

Universidad Nacional

"José Faustino Sánchez Carrión"



“Facultad de Ingeniería Química y Metalúrgica”

Escuela Profesional de Ingeniería Metalúrgica

“TESIS”

Título:

**“COMPARACIÓN ANALÍTICA DE ENSAYO AL FUEGO Y ESPECTROSCOPIA
PARA MUESTRAS GEOQUÍMICAS DE ALTO CONTENIDO DE ORO Y PLATA
- BUREAU VERITAS S.A., 2019”**

Autor:

JOSE LUIS DAGA INOCENTE

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO METALÚRGICO

Asesor:

M(o). IPANAQUE ROÑA, JUAN MANUEL

C.I.P. N° 66303

Huacho - Perú

2020

JUAN M. IPANAQUE ROÑA
ING. METALURGISTA
B. CIP. 66303

ASESOR Y MIEMBROS DEL JURADO



Mg. JUAN MANUEL IPANAQUE ROÑA
ASESOR

MIEMBROS DEL JURADO:



Dr. BERARDO BEDER RUIZ SANCHEZ
PRESIDENTE



M(o). RONALD LUIS RAMOS PACHECO
SECRETARIO



M(o). RONALD FERNANDO RODRIGUEZ ESPINOZA
VOCAL

RESUMEN

La medición precisa y exacta del oro es el requisito principal para el mercado de salones y el comercio de oro a nivel internacional, ya que miles de millones de dólares de oro se comercializan en todo el mundo para las diversas aplicaciones. Básicamente existen tres técnicas para la determinación de oro, gravimetría, titulación y técnicas instrumentales. Esta investigación proporcionara una comparación entre ambas metodologías de ensayo al fuego y espectroscopia de absorción atómica, para muestras geoquímicas de alta pureza de oro y plata. Los parámetros a determinar son el límite de cuantificación, los valores de absorbancia y la curva de calibración y concentración de estos minerales. Se analizaron cinco réplicas de muestras de oro aproximadas de 0,2 g siguiendo el método propuesto y se encontró que el porcentaje de pureza era $99,993 \pm 0,0056$ con un nivel de confianza del 95% ($k = 2$). Por otro lado, para muestras que tienen oro por debajo del nivel de 100 ng/g, se puede usar la espectroscopia de absorción atómica, o cualquiera de las técnicas instrumentales por espectro.

Palabra clave: determinación de oro, gravimetría, titulación, técnicas instrumentales, espectroscopia de absorción atómica.

ABSTRACT

Accurate and accurate measurement of gold is the primary requirement for international gold trading and salon marking, as billions of dollars of gold are traded around the world for various applications. There are basically three techniques for gold determination, gravimetry, titration, and instrumental techniques. This investigation will provide a comparison between both fire test and atomic absorption spectroscopy methodologies for high-purity gold and silver geochemical samples. The parameters to be determined are the limit of quantification, the absorbance values and the calibration and concentration curve of these minerals. Five replicates of gold samples approximately 0.2 g were analyzed following the proposed method and it was found that the percentage of purity was 99.993 ± 0.0056 with a confidence level of 95% ($k = 2$). On the other hand, for samples that have gold below the 100 ng/g level, atomic absorption spectroscopy, or any of the instrumental spectrum techniques, can be used.

Keywords: gold determination, gravimetry, title, instrumental techniques, atomic absorption spectroscopy.

INTRODUCCIÓN

El oro es escaso, aceptado universalmente y se puede comprar y vender fácilmente en todo el mundo. Se utiliza en la acuñación y como estándar para los sistemas monetarios en muchos países. El oro es la mejor forma de dinero que el mundo haya conocido. La corteza terrestre contiene un promedio de 0,004 gramos por tonelada. El oro se encuentra asociado con minerales de cobre, plomo, sulfuro de hierro, en vetas de cuarzo, en la grava de lechos de arroyos, etc. El agua de mar también contiene una cantidad asombrosa de oro, pero el proceso de recuperación no es económico. Hay cuatro colores básicos de oro, amarillo, blanco, rojo y verde. Los colores del oro se obtienen mediante el uso de dos o más cantidades variadas de metales básicos. Los metales base son plata, cobre, zinc y níquel. La aleación de oro, plata y cobre, en la que predomina la plata, se denomina “oro verde”. La aleación de los mismos tres elementos en la que predomina el cobre se denominan “oro rojo”, mientras que una aleación de oro y níquel se denomina “oro blanco”.

Básicamente existen tres técnicas para la determinación de oro, gravimetría, titulación y técnicas instrumentales. Las principales técnicas instrumentales para la determinación de oro son la espectrometría de absorción atómica (Reddi & Rao, 1999), el análisis de activación de neutrones (Heurtebise et al. (1973), la espectroscopia de plasma acoplado inductivamente (Brill & Wiedemann, 1992), la fluorescencia de rayos X Espectroscopía (Jalas et al. (2002)), ED-XRF de baja energía (Marucco, 2004), Espectroscopía de plasma inducida por láser (Corsi et al. (2001)), Espectroscopía de ruptura inducida por láser (Jurado & Luque, 2003) y espectrometría de masas por efusión de Knudsen (Bardi et al. (2008)). Pero los costos de los instrumentos, la habilidad del ensayador, hacen que estas técnicas salgan del presupuesto de muchas pequeñas empresas. Además, algunos de estos métodos están dedicados a la determinación de oligoelementos y difícilmente son aplicables a la determinación precisa.

El presente trabajo de investigación, está desarrollado, en base a la información de la empresa Bureau Veritas S.A, compañía global de servicios de ensayo, inspección y certificación. La validación de los métodos analíticos suministra un elevado grado de confianza y seguridad en el laboratorio y en la calidad de los resultados que se obtienen, lo que garantiza la fiabilidad de los resultados obtenidos.

Esta investigación proporcionara una comparación entre ambas metodologías de ensayo al fuego y espectroscopia de absorción atómica, para muestras geoquímicas de alta pureza de oro y plata. Los parámetros a determinar son el límite de cuantificación, los valores de absorbancia y la curva de calibración y concentración de estos minerales. La validación estará definida por la precisión, veracidad y calidad del trabajo realizado.

ÍNDICE

PORTADA-----	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
ASESOR Y MIEMBROS DEL JURADO -----	II
RESUMEN -----	III
ABSTRACT -----	IV
INTRODUCCIÓN -----	V
ÍNDICE-----	VII
ÍNDICE DE TABLAS -----	XI
ÍNDICE DE FIGURAS -----	XII
CAPÍTULO I PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA-----	13
1.1. Descripción de la Realidad Problemática.-----	13
1.2. Formulación del Problema. -----	14
1.2.1. Problema General. -----	14
1.2.2. Problemas Específicos.-----	14
1.3. Objetivos de la Investigación.-----	15
1.3.1. Objetivo General. -----	15
1.3.2. Objetivos Específicos.-----	15
1.4. Justificación de la investigación.-----	15
1.5. Delimitación del estudio. -----	16
1.5.1. Delimitación territorial. -----	16
1.5.2. Delimitación tiempo y espacio. -----	16
1.5.3. Delimitación de recursos.-----	16
1.6. Viabilidad del estudio.-----	16

CAPÍTULO II-----	17
MARCO TEÓRICO-----	17
2.1. Antecedentes de la Investigación. -----	17
2.1.1. Investigaciones nacionales. -----	17
2.1.2. Investigaciones internacionales. -----	18
2.1.3. Otras investigaciones relacionadas al estudio. -----	19
2.2. Bases Teóricas. -----	22
2.2.1. Ensayo al fuego. -----	22
2.2.1.1. Etapas del análisis de ensayo al fuego. -----	24
2.2.1.2. Métodos del proceso de análisis de ensayo al fuego. -----	27
2.2.2. Espectroscopia de Absorción Atómica (AA) -----	31
2.2.2.1. Espectros de Absorción -----	33
2.2.2.2. Espectrofotometría de Absorción-----	33
2.2.2.3. Leyes de la Espectrofotometría. -----	34
2.2.2.4. Factores de intervención en espectroscopia de absorción atómica.-----	35
2.2.2.5. Tratamiento de los datos espectrofotométricos. -----	36
2.2.3. Validación de métodos analíticos-----	37
2.2.3.1. Parámetros de validación de un método analítico-----	38
2.3. Definiciones de Términos Básicos.-----	41
2.4. Hipótesis de Investigación-----	43
2.4.1. Hipótesis General. -----	43
2.4.2. Hipótesis Específicas. -----	43
2.5. Operacionalización de variables e indicadores. -----	44

CAPITULO III-----	45
METODOLOGÍA -----	45
3.1. Diseño Metodológico-----	45
3.1.1. Tipo de investigación. -----	45
3.1.2. Nivel de investigación. -----	45
3.1.3. Diseño de investigación. -----	45
3.1.4. Enfoque de investigación. -----	45
3.1.5. Estrategias o Procedimientos de Contrastación de Hipótesis o Cumplimiento de Objetivos Técnicos. -----	46
3.2. Población y Muestra. -----	46
3.2.1. Población. -----	46
3.2.2. Muestra. -----	46
3.3. Técnicas e instrumentos de recolección de datos. -----	46
3.3.1. Técnicas a Emplear. -----	46
3.3.2. Descripción de los Instrumentos. -----	47
3.4. Técnicas para el Procesamiento de la Información.-----	47
CAPITULO IV RESULTADOS-----	48
4.1. Análisis de Resultados.-----	48
4.1.1. Área de Concentrados. -----	48
4.1.2. Área de Geoquímica. -----	50
4.1.3. Seguridad. -----	50
4.1.4. Reactivos -----	51
4.1.5. Equipos y materiales.-----	51
4.1.6. Procedimiento. -----	52
4.1.7. Expresión de Resultados. -----	56

4.1.8. Control de Resultados -----	58
4.1.9. Consideraciones para el Control de Ensayo. -----	58
4.1.10. Evaluación de resultados. -----	58
4.1.11. Laboratorio de Preparación de Concentrados (Trade)-----	63
CAPITULO V CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES-----	64
5.1. Conclusiones. -----	64
5.2. Recomendaciones. -----	65
CAPITULO VI REFERENCIAS -----	67
6.1. Fuentes Bibliográficas. -----	67
6.2. Fuentes Electrónicas. -----	67
6.3. Fuentes hemerográficas -----	70
ANEXOS -----	74

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Operacionaliación de variables e indicadores.	44
Tabla 2: Analito por unidad de oro y plata.	48
Tabla 3: Aseguramiento de Calidad	48
Tabla 4: tolerancias establecidas para el aseguramiento de la calidad.	49
Tabla 5: Criterios para analito Au.	49
Tabla 6: Los límites para los materiales de referencia y ensayos duplicados	59
Tabla 7: Muestras por batch de ensayo y las verificaciones post- ensayo.	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N° 1: Curva de calibración, transmitancia vs. Concentración.	37
Figura N° 2: Curvas Patrón de Disolución	37
Figura N° 3: ACMELIMS, EMS – Control de información por metodología.	50
Figura N° 4: Cartas de control de tendencias de los cambios.	59
Figura N° 5: Porcentaje de diferencia vs concentración de muestras duplicadas.	60
Figura N° 6: Líneas de control y aviso en relación a la distribución de muestra de exame.	61
Figura N° 7: Líneas de los límites por encima y por debajo de control.	61
Figura N° 8: Formación de la línea por puntos consecutivos por encima y por debajo de los promedios.....	62
Figura N° 9: Formación de la línea por puntos consecutivos decrecientes y crecientes.	62
Figura N° 10: fenómeno cíclico de puntos consecutivos cerca de los límites.....	62

CAPÍTULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. Descripción de la Realidad Problemática.

El presente trabajo de investigación, está desarrollado, en base a la información de la empresa Bureau Veritas S.A, compañía global de servicios de ensayo, inspección y certificación. Uno de los aspectos de mayor predominio es el análisis de cuantificación para el oro y la plata; puesto que el Perú, es un país minero por excelencia, existen una gran cantidad de demanda en temas de análisis en este sector económico.

Básicamente existen tres técnicas para la determinación de oro, gravimetría, titulación y técnicas instrumentales. Las principales técnicas instrumentales para la determinación de oro son la espectrometría de absorción atómica (Reddi & Rao, 1999), el análisis de activación de neutrones (Heurtebise et al. (1973), la espectroscopia de plasma acoplado inductivamente (Brill & Wiedemann, 1992), la fluorescencia de rayos X Espectroscopía (Jalas et al. (2002)), ED-XRF de baja energía (Marucco, 2004), Espectroscopía de plasma inducida por láser (Corsi et al. (2001)), Espectroscopía de ruptura inducida por láser (Jurado & Luque, 2003) y espectrometría de masas por efusión de Knudsen (Bardi et al. (2008)). Pero los costos de los instrumentos, la habilidad del ensayador, hacen que estas técnicas salgan del presupuesto de muchas pequeñas empresas.

Uno de los principales problemas que enfrentan este tipo de laboratorios de servicios de inspección, ensayos, certificación y verificación, es comprobar la fiabilidad de sus resultados en sus determinaciones analíticas, de forma independiente, que le permitirán limitar los riesgos, racionalizar sus procesos y operar de una forma más sostenible a la empresa que lo requiera.

La validación de los métodos analíticos suministra un elevado grado de confianza y seguridad en el laboratorio y en la calidad de los resultados que se obtienen, lo que garantiza

la fiabilidad de los resultados obtenidos. A esta situación se suma el uso generalizado de grandes espectrómetros para el control de calidad, la espectrometría está comenzando a desempeñar un papel importante en el análisis de finura de las aleaciones de oro y otros metales preciosos utilizados.

