

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN
GEOLÓGICO Y ENERGÉTICO



EL
GOBIERNO
DE TODOS



INSTRUCTIVO: “ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO” POR EL MÉTODO DE ENSAYO AL FUEGO

Enero 2019
Quito-Ecuador

Iñaquito N35-37 y Juan Pablo Sanz

Edificio de Economistas de Pichincha, 4to piso

Tel.: (593)-2 393 1390

Quito - Ecuador

www.geoenergia.gob.ec

INTRODUCCIÓN

La Ley de Minería, publicada en el Registro Oficial Suplemento N° 517, de 29 de enero de 2009, mediante el artículo 10 crea el Instituto de Investigación Geológico Minero Metalúrgico INIGEMM, como una entidad de derecho Público, con personalidad jurídica, autonomía administrativa, técnica, económica, financiera y patrimonio propio, encargada de realizar actividades de investigación, desarrollo tecnológico e innovación en materia Geológica, Minera y Metalúrgica.

El Decreto Ejecutivo N° 399, suscrito por el Señor Presidente Constitucional de la República, el mismo que en su parte pertinente menciona:

“Fusiónese por absorción el Instituto Nacional de Eficiencia Energética y Energías Renovables al Instituto Nacional de Investigación Geológico, Minero y Metalúrgico, y una vez concluido el proceso de fusión por absorción modifíquese su denominación a "Instituto de Investigación Geológico y Energético", el mismo que será adscrito al Ministerio de Energía y Recursos Naturales No Renovables”

Las Disposiciones Generales Sexta y Octava del Decreto Ejecutivo No. 399 establecen: **“Sexta.-** Una vez concluido el proceso de fusión por absorción, en la normativa vigente en donde se haga referencia al "Instituto Nacional de Eficiencia Energética y Energías Renovables"; y, al "Instituto Nacional de Investigación Geológico, Minero y Metalúrgico" léase "Instituto de Investigación Geológico y Energético".

“Octava.- Los derechos y obligaciones constantes en convenios, contratos u otros instrumentos jurídicos, nacionales o internacionales que le correspondían al Instituto Nacional de Eficiencia Energética y Energías Renovables pasarán a formar parte del patrimonio institucional del Instituto de Investigación Geológico y Energético”.

El Artículo único del Decreto Ejecutivo N° 471, suscrito por el Señor Presidente Constitucional de la República, del 8 de agosto de 2018, menciona:

“El plazo para la fusión por absorción es ampliado por treinta (30) días contados a partir de la entrada en vigencia del presente Decreto Ejecutivo.”

El Ministerio de Energía y Recursos Naturales no Renovables con el fin de contribuir en las diligencias judiciales llevadas a cabo por la Fiscalía General del Estado, ha coordinado con el Instituto de Investigación Geológico y Energético, la ejecución del “Análisis Químico para la determinación de Oro” para muestras de material minero confiscadas.

Este documento contiene instrucciones para los usuarios, su objetivo es hacer conocer el flujo de trabajo que debe seguir el laboratorio químico del IIGE, a partir de la entrega-recepción de la o las muestras de roca en su laboratorio ubicado en Quito. Describe además, las etapas que se realizan durante la ejecución del método “ENSAYO AL FUEGO” para determinación de oro, hasta el reporte de resultados, el cual se entrega mediante oficio al solicitante.

INSTRUCTIVO: ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA DETERMINACIÓN DE ORO POR EL MÉTODO DE ENSAYO AL FUEGO

Este instructivo indica el proceso al cual deben someterse las muestras para la determinación de oro, los tiempos requeridos y las condiciones necesarias para la ejecución del ensayo.

DESARROLLO

Para la determinación de oro por la técnica de ENSAYO AL FUEGO en muestras de roca se realiza lo siguiente:

1. Solicitud de análisis
2. Ingreso de muestras
3. Determinación analítica
4. Reporte de resultados
5. Devolución de muestras sobrantes

1. Solicitud de análisis

Consiste en la petición formal, mediante oficio, dirigido al Director Ejecutivo del Instituto de Investigación Geológico y Energético, donde se indica el análisis a realizar (determinación de oro por ensayo al fuego), el número o cantidad de muestras, el tipo de muestras (rocas) y sus códigos respectivos.

