5 minutos con la finalidad de establecer la relación más adecuada para el proceso. En la Tabla 114 y la Figura 60 se presentan los resultados obtenidos.

[Au] Inicial (ppm)	Relación Au/Zn	[Au] Final (ppm)	% Precipitación
12,03	(1 / 12)	1,25	86,61
10,18	(1 / 10)	1,30	87,23
10,18	(1 / 8)	4,16	59,13

Tabla 114. Precipitación de oro proceso Merrill Crowe a un tiempo de 5 minutos y variación de la relación Au / Zn

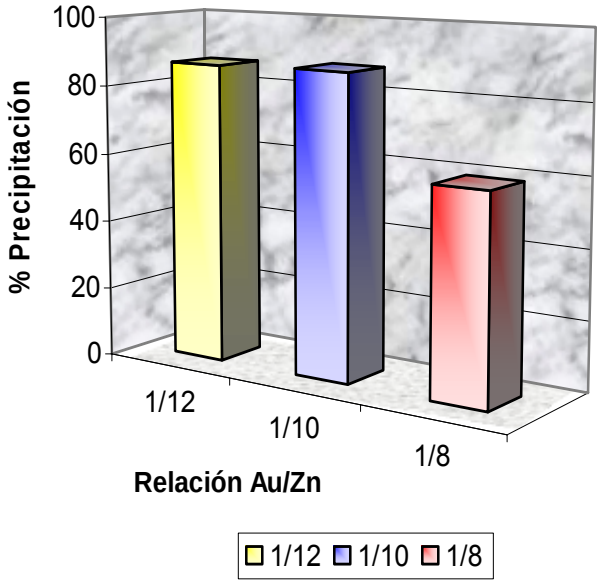

Figura 60. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe a un tiempo de 5 minutos

Los resultados obtenidos nos muestran que para un tiempo de 5 minutos, el mejor porcentaje de precipitación de oro se presentó a una relación de Au / Zn 1/10.

4.4.2. Relación de Au / Zn constante con variación del tiempo.

Este ensayo se realizó empleando una relación de Au / Zn de 1/10, y variando el tiempo del proceso. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 115 y la Figura 61.

[Au] Inicial (ppm)	Tiempo (min)	[Au] Final (ppm)	%Precipitación
12,03	5	0,90	92,52
10,18	7	2,90	71,51
10,18	10	1,60	84,28
10,37	15	9,20	11,28

Tabla 115. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe relación de Au/Zn 1/10 y variación del tiempo

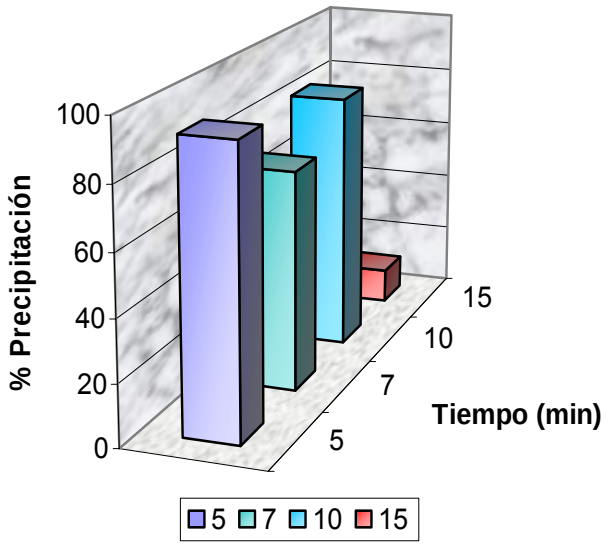

Figura 61. Precipitación de oro por el proceso Merrill Crowe con relación Au/Zn de 1/10 y variación del tiempo

Como se observa en la Figura 66, el ensayo que presentó mejor porcentaje de precipitación de oro a una relación Au / Zn de 1/10 empleó un tiempo de 5 minutos de reacción.