Esta investigación proporcionara una comparación entre ambas metodologías de ensayo al fuego y espectroscopia de absorción atómica, para muestras geoquímicas de alta pureza de oro y plata. Los parámetros a determinar son el límite de cuantificación, los valores de absorbancia y la curva de calibración y concentración de estos minerales. La validación estará definida por la precisión, veracidad y calidad del trabajo realizado.

1.2. Formulación del Problema.

1.2.1. Problema General.

¿Cuál es el efecto de la comparación analítica de ensayo al fuego y espectroscopia para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - Bureau Veritas S.A. 2019?

1.2.2. Problemas Específicos.

- ¿Cómo se relaciona el límite de cuantificación con el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata?
- ¿Cuál es el efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata?
- ¿En qué medida la curva de calibración y concentración intervendrá en el ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata?

1.3. Objetivos de la Investigación.

1.3.1. Objetivo General.

Determinar la comparación analítica del ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - Bureau Veritas S.A., 2019.

1.3.2. Objetivos Específicos.

- Determinar el grado de relación entre el límite de cuantificación y el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.
- Determinar el efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.
- Determinar la intervención de la curva de calibración y concentración en el ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.

1.4. Justificación de la investigación.

La investigación permitirá una comparación fiable de ambas metodologías de análisis cuantificativo para el oro y la plata de las muestras geoquímicas analizadas, así pues se garantizará los resultados obtenidos por la empresa; lo que mejorara los parámetros de trabajo de las empresas o instituciones que requieran dichos servicios.

De la misma forma es imprescindible saber que ambos análisis son igual de fidedigno, para dicho estudio, más aún existe la posibilidad de que la combinación de ambos procesos. Es substancial poseer previo conocimiento de las concentraciones o purezas, a las cuales se desea llegar, así se pueda identificar el posible procedimiento que se desea evaluar y cuáles de las fases.

De igual manera hacer una descripción de ambos resultados, en base a una comparación científica, nos proporcionara beneficios, en la metodología de análisis de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata, así no solo nos quedaremos con limitaciones sumamente necesaria.

1.5. Delimitación del estudio.

1.5.1. Delimitación territorial.

La delimitación geográfica es dentro del departamento de Lima, exactamente en la provincia del Callao.

1.5.2. Delimitación tiempo y espacio.

La metodología investigativa se realizó en la Empresa Bureau Veritas S.A., 2019.

1.5.3. Delimitación de recursos.

Éxito falta de accesibilidad económica para realizar todos los ensayos deseados, no obstante, se cumplió con lo planificado, puesto que la inversión global fue cubierta por mi persona.

1.6. Viabilidad del estudio.

La viabilidad de la metodología, fue positiva, pues se tuvo accesos a las teorías y ensayos previos, realizadas por otros autores, según los antecedentes y bibliografía revisada, concernientes a las variables de estudio, así mismo la información fue ampliamente recaudada, ya que se cuenta con accesos y permiso del jefe directo del laboratorio, por ser mi centro de labores.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes de la Investigación.

2.1.1. Investigaciones nacionales.

Espilco, A. (2013), concluye que el método de ensayo al fuego, es el más certero y preciso sobre todo cuando se trata de minerales con elevadas concentraciones de oro, suponiendo una presencia de Au superior a 0.05ppm, y para la copelación mayor a 100mg de doré. El autor recomienda realizar ensayos por duplicado para asegurar la precisión de valores, así como, que es necesario que el analista cuente con capacidad y experiencia en este tipo de procesos.

Mercado E. (2013), concluye en su comparación de ensayos de vía seca y húmeda de concentrados de sulfuro, que la precisión es mucho más alta en los ensayos que incluyen fundición, sobre todo para cuantificar la presencia de oro, en dichas muestras, valores establecidos en su desviación estándar menores al 5%, para métodos de vía seca, y de valores entre 0% a 6% para ensayos de vía húmeda, así mismo se recalca que respecto a los estándares y patrones la exactitud recae en los métodos que incluyen fundición, puesto que considera rangos de incertidumbres dentro de los establecido, según sus cifras estadísticas valuadas.

Rosado, J. (2017), manifiesta en sus conclusiones, que un elemento indispensable, es el margen de error en los procesos de análisis químicos que no debe exceder el +/- 1%, lo que representa la precisión del proceso de análisis por adsorción atómica que no sobre pasa sea los valores de mayor o menor del 0.01. También acentúa que otro tipo de métodos implica un reensayo, gastos de insumos, perdidas de horas hombre, horas máquina, y gasto de instrumentos e equipos.

2.1.2. Investigaciones internacionales.

Patiño C. (2003), concluye que la combinación de las técnicas de absorción atómica sumado a la del ensayo al fuego, dan resultados más exactos, puesto que identifica los rastros cuantificables en proporciones pequeñas, de concentraciones de minerales auroargentíferos de los procesos de cianuración, que no serían detectados por el método convencional de gravimetría; debido a los patrones de 1000ppm de cianuro de sodio para la detección de Au y Ag, utilizados en la absorción atómica.

McIntosh, K., (2004), concluye que una automatización de ensayos fire assay, es de gran utilidad puesto que el sistema FIFA automatizado es eficaz, proporcionando exactitud y precisión, ya que se logró un análisis químico cuantitativo y no se necesitan factores de corrección como para el método gravimétrico 4E. Optimizó el uso y la mano de obra del equipo y los costos de los consumibles se redujeron porque el método reutilizó crisoles, separadores y se optimizó en términos de requisitos de flujo. Produjo menos desechos y algunos costos se recuperaron mediante el reciclaje de plomo.

Sholanbayeva, Z. (2012), manifiesta que las diferentes morfologías de NP de oro (esfera, octaédrica, nanovarilla y ramificada) utilizando el método seed-mediated y con recubrimiento con plata para obtener la composición core-shell; los coloides de oro tienen la ventaja de una preparación más fácil con un mayor grado de homogeneidad en comparación con los coloides de plata. Por otro lado, la plata tiene propiedades ópticas superiores al oro. Con el fin de tener la ventaja tanto del metal (oro como de plata), se prepararon sistemas NPs núcleo-carcasa como Au y Ag. La combinación de estas propiedades en un sistema NP hace que estas partículas sean muy atractivas para aplicaciones de detección como SERS.

Vásconez N. (2012), refiere que los factores relevantes para la determinación de Au y Ag, son tener una temperatura entre los 17 a 20°C, humedad de 40 a 60% y un instrumental libre de contaminantes, puesto que pueden intervenir en los resultados, al ser detectados dichas impurezas por el método de espectrofotometría; así mismo estableció un límite de detección de Cu = 1.57 µg/l y un límite de cuantificación de 5.24 µg/l; en el caso del intervalo cuantificable se obtuvo un rango de 5.24 a 21.68 µg/l, cuya linealidad de ajuste fue $Y = mx + b$, la curva de calibración fue de 0.0113 L/µg y su coeficiente de correlación de 0.9998.

Cassano, D. (2014), refiere que la identificaciones con patrones cuantificables Au Nps, respecto a la intensidad de las señales SERS decae con el aumento de la distancia entre el tinte y la superficie del metal, de acuerdo con la dependencia dipolar esperada de la mejora del campo eléctrico con respecto a la distancia desde la superficie y posiblemente con un impacto diferente de la mejora química; en cambio, los resultados sobre Nps de plata marcados con colorante son más difíciles de explicar: la mejora de SERS para colorantes que deberían estar vinculados a la parte del péptido expuesta al solvente, aunque es más débil, es del mismo orden de magnitud que los obtenidos de tintes modificados con tiol que deben estar muy cerca de la superficie. En cualquier caso, se ha encontrado que los Au Nps son los más estables, variando también los recubrimientos o el medio acuoso a diferentes pH.

2.1.3. Otras investigaciones relacionadas al estudio.

Petrovic, N.; *et al.* (2000), concluyen que para la determinación rápida y suficientemente precisa del contenido de oro y plata de las muestras geológicas los metales preciosos son los primeros en separarse de la masa total de la muestra por el método de ensayo de fuego; mediante este método, el oro y la plata se separan de los elementos interferentes y se concentran simultáneamente, permitiendo que los

métodos de espectroscopía de absorción atómica de llama y espectroscopía de absorción atómica de horno de grafito se apliquen sin problemas para la determinación del contenido de oro y plata en muestras geológicas, de forma precisa y eficiente.

Singh, N. (2012), concluye que la aplicación de un método gravimétrico se acepta sin referencia a un patrón de la misma cantidad, el autor se basa en varios experimentos donde puede determinar el oro con y sin impurezas con precisión, tomando cinco réplicas de muestras de oro aproximadas de 0,2 g siguiendo el método propuesto y se encontró que el porcentaje de pureza era $99,993 \pm 0,0056$ con un nivel de confianza del 95% ($k = 2$). La incertidumbre combinada en la medición del oro también se ha evaluado utilizando fuentes potenciales del método de acuerdo con las directrices EURACHEM / GUM. El mismo proceso también se puede utilizar para la determinación simultánea de plata gravimétricamente con exactitud y precisión. El proceso también se puede utilizar para fabricar nanopartículas de oro y plata con recubrimiento de PVP de menos de 100 nm, según se desee para diversas aplicaciones.

Baharun, N. y Ong, P. (2014), refieren que los estudios mineralógicos muestran que se encontró oro asociado con arsenopirita, hematita, magnetita y cuarzo, donde se encontró que la mayoría del oro se encontraba en la fase de aluminosilicatos. El análisis XRF mostró solo rastros de oro presente. Esto fue respaldado por el análisis SEM / EDS donde se encontró que el oro era de aproximadamente 30 micras de tamaño. La digestión de muestras incompletas en agua regia y el oro perdido por volatilización durante la fusión contribuyeron a la inconsistencia en los resultados producidos. A pesar del límite inferior de detección de ICP-OES, no se detectó una cantidad apreciable de oro en las muestras lixiviadas con agua regia debido a la

interferencia de los minerales de las gangas y también debido al enclavamiento del oro con la fase de aluminosilicatos que requieren alta presión y lixiviación de temperatura utilizando ácido fluorhídrico para liberar el oro. En la evaluación de este tipo de mineral de oro de baja ley, el ensayo de fuego sigue siendo el método más confiable en comparación con la lixiviación de agua regia para eliminar las interferencias de los minerales de la ganga. Se encontró que el grado de carga para este tipo de mineral de oro de baja ley determinado por ensayo de fuego estaba en el rango de 0,31 g / t a 0,55 g / t.

Sun, L., *et al* (2019), señalan que el modelado espectral identifica y semicuantifica el porcentaje de calcita, minerales arcillosos y hierro férrico. Las variaciones en la mineralogía se utilizan para identificar la litología, así como las alteraciones de descarbonización, argilización y oxidación de pirita dentro de las muestras de núcleo. En comparación con la metalurgia y los datos geoquímicos ICP-MS del núcleo, este estudio confirmó la correlación entre el control estratigráfico y las alteraciones mineralógicas con la mineralización de oro. Aunque la silicificación y la formación de jasperoides son indicadores esenciales de mineralización de oro, la sílice no es espectralmente activa en el espectro reflejado y no puede estudiarse mediante imágenes hiperespectrales.

Pochon, *et al* (2020), concluyen que la espectroscopia de degradación inducida por láser (LIBS) utilizando un instrumento de mano como un método rápido y fácil para analizar el contenido de plata en el oro natural, de acuerdo a los resultados en base a seis aleaciones de oro comerciales y oro natural, demuestran que el LIBS portátil es relevante para la trazabilidad del oro y es fácil de usar en el campo. El rayo láser enfocado a escala micrométrica permite análisis in situ de pequeños granos de oro con una reproducibilidad aceptable. Se realizó un modelo de regresión univariante y

multivariante para evaluar el mejor modelo de calibración para la cuantificación del contenido de plata. El modelo cuadrático univariado fue seleccionado por su buena capacidad predictiva, con un coeficiente de determinación R^2 de 0,99 y un error medio promedio de 0,36% en peso de Ag para la predicción. Los análisis LIBS de oro natural se compararon con los datos de EPMA mediante una prueba estadística que permite discriminar (o emparejar) distintas poblaciones de oro y los resultados indican que sería adecuado para identificar muestras desconocidas.

2.2. Bases Teóricas.

2.2.1. Ensayo al fuego.

El ensayo de fuego es una rama del análisis químico cuantitativo en el que los metales se separan y determinan en minerales y productos metalúrgicos con la ayuda de calor y reactivos secos. En algunas partes del mundo se la conoce como química seca. Hoy en día las técnicas de ensayo al fuego se aplican principalmente como etapas de preconcentración y aislamiento para la recolección de elementos del grupo del platino y oro (Asif, 1990). El ensayo de fuego depende principalmente de:

1. La solubilidad de estos metales en el colector fundido y la insolubilidad casi completa en la escoria.
2. La diferencia entre el peso específico de los líquidos, los colectores y la escoria que permite la separación completa de los elementos del grupo del platino y la aleación que contiene oro de la escoria.
3. La separación de estos metales de la aleación con ayuda de diferentes ácidos.

El ensayo al fuego con plomo es el método más antiguo y ampliamente utilizado para la preconcentración y el aislamiento de los elementos del grupo del platino y el oro. La continuidad del ensayo de plomo se basa en el estudio de certificación de minerales de Sudáfrica de 1975. Este trabajo mostró que el 92% de todos los análisis

de platino recibidos se realizaron mediante ensayo de fuego y la mayoría de estos se realizaron mediante el método de ensayo de fuego clásico (Manrique T., 2008).