2. Ingreso de muestras

Consiste en el acto de entrega recepción de las muestras físicas, que queda evidenciado en la cadena de custodia interna de laboratorio código RE-GE-0203, en el cual se registran datos como:

- Proyecto/Cliente
- Zona de estudio (si aplicase)
- Dirección/Proceso (si aplicase)
- Teléfono/Correo
- Enviado por
- Autorizado por
- Recibido por
- Número o cantidad de muestras
- Matriz de la muestra (roca, sedimento, agua)
- Código de la muestra

- Tipo de ensayo a realizar (ensayo al fuego)

En el ingreso de muestras, se comprueba que los códigos de la solicitud sean los mismos que los códigos de las muestras físicas. En la cadena de custodia interna quedará registrada cualquier novedad tanto de las muestras como de la solicitud.

3. Determinación Analítica (etapas)

Consiste en un proceso físico & químico que se dan a las muestras para realizar la determinación de oro por ensayo al fuego, en el cual intervienen varios técnicos y analistas, los mismos que realizan los siguientes pasos:

- Secado
- Trituración
- Pulverización
- Tostación
- Fundición
- Copelación
- Disolución
- Lectura instrumental
- Análisis de datos y reporte

Acotación: Cada etapa o paso es fundamental y debe cumplirse en el orden expuesto.

- Secado:** Consiste en la eliminación de la humedad de la muestra con el uso de estufas de convección forzada a 50°C, la o las muestras deben permanecer en este paso de 1 a 3 días.



- Trituración:** Consiste en la reducción del tamaño de la muestra (roca) a aproximadamente 3 mm, mediante el uso de una trituradora de mandíbulas.

Dependiendo de la cantidad y el número de muestras que procesa el laboratorio, esta actividad se lleva a cabo en un día.



- c) **Pulverización:** Consiste en la reducción del tamaño de una porción muestra triturada a aproximadamente $75 \mu\text{m}$, mediante el uso de una pulverizadora de anillos. Dependiendo de la cantidad y el número de muestras que procesa el laboratorio, esta actividad se lleva a cabo en un día.



- d) **Tostación:** Consiste en someter a la muestra pulverizada a 800°C para la oxidación de posibles sulfuros, mediante el uso de un horno, esta actividad se lleva a cabo en un día.



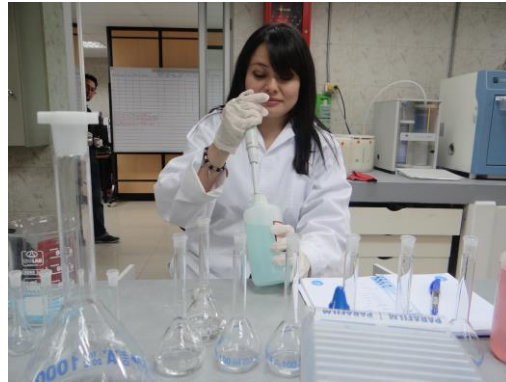
- e) **Fundición:** Consiste en someter a la muestra tostada (previamente mezclada con reactivos) a 1.000°C para obtener una fase metálica en la cual posiblemente está contenido el oro de la muestra, esto se realiza mediante el uso de un horno, esta actividad se lleva a cabo en un día.



- f) **Copelación:** Consiste en someter a la fase metálica de la fundición a 900°C para obtener una esfera (denominada doré) en la cual posiblemente está contenido el oro de la muestra, esto se realiza mediante el uso de un horno, esta actividad se lleva a cabo en un día.



- g) **Disolución:** Consiste en someter a la esfera (doré) que se obtuvo en la copelación, al ataque de ácidos con el objetivo de llevar a la muestra a una fase líquida, esto se realiza mediante el uso de un bloque de calentamiento (hot block). Dependiendo de la cantidad y el número de muestras que procesa el laboratorio, esta actividad se lleva a cabo entre 1 y 2 días.



