

Determinación de Au y Ag

DOCIMASIA – FIRE ASSAY

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

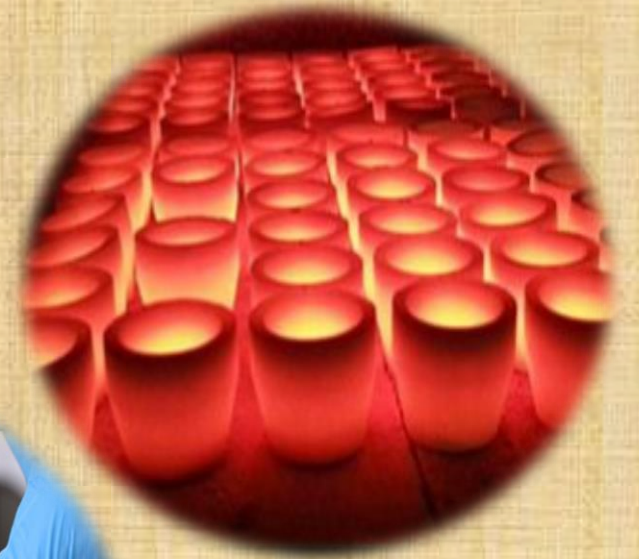
COLEGIO DEL PRADO
Prof. GASPAR, Franklin
Año: 2.025



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**.



INTRODUCCIÓN

La **no aplicabilidad** de la **vía húmeda clásica** a la identificación de estos metales contenidos en menas se debe principalmente a que el contenido común de una mena está muy por debajo de la sensibilidad de los métodos analíticos. Así por ejemplo se considera mena de oro:

- En **veta**, aquellas con un contenido de más de **10 g/t**.
- **Diseminado**: las que tienen **1 o más g/t**.



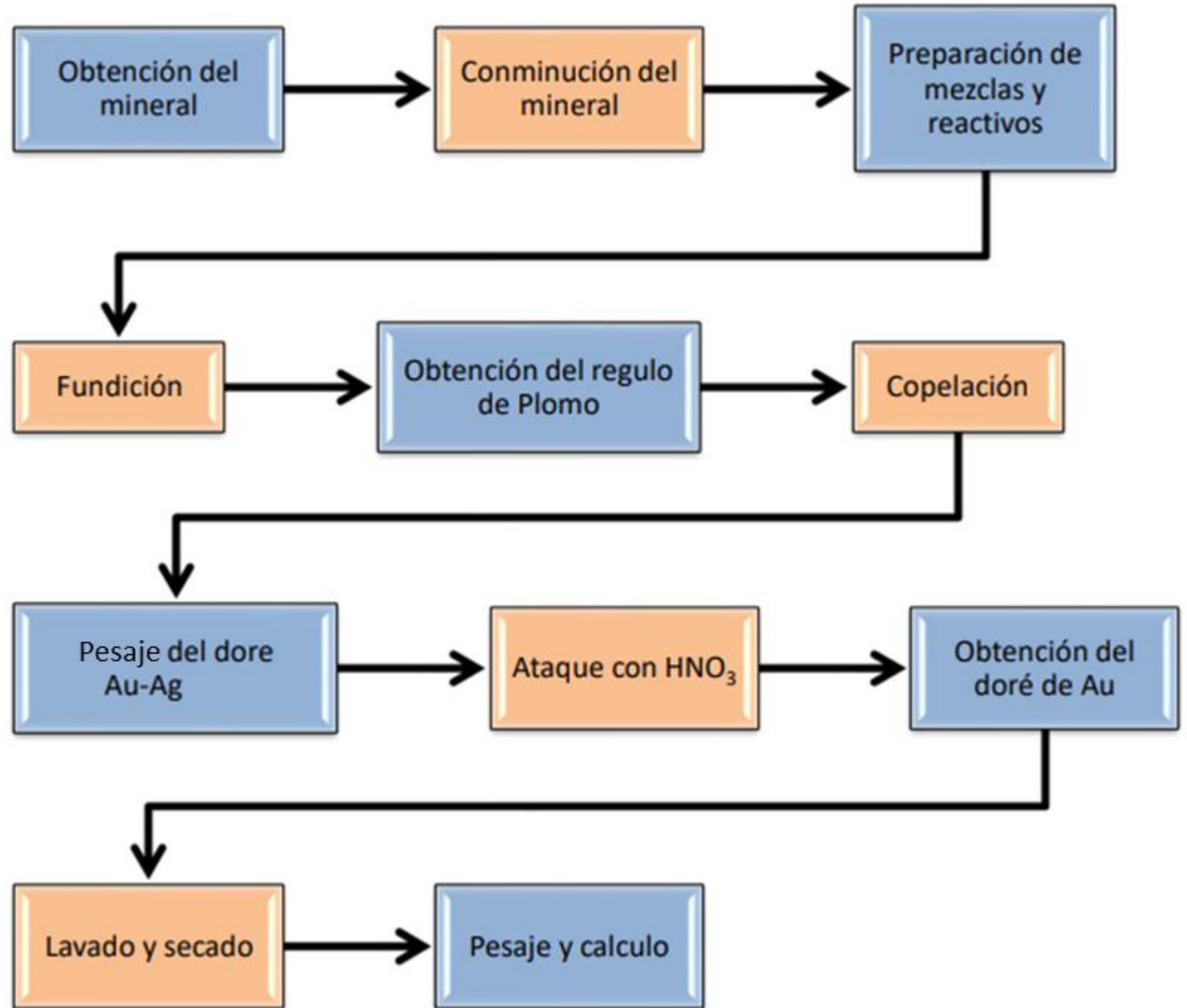
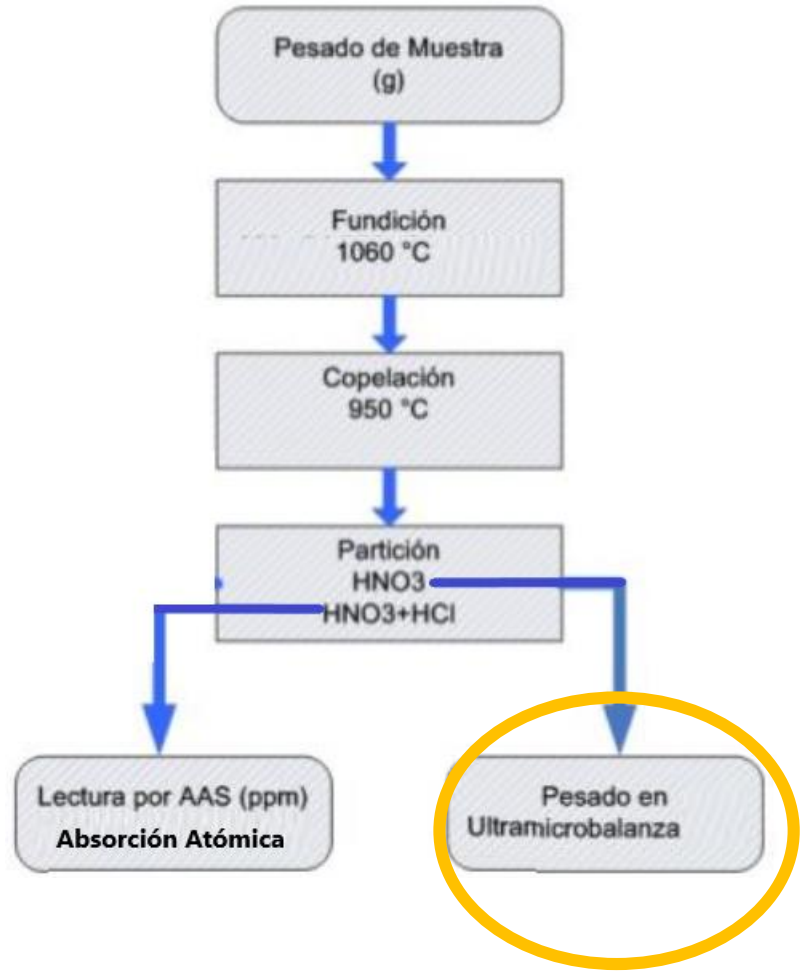
ENSAYOS AL FUEGO (FIRE ASSAY) Aplicado al análisis de Oro y Plata

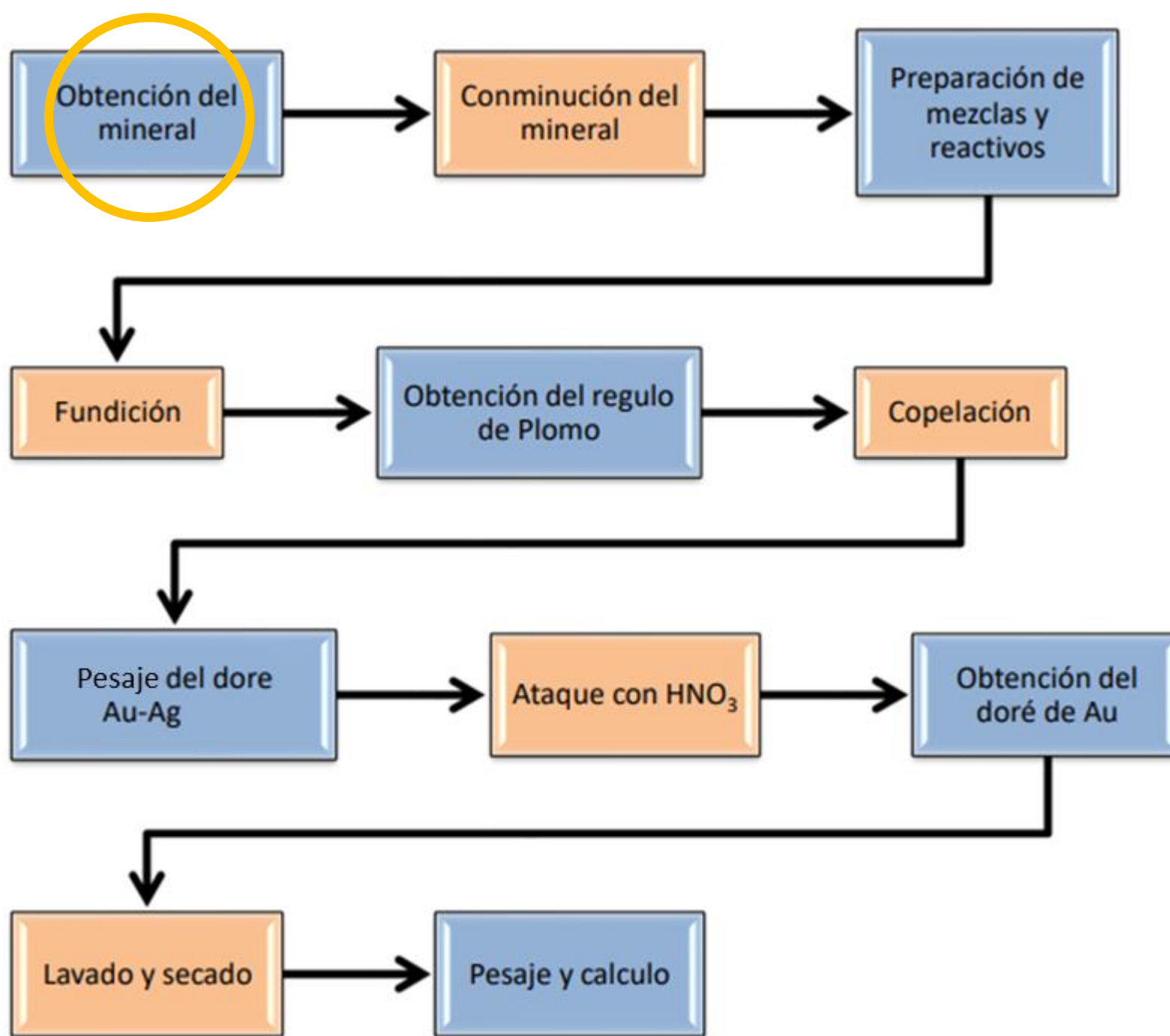
Prácticas en laboratorio
de Ensayos al Fuego