De manera general, podemos apreciar que el proceso Merrill Crowe, no permitió recuperar la totalidad del oro disuelto en las soluciones cianuradas,

alcanzando un porcentaje de precipitación máximo de 92.52 %. Este porcentaje se obtuvo debido posiblemente a varios factores, entre ellos, la dificultad para desoxigenar la solución cianurada, pues no existían en el laboratorio los medios y herramientas necesarios para eliminar la totalidad del oxígeno disuelto; otra posible causa pudo ser el tiempo de contacto entre la solución pobre y el oro precipitado, ya que un tiempo de contacto demasiado largo puede ocasionar una redisolución del oro debido a la alta concentración de cianuro libre en la solución.

5. CONCLUSIONES

1. La determinación de los tenores de oro y plata en muestras minerales es más exacta cuando se emplea la técnica de ensayo al fuego combinada con la Absorción Atómica, ya que permite la cuantificación de cantidades muy pequeñas de estos metales que no pueden ser determinadas usando la técnica gravimétrica convencional.

2. La utilización de patrones para Absorción Atómica de Au y Ag preparados a partir de soluciones que contienen 1000 ppm de cianuro de sodio, permite una cuantificación más exacta de las concentraciones de estos metales en las muestras provenientes de los procesos de cianuración de minerales auroargentíferos. La anterior modificación se debe principalmente a que se eliminan las posibles interferencias en la señal, causadas por la elevada concentración de cianuro de sodio en las muestras reales.

3. La utilización de la técnica de extracción con MIBK de los complejos de oro en soluciones de cianuro, para eliminar interferencias en la cuantificación de oro, mostró ser un proceso que no ofrece ventajas desde el punto de vista analítico para los minerales empleados en este estudio. La extracción con solventes puede ser usada con éxito en muestras acuosas provenientes de la cianuración de minerales auroargentíferos más complejos o para la cuantificación de oro en muestras de minerales que han sido llevadas a digestión total.

4. El análisis cualitativo de sales solubles presentes en minerales auroargentíferos es una metodología sencilla que permite determinar la presencia de sales de hierro, cobre y zinc; inclusive a bajas concentraciones

donde ya no son perjudiciales en los procesos de extracción de oro y plata en soluciones de cianuro. Los análisis complementarios realizados por la técnica de Absorción Atómica, confirman los resultados obtenidos, mostrando que ésta metodología es acertada para los fines propuestos.

5. Las técnicas de análisis químico empleadas en el Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente para la caracterización fisicoquímica de los minerales auroargentíferos, así como los análisis fisicoquímicos aplicados en los procesos metalúrgicos de extracción de oro y plata, fueron revisados sistemáticamente y mejorados con el fin de brindar mejor soporte y apoyo técnico al sector minero regional y nacional.

6. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda evaluar la eficiencia de la cuantificación de oro empleando la extracción con solventes (MIBK), en soluciones cianuradas con altas concentraciones de sales solubles de hierro, cobre y zinc.

2. Así mismo se recomienda la comparación entre los resultados obtenidos en la cuantificación de oro y plata mediante el ensayo al fuego combinado con la Absorción Atómica, con la técnica de cuantificación de estos metales mediante la digestión ácida total del mineral y posterior extracción del oro con MIBK.

3. En los laboratorios del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente, en su mayoría se maneja un gran volumen de muestras ácidas para los análisis de Absorción Atómica. Por tal razón, se recomienda importante cuidado para evitar la mezcla de los residuos acuosos de las soluciones de cianuro en el equipo de Absorción Atómica, ya que el manejo de muestras cianuradas requiere estrictamente de pH básico para evitar intoxicaciones con ácido cianhídrico.

4. Es posible evitar la peligrosa acumulación de residuos de cianuración, mediante un sencillo tratamiento con peróxido de hidrógeno (H_2O_2), el cual resulta económico y efectivo en la oxidación de cianuro y también en la remoción de algunos metales pesados.

5. Es importante realizar periódicamente la revisión electrónica y calibración de los espectrofotómetros de Absorción Atómica, debido principalmente a las fluctuaciones eléctricas en las instalaciones del Grupo de Investigaciones.

