

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ

**FACULTAD DE INGENIERÍA
METALÚRGICA Y DE MATERIALES**



**"ESTUDIO DE LOS PARAMETROS PARA EL ANALISIS QUIMICO DEL ORO
EMPLEANDO EL NITRATO DE POTASIO EN LA VIA PIROMETALURGIA DE
LA EMPRESA CHANCADORA CENTAURO SAC"**

TESIS

PRESENTADO POR:

Bach. MANTARI OLARTE, Wilmer

Bach. PAUCAR ALIAGA, Edgar Alfredo

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO METALÚRGICO Y DE MATERIALES

HUANCAYO – PERÚ

2009

ASESOR:
Ing. RUBEN MUEDAS CASTAÑEDA

A mi padre GREGORIO JUAN MANTARI LAZO y mi madre ANA OLARTE MANDUJANO, que son mi inspiración y fortaleza para lograr mis metas y éxitos profesionales.

Wilmer

A mi padre EMILIANO PAUCAR ESPINOZA y mi madre MARIA ELENA ALIAGA QUINTO, por su apoyo incondicional que me brindaron durante mi formación profesional.

Edgar

RESUMEN

Se ha demostrado que el método más eficiente para el análisis químico cuantitativo de los minerales de oro es el empleo de la vía pirometalúrgica o conocido como ensaye al fuego.

La importancia de determinar como los parámetros de análisis químico del oro, radican en este trabajo, en su aplicación sobre muestras de mineral de cabeza de la Planta Chancadora Centauro, y determinar su variabilidad con respecto a un promedio obtenido y verificar mediante la inferencia estadística, la confiabilidad de los resultados obtenidos.

De igual forma, se demuestra estadísticamente que el método pirometalúrgico es más preciso que el método de análisis espectrofotométrico por absorción atómica; para esta demostración también se ha recurrido a uso de la estadística inferencial, en el que se hace una comparación de varianzas.

INTRODUCCION

El interés tanto de las empresas mineras, los estados e instituciones ligadas a la investigación además de la situación actual y las perspectivas del mercado del oro hace que sea creciente tendencia a beneficiar uno de los metales más conocidos desde la antigüedad, desde el punto de vista económico, ornamental, usos y aplicaciones, y estratégico para el desarrollo de los países, como es este metal; esto va ligado a los sistemas de control y cuantificación desde las reservas minerales hasta la comercialización de sus productos finales, ya sea como metal en bruto, aleado o con otro tipo de valor agregado. Todo esto como una consecuencia de los cambios que existen actualmente en el orden económico mundial, básicamente teniendo en consideración los aspectos de condiciones de mercado, en función a las cotizaciones, y leyes de la oferta y la demanda.

Esto implica que existe la necesidad de optimizar los procesos de control, siendo uno de ellos el relacionado con el análisis químico de las especies valiosas, cuyos datos son reportados en las diferentes tapas de procesamiento,

es decir desde el conocimiento de las leyes de cabeza que son alimentadas a la planta de beneficio hasta las leyes finales de los lingotes de oro u otro producto intermedio, como los carbones activados cargados con oro y los cementos de oro producto del proceso Merrill Crowe.

La precisión de la medición va a ser resultado del tipo de proceso analítico, en el caso que proponemos es determinar estadísticamente dicha exactitud relacionado con la aplicación del método pirometalúrgico o también conocido como ensaye al fuego de las muestras a analizar.

Estructuralmente esta tesis consta de un primer capítulo que contiene los aspectos generales del trabajo, en el segundo exponemos los fundamentos teóricos para la investigación, así como el del proceso propuesto, el planteamiento del problema materia de este trabajo, y la hipótesis como una alternativa de solución a la problemática planteada, el tercer capítulo, que es el más importante desde el punto de vista de la investigación, incluye una descripción del trabajo experimental de laboratorio, presentación y análisis de los resultados obtenidos, para al final presentar las conclusiones y recomendaciones.

Esperamos que el presente trabajo sea una pequeña contribución para el desarrollo académico de nuestra Alma Mater, la Facultad de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales de la Universidad Nacional del Centro del Perú.

Los Autores

ÍNDICE

ASESOR	
DEDICATORIA	
RESUMEN	
INTRODUCCION	

CAPITULO I

GENERALIDADES

1.1 OBJETIVOS	9
1.2 JUSTIFICACIÓN	10
1.3 ASPECTOS ECONÓMICOS EN LA PRODUCCIÓN DE ORO	11
1.3.1 El Mercado del Oro	11
1.3.2 Principales Propiedades del Oro	14
1.3.3 Aplicaciones del Oro	16
1.4 INFORMACIÓN DEL YACIMIENTO QUICAY – CHANCADORA CENTAURO	17

CAPITULO II

FUNDAMENTACION TEORICA

2.1 ASPECTOS HISTÓRICOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO	20
2.2 ENSAYO AL FUEGO	22
2.3 ETAPAS DEL ANÁLISIS QUÍMICO	26
2.4 OBJETO Y FINALIDAD DEL ANÁLISIS CUANTITATIVO	
2.5 MÉTODOS ESTADÍSTICOS APLICADOS EN LA QUÍMICA ANALÍTICA	33
2.6 ANÁLISIS TEÓRICO DEL PROCESO PROPUESTO	56

2.6.1 Planteamiento del Problema	59
2.6.2 Hipótesis	60
2.6.3 Selección de Variables	60

CAPITULO III

METODOS DE INVESTIGACION

3.1 TÉCNICAS DE INVESTIGACIÓN	61
3.2 REACTIVOS Y MATERIALES EMPLEADOS	62
3.3 ETAPAS DE LOS PROCESOS DE ANALISIS	65
3.4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	84
3.4.1 Prueba t – Student . Determinación de igualdad de medias	85
3.4.2 Determinación de la precisión del método de análisis	91

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA

CAPITULO I

GENERALIDADES

El oro es uno de los productos metálicos valiosos más importantes desde los inicios de la historia del hombre, en tal sentido se ha considerado importante incluir en este primer capítulo, la objetivización y justificación del estudio, adicionalmente puntos relacionados con las implicancias económicas de su explotación a partir de los minerales que lo contienen, sus usos y aplicaciones, propiedades físicas y químicas, adicionalmente un breve análisis de la Cia. Minera fuente de la materia prima para este estudio.

1.1 OBJETIVOS

Los principales objetivos que se deben alcanzar al final del desarrollo de esta tesis son los siguientes:

GENERAL

Conocer los parámetros en el proceso analítico químico cuantitativo empleando el nitrato de potasio por vía pirometalúrgica de tal forma que

se pueda optimizar dicho control y que finalmente redundaría en beneficio de la Empresa Minera Chancadora Centauro S.A.C.

ESPECIFICOS

- a) Estudiar las características de los procesos analíticos químicos de determinación cuantitativa del oro, con fines de cuantificación metalúrgica.
- b) Analizar los parámetros operativos que influyen en el procesamiento pirometalúrgico del oro.
- c) Establecer una metodología mejorada u optimizada en la metodología de análisis químico con objetivos de aplicación metalúrgica.

1.2 JUSTIFICACIÓN

El presente trabajo se justifica de acuerdo a los siguientes criterios:

- a) Los métodos químicos analíticos para la determinación cuantitativa del oro, requieren cada vez de una mayor precisión o en todo caso es importante conocer la sensibilidad de los resultados obtenidos.
- b) La situación expectante en la economía del oro hace que se justifiquen este tipo de estudios, ya que los resultados obtenidos ayudarán a mantener una mejor cuantificación del metal valioso.
- c) También se justifica por qué se hace indispensable aplicar técnicas modernas en la investigación de procesos para lograr los objetivos trazados, especialmente en esta área de la metalurgia extractiva.

1.3 ASPECTOS ECONÓMICOS EN LA PRODUCCIÓN DE ORO

1.3.1 El Mercado del Oro

En el mes de abril de 2009, la situación del mercado del oro puede ser resumida: “En medio de un panorama económico nada esperanzador, el oro sigue siendo la forma más segura para garantizar el ahorro. El oro ha aumentado más de un 28% recientemente, lo que convierte al metal en la mejor opción de inversión.” asegura el vicepresidente del World Gold Council K. Shivaram, desde la ciudad india de Chennai, antigua Madrás. K. Shivaram prevé que con una producción anual de oro a la baja los precios continuaran aumentando.

Además afirma que Rusia y China están aumentando el volumen de sus reservas de oro principalmente debido a la volatilidad del dólar.

El vicepresidente del World Gold Council atribuye la reciente caída de la cotización del oro a la decisión adoptada en la cumbre del G-20, de vender una octava parte del Fondo Monetario Internacional para reforzar a las economías mas necesitadas, pero indica que la caída es solo temporal y señala que al oro le queda un largo recorrido al alza.

Para el caso del Perú, las vitales productoras de metales básicos, reportarían caídas en sus ganancias al primer trimestre golpeadas por la crisis financiera global, aunque se salvarían las mineras de metales preciosos, cuyas ganancias crecerían por el mejor desempeño del oro, según analistas.

La menor demanda china por los metales básicos ante la incertidumbre sobre la salud de la economía global, afectaron los precios del cobre, zinc y plomo, de los que Perú es un importante exportador mundial. Sin embargo el precio del oro, usado como refugio durante crisis, no sufrió grandes bajas.

Perú es el segundo productor mundial de cobre y zinc, el primero de plata y el quinto de oro.

"El sector minero liderará la caída (de las utilidades) influenciado por el pobre desempeño de los metales industriales en un contexto en el que los mercados financieros globales permanecieron volátiles", señaló un reporte de la correduría Centura SAB.

Southern Copper Corp, una de los mayores productores mundiales de cobre, reportaría una caída interanual del 83 por ciento de sus utilidades en el primer trimestre, a 96,3 millones de dólares, estimó Centura.

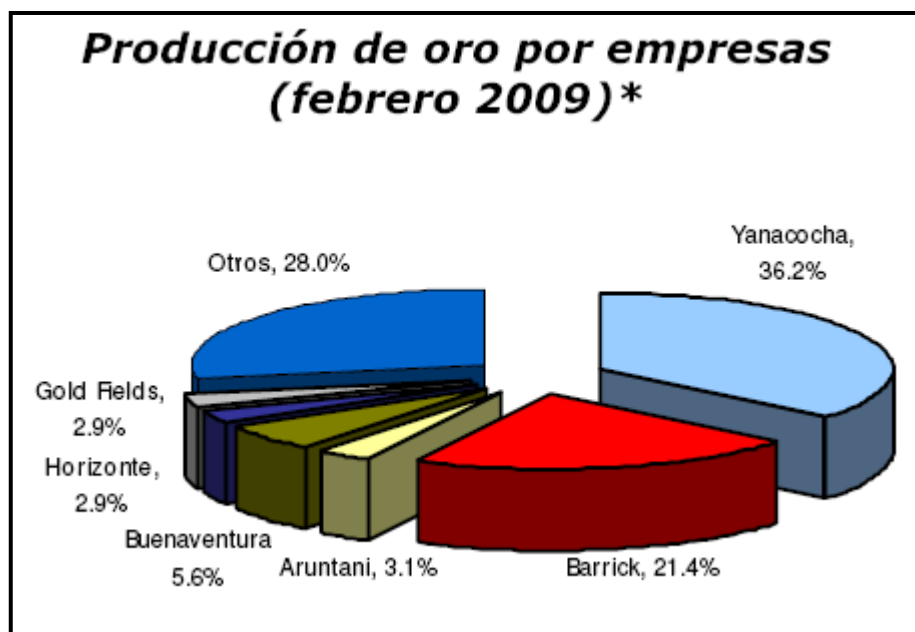
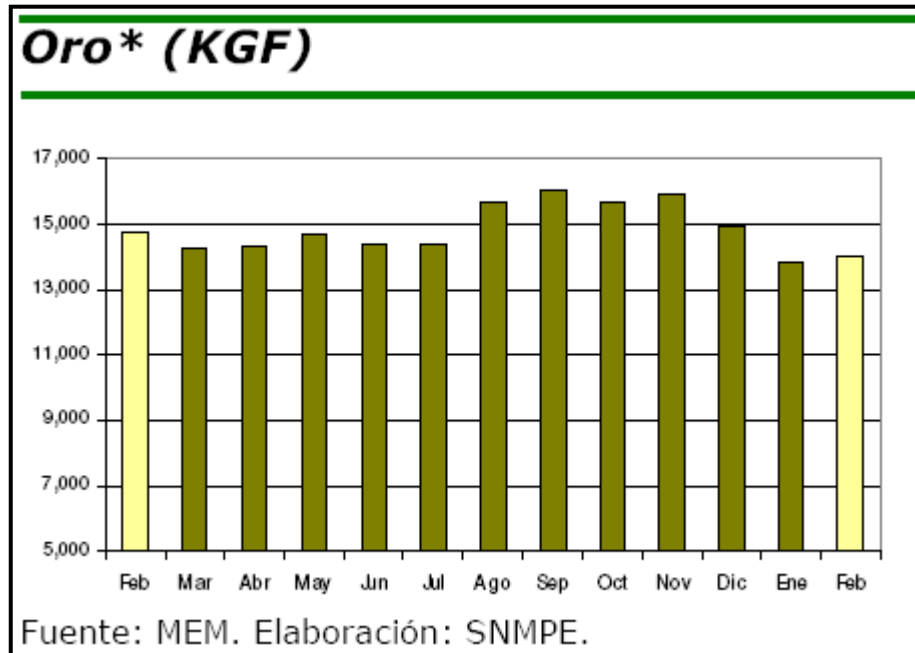
La menor ganancia de la minera, controlada por el Grupo México, fue además presionada por la menor producción de cobre fino en Perú y la caída en los precios de molibdeno, cuyas ventas equivalen al 16 por ciento del total de los ingresos, explicó la correduría.

Según un reporte del Banco de Crédito, el precio del cobre cayó en el primer trimestre un 55 por ciento frente al mismo período del año pasado, mientras que la cotización del plomo y el zinc cayó un 60 y 51 por ciento, respectivamente.

En tanto, el precio del oro mostró un mejor desempeño y sólo retrocedió un leve 2 por ciento en el período en mención.

Producción de Oro en el Perú

La producción de oro registró en el mes de febrero del 2009 más de 14 mil Kgf, resultado 4.8% menor al volumen registrado en el mismo mes del 2008. No obstante, dicho monto resultó mayor en 1.2% al registrado en el mes de enero del 2009. La menor producción respecto al año anterior se explica, fundamentalmente, por los menores volúmenes de Minera Barrick Misquichilca (-21.4%), Minera Yanacocha (-7.3%), Cía. Minera Poderosa (-19.5%), Compañía Minera Ares (-17.3%), Cía. Minera Aurífera Santa Rosa (-17.2%), Cía. De Minas Buenaventura (-5.1%), Consorcio Minero Horizonte (-1.0%), entre otras empresas. Por el contrario, mostraron resultados positivos Aruntani (+8.6%) y Minera Aurífera Retamas (+3.5%) A pesar del menor volumen producido, Minera Yanacocha (Cajamarca) lideró la producción de oro de febrero del 2009 con el 36.2% del total, seguida por Minera Barrick Misquichilca (Ancash - La Libertad) con el 21.4%. En tercer lugar tenemos a Cía. De Minas Buenaventura (Arequipa-Huancavelica-Lima) con el 5.6%, seguida por Aruntani (3.1%) y Consorcio Minero Horizonte (La Libertad) y Gold Fields (Cajamarca) ambas con 2.9% del total.