Aplica los fundamentos
de Fundición y
Copelación

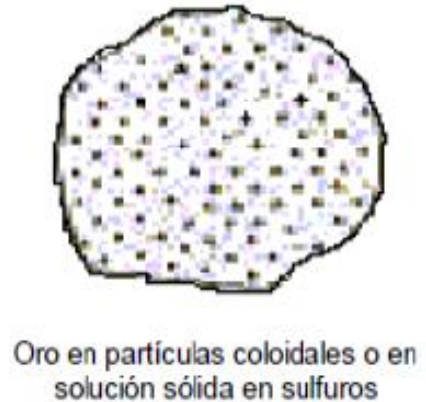
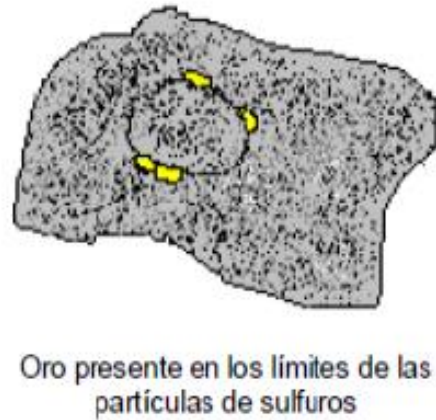
Aprende a dosificar
los reactivos

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.**
- **Minerales de oro de campañas de exploración.**



LABORATORIO FÍSICO



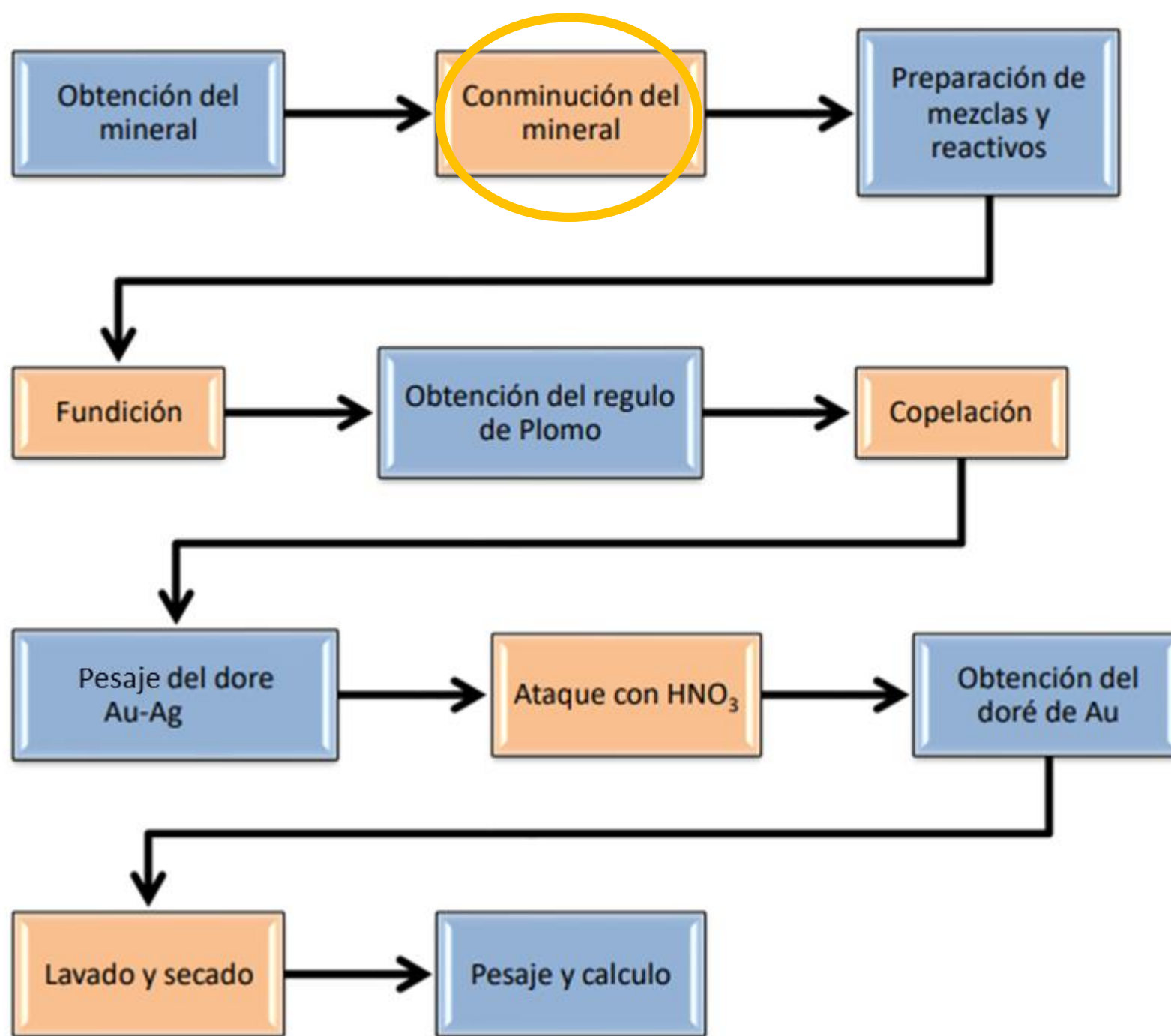
RECEPCIÓN DE MUESTRAS



SECADO



Las **muestras** cargadas en **bandejas**, se introducen a un horno de secado, a una **temperatura** de unos **100°C (+5°C)**, hasta **peso constante**, 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



La descarga es de 1cm

TRITURACIÓN SECUNDARIA



La descarga es menor a 10# = 2000µm = 2mm)

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**.

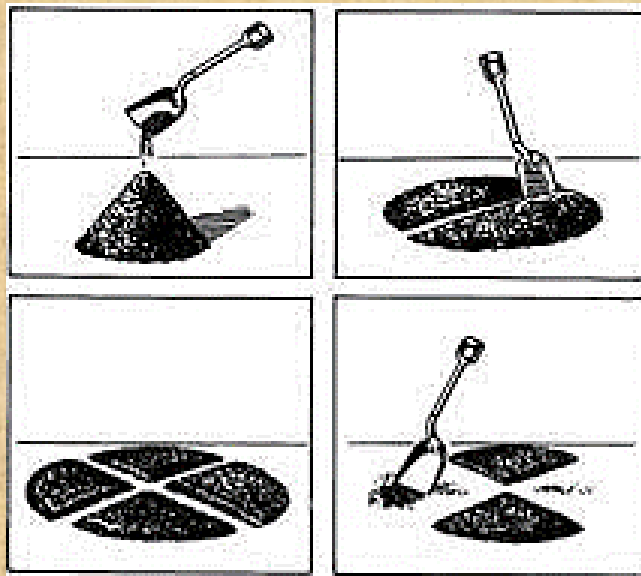
Objetivo:

**BUSCAR LA REPRESENTATIVIDAD
DE LA MUESTRA.**



OTRAS FORMAS DE CUARTEO

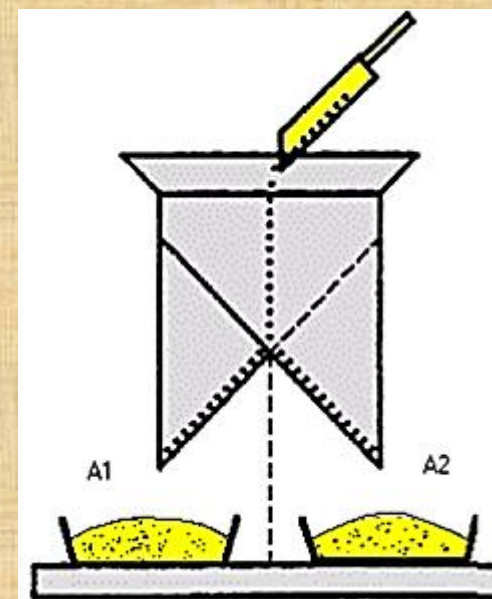
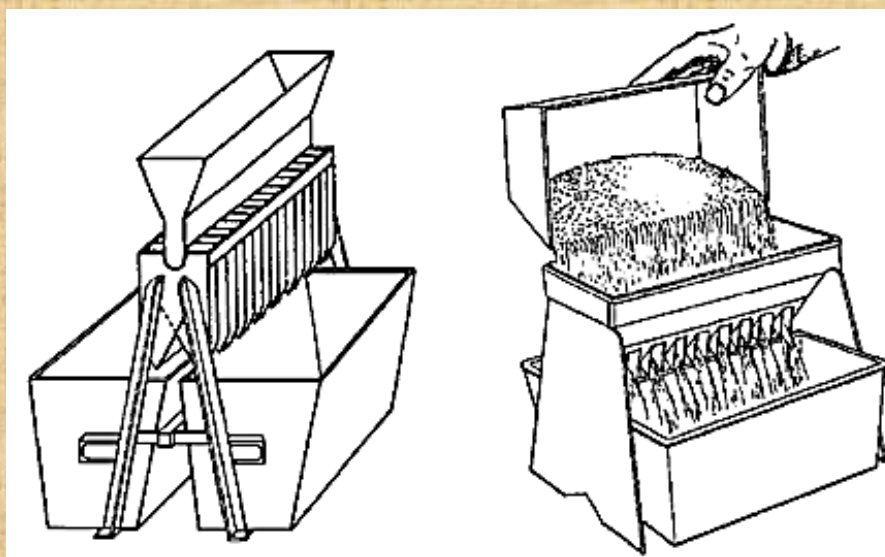
MÉTODO MANUAL



Objetivo:
BUSCAR LA REPRESENTATIVIDAD
DE LA MUESTRA.



