

# Determinación de Au y Ag

## DOCIMASIA – FIRE ASSAY

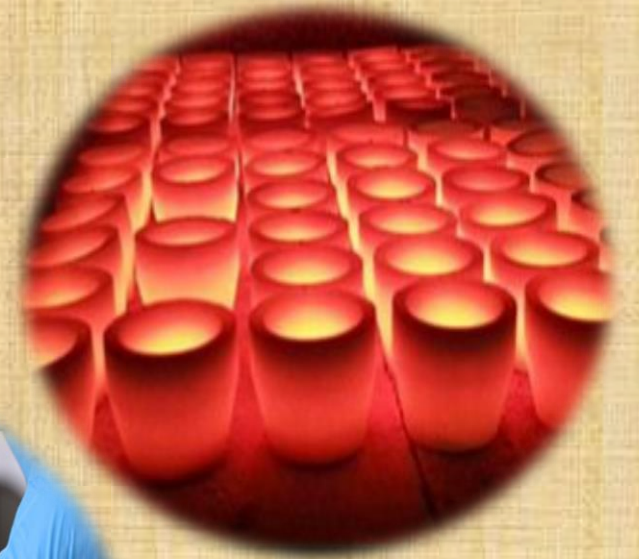
- METALURGIA
- PRÁCTICAS PROFESIONALIZANTES
- MET. Y TEC. DE LABORATORIO

COLEGIO DEL PRADO  
Prof. GASPAR, R. Franklin  
Año: 2.024

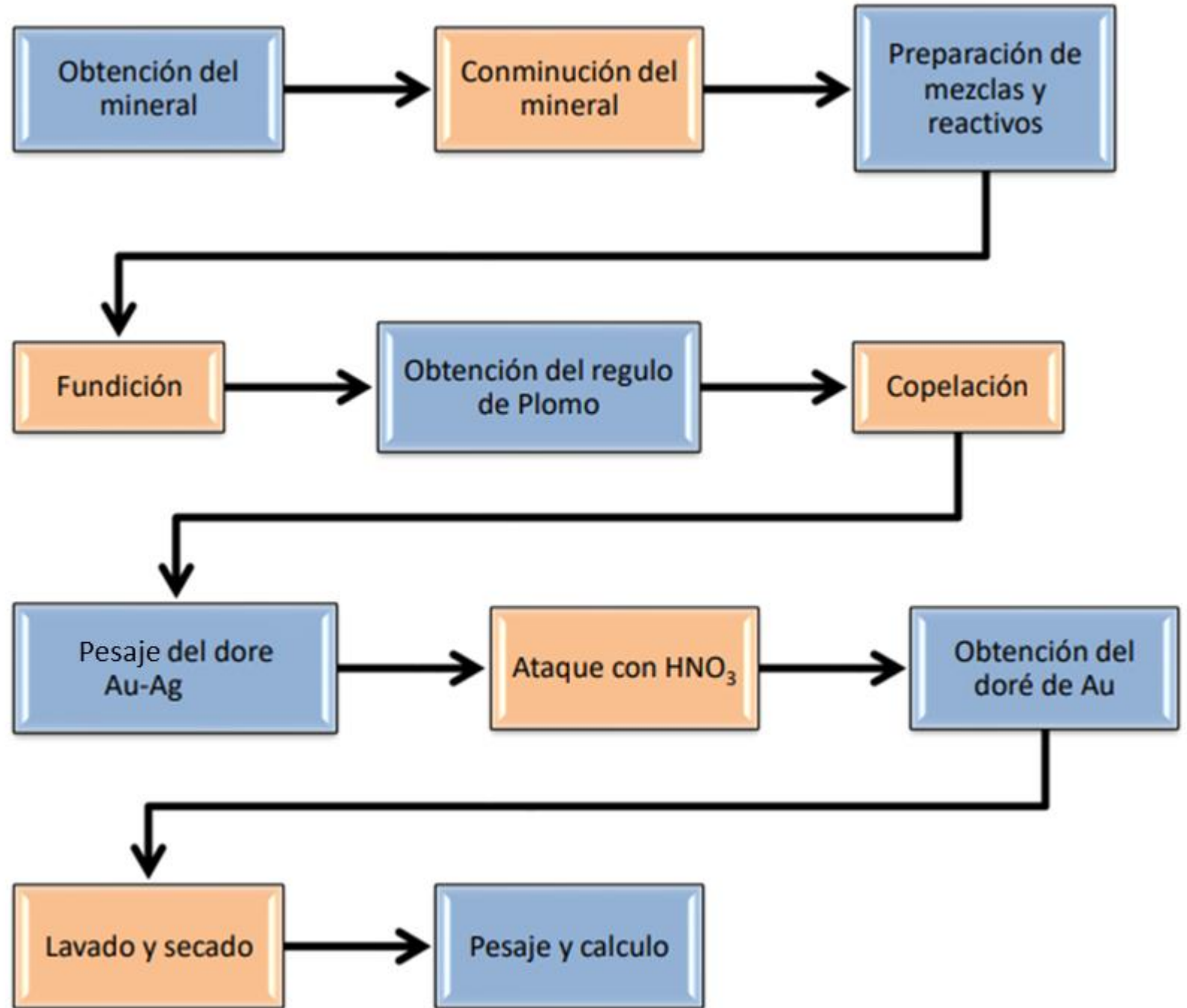
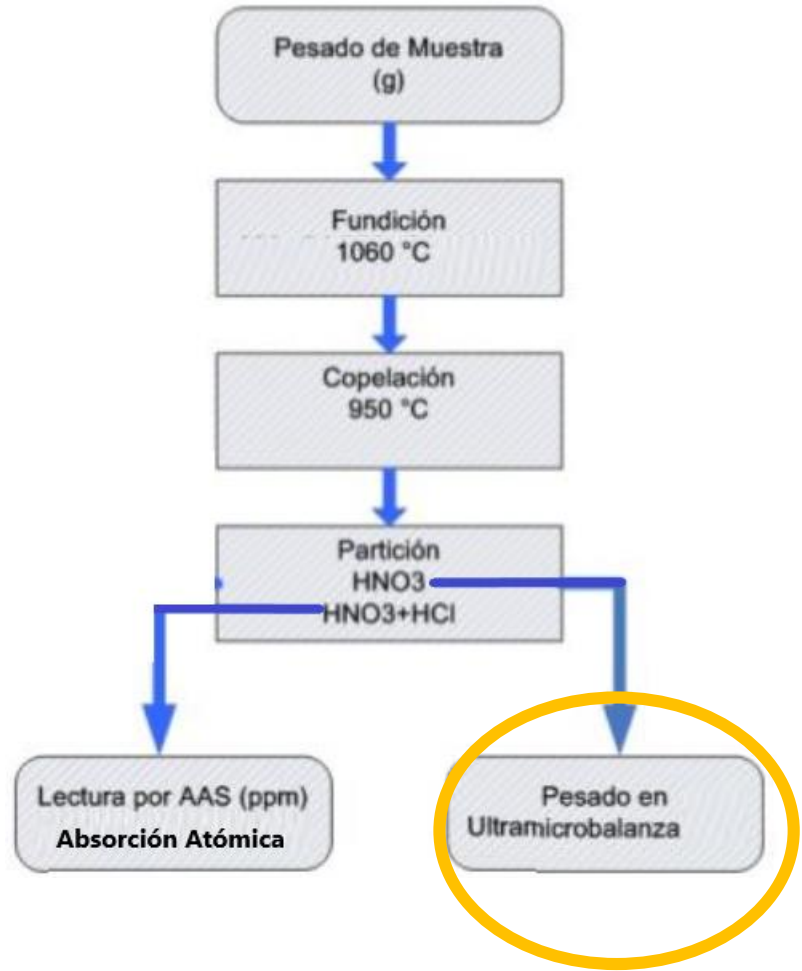
# INTRODUCCIÓN

“Docimasia”, “Fire Assay”, “Ensayo a Fuego”, o “Ensayo por Vía Seca” son la denominación que se le da, a la **técnica** que permite determinar la cantidad de **Au** y **Ag** en **minerales** y en **productos de planta (concentrados y colas)**, entre otros.

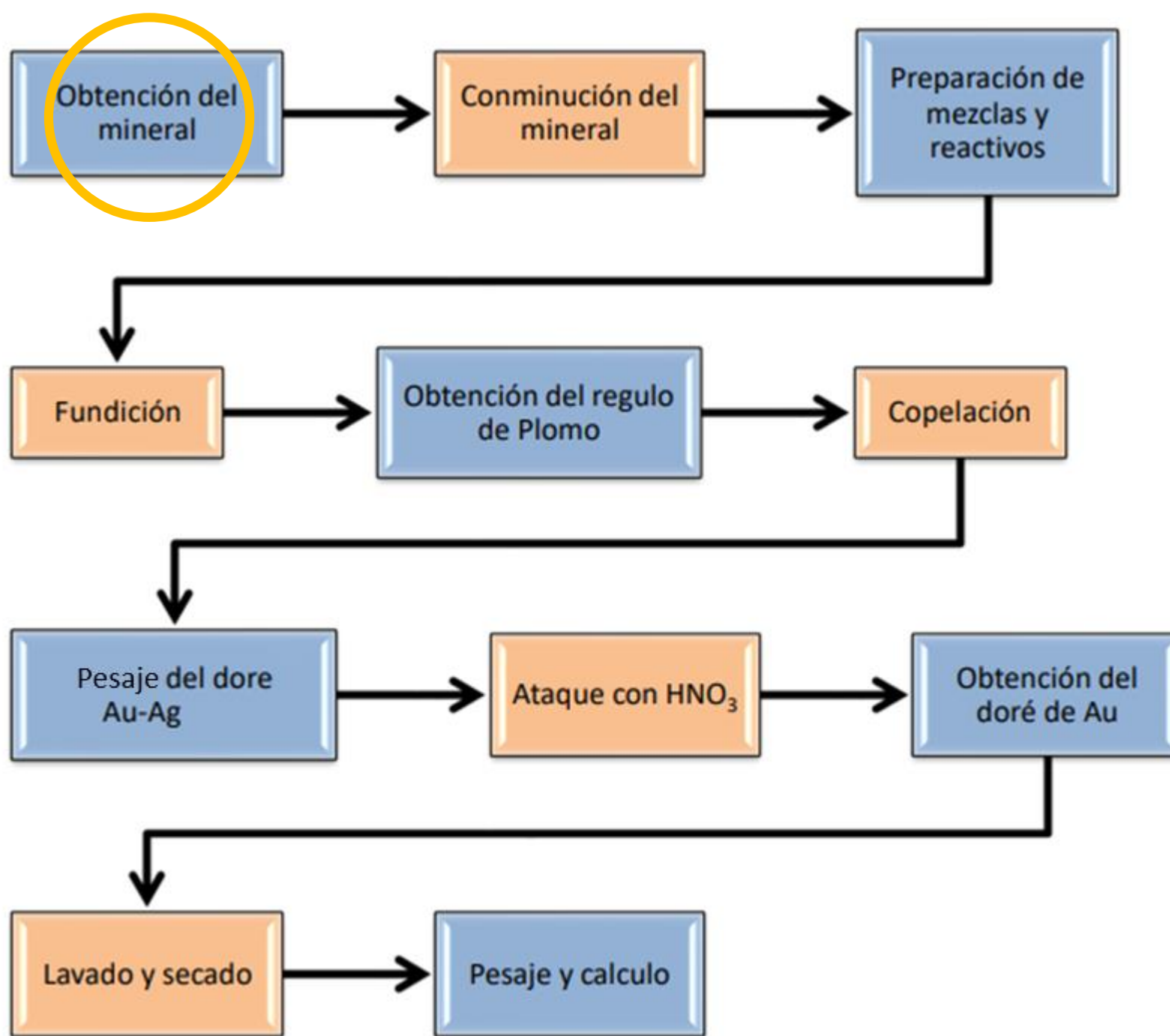
Esta técnica a perdurado a través del tiempo y aun habiéndose realizado esfuerzos destinados a desarrollar nuevos métodos de análisis, los procesos para la determinación de **Au** y **Ag** están **basados aún** en las técnicas tradicionales de **ensayo por fundición**.