El procedimiento de ensayo al fuego incorpora plomo como colector del PGE + Au con la mezcla fundente de carbonato de sodio, bórax y sílice, y con un agente reductor como la harina. Durante el proceso de fusión, el litargirio se reduce a plomo formando una lluvia de plomo que recoge el PGE + Au a medida que cae a través de la masa fundida y se acumula en el fondo del crisol. Cuando se completa el proceso de fusión, la masa fundida se vierte en un molde. Después de enfriar, el botón de plomo se separa de la escoria y generalmente se martilla para obtener la forma deseada. La copelación se lleva a cabo a 960 ° C para eliminar la mayor parte del plomo y finalmente a 1300 ° C para eliminar cualquier residuo de plomo y plata (Asif, 1990).

Hay dos tipos de técnicas de ensayo al fuego que se practican comúnmente, que son el ensayo al fuego con plomo (Pb-FA) y el ensayo al fuego con sulfuro de níquel (NiS-FA) (Baharun & Ong, 2014).

Las recuperaciones de Au son a veces inferiores por NiS-FA en comparación con Pb-FA, especialmente para el mineral de sulfuro (Juvonen, y otros, 2004). NiS-FA permite recolectar oro pero no es cuantitativo (Barefoot, 1998). Por lo tanto, en este trabajo de investigación se adopta la técnica Pb-FA para recolectar el oro de baja ley del mineral. Es una de las técnicas clásicas de pre-concentracin implicadas.

Consiste en separar las impurezas y los metales base mediante la adición de fundente, al mineral molido junto con el plomo. El alto grado de solubilidad de los metales nobles en el plomo metálico fundido más la gran diferencia de peso específico entre el plomo y la escoria permiten la separación de los metales nobles de la escoria como aleación de plomo. Por analogía, el ensayo de fuego puede considerarse como

"extracción pirometalúrgica con solvente mediante la cual, los metales nobles se recogen y se concentran en un" solvente "selectivo donde el solvente se separa del metal noble mediante copelado (Baharun & Ong, 2014).

2.2.1.1. Química y Teoría del Ensayo de Fuego.

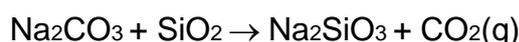
La teoría del ensayo de fuego está relacionada con el tema de la pirometalurgia. Los químicos a menudo se sienten intimidados por la idea de los sistemas de alta temperatura porque se desvían de la química de la solución familiar a temperatura ambiente. Pero para comprender los mecanismos que tienen lugar durante este proceso pirometalúrgico es necesario familiarizarse con algunos de los conceptos básicos como escorias de óxidos, viscosidad, termodinámica y tensión superficial. Estos no serían parte de la dieta de lectura de un químico analítico y, por lo tanto, requieren cierta diversidad en la pirometalurgia (McIntosh, 2004).

2.2.1.2. Óxidos, Estructura de Escoria y Química.

Los ácidos y las bases en la química del fuego no se comportan igual que los que se encuentran comúnmente en la química húmeda. Una propiedad es análoga; Los óxidos ácidos y básicos reaccionan para formar "sales" similares a la química húmeda clásica (Rosado, 2017). Un ejemplo puede ser la neutralización de un ácido con un carbonato:



De manera similar, la reacción con un óxido de ácido:



En la reacción química húmeda, el sulfato de sodio formado es una "sal", mientras que en la química del fuego, el silicato de sodio que se forma, se denomina escoria (asumiendo que todo está fundido).

La similitud es que normalmente la sustancia que actúa como base en la química acuosa suele ser también una base en la pirometalurgia de alta temperatura. La mayoría de las bases son óxidos de estados alcalinos, alcalinotérreos y de valencia más baja de los metales de transición (FeO es un óxido básico, mientras que Fe₂O₃ es de carácter más anfótero a ácido) (Baharun & Ong, 2014).

Los óxidos ácidos incluyen sílice (SiO₂) que es, con mucho, el más importante, seguido del borato (B₂O₃), fosfato (P₂O₅) y otros en orden decreciente de importancia (As₂O₅, Sb₂O₅, WO₃, V₂O₃, SO₃ y TiO₂). Sólo los anhídridos de ácido no volátil son importantes en química del fuego. Algunos óxidos de aluminio, zinc, plomo, bismuto, estaño y algunos metales pesados son de naturaleza anfótera y pueden actuar tanto como base como como ácido, dependiendo de las circunstancias. El mejor ejemplo de óxido anfótero es el de aluminio, en el mineral caolinita (Al₂O₃.2SiO₂) la alúmina actúa como base mientras que en la espinela (MgO.Al₂O₃) la alúmina desempeña el papel de ácido (McIntosh, 2004).

Hay dos teorías diferentes que se pueden utilizar para describir las escorias, la de la teoría molecular y la otra como iónica (Cáceres Arenas, 2007). En teoría molecular se asume que la escoria consiste en óxidos individuales como SiO₂ y CaO como ejemplo, estos pueden entonces "reaccionar" o asociarse para formar SiO₂.CaO. Esto es muy útil para predecir los efectos de las adiciones de CaO sobre el SiO₂ basándose en las actividades de los óxidos individuales.

2.2.1.3. Etapas del análisis de ensayo al fuego.

Para los análisis de ensayo al fuego o análisis químico cuantitativo por métodos de fusión – copelación, (Misari C., 2010), señala la siguiente división o etapas:

a) Método de fusión – copelación.

- 1) **Muestreo y preparación del mineral.** Es indispensable tomar una muestra representativa de mineral. La cantidad de esta, está en relación directa con el tipo de mineral y tamaño de roca del lote que se va a ser muestreado.

La preparación del mineral implica:

- Trituración
- División
- Molienda (-1000m 100%)

- 2) **Muestra para análisis.**

M = 30 g (mínimo)

- 3) **Tostación de M en mufla.**

M = 30 g

T = 550°C

t = 90 min

- 4) **Fusión.** En crisol de arcilla y horno a gas doméstico.

M = 30 g

Reactivos:

Litargirio = 40 a 50 g

CO₃Na₂: 40g

Bórax = 20g

Harina = 2 g

SiO₂ = 5 g (solamente en los concentrados)

$T = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$

$t = 35\text{ min}$

Como productos se obtiene un regulo de plomo de 35 g y una escoria vidriosa color verde.

- 5) **Copelación.** En mufla se utilizan de composito.

Regulo = 30 – 35 g

$T = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$

$t = 35\text{ min}$

El producto es un botón brillante, generalmente, de color blanco en casos especiales, es de color amarillento.

- 6) **Tratamiento del botón.** Al botón obtenido en la copelación se le somete a un ataque con HNO_3 (50%). Si en este botón la proporción de Ag: Au es igual o superior a 3:1, la plata se va a disolver en su totalidad y el Au permanecería como sólido.

Caso contrario, si la proporción Ag: Au es inferior 3: 1, la plata del botón no se va a disolver y, para que lo último ocurra, hay que añadir Ag hasta completar la proporción 3:1 entre Ag: Au. Luego, se retira el Au sólido de la solución y se le calcina a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, para luego finalmente pesarlo.

2.2.1.4. Métodos del proceso de análisis de ensayo al fuego.

Para (Mercado E., 2013), los procesos considerados de relevantes en el análisis por ensayo al fuego están basados en las etapas o partes del proceso total, considerando 6 denominaciones:

a) Fundición

Es el proceso más importante ya que en ésta se realiza las diferentes reacciones de los minerales con el flujo respectivo, como apreciaremos a continuación.

Reacciones de Reducción

En presencia de litargirio y Na_2CO_3 :



En presencia de menor cantidad de litargirio y menos



En presencia de litargirio y ausencia de carbonato de sodio no se forma sulfato:



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

1 g de pirita reduce	12.24 g de Pb
1 g de ferrotita reduce	8.70 g de Pb
1 g de chalcotita reduce	4.38 g de Pb
1 g de estibinita reduce	7.17 g de Pb
1 g de blenda reduce	8.16 g de Pb

El tartrato de potasio y almidón reducen también el litargirio a plomo metálico:



Mediante las reacciones de reducción que se efectúen en la fundición, muchas de las impurezas metálicas se reducen a metal y pasan a impurificar el botón de plomo auro - argentífero al estado elemental como se demuestra.



Pero el óxido de cobre en contacto con el plomo fluido se reduce a cobre elemental:



Reacciones de oxidación. Es indispensable la oxidación de las impurezas para que se forme la escoria con los reactivos de la fundición y no pasen al botón de

plomo. En la oxidación mediante el nitrato de potasio se obtiene:



La oxidación mediante la calcinación, sobre la llama fuerte es el método más usado, tanto en los análisis de oro como en los de plata.

b) Razón fundamental del proceso de fundición

El proceso de fundición tiene por objeto concentrar oro y plata en un botón de plomo. Este último metal actúa como un colector de estos metales preciosos. Además, este proceso elimina impurezas que acompañan a estos metales en los minerales en forma de compuestos oxidados en la escoria.

c) Escorificación

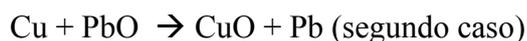
Método de oxidación y eliminación de las impurezas metálicas, usado generalmente para la eliminación del cobre, metal que molesta en el proceso de copelación, a tal extremo que se hace a veces imposible copelar, deteniéndose el proceso, por cuya razón el trabajo efectuado hasta este punto es totalmente perdido. El color característico de la escoria obtenida en la escarificación es de un color verde, lo que nos señala la presencia de cobre en su composición.

d) Proceso de copelación

El proceso de copelación tiene por objeto la oxidación del plomo y de las otras impurezas metálicas existentes en el botón de plomo auro-argentífero, que mezcladas con mayor o menor cantidad de PbO, son absorbidas por la copela. El 98.5% aproximadamente de PbO es absorbido por la copela, lo restante se volatiliza.

Las impurezas metálicas al botón de plomo auro-argentífero, pueden ser oxidadas directamente por el oxígeno del aire, para lo cual, al iniciarse la copelación, se deja ingresar un poco de aire a la mufla dejando entre abierta la puerta de ésta.

La reacción que ocurre es la siguiente:



Impurezas como cobre, hierro, cadmio, etc son eliminados totalmente por absorción en las capelas, siempre que se encuentren en cantidades que no impidan la realización del proceso de copelación. En cambio, otras, como el bismuto, arsénico, zinc, etc se eliminan en parte por absorción en la coplea y en parte por volatilización al estado de óxido.

e) Factores que se toman en cuenta en el proceso de copelación

Pérdidas en el proceso de copelación. Esta se debe por pérdidas por volatilización, debido a temperaturas demasiado elevadas, al arrastre de partículas por sustancias volátiles y a las pérdidas por absorción y retención en las escorias formadas, debido a las impurezas metálicas que contiene el botón de plomo auro - argentífero. Las primeras se reducen a un mínimo despreciable controlando la temperatura de copelación (de 800°C a 1200°C). En cuanto a las segundas, se evitan eliminando las impurezas en la fundición o antes de ella, mediante la calcinación fuerte, flujos especiales, escarificaciones, oxidación con nitrato de potasio. El rango de tolerancia en la pérdida de plata durante la copelación es de 0% a 2%.

f) Determinación de oro y plata (disolución de la plata)

El ensayo de oro y plata se basa en la propiedad que tiene el plomo al estado de fusión para colectarlos. La aleación Pb - Ag - Au puede obtenerse por la adición

de plomo metálico (por escarificación) o por la reducción del litargirio (por fusión). Mediante el proceso de copelación, el oro y la plata son separados del plomo que los colectó. La plata es separada por adición de ácido nítrico diluido dejando el oro para su cuantificación gravimétrica. La plata se calcula por diferencia tomando en cuenta el peso de ambos metales y el peso de muestra empleada para su determinación.

2.2.2. Espectroscopia de Absorción Atómica (AA)

Alrededor de 1860, Kirchhoff describió los principios básicos de los espectros de absorción atómica. No obstante, solo en 1955 las bases teóricas de sus aplicaciones analíticas fueron demostradas por Walsh y por Alkemade y Milatz. La simpleza de esta técnica la hace una atractiva herramienta para el análisis de muchos elementos, En la actualidad laboratorios químicos y clínicos usan este método para la determinación de la concentración de elementos metálicos. Con un equipo de Absorción Atómica se puede determinar aproximadamente 67 elementos que pueden estar presentes en los diferentes productos, tales como: Alimentos; colorantes, aguas, suelos, concentrados de minerales, productos químicos, etc. (Mercado E., 2013)

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. (Patiño P., 2003)

Cualquier onda electromagnética (luz) se mueve en el vacío con una velocidad (C_0) de 300 000 000 metros por segundo aproximadamente, esta depende del medio en que se mueva la radiación. Cada radiación luminosa está caracterizada por una frecuencia, (ν) que no depende del medio en el cual se transmite; lo una longitud de onda (λ) que sí depende de él. (Manrique T., 2008)

Estas dos variables están relacionadas por la ecuación siguiente:

$$\text{Frecuencia} = \frac{\text{Velocidad de la luz en el medio}}{\text{Longitud de onda en ese medio}} = v = \frac{c}{\lambda}$$

Se requiere de una fuente de luz la cual emita las líneas atómicas características del elemento a ser analizado. Una de las fuentes más ampliamente empleadas es la lámpara de cátodo hueco.

En esencia el equipo de absorción atómica consta de tres partes, (Prego C., 2012) que son:

- Una fuente de emisión.
- Un medio para la obtención de átomos libres.
- Un sistema para medir el grado de absorción de la radiación.

Se llaman interferencias a la influencia que ejerce uno o más elementos presentes en la muestra sobre el elemento que se pretende analizar.

- *Interferencias físicas*: efectos causados por las propiedades físicas de la muestra en disolución.
- *Interferencias espectrales*: producidas por radiaciones que alcanzan al detector a una longitud de onda muy próxima del elemento que se investiga.
- *Interferencias químicas*: influencias que ejercen unos elementos sobre otros por formar entre ambos compuestos estables.
- *Interferencias por efectos de matriz*: debidas a la influencia que tiene el entorno que rodea a los átomos en estado fundamental que se pretende analizar.