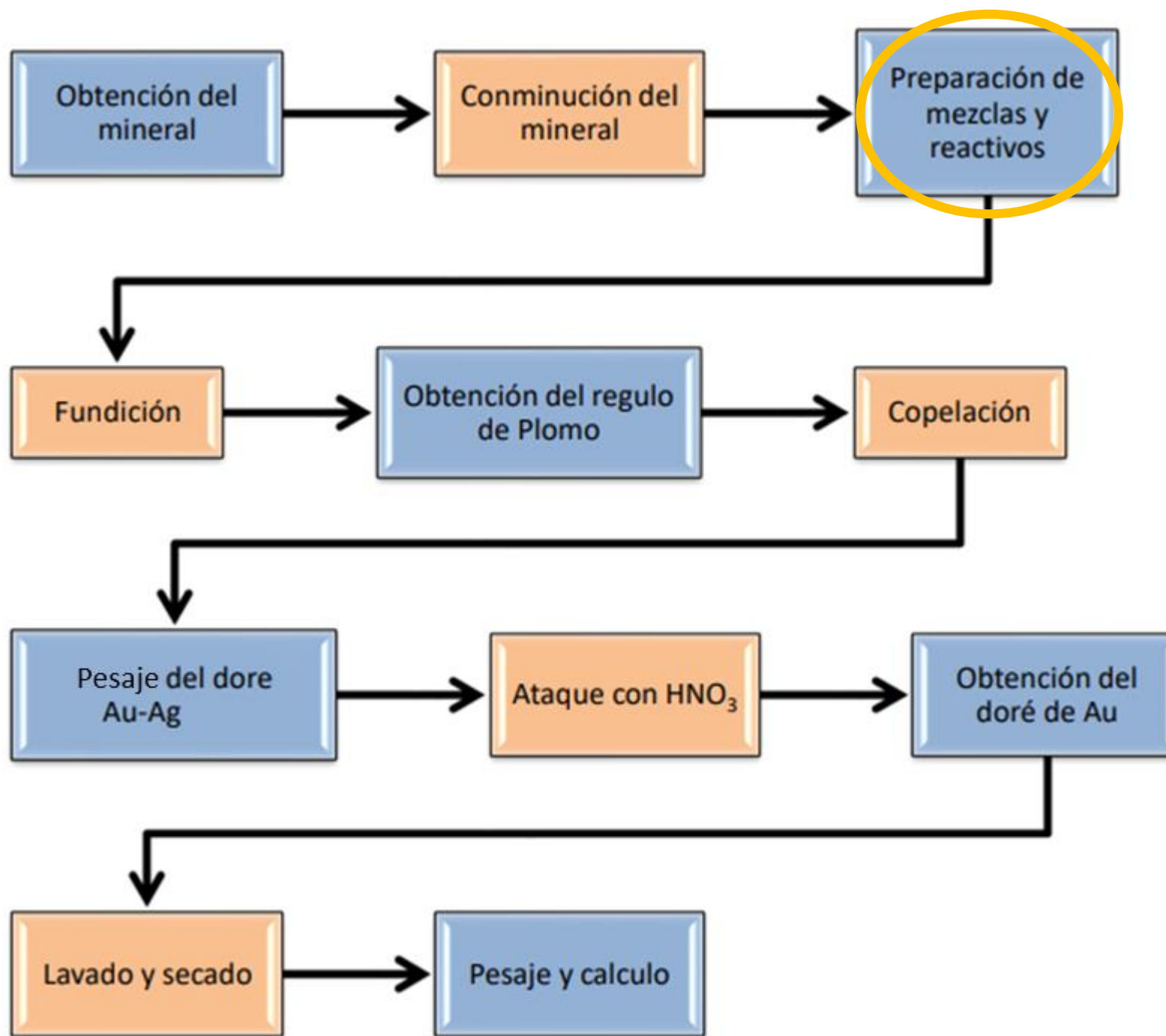
MÉTODO MECÁNICO



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.**

- **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°C , lo cual baja el punto de fusión para todas las escorias
- **Sílice:** El Dióxido de Silicio (SiO_2) es añadido a la carga para balancear el contenido básico (cáustico) de la escoria y producir una **escoria borosilicatada**



- **Nitrato de Sodio:** (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°C
- **Carbonato de Sodio:** El Carbonato de Sodio (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°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) (CaF_2). Este aditivo reduce la viscosidad de la escoria



METALES BAJOS O NO NOBLES

Fe,
Cd
Co
Ni
Sn
Pb
H
Sb
Bi
As
Cu
Te
Ag
Hg
Pt
Au

METALES NOBLES

La **elección del Pb** como metal portador de los metales en el análisis por vía seca, se debe a tres factores principales:

- 1) **Su bajo costo.**
- 2) **Su ubicación privilegiada en la serie electromotriz.**
- 3) **Porque es fácil separar los metales nobles de las aleaciones de plomo.**

FUNDENTES – FLUX

Mineral base	Litargirio	Harina	Bórax	Na ₂ CO ₃	Sílice	CaF ₂	KNO ₃
Arenas negras	37	4	16	21	16	5	0
Cuarzo	59	2	5	29	5	0	0
Sulfuros (FeS<5%)	58	2	5	29	6	0	0
Sulfuros (FeS<10%)	60	1	5	28	6	0	0
Sulfuro (FeS>15%)	61	0	4	26	8	0	0
Muy refractarios	55	1	11	22	11	0	0
Sulfuros de cobre	70	0	3	14	7	1	5
Fluorita	44	3	9	27	16	0	0
Galena	60	0	4	24	6	0	6
Hematita	54	3	6	23	12	1	0
Caolines	50	3	10	20	12	5	0
Magnetita	47	4	8	24	14	4	0
Manganeso	31	3	31	26	8	1	0
Pirita	42	0	7	21	8	0	21
Pirrotita	50	0	7	25	7	0	11
Cuarzo	61	5	5	30	0	0	0
Riolita	64	4	4	26	1	1	0
Esfalerita	56	0	6	19	8	0	11

Mezclas de reactivos (cantidades en porciento en peso) para ensaye al fuego, para diferentes tipos de minerales.

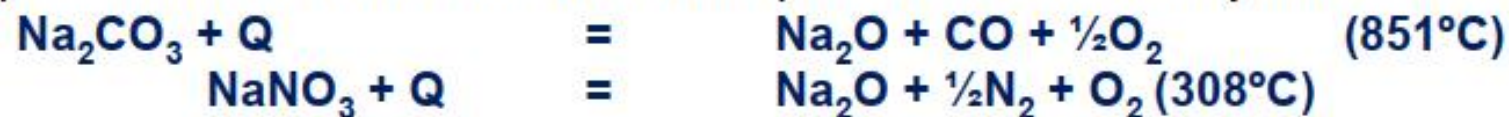
6 reactivos clave del Ensaye a Fuego

(No son los únicos)

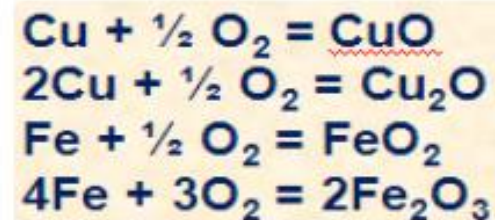
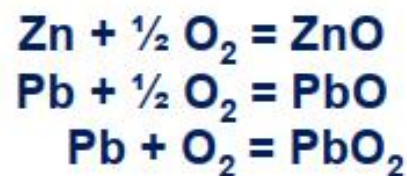


QUIMICA DE LA FUNDICION DEL ORO

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:

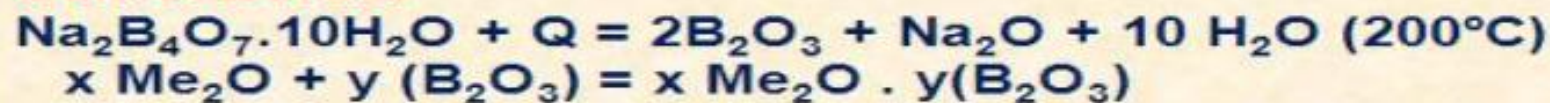


Con la presencia del Oxígeno proveniente de la descomposición de los fundentes oxidantes, se inicia la oxidación de los metales base (que están en la carga como impurezas) según las reacciones:

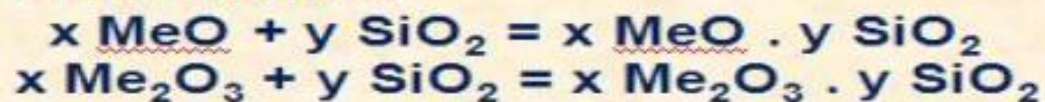


Como última etapa se forman los Boratos y Silicatos, al reaccionar químicamente el Bórax y la Sílice con los óxidos de los metales básicos antes mencionados:

Con el Bórax:

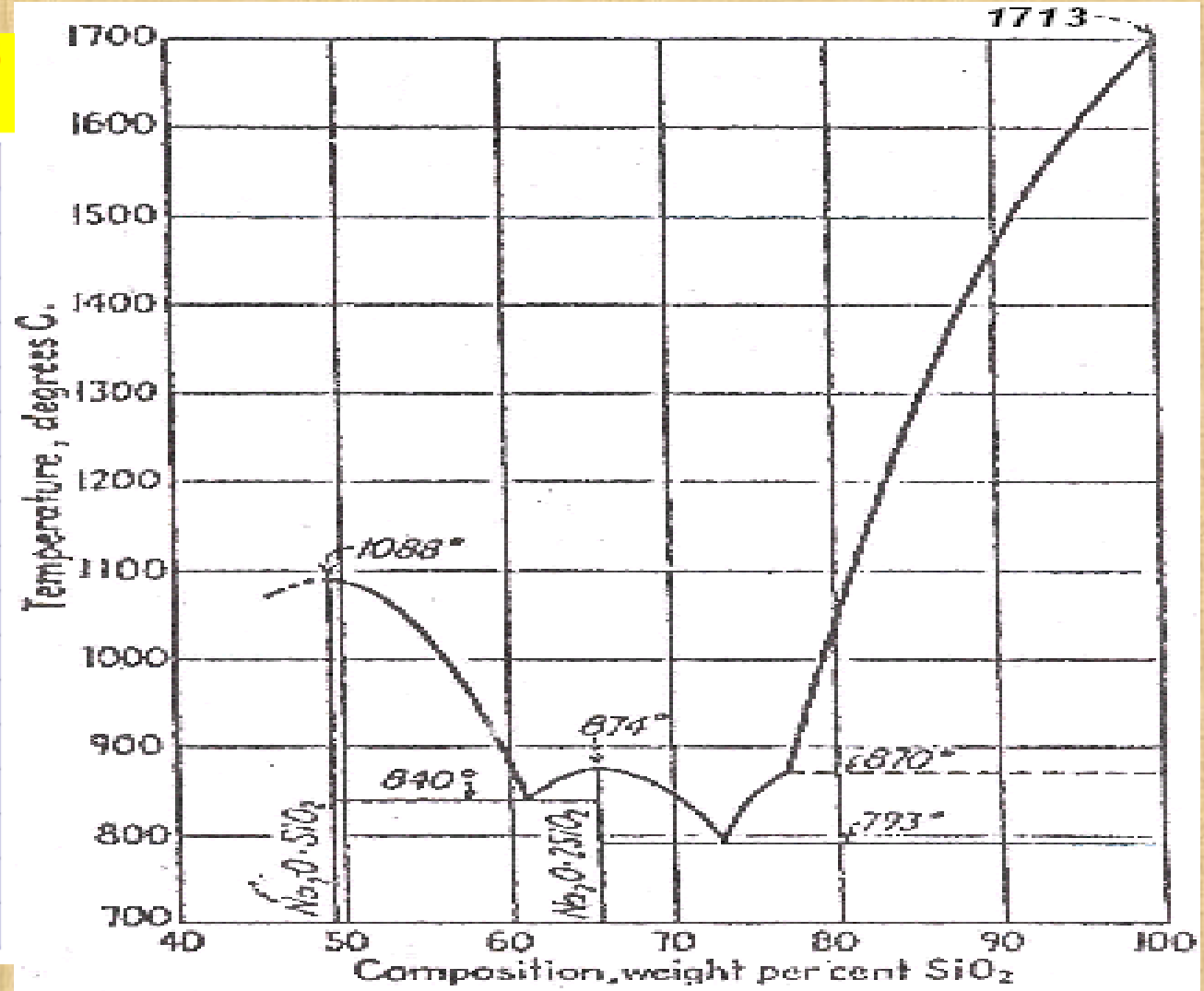


Con la Sílice:



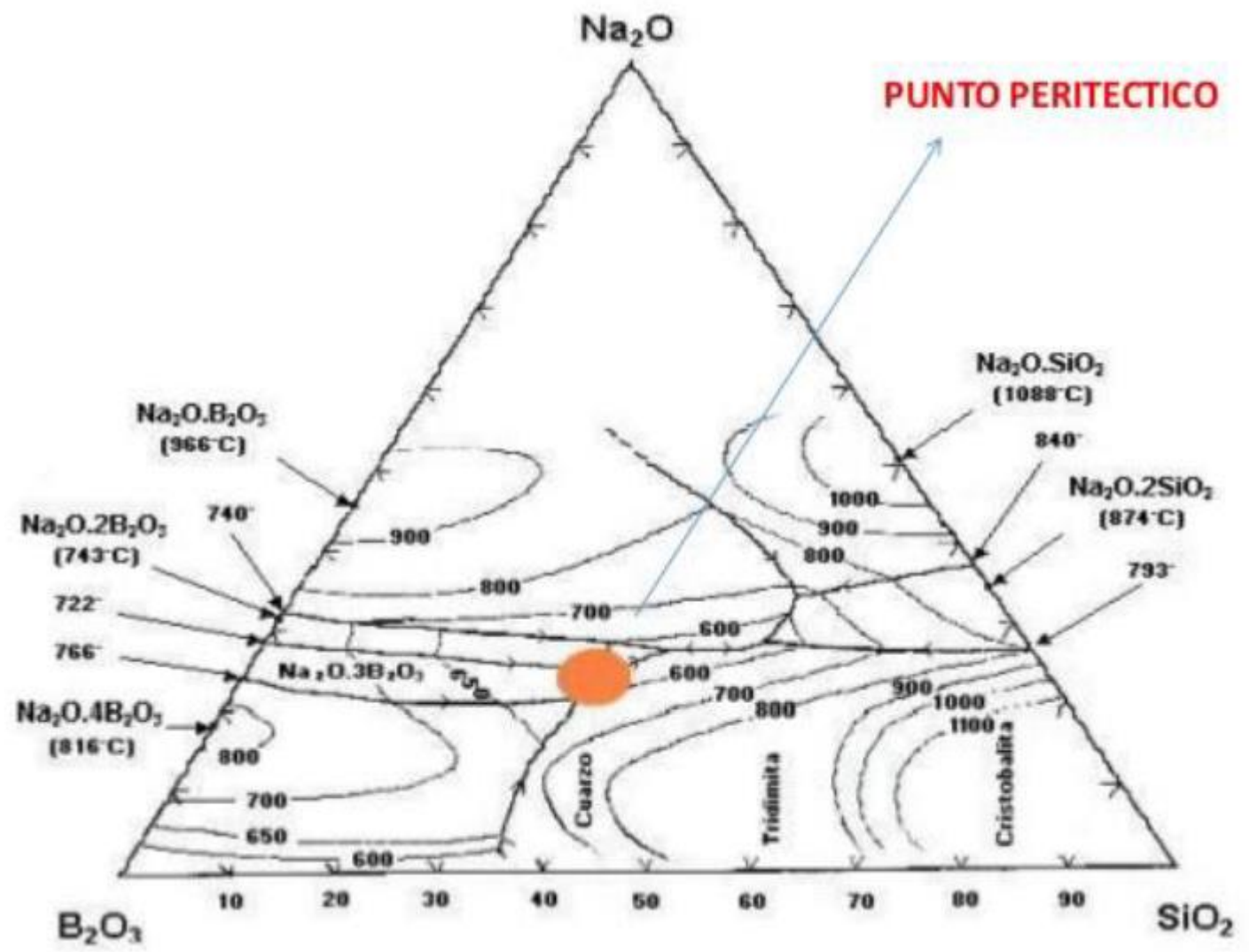
**PUNTOS DE FUSION –EBULLICION DE ELEMENTOS Y COMPUESTOS
FUNDICION DE ORO**

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
SiO₂	1 723	2 230
Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	750	--
Na ₂ CO ₃	851	--
Na ₂ NO ₃	271	--
CaF ₂	1 403	2 500
ZnO	1 975	--
Ag ₂ O	230	--
PbO	886	--
Al ₂ O ₃	2 072	2 980
Fe ₂ O ₃	1 565	--



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

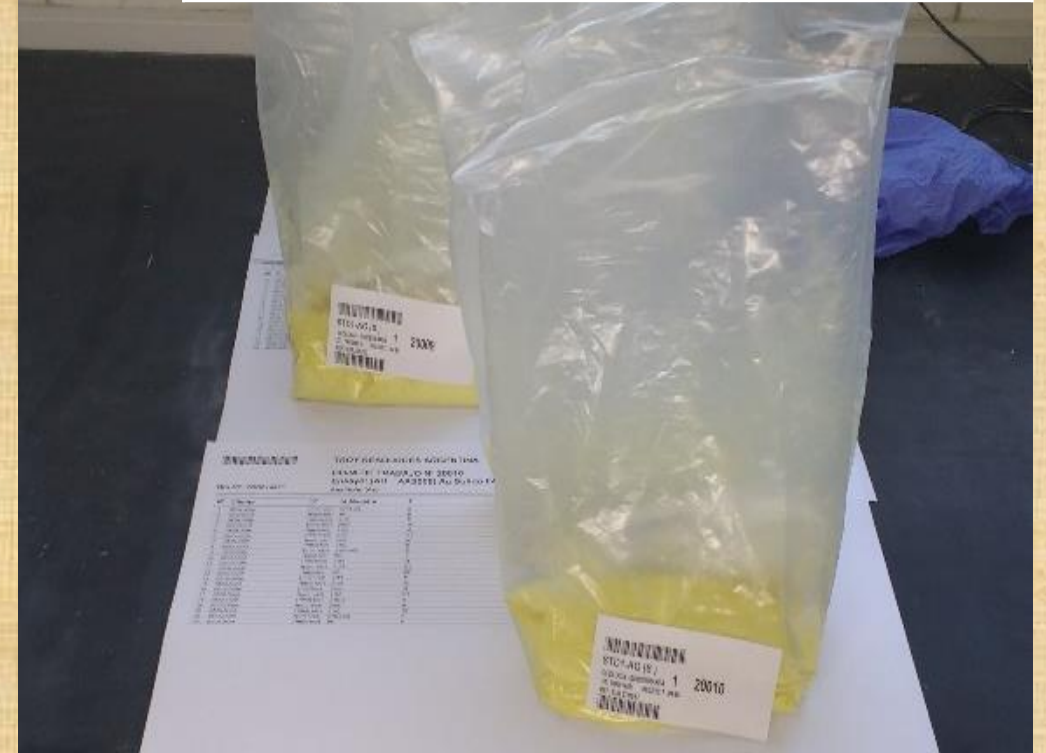
Metal / Mineral	Punto de Fusión °C	Punto de Ebullición °C
Au	1 064	2 808
Ag	961	2 210
Pt	1 769	4 530
Hg	-38.9	357
Zn	420	907
Pb	327	1 744
Cu	1 083	2 595
SiO₂	1 723	2 230
Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	750	--
Na ₂ CO ₃	851	--
Na ₂ NO ₃	271	--
CaF ₂	1 403	2 500
ZnO	1 975	--
Ag ₂ O	230	--
PbO	886	--
Al ₂ O ₃	2 072	2 980
Fe ₂ O ₃	1 565	--



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**.

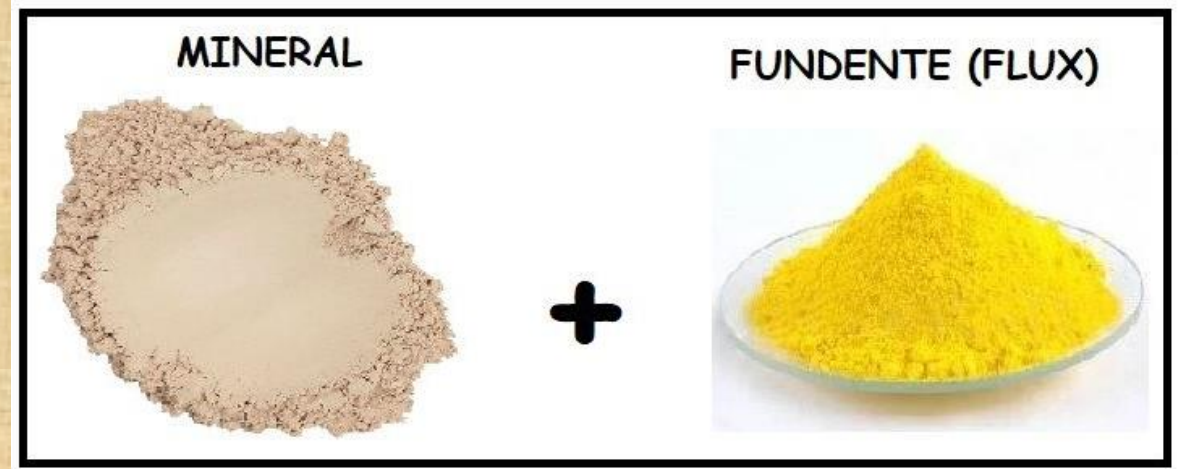
	Muestra	Fundente
Masa (g)	30 (+- 0,05g)	180 (+- 1g)
Proporción	1	6