1.3.2 Principales Propiedades del Oro

El oro es uno de los metales más valiosos, es casi dos veces más denso que la plata. En la naturaleza se encuentra en una proporción bastante baja, el 0,0000005% en peso. Es un metal de color amarillo característico, dúctil, extremadamente maleable, puede batirse hasta

convertirlo en láminas tan finas que lleguen a ser translúcidas (puede llegarse hasta una diezmilésima de milímetro de espesor) que se conoce como pan de oro, que se utilizan para dorar. No se oxida, pues es completamente inalterable a la acción del aire, del agua o de cualquier ácido o álcali. El agua regia que es una mezcla concentrada de los ácidos clorhídrico y nítrico lo disuelve, debido a que tal mezcla produce cloro libre, elemento que se combina con el oro. Siendo un metal excesivamente blando para los usos ordinarios, se alea generalmente con el cobre y la plata. Algunas de las propiedades de este metal se presenta a continuación:

Peso Atómico:	197,2
Peso Específico:	19,3
Punto de Fusión:	1 063°C
Punto de Ebullición:	2 530°C
Coeficiente de Expansión Lineal (40øC):	1,443x10-5
Resistencia Específica:	2,25 microohms
Conductividad Térmica:	0,7003 cal/cm ² /cm/øC/sg
Dureza (escala de Mohs):	2,5
Calor de Fusión:	16,30 cal/g
Calor Específico (0øC):	0,0316cal/g/øC

1.3.3 Aplicaciones del Oro

Para aplicaciones ordinarias el oro se alea con el cobre, el oro puro es de 24 quilates, los de 18, 15, 12 y 9 quilates contienen cada vez menos oro, en orden descendente. El oro se emplea actualmente para respaldar el papel moneda emitido por los Bancos del Estado, para dorar, en joyería y en la acuñación de medallas conmemorativas. Actualmente tiene una nueva aplicación en la electrónica y en la industria aeroespacial, aleado con otros elementos, para mejorar sus propiedades. El oro en forma de cloruro es empleado en fotografía y para colorear vidrios y esmaltes.

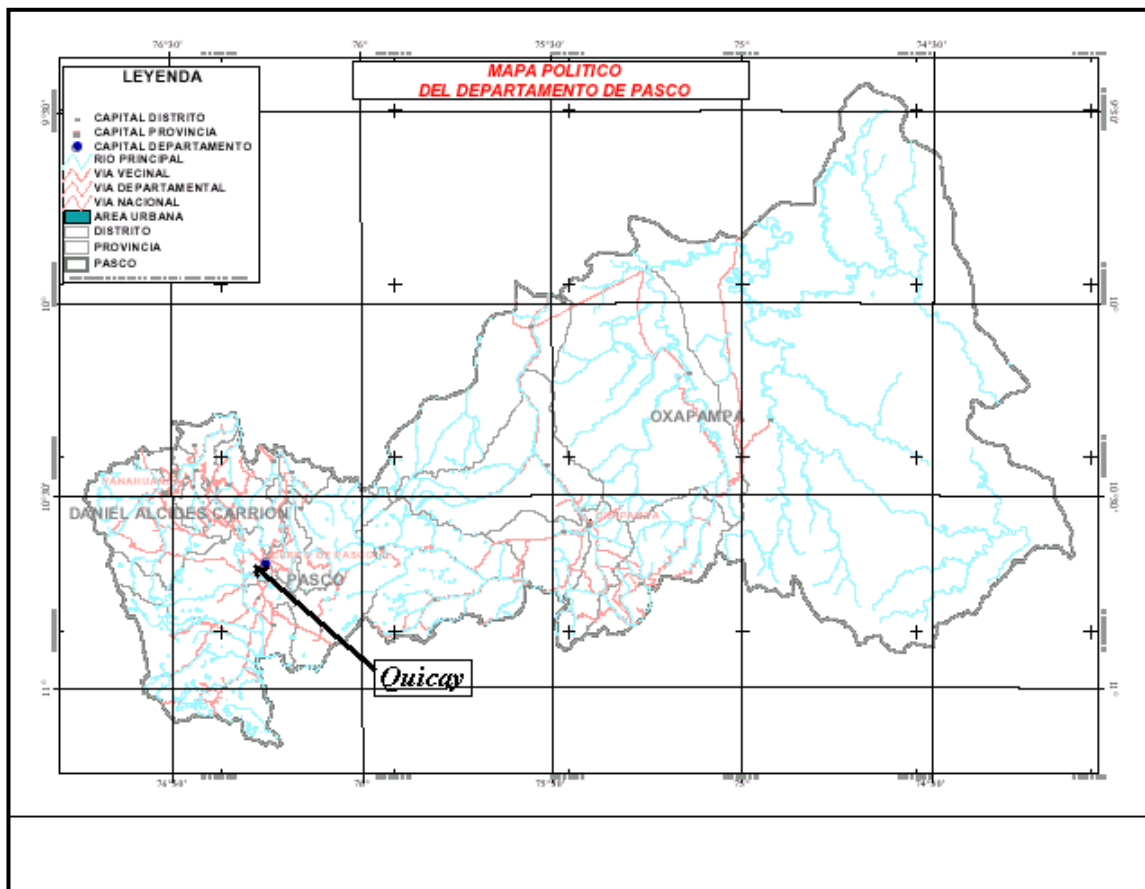
Para la acuñación de monedas se emplea una de las aleaciones más conocidas y utilizadas se cuentan el oro de acuñación (con 10% de Cu), el oro de 18 quilates (75% de Au, 5 a 15% de Cu y el resto de Ag), el oro blanco (50% de Ni, Ag o Pt) y el oro azul (25% de Fe). Los alambres empleados en odontología contienen del 57 al 65% de Au y cantidades variables de plata, cobre, platino y paladio, mientras que las aleaciones utilizadas en el moldeo contienen del 80 al 100% de Au. Debido al alto costo y peso específico se ha intentado alea al oro con los metales ligeros, pero sin, éxito. Los términos "chapado en oro" y "oro chapado" se refieren al material que se obtiene al fijar por electrodeposición, por soldadura u otros medios, una capa de oro puro a uno o ambos lados de un metal base, procediendo, después, al estirado o laminado para reducir el espesor.

1.4 INFORMACIÓN DEL YACIMIENTO QUICAY – CHANCADORA CENTAURO

Quicay se ubica a 20 km de la Ciudad de Cerro de Pasco, en el Distrito de Simón Bolívar, Provincia y Departamento de Pasco, en el Centro del Perú. Fue adjudicada a la empresa Chancadora Centauro a mediados del año 2000.

El acceso a la Mina es a través de una carretera afirmada que parte de la ciudad de Cerro de Pasco, vía San Antonio de Rancas, a una distancia aproximada de 18 km.

La ciudad de Cerro de Pasco está comunicada a Lima por la carretera central asfaltada de 320 km,



Tipo de Yacimiento

Epitermal de Au-Ag de alta sulfuración

Contenido Metálico

Au, Ag, Cu

Tamaño

La propiedad comprende 11 100 ha.

Roca Huésped

Lavas, tobas y piroclásticos de composición andesítica a dacítica (Eoceno superior), brechas hidrotermales.

Otras litologías asociadas

Diorita y pórfido de cuarzomonzonita (Terciario)

Estructuras

Se conocen dos sistemas de fallamiento: Fallas N20°-50°O buzando 85°al NE y fallas N50-60°E buzando 85°al NO (falla Cori). La estructura volcánica (diatrema?) se encuentra emplazada en la intersección de fallas.

Alteración

En la parte central del prospecto la alteración cuarzo-alunita es pervasiva con "vuggy silica" y una intensa lixiviación ácida, que grada hacia la parte externa a sericita-cuarzo-arcillas y luego a una zona propilítica.

Mineralización del Oro

La mineralización, al igual que la alteración hidrotermal, muestra un zonamiento controlados por el fallamiento. Las leyes de Au (0,9-2,4 g/t) se concentran en la alteración silíceo con intensa lixiviación ácida y en los cuerpos de brecha silicificadas (hasta 10 g/t) y contienen hematita, jarosita y limonitas. Los contenidos de Au en las zonas argílica intermedia y propilítica decaen abruptamente.

Geoquímica

El cociente Cu/Au se incrementa a mayor profundidad. El Au correlaciona bastante bien con el As, Sb y Bi. Sb, Te y Hg son significativamente más altos en los niveles superiores. El Cu y As correlacionan bien en la parte central y dentro de la alteración silíceo. El Pb y Zn se incrementan en las alteraciones argílica y propilítica.

Edad de la Mineralización

Eoceno superior

Reservas

Las reservas probables estimadas por Centromin están sustentadas por 2184 m de perforación (DDH) y 221 m de perforación por percusión. El cálculo por el método geoestadístico arroja los siguientes resultados: 932 Mt con 1,38 g/t Au con una ley de corte de 0,5 g/t Au.

Producción

Se estima una producción de 70 000 oz/año.

CAPITULO II

FUNDAMENTACION TEORICA

El trabajo de investigación se inicia con un estudio de carácter bibliográfico, en este caso planteamos primeramente acerca de los fundamentos de los análisis químicos y su relación con la metalurgia, adicionalmente revisamos la importancia de la estadística relacionado con los resultados obtenidos en el proceso de análisis químico cotidiano en el laboratorio de la unidad minera. Al final del capítulo se plantea el problema y se propone la hipótesis del trabajo de investigación.

2.1 ASPECTOS HISTÓRICOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO

La química más antigua que conocemos es la metalurgia, el arte de tratar los metales, un conocimiento que mezcla la magia, la mística y la técnica de los pueblos antiguos.

Minerometalurgia:

El principal motor del desarrollo técnico del beneficio de minerales en la España del Renacimiento fue la explotación de los yacimientos americanos de metales preciosos. La amplia serie de innovaciones que se inició con el método de amalgamación de minas de plata de Bartolomé de Medina (1555) culminó con el Arte de los metales (1640), de Álvaro Alonso Barba, tratado que las expuso sistemáticamente, aparte de incluir las inventadas por su autor. El grabado representa los "instrumentos que ha de tener el fundidor", entre los que destacan varias balanzas y un juego de agujas para realizar ensayos de metales preciosos con piedras de toque.

La Química Analítica

El desarrollo de la química analítica a mediados del siglo XIX aparece con las obras de Heinrich Rose (1795-1864) y Karl Remegius Fresenius (1818-1897). Heinrich Rose fue profesor de química en la Universidad de Berlín, desde donde realizó numerosas contribuciones a la química, entre ellas el descubrimiento del niobio. Su libro Handbuch der analytischen Chemie apareció publicado en Berlín en 1829 y fue reeditado en numerosas ocasiones durante todo el resto del siglo. Al contrario de lo que había sido habitual hasta ese momento, Rose trató cada elemento en un capítulo separado en el que indicaba sus correspondientes reacciones analíticas, esquema que hemos conservado hasta la actualidad. El proceso de análisis de Rose se abría con el uso del ácido clorhídrico que permitía identificar la plata, mercurio y plomo. Seguía la precipitación con ácido sulfhídrico para continuar con sulfato de amonio y, finalmente, hidróxido de

potasio. La traducción castellana de la obra de Rose que aquí exponemos fue realizada por el médico catalán Pere Mata i Fontanet (1811-1877), discípulo de Mateu Orfila que realizó una notable producción en el campo de la toxicología.

Como he dicho anteriormente, K.R. Fresenius (1818-1897) estudió química en el laboratorio de Liebig en Giessen. En 1841 publicó su *Anleitung zur qualitativen chemischen Analyse* cuya traducción castellana aparecida en 1853 se expone. Tanto esta obra como la que dedicó más tarde al análisis cuantitativo, fue reeditada y traducida en numerosas ocasiones, con sucesivas revisiones del autor para recoger los últimos adelantos, lo que permite considerarla como una de las principales obras de química analítica del siglo XIX. También publicó la primera revista dedicada a la química analítica: *Zeitschrift für analytische Chemie* que comenzó a aparecer en 1862. Las traducciones al castellano más completas de la obra de Fresenius fueron publicadas en Valencia gracias a la labor del médico Vicente Peset y Cervera (1855-1945).

2.2 ENSAYO AL FUEGO

En el diccionario es definido de la siguiente manera: en la metalurgia, la determinación de la cantidad de metal particular en un mineral o la aleación; especialmente, la determinación de la cantidad de oro o plata en la moneda o el oro o plata en barras.

Mientras las definiciones más comunes de la palabra ensayo giran alrededor de la determinación de oro o plata en el mineral o aleaciones, el ensayo es en si mismo un aspecto mucho más amplio que implica el

análisis cuantitativo de sustancias químicas tanto orgánico e inorgánico. El interés primario de este estudio es el ensayo de minerales metalíferos. Porque aún esto es aun un aspecto amplio que ha llenado muchos libros, los puntos culminantes de ensayo al fuego por el proceso de escorificación en muestras de conteniendo oro serán resumidos aquí.

Inicialmente, la muestra debe ser reducida a polvo para que pueda ser sometida a prueba. Este polvo a menudo es llamado "pulpa" y las escalas a pesarlo es llamado "escalas de pulpas". El analista empieza corriendo la muestra por una trituradora. Con muchas trituradoras, la finura de la salida es ajustable. La muestra todavía no es suficientemente fina después del triturado inicial, así que el analista entonces lo pone en una mesa de trabajo para la pulverización adicional bajo una pulverizadora que muele el material a un estado más fino con un movimiento deslizante. Las muestras más duras son molidas más fino en un dispositivo llamado "balancín" que utiliza un dispositivo más pesado sobre la muestra para ser pulverizado. Los analistas hacen un volumen más pequeño de trabajo utilizan un mortero y la mano de mortero de hierro, aunque requiera considerablemente más esfuerzo.

Tal como la pulverización de la muestra de mineral se procede, el analista mezcla y entonces divide la muestra en porciones más pequeñas y más pequeñas hasta que él haya reducido la cantidad de la muestra al tamaño que él procesará realmente. Esto puede ser hecho manualmente o utilizando dispositivos diseñados para participar en el proceso de muestreo. Esto es hecho para asegurar una uniformidad dentro de la muestra y para aumentar la certeza del ensayo a ser procesada.

Cuándo la muestra ha sido suficientemente pulverizada debe ser corrido por cedazos del tamaño apropiado. La materia que no pasa por a través debe de molerse adicionalmente hasta que la muestra entera pase por el cedazo. Una vez pasado por los cedazos entonces debe ser mezclado con cuidado y entonces debe ser almacenado en un contenedor marcado. El contenido de estos contenedores no debe ser sacudido ni debe ser agitado ya que esto puede causar que la materia empiecen estratificar según sus masa y trastornaran la certeza del proceso.

De varias partes del contenedor, porciones seleccionadas de la muestra son tomadas y pesadas. La muestra pesada entonces es colocada en un escorificador, un recipiente que puede resistir el calor del horno de ensaye. Junto con litargirio (Pb_2O_3), varias sustancias químicas son incluidos, que participarán en permitir que los metales en la muestra sean separadas de la escoria.

Esta mezcla es tostada en el horno de ensayo hasta que la escoria fundida cubra completamente la capa de plomo que se forma en el escorificador.

La muestra en el escorificador es vertida luego en la taza del molde de escorificación. Aquí se espera hasta se enfrie. Una vez frío, la muestra es quitada del molde. Este tiene forma de cono, con el metal en el ápice del cono y la escoria que forman el fondo. La parte metálica, o botón de plomo, es separado de la escoria. Este botón entonces puede ser martillado en un cubo sin bordes agudos.

El botón es colocado en una copela de tamaño apropiado que entonces es colocado en el horno. La copela es un recipiente fabricado de una materia llamada ceniza de hueso. Cuándo es calentado, el botón es colocado en la copela. En este proceso el plomo y otras impurezas dentro del botón son oxidados y son conducidos en la materia de la copela misma. Una copela buena es capaz de absorber su propio peso en el litargirio (el plomo en la muestra). El metal en la copela se funde y se observará llegar a ser más pequeño a medida que el proceso continúa.