- *Interferencias por absorción inespecíficas*: se presenta un aumento de la señal originado por la dispersión de las radiaciones de la lámpara.
- *Interferencias por ionización*: debida a que la parte de los átomos pasan al estado excitado. (Prego C., 2012)

2.2.2.1. Espectros de Absorción

Los espectros de emisión se caracterizan por una serie de líneas brillantes; los de absorción, por el contrario, están formados por una secuencia de líneas oscuras que aparecen sobre el fondo luminoso del espectro visible. Se producen cuando un haz de luz blanca se hace pasar por una muestra gaseosa. Si se analiza mediante un espectroscopio el haz de luz que emerge de la muestra, observará el conjunto de líneas oscuras que constituyen el espectro de absorción de la sustancia considerada. (Manrique T., 2008)

2.2.2.2. Espectrofotometría de Absorción

Para efectos de la espectrofotometría de absorción, hay que tener en cuenta cinco consideraciones, para optimizar el procedimiento, según (Manrique T., 2008):

- a) **Absorbancia**, A: Es el logaritmo en base 10 del recíproco de la transmitancia, T, en el que el disolvente puro es el material de referencia; esto es:

$$A = \log_{10} (1/T)$$

- b) **Absortividad**, a: Es la relación entre la absorbancia y el producto de la longitud de paso óptico, b, por la concentración e, es decir:

$$a = A / b c \quad \text{o} \quad A = abc$$

La absorbancia específica es la absorbancia por unidad de paso óptico (normalmente en cm) y de concentración; es decir la absorbancia específica debe indicarse las unidades de concentración.

- c) **Absortividad Molar**, e: Es la absortividad cuando la concentración se expresa en moles por litro y el paso de la luz en centímetros. Tiene dimensiones de litro por mol y centímetro.
- d) **Poder de Radiación**, P: Algunas veces llamado flujo de radiación, es la cantidad de energía transportada por un haz de energía radiante y se mide con detectores, tales como fotocélulas y termopares.
- e) **Transmitancia**, T: es la relación entre el poder de radiación transmitido por una muestra (P) y el poder de radiación que incide sobre la muestra de (P_0), medidos ambos en la misma posición del espectro y con la misma rendija.

$$T = P / P_0$$

2.2.2.3. Leyes de la Espectrofotometría.

Cuando un haz de energía radiante monocromática incide sobre una capa homogénea de una sustancia transparente, parte de la energía es absorbida y el resto transmitida.

(Manrique T., 2008)

a) ***Ley de Bouguer***

Consta de dos etapas, la primera, refiere que la energía radiante monocromática transmitida en un medio homogéneo es proporcional a la energía radiante incidente, o bien, la relación entre la energía radiante transmitida, P, y el incidente, P_0 , es una constante. En la segunda parte, la constante, T, es la transmitancia definida por P/P_0 . La energía de radiación en las capas de igual espesor, absorben fracciones iguales de energía de una radiación incidente sobre ellas.

b) ***Ley de Beer***

Expresa la misma relación entre transmitancia y concentración de material

absorbente, que la ley de Bouguer entre transmitancia y camino óptico, que para un camino óptico dado la transmitancia disminuye en progresión geométrica cuando la concentración aumenta en progresión aritmética, por tanto:

$$\log T = a \times C$$

Donde:

C = concentración

a = absorptividad, y también absorbancia por unidad de concentración y unidad de camino óptico.

Por tanto las leyes fundamentales de la espectrofotometría se obtienen por combinación de la ley de Bouguer con la de Beer. (Manrique T., 2008)

2.2.2.4. Factores de intervención en espectroscopia de absorción atómica.

Basados en la investigación de Manrique T., (2008), señala que el proceso de espectroscopia obedece al sistema de la ley de Beer; el cual permite calcular la concentración, la curva de T o Ringbom, que delimita el rango óptimo, y porcentaje de error relativo. (Manrique T., 2008). Se puede identificar:

- a) Rango Óptimo de Concentración
- b) Error fotométrico
- c) Ajuste de Curvas de Calibración
- d) Selección de la Longitud de Onda Analítica
- e) Efecto del Exceso de Reactivo
- f) Efecto del pH
- g) Efecto de sustancias extrañas

2.2.2.5. Tratamiento de los datos espectrofotométricos.

Después de determinar la longitud de onda a la cual deben realizarse las medidas, se calibra el método (lo que incluye el instrumento que se ha de utilizar) midiendo una serie de patrones del constituyente estudiado. Las medidas de transmitancia o absorbancia se realizan comúnmente ajustando la escala de medida del instrumento al 100% de transmitancia (absorbancia cero) cuando el rayo luminoso pasa a través de un blanco que debe ser igual a la muestra en todo excepto que no debe contener el constituyente que se ha de determinar. El blanco deberá contener los reactivos, aditivos, disolvente, etc; en la misma naturaleza y concentración que las utilizadas en cada muestra desconocida en la que se desarrolle color, de esta manera las lecturas de las muestras están corregidas automáticamente para cualquier absorción pequeña por acción de los reactivos y del disolvente. Con los datos de transmitancia o absorbancia para las diferentes concentraciones de las series patrón se construye una curva de calibrado, en la cual se determinan las concentraciones de las muestras desconocidas. (Manrique T., 2008)

a) Transmitancia (porcentual) Frente a Concentración

El cambio de pendiente de la curva a concentraciones bajas debe tomarse como indicios de una exactitud alta, ya que en pequeñas diferencias de concentración da lugar a grandes diferencias en la radiación transmitida. Se ha mencionado que las concentraciones más elevadas son poco actas para este método debido al aplanamiento de la curva que da lugar a errores muy grandes en la determinación. Una determinada diferencia en la función fotométrica puede ser debida a pequeñas diferencias de la concentración a bajas concentraciones, dando lugar a diferencias relativas mucho mayor que las producidas en la concentración a concentraciones elevadas.

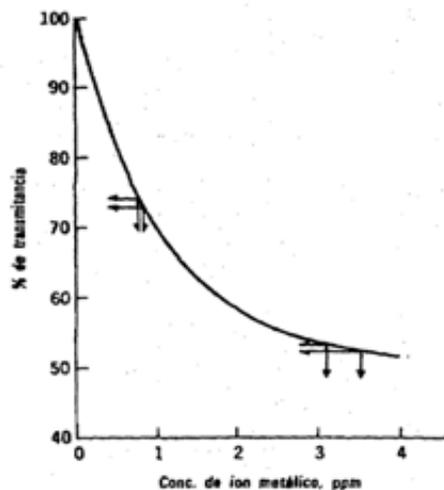


Figura N° 1: Curva de calibración, transmitancia vs. Concentración.
Nota: (Manrique T., 2008)

b) Logaritmo de la transmitancia o absorbancia frente a la concentración

La fórmula matemática de la ley de Beer, $-\log T = A = abC$, muestra que el logaritmo de T y A son funciones lineales de la concentración.

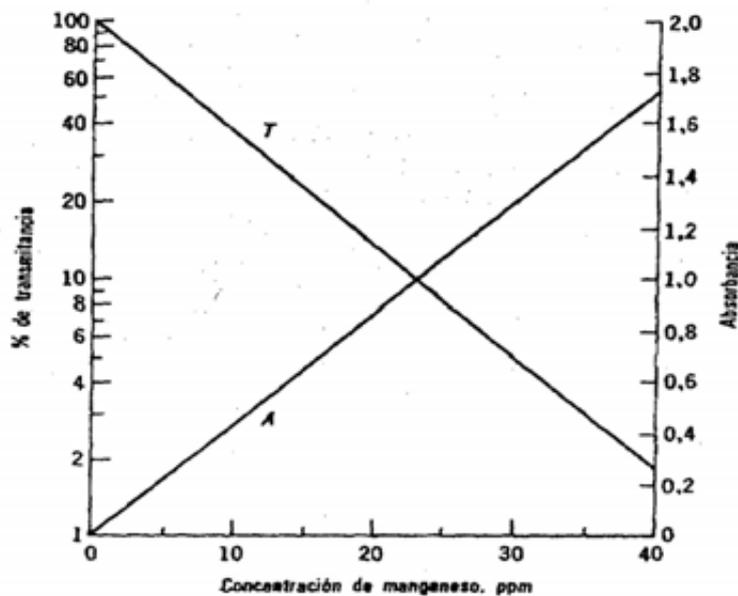


Figura N° 2: Curvas Patrón de Disolución
Nota: (Manrique T., 2008)

2.2.3. Validación de métodos analíticos

En la norma internacional ISO/IEC 17025 (2005), la validación se encuentra definida

como “la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, que cumplan los requisitos particulares para uso específico previsto”. (L&S Consultores C.A., 2003) Aplicando el concepto de validación al ensayo podemos definir que la validación de un método de ensayo es el proceso que establece, mediante amplios estudios de laboratorio, que los parámetros de calidad de desempeño del método de ensayo cumplen las especificaciones relacionadas con el uso previsto de los resultados del ensayo. (Vásquez N., 2012)

La validación tiene como objetivo demostrar que un método es apto para un fin, al definir sus características y limitaciones, mediante el abastecimiento de evidencia objetiva. (CYTED, 2009) Además tiene como objetivo:

- Evaluar las características de desempeño del método.
- Demostrar que el método desarrollado por un laboratorio es útil para la aplicación propuesta.
- Demostrar que las modificaciones realizadas a un método no afectan su desempeño, obteniendo resultados confiables.
- Demostrar que un método es equivalente a otro.
- Los métodos deben validarse:
 - Antes de introducirlos como métodos de rutina.
 - Un método establecido es usado en un laboratorio diferente o con diferentes analistas o instrumentos.

2.2.3.1. Parámetros de validación de un método analítico

El intervalo y la exactitud de los valores que se pueden obtener de los métodos validados (p. Ej. La incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad y/o reproducibilidad, la consistencia contra influencias externas y/o la sensibilidad

cruzada contra interferencias de la matriz del elemento de ensayo/muestra), deben ser relevantes con las necesidades de los clientes, como se evaluaron para el uso propuesto. (Vásconez N., 2012)

1. **Exactitud.** Se define como la concordancia entre el resultado de un ensayo y el valor de referencia aceptado como convencionalmente verdadero.
2. **Precisión.** Precisión es un término general para evaluar la dispersión de resultados entre ensayos independientes, que son repetidos sobre una misma muestra, muestras semejantes o patrones, en condiciones definidas. Tanto la repetibilidad como la reproducibilidad son, generalmente, dependientes de la concentración del mensurando y, de este modo, deberían ser determinadas para diferentes concentraciones.
3. **Especificidad y selectividad.** Una muestra, de manera general, está constituida por los mensurandos, la matriz y otros componentes que pueden tener algún efecto en la medición, pero que no se desea cuantificar. La especificidad y la selectividad están relacionadas con la detección. Un método que produce respuesta para un único mensurando es llamado específico. Un método que produce respuestas para varios mensurandos, pero que puede distinguir la respuesta de un mensurando de la de otros, es llamado selectivo.
4. **Linealidad.** Es la capacidad de un método de ensayo de obtener resultados que sean directamente proporcionales a la concentración del mensurando dentro de un cierto intervalo de concentración. La cuantificación requiere que se conozca la relación entre la respuesta y la concentración del mensurando.

5. **Rango de Trabajo.** El rango validado es el intervalo de concentración del analito dentro del cual el método puede considerarse validado. Esto se refiere al intervalo de concentraciones o a los valores de la propiedad relacionada, de las disoluciones medidas realmente más que de las muestras originales. En el extremo inferior del intervalo de concentración, los factores limitantes son los valores del límite de detección y/o cuantificación.
6. **Límite de detección.** El límite de detección es un indicador del nivel de concentración para el cual existe suficiente confianza de que la señal observada se debe a la muestra y no al blanco. Es un parámetro de mérito que nos proporciona información acerca de la presencia de un analito en una muestra dada.
7. **Límite de cuantificación.** El Manual de Calidad define al Límite de cuantificación como “el contenido igual o mayor que el menor punto de concentración de la curva de calibración” El límite de cuantificación (LoQ) estrictamente es la concentración más baja del analito que puede ser determinada con un nivel aceptable de precisión, de repetibilidad y veracidad. También se define por diversas convenciones como la concentración del analito correspondiente al valor del blanco de muestra más 5, 6 ó 10 desviaciones estándar de la media del blanco. Algunas veces también se conoce como “límite de determinación”.
8. **Sensibilidad.** Es una característica que demuestra la variación de la respuesta en función de la concentración del mensurando. Puede ser expresada por la pendiente de la recta de regresión de calibración, y se determina simultáneamente con las metodologías para la evaluación de la linealidad.

9. **Robustez.** La robustez evalúa la sensibilidad que el método de ensayo presenta a las pequeñas variaciones en las condiciones operativas. Un método se dice robusto si se revela prácticamente insensible a pequeñas variaciones que puedan ocurrir cuando éste está siendo ejecutado. Para determinar la robustez de un método de ensayo, se puede recurrir al test de Youden. Se trata de un test que permite no sólo evaluar la robustez del método, sino también ordenar la influencia de cada una de las variaciones en los resultados finales, indicando cuál es el tipo de influencia de cada una de esas variaciones.
10. **Incertidumbre de los resultados.** La incertidumbre caracteriza la dispersión de los valores atribuibles al mensurando, basándose en la información utilizada para obtener los resultados. (Vásconez N., 2012)

2.3. Definiciones de Términos Básicos.

- a) **Absorbancia (A):** El logaritmo en base 10 de la relación entre la potencia radiante espectral de la radiación incidente y la potencia radiante de la radiación transmitida:
 $A = -\log T$ donde T es la transmitancia interna.
- b) **Absorción:** La transferencia de energía de un campo electromagnético a la materia.
 Un proceso por el cual se extingue la luz.
- c) **Absortancia:** La fracción de luz absorbida que se puede escribir como uno menos la transmitancia (T) más la reflectancia (R).
- d) **Banda de absorción:** esta es una región del espectro de absorción en la que la absorbancia incluye un máximo.
- e) **Coefficiente de absorción (a):** Absorbancia dividida por la longitud del camino óptico. $a = A / l$.