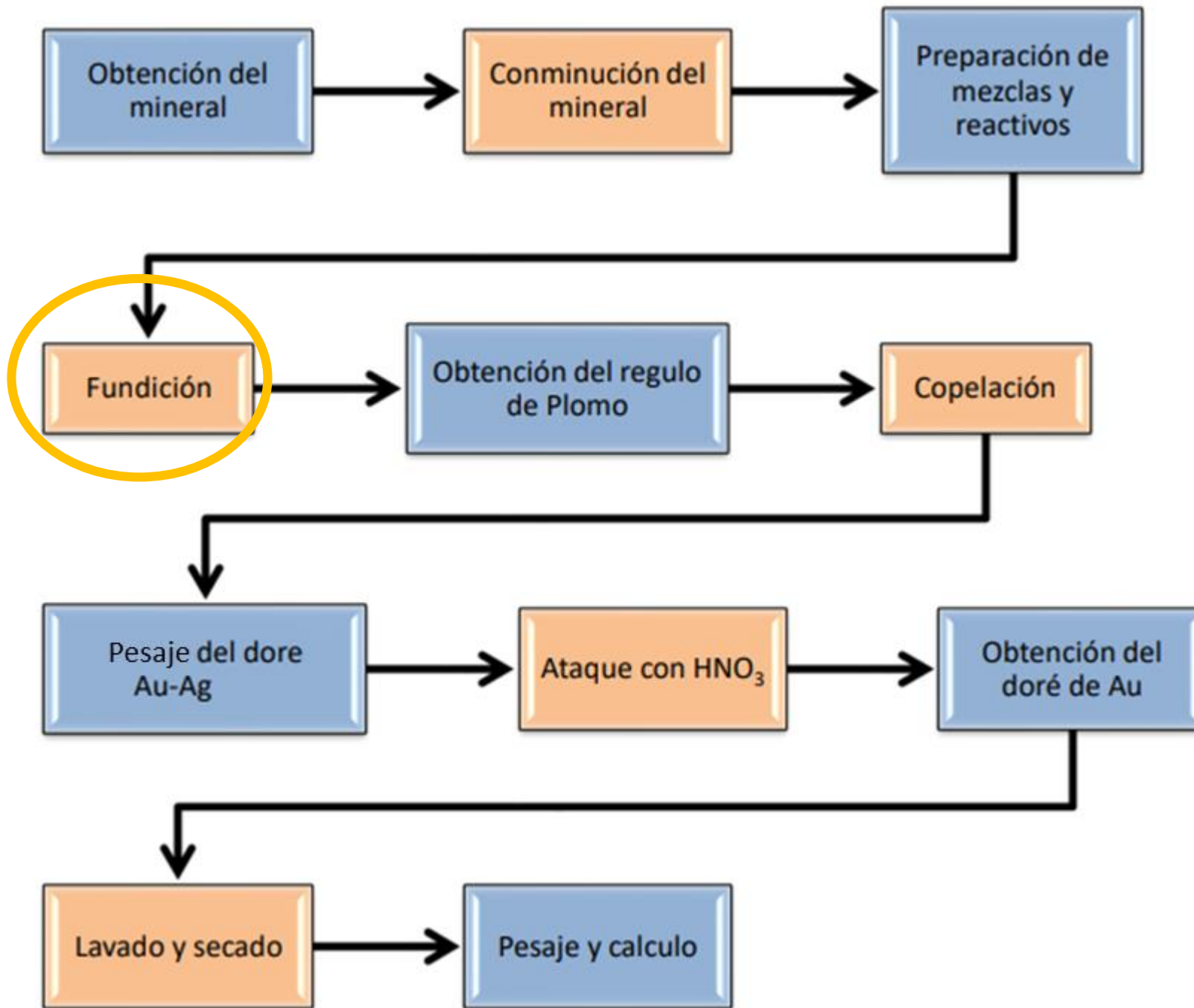


HOMOGENIZACIÓN DE LA MUESTRA CON EL FUNDENTE

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





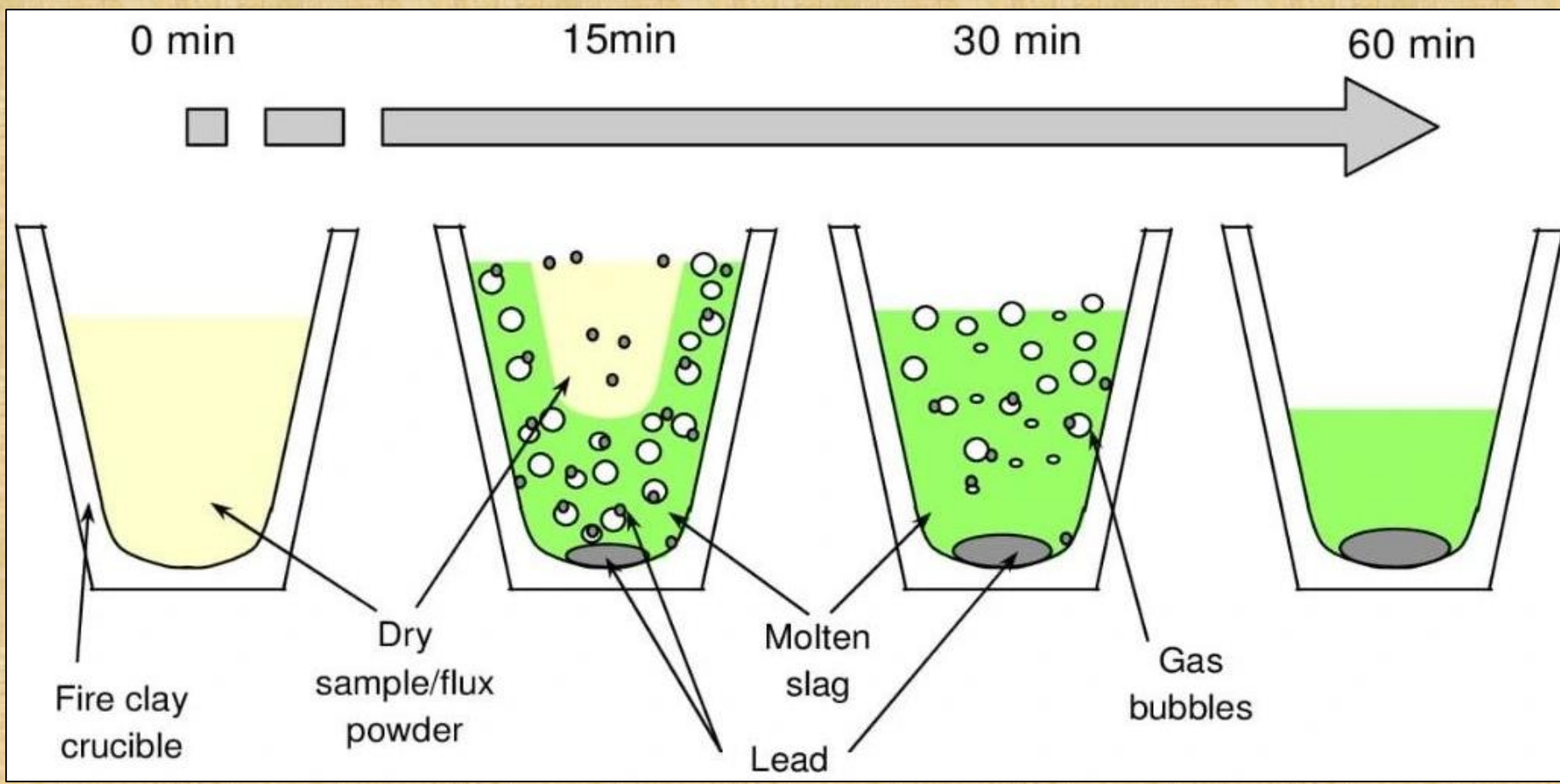
FUNDICIÓN

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”...

Se utiliza un **crisol de arcilla refractaria**, capaz de soportar **altas temperaturas**. Se coloca dentro del crisol la **muestra seca** junto con fundentes (en polvo).



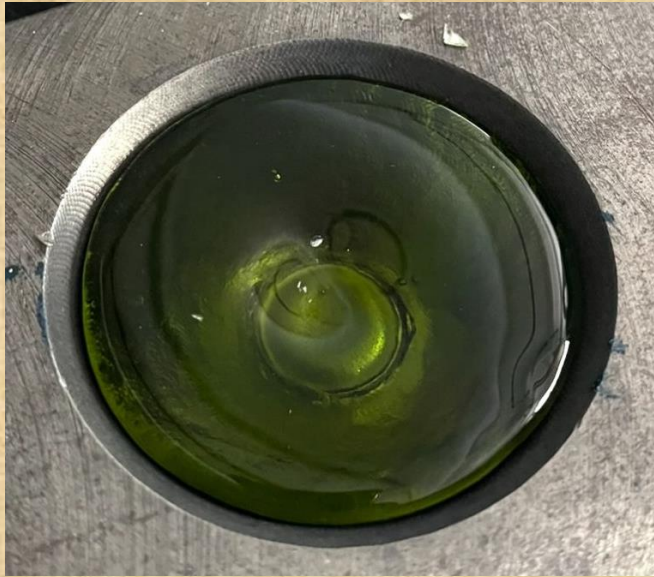
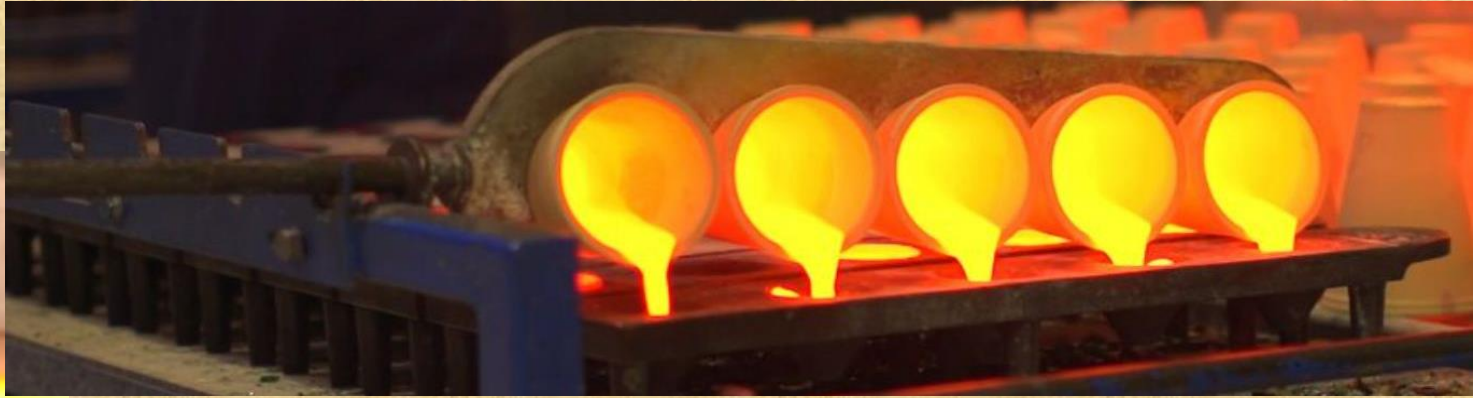
El proceso de fusión finaliza con **dos fases** bien diferenciadas: **escoria** fundida en la **parte superior** y **botón de plomo** en el **fondo**. Este **botón/régulo** se extraerá para someterlo después al proceso de **copelación**, donde se eliminará el plomo y quedarán los metales preciosos.

Con el **calentamiento**, los **fundentes** reaccionan con la **ganga** de la muestra y forman **escoria fundida (color verde en el diagrama)**. El plomo, más denso, se acumula en el fondo. Se forman burbujas de gas debido a la descomposición de compuestos y reacciones de oxidación-reducción.

FUNDICIÓN



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 $1.200\text{ }^{\circ}\text{C}$, por lo general entre 1.000 y $1.100\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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

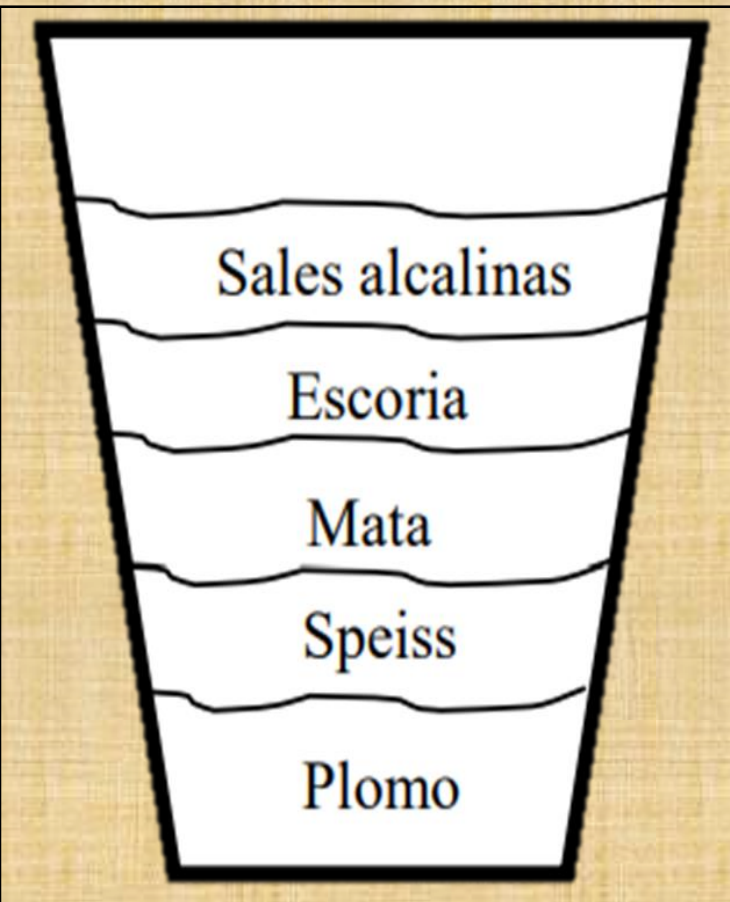
FASE ESCORIA

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 **KNO₃**) al estado de **Sulfato** (y aparecerá en la fase de sales alcalinas).

FASE SPEISS

FASE METÁLICA



FASE DE SALES ALCALINAS

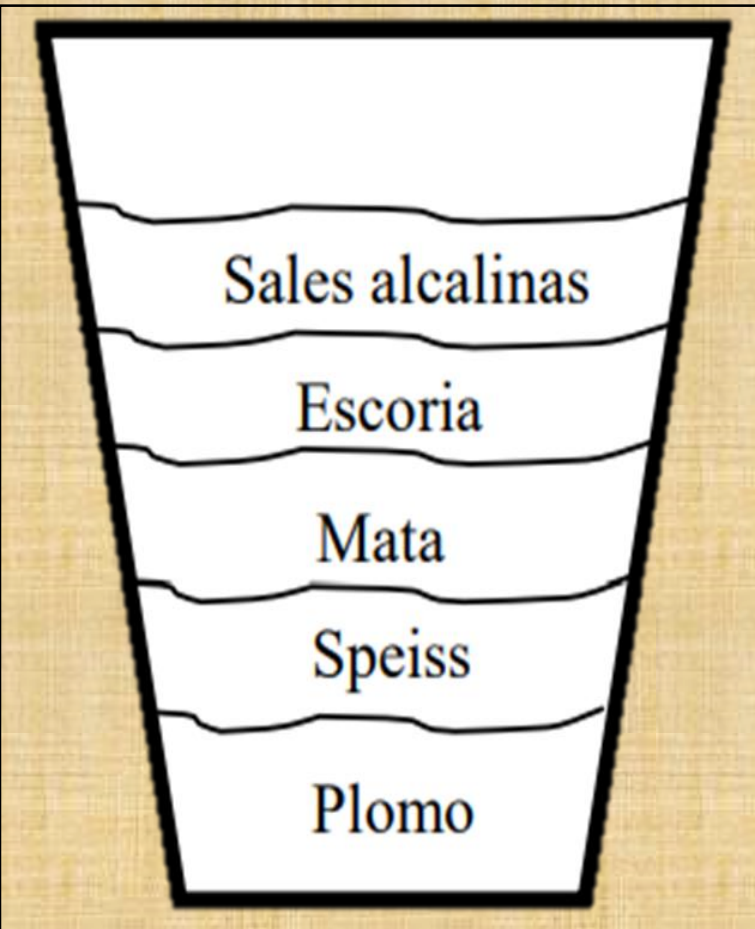
FASE ESCORIA

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, **SiO₂** principalmente. La parte más abundante dentro del sector **básico** de la **escoria** está formada por **Na₂O**. Por otro lado en la parte **ácida** no sólo se observará la presencia de **SiO₂** sino también de **B₂O₃**.