# Análisis de Oro y Plata







## ¿Que Muestras se pueden Analizar?

- Cabeza de minerales de oro (Oxidados y Sulfurados).
- Concentrados de minerales de oro (Oxidados y Sulfurados).
- Relaves de minerales de oro (Oxidados y Sulfurados).
- Oro en bullones.
- Mineral de oro de exploraciones y desarrollo.



PIRITA



ÓXIDOS (Fe y Mn)



Cuarzo





# LABORATORIO FÍSICO



## RECEPCIÓN DE MUESTRAS

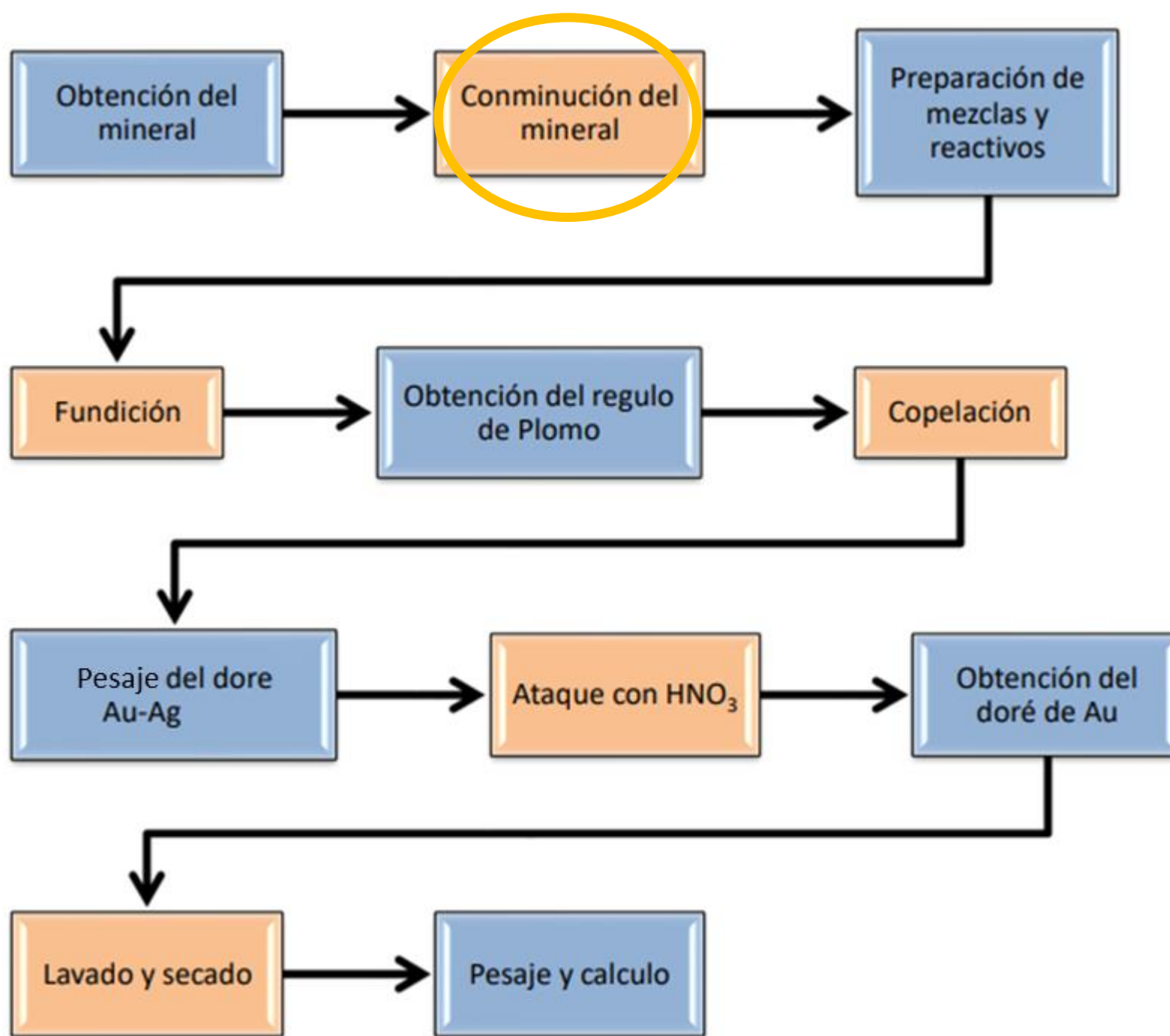


# SECADO



Las **muestras** cargadas en **bandejas**, se introducen a un horno de secado, a una **temperatura** de unos **100°C ( $\pm 5^{\circ}\text{C}$ )**, hasta **peso contante**, las muestras en el horno se deben cargar siguiendo un orden: “**de menor a mayor**”; “**de izquierda a derecha**”; “**de adelante hacia atrás**”; “**de arriba hacia abajo**”.









## TRITURACIÓN PRIMARIA



## TRITURACIÓN SECUNDARIA



**Objetivo:**  
**Liberar especies minerales de interés de la ganga.**  
El Au y la Ag se liberan en tamaño del orden de los micrones, generalmente **100% -140# (105 µm).**



# CUARTEO

Consiste en **dividir** la muestra de una forma lo más **representativa posible**, para ello se introduce la muestra en una **tolva** y por medio de **vibración** comienza a caer sobre una especie de **platos metálicos** los cuales **giran constantemente**, y una vez finalizado, se deben retirar **porciones opuestas** y enviarlas al **pulverizador**; el resto se introduce en la **bolsa** perfectamente identificada y esta será almacenada como **contramuestra**.

Objetivo:

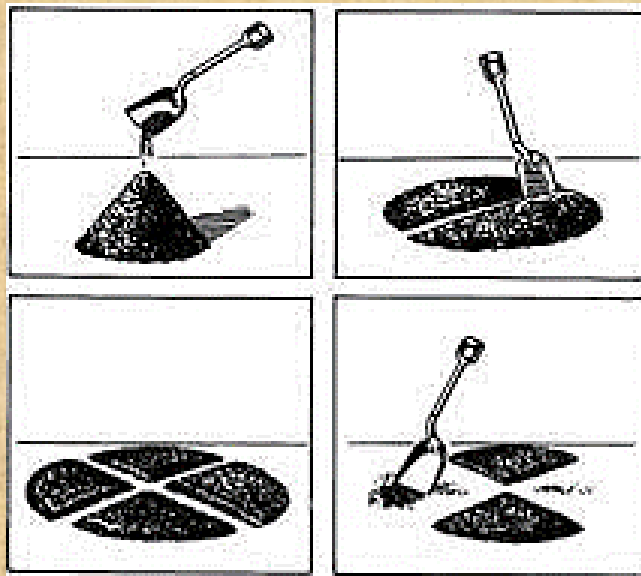
**BUSCAR LA REPRESENTATIVIDAD  
DE LA MUESTRA.**





# OTRAS FORMAS DE CUARTEO

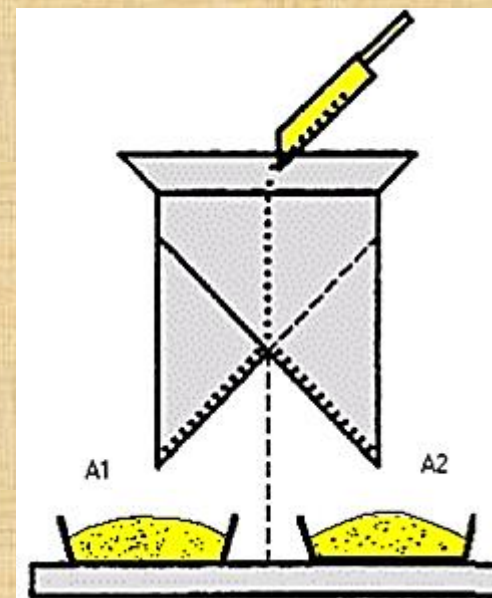
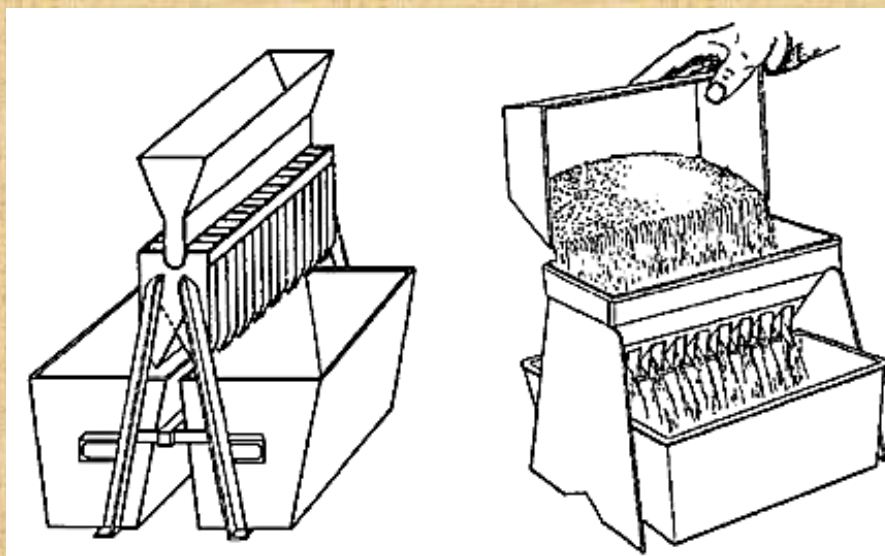
MÉTODO MANUAL



Objetivo:  
BUSCAR LA REPRESENTATIVIDAD  
DE LA MUESTRA.