Hacia el fin del proceso, la tensión superficial del metal lo delinearé en la forma de una perla. La perla parecerá estar en el movimiento rápido y en ese momento el proceso es completo, una liberación de energía óptica será a veces visible como un "destello". En este momento, la copelación es completa y la copela con la perla puede ser retirado del horno.

Ahora la perla es retirada de la copela. La composición de la perla ahora debe ser de oro y la plata. La perla es pesada en un tipo de escala hecha específicamente para esta tarea llamada una escala de botón. El botón escala, porque ellos miden algo tan pequeño, también debe ser muy exacto y así siempre es encerrado, mientras que la escala analítica o escala de pulpa no siempre requieren encerramiento. Pesar la perla ha mostrado cuánto metal contiene pero no indica cuánto es de oro y cuánto es plata.

El próximo paso del ensayo es llamado "partición". En este paso el oro y la plata son separados de uno al otro por una disolución. La perla pesada es adelgazada, es colocada en una cápsula de porcelana y tratada con una solución del 10% de ácido. Una vez que la reacción empieza, la cápsula es

calentada. La plata en la perla forma una solución de nitrato de plata que es removida con cuidado hasta que sólo el oro, si existe, se queda. Este es secado suavemente en la cápsula de porcelana y entonces removido.

La muestra final de oro otra vez es pesada en la balanza de botón, a menos que sea demasiado pequeño para ser pesado, en este caso es descrito simplemente como una "traza" o "color". Del peso de esta perla el analista entonces calculará el valor de mineral oro y de plata por tonelada de mineral. El analista puede utilizar un conjunto especial de pesas de ensaye por tonelada cuando pesa el oro para calcular más fácilmente el valor de ensaye del mineral.

En resumen, el ensayo al fuego es un proceso de tres pasos:

1. **Fusión** – La muestra es mezclado con fundente, entonces calentado a 1850° F. Se forma una escoria conteniendo elementos no deseados y un botón de plomo conteniendo el oro y la plata.
2. **Copelación** – El botón de plomo es calentado y oxidado en una copela de ceniza de huesos que adsorbe el óxido de plomo, dejando una perla de metales preciosos en la copela.
3. **Partición y Pesado** – En esta parte del proceso, el oro es separado de la plata. Se incluyen dos etapas de pesado.

2.3 ETAPAS DEL ANÁLISIS QUÍMICO.

En la química analítica, la realización de la experiencia esta precedida por una serie de pasos, que deben ser realizados cuidadosamente, ya que son muy elaborados, tanto o mas que la medición en si. Aunque no se puede

tomar como una camisa de fuerza, la realización de un análisis químico conlleva los siguientes pasos:

- Elección del método de análisis.
- Toma de la muestra
- Preparación de la muestra.
- Medición de la muestra.
- Disolución de la muestra.
- Eliminación de Interferencias
- Medición del Analito (Análisis en si)
- Cálculos
- Análisis e Interpretación de los Resultados.

Elección del método de análisis.

La elección del método a usar es potestad del analista, este debe tener en cuenta varios factores, como la cantidad de muestra que se le va a suministrar, el equipo y reactivos disponibles para realizar la medición, la exactitud con que se necesita el análisis, tiempo disponible, entre otros factores.

Toma de la Muestra.

La muestra que llegue a las manos del analista, debe ser representativa de la totalidad del producto o población. Cuanto más pulverizado u homogeneizado este el producto, más fácil será obtener una muestra. Cuando se trabaja con gases o líquidos, el grado de homogeneidad

molecular asegura que una muestra muy pequeña es representativa de una gran cantidad de material.

Contrario a lo anterior, el trabajo con materiales sólidos y heterogéneos, como muestras de material particulado, de diferentes diámetros, hace de la toma de muestra un procedimiento difícil, ya que lo que se lleve al laboratorio debe representar el total del material. Incluso existen normas internacionales para la toma de muestras, y su tratamiento, la ASTM (American Society for Testing Materials) regula estas estándares, así pues, un cliente puede exigir que las pruebas de un producto se hagan bajo estas directrices, de lo contrario dará como no válidos los resultados.

Preparación de la Muestra

Si la muestra es un sólido, se debe someter a un tratamiento previo, como pulverizarse para reducir el tamaño de sus partículas y lograr homogeneidad. También se puede eliminar la humedad de la muestra para que esta no tenga inferencia en los resultados.

Medición de la muestra

Se refiere a cuantificar la cantidad de materia disponible para análisis, en las unidades más convenientes; masa, volumen o número.

Disolución de la muestra

La mayoría de los análisis químicos se realiza vía fase húmeda, debido a que de esta forma las reacciones químicas son más rápidas y completas, el

solvente utilizado debe disolver toda la muestra, preferiblemente se usa agua a menos que la muestra sea insoluble en ella.

Eliminación de Interferencias

Algunas veces al disolverse la muestra, algunos residuos no lo hacen con el solvente utilizado, estos residuos dificultan la medida directa del analito, es decir, constituyen interferencias, aquí surge la necesidad de eliminarlos de forma conveniente; ya sea por filtración, decantación u otros métodos.

Además, existen muy pocas propiedades químicas que sean exclusivas de una especie química, así que, se hace necesario desarrollar esquemas en los cuales las reacciones utilizadas, sirvan para aislar la especie de interés del resto.

Medición del Analito (Análisis en si)

Comprende una parte crucial de análisis ya que es el procedimiento usado en si, aquí se lleva a la practica el método elegido, sea este Gravimetrico, Volumétrico o Físico-químico.

Cálculos

La realización de la parte experimental, arroja una serie de datos, estos deben de ser procesados de una manera correcta y con el margen de exactitud permitido.

Análisis e Interpretación de los Resultados.

Una vez obtenidos los resultados del análisis, el experimentador debe detenerse para analizar y corroborar la veracidad de los resultados, con el fin de tener la seguridad que dichos datos están acordes con el comportamiento esperado o postulado, además puede ser necesario aplicar criterios estadísticos para interpretar la información.

2.4 OBJETO Y FINALIDAD DEL ANÁLISIS CUANTITATIVO

La química analítica trata de la detección de la naturaleza (análisis cualitativo) y de la medida de las cantidades (análisis cuantitativo) de las diversas sustancias presentes en una muestra.

Los resultados de un análisis cuantitativo generalmente se expresan en términos relativos, como es el tanto por ciento, tanto por mil, por millón, o quizás partes por billón de la muestra. Otras formas de expresar los resultados incluyen el peso (o volumen) del compuesto por unidad de volumen de la muestra, así como fracción molar.

Clasificación de los Métodos Cuantitativos.

Los métodos de análisis cuantitativo se pueden dividir en varios grupos, basados en la medida final del análisis, cuya magnitud depende de la magnitud de la muestra tomada.

De acuerdo con su naturaleza:

- **Métodos Inorgánicos de Análisis:** Referente al análisis de sustancias Inorgánicas

- **Métodos Orgánicos de Análisis:** Análisis de sustancias Orgánicas y química del carbono.

De acuerdo a la Cantidad de Muestra usada en el Análisis:

- **Macro métodos:** Cuando se usan mas de 100 mg de muestra en el análisis
- **Semi Macrometodos :** Cuando se usan cantidades entre 10 y 100 mg
- **Micro métodos:** Son muestras de menos de 10 mg
- **Ultra micro-métodos :** Cantidades comprendidas en el orden de los microgramos (μg)

De acuerdo a la medida final en que se den los resultados:

- **Métodos Gravimétricos:** El análisis gravimétrico se basa en el peso de una sustancia de composición conocida y químicamente relacionada con el analito.
 - **Precipitación:** El constituyente buscado se determina como producto insoluble de una reacción química, este producto es de composición química conocida. Este método implica relaciones estequiométricas fijas.
 - **Volatilización:** El analito o sus productos de descomposición se volatilizan a una temperatura adecuada, lasa medidas pueden ser directas por aumento de peso de un absorbente o indirecta, por pedida de peso de la muestra.

- Electrodeposición: La electrolisis da como resultado la separación de un producto sólido de un electrodo.

- **Métodos Volumétricos:** Se basan en la cuantificación del volumen de una solución patrón que reacciona totalmente con el analito de interés y esta relacionada estequiométricamente con este. Estos métodos implican la utilización de indicadores para determinar el punto final de la reacción.
 - Volumetría de Neutralización: El análisis volumétrico de neutralización se basa en la medición del volumen gastado de una solución patrón (de alta pureza) que reacciona o neutraliza estequiométricamente al analito buscado.
 - Volumetría de precipitación: Aquí se aprovechan las reacciones que producen sustancias de solubilidad limitada. Esta sustancia es el analito o una sustancia relacionada estequiométricamente con este.
 - Oxido reducción: Se basan en las reacciones químicas en las cuales los electrones se transfieren de un reactivo a otro. Estos métodos son los más numerosos, que los basados en otro tipo de reacciones.
 - Volumetría de Formación de Complejos: Aquí la reacción de formación de complejos es usada para determinar la composición del analito.

- **Métodos Instrumentales o Físicoquímicos:** Los métodos físicoquímicos se basan en propiedades de interacción (absorción o

emisión) de la materia con energía radiante o electromagnética. Estos métodos están muy difundidos gracias a las características de estas interacciones y al amplio espectro de las radiaciones.

- **Métodos Potenciométricos:** Estos miden una diferencia de potencial causada por el analito. Aquí la variable en estudio es la variación del potencial de un electrodo en presencia de una especie química cuya concentración va variando.
- **Métodos Calorimétricos:** Aquí se mide la intensidad de color que tiene una sustancia química relacionada con el analito, también se mide la absorción de luz en ciertas longitudes de onda del campo visible, esta absorción está relacionada con la concentración de interés.
- **Métodos Espectroscópicos:** Basados en la interacción de una muestra con diferentes longitudes de onda de energía radiante; a este grupo pertenecen la espectroscopia de Absorción Atómica, Espectroscopia Ultra violeta – Visible, Espectroscopia Infrarroja y la Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear (RMN).
- **Métodos Cromatográficos:** Estrictamente es un método de separación de mezclas complejas, por arrastre de una fase móvil a través de una fase fija. Por medio de patrones preestablecidos se puede cuantificar la presencia de un analito.

2.5 MÉTODOS ESTADÍSTICOS APLICADOS EN LA QUÍMICA ANALÍTICA

Es imposible realizar un análisis químico sin que los resultados estén totalmente libres de errores o incertidumbre. Se espera poder minimizar los

errores y estimar su magnitud con una precisión y exactitud aceptable. Para esto estudiaremos estadística básica para los análisis en química analítica.

Toda medida que usted hace, esta influenciada por muchas incertidumbres que se combina para hacer un set de resultados. Estas incertidumbres no se pueden eliminar, así que el valor real siempre es desconocido.

A. Definición de términos

Media o promedio (x) – son sinónimos para el valor que se obtiene al dividir la suma de las mediciones repetidas entre el número de mediciones del conjunto.

$$X = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$$

La mediana es el valor alrededor del cual se distribuyen los datos repetidos; la mitad de los datos tiene un valor mayor que la media y la otra mitad un valor menor que ésta. La mediana de un grupo impar de datos es el dato del medio cuando los datos están ordenados ascendentes o descendentes. La mediana de un grupo par de datos es el promedio entre los dos datos del medio cuando los datos están ordenados ascendentes o descendentes.

Precisión

Precisión – es una medida de la concordancia de los resultados con los otros obtenidos exactamente en la misma forma. La precisión se determina solo repitiendo una medición. Para describir la precisión de un

conjunto de datos repetidos se utiliza la desviación estándar, la desviación estándar relativa, la varianza y el coeficiente de varianza.

Para describir la precisión de un conjunto de datos repetidos se utilizan cuatro términos muy conocidos: la desviación estándar, la desviación estándar relativa, la varianza y el coeficiente de varianza. Estos términos son una función de la desviación de la media (d_i)

$$d_i = |x_i - x|$$

Exactitud

Exactitud – es una medida que indica qué tan cercana esta una medición de su valor verdadero o aceptado y se expresa como error. La exactitud mide la concordancia entre un resultado y su valor verdadero. La exactitud se expresa en términos de error absoluto o error relativo y para esto se debe emplear un valor aceptado o real.

El error absoluto (E) de una medición es la diferencia entre el valor medido y el valor verdadero. El signo del error indica si el valor en cuestión es alto o bajo. Si el resultado de una medición es bajo, su signo es negativo; si el resultado de una medición es alto, el signo es positivo.

$$E = x_i - x_t$$

En donde x_i es la medición de una cantidad y x_t es el valor verdadero o aceptado de la cantidad.

El error relativo (E_r) de una medición es el error absoluto divide entre el valor verdadero. El error relativo se puede expresar en porcentaje,

partes por mil o partes por millón, dependiendo de la magnitud del resultado.

$$Er = \frac{x_i - x_t}{x_t} \times 100\%$$

B. Tipos de errores en los datos experimentales

La precisión de una medición se puede determinar simplemente al comparar los datos de experimentos repetidos. Desafortunadamente, no es fácil obtener un estimado de la exactitud ya que para ello se debe conocer el valor verdadero, es decir, la misma información que se busca.

El error aleatorio o indeterminado ocasiona que los datos se distribuyan más o menos con simetría alrededor de un valor promedio. Estos errores son aquellos que afectan la precisión de una medición.

El error sistemático o determinado ocasiona que la media de una serie de datos sea distinta del valor aceptado. Estos errores influyen en la exactitud de los resultados.

El error grueso es esporádico, suelen ser grandes y pueden hacer que un resultado sea alto o bajo. Estos errores llevan a obtener resultados disparados, muy distintos de los demás datos de un conjunto de mediciones repetidas.

La tendencia de los datos es una medida del error sistemático asociado a un análisis. Su valor es negativo si hace que los resultados sean bajos, y es positivo si los resultados son altos.

Existen tres tipos de errores sistemáticos:

1. Errores de instrumentos
2. Errores del método
3. Errores personales

Errores de instrumentos

Todos los aparatos para medir son una fuente potencial de errores sistemáticos. Por ejemplo, las pipetas, buretas, probetas, etc. que pueden entregar o retener volúmenes ligeramente distintos de los que indica su graduación. Esta diferencia se puede deber a que los instrumentos se utiliza a una temperatura diferente a la temperatura de la calibración o una deformación de las paredes de los recipientes por el calentamiento excesivo para secarlos. Estos errores se pueden minimizar al calibrar el material. Los aparatos electrónicos también pueden tener errores de instrumentos. Por ejemplo, el aumento en la resistencia en los circuitos, con el uso se puede disminuir el voltaje que alimenta a un instrumento de pilas, cambios en temperatura que afectan la resistencias, etc.

Errores del método

El comportamiento físico o químico no ideal de los reactivos y de las reacciones que se emplean en un análisis con frecuencia introducen errores sistemáticos del método. Este comportamiento se puede deber a que algunas reacciones sean lentas o no se completen, a la inestabilidad

de algunas especies, a la baja especificidad de gran parte de los reactivos y a las reacciones secundarias que interfieren con el proceso de medición. La diferencia entre el punto final de una reacción y el punto de equivalencia se determina como un error del método.