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".

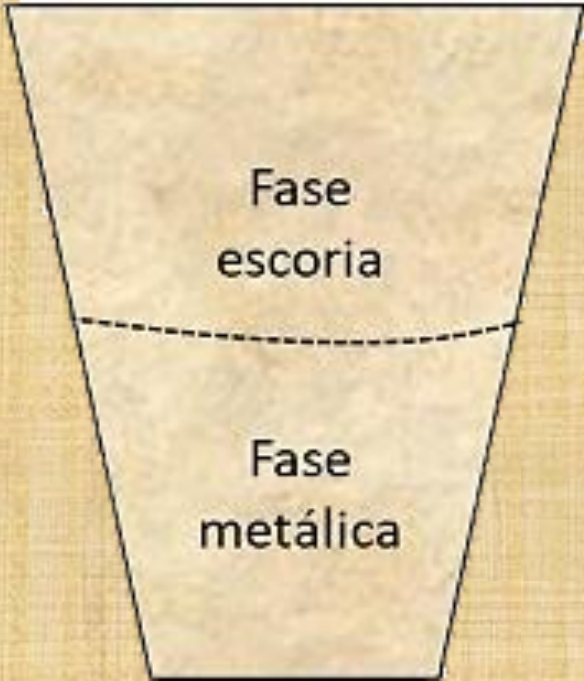
FASE ESCORIA

FASE MATA

FASE SPEISS

FASE METÁLICA

FASES IDEALES



CONDICIONES DE OPERACION: 200 g de fundente al 70% de PbO, 10 g de Concentrado de Cu

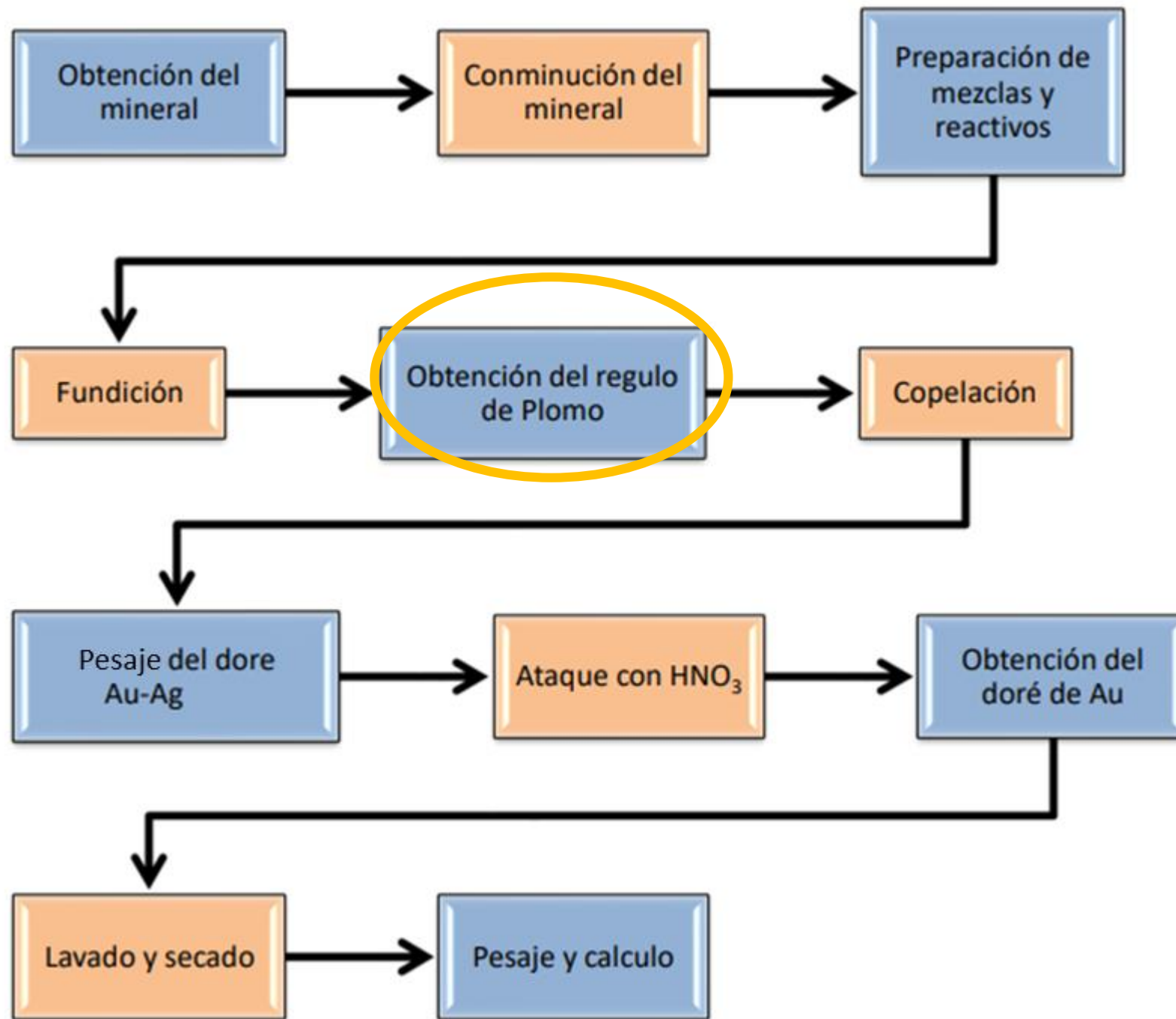


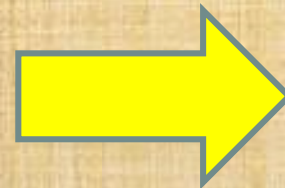
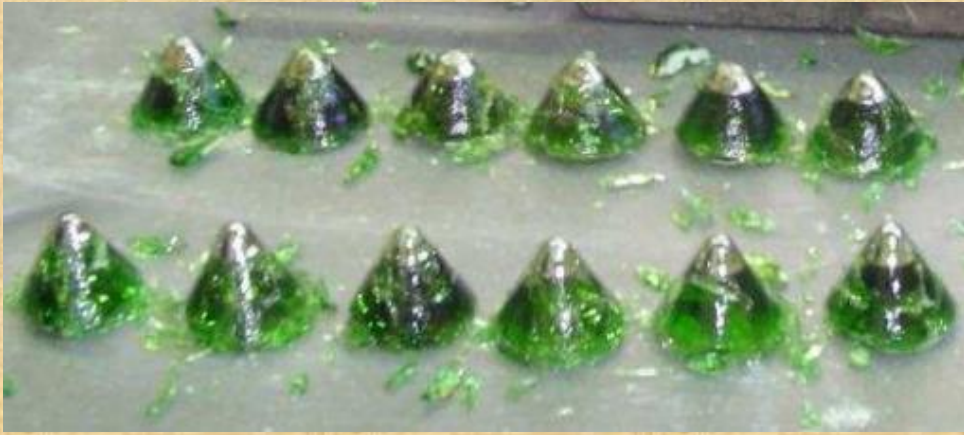
- 1. Muy buena resistencia al choque térmico
- 2. Muy buena resistencia a la corrosión
- 3. Apto para una 2da y 3era vuelta

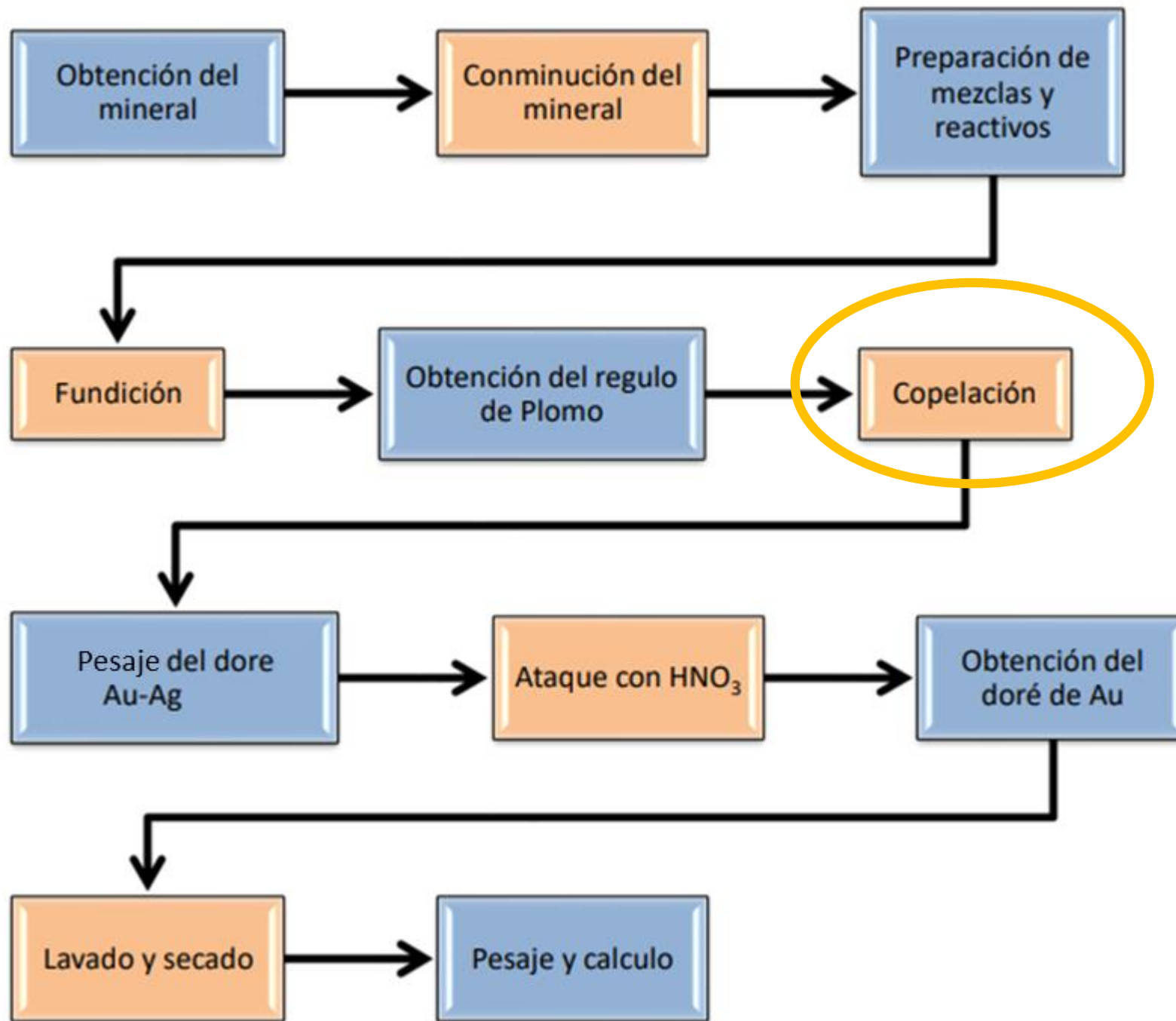


- 1. Aceptable resistencia al choque térmico
- 2. Muy deficiente resistencia a la corrosión (grietas y fisuras en la base del crisol, posible pérdida de Pb, y por ende bajos resultados de Au y Ag)