MÉTODO MECÁNICO

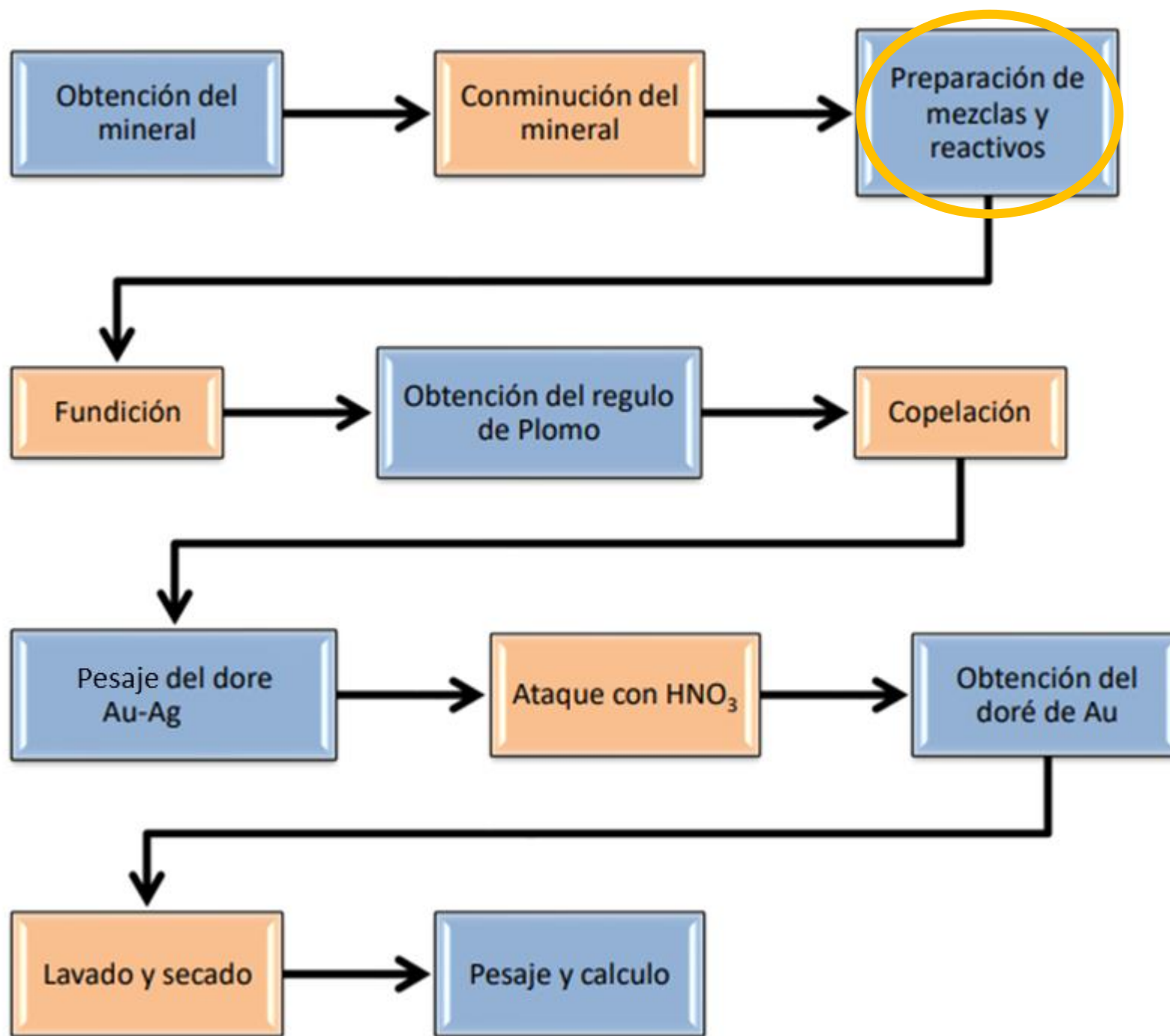


# PULVERIZACIÓN



El **pulverizado** de la muestra es el paso final de la reducción de tamaño, para ello se introduce la muestra **previamente cuarteada** en la olla pulverizadora con el tejo pulverizador. **La muestra que ingresa con un 90% -10#, y se reduce hasta obtener un producto pasante de un 98% -140#.**





# FUNDENTES

A fin de lograr que la carga se pueda fundir, a **una temperatura conveniente** para separarla del producto metálico, hay que añadir sustancias a tal propósito. Estos productos se denominan **flujos o fundentes**. Estos al combinarse con la **ganga**, forman compuestos llamadas **escorias**.

## Funciones

- **Disminución del punto de fusión de la carga**
- **Formación de la escoria**
- **Protección del baño**

## Tipos

- **Fundentes oxidantes.**
- **Fundentes reductores**
- **Fundentes neutros**

### **Fundentes Básicos**

- Carbonato de sodio
- Carbonato de calcio

### **Fundentes Ácidos**

- Sílice
- Bórax
- Fluorita.

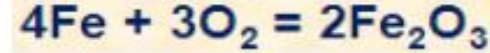
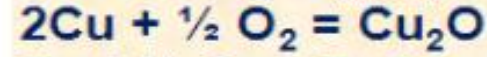
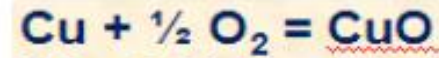
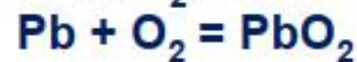


## QUIMICA DE LA FUNDICION DEL ORO

Los primeros cambios químicos que se producen durante la fundición dentro del Horno de Inducción se deben al efecto del calor (Q), con el cual se origina la descomposición de los fundentes oxidantes que son el Carbonato y el Nitrato de Sodio:

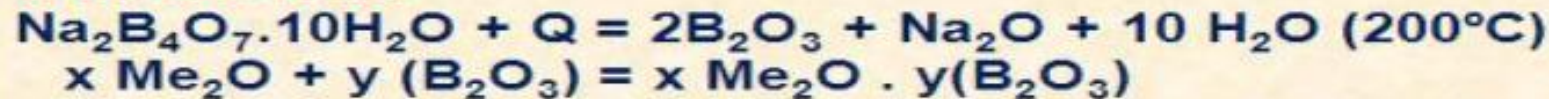


Con la presencia del Oxígeno proveniente de la descomposición de los fundentes oxidantes, se inicia la oxidación de los metales base (que están en la carga como impurezas) según las reacciones:

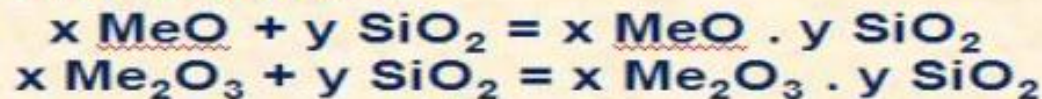


Como última etapa se forman los Boratos y Silicatos, al reaccionar químicamente el Bórax y la Sílice con los óxidos de los metales básicos antes mencionados:

**Con el Bórax:**

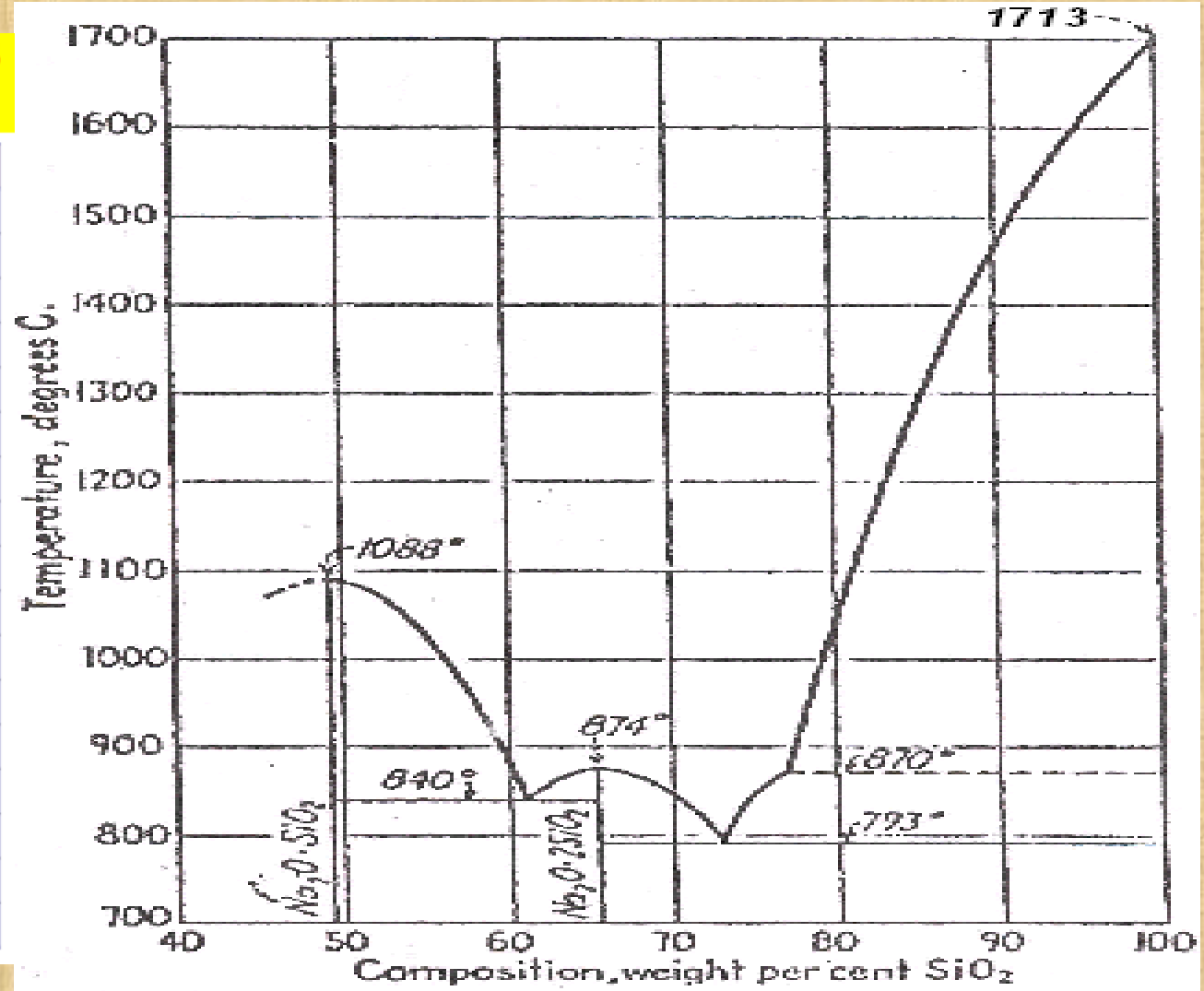


**Con la Sílice:**



**PUNTOS DE FUSION –EBULLICION DE ELEMENTOS Y COMPUESTOS  
FUNDICION DE ORO**

Metal / Mineral	Punto de Fusión °C	Punto de Ebullición °C
Au	1 064	2 808
Ag	961	2 210
Pt	1 769	4 530
Hg	-38.9	357
Zn	420	907
Pb	327	1 744
Cu	1 083	2 595
<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>1 723</b>	<b>2 230</b>
Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O	750	--
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	851	--
Na <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>	271	--
CaF <sub>2</sub>	1 403	2 500
ZnO	1 975	--
Ag <sub>2</sub> O	230	--
PbO	886	--
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 072	2 980
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 565	--





- **Bórax:** El Borato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), es un excelente solvente de metales básicos. El Bórax se funde a  $750^\circ\text{C}$ , lo cual baja el punto de fusión para todas las escorias
- **Sílice:** El Dióxido de Silicio ( $\text{SiO}_2$ ) es añadido a la carga para balancear el contenido básico (cáustico) de la escoria y producir una **escoria borosilicatada**



- **Nitrato de Sodio:** ( $\text{NaNO}_3$ ) o de potasio es añadido para oxidar los metales básicos en la carga. Este es un agente oxidante muy poderoso cuyo punto de fusión es de  $270^\circ\text{C}$
- **Carbonato de Sodio:** El Carbonato de Sodio ( $\text{NaCO}_3$ ) tiene la misma función que el nitro, pero es menos energética. Además de su función oxidante, provee a la escoria transparencia y fluidez





- **Litargirio (PbO):** Funde en  $883^{\circ}\text{C}$ , oxidante y desulfurizador, se reduce a Pb para coleccionar Au, Ag, Pd, Pt, etc.
- **Fluoruro de Calcio:** Es conocido también como Espato Flúor (Fluorspar) ( $\text{CaF}_2$ ). Este aditivo reduce la viscosidad de la escoria



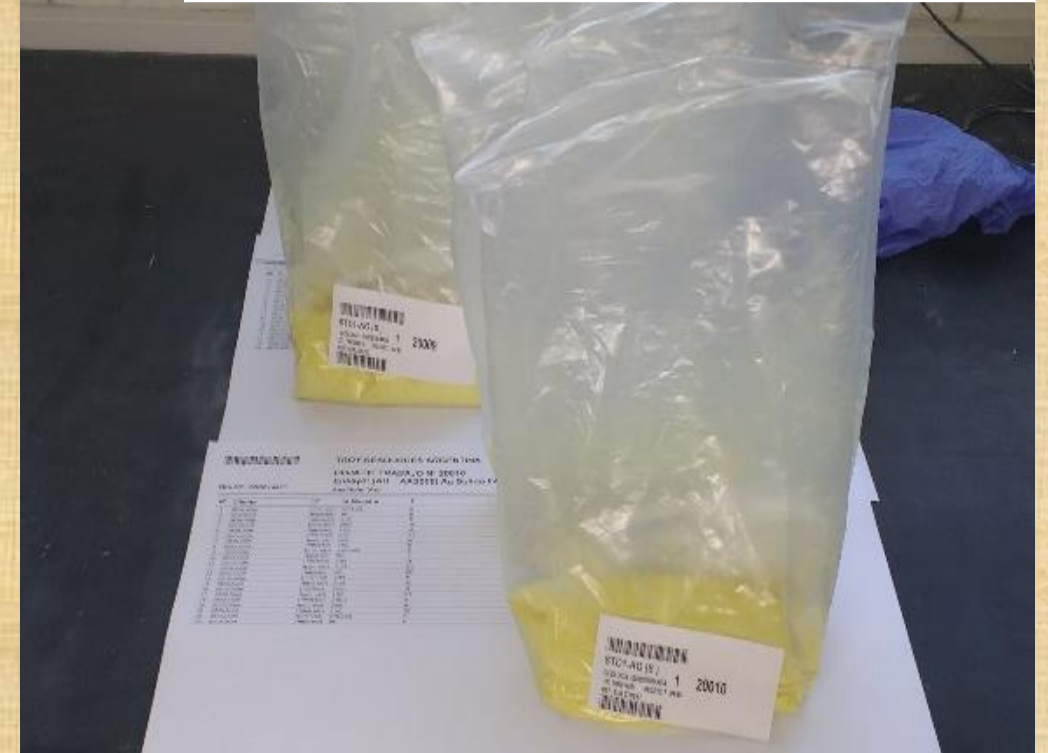
# PESAJE DE MUESTRA

La **muestra** se extrae de su bolsa de origen con mucho cuidado, previamente la bolsa que contiene la muestra debe ser **homogenizada** de manera **envolvente** y **circular**, luego con una cuchara se van tomando la muestra de distintos puntos de la bolsa de manera de lograr obtener una muestra **representativa**.

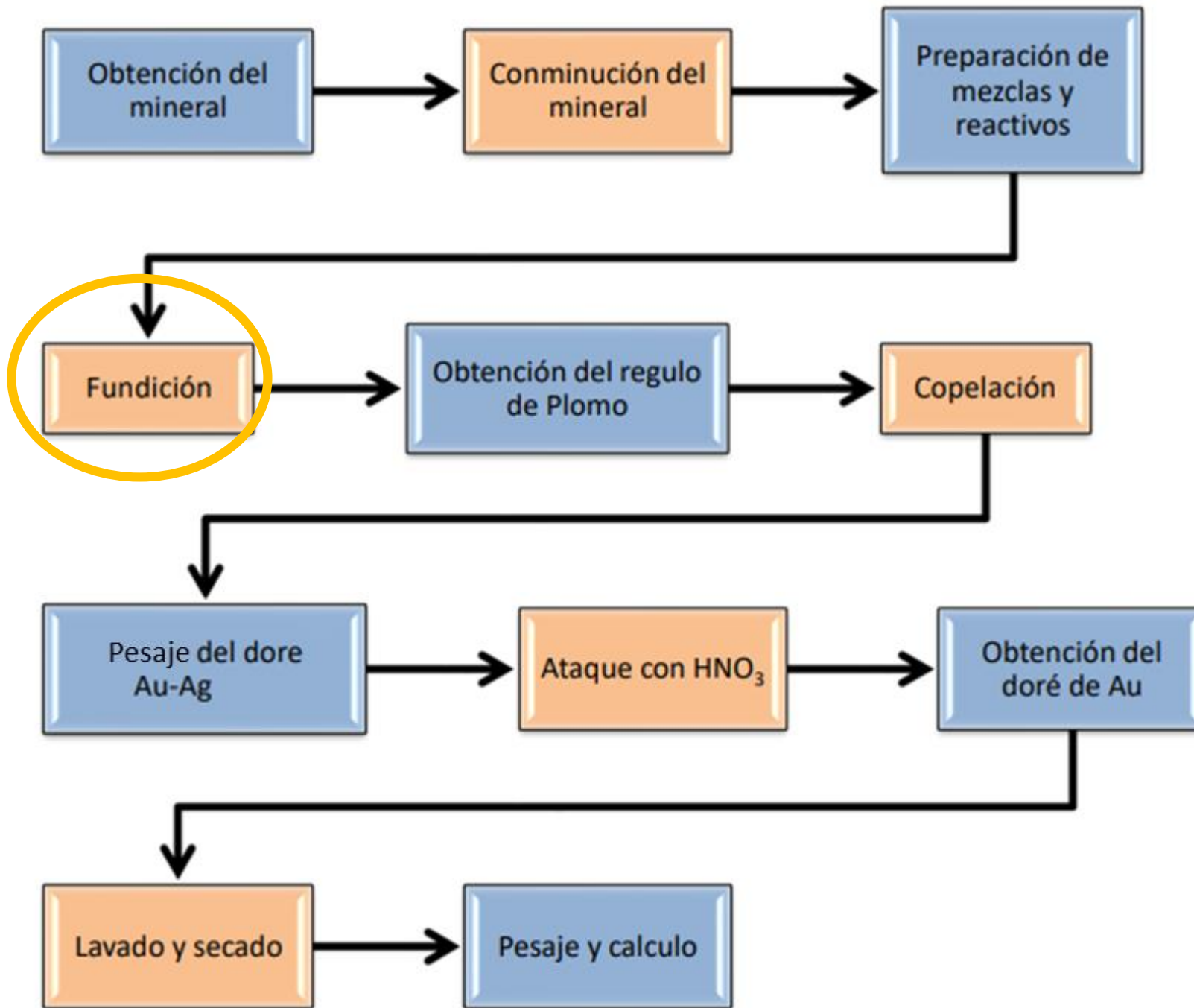
# HOMOGENIZACIÓN DE LA MUESTRA CON EL FUNDENTE

Este paso se realiza para **mezcla** las partículas de fundente con la muestra en proceso, de manera que estén todas las **partículas** de muestra en **contacto** con el **reactivo**.