BIBLIOGRAFIA

1. VASQUEZ García, Jorge. Procesamiento de Minerales Auríferos, el control analítico en el procesamiento de minerales. Ministerio de minas y energía. Cartilla # 2.
2. GOMEZ, Agustín Alberto. Manual de laboratorio planta de cianuración de oro y plata. Instituto de investigaciones mineras. Universidad Nacional de San Juan. Faculta de Ingeniería. Pág. 41-46.
3. RENGIFO, Maria Emma y RUIZ, Jorge Nelson. Propuesta de un diagrama de proceso para el beneficio y tratamiento de minerales auroargentíferos de “Mina Nueva”, ubicada en el asentamiento minero de San Pedro Frío en el municipio de Santa Rosa del Sur, Bolívar. Bucaramanga 2002. Trabajo de grado (Ingeniería Metalúrgica). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Pág. 28-32.
4. LOPEZ, Maria Esperanza. Determinación de oro y plata. Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. 1998. Pág.12-44.
5. VARGAS, Mayra Amanda y YANEZ, José Julián. Mejoramiento del proceso de beneficio de minerales auroargentíferos de Mina Vieja en el asentamiento minero de San Pedro Frío. Bucaramanga 2002. Trabajo de grado (Ingeniería Metalúrgica). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Pág.20-25.
6. CARDENAS Revilla, Agustín. Metalurgia Estractiva del Oro. Imprenta Offset Ltda. Bolivia. Pág. 13-29.
7. MISARI, Fidel Sergio. Metalurgia del oro. CEPECT Ediciones. Primera Edición. Perú 1993. Pág. 90-91.

8. WILLARD, Hobart. Métodos Instrumentales de Análisis. Grupo Editorial Iberoamérica. México. 1991. Pág. 237-238.
9. SKOOG, Douglas A. Química Analítica. Mc. Graw Hill. México. Sexta Edición. 1995. Pág. 466-467.
10. AECO-AT. Minería de oro a cielo abierto y sus impactos ambientales. Costa Rica. 1998.
11. RED CYTED, Comité aurífero del Perú. El libro de la minería del oro en América. Editor: José Antonio Espi. España.2001.
12. KELLY, E. G. & SPOTTISWOOD. Introducción al procesamiento de minerales. Jhon Wiley. USA.1982.
13. BUSTAMANTE, R. O. Programa modular: Procesamiento de minerales auroargentíferos. Modulo 6 Concentración de minerales. Convenio CIMEX, MINERALCO, SENA. Colombia. 1992.
14. CETEM. Tratamento de minérios. Editores Adao Benvindo da Luz. Mario Valente Possa. Salvador Luiz de Almeida. Segunda edición.1998.
15. POLING, G. Seminario taller sobre tecnologías limpias en la recuperación de oro. Editor Rescan Invironmental Services Ltd. Colombia. 1999.
16. VASQUEZ García, Jorge. Procesamiento de Minerales Auríferos, técnicas para la extracción aurífera procesos de cianuración y amalgamación. Ministerio de minas y energía. Cartilla # 3.
17. AMERICAN ESTÁNDAR TEST METHODS. Standard Practices for Digestion of Samples for Determination of Metals by Flame Atomic Absorption or Plasma Emission Spectrscopy. USA. ASTM. 1990. Pág. 440-442.
18. AMERICAN STANDARD TEST METHODS. Standard Test Method for Determination of Gold in Cyanide Solutions by Atomic Absortion Spectrometry. USA. ASTM.1996. Pág. 1-3.

19. GELVES Cañas, Genaro Alberto. Precipitación de oro presente como complejo en solución acuosa de tiosulfato de amonio. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Bucaramanga. 1996. Pág. 3-4.
20. PAVÓN, Emilio. Empleo del carbón activado en la precipitación del oro. Bucaramanga, 1973. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico-químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Pág. 122.
21. RUEDA, Luis y SARMIENTO, Marcela. Ensayos piloto de lixiviación con agitación y extracción con solventes de las soluciones cianuradas de oro y plata. Bucaramanga, 1985. Trabajo de Investigación. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico-químicas. Escuela de Ingeniería Química. Pág. 151.
22. MALDONADO, Alfonso. Absorción de oro y plata sobre carbón activado partiendo de las soluciones del proceso de cianuración. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander, 1992. Pág. 6-18.
23. MERELLO, Ricardo. Aplicación de carbón activado en la metalurgia extractiva del oro. Revista Minerales. Vol.42, No. 179, ago-sep1985. Pág.1-14.
24. PEDRAZA, Julio; ARIAS, Martha; CORDOBA, Eloy y GELVES, Genaro. Experiencia en la aplicación de nuevas tecnologías para el tratamiento de minerales auroargentíferos. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 196. Pág. 5-6; 18-21.
25. WEBSTER, L. A. Estadística aplicada a los negocios y la economía. Tercera Edición. editorial Mc. Graw Hill. Santa fe de Bogotá. Colombia 2000.