- h) **Lectura Analítica:** Consiste en el análisis con el espectrómetro de Absorción Atómica de la fase líquida que se obtuvo en la disolución, con el fin de obtener la concentración de oro presente en la muestra.



- i) **Análisis de datos y reporte:** Consiste en la verificación de los datos que se obtuvieron en la lectura analítica, los cuales son plasmados en un reporte de resultados.

4. Reporte de resultados

El reporte de resultados indica valores que se obtuvieron durante el análisis, en el caso del ensayo al fuego indica la concentración de oro que tiene la muestra. Este resultado se presenta en partes por millón (ppm), el cual significa: los miligramos de oro contenidos en un kilogramo de muestra (mg/kg) ó lo que es lo mismo, gramos de oro contenidos en una tonelada de muestra (g/t).

El reporte contiene la siguiente información:

- Nombre del Laboratorio
- Código del reporte u orden de trabajo
- Nombre del Cliente
- Dirección del cliente

- Fecha de recepción
- Fecha del reporte
- Matriz (roca)
- Método
- Resultados
- Notas
- Firmas de responsabilidad

Acotación: El reporte estará firmado por el responsable del laboratorio.

5. Devolución de muestras sobrantes

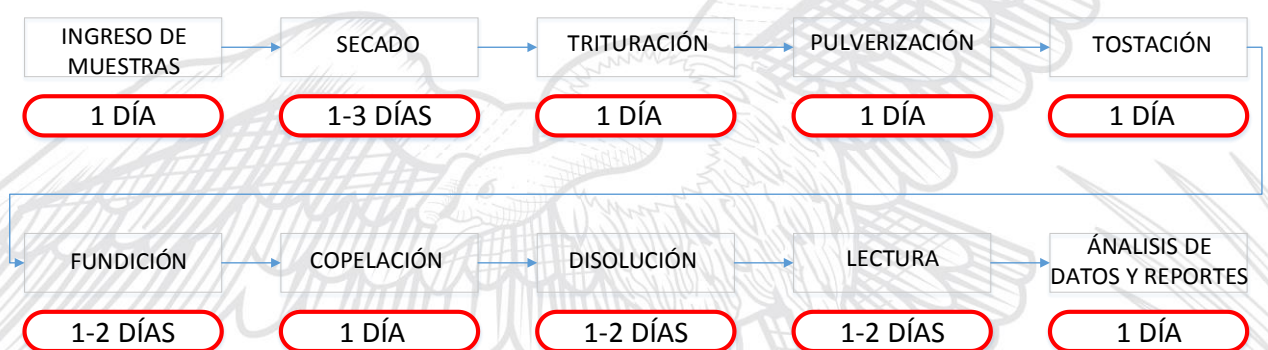
El ensayo utiliza alrededor de 500 gramos de muestra, por lo cual el sobrante es devuelto al cliente, firmando el registro interno de laboratorio: RE-GE-0922 “Devolución de sobrantes”.

El sobrante de las muestras debe ser retirado por el cliente y entregado por un delegado del laboratorio químico del **IIGE**, ubicado en la ciudad de Quito.

PERIODO DE EJECUCIÓN DE ANÁLISIS

Para el análisis químico de determinación de oro por el método de ensayo al fuego, se debe cumplir con procesos mecánicos, físicos, químicos y tiempos de ejecución específicos, los cuales se indican en el siguiente diagrama:

DIAGRAMA DE FLUJO DE TRABAJO vs. DÍAS REQUERIDOS



Acotación: En el diagrama de flujo indica los pasos a seguir para la determinación de oro por ensayo al fuego con los días de procesamiento, dando un **total entre 10 y 15 días laborables**.