	Muestra	Fundente
Masa (g)	30 (+- 0,05g)	180 (+- 1g)
Proporción	1	6







# FUNDICIÓN

Su objetivo será obtener a un régulo de plomo (fase metálica), el cual contendrá a los metales de interés, y una fase escoria que contendrá a los elementos que “no” son de interés (impurezas – ganga).



...“de menor a mayor”; “de izquierda a derecha”; “de adelante hacia atrás”...



# FUNDICIÓN



## **PROPIEDADES DE UNA BUENA ESCORIA**

- Bajo punto de fusión
- Baja densidad
- Baja viscosidad
- Alta fluidez
- Alta solubilidad de los óxidos de los metales básicos
- Insolubilidad de los metales preciosos

### **Bajo punto de fusión:**

- Inferior a 1.200 °C, por lo general entre 1.000 y 1.100 °C. Esta condición debe ser cumplida por razones prácticas, en lo que se refiere a los utensilios empleados en el análisis (crisoles, mufla, etc.).

### **Baja viscosidad:**

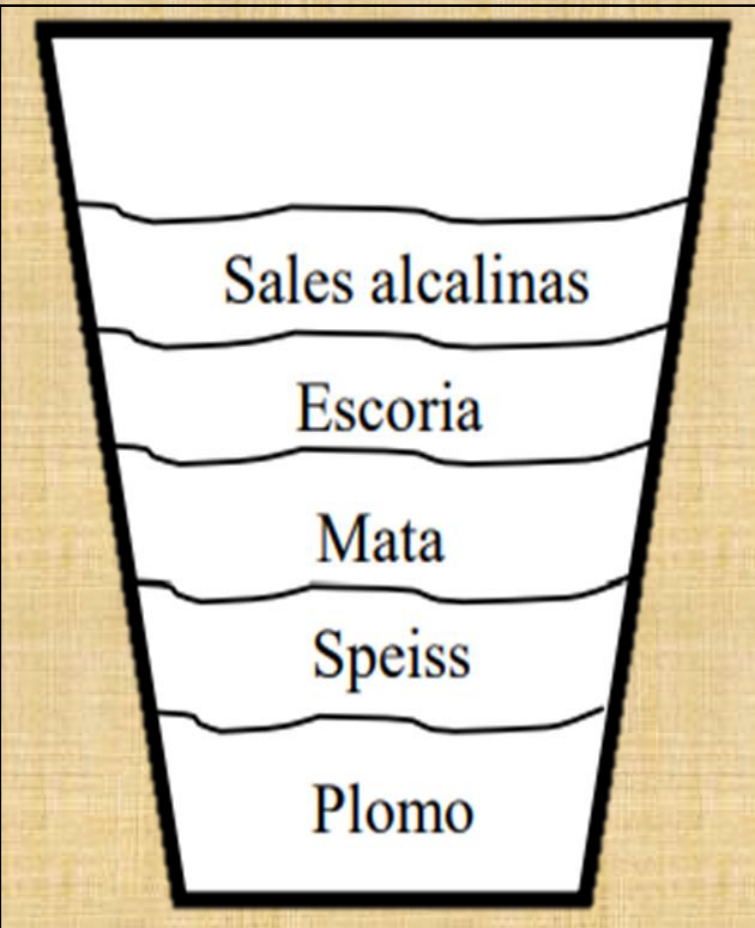
- (alta fluidez): Si una escoria de bajo punto de fusión es viscosa, no es apropiada para el análisis, ya que ella atraparía mecánicamente gotitas de Pb que arrastrarían metales nobles disueltos.

### **Debe ser un buen solvente de las impurezas:**

- Generalmente óxidos metálicos.

### **No debe disolver metales nobles.**





**FASE DE SALES ALCALINAS**

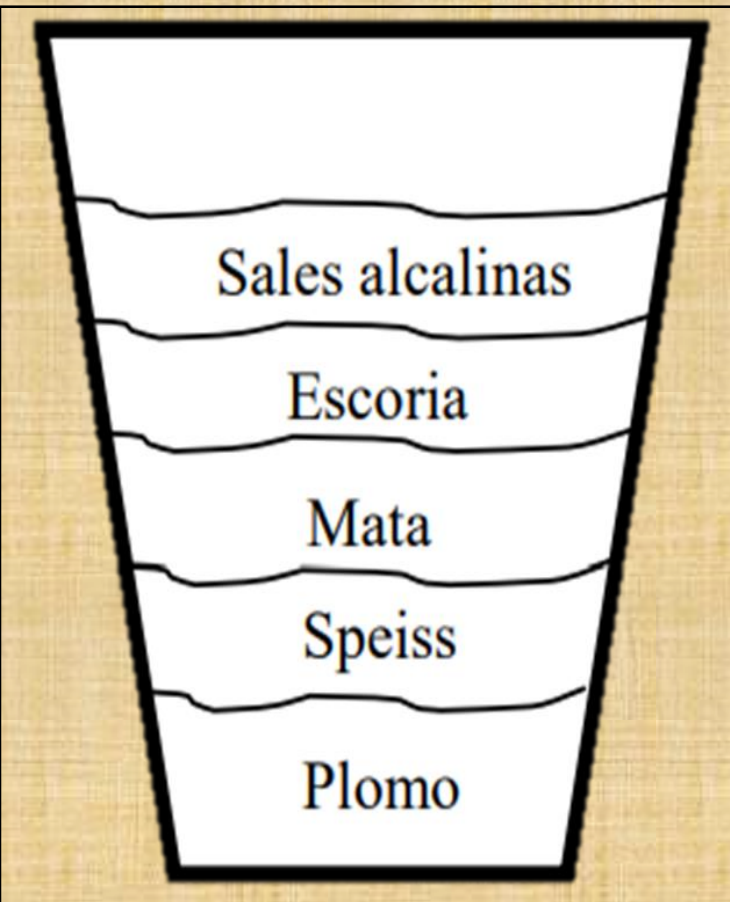
**FASE ESCORIA**

**FASE MATA**

**FASE SPEISS**

**FASE METÁLICA**

Esta **Fase** la más **importante** en el análisis por vía seca debido a que es la encargada de portar los **metales nobles** hasta el final del análisis.



**FASE DE SALES ALCALINAS**

**FASE ESCORIA**

**FASE MATA**

**FASE SPEISS**

Esta Fase de importancia está formada por **arseniuros** y **antimoniuros** de Fe, Ni, Cu, o Pb, y tiene la propiedad de **disolver metales nobles** (Au y Ag). Se forma cuando la cantidad de **As** y **Sb** es relativamente **alta** y no se han tomado las prevenciones para eliminarlas (oxidación) en la etapa previa a la fusión o durante ésta, haciendo pasar sus óxidos a la escoria, con el agregado de suficiente **litargirio** para oxidarlos.

**FASE METÁLICA**





**FASE DE SALES ALCALINAS**

**FASE ESCORIA**

**FASE MATA**

Es la mezcla de **sulfuros metálicos**, en especial de **Cu** y **Fe**. Es insoluble en la **escoria**, pero parcialmente soluble en las fases **metal** y **speiss**. Esta fase disuelve a metales nobles, especialmente **Ag**, difícil de recuperar, también causa problemas en la copelación. El causante principal de su existencia es el **S** de ahí que sea necesario su eliminación. Esto se logra por una **tostación** previa de la mena, pero resulta engorroso el tratamiento. Más práctico es **oxidar** al **S** con ayuda de agentes **oxidantes** (**PbO** y **KNO<sub>3</sub>**) al estado de **Sulfato** (y aparecerá en la fase de sales alcalinas).

**FASE SPEISS**

**FASE METÁLICA**



## FASE DE SALES ALCALINAS

### FASE ESCORIA

Después de la fase metálica, ésta es la de mayor importancia, ya que es la encargada de **disolver** las **impurezas** de la **mena** y los **fundentes** agregados en el proceso. Está formada por **óxidos básicos** y **óxidos ácidos** y compuestos químicos formados entre ellos (por óxidos de Fe, Al, Zn, Na, Pb y Ca) y en la parte ácida, **SiO<sub>2</sub>** principalmente. La parte más abundante dentro del sector **básico** de la **escoria** está formada por **Na<sub>2</sub>O**. Por otro lado en la parte **ácida** no sólo se observará la presencia de **SiO<sub>2</sub>** sino también de **B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**.

### FASE MATA

### FASE SPEISS

### FASE METÁLICA





## FASE DE SALES ALCALINAS

En las fusiones donde están presentes cloruros, sulfatos u otras sales similares, se forma una capa superior, compuesta principalmente por sales de metales alcalinos. La capa de sulfato de sodio que se forma por encima de la escoria en una fusión de un mineral sulfurado, es un ejemplo típico de la fase "sales alcalinas".