- f) **Sección transversal de absorción (σ):** entidades moleculares contenidas en una unidad de volumen del medio absorbente a lo largo de la trayectoria de la luz. Se puede calcular como el coeficiente de absorción dividido por el número de entidades moleculares contenidas en una unidad de volumen del absorbente medio a lo largo del camino de la luz.
- g) **Espectro de absorción:** gráfico bidimensional de la absorbancia o transmitancia de un material con respecto a la longitud de onda.
- h) **Líneas anti-Stokes:** se observan líneas Raman en el lado de longitud de onda más corta de la radiación monocromática.
- i) **CARS:** la espectroscopia de dispersión Coherente anti-Stokes Raman (CARS), es una técnica de espectroscopia sensible a las mismas firmas vibratorias de moléculas que se ven en la espectroscopia Raman, típicamente las vibraciones nucleares de enlaces químicos.
- j) **Quimisorción:** la interacción metal-molécula altera fuertemente la distribución electrónica molecular debido a la formación de un enlace químico entre la molécula y el metal y, en consecuencia, las frecuencias deben cambiarse.
- k) **Dispersión:** La variación del índice de refracción con la frecuencia se llama dispersión.
- l) **Profundidad de penetración:** se define como la distancia en el material a la que la amplitud de la onda electromagnética desciende a e-1 o 37%.
- m) **Foto excitación:** producción de un estado excitado por la absorción de luz.
- n) **Plasmón:** es una cuasipartícula resultante de la cuantificación de las oscilaciones del plasma, al igual que los fotones y fonones son la cuantificación de la luz y el calor, respectivamente.
- o) **Efecto Raman:** la dispersión inelástica de la radiación incidente o el cambio de

frecuencia de la radiación incidente a través de la materia se denomina dispersión Raman y de ahí el nombre efecto Raman.

- p) **Dispersión de Rayleigh:** a diferencia de Raman, esta es la dispersión elástica de la radiación incidente o ningún cambio de frecuencia de la radiación incidente en la dispersión a través de la materia es la dispersión / efecto de Rayleigh.
- q) **Índice de refracción (η):** de un medio se define como la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en ese material.
- r) **Physisorption:** La interacción metal-molécula debido a fuerzas moleculares débiles o fuerzas de Van der Waals y no cambia los niveles de energía vibracional es Physisorption.

2.4.Hipótesis de Investigación

2.4.1. Hipótesis General.

El efecto de la comparación analítica de ensayo al fuego con la espectroscopia es significativo para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - Bureau Veritas S.A., 2019.

2.4.2. Hipótesis Específicas.

- El límite de cuantificación del análisis por ensayo al fuego y espectroscopia se relacionan directamente en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.
- El efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia es significativo en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.
- La curva de calibración y concentración intervendrá afecta en el ensayo al fuego y espectroscopia significativamente en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.

2.5. Operacionalización de variables e indicadores.

Tabla 1: Operacionalización de variables e indicadores.

Variable	Conceptos	Dimensiones	Indicador
Variable Independiente			
Comparación analítica	Método comparativo en base a técnicas análogas al método científico, van encaminadas a la generación o refutación de hipótesis o teorías.	Factores	- Tiempo. - Concentración. - Temperatura. - pH
Variable Dependiente			
Ensayo al fuego y espectroscopia	Métodos analíticos de exactitud y precisión para determinar el porcentaje de ley de metales.	Parámetros	- Límite de cuantificación - Valores de absorbancia. - Curva de calibración y concentración.
Variabes Intervinientes.			
			- Muestra - Mineralogía

Nota: Elaboración propia.

CAPITULO III

METODOLOGÍA

3.1. Diseño Metodológico

3.1.1. Tipo de investigación.

Basado en el desarrollo de la metodología, se ubica en la tipología básica; de acuerdo a los análisis de significancia entre ellas, manifestados en los procesos de deducción comparativa de los resultados del método de ensayo al fuego y espectroscopia para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata, basado en los antecedentes recopilados previamente (Hernández, Fernández, & Baptista, 2010).

3.1.2. Nivel de investigación.

De acuerdo a los criterios de nivel de estudio, se considera descriptivo, ya que se definirá las características, ventajas y desventajas de ambos procedimientos, según los cálculos de las mediciones de sus indicadores (Carrasco, 2006).

3.1.3. Diseño de investigación.

Según la búsqueda de conocimiento, se refiere a un diseño no experimental, puesto que no habrá manipulación directa de las variables de estudio, y se establecerá las diferencias entre ambos métodos de análisis de Au y Ag, a través de la formulación hipotética de los objetivos propuestos, para verificar la fiabilidad de dichas técnicas (Hernández, Fernández, & Baptista, 2010).

3.1.4. Enfoque de investigación.

El tema planteado es de índole cuantitativo, ya que aplica la medición estadística e instrumental de los indicadores establecidos para las variables de ensayo al fuego y espectroscopia para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata.

3.1.5. Estrategias o Procedimientos de Contrastación de Hipótesis o Cumplimiento de Objetivos Técnicos.

La metodología prevé para la contratación de hipótesis, seguir los lineamientos que se establecen en el objetivo principal de la investigación, así como fiabilidad de técnicas e uso de instrumentos de medición cuantitativa, a nivel fisicoquímico y metalúrgico, para la comparación metodológica del ensayo al fuego y espectroscopia para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. Los antecedentes revisados, serán de uso de contratación y afinamiento teórico, para analizar mediante la deducción científica los beneficios de dichos procedimientos.

3.2. Población y Muestra.

3.2.1. Población.

La población a considerar son las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata, que se traen para ser analizadas en la Empresa Bureau Veritas S.A del Perú.

3.2.2. Muestra.

La muestra para el desarrollo de la metodología será aleatoria de acuerdo a la extracción de 5 muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata, utilizadas por duplicado en cada método de determinación de dichos metales.

3.3. Técnicas e instrumentos de recolección de datos.

3.3.1. Técnicas a Emplear.

a. Observación sistemática Directa.

La observación cuantificable de los procedimientos, dentro de los métodos de ensayos, serán ingresados y analizados, en el software estadístico y del equipo de espectroscopia.

b. Observación Sistemática Indirecta.

Técnica de análisis de recopilación bibliográfica científica, para ser contrastada con los resultados comparativos de los métodos establecidos para cada variable, determinando su veracidad y posibles mejoras dentro de los parámetros considerados en la investigación.

c. Observación experimental.

La experiencia experimental, en la metodología de envergadura, permitirá determinar los valores comparativos y/o asociativos de cada variable, con el propósito de llegar al objetivo propuesto, y la verificación de la hipótesis asignada.

3.3.2. Descripción de los Instrumentos.

Los instrumentos de aplicación estarán situados de acuerdo a los métodos de ensayos de los análisis de las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata, así como los accesorios instrumentales de medición geotécnica, gravimétrica, volumétrica, y de espectro, relacionado a la metodología.

3.4. Técnicas para el Procesamiento de la Información.

Para el área de asimilación, comparación, fiabilidad de los indicadores asignados para cada variable, se empleó un software estadístico y el sistema del equipo de absorción atómica, para los métodos de ensayo al fuego, una calibración y ajuste por modelamiento matemático mediante patrones de Excel, para ambas metodologías. Así como para las muestras directas geoquímicas se utilizó el sistema de Control de Datos de Laboratorio (ACMELIMS, EMS), con la finalidad de reducir el margen de error en cada ensayo y su duplicidad en los procedimientos.

CAPITULO IV

RESULTADOS

4.1. Análisis de Resultados.

Aplicar el procedimiento analítico para determinar Oro y Plata en muestras de concentrados polimetálicos, minerales y productos afines de los procesos metalúrgicos, en el siguiente rango de trabajo:

Tabla 2: Analito por unidad de oro y plata.

Analito	Unidad	Límite Inferior	Limite Superior
Oro	ppm	0.010	500
Plata	ppm	300	40000

4.1.1. Área de Concentrados.

Por cada batch de análisis se analizan materiales de referencia (certificados y/o internos), muestras por duplicado y/o triplicado (requerimiento de cliente) y blancos de proceso los cuales reciben el mismo tratamiento que las muestras; y control adicional se usara muestras referenciales (analizadas y reportadas con anterioridad).

La distribución mínima de muestras por batch de análisis en la siguiente tabla.

Tabla 3: Aseguramiento de Calidad

Batch	Blanco	Duplicado y/o Triplicado	Materiales de Referencia
Espectroscopia (AAS/ ICP)	2	Por cada muestra	1
Espectroscopia (IR)	1		1
Ensayos al Fuego	1		1
Volumetría / Gravimetría	NA		1

Realizar los gráficos de control de los materiales de referencia (certificados y/o internos) para monitorear la validez de los resultados y detectar posibles desviaciones en el proceso. Las tolerancias establecidas para el aseguramiento de la calidad se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 4: tolerancias establecidas para el aseguramiento de la calidad.

Método	Duplicado y /o Triplicado	Materiales de Referencia
Espectroscopia (AAS/ ICP)	5%	5%
Volumetría / Gravimetría	2%	2%
Ensayos al fuego *	5%	5%

Aplica para el analito Ag, en el caso del analito Au se utiliza los criterios de la siguiente tabla:

Tabla 5: Criterios para analito Au.

Analito	Concentración (ppm)	Tolerancia (%)
Au	0.01 - 5	10
	5 - 30	6
	30 - 500	5
	> 500	2

Aplican excepciones para valores cercanos al límite inferior de reporte que son aceptadas con visto bueno del Supervisor de Ensayos al fuego.

Los parámetros establecidos tienen como referencia la data histórica del Laboratorio considerando el volumen de muestras recibido, los niveles de concentración reportados y las diversas matrices ensayadas. Para los analitos Oro y Plata se considera adicionalmente normas internacionales (como la japonesa: JIS).

4.1.2. Área de Geoquímica.

Los racks de análisis para muestras de exploración geoquímica incluyen como mínimo un blanco de proceso, una muestra duplicado y un material de referencia certificado y/o interno.

El sistema de Control de Datos de Laboratorio (ACMELIMS, EMS) permite definir de manera particular para cada método de ensayo la cantidad de controles a incluir por metodología.

Figura N° 3: ACMELIMS, EMS – Control de información por metodología.

4.1.3. Seguridad.

- Para la manipulación de mezcla fundente y reactiva es necesario el uso de respirador con filtros de polvo.
- Para el trabajo en hornos (fundición y copelación) se requiere el uso de chaqueta aluminizada, pechera, guantes y caretas.
- Máscara con cartucho, lentes de seguridad y guantes de goma deben utilizar para la manipulación de ácidos clorhídrico y nítrico.
- Los Ácidos sólo puede ser manipulado bajo campana de extracción.

4.1.4. Reactivos

Durante el análisis usar reactivos de reconocido grado analítico. Agua desionizada debe ser usada en todo momento.

- Ácido Nítrico (63-70 %) (G.E. 1,40) GA.
- Solución Ácido Nítrico (15 % v/v): Tomar 15 mL de ácido nítrico y llevar a 100 mL con agua.
- Ácido Clorhídrico (33.03-38 %) (G.E. 1,19) GA.
- Hidróxido de Amonio, (1:3) GA: Tomar 100 mL de hidróxido de amonio y mezclar con 300 mL de agua.
- Bórax Anhidro G.T.
- Ceniza de hueso.
- Plomo laminado.
- Plata metálica.
- Fundente para concentrados preparado.
- Nitrato de Potasio (KNO_3) G.T.
- Harina.
- Papel Parafilm.

4.1.5. Equipos y materiales.

- Horno de fundición
- Horno de copelación
- Micro balanza sensibilidad 0.001 mg.
- Balanza de precisión sensibilidad 1 mg
- Pinza de fundición.
- Pinza de copelación.
- Guante de asbesto aluminizado.

- Chaleco de asbesto aluminizado.
- Protector facial.
- Respirador para humos metálicos.
- Lingotera de fierro.
- Mesa metálica.
- Comba de 6 lb.
- Yunque.
- Copelas de magnesita # 7.
- Copelas de magnesita # 9.
- Escarificadores cerámicos 9".
- Crisoles refractarios de 40 g.
- Porta doré.
- Alicata pico de loro.
- Cerda de pelo de camello o marta.
- Pincel de pelo de marta.
- Crisol de porcelana 15mL.
- Tubos descartables de 5 y 10mL.

4.1.6. Procedimiento.

1. Pesado

- 1.1. Elaborar la hoja de trabajo de acuerdo a lo solicitado en la Instrucción de Análisis.
- 1.2. Abrir la hoja de LIMS e ingresar a la IA en el método respectivo en la computadora de balanza, previamente acondicionar las muestras por pesar.

- 1.3. Pesar 5 g a 15 g del material por analizar en una luna de reloj previamente tarada y escanear el código de barras. Después de pesar la muestra se agrega el reactivo indicado harina o KNO_3 . Según el peso del material y el grado de sulfuración de los concentrados.
- 1.4. Las muestras de reconocimiento se ensayan en una sola corrida, los lotes por duplicado, dirimencias por triplicado adicionando muestras patrón y blancos según la Instrucción de Análisis Área Vía Seca – Concentrados.