Errores personales

En muchas mediciones es necesaria la apreciación personal. Por ejemplo, al estimar la posición del menisco en una medida volumétrica, la posición de la aguja entre dos divisiones de la escala, al percibir el color de una solución en el punto final de una titulación o al medir el nivel de un líquido respecto de la graduación de una pipeta o bureta. Una fuente universal de error personal es el prejuicio. Las personas que hacen mediciones deben evitar la tendencia personal para preservar la integridad de los datos capturados. La preferencia por un número es otra fuente de error personal que varía de persona a persona. Al estimar la posición de una aguja en una escala es muy común la preferencia por los números 0 y 5. También prevalece el prejuicio de favorecer a los dígitos pequeños más que a los grandes y a los números pares en lugar que los impares. Las lecturas digitales en los potenciométricos, balanzas y otros instrumentos de laboratorio eliminan la preferencia por un número porque no hay prejuicio al tomar una lectura.

Los errores sistemáticos pueden ser constantes o proporcionales. La magnitud de un error constante no depende de la cantidad medida. Los errores constantes son independientes del tamaño de la muestra que se

analiza. Por ejemplo, en el lavado de una muestra se pierden 0.5mg de muestra. Los errores proporcionales aumentan o disminuyen conforme al tamaño de la muestra que se analiza. Por ejemplo, la contaminación de muestra en el suelo.

C. Detección de errores sistemáticos

Los errores sistemáticos instrumentales pueden ser detectados y corregidos con la calibración. Es importante la calibración periódica de los instrumentos.

Los errores sistemáticos del método se pueden detectar y corregir con varios análisis. La mejor forma de estimar la tendencia de un método analítico es con el análisis de los estándares de referencia. Los estándares de referencias son sustancias que vende el National Institute of Standard and Technology (NIST) con la garantía de que contienen la cantidad específica de uno o más analitos con una pureza alta. Muchas veces estos estándares se preparan por síntesis. Al utilizar estándares para validar un análisis es frecuente obtener resultados un poco diferentes de los valores teóricos. Esto obliga a enfrentarse al problema de saber si esta diferencia se debe a un error aleatorio de medición o a la tendencia en el método.

Cuando no se dispone de muestras estándares, paralelamente se puede utilizar un segundo método analítico independientemente y confiable, y de ser posible muy diferentes al método que se está evaluando. Esto

reduce al mínimo la posibilidad de que algún factor común en la muestra tenga el mismo efecto sobre ambos métodos.

La determinación de un blanco es muy útil para detectar cierto tipo de errores constantes. Los resultados del blanco se aplican para luego corregir las mediciones de la muestra. Las determinaciones de un blanco descubren errores ocasionados por contaminantes en los reactivos y en los recipientes utilizados en el análisis. También sirven para que el analista corrija el volumen de reactivo necesario para que el indicador cambie de color en el punto final de una titulación.

La variación del tamaño de la muestra disminuye el error sistemático del método cuando el error constante.

La mayoría de los errores personales pueden reducirse sustancialmente siendo cuidadoso y disciplinados. Es un buen hábito verificar lecturas, datos y cálculos.

D. La naturaleza de los errores aleatorios

Las causas, la determinación de su magnitud y los efectos que producen los errores aleatorios en los cálculos de los análisis químicos.

Una medida con tres posibles fuentes de error. Las fuentes de error pueden ser positivos o negativos y tienen la misma magnitud.

$$\pm E1 = \pm E2 = \pm E3$$

Todas las posibles combinaciones

$$+E1 +E2 +E3 = +3E$$

$$-E1 +E2 +E3 = +1E$$

$$+E1 -E2 +E3 = +1E$$

$$+E1 +E2 -E3 = +1E$$

$$-E1 -E2 -E3 = -3E$$

$$+E1 -E2 -E3 = -1E$$

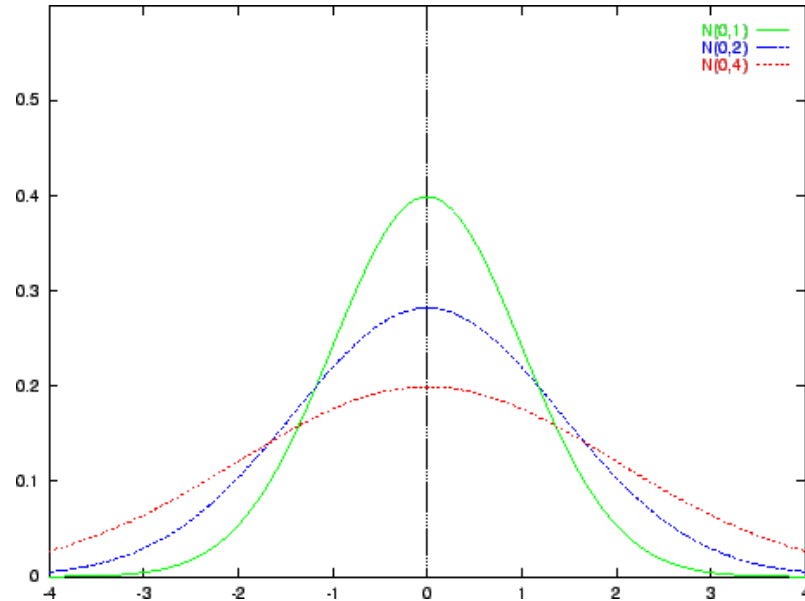
$$-E1 +E2 -E3 = -1E$$

$$-E1 -E2 +E3 = -1E$$

Cuando este procedimiento lo aplicamos a un grupo grande de muestras, obtenemos una curva en forma de campana que se llama curva gaussiana o curva normal de error (curva de distribución). La siguiente figura es una curva gaussiana con la misma media pero varianza diferente.

En la curva de error:

1. la media ocurre al punto máximo de frecuencia.
2. hay una distribución simétrica hacia una desviación positiva y una desviación negativa.
3. disminución exponencial



En una serie de mediciones repetidas, la desviación es la diferencia entre el resultado más alto y el más bajo. Una gaussiana o curva normal es una curva que muestra la distribución simétrica de los datos en torno de la media, de un número infinito de datos.

E. Tratamiento estadístico de los errores aleatorios

El tratamiento estadístico:

1. Muestra – un número finito, pequeño de observaciones experimentales (<30).
2. Población – un número grande de observaciones experimentales (>30).

Hay dos parámetros que pueden describir una curva gaussiana:

1. la media de población o de la muestra
2. la desviación estándar de población o de la muestra.

La media de la población y de la muestra se determina de la misma manera, sumando todos los datos y dividiendo entre el número de datos.

$$X = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$$

La desviación estándar de la población y de la muestra es diferente. La desviación estándar de la muestra se divide por N-1 y la de la población se divide entre N.

Desviación estándar de una población $\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}{N}}$

Desviación estándar de una muestra $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$

La varianza (s) de una muestra también es muy importante para la estadística. La varianza es el cuadrado de la desviación estándar.

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}$$

El error estándar de una media (S_m) es la desviación estándar de una serie de datos dividida entre la raíz cuadrada del número de datos de la serie.

$$S_m = \frac{s}{\sqrt{N}}$$

La desviación estándar relativa (RSD) se calcula al dividir la desviación estándar entre la media de la serie de datos. Se expresa en partes por mil (ppmil) o en porcentaje, multiplicando esta relación por 1000ppmil o por 100%, respectivamente.

$$\text{RSD} = \frac{s}{x} \times 1000\text{ppmil}$$

El coeficiente de varianza (CV) es el porcentaje de la desviación estándar relativa.

$$\text{CV} = \frac{s}{x} \times 100\%$$

La dispersión o rango es otro término que se utiliza algunas veces para describir la precisión de una serie de resultados repetidos.

Rango = valor máximo – valor mínimo

F. Desviación estándar de los resultados calculados

1. Desviación estándar de suma y resta

$$y = a + b - c$$

La desviación estándar de y

$$s_y = \sqrt{sa^2 + sb^2 + sc^2}$$

2. Desviación estándar de multiplicaciones y divisiones

$$y = a \cdot b/c$$

La desviación estándar de y

$$\frac{s_y}{y} = \sqrt{\left(\frac{sa}{a}\right)^2 + \left(\frac{sb}{b}\right)^2 + \left(\frac{sc}{c}\right)^2}$$

3. Desviación de exponenciales

$$y = a^x$$

La desviación estándar de y

$$\frac{S_y}{y} = x \frac{S_a}{a}$$

4. Desviación estándar de logaritmos

$$y = \log_{10} a$$

La desviación estándar de y

$$S_y = 0.434 \frac{S_a}{a}$$

5. Desviación estándar de antilogaritmos

$$y = \text{antilog}_{10} a$$

La desviación estándar de y

$$\frac{S_y}{y} = 2.303 S_a$$

G. Reglas de cifras significativas (CS)

1. Todos los dígitos que no sean cero son significativos.

4.226 – 4 CS

14.832 – 5 CS

19.1 – 3 CS

2. Los ceros entre dígitos que no sean ceros son significativos.

4.006 – 4 CS

12.016 – 5 CS

10.07 – 4 CS

3. Los ceros al final del número y a la derecha del punto decimal o de un dígito que no sea cero son significativos.

10.070 – 5 CS

200.301080 – 9 CS

4. Los ceros a la izquierda del primer número que no sea cero No son significativos.

0.000783 – 3 CS

0.007010 – 4 CS

5. Los ceros que aparecen al final pueden o no pueden ser significativos.

750

750 ± 10 – 2 CS

750 ± 1 – 3 CS

750. – 3 CS

12000

1×10^4 – 1 CS

1.2×10^4 – 2 CS

1.20×10^4 – 3 CS

1.200×10^4 – 4 CS

1.2000×10^4 – 5 CS

H. Reglas de operaciones matemáticas utilizando cifras significativas

1. Suma y Resta – menor lugar decimal

$$3.4 + 0.020 + 7.31 = 10.73 \rightarrow 10.7$$

2. Multiplicación y División – menos cifras significativas

$$14.79 \times 12.11 \times 5.05 = 904.48985 \rightarrow 904. \text{ ó } 9.04 \times 10^2$$

3. Logaritmo – observo cifras significativas y expreso el resultado en lugares decimales.

$$\log 6.000 \times 10^{-5} = -4.2218$$

$$(4 \text{ CS}) = (4 \text{ LD})$$

4. Antilog – observo lugares decimales y expreso el resultado en cifras significativas.

$$10^{12.5} = 3 \times 10^{12}$$

$$(1 \text{ LD}) = (1 \text{ CS})$$

5. Redondeo

Si el número siguiente es 6, 7, 8, ó 9 se suma uno al número anterior.

$$15.7\underset{\underline{6}}{6} = 15.8$$

Si el número siguiente es 1, 2, 3, ó 4, el número anterior permanece igual.

$$15.2\underset{\underline{4}}{4} = 15.2$$

Si el último dígito es cinco, el resultado debe dar un número par.

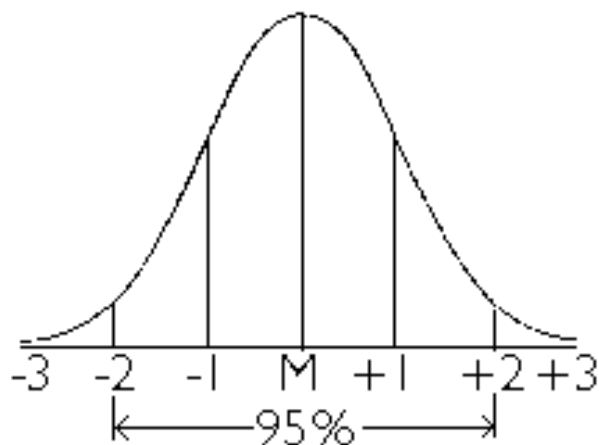
$$15.5\bar{5} = 15.6$$

$$15.4\bar{5} = 15.4$$

I. Límite de confianza

Los científicos experimentales utilizan los cálculos estadísticos para afinar su criterio y evaluar así la calidad de las mediciones experimentales.

No es posible determinar con absoluta certeza el valor exacto de la media para una población de datos porque se tendría que hacer un número infinito de mediciones. Los límites de confianza definen un intervalo alrededor de la media con cierta probabilidad que contenga el valor real. Un intervalo de confianza es la magnitud numérica del límite de confianza. La magnitud del intervalo de confianza se deriva de la desviación estándar de la muestra, depende de la exactitud del valor de la desviación estándar.



Al 50% de nivel de confianza ± 0.67

Al 80% de nivel de confianza (1.29)

Al 90% de nivel de confianza (1.64)

Al 95% de nivel de confianza (1.96)

Al 99% de nivel de confianza (2.58)

Los límites de confianza (LC) de una sola medición:

$$LC = x \pm z \cdot s$$

en donde el valor de z se obtiene en una tabla dependiendo el nivel de confianza y este tipo de gráficas permite definir un intervalo de valores alrededor de una medición dentro del cual, con cierta probabilidad, deberá estar el verdadero valor de la media suponiendo que se tiene un buen estimado de:

El límite de confianza para una cantidad de mediciones:

$$LC = \bar{x} \pm z \cdot \frac{s}{\sqrt{N}}$$

en donde z se obtiene en una tabla dependiendo el nivel de confianza, s es la desviación estándar y N es el número de datos.

Es importante tener siempre en cuenta que los intervalos de confianza basados en la ecuación de límite de confianza basados en una cantidad de mediciones solo aplican en los casos donde no haya tendencia y solo suponiendo que $s \rightarrow \sigma$.

Si no se tiene un conocimiento de la precisión del método se utiliza el valor t . Para justificar la variabilidad de s , se utiliza un parámetro estadístico importante, el valor t , que se define exactamente igual que z salvo que s se sustituye por σ .

$$t = \frac{x - \mu}{s}$$

El valor de t depende del nivel de confianza deseado, pero también depende del número de grados de libertad con que se calculó s .

El límite de confianza para una cantidad de mediciones puede obtenerse a partir de t por medio de una expresión similar.

$$LC = x \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

J. Análisis estadísticos para pruebas de hipótesis

Una gran parte de las tareas que se realizan en la ciencia y en la ingeniería están basadas en pruebas de hipótesis. Así, para explicar una observación, se propone un modelo hipotético y se somete a pruebas experimentales para validarlo. Si los resultados experimentales no sustentan el modelo, éste se rechaza y se busca una nueva hipótesis. Si una hipótesis es sustentada por suficientes datos experimentales, se le reconoce como una teoría útil en tanto no se obtengan datos que obliguen a refutarla. En estadística, una hipótesis nula postula que dos resultados observados son iguales.

La tendencia en un método de análisis químico comúnmente se determina empleando el mismo método o uno similar para analizar una

muestra de la que se conoce su composición exacta. Al evaluar la tendencia en un método aplicándolo al análisis de una muestra de la que se conoce la concentración exacta de un analito, es frecuente observar que la media experimental no corresponde con el valor aceptado, de aquí se juzga si esta diferencia es debida a un error aleatorio o a un error sistemático.

El valor crítico para rechazar la hipótesis nula se calcula:

$$x - x_t = \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

Esta ecuación se utiliza para calcular la comparación de una media experimental con su verdadero valor.

Para la comparación entre dos medias experimentales se utiliza la ecuación de la desviación estándar ponderada.

$$x_1 - x_2 = \pm t_{\text{ponderada}} \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 N_2}}$$

Existe otra prueba de estadística para la comparación de precisión entre dos diferentes métodos. Esta prueba se puede utilizar para saber cuál método es más preciso. Esta prueba se conoce como la prueba F.

$$F_{\text{experimental}} = \frac{s_{\text{std}}^2}{s_1^2}$$

En donde s_{std} es la desviación estándar del método estándar que va a tener mayor desviación estándar y s_1 es la desviación estándar del método con menor desviación estándar. Por lo tanto, $F_{\text{experimental}}$ siempre será mayor a 1. La $F_{\text{experimental}}$ se compara con la F de la tabla. La F de la

tabla se busca dependiendo la cantidad de datos que tenga el numerador y el denominador. Si la $F_{\text{experimental}}$ es menor que la F de la tabla no hay precisión entre los dos métodos. Si la $F_{\text{experimental}}$ es mayor que la F de la tabla las dos desviaciones estándares son iguales, por lo tanto, si hay precisión entre los métodos. Para poder determinar cual método es más preciso se tiene que comparar las desviaciones estándares de dos métodos experimentales, no de un método y un método estándar.