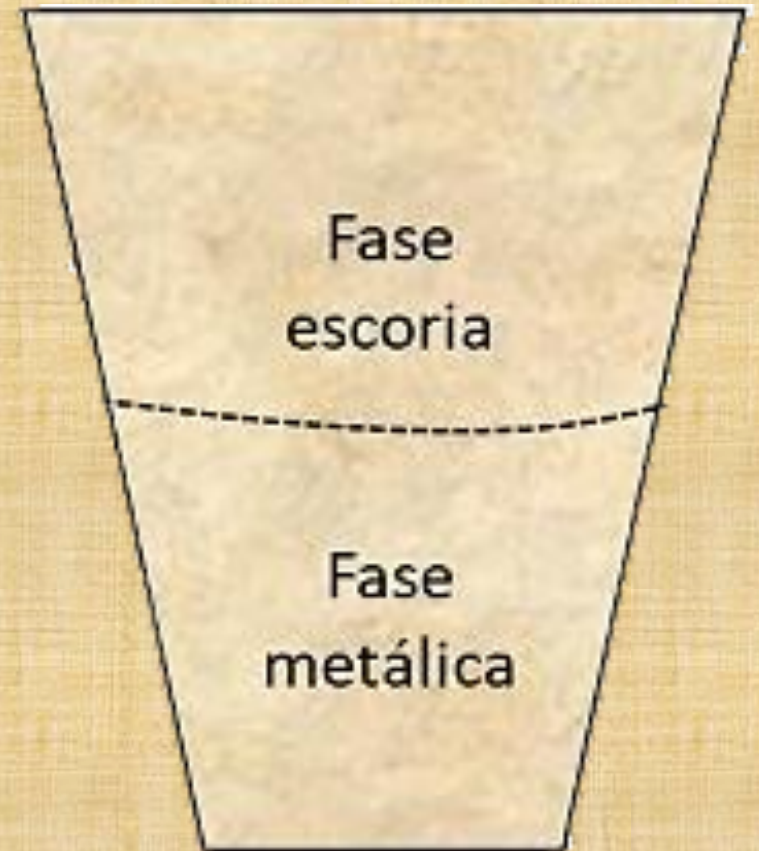
## FASE ESCORIA

## FASE MATA

## FASE SPEISS

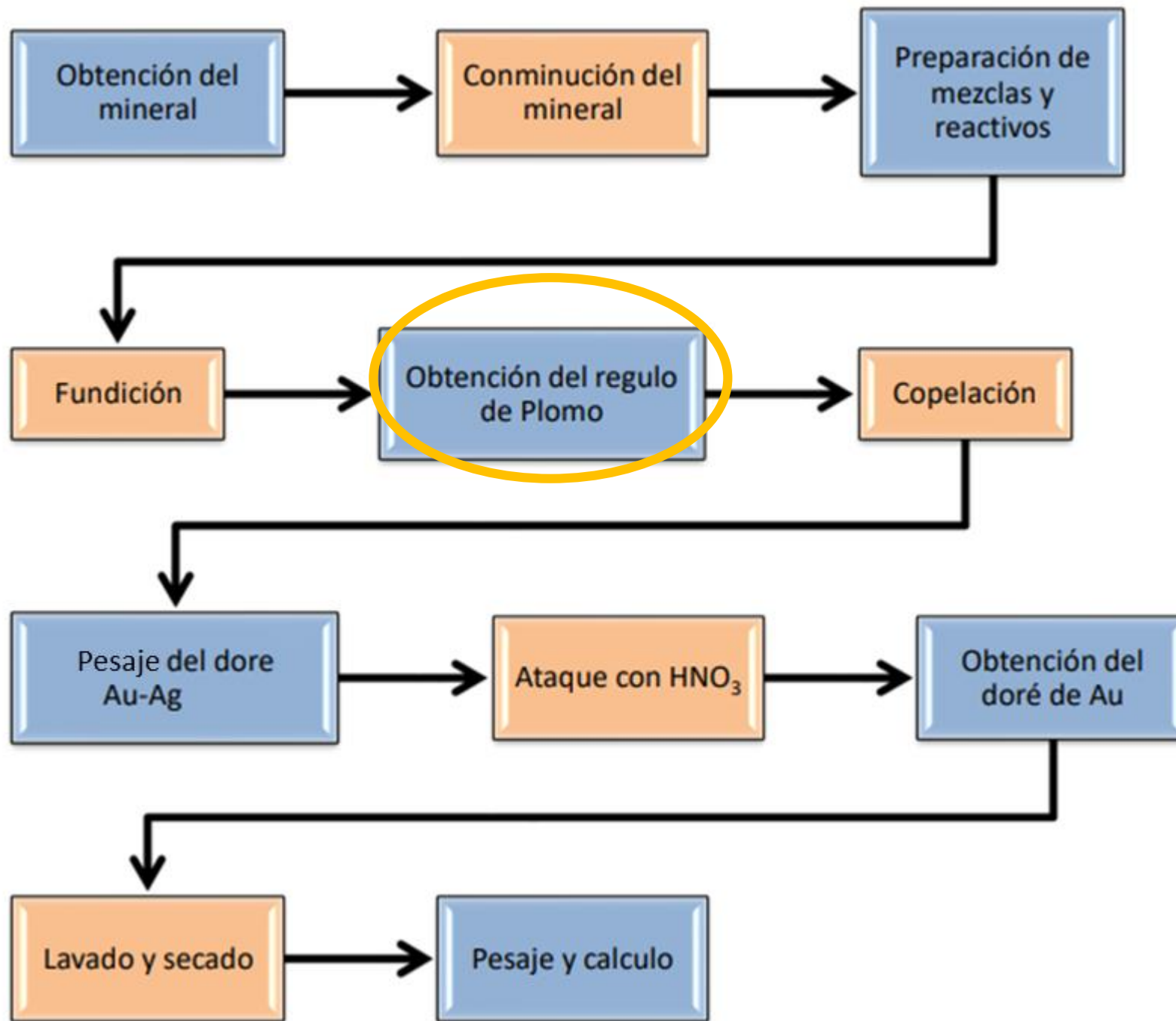
## FASE METÁLICA

# FASES IDEALES

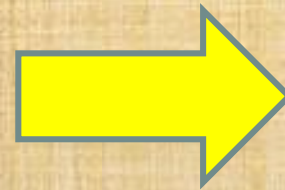
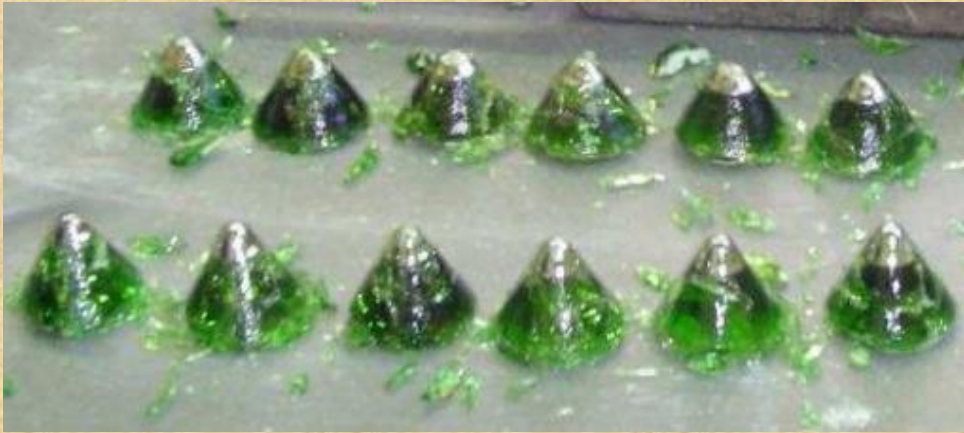


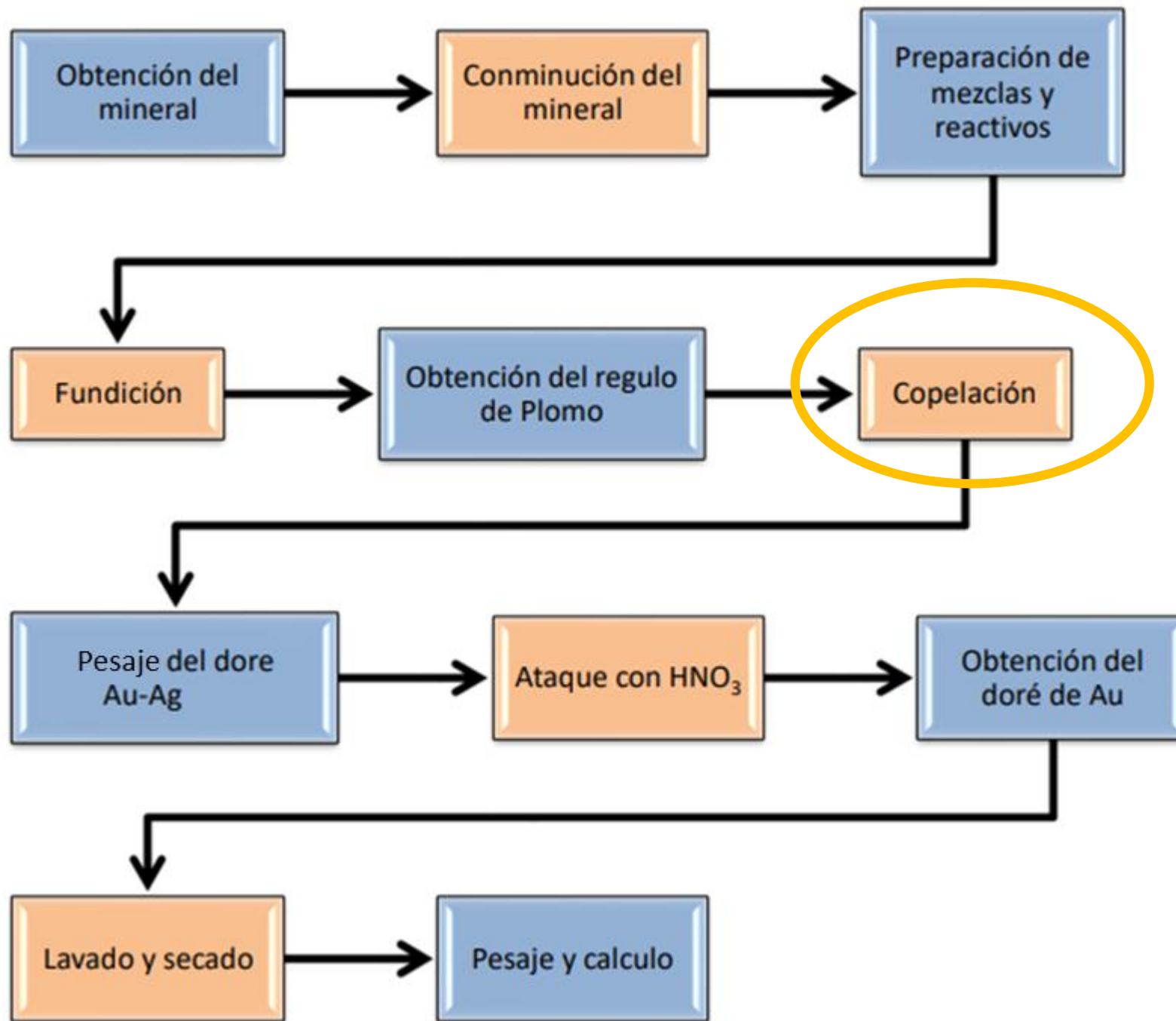














# COPELACIÓN

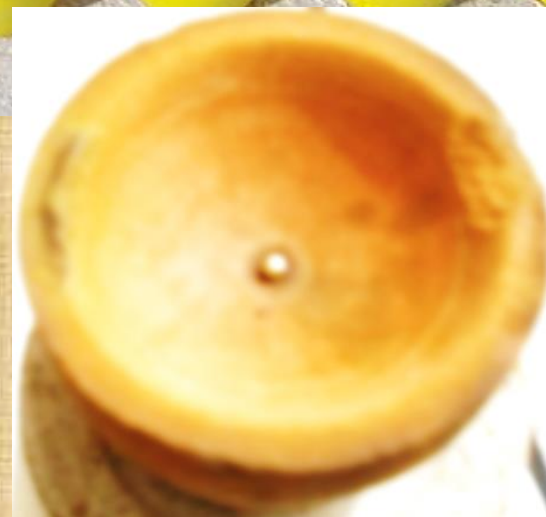
Su **objetivo** fundamental es poder **separar** al **Plomo** de los **metales nobles** aleados en el proceso de fusión. Este proceso consiste en la **Oxidación** del **Pb** a **PbO** y dejar **liberados** los **Metales Nobles** del régulo.