COPELACIÓN

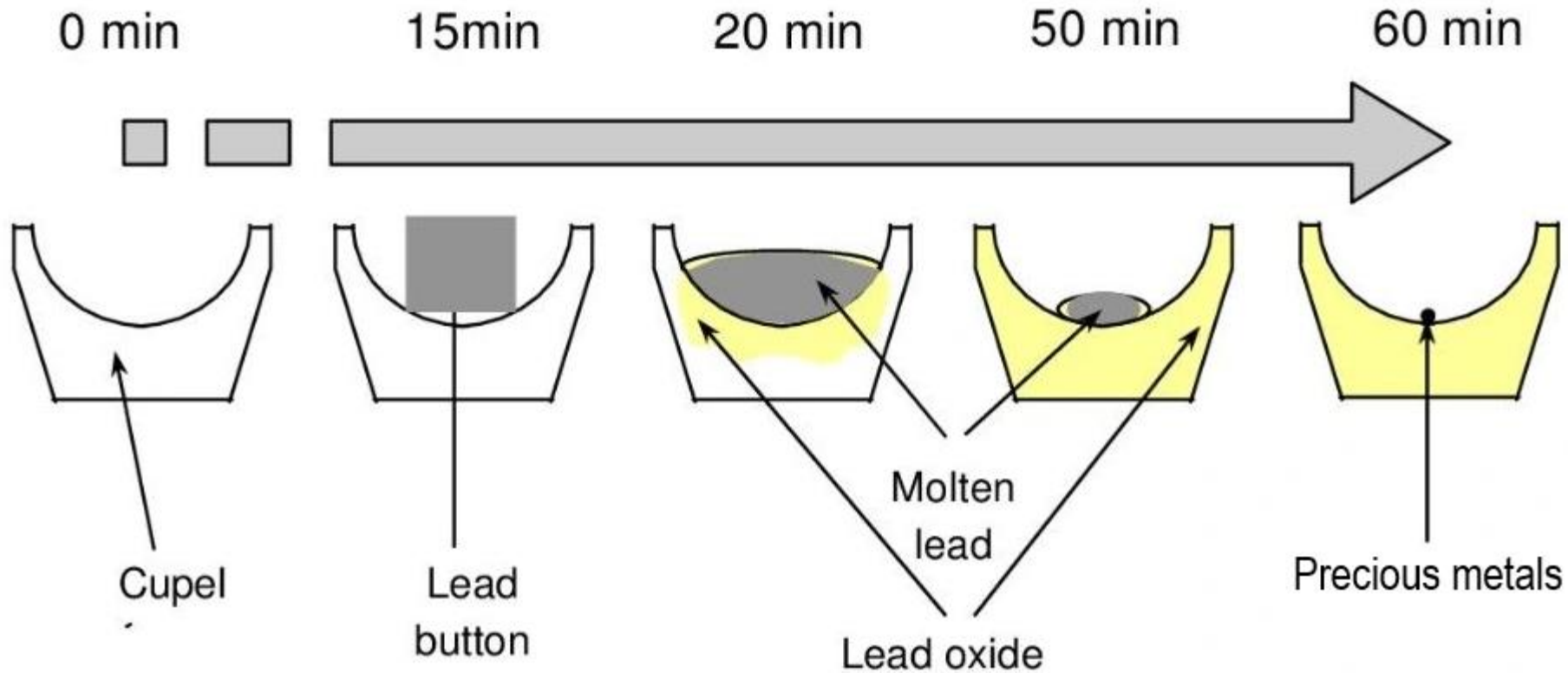
Su **objetivo** fundamental es poder **separar** al **Plomo** de los **metales nobles** aleados en el proceso de fusión. Este proceso consiste en la **Oxidación** del **Pb** a **PbO** y dejar **liberados** los **Metales Nobles** del régulo.

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 o magnesita).



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					

La **copela** es un recipiente **refractario** y **poroso**, hecho de materiales como **ceniza de hueso** o **magnesita (MgO)**.
Se coloca en el horno y se precalienta (**curado**).



Los **metales nobles**, ya que **no se oxidan fácilmente**, permanecen en el centro en forma de una pequeña gota metálica. Es decir, lo que queda es una pequeña esfera (**prill**) de metales preciosos (**oro, plata, platino**, etc.), lista para su pesaje y posterior análisis.

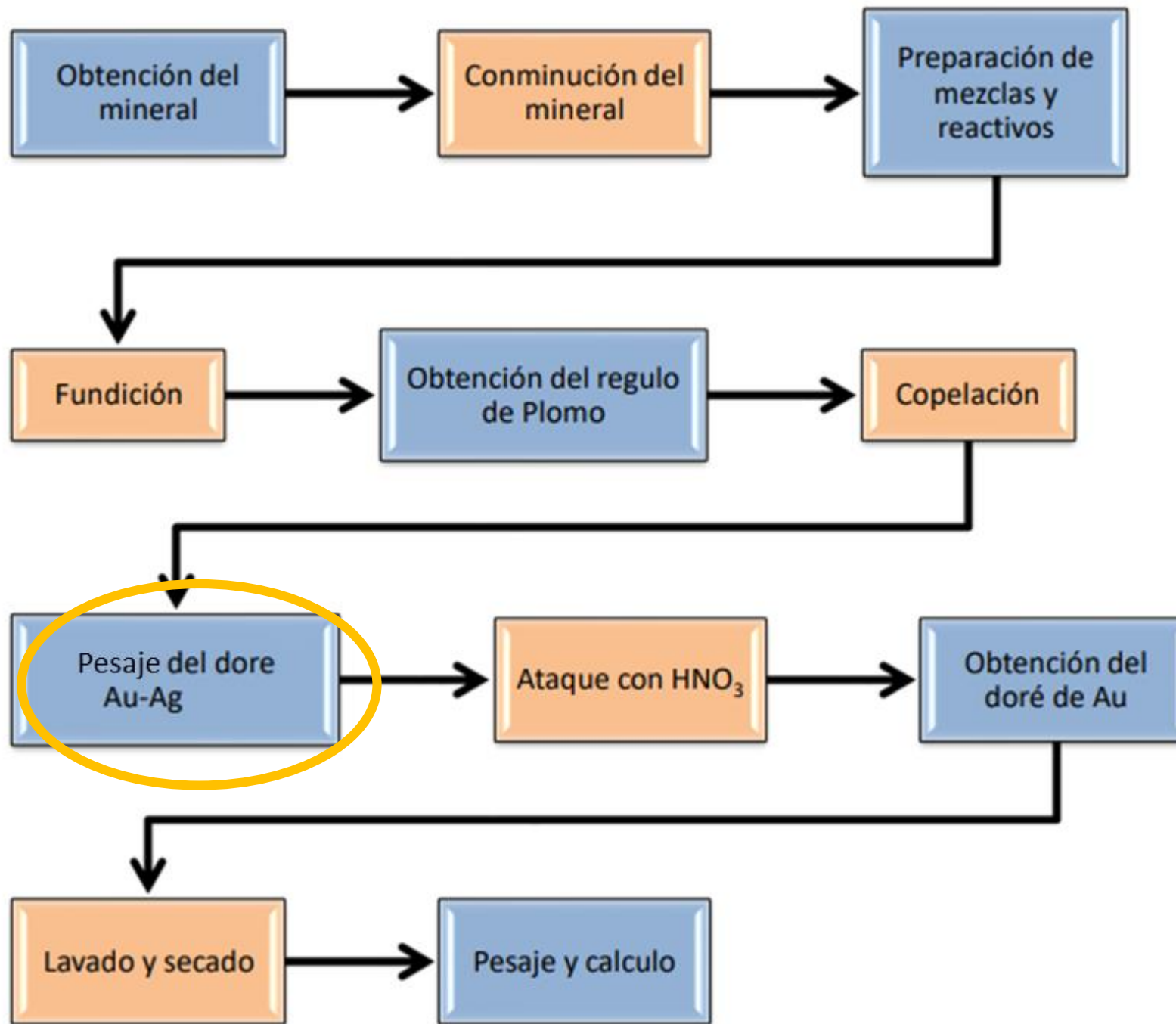
El **plomo** se funde. El **oxígeno** dentro de la mufla reacciona con el **plomo** fundido formando óxido de plomo (**PbO**), que es absorbido por la copela (de ahí el color **amarillento**).