ANEXOS

1. ENSAYO AL FUEGO

TECNICA 1.

- **Resumen del método.**

La muestra de tamaño 200 Ty es tostada a 500-600 ^{o}C y luego fundida en una mezcla de fundentes, oxidantes y reductores, dependiendo de la naturaleza de la muestra a una temperatura de 1100 ^{o}C. Posteriormente el producto metálico es nuevamente fundido en una copela a 850 ^{o}C de donde se obtiene un botón de oro y plata. Luego el botón es atacado con ácido nítrico para determinar la cantidad de oro.

- **Reactivos**
  - ✓ Litargirio
  - ✓ carbonato de sodio
  - ✓ Bórax
  - ✓ Sílice
  - ✓ Nitrato de sodio
  - ✓ Harina de trigo
  - ✓ Plomo laminado
  - ✓ Ácido nítrico

- **Equipos y materiales**
  - ✓ Balanza
  - ✓ Balanza analítica
  - ✓ Horno mufla
  - ✓ Campanas extractoras
  - ✓ Pinzas para crisol
  - ✓ Pinzas para manejo de copelas, crisoles y platos de arcilla

- ✓ Guantes y delantal de asbesto
- ✓ Careta
- ✓ Lingoteras
- ✓ Yunque
- ✓ Martillo
- ✓ Crisol de arcilla
- ✓ Platos de arcilla
- ✓ Copelas
- ✓ Plancha de calentamiento
- ✓ Crisol de porcelana
- ✓ Vidriaría

➢ **Procedimiento**

- **Tostación de la muestra**
  - ✓ Cuartear y pesar una muestra de 20g granulometría 200 Ty.
  - ✓ Mantener encendida la campana extractora y el lavador de gases durante toda la prueba.
  - ✓ Colocar una muestra en el plato de arcilla y llevar a la mufla a una temperatura entre 500 y 600 ^{o}C. Agitando la muestra con una espátula por fuera de la mufla cada 10 minutos hasta la eliminación de azufre (se observa un color rojizo de la muestra y desaparición de olor característico).
  - ✓ Sacar de la mufla y dejar enfriar.

- **Fusión de la muestra**
  - ✓ Preparar una carga de mezcla de fundentes, oxidantes y reductores dependiendo de la naturaleza de la muestra[2], dicha carga debe ser de granulometría fina.
  - ✓ En un crisol de arcilla mezclar vigorosamente la carga con la muestra tostada y cubrir con bórax.
  - ✓ Colocar en una mufla a 1100 ^{o}C (la mufla debe estar ya a una temperatura de mínimo 800 ^{o}C) por un tiempo aproximado de 75 minutos.
  - ✓ Vaciar el contenido en una lingotera previamente impregnada con tiza y precalentada sobre el exterior de la mufla.
  - ✓ Dejar enfriar y separar con un martillo la fase metálica de la escoria apoyándose en un yunque. Darle forma de cubo.

- **Copelación**
  - ✓ Calentar las copelas en la mufla a 800 ^{o}C por 20 minutos.
  - ✓ Introducir el botón metálico, sobre la copela y esperar a que se evapore el plomo, permitiendo el ingreso de aire.
  - ✓ Sacar la copela sin dejar evaporar la plata del botón resultante (el instante preciso de sacar la copela es cuando la gota fundida pierde el brillo metálico, se conoce como apagado).
  - ✓ Laminar y pesar el botón que sólo contiene oro y plata, en la balanza analítica de cinco cifras decimales, $\mathbf{P_1}$.

- **Ataque con ácido nítrico**
  - ✓ Llevar el botón a un crisol de porcelana.

[2] Para un mineral de cabeza se utilizó la siguiente carga: 40g de litargirio, 30g de carbonato de sodio, 10g de bórax, 3g de harina de trigo, 10g de sílice y 0.6g de nitrato de sodio.