Se lleva a cabo en un **horno de copelación**, donde el **regulo**, con una forma cúbica, se introduce en una **copela** (que puede ser de ceniza de hueso, cemento, magnesia).

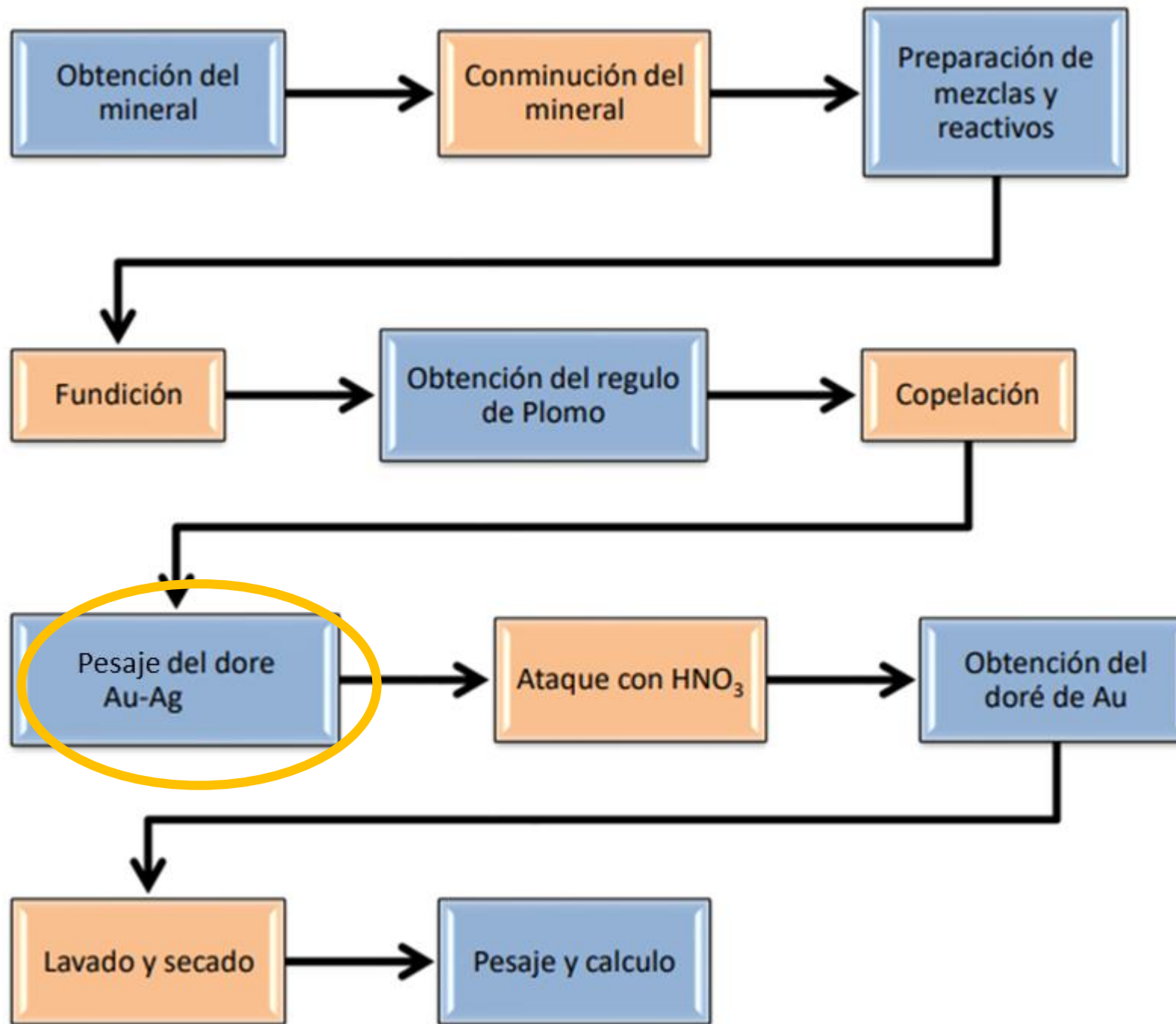


Fondo de horno					
49	50				
43	44	45	46	47 (D26)	STD3-Ag
STD2-Au-D	38	39	40(B)	41	42
31	32 (D16)	33	34	35	36
25	26	27	STD2-Ag	29	30(B)
19	20(B)	21	22	23	24
13(D6)	14	15	16	17	STD1-Au-D
7	8	9	10(B)	11	12
STD1-Ag	2	3	4	5	6
Frente de horno					