K. Detección de errores gruesos

Muchas veces ocurre que en un grupo de determinaciones, aparecen algunos que divergen bastantes de los demás y surge la duda que si se deben incluir en el cálculo. A continuación vamos a describir unas técnicas que se utiliza para saber si un dato sospechoso se puede eliminar o no. Cuando el número de determinaciones es mayor de 10 y hay alguna determinación dudosa, dicha determinación puede eliminarse del cálculo de la desviación estándar si:

$$X_{\text{dudoso}} - X_{\text{promedio}} > 3s$$

Si el grupo de medidas incluyera una determinación dudosa, se puede calcular la desviación promedio sin incluir dicha medida, si se cumple que

$$X_{\text{dudoso}} - X_{\text{promedio}} > 4d$$

Si la anterior especificación no se cumpliera, lo que se recomienda es hacer nuevas determinaciones para minimizar el peso de la

determinación dudosa. La regla mencionada antes solo aplica cuando el grupo de medidas es de 4 ó más determinaciones.

Cuando el número de determinaciones es igual o menor de 10 se utiliza la prueba Q si se quiere determinar que un dato sospechoso se puede eliminar. Dicha prueba se conduce a un nivel de confianza. Se determina un valor de $Q_{\text{experimental}}$ y se compara con valor $Q_{\text{crítico}}$ que se obtiene de una tabla a diferentes niveles de confianza.

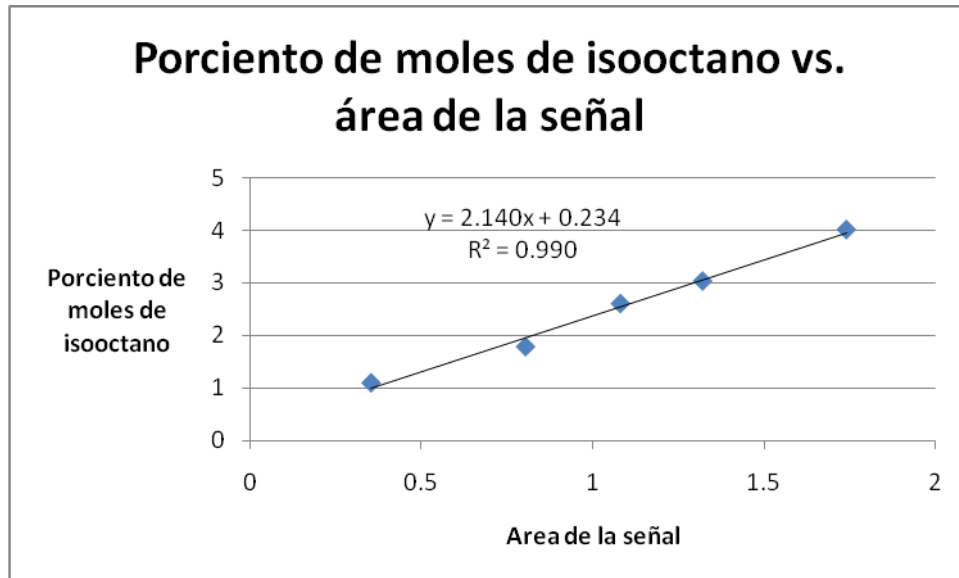
$$Q_{\text{exp}} = \frac{|X_q - X_n|}{W}$$

en donde X_q es el valor sospechoso, X_n es el valor más cercano y W es el rango.

El valor de $Q_{\text{experimental}}$ se compara con el $Q_{\text{crítico}}$. Si $Q_{\text{experimental}} < Q_{\text{crítico}}$ el valor sospechoso no se puede rechazar. Si $Q_{\text{experimental}} > Q_{\text{crítico}}$ el valor sospechoso se puede rechazar.

J. Análisis bidimensional de los datos: método de los mínimos cuadrados

Muchos métodos analíticos se basan en una curva de calibración en la que una cantidad medida y se relaciona en proporción directa con la concentración conocida x de una serie de patrones.



La figura anterior muestra una típica curva de calibración construida para determinar iso-octano en una muestra de hidrocarburos. Obsérvese que no todos los datos caen exactamente en la recta, lo cual se debe a errores aleatorios en el proceso de medición. Por lo tanto, se debe trazar la mejor línea recta a través de los puntos. La técnica estadística como análisis de regresión proporciona los medios para la elaboración objetiva de una ecuación para esta recta, además de precisar la incertidumbre asociada con su uso.

Cuando se emplea este método para generar una curva de calibración, se debe partir de dos suposiciones. La primera es que existe una relación lineal entre la variable medida (y) y la concentración del analito (x).

$$y = mx + b$$

donde m es la pendiente y b es el intercepto en b.

El análisis de regresión lineal por mínimos cuadrados proporciona la ecuación para la mejor recta a través de un conjunto de pares de datos x, y , cuando existe una relación lineal entre las dos variables y los datos en x contienen un mínimo de incertidumbre.

Cálculos de los coeficientes de regresión lineal por mínimos cuadrados para obtener la línea de regresión.

$$S_{xx} = \sum (x_i - \bar{x})^2 = \sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{N}$$

$$S_{yy} = \sum (y_i - \bar{y})^2 = \sum y_i^2 - \frac{(\sum y_i)^2}{N}$$

$$S_{xy} = \sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) = \sum x_i y_i - \frac{\sum x_i \sum y_i}{N}$$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{N}$$

$$\bar{y} = \frac{\sum y_i}{N}$$

1. La pendiente m de la línea recta

$$m = \frac{S_{xy}}{S_{xx}}$$

2. El intercepto en b

$$b = \bar{y} - m\bar{x}$$

3. La desviación estándar para la regresión s_r

$$s_r = \sqrt{\frac{S_{yy} - m^2 S_{xx}}{N-2}}$$

4. La desviación estándar de la pendiente s_m

$$S_m = \sqrt{\frac{S_r^2}{S_{xx}}}$$

5. La desviación estándar de la intersección S_b

$$S_b = \sqrt{\frac{1}{N - (\sum X_i)^2 / \sum X_i^2}}$$

6. La desviación estándar de los resultados obtenidos de la curva de calibración S_c

$$S_c = \frac{S_r}{m} \sqrt{\frac{1}{M} + \frac{1}{N} + \frac{(y_c - \bar{y})^2}{m^2 S_{xx}}}$$

7. La desviación estándar de la regresión

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum [y_i - (b + mx_i)]^2}{N - 2}}$$

La desviación estándar de la regresión se conoce comúnmente como error estándar del valor estimado o error estándar en y . La desviación estándar de la regresión es análoga a la desviación estándar para datos de una dimensión.

2.6 ANÁLISIS TEÓRICO DEL PROCESO PROPUESTO

La aparición de la ciencia que llamamos "Química" requiere un proceso histórico más dilatado y lento que otras ramas de la ciencia moderna. Tanto en la antigüedad como en la Edad Media se contemplan denodados esfuerzos por conocer y dominar de alguna forma los elementos materiales que constituyen el entorno físico que nos rodea. Averiguar cuáles sean los elementos originarios de los que están hechos todas las

cosas así como establecer sus características, propiedades y formas de manipulación son las tareas primordiales que se encaminan al dominio efectivo de la naturaleza. No es, pues, extraño que en sus primeros balbuceos meramente empíricos los resultados no tengan otro carácter que el que denominamos "mágico": la magia como conocimiento de la realidad que se oculta tras la apariencia de las cosas y como práctica que permite actuar sobre ellas según nuestra voluntad. Numerosas técnicas inventadas por el ser humano desde sus orígenes conciernen a la química: preparación de alimentos y de medicinas, procedimientos de curtido, de teñido, etc. Sin embargo el nacimiento de una ciencia química es muy reciente.

La química, recoge hoy el conjunto de disciplinas científicas que estudian las transformaciones de una sustancia en otra, sin que se alteren los elementos que la integran.. Las especulaciones de los filósofos de la antigua Grecia sobre los elementos o la búsqueda de la piedra filosofal y del elixir de larga vida por algunos alquimistas de la Edad Media, no son sino el lejano preludio de la química moderna.

Hasta el siglo XVIII no se introdujo en la química un auténtico método experimental, en el siglo XIX se establece la clasificación periódica de los elementos, que iba a inaugurar una nueva era para la ciencia química. Actualmente el trabajo experimental de los químicos es fruto de una enorme labor de equipo más que de químicos aislados.

La importancia económica que la determinación de la ley de las monedas tuvo en la España renacentista motivó que en sus cecas se instalaran los mejores medios técnicos de la época para el análisis químico cuantitativo.

La principal figura en este campo fue Juan de Arfe Villafañe, "ensayador" de la ceca de Segovia y autor de un Quilatador de plata, oro y piedras (1572), primer tratado sobre el tema impreso en Europa. Los grabados de la exposición representan su balanza de laboratorio, temprano ejemplo de la línea que conduciría a las modernas de precisión; al propio Arfe colocando una copela en la boca superior del hornillo, con la balanza a sus espaldas; y una redoma y otros recipientes para ensayar el oro con ácido nítrico, mediante la técnica llamada de "encuartación".

Análisis de oro y plata por la técnica de ensayo a fuego

El método de ensayo a fuego consiste en producir una fusión de la muestra usando reactivos fundentes adecuados para obtener dos fases líquidas: una escoria constituida principalmente por silicatos complejos y una fase metálica constituida por plomo, el cual colecta los metales nobles de interés (Au y Ag). Los dos líquidos se separan en dos fases debido a su respectiva inmiscibilidad y gran diferencia de densidad, éstos solidifican al enfriar. El plomo sólido (con los metales nobles colectados) es separado de la escoria como un régulo. Este régulo de plomo obtenido es oxidado en caliente en copela de magnesita y absorbido por ella, quedando en su superficie el botón de oro y plata, elementos que se determinan posteriormente por método gravimétrico (por peso) o mediante espectroscopia de Absorción Atómica.

2.4.1 Planteamiento del Problema

El análisis químico es una herramienta de control de vital importancia en las operaciones minero metalúrgicas, ya que gracias a su aplicación podemos obtener los balances metalúrgicos que son empleados tanto para controlar y optimizar las operaciones y llevar la contabilidad de la producción.

La situación actual de la economía expectante del oro a nivel mundial, demostrado por su gran demanda y la constante elevación de su cotización, ha creado un nuevo panorama en la geología económica, es decir se van conociendo nuevos yacimientos con mayores capacidades. Es importante indicar que los yacimientos económicos tienen leyes de cabeza cada vez menores.

En las operaciones minero metalúrgicas de extracción y beneficio de minerales auríferos se hace aún más indispensable optimizar dicho control. Para tal efecto es importante realizar un análisis exhaustivo de los parámetros operativos durante el proceso del análisis químico cuantitativo por vía seca empleando metodología pirometalúrgica.

El estudio que proponemos pretende hacer un análisis operativo de los parámetros en el proceso analítico químico cuantitativo por vía pirometalúrgica, con la finalidad de optimizar dicho control y que finalmente redundará en beneficio de la empresa materia de este estudio.

Consiguientemente nos planteamos el siguiente problema:

¿Conociendo los parámetros en el proceso analítico químico cuantitativo empleando el nitrato de potasio por vía pirometalúrgica se podrá optimizar dicho control y que finalmente redundará en beneficio de la Empresa Minera Chancadora Centauro S.A.C.?

2.4.2 Hipótesis

Analizando los parámetros operativos en el proceso analítico químico cuantitativo empleando el nitrato de potasio por vía pirometalúrgica que desde un punto de vista estadístico se podrá optimizar dicho control y que finalmente redundara en beneficio de la Empresa Minera Chancadora Centauro S.A.C.

2.4.3 Selección de Variables

VARIABLES INDEPENDIENTES:

- Parámetros estadísticos de análisis

VARIABLE DEPENDIENTE:

- Resultado analítico

CAPITULO III

METODOS DE INVESTIGACION

Los métodos de de investigación experimental relacionados al tema que se plantean, parten de los criterios anteriormente indicados, relacionando el análisis bibliográfico con el planteamiento teórico del problema. Considerando las características del problema que radica en optimizar los parámetros del análisis químico, es importante realizar un análisis estadístico sobre los datos obtenidos y determinar la confiabilidad de los mismos.

3.1 TÉCNICAS DE INVESTIGACIÓN

La técnica de investigación a emplear consistirá en analizar los parámetros del proceso de análisis químico del oro empleando el método pirometalúrgico, más adelante se emplearán técnicas de estadística inferencial, que permitirá demostrar la fiabilidad de los resultados obtenidos y también determinar la precisión comparado con los métodos

instrumentales como es el empleo del método de espectrometría de absorción atómica.

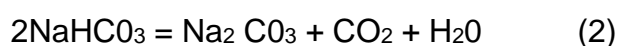
3.2 REACTIVOS Y MATERIALES EMPLEADOS

Los principales reactivos empleados y cuales son sus funciones en el análisis de oro, son indicados a continuación:

CARBONATO DE SODIO ANHÍDRIDO.- Se combina con la sílice del mineral formando silicato de sodio, con desprendimiento del CO₂, de acuerdo con la siguiente ecuación.



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



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

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

Se explica el poder de disolución si se examina la fórmula del bórax constituida por las moléculas de metaborato y una de anhídrido bórico:



LITARGIRIO.- Es el reactivo más importante en la fundición. Una parte del litargirio (PbO) se reduce a plomo metálico mediante el almidón o cualquier otro reductor. Desempeña este plomo el papel de colector del oro y la plata contenida en el mineral. El resto del litargirio actúa en parte oxidando las impurezas metálicas o bien pasa a formar la escoria al estado de silicato de plomo, o también. es muy posible, puede formar plumbatos con los óxidos metálicos.

A continuación damos las proporciones de litargirio necesarias para formar compuestos fusibles con los óxidos metálicos.

Para 1 parte de: Cu₂O CuO ZnO Fe₃O₄ Fe₂O₃ MnO

Puesto de PbO: 1.5 1.8 8 4 10 10

SILICE. - La sílice actúa como un escorificador del hierro principalmente:



Reacciona además con el PbO; Na₂CO₃; etc



CLORURO DE SODIO.- Se usa como cubierta de fundición, por ser muy fluido y no descomponerse al estado de fusión.

NITRATO POTÁSICO.- Se usa como oxidante en los minerales piritosos. Se prefiere siempre el nitrato potásico al nitrato sódico por no ser higroscópico

PLATA METÁLICA.- Se usa plata metálica, pura laminada para encuartar en los análisis de oro a fin de obtener así una aleación de oro y plata con un exceso de este último metal, para poder separar bien el oro de la plata que contenga el mineral. Lo necesario recordar que la plata es un metal que acompaña siempre al oro en los minerales en mayor o en menor proporción.

Los principales materiales para el proceso de análisis pirometalúrgico son:

CRISOLES.- Para fundir el mineral con la mezcla de reactivos necesarios de que ya hemos hablado, se usan crisoles de arcilla, siendo los mas aconsejables para el análisis de oro los crisoles numero 8 y para los análisis de plata los crisoles número 6.

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

3.3 ETAPAS DE LOS PROCESOS DE ANALISIS

El proceso de análisis de oro se efectúa en varias fases bien definidas que aplicaremos separadamente con el objeto de dar mayor claridad a los métodos operatorios que oportunamente iremos citando.