- ✓ Atacar en caliente con ácido nítrico en una relación 3:1 y luego 1:1, en ambos casos dejar atacar hasta que no se observe reacción y decantar la solución sobrante.
- ✓ Enjuagar con agua destilada caliente libre de cloruros, secar y dejar enfriar.
- ✓ Pesar el residuo que corresponde al oro de la muestra, $\mathbf{P_2}$.
- ✓ En caso de no tener disminución de peso en el botón, significa que la reacción de oro y de plata es pequeña y hay necesidad de encuartar. Este proceso se hace envolviendo el botón en plomo laminado con tres veces el peso en plata, se copela y se ataca el botón nuevamente con ácido nítrico.

- **Observación.** Es necesario hacer un blanco con la carga para estar seguro que no existen elementos que afecten el análisis; ocurre frecuentemente que el litargirio contiene cantidades apreciables de plata.

- **Cálculo.**

$$ORO = \frac{P_2\,(g)}{Peso\ muestra\ (20g)} * 10^6,\ [\,g\ Au\ /\ ton\ mineral\,]$$

$$PLATA = \frac{P_1 - P_2\,(g)}{Peso\ muestra\ (20g)} * 10^6,\ [\,g\ Ag\ /\ ton\ mineral\,]$$

TECNICA 2.

En la técnica 2, el procedimiento sólo varía después de la copelación, ya que no se realiza un ataque con ácido nítrico. El procedimiento varía de la manera que se muestra a continuación.

- **Ataque con agua regia.**
  - ✓ Llevar el botón a un crisol de porcelana.
  - ✓ Atacar en caliente con agua regia hasta disolución de la laminilla.
  - ✓ Pasar la solución aun balón de fondo plano.
  - ✓ Lavar el crisol con agua destilada, mezclando estos lavados con la solución anterior.
  - ✓ Aforar a 25 o 50ml.
  - ✓ Preparar patrones de 1 a 12.5 ppm conservando la matriz de la solución madre.
  - ✓ Realizar la curva de calibración de los patrones preparados.
  - ✓ Hacer la lectura de las muestras problema en el equipo de absorción atómica.

2. DETERMINACION CUALITATIVA DE SALES SOLUBLES

- **Generalidades.**

  - ✓ **Reactivos.** Ferrocianuro de potasio $K_4Fe(CN)_6.3H_2O$ 1N (105.6 g/L); Ferricianuro de potasio $K_4Fe(CN)_6$ 1N (109.7 g/L); Amoniaco al 10%.
  - ✓ **Equipos.** Balanza y plancha con agitación magnética.
  - ✓ **Materiales.** Vasos de precipitado, magnetos, embudos, papel filtro, tubos de ensayo, goteros.
  - ✓ **Condiciones de la muestra.** La muestra es lixiviada con agua desionizada.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Pesar 20g de muestra y transferir a un vaso de precipitado de 100ml.
  - ✓ Adicionar 60ml de agua desionizada.
  - ✓ Agitar en la plancha con agitación magnética durante 10 minutos.
  - ✓ Filtrar con papel franja negra.
  - ✓ En tres tubos de ensayo agregar 5ml de solución filtrada a cada uno.

- **Determinación de sales.**

  - ✓ **Sales ferrosas.** En uno de los tubos de ensayo adicionar 2 gotas de de ferricianuro de potasio. La aparición de un precipitado azul intenso indica la presencia de sales ferrosas.
  - ✓ **Sales férricas.** En otro tubo de ensayo agregar 2 gotas de ferrocianuro de potasio. La aparición de un precipitado amarillo verdoso indica la presencia de sales férricas.

- ✓ **Sales de zinc y cobre.** En otro tubo de ensayo agregar 2 gotas de amoniaco. La aparición de un precipitado blanco indica la presencia de sales de zinc; si al agregar un exceso de amoniaco el precipitado se redisuelve y aparece una coloración azul indica la presencia de sales de cobre.