COPELACIÓN



COPELACIÓN



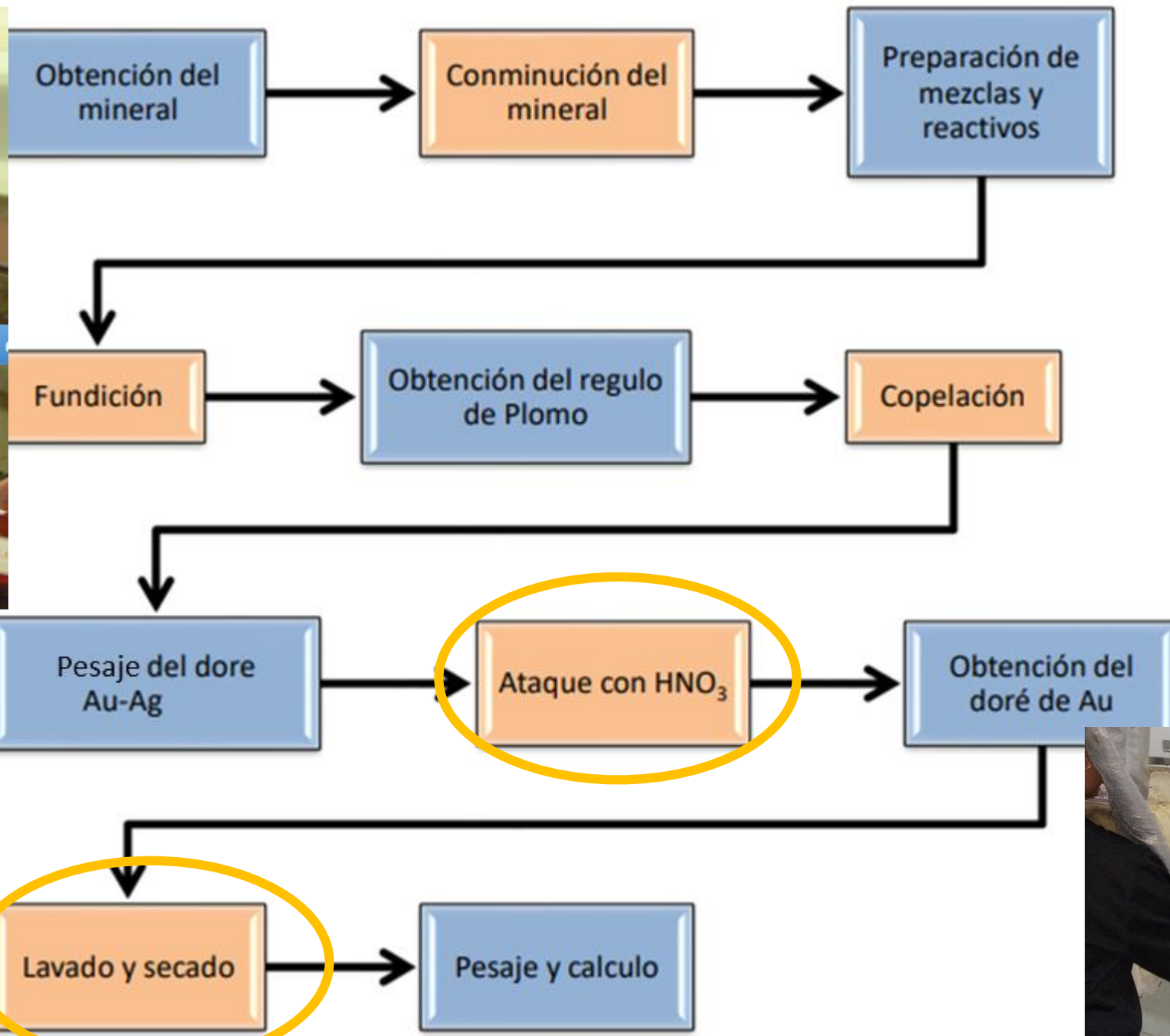


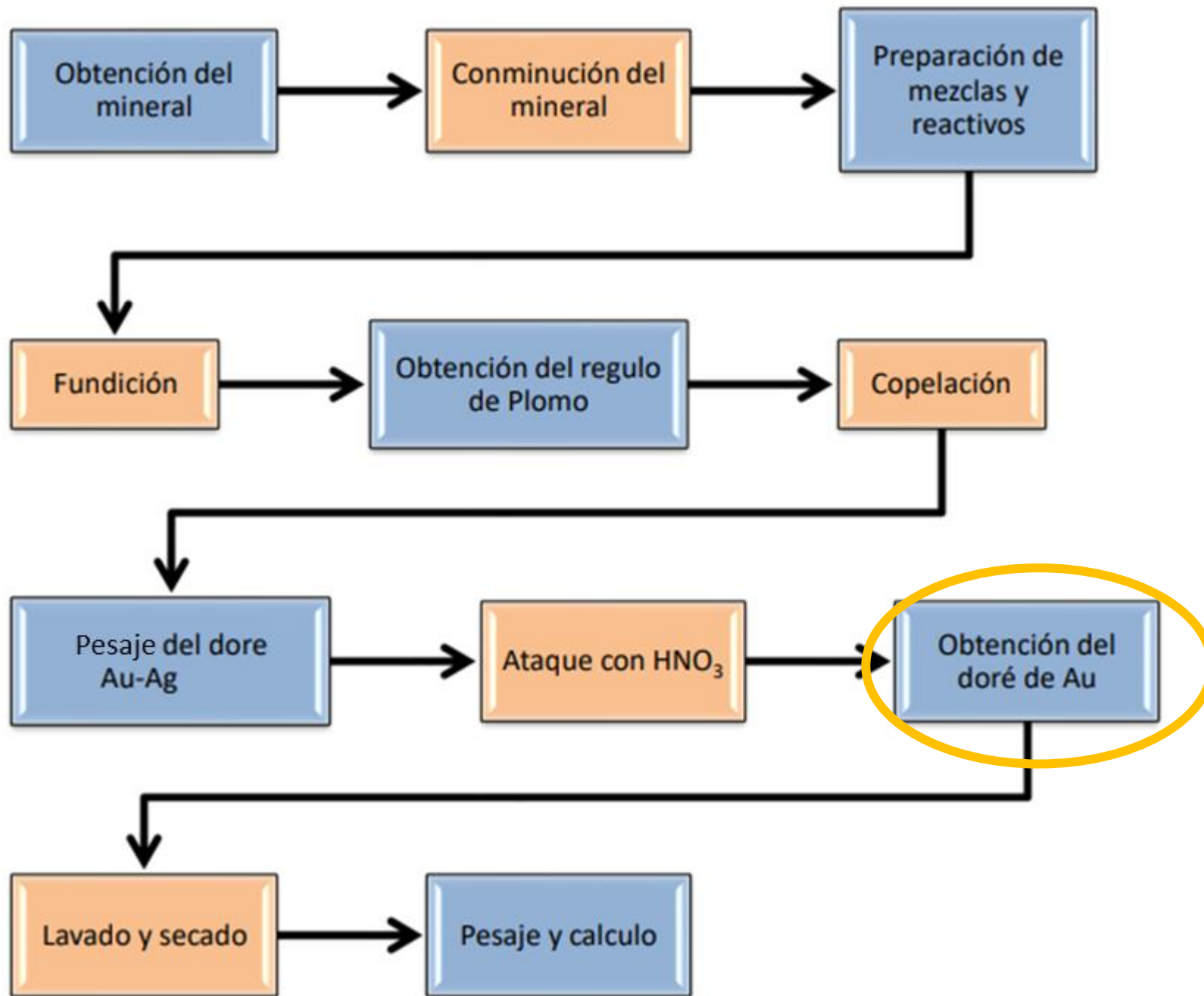
OBTENCIÓN Y PESADO DEL DORÉ

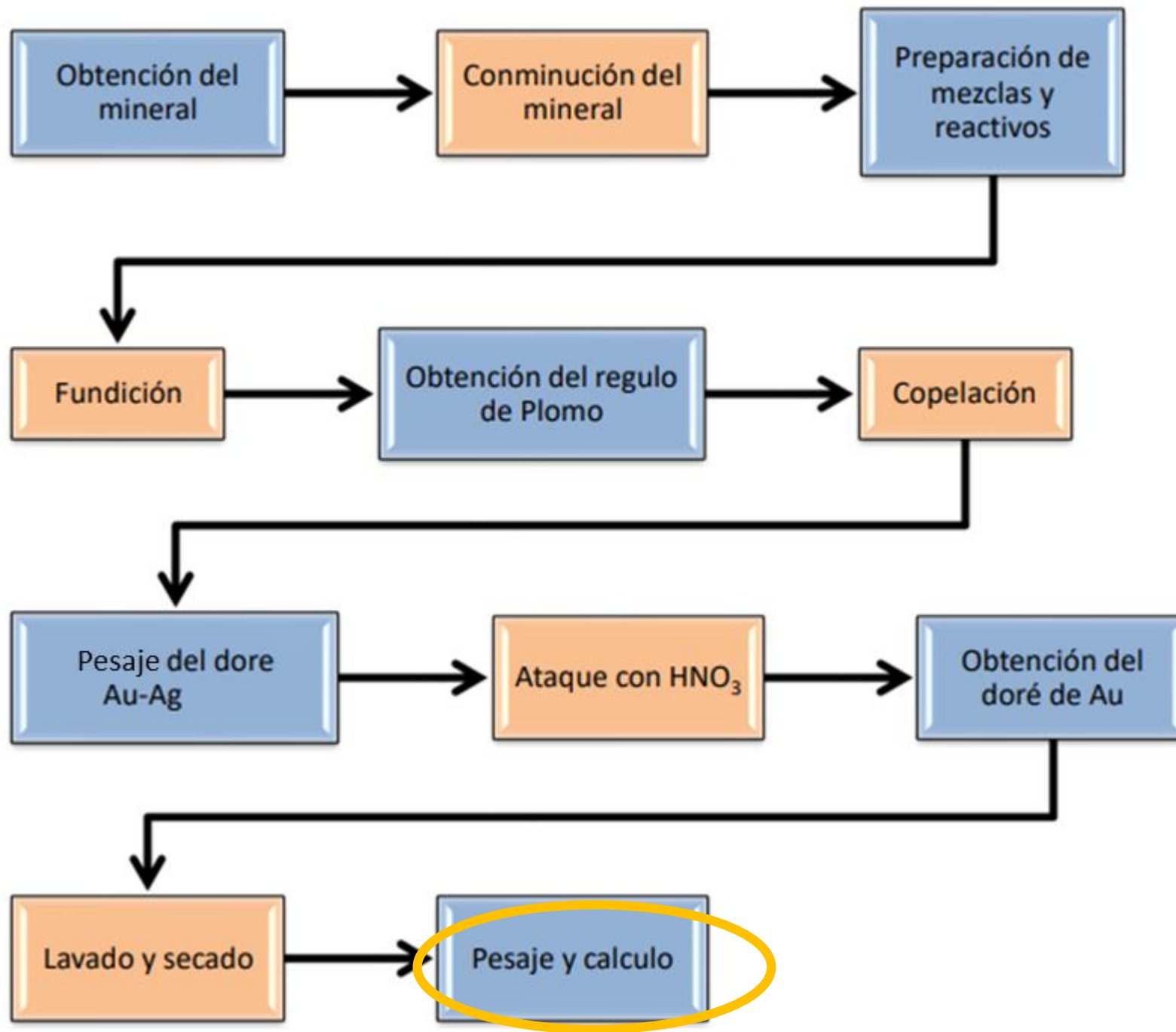




Ataque Químico de dore









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



TROY RESOURCES ARGENTINA
HOJA DE TRABAJO N° 20486
Estrada (AU) - AA3005) Au Sólido FAS 30/30

OP	DESCRIPCIÓN	UNIDAD	VALOR
001
002
003
004
005
006
007
008
009
010
011
012
013
014
015
016
017
018
019
020

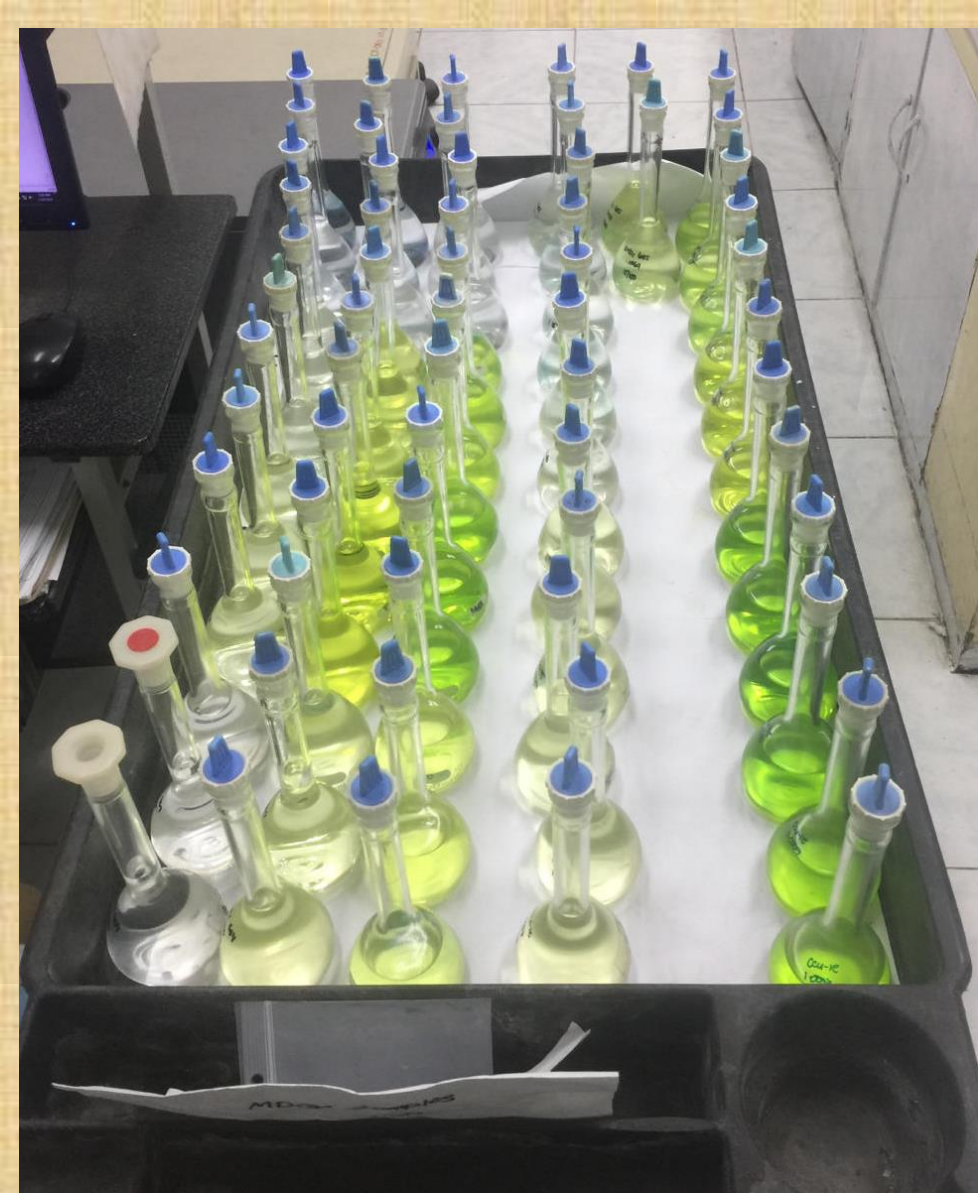
PLAN DE ANALISIS

ANÁLISIS DE ...

FECHA DE ...

ANÁLISIS DE ...

FECHA DE ...



MUCHAS GRACIAS