2. Acondicionamiento de Crisoles.

- 2.1. Limpiar y enumerar los crisoles refractarios según hoja de trabajo y Preparar la carga de 48 crisoles.

3. Fundición

- 3.1. Adicionar a la muestra pesada en la bolsa de plástico, una cuchara de fundente el peso es 180g +/- 5g, (la composición de la mezcla fundente se muestra en el anexo N° 2), homogenizar, luego la muestra y el sobre de plástico se envuelve e introducen en el crisol correspondiente.
- 3.2. Cubrir la muestra con 20 g de bórax.
- 3.3. Cargar los crisoles al horno de fundición; disponerlos el horno de acuerdo al esquema del anexo N° 4. la temperatura inicial de 860°C.
- 3.4. Pasados 20 minutos, subir la temperatura a 960°C por un periodo de 20 minutos, luego incrementar la temperatura a 1060 +/- 40°C por un periodo de 20 minutos más. Cumplido el tiempo, descargar vertiendo el contenido del crisol en la lingotera, previamente limpia y seca.
- 3.5. Dejar enfriar y separar el régulo de plomo de la escoria, con ayuda de una comba de acero hasta dejarlo el regulo de Pb en forma de cubo; en el caso de régulos limpios solo aplanar la punta del régulo para facilitar

la manipulación en el momento de la copelación. Codificar cada uno de los régulos.

3.6. El peso promedio del botón de plomo debe estar entre 25 a 50g, de lo contrario se volverá a fundir la muestra variando la cantidad de harina o KNO_3 .

4. Muestras con contenidos altos de Ag y Au

4.1. Para muestras con concentraciones mayores a 10000 g/tm en Ag y/o 40 g/tm en Au, las escorias se recuperan en una nueva fundición, obteniendo un régulo de plomo de 5 a 15g de peso.

4.2. La escoria regresa al crisol y se funde durante 20 minutos, luego se le adiciona un cuarto de cucharón de mezcla fundente más 1 g de harina envueltos en papel.

4.3. Se procede a fundir según los puntos del 3.3 al 3.5.

4.4. El régulo obtenido se junta con el de la primera fundición y pasa a la etapa de copelación.

5. Copelación

5.1. Cargar las copelas codificadas para su calentamiento por un espacio de 25 minutos de acuerdo a la hoja de trabajo a una temperatura de $930 \pm 30^\circ\text{C}$. Indicar la disposición de las copelas al interior del horno, según Anexo N° 4.

5.2. Se colocará un Título (peso de plata conocida, que será aproximado al peso esperado del doré que se está analizando), de manera que el Título pueda controlar las muestras circundantes a él, este puede ir en al menos uno por cada fila. el cual irá envuelto en plomo laminado en peso similar al peso del régulo obtenido.

- 5.3. Cargar los régulos fila por fila, con un intervalo de 2 a 3 min.
- 5.4. La copelación puede durar entre 40 a 60 min. Esto de acuerdo al tamaño de régulo cargado (rango aprox. = 1g de plomo del régulo/min.), y se lleva a cabo a $930 \pm 30^{\circ}\text{C}$; el punto final de la copelación es cuando se observa el brillo del dore. Luego retirar la copela.
- 5.5. Limpiar el doré obtenido; usar para ello el alicate, el pincel de cerda dura y las pinzas de doré; Pesar en micro balanza y registrar el peso.

6. Partición Gravimétrica

- 6.1. Anotar en la hoja de trabajo el número de tubo de ensayo.
- 6.2. Colocar los dores en los tubos de 10mL de capacidad, agregar de 1.5mL de Solución de HNO_3 al 15% y llevar a la plancha a una temperatura de 120°C .
- 6.3. Una vez terminada la reacción (cese de burbujeo) elevar la temperatura a 150°C aprox. y agregar 5 gotas de HNO_3 concentrado, dejar atacando por un periodo de 25 a 30 min.
- 6.4. Retirar los tubos, dejar enfriar y trasvasar a los crisoles de porcelana previamente codificados decantando la solución de nitrato de plata, lavar dos veces con agua desionizada y una tercera con solución hidróxido de amonio (1:3).
- 6.5. Secar en la plancha y calcinar en mechero por 1min.
- 6.6. Pesar el oro y registrarlo en las hojas de trabajo.
- 6.7. Cuando los resultados de oro del paso 6.2 son menores a 0,050 mg se procede a trasvasar en tubo de 10mL con un Volumen de 5 mL y se realiza la digestión regia para lectura por Absorción Atómica desde 7.2 al 7.4.

6.8. Cuando la relación (Ag: Au) no cumple la relación de 3:1, realizar el encuarte, el cual consiste en agregar plata metálica para cumplir la relación de 3.1 al doré, envolverlo en 10g de plomo laminado y copelar de acuerdo a los pasos 5.1 y 5.3 a 5.5.

7. Partición para lectura por Espectrofotometría de Absorción Atómica

7.1. Colocar los dores en tubos de prueba de 10mL de capacidad debidamente codificados.

7.2. Agregar 1.5mL de HNO₃ al 15% en el tubo de 10mL. Llevar a plancha a temperatura de 120°C +/- 20°C.

7.3. Terminada la reacción del ácido con el doré (cese del burbujeo); se retiran los tubos de la plancha y agregamos 1.5mL de HCl concentrado; seguimos con el ataque ácido en la plancha y el oro sea totalmente atacado, eliminando los vapores nitrosos, es notorio la solución cambie a color amarillo claro. Enfriar, enrasar con agua desionizada al volumen indicado de 5ml. (alternativamente se puede realizar esta partición por microondas cuando la ley de Au es menor a 5 ppm)

7.4. Tapar con plástico delgado toda la gradilla, homogenizar y llevar a lectura por Absorción Atómica, indicar especificaciones de muestras enviadas.

4.1.7. Expresión de Resultados.

Fórmulas para el ajuste de resultados para analitos con alto contenido de Au y Ag.

$$\text{Analito(ppm)} = \frac{\text{Medición} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) * \text{Volumen(mL)} * \text{Factor de Dilución}}{\text{Peso de la Muestra (g)}}$$

$$\text{Analito(\%)} = \frac{\text{Medición} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) * \text{Volumen(mL)} * \text{Factor de Dilución}}{\text{Peso de la Muestra(g)} * 10000}$$

Cálculos efectuados:

$$Au_{\left(\frac{g}{Tm}\right)} = Au_{(ppm)} = \frac{W_{Au(mg)}}{W_{muestra(g)}} * 1000$$

$$Au_{(ppm)} = Au_{lecturaAAS(ppm)}$$

$$Au_{\left(\frac{oz}{tc}\right)} = \frac{W_{Au(mg)}}{W_{muestra(g)}} * 29,1667$$

$$Au_{\left(\frac{g}{Tm}\right)\left(\frac{S}{A}\right)} = Au_{(ppm)\left(\frac{S}{A}\right)} = \frac{(W_{dore} - W_{Au} - W_{Bi} - W_{BK})(mg)}{W_{muestra(g)}} * 1000$$

$$Au_{\left(\frac{oz}{tc}\right)\left(\frac{S}{A}\right)} = \frac{(W_{dore} - W_{Au} - W_{Bi} - W_{BK})(mg)}{W_{muestra(g)}} * 29,1667$$

$$Au_{\left(\frac{g}{Tm}\right)(C/A)} = Au_{(ppm)\left(\frac{C}{A}\right)} = f_{aj} * \frac{(W_{dore} - W_{Au} - W_{Bi} - W_{BK})(mg)}{W_{muestra(g)}} * 1000$$

$$Au_{\left(\frac{oz}{Tc}\right)(S/A)} = f_{aj} * \frac{(W_{dore} - W_{Au} - W_{Bi} - W_{BK})(mg)}{W_{muestra(g)}} * 29,1667$$

$$f_{aj} = \frac{W_{o(titulo)}}{W_{f(titulo)} - W_{BK(plomo laminado)}} * 29,1667$$

Descripción:

$W_{dore} (mg)$:	Peso de doré en mg.
$W_{Au} (mg)$:	Peso de oro en mg.
$W_{Bi} (mg)$:	Peso de Bismuto en mg.
$W_{BK} (mg)$:	Peso del blanco de la mezcla fundente en mg.
$W_{muestra} (mg)$:	Peso de la muestra ensayada en g.
$W_{f(titulo)}$:	Peso final de título en mg.
$W_{o(titulo)}$:	Peso inicial de título en mg.
$W_{BK} (Plomo laminado)$:	Peso del blanco del plomo laminado.
$Ag_{g/Tm(S/A)}$:	Ley de plata en g/tm sin ajuste.
$Ag_{oz/tc(S/A)}$:	Ley de plata en oz/tc sin ajuste.

<i>Ag g/Tm(C/A)</i>	:	Ley de plata en g/tm con ajuste.
<i>Ag oz/tm(C/A)</i>	:	Ley de plata en oz/tc con ajuste.
<i>Au g/Tm</i>	:	Ley de oro en g/tm.
<i>Au oz/tc</i>	:	Ley de oro en oz/tc.

4.1.8. Control de Resultados

- 1) Efectuar los ensayos en paralelo con un concentrado de la misma calidad y ley conocida
- 2) (Materiales de Referencia Certificados y/o Internos), por cada Instrucción de Análisis bajo las mismas condiciones de operación que las muestras en análisis, con el fin de verificar la exactitud del ensayo por los resultados.
- 3) Realizar paralelamente un ensayo en blanco por plata (la última muestra de cada Instrucción de Análisis), cuyo resultado se descontará al efectuarse los cálculos.
- 4) Se registra los resultados del patrón interno en la cartilla de control.

4.1.9. Consideraciones para el Control de Ensayo.

Los ensayos se efectuarán de la siguiente forma:

- 1) Reconocimiento: análisis Simple
- 2) Lote: análisis por Duplicado
- 3) Dirimencia: análisis por Triplicado

4.1.10. Evaluación de resultados.

a) Cartas de Control.

Los gráficos de control deben ser evaluados para determinar las tendencias a corto y largo plazo, además de los cambios y sesgos en los datos.

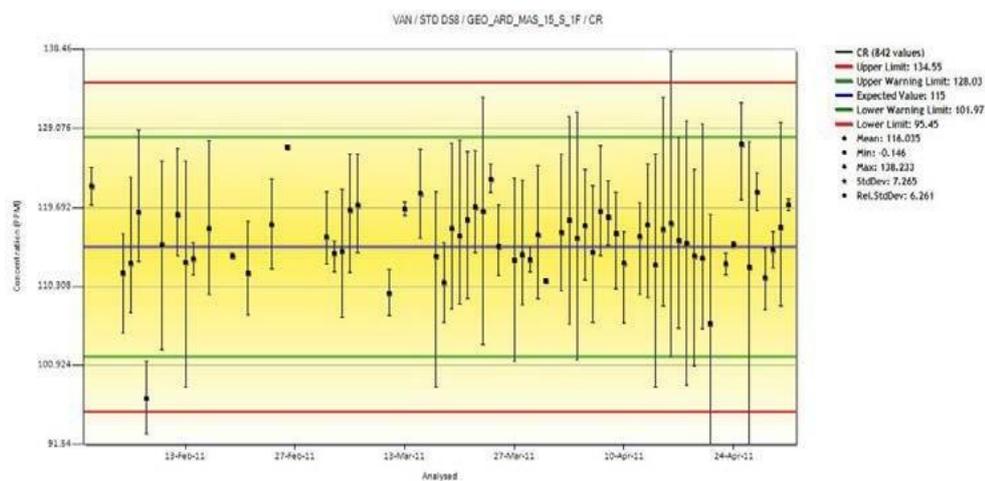


Figura N° 4: Cartas de control de tendencias de los cambios.

Los límites en control de calidad los materiales de referencia y análisis duplicados se establecen en función de los requisitos de exactitud para cada método. Los límites se introducen en LIMS y los resultados cuestionables se marcan en amarillo o rojo; amarillo, indica un resultado superior a un límite establecido, la alerta de color rojo indica que se ha excedido un límite de Control.

Tabla 6:

Los límites para los materiales de referencia y ensayos duplicados

Material de QC	Límite de Control
Tolerancia de Blanco	+/- (10 x LD)
Material de Referencia	+/-((Precisión x Concentración de muestra) + 2 x LD)
Muestras Duplicados	Porcentaje de Diferencia = (((100 x (2xLD)) / Concentración muestra) + LR

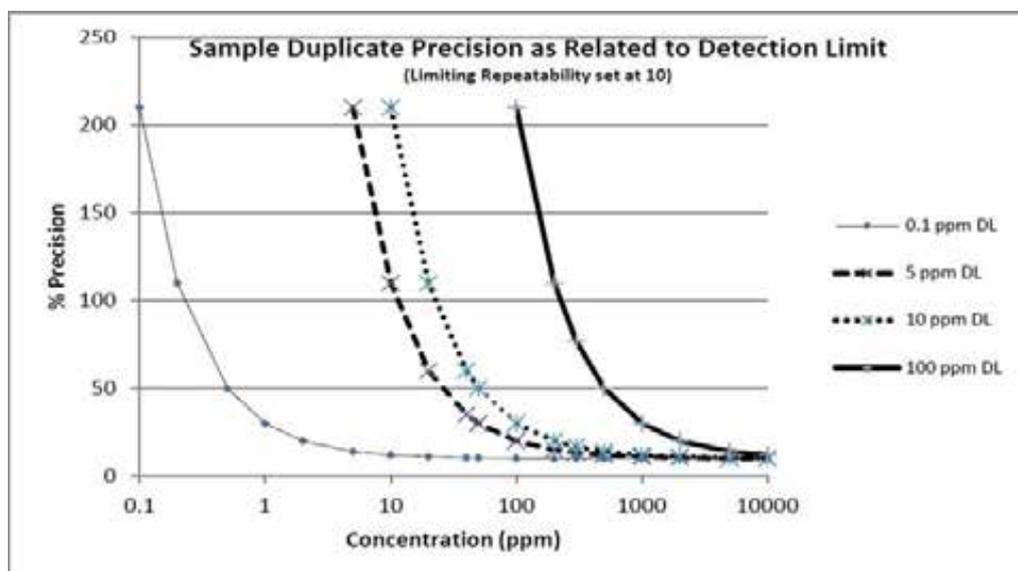
Nota: Elaboración propia.