3. Determinación cuantitativa de sales solubles.

- **Generalidades.**

  - ✓ **Reactivos.** Patrones analíticos de hierro, cobre y zinc.
  - ✓ **Equipos.** Espectrofotómetro de absorción atómica, micropipeta, balanza y plancha con agitación magnética.
  - ✓ **Materiales.** Vasos de precipitado, magnetos, embudos, papel filtro, tubos de ensayo, goteros, balones de fondo plano.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Pesar 20g de muestra y transferir a un vaso de precipitado de 100ml.
  - ✓ Adicionar 60ml de agua desionizada.
  - ✓ Agitar en la plancha con agitación magnética durante 10 minutos.
  - ✓ Filtrar con papel franja negra.
  - ✓ Lavar dos veces con agua desionizada.
  - ✓ Recoger las aguas de lavado en recipientes diferentes.
  - ✓ Preparar patrones de hierro, cobre y zinc.
  - ✓ Realizar la curva patrón.
  - ✓ Analizar el filtrado inicial y los lavados por absorción atómica para cada uno de los elementos de interés.
  - ✓ Para cada elemento sumar los resultados arrojados por el equipo de absorción atómica para el filtrado inicial y las aguas de lavado.

4. DETERMINACION DE LA ACIDEZ

- **Generalidades.**

  - ✓ **Técnica.** pHmetro y papel de pH de acuerdo a la Norma ASTM 4972 - 89.
  - ✓ **Equipos.** Potenciómetro equipado con electrodo, balanza.
  - ✓ **Materiales.** Papel de pH, vasos de precipitado.
  - ✓ **Reactivos.** Soluciones buffer, cloruro de calcio.
  - ✓ **Características de la muestra.** Se requieren 10 g de muestra a una granulometría de 200 mallas Ty.

- **Procedimiento para la determinación del pH de los suelos.**

Se determina el grado de acidez o alcalinidad de minerales suspendidos en agua y en solución de cloruro de calcio 0.1 N, con un potenciómetro que tenga un sistema de electrodos sensitivos al cambio de pH (Método A), o un papel sensitivo al cambio de pH en el rango de 1 a 12, con resolución cercana a 0.2 unidades de pH Método B). Las medidas de pH en ambos líquidos son necesarias para determinar totalmente el pH de los sólidos.

- **Preparación del potenciómetro.**

Se realiza con soluciones buffer de pH conocido, de la siguiente manera:

  - ✓ Lavar los electrodos con agua destilada y secarlos.
  - ✓ Introducir los electrodos en una solución buffer.
  - ✓ Verificar el botón de temperatura.

- ✓ Colocar el botón del potenciómetro en la posición para leer pH y calibrar el valor de la solución buffer.
- ✓ Volver a colocar el botón de pH a la posición solución inicial.
- ✓ Secar los electrodos de la solución buffer.

- **Determinación del pH con agua destilada.**

- ✓ Tomar 10 g de mineral con granulometría menor a 2 mm.
- ✓ Llevar a un recipiente de vidrio adicionando 10 ml de agua destilada.
- ✓ Mezclar y dejar reposar 1 hora.
- ✓ Leer el pH con el pHmetro o con papel de pH.

- **Determinación del pH con solución de cloruro de calcio.**

- ✓ Tomar 10 g de mineral con granulometría menor a 2 mm.
- ✓ Llevar a un recipiente de vidrio adicionando 10 ml de solución de $CaCl_2$ 0.1 N.
- ✓ Mezclar y dejar reposar 1 hora.
- ✓ Leer el pH con el pHmetro o con papel de pH.

Nota. La mezcla debe estar a temperatura ambiente al medir el pH.

- **Reporte.**

Se debe hacer con una cifra decimal, especificando la medida del pH en agua y en la solución de cloruro de calcio y además especificando el método empleado.

5. DISTRIBUCION GRANULOMETRICA

- **Generalidades.**

  - ✓ **Equipos y materiales.** Rotap, molino de bolas, balanza analítica y tamices serie Tayler.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Pesar 1 Kg de mineral.
  - ✓ Moler hasta obtener un D_{80} 200 Mallas.
  - ✓ Separar en fracciones granulométricas (+60,-60+100,-100 +200 y -200) por medio de tamizado en el rotap.
  - ✓ Pesar la cantidad de mineral retenida en cada una de las fracciones.
  - ✓ Analizar por medio de ensayo al fuego el oro y la plata contenidos en cada fracción.
  - ✓ Calcular los porcentajes de oro y de plata según los resultados del ensayo al fuego.