A) PREPARACIÓN DE LA MEZCLA.- Para preparar la mezcla del mineral y del flux necesario para fundirlo. Esto es indispensable, pues aún cuando: todos los minerales poseen casi los mismos componentes, hay algunos que predominan más que los otros, lo que requieren un tratamiento especial.

B) CLASIFICACION DE LOS MINERALES.- Clasificaremos los siguientes grupos:

Minerales cuarcíferos.

Minerales ferruginosos.

Minerales cupríferos.

Minerales complejos.

- **MINERALES CUARCIFEROS.-** Pertenecen a este grupo los minerales en los cuales predominan sílice y los silicatos. Se usa como flujo de fundición para 20 g:

Litargirio : 80 gramos

Carbonato de sodio:30 id.

Almidón.. : 2 id.

- MINERALES FERRUGINOSOS.- Pertenecen a este grupo todos aquellos minerales en los que predomina el hierro, tanto oxidado como en forma de piritas, Si se encuentra formando piritas se calcina previamente para expulsar el azufre. Se usa como flujo de fundición, para 20 g de mineral:

Litargirio : 80 a 150 gramos

Sílice : 30 id.

Carbonato de sodio: 20 id.

Almidón : 2 id.

Bórax : 25 id.

Cubierta de fundición:

Cloruro de sodio : 15 gramos

Bórax : 15 id.

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

- MINERALES CUPRIFEROS.- A este, grupo pertenecen todos los minerales que contienen cobre, ya sea oxidado o en forma de piritas. Si contiene piritas el mineral (sulfuro de cobre) o bien sustancias volátiles como arsénico. antimonio, etc. se calcinan fuertemente.

Si las leyes de cobre son inferiores a 12% se puede usar el flujo indicado para los minerales cuarcíferos o ferruginosos según que predomine el cuarzo o el hierro, respectivamente.

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

Litargirio : 200 gramos

Sílice : 30 id.

Carbonato de sodio : 20 id.

Almidón : 2 id.

Bórax : 25 id.

Cubierta de fundición:

Cloruro de sodio : 5 gramos

Bórax : 15 id.

Antes de poner esta cubierta estándar, que es usada en las diversas fundiciones, se recomienda, en el caso de tratarse de minerales que tengan estos altos porcentajes de cobre, cubrir la mezcla del mineral y del flujo con la siguiente mezcla:

Bicarbonato de sodio: 6 partes

Bórax : 3 id.

Sílice : 2 id.

Esta mezcla actúa como un buen escorificador del cobre, eliminándose así gran parte de este metal la escoria. Este metal como lo veremos más adelante molesta mucho en el proceso de copelación.

Con esta mezcla escorificadora se cubre con un espesor de más a menos una pulgada, y a continuación se agrega la cubierta de fundición estándar.

Si el mineral contiene más de 30% de cobre, se escorifica el botón de plomo auto-argentífero que se obtiene al final de la fundición, como lo indicaremos oportunamente. Se puede evitar esta escorificación del botón de plomo, tomando menos cantidad de mineral, digamos 10 gramos en vez de 20 que es corriente tomar. Para esta menor cantidad se usará el mismo flujo indicado.

- **MINERALES COMPLEJOS.**- A este grupo pertenecen los minerales que contienen compuestos de arsénico, de antimonio. Galena, óxidos a carbonatos de calcio y magnesio, bismuto, telurio, selenio, zinc, manganeso, etc.

Sometiendo la muestra a una calcinación fuerte, se eliminan el arsénico, antimonio, azufre, etc. El resto de las impurezas fijas se transforman en sus óxidos respectivos.

El flujo de fundición tiene que estar de acuerdo con la naturaleza de la impurezas que se trata de eliminar en la escoria, para ello se ha indicado el papel que desempeña cada uno de los reactivos en la fundición.

Generalmente basta con vaciar, cantidades de litargirio y de bórax, ya que estas sustancias disuelven el mayor número de óxidos metálicos.

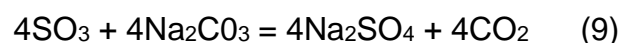
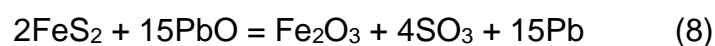
Cuando las minerales contienen galena no se calina debido a su bajo punto de fusión sino que para oxido se agrega nitrato de potasio.

La calcinación fuerte de que hemos hablado se efectúa sobre una fuente de greda, en la cual se coloca, pesada conveniente, 20 gramos de muestra por añadir, y se somete a la llama fuerte de un mechero o soplete primus, teniendo cuidado e1e remover cada cierto tiempo la masa a fin de que]a calcinación sea más completa. Para evitar que la muestra se adhieran la fuente de greda, se cubre con tiza para lo cual basta con rayar completamente en fondo. Se ha terminado) la operación cuando ya no se desprende el olor característico de SO₂ Para sacar la muestra se usa una brocha impregnada de bicarbonato de sodio.

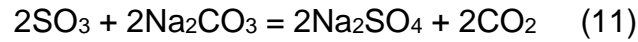
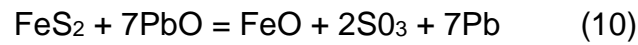
C) FUNDICION.- Este proceso es el de mayor importancia. Estudiaremos brevemente las reacciones que se efectúan en fundición de los minerales a los que se les ha agregado el flujo correspondiente.

REACCIONES DE REDUCCION.- Los sulfuros, como la pirita FeS₂, la Pirrotita Fe₂S₃: la arsenopirita FeAsS; la chalcopirita CuFe₂ la chalcocita Cu₂S la estibinita Sb₂S₃: la galena PbS; la blenda ZnS y otros reducen el litargirio a plomo metálico. Las diferentes reacciones de reducción experimental ciertas variaciones según sea el flujo de fundición empleado, como podremos observar considerando la pirita como ejemplo:

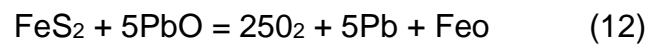
a) En presencia de litargirio y Na₂PO₃:



b) En presencia de menor cantidad de litargirio y de menor cantidad de Na_2CO_3 se tiene:



c) En presencia de litargirio y ausencia de carbonato de sodio no se forma sulfato. Se tiene la ecuación siguiente:



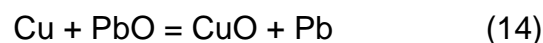
En presencia de litargirio y carbonato de Sodio los diferentes sulfuros reducen el litargirio a plomo metálico en las proporciones que se indican:

1 gramo de piritita reduce	12.24 g de Pb
1 id. de Pirrotita reduce.....	8.7 id. Pb
1 id. de chalcocita reduce	4.38 id. Pb
1 id. de estibinita reduce	7.17 id. Pb.
1 id. de blenda de Zn reduce	8.16 id. Pb

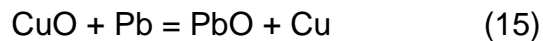
El tartrato de potasio y el almidón reducen también el litargirio a plomo metálico:



Mediante las reacciones de reducción que se efectúan 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 observa en la siguiente ecuación



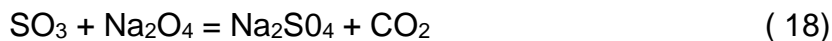
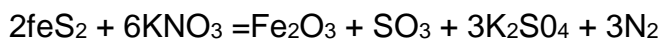
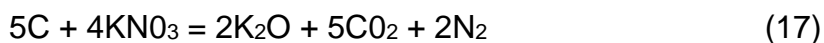
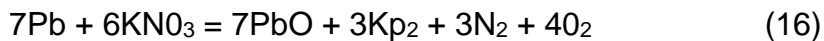
Pero el óxido de cobre en contacto con el plomo fundido se reduce a Cu elemental:



Reacciones de oxidación:

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

La oxidación puede verificarse en la fundición misma, añadiendo nitrato potásico, o bien calcinando fuertemente el mineral como se dijo en el punto correspondiente a "minerales complejos". En la oxidación, mediante el nitrato de potasio se tiene:



La oxidación mediante la calcinación, sobre llama fuerte, es el método más usado, tanto en los análisis de oro como en los de plata. Por efecto de esta calcinación, no solamente se oxidan las impurezas metálicas con un perfecto control de la reacción, sino que, al mismo tiempo, se eliminan todas las impurezas volátiles, como azufre, arsénico, antimonio, etc, al estado de SO_2 ; As_2O_3 ; Sb_2O_3 , etc. para eliminar el Zn no basta con la calcinación sobre el soplete, es necesario terminar la calcinación en el interior de la mufla en que reina temperatura alta, así se evitan las dificultades que este elemento ofrece a los procesos de fundición y copelación.

Otro método de oxidación y eliminación de las impurezas metálicas especialmente apropiado cuando se trata de eliminar el cobre, elemento que molesta mucho en el proceso de copelación, a tal extremo que se hace a veces imposible copelar deteniéndose el proceso, por cuya razón de trabajo efectuando hasta ese punto es totalmente perdido, es la escorificación. Esta operación se efectúa después de haber fundido el mineral sobre el botón sobre una de plomo auro-argentífero muy impurificado por cobre. Se coloca este botón sobre una escorificadota, que tienen la forma semejante a un platillo, fabricada de arcilla, que está suficientemente caliente dentro de la mufla. Sobre la escorificadora bien caliente se agrega bórax y en este instante se coloca el botón. Se mantienen un rato cerrada la puerta de la mufla abriéndola al poco rato para que se inicie el proceso.

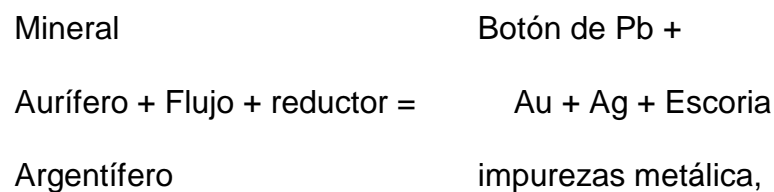
Este proceso se basa en la propiedad que tiene el bórax y el litargirio producido en la oxidación del plomo del botón, de combinarse con los óxidos metálicos para formar escoria, fusibles.

La operación ha terminado cuando se observa un círculo brillante y la masa líquida se muestra tranquila. Este círculo es llamado "ojo de buey" por la semejanza que ofrece a ese órgano. Se retira entonces lentamente la escorificadora, operando con mucho cuidado, usando tenazas largas, y se vacía sobre el molde de una lingotera. Una vez fría se rompe la escoria, y se retira el botón de plomo, que ha eliminado todo el cobre en la escoria. Esta escoria suele presentarse de un hermoso color verde.

Como se ha visto, por las reacciones que hemos anotado, el proceso de fundición tiene por objeto concentrar el oro y la plata en un botón de

plomo. Este último metal actúa como un colector de esos metales preciosos. Además, este proceso elimina las impurezas, que acompañan a estos metales en los minerales en forma de compuestos oxidados en la escoria. Esta escoria está formada, además, por boratos, silicatos y plumbitos de metales alcalinos; alcalinos térreos y otros.

Podemos resumir este proceso de fundición en la siguiente forma esquemática:



D) COPELACION,- El proceso de copelación tiene por objeto la oxidación, del plomo y de las otras impurezas metálicas existentes, que mezcladas con mayor o menor cantidad de PbO, son absorbida, por la copela, El 98.5% el PbO es absorbido por la copela, el resto se volatiliza. Queda como residuo un botoncito brillante, formado por metales no oxidables, como son el oro, la plata y el platino.

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



Algunas impurezas como Cu, Fe, Cd, etc. son eliminadas totalmente por absorción en el papel a, siempre que se encuentran en cantidades que no impidan la realización del proceso de copelación. En cambio otras el como el Bi, As, Zn, etc. se eliminan en parte por absorción en la copela y en parte por volatilización al estado de óxido.

Según sean las impurezas metálicas varían algunas propiedades reconocidas de inmediato, como son: dureza, maleabilidad, etc.

Al cubicar el botón de plomo a fin de eliminar la escoria adherida, se puede observar:

- a) Botón quebradizo: Indica que contiene cobre, arsénico, antimonio, azufre, PbO (por fusión a baja temperatura) o bien que contiene más de 30%, de oro o plata.
- b) Botón duro: Indica que contiene cobre, en cantidad apreciable Fe, etc.

Resumiendo este proceso podemos expresarlo por la siguiente ecuación:

Botón de plomo PbO + óxido metálico que:

O son

Oro +Plata + Impurezas + O_2 = (Au +Ag) + absorbido por la copela

O se volatiliza

Observaciones al proceso de copelación.- Es necesario que indiquemos aquí algunas observaciones que serán muy útiles para quienes deban controlar un proceso de copelación:

Pérdidas de copelación.- La pérdidas por copelación se deben a pérdidas por volatilización, debido a temperaturas demasiadas elevadas, al arrastre de partículas por las sustancias volátiles y a las pérdidas por absorción y retención en las escorias formadas, debido a las impurezas metálicas que contiene el botón de plomo auro-argentífero.

Las primeras se reducen a un mínima despreciable controlándola 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 los métodos que hemos indicado anteriormente al calcificar los minerales. (Calcinación fuerte, flujos especiales, escarificación, oxidación con nitrato potasio).

Influencias de las impurezas en la copelación.- Cantidades apreciables de arsénico, cadmio, fierro, manganeso, etc., en el botón de plomo auro-argentífero aumentan las pérdidas de Au y Ag, por cuanto sus óxidos no son absorbidos totalmente y forman escorias sobre la copela.

El antimonio se combina con el plomo cuando un antimoniato de plomo que queda como escoria en la copela. El zinc metálico en la copelación decrepita arrastrando partículas de plomo. Es imposible copelaren presencia de este elemento. El cobre es oxidado a óxido cuproso, el cual después en contacto con el plomo fundido se reduce a cobre metálico. Por esta razón se hace muy difícil su eliminación. Es típico observar una coloración gris oscura casi negra en las copelas que se ha estado copelando un botón de plomo que ha contenido muchas cantidades de cobre como impurezas. El telurio y el selenio son difícilmente absorbidos en la copelación, y por esta causa el plomo, a medida que avanza la

copelación, aumenta cada vez más si el contenido en estos elementos. Es necesario eliminarlos antes de la copelación.