NOTAS

- A. El análisis químico para la determinación de oro por el método de ensayo al fuego antes descrito, tendrá una duración aproximada de (15) días. Estos días son término (laborables).
- B. Dichos plazos se contarán una vez se realice la recepción de las muestras en los laboratorios del IIGE. Previa autorización de la realización del análisis por parte del Director Ejecutivo del IIGE.
- C. Los códigos de las muestras señalados en los FORMULARIOS ÚNICOS DE CADENA DE CUSTODIA, así como en los oficios de solicitudes de análisis, deberán ser los mismos que los códigos marcados en las muestras. Frente al incumplimiento de este particular esta institución realizará el análisis requerido, dejando señalado el particular (no correlación de códigos) por escrito.
- D. Si las muestras son recibidas mediante encomienda, se realizará el análisis requerido, señalando este particular por escrito.
- E. Los plazos referidos en el literal A. que precede pueden modificarse por caso fortuito o fuerza mayor ocurridos en cualquiera de las etapas del proceso analítico antes descrito. En ese caso el IIGE notificará al solicitante de lo ocurrido, así como del nuevo término de entrega de resultados.
- F. Por la naturaleza del análisis de la determinación de oro por ensayo al fuego, no es pertinente señalar un día cierto en el cual se lleve a cabo la diligencia, ya que se trata de un proceso cuya ejecución debe realizarse en etapas. El laboratorio del IIGE procesará las solicitudes ingresadas en los tiempos expuestos en este instructivo.
- G. La cantidad mínima de muestra (roca) para ensayo al fuego debe ser de 500 gramos y la máxima dependerá del criterio técnico de la persona que recoja la muestra.
- H. Debido a la capacidad operativa del laboratorio del IIGE y a la entrega pronta de resultados, esta institución procederá únicamente con el análisis de determinación de oro (Au) de las muestras que ingresen, no siendo procedente la determinación de multielementos, tipo de mineral u otros análisis. Solicitudes en ese sentido no podrán ser solventadas.
- I. El sobrante de las muestras deberán ser retiradas del laboratorio químico del IIGE, mediante cadena de custodia en un término de 15 días posteriores a la entrega de los resultados, caso contrario, el Instituto no se responsabiliza de las mismas.
- J. La determinación de oro por ensayo al fuego es realizada por un grupo de personas que realizan las diferentes etapas de la determinación analítica.

GLOSARIO

Ensayo al fuego: Es un método analítico que consiste en fundir a la muestra usando reactivos adecuados para obtener dos fases líquidas: una escoria constituida principalmente por silicatos complejos y una fase metálica constituida por plomo, el cual colecta el oro (Au); que posteriormente será sometidos a Análisis Químico.

Fundición: Es un proceso físico que consiste en calentar y reducir la mena mineral para obtener un metal puro, y separarlo de la ganga y otros posibles elementos.

Copelación: Es un proceso de refinado en la metalurgia en el que las menas o metales aleados se tratan a temperaturas muy altas y en operaciones controladas para separar los metales nobles como el oro, a partir de los metales de base como plomo, cobre, zinc, arsénico, antimonio o bismuto, presentes en el mineral.

Doré: Es una mezcla impura y sin refinar de oro metálico.

Tostación: Es un paso en la transformación de ciertas menas metálicas. Más específicamente, el tostado es un proceso metalúrgico que implica reacciones sólido-gas a temperaturas elevadas con el fin de purificar el componente metálico.

Espectrómetro de Absorción Atómica: Es un equipo analítico que permite medir las concentraciones específicas de un material en una mezcla para la determinación cualitativa y cuantitativa de elementos químicos.

Muestra: Es una parte o cantidad pequeña de algo que se considera representativa del total y que se toma o se separa de ella con ciertos métodos para someterla a estudio, análisis o experimentación.

Matriz: Es el tipo de material que conforma la muestra como como rocas, sedimentos, aguas.

Método: Modo ordenado y sistemático de proceder para llegar a un resultado o fin determinado.

Mena: Es un mineral o agregado de minerales del que se puede extraer aquel elemento o elementos en cantidad suficiente para que sean aprovechables.