6. ANÁLISIS DE ORO EN SOLUCIONES CIANURADAS EMPLEANDO SOLVENTES ORGANICOS (MIBK)

- **Generalidades.**

  - ✓ **Equipos.** Espectrofotómetro de absorción atómica, lámparas de cátodo hueco para oro y plata, material de uso común en laboratorio.
  - ✓ **Reactivos.** Ácido clorhídrico al 37%, ácido nítrico al 70%, Solución de ácido clorhídrico al 10%, Metil isobutil cetona (MIBK), solución patrón de oro de 1000 ppm.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Pesar 10 g de muestra y transferir a un vaso de precipitado.
  - ✓ Agregar 25 ml de HCl concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y calentar suavemente durante 20 minutos.
  - ✓ Agregar 15 ml de HNO_3 concentrado, digerir otros 20 minutos con el vaso tapado.
  - ✓ Evaporar sin llevar a seco.
  - ✓ Agregar 25 ml de HCl concentrado y 25 ml de agua destilada.
  - ✓ Hervir unos minutos con el vaso tapado para disolver las sales solubles y eliminar los óxidos.
  - ✓ Filtrar y lavar con agua destilada caliente.
  - ✓ Dejar enfriar, enrasar y homogeneizar.

- **Determinación de oro.**

  - ✓ Preparar una solución stock de oro de 1 μg / ml en medio ácido clorhídrico al 25%.
  - ✓ Pipetear una alícuota de la muestra de 25 a 80 ml, que no contenga más de 20 g de oro, en un embudo separador con robinete de teflón de 125 ml.
  - ✓ Pipetear 5, 10, 15, 20 ml de solución de oro de 1 μg / ml en distintos embudos de separación con robinete de teflón de 125 ml.
  - ✓ Diluir las soluciones de oro con ácido clorhídrico al 25% hasta un volumen similar al de la muestra.
  - ✓ Agregar con una pipeta 10 ml de MIBK, en cada embudo separador.
  - ✓ Tapar, agitar 1 minuto y dejar separar las fases. Descargar la fase acuosa.
  - ✓ Agregar a cada embudo separador 35 ml de ácido clorhídrico al 10% y agitar 15 segundos, dejar separar las fases y descargar la fase acuosa.
  - ✓ Si el contenido de hierro en la muestra es alto, repetir el lavado una o dos veces más.
  - ✓ Transferir la fase orgánica a tubos de ensayo con tapón.
  - ✓ Ajustar el equipo de absorción atómica a una longitud de onda de 242.8 nm, fijar la presión y caudal de aire, disminuir el caudal de acetileno sin aspirar MIBK, hasta que la llama aparezca como una delgada línea azul sobre el mechero. Al aspirar MIBK ajustar las condiciones óptimas de la llama.
  - ✓ Determinar la absorbancia de los estándares y de las muestras en las mismas condiciones. Utilizar MIBK para establecer el cero del espectrofotómetro.

- ✓ Graficar la absorbancia versus la concentración de oro en la solución estándar.

- **Cálculo.**

  - ✓ Comparar la absorbancia de la muestra con la curva de calibración y encontrar la concentración de oro.

$$Au\ g/T = \frac{\mu g\ de\ Au\ en\ la\ alìcuota}{g\ de\ muestra\ en\ la\ alícuota}$$

7. CIANURACION EN BOTELLA

- **Generalidades.**

  - ✓ **Materiales y equipos.** Mineral con tamaño D_{80} -200 Ty, botella de 2.5 litros, agua destilada, cal, balanza, sistema de agitación por medio magnético, cianuro de sodio, pHmetro, papel filtro, embudos.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Tomar 500g de material pulverizado y colocarlo en la botella.
  - ✓ Agregar 1 litro de agua destilada.
  - ✓ Mezclar fuertemente y medir el pH de la pulpa. Ajustar el pH entre 10.5 y 11 con cal hidratada.
  - ✓ Agregar 1g de cianuro de sodio y colocar la botella en el sistema de rodillos.
  - ✓ Determinar el pH, concentración de cianuro, de oro y de plata en los siguientes tiempos: 2, 4, 8, 24, 48, 72 y 96 horas.
  - ✓ Al finalizar, filtrar, lavar y secar las colas.
  - ✓ Realizar el ensayo al fuego de las colas y reportar los tenores de oro y de plata.
  - ✓ Según la cantidad de oro disuelto, determinar el grado de lixiviabilidad del mineral.