# COPELACIÓN







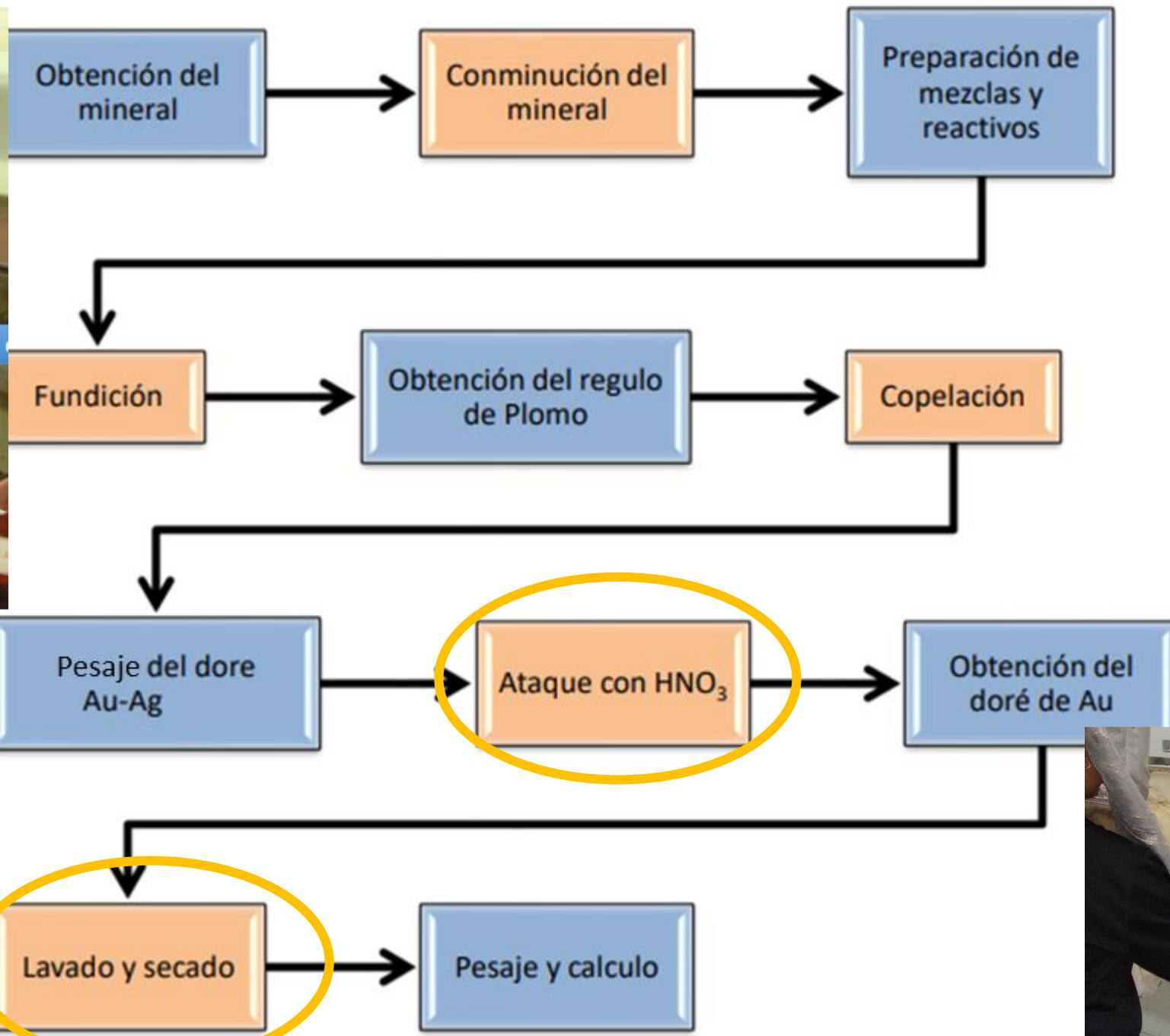
# OBTENCIÓN Y PESADO DEL DORÉ

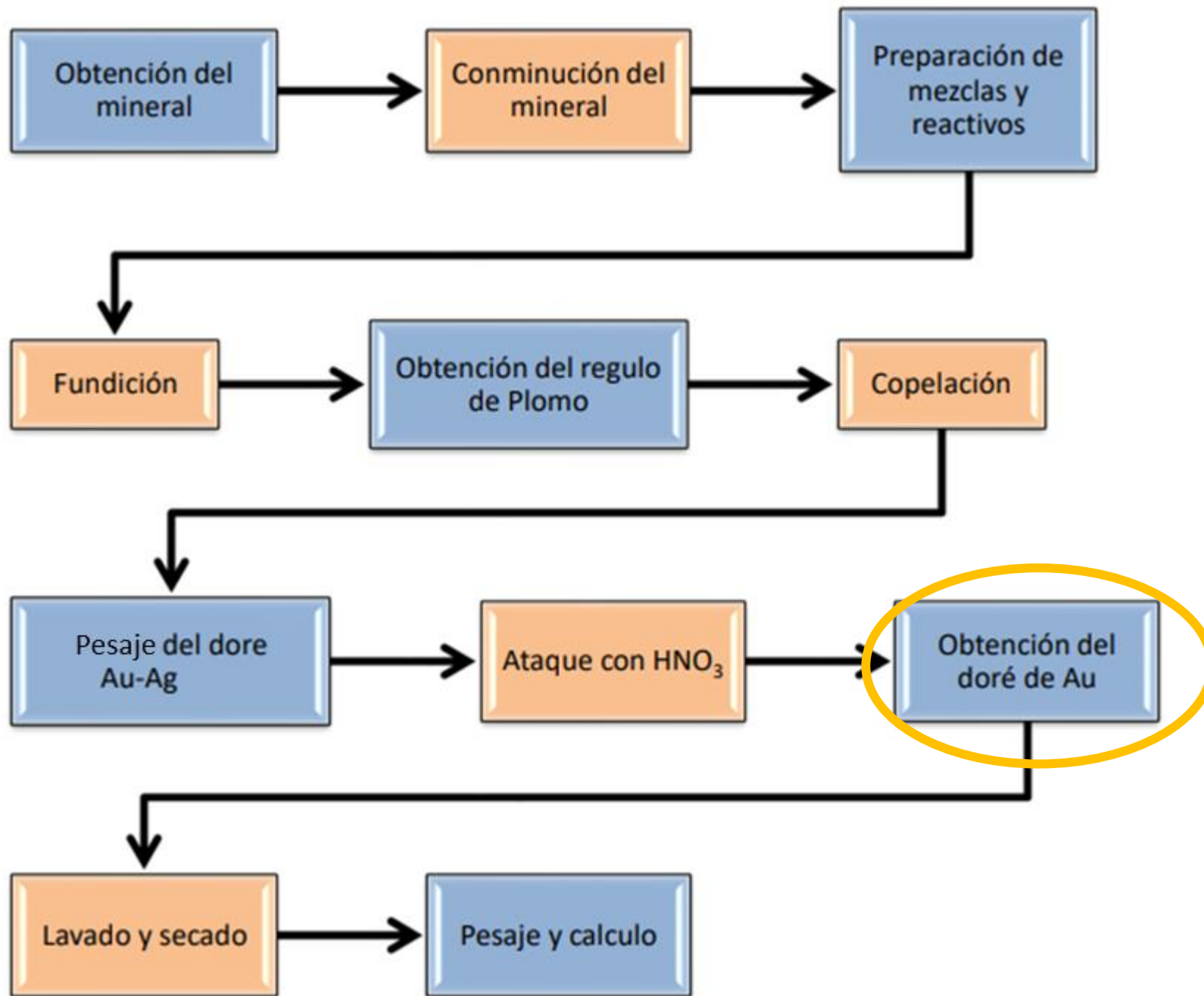




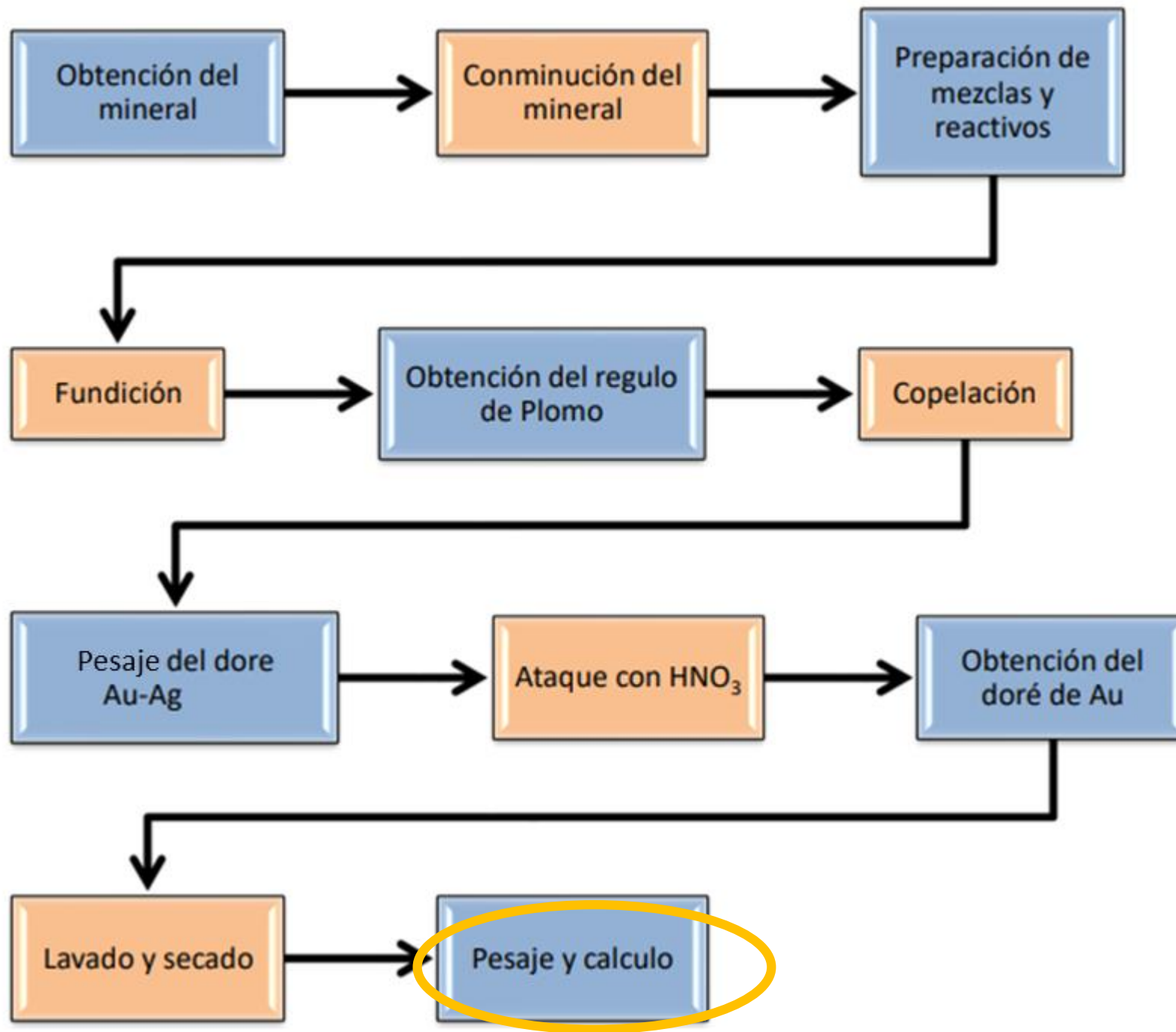


Ataque Químico de dore













# CONTROL DE CALIDAD

**BLANCOS:** Sabemos que no está mineralizada. Los utilizamos para **verificar** que no existe **contaminación cruzada** y que el laboratorio está **limpiando** las **máquinas**. Se colocan cada cierto número de muestras.

**DUPLICADO:** Es más un control de Laboratorio por parte de **ellos mismos** y del **Sector** que requiere el Análisis

Fondo de horno

49	50				
43	44	45	46	47 (D26)	STD3-Ag
STD2-Au-D	38	39	40(B)	41	42
31	32 (D16)	33	34	35	36
25	26	27	STD2-Ag	29	30(B)
19	20(B)	21	22	23	24
13(D6)	14	15	16	17	STD1-Au-D
7	8	9	10(B)	11	12
STD1-Ag	2	3	4	5	6

Frente de horno

**STANDARDS:** Es una muestra de la cual sabemos exactamente cuál es su contenido (**Concentración Conocida**). Se pueden **comprar** o **hacer** y se debe poner cada **determinada** cantidad de muestras, cada 20 o 25 aprox. Los estándares deben tener una **matriz similar** al **yacimiento** que se está evaluando.

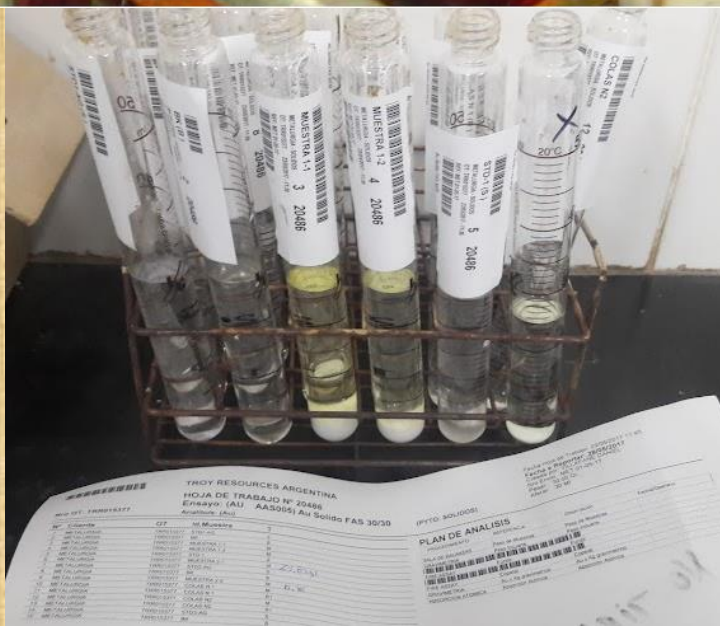
**EN GENERAL EL 20% DEL LOTE DEBE DE SER CONTROL DE CALIDAD**



Ataque Químico de dore con agua regia



EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA



TRUY RESOURCES ARGENTINA  
HOJA DE TRABAJO N° 20488  
Ensayo: (AU) AA3069) Au Sólido FAS 3030  
Análisis: (AU)

Elemento	Unidad	Resultado
Ag	ppm	
Al	ppm	
As	ppm	
Bi	ppm	
Br	ppm	
Ca	ppm	
Cd	ppm	
Co	ppm	
Cu	ppm	
Fe	ppm	
Hg	ppm	
Mn	ppm	
Ni	ppm	
Pb	ppm	
Sb	ppm	
Se	ppm	
Si	ppm	
Sn	ppm	
Sr	ppm	
Tl	ppm	
V	ppm	
Zn	ppm	

PLAN DE ANALISIS

Muestra	Resultado
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	
20	
21	
22	
23	
24	
25	
26	
27	
28	
29	
30	



**MUCHAS GRACIAS**