Dónde:

LD: Límite de detección

LR: Límite de repetibilidad (asociada a la precisión)

La figura siguiente, muestra el porcentaje de diferencia permitido para la evaluación de duplicados en función del límite de detección del método y concentración de las muestras.



*Figura N° 5: Porcentaje de diferencia vs concentración de muestras duplicadas.
Nota: Elaboración propia.*

b) Construcción de Cartas de Control

Se emplea Materiales de Referencia Certificados, Materiales de Referencia Internos y/o Estándares sintéticos. El fundamento de los gráficos de control se basa en la asunción de la normalidad de los resultados de medida: cuando se lleva a cabo algún proceso (por ejemplo, un método de análisis) de forma sistemática, es decir, bajo las mismas fuentes de influencia o variación, el proceso se verá afectado por errores aleatorios que conducirán a una distribución normal de los resultados. Esta afirmación es una consecuencia del teorema del límite central. Se dirá que el método analítico está bajo control si los resultados obtenidos con este método siguen las características de una distribución normal.

En el caso de utilizar materiales de referencia certificados se considera el valor nominal. Para materiales de referencia internos se deberá comprobar la

normalidad y la presencia de resultados discrepantes y su eliminación. Con los resultados iniciales de la muestra de control se establece el valor de la línea central. Este valor a obtenerse con un mínimo de 15-30 análisis de la muestra de control. Los diferentes límites suelen establecerse a una distancia del valor central $\pm 2s$ (línea de aviso), y a una distancia del valor central $\pm 3s$ (línea de control).

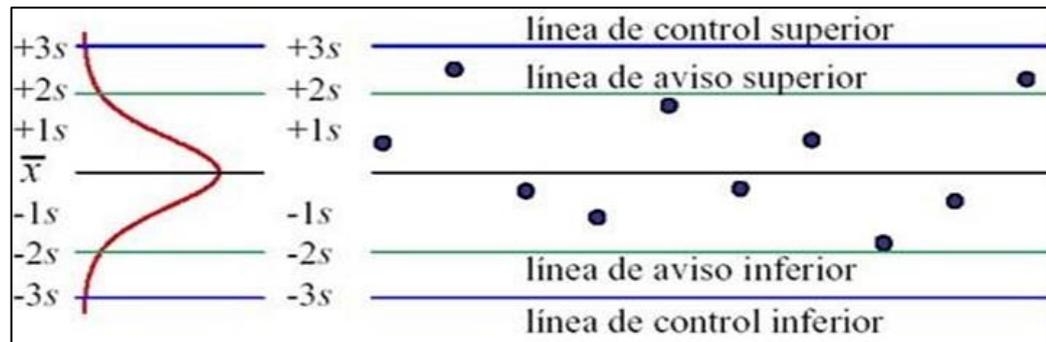
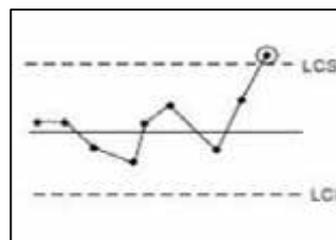


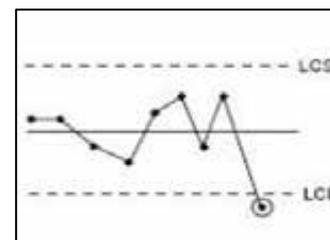
Figura N° 6: Líneas de control y de aviso en relación con la distribución de la muestra de examen.

Se considera que el procedimiento analítico se encuentra fuera de control, o que ha cambiado significativamente, cuando se presenta:

1. Uno o más puntos por encima o por debajo de los límites de control.



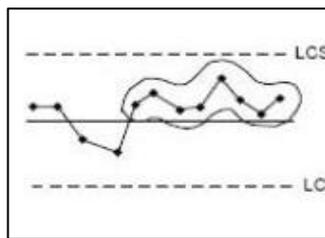
(a) Uno o más puntos por encima de los límites de control.



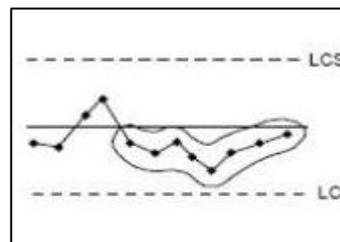
(b) Uno o más puntos por debajo de los límites de control.

Figura N° 7: Líneas de los límites por encima y por debajo de control.

2. Siete o más puntos consecutivos por encima o por debajo de los promedios.



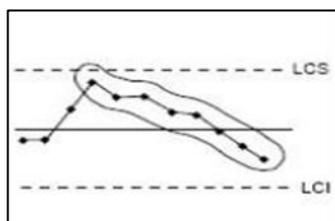
(a) 7 o más puntos consecutivos por encima de los promedios.



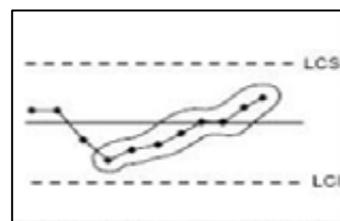
(b) 7 o más puntos consecutivos por debajo de los promedios.

Figura N° 8: Formación de la línea por puntos consecutivos por encima y por debajo de los promedios.

3. Siete o más puntos consecutivos de tendencia creciente y decreciente.



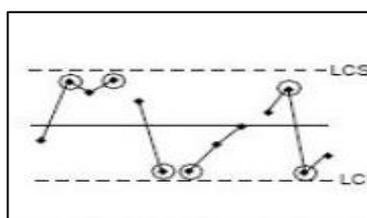
(a) 7 o más puntos consecutivos decrecientes



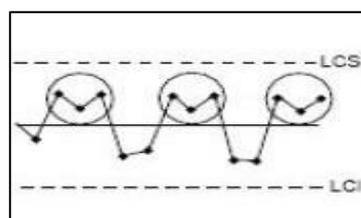
(b) 7 o más puntos consecutivos crecientes

Figura N° 9: Formación de la línea por puntos consecutivos decrecientes y crecientes.

4. Dos de tres puntos consecutivos cerca de los límites; 14 puntos consecutivos alternando arriba o abajo: fenómeno cíclico o series temporales.



(a) Dos de tres puntos consecutivos cerca de los límites.



(b) Figuras repetidas (patrones consistentes)

Figura N° 10: fenómeno cíclico de puntos consecutivos cerca de los límites.

En caso que se obtenga uno de los puntos citados anteriormente (test para casos específicos) se debe realizar un análisis de causa y tomar las acciones correctivas correspondientes.

4.1.11. Laboratorio de Preparación de Concentrados (Trade)

Por cada batch de ensayo se analizan materiales de referencia (interno), muestras por duplicado y/o triplicado, los cuales reciben el mismo tratamiento que las muestras. Asimismo, en la siguiente tabla se incluye la distribución mínima de muestras por batch de ensayo y las verificaciones post- ensayo.

Tabla 7: Muestras por batch de ensayo y las verificaciones post- ensayo.

Pruebas	Duplicado y/o triplicado	Materiales de Referencia	Verificación	Ronda Inter-laboratorio
Humedad	Por cada muestra	--	01 muestra por batch	1 Participación Anual
Angulo de Reposo		--	Medida de Generatrices (largo y altura)	
Factor de Estiba y Densidad Aparente		1 vez por año	--	
Límite de Humedad Transportable		--	Método Gráfico	

CAPITULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones.

El procedimiento básico para el ensayo de fuego consiste en mezclar una alícuota de sarople en polvo (10 g, 15 g, 30 g o 50 g son los tamaños más comunes utilizados) con carbonato de sodio (carbonato de sodio), bórax (borato de sodio), litargirio (PbO), harina (harina de hornear que se utiliza para agregar carbón como reductor), sílice y eventualmente nitro (nitrato de potasio). A esta mezcla, se puede agregar Ag o Pd como colector en solución o como una lámina.

La comparación del rendimiento de los dos métodos de análisis para el oro (ensayo al fuego y espectroscopia) puede servir para sopesar los argumentos a favor del uso de uno u otro método en el campo de estudio.

A pesar de la excelente calidad del método de copelación, no debe pasarse por alto que para los efectos de interferencia ditiva, como la interferencia de línea, las señales de los elementos parecen sufrir interferencias multiplicativas, de modo que el rendimiento de radiación del ion del átomo central se ve afectado por los diferentes efectos de ligamentos complejos. Sin embargo, el tipo de acoplamiento de la potencia de alta frecuencia y la posible mecánica de atomización de la solución no parecen estar involucrados en este efecto químico-termoquímico, por ejemplo, también el concepto erróneo generalizado de que para la estandarización interna solo pares de líneas de átomos o pares de líneas de iones conducen a un resultado exitoso.

El método FAAS descrito para la determinación de oro es preciso, económico y comparativamente simple, pero no sensible para bajas concentraciones de oro.

Dado que el límite de cuantificación FAAS para el oro es de 0,1 ug / g, este método no se puede utilizar en situaciones en las que se presume que la concentración de oro está en niveles más bajos.

Se llevaron a cabo varios experimentos con y sin impurezas y se concluyó que el oro se puede determinar con precisión y precisión en presencia de varias impurezas. Se analizaron cinco réplicas de muestras de oro aproximadas de 0,2 g siguiendo el método propuesto y se encontró que el porcentaje de pureza era $99,993 \pm 0,0056$ con un nivel de confianza del 95% ($k = 2$). La incertidumbre combinada en la medición del oro también se ha evaluado utilizando fuentes potenciales del método de acuerdo con las directrices expuestas.

Los resultados presentados aquí revelan que este método funciona bien para muestras de formaciones de hierro con bandas sulfídicas, vetas de cuarzo, rocas volcánicas con vetas de cuarzo, formaciones de hierro con bandas de lutitas sulfídicas y minerales enriquecidos que se sabe que contienen mayores cantidades de oro. Por otro lado, para muestras que tienen oro por debajo del nivel de 100 ng / g, se puede usar la espectroscopia de absorción atómica, o cualquiera de la técnica instrumental por espectro.

5.2. Recomendaciones.

- Se recomienda una debida diligencia desde la recopilación de duplicados de campo para su análisis y debe incorporar muestras duplicadas en varias etapas del proceso de reducción de todas las muestras importantes. Los envíos aleatorios de las muestras y la revisión de datos también ayudan en la localización temprana tanto de la preparación de muestras como del sesgo analítico.
- Es necesario enviar las muestras patrón o ciegas a laboratorios certificados, de forma ocasional, para equilibrar y reducir el margen de errores en los análisis. Esto

proporcionará alguna información sobre la precisión.

- Solicite referencias de personas confiables activas en las áreas. Pregunte si el laboratorio está certificado y si está inscrito en un programa de pruebas de aptitud para el análisis de oro y, de ser así, solicite los resultados de todas sus pruebas de aptitud.
- Todas estas medidas deben asegurar que los valores de análisis de oro de procesos sucesivos y de diferentes laboratorios cumplan con niveles aceptables de exactitud y precisión, y puedan correlacionarse entre sí. Esto es esencial tanto para la evaluación de prospectos como para la viabilidad de cualquier servicio de algún proyecto en curso.

CAPITULO VI

REFERENCIAS

6.1. Fuentes Bibliográficas.

Cáceres Arenas, G. (2007). Hidrometalurgia y Electrometalurgia. Atacama, Chile: Universidad de Atacama.

Carrasco, S. (2006). *Metodología de la Investigación Científica*. Lima: San Marcos.

Hernández, R., Fernández, C., & Baptista, M. (2010). *Metodología de la investigación*. Mexico D.C.: McGRAW-HILL.

Misari C., F. (2010). *Metalurgia del Oro*. Lima: San Marcos E.I.R.L.

6.2. Fuentes Electrónicas.

Asif, M. (1990). An improved and modified fire assay method for platinum group elements and gold using neutron activation analysis. *Tesis de Doctor of philosophy*.