ANALISIS DE ORO EN MINERALES CONCENTRADOS MODO OPERATORIO

a) Preparación de la Mezcla.- Una vez clasificado el mineral, se pesan 20 gramos, se vacía a un mantel de hule o de goma en el cual se agrega el flujo que le corresponda según lo establecido en "clasificación de minerales" Se mezclan muy íntimamente y se hecha todo el contenido al crisol de arcilla. Se cubre con la lapa de fundición que indicamos oportunamente. Se coloca en el homo de fundición.

b) Fundición.- Si se trata de un homo a petróleo o la bencina, se encenderá primero con una llama suave, aumentando después poco a poco su fuerza. a fin de evitar roturas en el crisol lo que significaría perdidas. Se da por terminada esta operación, cuando la fusión esta enteramente tranquila, lo que ocurre al cabo de 20 a 30 minutos. Se saca el crisol del homo con una, tenazas largas de fierro, y se vacía su contenido en la lingotera, dándole antes un movimiento de agitación y golpeándolo suavemente. sobre la mesa de fierro a fin de que todo el plomo se junte en el fondo del crisol. La lingotera ha sido previamente calentada a fin de evitar las proyecciones. Se deja enfriar y con un martillo se golpea la escoria que ha quedado en la parte superior de molde cónico. Se retira del molde el botón de plomo auro-argentífero, Llamado así porque contiene todo el oro y la plata

existentes en la cantidad de muestra tomada. Con un manillo se golpea sobre un yunque a fin de disminuir la escoria que lleva adherida y para darle una forma cúbica que lo deja más cómodo para ser tomado después con la tenaza de copelación.

c) Incuartación.- Esta operación consiste en agregarle plata químicamente pura a los análisis de oro, porque las aleaciones de oro y plata son insolubles en concentrado o diluido cuando la aproximación de oro y plata es inferior a 1 : 2.5 (de oro por 2.5 de plata). En cambio si la plata se encuentra en una proporción mayor que la ubicada, se disuelve muy fácilmente en HNO_3 , ó diluido 6 H_2SO_4 concentrado. Esta adición de plata es indispensable pues de oro en los minerales va siempre: acompañado de plata, con lo que haría imposible obtener un botón de oro puro, como se necesita. La incuartación puede hacerse en: a) al agregar el flujo o bien puede hacerse en esta parte, adhiriendo con un fuerte golpe de martillo el pedacito de plata para laminada al botón de plomo. La cantidad de plata es variable, y depende de la riqueza de oro del mineral. Generalmente se acostumbra agregar más o menos 1 decigramo 0.01 g de plata. También puede ser colocado este pedazo de plata en la copela misma al momento de ser colocada en la mufla.

d) Copelación.- El botón de plomo auro-argentífero colocado en la copela para eliminar así el plomo y las impurezas metálicas que siguen acompañarlo. esta operación es indispensable que la copela

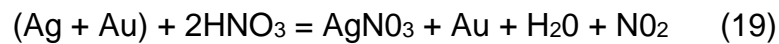
este bastante caliente, para lo cual el horno de mufla es encendido conjuntamente con el horno de la temperatura necesaria que debe variar entre 800°C y el punto de fusión de la plata y del oro, más o menos 1100°C. el plomo funde a los 327°C, pero volatilizarse. Esta temperatura se denomina temperatura mínima de copelación o temperatura crítica. La temperatura crítica aumenta la presencia de impurezas metálicas.

Cuando en el interior de la mufla se observe un color rojo, indica que la temperatura es la necesaria para comenzar esta operación y en estas condiciones es colocado el botón de plomo auro-argentífero. Se cierra la puerta de la mufla. Cuando se ha fundido y se observa su superficie, se entreabre un poco la puerta y se deja que efectúa el proceso de copelación. El mayor y más efectivo control de la temperatura es la observación de los cristales de litargirio que se depositan en los bordes de la copela a una temperatura de 800°C más o menos, o sea a la temperatura crítica de la copelación.

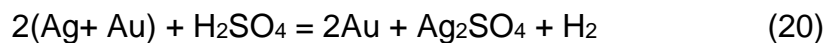
Se saca lentamente la copela del horno de mufla para que la plata (que es la mas abundante) antes de solidificarse, desprenda poco a poco el oxígeno absorbido sin proyecciones de partículas de ella posiblemente se forme un óxido de plata Ag_2O insoluble en la plata sólida y que al bajar la temperatura en forma rápida se disocie violentamente.

- e) Separación del oro y la plata.- Una vez fría la copela, se separa de ella el botoncito auro-argentífero con un alicate, y sobre el yunque se

le da unos golpecitos a fin de laminarlo y ofrecer así una mayor superficie para el ataque con HNO_3 . Se vacía este botón laminado lo mejor posible, a un crisolito o capsulita de porcelana de más o menos 4 x 4 cm. Se agrega HNO_3 diluido 1:5 más o menos 15 cc. Y se calienta para que se disuelva la plata. La reacción que ocurre es:



También este ataque puede efectuarse con H_2SO_4 concentrado entonces ocurre:



Cuando haya terminado el desprendimiento de burbujas se agrega unas gotas de HNO_3 , concentrado, para asegurarnos de la completa eliminación de la plata en forma de nitrato de Ag. Se lava por decantación 4 o 5 veces con agua destilada, se seca lentamente en el mismo baño de arena y en seguida se calcina fuertemente sobre el mismo crisolito con mufla llama fuerte de un soplete o mechero Primus hasta un hermoso color anaranjado del oro puro. Se deja enfriar y se pesa en la balanza de precisión.

- f) Cálculo del contenido de oro. Recordaremos que pesamos 20 gr. De muestra, considerando después el peso del botoncito de oro puro, luego si por ejemplo suponemos que este ha pesado en la balanza de precisión 0.00042g tendremos la siguiente proporción

Si en 20 g. muestra hay 0.00042 g Oro
 en 1 '000,000 g ,, x

$$X = \frac{0.0042 \times 1'000,000}{20} = 21 \text{ gramos de oro por tonelada}$$

Entonces en términos generales, se aplicara esta formula

$$\text{Ley de oro} = \frac{\text{Pesos botón oro} \times 10^6}{\text{Peso Tierra}}$$

Las leyes de oro se expresan siempre en gramos por tonelada de mineral.

ANÁLISIS DE ORO EN AMALGAMAS

Para determinar el contenido de oro en amalgamas de oro que suelen estar acompañados de porcentajes más o menos altos de plata y cobre, se procede en la siguiente forma. Se pesa en la balanza analítica, digamos por ejemplo 0.5 gramos de amalgama, se envuelve en un lamina de plomo puro, se echa en un crisol de arcilla agregando el siguiente flujo.

Litargirio	20 g.
Bicarbonato de Sodio	30 g.
Almidón.....	1 g.
Cubierta de fundición	
Cloruro de sodio	20 g.
Bórax.....	20 g

Se sigue el procedimiento indicado en el capítulo de análisis de oro en minerales. Solo al incuarterar con plata se usará, en este caso alrededor de 1.5 g. plata pura.

Para la separación del oro de la plata, el botón auro-argentífero que resulta bastante grande, se golpea fuertemente en el yunque y se coloca en una capsula de porcelana de 6 cm. de diámetro y se agrega HNO_3 dil. 1:5, tapándose con un vidrio de reloj, y se calienta suavemente en el baño de arena. Después del primer ataque se vacía el nitrato de plata formada, y se agrega HNO_3 concentrado, dándose dos ataques en esta forma, hasta que cese el desprendimiento de burbujas.

Se lava con agua destilada 6 veces, Se seca en el baño de arena y se calcina sobre la misma capsula de porcelana, en una llama fuerte hasta color rojo se deja enfriar y se pesa.

Cálculo.- Las leyes de oro en las amalgamas se expresan en %, de manera que se aplica esta proporción:

$$\frac{\text{Peso botón oro}}{\text{Peso amalgama}} \times 100$$

Supongamos que hemos pesado 0.5 g. de amalgama y hemos obtenido un botón de oro puro que pesado en la balanza de precisión da 0.14002 g. luego:

$$\frac{0.14002}{0.5} \times 100 = 28\% \text{ de oro.}$$

ANALISIS DE ORO EN SOLUCIONES DE CIANURACION

METODO DE EVAPORACION

Se evapora el líquido y se analiza el oro en el residuo.

Modo de operar.- Se evaporan en un vaso pp. 50 a 200 cc de solución de cianuración hasta reducir su volumen a 30 cc más o menos. Se trasvasa esta solución en una capsula hecha de plomo laminado. Para este uso es indispensable que en el laboratorio exista siempre bastante provisión de plomo en láminas delgadas. Con un pedacito de ella se fabrica una especie de capsula, que sea lo suficiente capaz de contener los 30 cc. De solución. Ya en esta formase evapora su contenido a sequedad lentamente y evitando proyecciones.

Esta capsula de plomo, que contiene el residuo con el oro, se funde oda entera un crisol de arcilla con el siguiente flujo:

Litargirio 20 g

Bicarbonato de Sodio 15 g.

Sílice 10 g

Almidón 0.5 g.

Cubierta de fundición:

Cloruro de sodio 8 a 10 g.

Bórax 10 g.

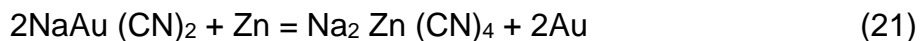
Se añade poca cantidad de almidón, para evitar que el botón de plomo auro-argentífero resulte demasiado grande, puesto que la capsulita de plomo que hemos fabricado en forma rápida, pesa alrededor de 20 g.

También para que se produzca una pequeña cantidad de plomo finamente dividido durante la fundición. Se sigue el proceso como lo indicamos en el capítulo de análisis de oro y amalgamas, encuartando, copelando, disolviendo la plata con HNO₃ dil, 1:5 primero y después 2 veces con HNO₃ concentrado lavando secando y pesando.

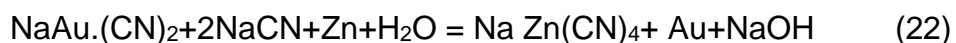
METODO DE PRECIPITACION

Se basa en la precipitación del oro y la plata de las soluciones de cianuración por medio del Zn en polvo en presencia de acetato de plomo. La precipitación se verifica de acuerdo con la reacción siguiente:

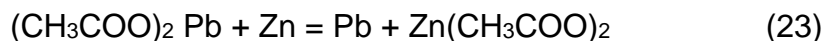
a) Según Dorr en The Granamide Process



Segun Clenel:



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



El oro de la solución se precipita debido al par galvánico Pb/Zn; además el Pb reducido sirve de colector del oro y la plata. Si no se añade acetato de plomo, la precipitación es muy lenta debido a la dificultad en formarse el otro par galvánico H/Zn de la reacción del Zinc con el NaOH de la solución.



Modo de operar.- Se toman 100 ó 250 cc, de la solución de cianuro, se añaden 20 a 30 cc de solución de acetato de plomo y en seguida uno de dos gramos de zinc en polvo en suspensión en agua. Se agita fuertemente, se calienta hasta que vaya a empezar la ebullición y en este momento se añade 10 a 20 cc. De HCl concentrado y se hierve hasta que se disuelve el Zn. El plomo reducido se aglomera formando una masa esponjosa que contiene el oro precipitado de la solución.

Se lava dos o tres veces por decantación y se filtra, se vuelve a lavar dos o tres veces con agua debidamente alcalina, se seca el filtro junto con el plomo esponjoso, se envuelve en una lámina de plomo y en seguida se copela.

Si se analiza oro solamente, antes de copelar se encuarta.

La solución de acetato de plomo que se usa es al 10%.

Calculo del contenido de oro.- Se expresa la ley de oro en gramos por litro de solución, aplicando la siguiente proporción:

$$\frac{\text{Peso botón de oro}}{\text{cc. de solución tomados}} \times 1000$$

3.4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

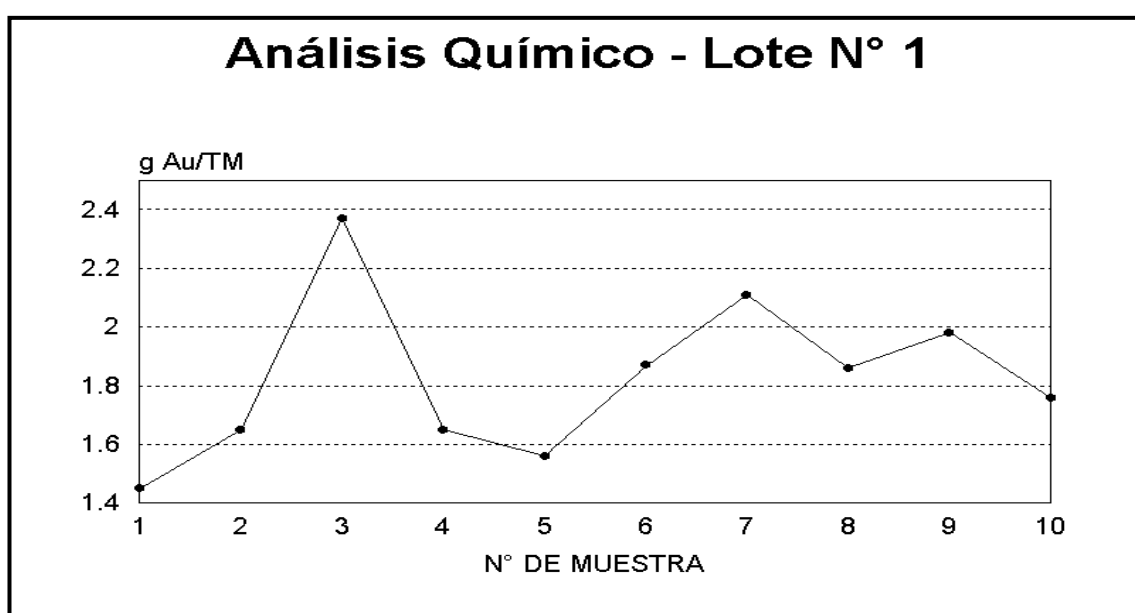
Para efectos del trabajo de investigación, se procedió a obtener muestras comunes de varios lotes de mineral de cabeza antes de ingresar al proceso metalúrgico, el objetivo es determinar si efectivamente el proceso pirometalúrgico de análisis del oro empleando el nitrato de potasio es

preciso aplicando adecuadamente los rangos operativos en los parámetros que gobiernan el proceso.

3.3.1 Prueba t – Student . Determinación de igualdad de medias

Lote No. 1

Muestra	Mineral de Cabeza Au g/TM
1	1.45
2	1.65
3	2.37
4	1.65
5	1.56
6	1.87
7	2.11
8	1.86
9	1.98
10	1.76



Media de las muestras:	1.826
Numero de muestras:	10
Varianza:	0.0758
Desviación estándar:	0.2752
Desviación estándar de media estimada:	0.0870
Grados de libertad:	9
Media asumida:	2.0000

La hipótesis planteada es que la media calculada a partir de los datos de las muestras obtenidas es igual a la media asumida de 2.000 g de Au/TM, la cual debe de ser planteada como valor de la ley de cabeza.

Luego, calculando el valor de t – student a partir de los datos:

$$t_{(\text{calculado})} = (X_{(\text{asumido})} - X_{(\text{calculado})}) / \text{desviación estándar de media asumida}$$

$$t_{(\text{calculado})} = 1.9991$$

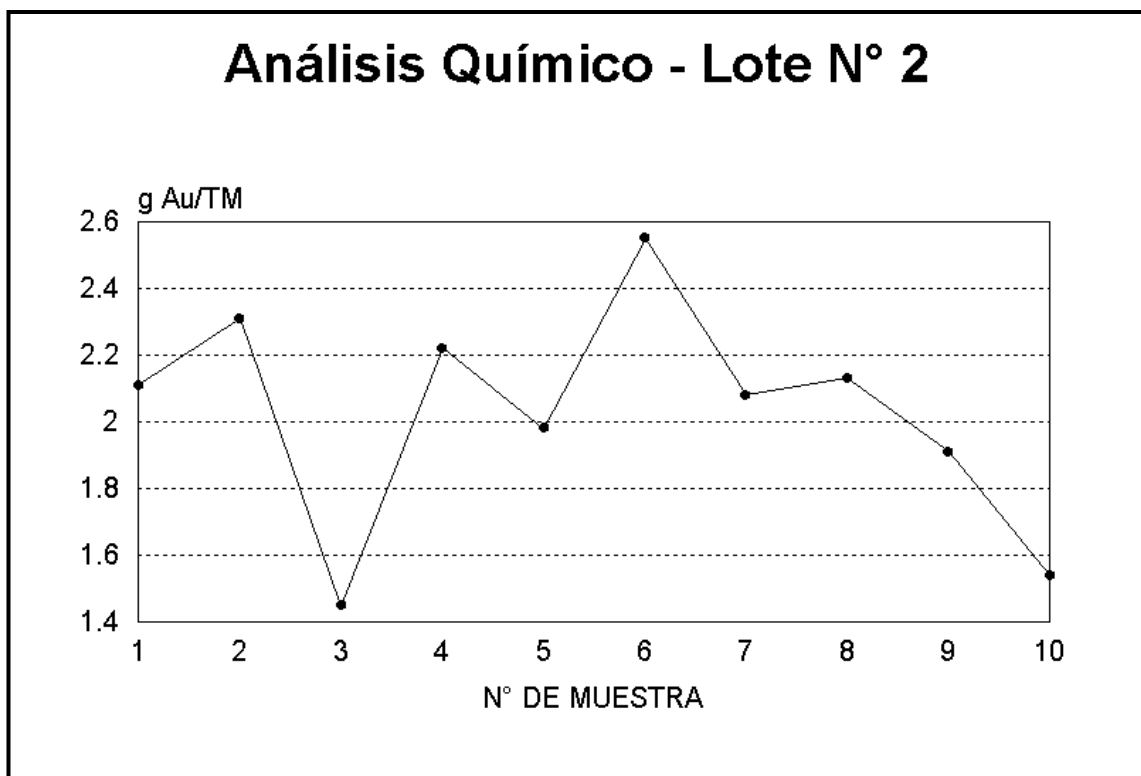
Asumiendo una población normal, deseamos conocer si una muestra al azar podría provenir de dicha población con una media estimada, para este caso se calcula el valor de t student y si este valor es mayor que el valor del t student de tablas, se rechaza la hipótesis

El valor de t – student de tablas para $p = 0.95$ y 9 grados de libertad es de 1.833 (se supone un nivel de 10% de significancia). Como el valor del $t_{(\text{calculado})} = 1.9991$ es mayor que el valor del $t_{(\text{tablas})} = 1.833$, se puede indicar que la media calculada es significativamente diferente del valor estimado. Usando un nivel de 10% de significancia, la probabilidad de error del tipo I (rechazar una hipótesis que es verdadera) no será mayor de 0.10.