8. LIXIVIACION DIAGNOSTICO

- **Generalidades.** La lixiviación diagnóstico es la prueba que tiene como objetivo conocer la asociación de los metales preciosos a los minerales presentes en una roca.

  - ✓ **Materiales y equipos.** Mineral con tamaño D_{80} -200 Ty, recipientes para realizar la cianuración, agua destilada, cal, balanza, agitadores, cianuro de sodio, pHmetro, papel filtro, embudos.

- **Procedimiento.**

ETAPA I. Lixiviación inicial. En esta etapa se lixivia el oro libre.

- ✓ Pesar el recipiente.
- ✓ Adicionar 200g de mineral.
- ✓ Agregar cal para acondicionar el pH.
- ✓ Agregar 1 Kg/Ton mineral de NaCN y lixiviar por 24 horas.
- ✓ Preparar una solución cianurada de lavado: 0.02g/L de NaOH y 0.1g/L de NaCN.
- ✓ Revisar la concentración de NaCN.
- ✓ Al final medir el pH, NaCN residual y O_2 disuelto.
- ✓ Filtrar la pulpa, tomar filtrado y analizar el oro en la solución.
- ✓ Lavar los sólidos filtrados con solución de lavado a una razón l/s de 2:1.
- ✓ Lavar los sólidos con agua destilada a una razón l/s de 2:1.

ETAPA II. Disolución de óxidos.

- ✓ Pesar la torta.
- ✓ Agregar agua destilada a una razón de 2:1.
- ✓ Agregar 70g/Ton de mineral de ácido sulfúrico.
- ✓ Agregar 5g/T mineral de MnO_2 y lixiviar por 24 horas más. El potencial debe estar a 500mV (+/- 50mV) y el pH no debe subir de 2.
- ✓ Preparar 1 litro de solución de lavado con ácido sulfúrico a un pH de 1.
- ✓ Filtrar la pulpa.
- ✓ Lavar los sólidos con solución ácida (2:1 l/s).
- ✓ Lavar los sólidos con agua destilada.

ETAPA III. Cianuración.

- ✓ Pesar el recipiente, agregar sólido húmedo lavado de la etapa II y repesar.
- ✓ Agregar agua desmineralizada (l/s 2:1).
- ✓ Repetir la etapa I del paso 3 al 10. Disminuir el tiempo de lixiviación a 3 horas.

ETAPA IV. Lixiviación con ácido nítrico.

- ✓ Pesar el recipiente, agregar sólido húmedo de la etapa III. Repesar.
- ✓ Agregar ácido nítrico concentrado (l/s 3:1).
- ✓ Dejar calentando por 2 horas o hasta que no haya reacción.
- ✓ Al finalizar la lixiviación, filtrar la pulpa.
- ✓ Repulpee los sólidos en agua desmineralizada a razón 2:1. Repetir este pasa nuevamente.

ETAPA V. Cianuración.

- ✓ Repita la etapa III.
- ✓ Repulpear, filtrar, secar y pesar los sólidos.
- ✓ Homogeneizar y tomar una muestra para analizar el oro.
- ✓ Determinar la cantidad de oro en cada uno de los grupos minerales.

9. DETERMINACION DE CIANURO

- **Generalidades.**

  - ✓ **Materiales y equipos.** Material de uso común en el laboratorio, titulador automático, plancha de agitación magnética, erlenmeyer de 125ml.
  - ✓ **Reactivos.** Solución de nitrato de plata, solución de KI al 5%.

- **Procedimiento.**

  - ✓ Medir 25ml de solución cianurada.
  - ✓ Agregar 0.5 – 1 g de KI.
  - ✓ Titular con solución de nitrato de plata hasta la aparición de opalescencia.

- **Cálculo.**

$$NaCN\ g/m^3 = \frac{ml\ AgNO_3 * 0.002 * 10^6}{ml\ de\ muestra}$$