Cáceres Arenas, G. (2007). Hidrometalurgia y Electrometalurgia. Atacama, Chile: Universidad de Atacama. Recuperado el 20 de Agosto de 2017, de <https://es.slideshare.net/JoseMiguelAliaga/hidrometalurgia-14225553>

Cassano, D. (2014). Functionalized metal nanoparticles for diagnostics: synthesis and SERS spectroscopy. *Tesis de maestria* . Universita degli studi di Pisa. Recuperado el 20 de Febrero de 2020, de <https://core.ac.uk/download/pdf/20526615.pdf>

Dip Segovia, P. (2007). “Electrodeposición de cobre sobre películas orgánicas: aplicaciones en micro/nanotecnología”. *Tesis para optar al grado de Doctor en Ciencias de la Ingeniería*. (U. d. Chile, Ed.) Chile: Escuela de Posgrado . Recuperado el 22 de Agosto de 2017, de http://repositorio.uchile.cl/tesis/uchile/2007/dip_ps/sources/dip_ps.pdf

- Espilco, A. (2013). Control de calidad en análisis de oro y plata realizados por ensayos al fuego en minerales. Lima, Perú: Universidad Nacional del Callao. Recuperado el 25 de Enero de 2020, de <http://repositorio.unac.edu.pe/handle/UNAC/1709>
- Hernández, W., & López, D. (2014). *Estandarización en el método de preparación de plata coloidal mediante la técnica de electrogravimetría*. Recuperado el 22 de 2 de 2018, de Aggregating the world's open access research papers - CORE: <https://core.ac.uk/download/pdf/71398154.pdf>
- Hernández, R., Fernández, C., & Baptista, M. (2010). *Metodología de la investigación*. Mexico D.C.: McGRAW-HILL.
- Hillal, N. (2011). *Electrogravimetric Determination of Copper Content in Copper Ores*. Recuperado el 02 de 12 de 2018, de SUST Repository: <http://repository.sustech.edu/handle/123456789/2124>
- ation_of_Gold_Platinum_Palladium_and_Rhenium_in_Sulfide_Ore_Samples
- León G., L. (2015). Detectores espectroelectroquímicos en flujo: aplicaciones analíticas al estudio de medios contaminados. *Tesis doctoral*. (Q. F. Departamento de Ingeniería Química, Ed.) Huelva: Universidad de Huelva. Recuperado el 3 de Abril de 2017, de http://rabida.uhu.es/dspace/bitstream/handle/10272/12668/Detectores_espectroelectroquimicos.pdf?sequence=2
- Manrique T., R. (2008). Validación del método de análisis combinado (fire assay y absorción atómica a la flama) para la determinación de oro en minerales. Huancayo: Universidad Nacional del Centro del Perú. Recuperado el 20 de Enero de 2020, de <http://repositorio.uncp.edu.pe/handle/UNCP/226>
- McIntosh, K. (2004). The systems engineering of automated fire assay laboratories for the analysis of the precious metals. Tesis de Doctor of Philosophy: Extractive Metallurgical Engineering Science: University of Stellenbosch. Recuperado el 20 de

Febrero de 2020, de <https://core.ac.uk/download/pdf/37342472.pdf>

Mercado E., J. (2013). "Estudio comparativo de análisis de oro entre los métodos vía seca y vía húmeda en minerales concentrados". Lima. Recuperado 28 de Enero de 2020, de http://repositorio.unac.edu.pe/bitstream/handle/UNAC/392/Jorge_Tesis_t%C3%A9tuloprofesional_2013.pdf?sequence=1&isAllowed=y

Moreno, G., & Ortega, R. (07 de 25 de 2006). *Implementación de una metodología electrogravimétrica para la medición de cobre*. Obtenido de Centro Nacional Metrología - CENAM: <https://www.cenam.mx/memsimp06/Trabajos%20Aceptados%20para%20CD/Octubre%2025/Bloque%20A/A2-QUIMICA%20I-Materiales%20de%20Referencia/A2-2.pdf>

Patiño P., C. (2003). Mejoramiento del control químico analítico en la extracción metalúrgica del oro y de la plata en los laboratorios del grupo de investigación en minerales Biohidrometalurgia y ambiente de la UIS. 2003. Bucaramanga. Recuperado el 20 de Enero de 2020, de Repositorio Universitario Universidad Industrial de Santander: <http://noesis.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/3575/1/114381.pdf>

Prego C., L. (2012). Estudio de un método para la determinación de oro en los sulfuros mixtos de níquel y cobalto de la Empresa Ernesto Che Guevara. Moa: Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa. Recuperado el 15 de Enero de 2020, de <http://ninive.ismm.edu.cu/handle/123456789/1911>

Rosado, J. (2017). Mejoramiento del análisis químico para minerales de oro. Arequipa: Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa. Recuperado 26 Enero 2020, de <http://bibliotecas.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/2560/IMrocajj.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

- Sholanbayeva, Z. (2012). Synthesis, functionalization and characterization of gold nanoparticles. *Tesis de grado de master*. Middle East Technical University. Recuperado el 22 de Febrero de 2020, de <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.633.4163&rep=rep1&type=pdf>
- Solorzano, M. (2009). *Elaboración de un material de referencia de cobre mediante la utilización del método primario de Electrogravimetría a potencial controlado*. Recuperado el 2 de 25 de 2018, de Repositorio Institucional - UNAN-LEON: <http://riul.unanleon.edu.ni:8080/jspui/bitstream/123456789/4882/1/213763.pdf>
- Soto B., J., & Solís S., A. (2012). Caracterización y optimización de parametros de S_x/ew para la obtención de cobre electrolítico a nivel laboratorio. (M. M. Facultad de Ingeniería Geológica, Ed.) Lima, Perú: Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Recuperado el 18 de Agosto de 2017, de http://cybertesis.unmsm.edu.pe/bitstream/cybertesis/2636/1/Soto_bj.pdf
- Vásconez N., M. (2012). Validación del método de espectrofotometría de absorción atómica electrotermica para la determinación de cobre y vanadio en aguas limpias y residuales. *Tesis*. (F. d. Químicas, Ed.) Quito: Universidad Central del Ecuador. Recuperado el 2 de Abril de 2018, de <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/1198/1/T-UCE-0008-05.pdf>

6.3. Fuentes hemerográficas

- Baharun, N., & Ong, P. (2014). "Characterization and Gold Assaying Methods in the Assessment of Low Grade Gold Ore from Malaysia. *Advanced Materials Research*, 858, 243-247. doi:doi:10.4028
- Bardi, U., Niccolai, F., Tosti, M., & Tolstogouzov, A. (2008). Gold assay with Knudsen

- effusion mass spectrometry. *International Journal of Mass Spectrometry*, 273, 138-144. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijms.2008.03.013>
- Barefoot, R. (1998). Determination of the precious metals in geological materials by inductively coupled plasma spectrometry. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*(13), 1077-1084. Recuperado el 12 de Marzo de 2020, de <https://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleLanding/JA/1998/A803216E#!divAbstract>
- Brill, M., & Wiedemann, K. (1992). Determination of gold in gold jewellery alloys by ICP spectrometry. *Gold Bull*, 25, 13-26. Recuperado el 24 de Marzo de 2020, de <https://link.springer.com/article/10.1007/BF03214719>
- Corsi, M., Cristoforetti, G., Palleschi, V., Salvetti, A., & Rognoni, E. (2001). A fast and accurate method for the determination of precious alloys caratage by Laser Induced Plasma Spectroscopy. *The European Physical Journal D - Atomic, Molecular, Optical and Plasma Physics volume, 13*, 373–377.
doi:<https://doi.org/10.1007/s100530170255>
- Heurtebise, M., Montoloy, F., & Lubkowitz, J. (1973). Rapid determination of matrix components by neutron activation analysis. Analysis of gold alloys. *Analytical Chemistry*, 45(1), 47–52. doi:<https://doi.org/10.1021/ac60323a012>
- Jalas, P., J., R., & Hemminki, S. (2002). XRF analysis of jewelry using fully standardless fundamental parameter approach. *Gold Technology* , 35:(35), 28–36.
doi:<https://doi.org/10.1007/BF03214834>
- Jurado, A., & Luque, M. (2003). Laser-induced breakdown spectrometry in jewellery industry. Part II: quantitative characterization of gold filled interface. *Talanta*, 59, 409-415. doi:[https://doi.org/10.1016/S0039-9140\(02\)00527-1](https://doi.org/10.1016/S0039-9140(02)00527-1)
- Juvonen, M., Bartha, A., Lakomaa, T., Soikkeli, L., Bertalan, E., Kallio, E., & Ballok, M. (2004). Comparison of Recoveries by Lead Fire Assay and Nickel Sulfide Fire Assay

- in the Determination of Gold/ Platinum/ Palladium and Rhenium in Sulfide Ore Samples. *Geostandards and Geoanalytical Research*, 28(1), 123–130. Recuperado el 20 de Marzo de 2020, de https://www.researchgate.net/publication/230294337_Comparison_of_Recoveries_by_Lead_Fire_Assay_and_Nickel_Sulfide_Fire_Assay_in_the_Determination_of_Gold_Platinum_Palladium_and_Rhenium_in_Sulfide_Ore_Samples
- Marucco, A. (2004). Low-energy ED-XRF spectrometry application in gold assaying. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 213, 486-490. doi:[https://doi.org/10.1016/S0168-583X\(03\)01608-2](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(03)01608-2)
- Pérez L., E., & Vargas V., A. (2016). Indagación de dos metodologías analíticas para cuantificar oro en soluciones cianuradas, en industria de dispositivos electrónicos en Costa Rica. *Tecnología en Marcha*, 30(2), 105-127. Recuperado el 28 de Enero de 2020, de <https://www.scielo.sa.cr/pdf/tem/v30n2/0379-3982-tem-30-02-00105.pdf>
- Petrovic, N., Budelan, D., & Cokic, S. &. (2000). “The determination of the content of gold and silver in geological samples”. *Original scientific paper*, 66(1), 45-52. Recuperado el 25 de Enero de 2020, de <https://www.shd.org.rs/JSCS/Vol66/No1/V66-no1-07.pdf>
- Pochon, A., Desaultya, A., & Baillya, L. (2020). Handheld laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS) as a fast and easy method to trace gold. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 254-264. Recuperado 25 Junio 2020, <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2020/ja/c9ja00437h/unauth#!divAbstract>
- Reddi, G., & Rao, C. (1999). Analytical techniques for the determination of precious metals in geological and related materials. *Analyst*, 17(124), 1531-1540. Recuperado el 25 de Marzo de 2020, de

<https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1999/AN/a904839a#!divAbstract>

Rodríguez, Y., Valentín, I., Prieto, J., Basilio, J., & Acosta, F. (2014). Validación del método ensayo al fuego combinado con espectrofotometría de absorción atómica (EF-EAA). *Anuario de la Sociedad Cubana de Geología*(2), 143- 149. Recuperado el 26 de Enero de 2020,

https://www.researchgate.net/publication/292129963_Validacion_del_metodo_Ensayo_al_Fuego_combinado_con_Espectrofotometria_de_Absorcion_Atomatica_EF-EAA

Sandstrom, A., & Awe, S. (2014). Tratamiento hidroelectrometalúrgico de un concentrado de cobre con contenido de tetraedrita. *Minería*(439), 46-53. Recuperado el 1 de Abril de 2017, de

<https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:988523/FULLTEXT01.pdf>

Singh, N. (2012). A rugged, precise and accurate new gravimetry method for the determination of gold: an alternative to fire assay method. *SpringerPlus*(14). Recuperado el 20 de Mayo de 2020, de

<https://springerplus.springeropen.com/articles/10.1186/2193-1801-1-14#citeas>

Sun, L., Khan, S., & Shabestari, P. (2019). “Integrated Hyperspectral and Geochemical Study of Sediment-Hosted Disseminated Gold at the Goldstrike District, Utah”. *Remote sensing*, 11(17), 1-19. Recuperado el 25 de Enero de 2020, de [https://www.researchgate.net/publication/335352756_Integrated_Hyperspectral_and_Geochemical_Study_of_Sediment-](https://www.researchgate.net/publication/335352756_Integrated_Hyperspectral_and_Geochemical_Study_of_Sediment-Hosted_Disseminated_Gold_at_the_Goldstrike_District_Utah)

[Hosted_Disseminated_Gold_at_the_Goldstrike_District_Utah](https://www.researchgate.net/publication/335352756_Integrated_Hyperspectral_and_Geochemical_Study_of_Sediment-Hosted_Disseminated_Gold_at_the_Goldstrike_District_Utah)

Thiemiga, D., Osborn, S., Sweet, W., & Talbot, J. (2008). *Electroplating of Copper-Alumina Nanocomposite Films with an Impinging Jet Electrode*. Obtenido de ECS Transactions: <http://ecst.ecsdl.org/content/11/28/35.short>

ANEXOS

Anexo 1: Matriz Consistencia General

Titulo	Problema	Objetivos	Hipótesis	Variable	Indicadores
<p>“ Comparación analítica de ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - bureau veritas S.A., 2019”</p>	P. Generales	O. General	H. General	V. Independiente	
	<p>¿Cuál es el efecto de la comparación analítica de ensayo al fuego y espectroscopia para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - ¿Bureau Veritas S.A., 2019?</p>	<p>Determinar la comparación analítica del ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - Bureau Veritas S.A., 2019.</p>	<p>El efecto de la comparación analítica de ensayo al fuego con la espectroscopia es significativo para las muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - Bureau Veritas S.A., 2019</p>	<p>Comparación analítica</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Tiempo. - Concentración. - Temperatura. - pH

Anexo 2: Matriz Consistencia Específico

Titulo	Problema	Objetivos	Hipótesis	Variable	Indicadores
<p>“ Comparación analítica de ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata - bureau veritas S.A., 2019”</p>	P. Específicos	O. Específicos	H. Específicos	V. Dependiente	
	<ul style="list-style-type: none"> - ¿Cómo se relaciona el límite de cuantificación con el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata? - ¿Cuál es el efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata? - ¿En qué medida la curva de calibración y concentración intervendrá en el ensayo al fuego y espectroscopia en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata? 	<ul style="list-style-type: none"> - Determinar el grado de relación entre el límite de cuantificación y el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. - Determinar el efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. - Determinar la intervención de la curva de calibración y concentración en el ensayo al fuego y espectroscopia para muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. 	<ul style="list-style-type: none"> - El límite de cuantificación del análisis por ensayo al fuego y espectroscopia se relacionan directamente en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. - El efecto de los valores de absorbancia en el análisis por ensayo al fuego y espectroscopia es significativo en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. - La curva de calibración y concentración intervendrá afecta en el ensayo al fuego y espectroscopia significativamente en el estudio de muestras geoquímicas de alto contenido de oro y plata. 	<p>Ensayo al fuego y espectroscopia</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Límite de cuantificación - Valores de absorbancia. - Curva de calibración y concentración.