Esto es, hay un riesgo máximo de 10% en rechazar la hipótesis de que la media calculada sea igual a 2.000, si la hipótesis es realmente verdadera.

Lote No. 2

Muestra	Mineral de Cabeza Au g/TM
1	2.11
2	2.31
3	1.45
4	2.22
5	1.98
6	2.55
7	2.08
8	2.13
9	1.91
10	1.54



Media de las muestras:	2.028
Numero de muestras:	10
Varianza:	0.1108
Desviación estándar:	0.3329
Desviación estándar de media estimada:	0.1053
Grados de libertad:	9
Media asumida:	2.0000

La hipótesis planteada es que la media calculada a partir de los datos de las muestras obtenidas es igual a la media asumida de 2.000 g de Au/TM, la cual debe de ser planteada como valor de la ley de cabeza.

Luego, calculando el valor de t – student a partir de los datos:

$$t_{(\text{calculado})} = (X_{(\text{asumido})} - X_{(\text{calculado})}) / \text{desviación estándar de media asumida}$$

$$t_{(\text{calculado})} = -0.2660$$

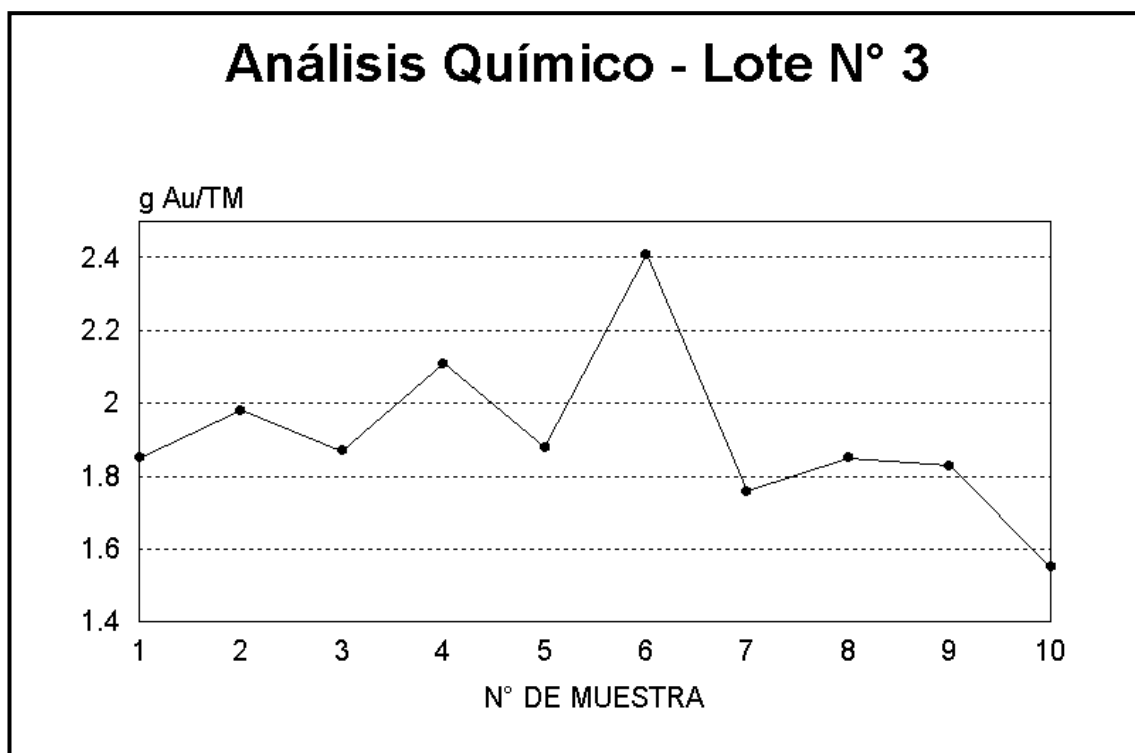
Asumiendo una población normal, deseamos conocer si una muestra al azar podría provenir de dicha población con una media estimada, para este caso se calcula el valor de t student y si este valor es menor o igual que el negativo del valor del t student de tablas, se rechaza la hipótesis

El valor de t – student de tablas para $p = 0.95$ y 9 grados de libertad es de 1.833 (se supone un nivel de 10% de significancia). Como el valor del $t_{(\text{calculado})} = -0.2660$ es mayor que el valor del $t_{(\text{tablas})} = -1.833$, se puede indicar que la media calculada no es significativamente diferente del valor estimado. Usando un nivel de 10% de significancia, la probabilidad de error del tipo I (rechazar una hipótesis que es verdadera) no será mayor de 0.10. Esto es, hay un riesgo máximo de 10% en rechazar la hipótesis de

que la media calculada sea igual a 2.000, si la hipótesis es realmente verdadera.

Lote No. 3

Muestra	Mineral de Cabeza Au g/TM
1	1.85
2	1.98
3	1.87
4	2.11
5	1.88
6	2.41
7	1.76
8	1.85
9	1.83
10	1.55



Media de las muestras:	1.909
Numero de muestras:	10
Varianza:	0.0515
Desviación estándar:	0.2268
Desviación estándar de media estimada:	0.0717
Grados de libertad:	9
Media asumida:	2.0000

La hipótesis planteada es que la media calculada a partir de los datos de las muestras obtenidas es igual a la media asumida de 2.000 g de Au/TM, la cual debe de ser planteada como valor de la ley de cabeza.

Luego, calculando el valor de t – student a partir de los datos:

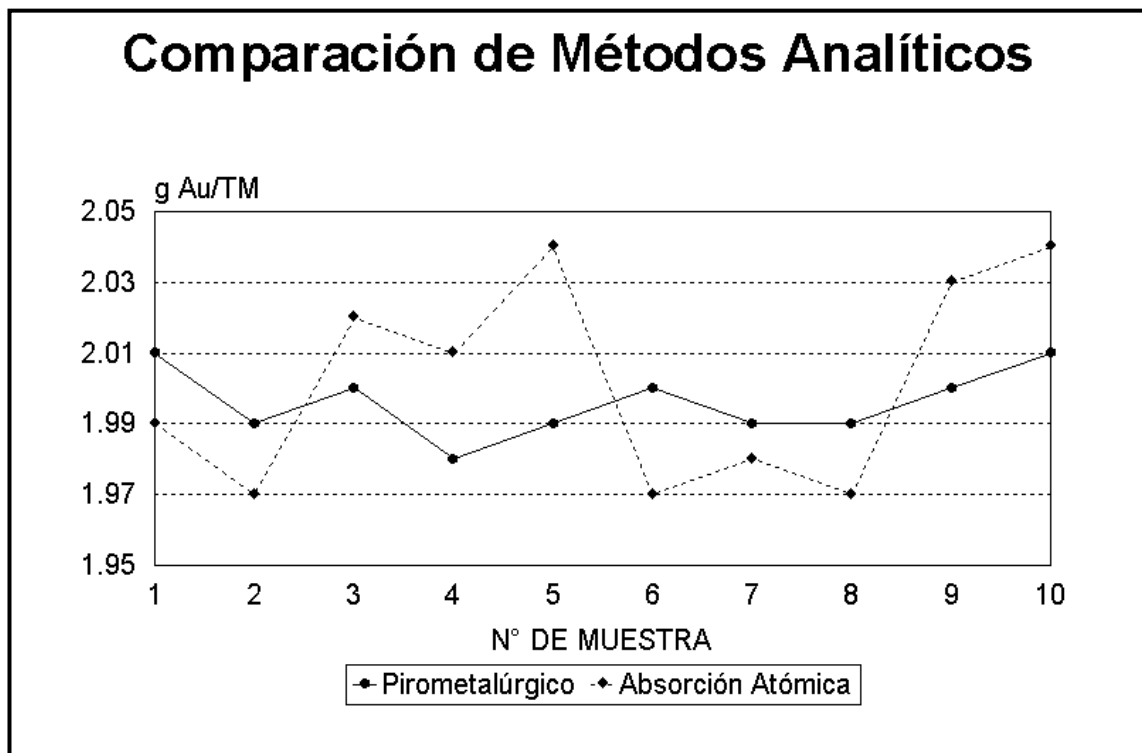
$$t_{(\text{calculado})} = (X_{(\text{asumido})} - X_{(\text{calculado})}) / \text{desviación estándar de media asumida}$$

$$t_{(\text{calculado})} = 1.2686$$

El valor de t – student de tablas para 90% de significancia y 9 grados de libertad es de 1.833 (5% a cada lado de la curva de distribución normal). Como el valor del $t_{(\text{calculado})} = 1.2686$ es menor que el valor del $t_{(\text{tablas})} = 1.833$, se puede indicar que la media calculada no es significativamente diferente del valor estimado.

3.3.2 Determinación de la precisión del método de análisis

Método Pirometalúrgico	Método por Absorción Atómica
2.01	1.99
1.99	1.97
2.00	2.02
1.98	2.01
1.99	2.04
2.00	1.97
1.99	1.98
1.99	1.97
2.00	2.03
2.01	2.04



Promedio Método Pirometalúrgico:	1.996
Promedio Método por Absorción Atómica:	2.002
Varianza Método Pirometalúrgico:	9.3333E-05
Varianza Método por Absorción Atómica:	0.00086222

La hipótesis consiste en demostrar cual de los dos métodos es más preciso (menos varianza), para el efecto se determina el valor del F estadístico, que está dado por:

$$F_{(\text{calculado})} = \text{Varianza}_{(\text{Abs. Atómica})} / \text{Varianza}_{(\text{Pirometalúrgica})}$$

$$F_{(\text{calculado})} = 9.2381$$

Se determina el F en tablas, el cual para un nivel de 95% de significancia y 9 grados de libertad tanto en el numerador como en el denominador el valor es de 3.18. Si $F_{(\text{calculado})}$ es mayor que el $F_{(\text{tablas})}$, se rechaza la hipótesis. En nuestro caso $F_{(\text{calculado})} = 9.2381$ el cual es mayor que $F_{(\text{tablas})} = 3.18$, en tal sentido podemos afirmar con un 95% de nivel de significancia que el método por absorción atómica es menos preciso que el método pirometalúrgico.

Discusión Final

De los resultados obtenidos con las pruebas estadísticas aplicando en primer lugar solamente al proceso pirometalúrgico, sobre tres lotes de muestras podemos concluir que la ley para estos lotes es de 2 g Au / TM de mineral, indicando que en el primer lote se obtuvo una conclusión estadística en la cual se rechaza la hipótesis, esto posiblemente debido a

un mal muestreo, en los dos lotes siguientes se tomaron las precauciones respectivas y se demostró que el método pirometalúrgico es eficiente.

Con la finalidad de demostrar la precisión del método de análisis pirometalúrgico aplicando correctamente los parámetros operativos, se procedió a realizar análisis paralelos entre dos grupos de muestras, uno para ser probado con el método pirometalúrgico y otro con el método de espectrofotometría de absorción atómica. Realizando el análisis estadístico concluimos que el método pirometalúrgico es más preciso que el método por espectrofotometría por absorción atómica, debido a que la variación de los resultados del primer método es menor que en el caso del segundo, lo cual es demostrado mediante la prueba de inferencia estadística.

CONCLUSIONES

1. Se han estudiado las características de los procesos analíticos químicos de determinación cuantitativa del oro, con fines de cuantificación metalúrgica.
2. Se han analizado los parámetros operativos desde el punto de vista experimental los cuales influyen en el procesamiento pirometalúrgico del oro.
3. Se ha establecido una metodología estadística mejorada u optimizada para tener la confiabilidad en los resultados de los análisis químicos con objetivos de aplicación metalúrgica.
4. Se han determinado los parámetros en el proceso analítico químico cuantitativo empleando el nitrato de potasio por vía pirometalúrgica desde el punto de vista de sistematización de tal forma que ha servido para optimizar estadísticamente dicho control para beneficio de la Empresa Minera Chancadora Centauro S.A.C.

RECOMENDACIONES

1. El oro al ser un metal valioso, requiere un control analítico muy preciso y confiable, en tal sentido se recomienda a los investigadores, tanto estudiantes como profesores utilizar las herramientas estadísticas para garantizar científicamente la validez de los resultados.
2. Se debe proponer el uso de los instrumentos estadísticos, para determinar la validez de los diferentes resultados obtenidos en laboratorio químico y metalúrgico.
3. En función a los resultados experimentales se puede deducir que se puede seguir optimizando, los métodos de análisis químicos mejorando otras técnicas inclusive en los métodos por instrumentación, recomendándose el empleo de diseños estadísticos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Vogel, Arthur. QUÍMICA ANALÍTICA CUANTITATIVA VOL I Y II, Ed. Kapelutz, 1980
2. Koltoff, I. M. Y Sandell, E, B. TEXTBOOK OF QUANTITATIVE INORGANIC ANÁLISIS, 1990
3. Dana, Hulburt; "MANUAL DE MINERALOGIA", Editorial Reverté, S.A., Barcelona, España, 1965
4. Ayres, G. ANÁLISIS QUÍMICO CUANTITATIVO, Editorial Harla, México, 1970
5. Hamilton, L. CÁLCULOS DE QUÍMICA ANALÍTICA. McGraw – Hill. México, 1988
6. ROSENQVIST, T., "FUNDAMENTOS DE LA METALURGIA EXTRACTIVA" Editorial Limusa S.A: México 1987.
7. JHON L. BRAY "METALURGIA EXTRACTIVA DE LOS METALES NO FERROSOS". Editorial Interciencia Costanilla de los Ángeles 15 de Madrid, 1982
8. NEWTON J. JOHN, W. "METALURGIA EXTRACTIVA", 3ra. Edición Sons Inc. New York, 1979

9. BURROUGHS G., CHARLES; "METALURGIA EXTRACTIVA NO FERROSA" Editorial LIMUSA, México, 1989
10. Misari Ch., Fidel; "METALURGIA DEL ORO", CEPECT, Lima - Perú, 1993, Tomo I y II.
11. Mundo Minero, "ORO, TRATAMIENTO DE LOS MINERALES DE ORO" Separata del Periódico Mundo Minero, Lima, Perú.